



HAL
open science

Contribution à la compréhension des mécanismes élémentaires d'usure douce des élastomères chargés réticulés

Gilles Petitdet

► **To cite this version:**

Gilles Petitdet. Contribution à la compréhension des mécanismes élémentaires d'usure douce des élastomères chargés réticulés. Analyse de données, Statistiques et Probabilités [physics.data-an]. Ecole Centrale de Lyon, 2003. Français. NNT : . tel-00003258

HAL Id: tel-00003258

<https://theses.hal.science/tel-00003258>

Submitted on 14 Aug 2003

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THESE

présentée devant

L'ECOLE CENTRALE DE LYON

pour obtenir le grade de **DOCTEUR**

Spécialité **MECANIQUE**

par

Gilles PETITET

CONTRIBUTION A LA COMPREHENSION DES MECANISMES
ELEMENTAIRES D'USURE DOUCE
DES ELASTOMERES CHARGES RETICULES

Directeur de thèse : Jean-Luc LOUBET
Co-directeurs de thèse : Denis MAZUYER et Hassan ZAHOUANI

Soutenue le 3 Février 2003
devant la commission d'examen

Jury :	Jean-François JOANNY	Président
	Costantino CRETON	Rapporteur
	Claude STOLZ	Rapporteur
	Jean-Marie GEORGES	
	Jean-Luc LOUBET	
	Didier MIRATON	

THESE

présentée devant

L'ECOLE CENTRALE DE LYON

pour obtenir le grade de **DOCTEUR**

Spécialité **MECANIQUE**

par

Gilles PETITET

CONTRIBUTION A LA COMPREHENSION DES MECANISMES
ELEMENTAIRES D'USURE DOUCE
DES ELASTOMERES CHARGES RETICULES

Directeur de thèse : Jean-Luc LOUBET
Co-directeurs de thèse : Denis MAZUYER et Hassan ZAHOUANI

Soutenue le 3 Février 2003
devant la commission d'examen

Jury :	Jean-François JOANNY	Président
	Costantino CRETON	Rapporteur
	Claude STOLZ	Rapporteur
	Jean-Marie GEORGES	
	Jean-Luc LOUBET	
	Didier MIRATON	

ECOLE CENTRALE DE LYON
Liste des personnes habilitées à diriger des recherches

A	<i>AIT-EL-HADJ Smâil</i>	<i>professeur</i>	GRESTI	ECL
	<i>ARQUES Philippe</i>	<i>professeur</i>		ECL
	<i>AURIOL Philippe</i>	<i>professeur</i>	CEGELY	ECL
	<i>BAILLY Christophe</i>	<i>maître de conférence</i>	LMFA	ECL
B	<i>BATAILLE Jean</i>	<i>professeur</i>	LMFA	UCBL
	<i>BAYADA Guy</i>	<i>professeur</i>	MAPLY	INSA
	<i>BEN HADID Hamda</i>	<i>professeur</i>	LMFA	UCBL
	<i>BERGHEAU Jean-Michel</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ENISE
	<i>BEROUAL Abderrhamane</i>	<i>professeur</i>	CEGELY	ECL
	<i>BERTOGLIO Jean-Pierre</i>	<i>directeur de recherche</i>	LMFA	CNRS
	<i>BLAIZE Alain</i>	<i>maître de conférence</i>	LTDS	UCBL
	<i>BLANC-BENON Philippe</i>	<i>directeur de recherche</i>	LMFA	CNRS
	<i>BLANCHET Robert</i>	<i>professeur</i>	LEOM	ECL
	<i>BRUN Maurice</i>	<i>professeur</i>	LMFA	ECL
	<i>BUFFAT Marc</i>	<i>professeur</i>	LMFA	UCBL
C	<i>CAMBON Claude</i>	<i>directeur de recherche</i>	LMFA	CNRS
	<i>CAMBOU Bernard</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ECL
	<i>CARRIERE Philippe</i>	<i>chargé de recherche</i>	LMFA	CNRS
	<i>CHAMBAT Michèle</i>	<i>professeur</i>	MAPLY	UCBL
	<i>CHAMPAGNE Jean- yves</i>	<i>maître de conférence</i>	LMFA	INSA
	<i>CHAMPOUSSIN Jean-Claude</i>	<i>professeur</i>	LMFA	ECL
	<i>CHAUVET Jean-Paul</i>	<i>professeur</i>	IFOS	ECL
	<i>CHEN Liming</i>	<i>professeur</i>	ICTT	ECL
	<i>CLERC Guy</i>	<i>professeur</i>	CEGELY	UCBL
	<i>COMTE-BELLOT Geneviève</i>	<i>professeur émérite</i>	LMFA	ECL
	<i>COQUILLET Bernard</i>	<i>maître de conférence</i>	IFOS	ECL
	<i>CREPEL Pierre</i>	<i>chargé de recherche</i>	MAPLY	CNRS
	D	<i>DAVID Bertrand</i>	<i>professeur</i>	ICTT
<i>DUBUJET Philippe</i>		<i>maître de conférence</i>	LTDS	ECL
E	<i>ESCODIE Dany</i>	<i>chargé de recherche</i>	LMFA	CNRS
F	<i>FERRAND Pascal</i>	<i>directeur de recherche</i>	LMFA	CNRS
G	<i>GAFFIOT Frédéric</i>	<i>professeur</i>	LEOM	ECL
	<i>GAGNAIRE Alain</i>	<i>maître de conférence</i>	LEOM	ECL
	<i>GALLAND Marie-Annick</i>	<i>maître de conférence</i>	LMFA	ECL
	<i>GAY Bernard</i>	<i>professeur</i>	LMFA	UCBL
	<i>GENCE Jean-Noël</i>	<i>professeur</i>	LMFA	UCBL
	<i>GENDRY Michel</i>	<i>chargé de recherche</i>	LEOM	CNRS
	<i>GEORGES Jean-Marie</i>	<i>professeur émérite</i>	LTDS	CNRS
	<i>GRENET Geneviève</i>	<i>directeur de recherche</i>	LEOM	CNRS
	<i>GUIRALDENQ Pierre</i>	<i>chargé de recherche</i>	LMFA	UCBL

H	<i>HAMADICHE Mahmoud</i>	<i>maître de conférence</i>	LMFA	UCBL
	<i>HEIBIG Arnaud</i>	<i>professeur</i>	MAPLY	INSA
	<i>HELLOUIN Yves</i>	<i>maître de conférence</i>		ECL
	<i>HENRY Daniel</i>	<i>chargé de recherche</i>	LMFA	CNRS
	<i>HERRMANN Jean-Marie</i>	<i>directeur de recherche</i>	IFOS	CNRS
	<i>HOLLINGER Guy</i>	<i>directeur de recherche</i>	LEOM	CNRS
J	<i>JAFFREZIC-RENAULT Nicole</i>	<i>directeur de recherche</i>	IFOS	CNRS
	<i>JEANDEL Denis</i>	<i>professeur</i>	LMFA	ECL
	<i>JEZEQUEL Louis</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ECL
	<i>JOSEPH Jacques</i>	<i>professeur</i>	LEOM	ECL
	<i>JUVE Daniel</i>	<i>professeur</i>	LMFA	ECL
	<i>JUVE Denyse</i>	<i>ingénieur de recherche</i>	IFOS	ECL
K	<i>KAPSA Philippe</i>	<i>directeur de recherche</i>	LTDS	CNRS
	<i>KRAHENBUHL Laurent</i>	<i>directeur de recherche</i>	CEGELY	CNRS
	<i>KRAWCZYK Stanislas</i>	<i>directeur de recherche</i>	LEOM	CNRS
L	<i>LACHAL Aimé</i>	<i>PRAG</i>	MAPLY	INSA
	<i>LANCE Michel</i>	<i>professeur</i>	LMFA	UCBL
	<i>LANGLADE-BOMBA Cécile</i>	<i>maître de conférence</i>	IFOS	ECL
	<i>LE HELLEY Michel</i>	<i>professeur</i>		ECL
	<i>LEBOEUF Francis</i>	<i>professeur</i>	LMFA	ECL
	<i>LOUBET Jean-Luc</i>	<i>directeur de recherche</i>	LTDS	CNRS
	<i>LYONNET Patrick</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ENISE
M	<i>MAITRE Jean-François</i>	<i>professeur</i>	MAPLY	ECL
	<i>MARION Martine</i>	<i>professeur</i>	MAPLY	ECL
	<i>MARTELET Claude</i>	<i>professeur</i>	IFOS	ECL
	<i>MARTIN Jean-Michel</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ECL
	<i>MARTIN Jean-René</i>	<i>professeur</i>	IFOS	ECL
	<i>MATHIA Thomas</i>	<i>directeur de recherche</i>	LTDS	CNRS
	<i>MATHIEU Jean</i>	<i>professeur émérite</i>	LMFA	ECL
	<i>MAZUYER Denis</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ECL
	<i>MIDOL Alain</i>	<i>maître de conférence</i>	LTDS	UCBL
	<i>MOREL Robert</i>	<i>professeur</i>	LMFA	INSA
	<i>MOUSSAOUI Mohand</i>	<i>professeur</i>	MAPLY	ECL
<i>MUSY François</i>	<i>maître de conférence</i>	MAPLY	ECL	
N	<i>NICOLAS Alain</i>	<i>professeur</i>	CEGELY	ECL
	<i>NICOLAS Laurent</i>	<i>directeur de recherche</i>	CEGELY	CNRS
P	<i>PERKINS Richard</i>	<i>professeur</i>	LMFA	ECL
	<i>PERRET-LIAUDET Joël</i>	<i>maître de conférence</i>	LTDS	ECL
	<i>PERRIN Jacques</i>	<i>professeur</i>		INSA
	<i>PICHAT Pierre</i>	<i>directeur de recherche</i>	IFOS	CNRS
	<i>POUSIN Jérôme</i>	<i>professeur</i>	MAPLY	INSA
	<i>PONSONNET Laurence</i>	<i>maître de conférence</i>	IFOS	ECL
	<i>PREVOT Patrick</i>	<i>professeur</i>	ICTT	INSA

R	<i>REBOUX Jean-Luc</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ENISE
	<i>ROBACH Yves</i>	<i>professeur</i>	LEOM	ECL
	<i>ROJAT Gérard</i>	<i>professeur</i>	CEGELY	UCBL
	<i>ROUSSEAU Jacques</i>	<i>professeur émérite</i>	LTDS	ENISE
	<i>ROUY Elisabeth</i>	<i>professeur</i>	MAPLY	ECL
S	<i>SALVIA Michelle</i>	<i>maître de conférence</i>	IFOS	ECL
	<i>SANDRI Dominique</i>	<i>maître de conférence</i>	MAPLY	UCBL
	<i>SCHATZMAN Michelle</i>	<i>directeur de recherche</i>	MAPLY	CNRS
	<i>SCOTT Julian</i>	<i>professeur</i>	LMFA	ECL
	<i>SIDOROFF François</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ECL
	<i>SIMOENS Serge</i>	<i>chargé de recherche</i>	LMFA	CNRS
	<i>SOUTEYRAND Eliane</i>	<i>directeur de recherche</i>	IFOS	CNRS
	<i>STREMSDOERFER Guy</i>	<i>professeur</i>	IFOS	ECL
	<i>SUNYACH Michel</i>	<i>professeur</i>	LMFA	UCBL
T	<i>TARDY Jacques</i>	<i>directeur de recherche</i>	LEOM	CNRS
	<i>THOMAS Gérard</i>	<i>professeur</i>	CEGELY	ECL
	<i>THOUVEREZ Fabrice</i>	<i>maître de conférence</i>	LTDS	ECL
	<i>TREHEUX Daniel</i>	<i>professeur</i>	IFOS	ECL
V	<i>VANNES André-Bernard</i>	<i>professeur</i>	IFOS	ECL
	<i>VIKTOROVITCH Pierre</i>	<i>directeur de recherche</i>	LEOM	CNRS
	<i>VINCENT Léo</i>	<i>professeur</i>	IFOS	ECL
	<i>VOLPERT Vitaly</i>	<i>directeur de recherche</i>	MAPLY	CNRS
Z	<i>ZAHOUANI Hassan</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ENISE

« Les sciences ont deux extrémités qui se touchent. La première est la pure ignorance naturelle où se trouvent tous les hommes en naissant. L'autre extrémité est celle où arrivent les grandes âmes, qui, ayant parcouru tout ce que les hommes peuvent savoir, trouvent qu'ils ne savent rien, et se rencontrent en cette ignorance d'où ils étaient partis ; mais c'est une ignorance savante qui se connaît. Ceux d'entre deux, qui sont sortis de l'ignorance naturelle, et n'ont pu arriver à l'autre, ont quelque teinture de cette science suffisante, et font les entendus. Ceux-là troublent le monde, et jugent mal de tout. »¹

¹ B. PASCAL, *Œuvres complètes, II*, éd. Le Guern, Pléiade, Gallimard, Paris, 2000.

*A mes parents,
A ma famille,*

Avant-propos

La thèse a été réalisée au Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes, UMR CNRS 5513, sur un sujet proposé par la Manufacture Française des Pneumatiques Michelin.

Je remercie Monsieur Philippe Kapsa (Directeur de recherche CNRS, Ecole Centrale de Lyon, Ecully) de m'avoir accueilli dans son laboratoire et également Jean-Michel Martin (Professeur des Universités, Ecole Centrale de Lyon, Ecully) pour son accueil dans le Département de Science et Techniques des Matériaux et des Surfaces.

Je dois également remercier toute l'équipe qui m'a accueilli et épaulé chez Michelin et en particulier : Madame Mylène Vantal et Messieurs Guy Martin-Borret, Christophe Lemarchand, Pierre Zerlauth et Christophe Moriceau. Ils ont su m'encourager et faire preuve d'ouverture d'esprit tout au long de ce travail de thèse pour accepter mes résultats qui ont souvent mis à mal des convictions anciennes et profondément ancrées en interne. Ils m'ont aussi permis de découvrir et de mieux comprendre la société Michelin.

Je ne saurais trop exprimer ma profonde gratitude à Monsieur Jean-Luc Loubet (Directeur de recherche CNRS, Ecole Centrale de Lyon, Ecully), mon directeur de thèse, ainsi qu'à Messieurs Denis Mazuyer (Professeur des Universités, Ecole Centrale de Lyon, Ecully) et Hassan Zahouani (Professeur des Universités, Ecole Centrale de Lyon, Ecully), mes co-directeurs de thèse, pour leurs compétences, leurs conseils, leur disponibilité et la liberté qu'ils ont su me laisser. Ce « multi-encadrement », rendu nécessaire par la grande complexité du sujet proposé, m'a permis de développer mes connaissances scientifiques et d'enrichir ma réflexion sur la nécessité et l'intérêt de confronter ses idées dans un esprit toujours constructif. Ces trois années passées à travailler ensemble ont été pour moi extrêmement formatrices.

Je suis reconnaissant à Monsieur Jean-François Joanny (Professeur des Universités, Institut Curie, Paris) de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury. Je remercie aussi Messieurs Costantino Creton (Directeur de recherche CNRS, Ecole Supérieure de Physique et de Chimie Industrielles, Paris) et Claude Stolz (Directeur de recherche CNRS, Ecole Polytechnique, Palaiseau) d'avoir accepté d'être rapporteur de mon travail. Je tiens également à exprimer ma gratitude à Monsieur Jean-Marie Georges (Professeur Emérite des Universités, Ecole Centrale de Lyon, Ecully) qui, par ses remarques très pertinentes, m'a fait profiter de son expérience. Je remercie enfin Monsieur Didier Miraton (Directeur de la recherche, Michelin, Clermont-Ferrand) de m'avoir fait l'honneur de faire partie de mon jury.

Enfin, je tiens à remercier toutes les personnes que j'ai côtoyées au laboratoire – permanentes, « intermittentes » ou stagiaires – et qui m'ont permis de travailler dans une ambiance conviviale que j'ai particulièrement appréciée. J'ai, en outre, eu la chance de faire partie de deux équipes dans lesquelles la bonne humeur était alliée à une grande compétence. Ainsi, je voudrais ici leur rendre hommage et les nommer comme j'avais coutume de les appeler au quotidien : Alexandra, André, Christophe, Cyril, Damien, Denis, Elodie, Frédéric, Guillaume, Hassan, Hugues, Jean-Luc, Julien, Juliette, Patricia, Rémi, Robert, Sandrine, Serge, Soline, Sophie, Stéphane.

*Gilles Petitot
Février 2003*

SOMMAIRE

SOMMAIRE.....	XIII
NOMENCLATURE.....	XVI
INTRODUCTION GÉNÉRALE	1
CHAPITRE 1 : PRÉSENTATION DE L'ÉTUDE ET BIBLIOGRAPHIE.....	2
1. INTRODUCTION.....	3
2. PRÉSENTATION DU SUJET ET PROBLÉMATIQUE	5
2.1. RÔLE ET STRUCTURE D'UN PNEUMATIQUE	5
2.2. CONTEXTE GÉNÉRAL DE L'USURE D'UN PNEUMATIQUE.....	5
2.3. GLISSEMENTS À L'INTERFACE PNEUMATIQUE / CHAUSSÉE	7
2.4. BILAN.....	8
3. PRINCIPAUX MODES D'USURE	9
3.1. USURE PAR ABRASION, ÉROSION ET CAVITATION	9
3.2. USURE PAR FATIGUE ET DÉLAMINATION.....	11
3.3. USURE ADHÉSIVE	12
3.4. AUTRES TYPES D'USURE.....	14
3.5. BILAN.....	14
4. MODES D'USURE DES ÉLASTOMÈRES.....	15
4.1. ASPECT PHÉNOMÉNOLOGIQUE.....	15
4.2. MODÈLES D'USURE	19
4.3. BILAN.....	27
5. CONCLUSION.....	28
BIBLIOGRAPHIE.....	29
CHAPITRE 2 : MATÉRIAUX ET PRINCIPAUX MOYENS MIS EN ŒUVRE	33
1. INTRODUCTION	33
2. PROPRIÉTÉS DES ÉLASTOMÈRES CHARGÉS RÉTICULÉS	35
2.1. MATÉRIAUX DE L'ÉTUDE.....	35
2.2. STRUCTURE PHYSICO-CHIMIQUE.....	36
2.3. PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES	40
PRÉSENTATION D'UN TRIBOMÈTRE SPÉCIFIQUE ET DÉFINITION DES GRANDEURS ASSOCIÉES	43
3.1. PRÉSENTATION DU TRIBOMÈTRE.....	43
3.2. ANALYSE DES CONDITIONS DE FONCTIONNEMENT IMPOSÉES PAR LE TRIBOMÈTRE.....	47

4. RUGOSIMÈTRE OPTIQUE	57
4.1. DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL.....	57
4.2. CONDITIONS EXPÉRIMENTALES	57
4.3. GRANDEURS ACCESSIBLES.....	59
5. NANO-INDENTEUR.....	60
5.1. DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL.....	60
5.2. GRANDEURS ACCESSIBLES.....	62
6. CONCLUSION.....	66
BIBLIOGRAPHIE.....	67
CHAPITRE 3 : ANALYSE DE LA TOPOGRAPHIE DE SURFACE ET DE SON ÉVOLUTION	71
1. INTRODUCTION.....	71
2. ECHELLE MACROSCOPIQUE	73
2.1. OBJECTIF.....	73
2.2. CONDITIONS EXPÉRIMENTALES	73
2.3. RÉSULTATS	73
3. ECHELLE MÉSOSCOPIQUE.....	74
3.1. OBJECTIFS	74
3.2. CONDITIONS EXPÉRIMENTALES	74
3.3. RÉSULTATS	75
3.4. VALIDATIONS.....	84
3.5. BILAN.....	86
4. ECHELLE MICROSCOPIQUE.....	87
4.1. CRATÈRES D'USURE	87
4.2. RIDES D'USURE	94
5. CONCLUSION.....	95
BIBLIOGRAPHIE.....	96
CHAPITRE 4 : ANALYSE DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DE SURFACE ET DE LEURS ÉVOLUTIONS.....	97
1. INTRODUCTION.....	97
2. ECHELLE MACROSCOPIQUE – ESSAIS EN CISAILLEMENT SIMPLE	99
2.1. OBJECTIF.....	99
2.2. CONDITIONS EXPÉRIMENTALES	99
2.3. RÉSULTATS	99
3. ECHELLE MÉSOSCOPIQUE.....	101
3.1. OBJECTIFS	101
3.2. CONDITIONS EXPÉRIMENTALES	101
3.3. RÉSULTATS	103
4. ECHELLE MICROSCOPIQUE.....	102
4.1. OBJECTIFS	112
4.2. CONDITIONS EXPÉRIMENTALES	112
4.3. RÉSULTATS	112

5. COMPARAISON ENTRE INDENTATION ET CARACTÉRISATIONS VOLUMIQUES.....	117
5.1. DÉFORMATION INDUITE PAR UN ESSAI D'INDENTATION	117
5.2. TRACTION ET INDENTATION	118
6. CONCLUSION.....	120
BIBLIOGRAPHIE.....	121
CHAPITRE 5 : COMPLÉMENTS ET PROPOSITION D'UN MÉCANISME DE CRÉATION DES CRATÈRES D'USURE	123
1. INTRODUCTION	123
2. FROTTEMENT.....	125
2.1. OBJECTIFS	125
2.2. EFFET VITESSE DE GLISSEMENT ET TEMPÉRATURE.....	125
2.3. EFFET CHARGE NORMALE.....	126
2.4. BILAN.....	129
3. PERTE DE MASSE.....	130
3.1. OBJECTIFS	130
3.2. CONDITIONS EXPÉRIMENTALES	130
3.3. RÉSULTATS.....	130
3.4. BILAN.....	132
4. RÔLE DES AGGLOMÉRATS	133
4.1. NOMBRE DE CRATÈRES ET D'AGGLOMÉRATS	133
4.2. TAILLE DES CRATÈRES ET DES AGGLOMÉRATS	133
4.3. BILAN.....	134
5. PROPOSITION D'UN MÉCANISME DE CRÉATION DES CRATÈRES D'USURE.....	134
5.1. EXPLICATIONS.....	134
5.2. VALIDATIONS	136
6. CONCLUSION.....	141
BIBLIOGRAPHIE.....	141
CONCLUSION GÉNÉRALE	143
BIBLIOGRAPHIE.....	145

Nomenclature

Voici, ci-après, les principales notations utilisées dans le rapport. Leur signification est rappelée lors de leur première utilisation. Les notations n'intervenant qu'une seule fois ne figurent pas ici.

a	Rayon de contact
a_{∞}	Rayon de contact dans un milieu semi-infini
A_r	Aire réelle de contact
A_N	Aire de contact selon le plan de la surface de l'échantillon
A_T	Aire de contact selon un plan normal à F_T
C	Courbure
C_1 et C_2	Constant de l'équivalente temps-température
e	Épaisseur de l'éprouvette d'essai
E	Module d'Young ($E = (E'^2 + E''^2)^{1/2}$)
E^*	Module réduit ($E^* = E/(1-\nu^2)$)
E'	Module de restitution
E''	Module de conservation
f	Facteur de frottement
f_{app}	Facteur de frottement apparent ($f_{app} = F_T/F_N$)
F_c	Force d'adhérence
F_N	Force normale
F_T	Force tangentielle
G	Module de cisaillement ($G^* = (G'^2 + G''^2)^{1/2}$)
G'	Module (de cisaillement) de restitution ($G' = E'/2(1+\nu)$)
G''	Module (de cisaillement) de conservation
h	Enfoncement ou hauteur
H	Dureté
J_2	Contrainte équivalente de von Mises
p_0	Pression maximale
R	Rayon de l'indenteur
S	Raideur
S	Raideur du contact
t	Temps
$\tan \delta$	Tangente de l'angle de perte ($\tan \delta = G''/G'$)
T_g	Température de transition vitreuse
v_g	Vitesse de glissement
v_u	Vitesse d'usure
w	Énergie d'adhérence
α, β	Angle
δ	Déplacement
ε	Déformation
ε_R	Déformation en rayage
ε_I	Déformation en indentation
$\dot{\varepsilon}$	Vitesse de déformation
$\dot{\varepsilon}_I$	Vitesse de déformation en indentation
$\dot{\varepsilon}_R$	Vitesse de déformation en rayage
ν	Coefficient de Poisson ($\nu = 1/2$ pour les matériaux de l'étude)
T	Température
ξ	Énergie spécifique d'usure
ζ	Taux d'usure

Sur chaque image représentant une surface usée, sont indiqués le sens et la direction du mouvement de l'indenteur, en supposant l'élastomère fixe et la bille mobile.

Introduction générale

L'expérience quotidienne que chacun d'entre nous a du comportement "du caoutchouc"¹ nous incite à le placer dans une catégorie bien à part parmi les matériaux polymères : cet élastomère est capable de beaucoup se déformer, absorbe très bien les vibrations... Ses spécificités le rendent quasiment indispensable pour certaines applications. Comment, en effet, imaginer, à notre époque, les pneumatiques, les semelles de chaussures, les joints d'étanchéité ou les essuie-glaces sans cette matière.

Les travaux de recherche, entrepris de manière scientifique ou empirique sur les élastomères, ont considérablement augmenté leurs performances depuis leurs premières utilisations. L'ajout de noir de carbone a, en particulier, accru leur résistance à l'usure par perte de masse. Les pneumatiques des véhicules de tourisme sont désormais capables de réaliser plus de 40000 km. Cependant, chacun libère dans la nature près de 3 kg de matière et constitue une source de dépense non négligeable pour l'utilisateur. Ainsi, la réduction de l'usure représente un enjeu important tant d'un point de vue écologique qu'économique.

À l'heure actuelle, les mécanismes responsables de l'usure des élastomères chargés réticulés ne sont toujours pas connus avec précision dans des configurations simples de sollicitation. Sur pneumatiques, ces mécanismes sont encore plus difficiles à appréhender à cause de la nature extrêmement complexe du contact des pneumatiques avec la chaussée : les conditions tribologiques *in situ* demeurent méconnues. Ces difficultés ont incité la Manufacture Française des Pneumatiques Michelin à s'adresser au Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes pour reproduire, analyser et expliquer un faciès d'usure précis apparaissant à la surface de l'élastomère dans des "conditions douces" de conduite – c'est-à-dire véhicule roulant à vitesse stabilisée en ligne droite –.

Ainsi, le premier chapitre de ce travail de thèse présente plus en détail toute la complexité du contact entre le pneumatique et la chaussée afin de mieux appréhender la difficulté que requiert l'étude d'un tel système. L'usure des élastomères étant un thème particulier de la tribologie – la science du frottement, de l'usure et de la lubrification –, les mécanismes généraux d'usure seront ensuite résumés pour, *in fine*, exposer les principaux résultats obtenus par les chercheurs travaillant spécifiquement sur l'usure des élastomères. Cette partie bibliographique se poursuivra dans le second chapitre par une définition des propriétés physico-chimiques et mécaniques des matériaux sur lesquels porte le travail.

Bien que les faciès d'usure étudiés soient créés dans des conditions de conduite douce, le mécanisme générant ces faciès d'usure demeure, malgré tout, très complexe. Il a donc été nécessaire de construire un moyen d'essai – ou tribomètre – recréant, en laboratoire, les conditions propices à la formation de ces faciès. Cette démarche, très courante en science, permet alors de disposer d'un système dont les variables sont connues ou maîtrisées : ce système est dit *analytique*. Celui-ci est présenté dans le chapitre 2.

Les moyens d'analyse sont introduits dans cette même partie. En effet, une fois les faciès d'usure générés, il est important de les étudier afin de mesurer et de quantifier les évolutions générées par l'essai. Pour un mécanicien, la connaissance de la morphologie et des propriétés mécaniques des surfaces est primordiale afin de déterminer les efforts et la réponse du matériau aux différentes conditions de sollicitation. Les résultats figurent dans les chapitre 3 et 4. L'approche de chacun de

¹ *Caoutchouc* vient de "caa o-chu" ou "cahuchu" dans la langue des Maïnas – peuple d'Amérique Centrale qui a disparu avec l'arrivée des conquistadors – qui signifie "bois qui pleure".

ces paramètres s'effectue à une échelle macroscopique, mésoscopique et microscopique. Ces trois dimensions d'étude apportent des informations complémentaires les unes aux autres, tout en se confirmant entre elles. Elles construisent ainsi un ensemble parfaitement cohérent et robuste.

La première partie du cinquième chapitre comporte quelques données supplémentaires sur le système tribologique pour permettre, dans une seconde et dernière partie, de proposer un mécanisme justifiant l'apparition des faciès caractéristiques de l'usure douce.

Chapitre 1 : Présentation de l'étude et bibliographie

1. Introduction

L'étude de l'usure douce des élastomères chargés réticulés s'inscrit dans le cadre d'un projet proposé par la Manufacture Française des Pneumatiques Michelin. L'usure est une performance importante des pneumatiques. Avant d'essayer de comprendre plus en avant les mécanismes générant l'usure, il convient d'abord d'appréhender toute la complexité que revêt le phénomène d'usure sur le pneumatique et également de fixer précisément les objectifs et les limites de l'étude. Les causes de l'usure pouvant être multiples, il conviendra ensuite de présenter succinctement les mécanismes d'usures les plus couramment rencontrés dans la pratique, pour enfin s'intéresser plus particulièrement aux observations et aux travaux déjà réalisés sur les élastomères réticulés chargés ou non chargés.

SOMMAIRE

CHAPITRE 1 : PRÉSENTATION DE L'ÉTUDE ET BIBLIOGRAPHIE.....	3
1. INTRODUCTION.....	3
2. PRÉSENTATION DU SUJET ET PROBLÉMATIQUE	5
2.1. RÔLE ET STRUCTURE D'UN PNEUMATIQUE	5
2.2. CONTEXTE GÉNÉRAL DE L'USURE D'UN PNEUMATIQUE.....	5
2.3. GLISSEMENTS À L'INTERFACE PNEUMATIQUE / CHAUSSÉE	7
2.4. BILAN.....	8
3. PRINCIPAUX MODES D'USURE	9
3.1. USURE PAR ABRASION, ÉROSION ET CAVITATION	9
3.2. USURE PAR FATIGUE ET DÉLAMINATION.....	11
3.3. USURE ADHÉSIVE	12
3.4. AUTRES TYPES D'USURE.....	14
3.5. BILAN.....	14
4. MODES D'USURE DES ÉLASTOMÈRES.....	15
4.1. ASPECT PHÉNOMÉNOLOGIQUE.....	15
4.1.1. <i>Principaux faciès d'usure.....</i>	<i>15</i>
4.1.2. <i>Identification des paramètres influents</i>	<i>17</i>
4.2. MODÈLES D'USURE	19
4.2.1. <i>Usure cohésive</i>	<i>20</i>
4.2.2. <i>Usure interfaciale.....</i>	<i>27</i>
4.3. BILAN.....	27
5. CONCLUSION.....	28
BIBLIOGRAPHIE.....	29

2. Présentation du sujet et problématique

2.1. Rôle et structure d'un pneumatique

Le pneumatique est un élément de liaison essentiel entre le véhicule et la chaussée. Il doit remplir des fonctions souvent contradictoires comme porter, rouler, amortir... et, point essentiel qui fait l'objet de cette étude, durer, sans pour autant pénaliser le guidage du véhicule et la transmission des efforts. Le produit final constitue donc un compromis entre différentes performances.

Le pneumatique se compose d'une carcasse qui en est l'ossature, de deux talons qui, par leur rigidité, assurent une bonne liaison avec la jante, et par suite avec le véhicule, d'un protecteur comprenant une bande de roulement, assurant la liaison avec la chaussée, et de deux flancs (Figure 1). La bande de roulement est réalisée en un matériau spécialement étudié pour résister à l'usure, aux chocs, aux flexions, à un large domaine de température et avoir un facteur de frottement le plus élevé possible, quelles que soient les conditions de conduite. Par ailleurs, sur sa face externe, la bande de roulement possède un certain nombre de sculptures assurant, au moins partiellement, l'évacuation de l'eau à l'interface pneumatique / route.

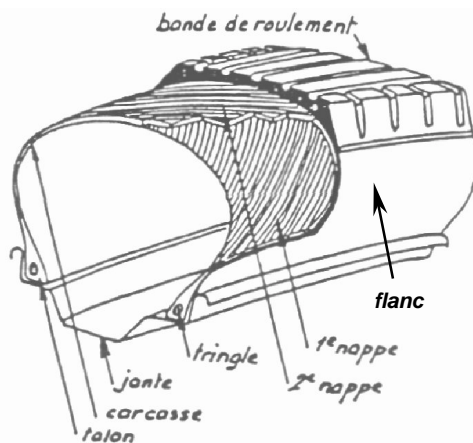


Figure 1 : Détails de la structure d'un pneumatique [Deutsch, 1975].

La transmission des efforts permettant de guider, arrêter et accélérer se situe au niveau de l'aire de contact. Celle-ci ne constitue qu'une petite surface au regard de son importance puisque, pour un véhicule de tourisme, l'aire apparente de contact entre le pneumatique et la chaussée est de la taille d'une carte postale !

2.2. Contexte général de l'usure d'un pneumatique

L'usure intervenant au niveau de la zone de contact dépend de cinq paramètres qui sont par ordre d'importance décroissante : le type de route et de conducteur, le pneumatique, le sol, le véhicule et la saison [Le Maître et coll., 1998]. Ces facteurs ont cependant des interactions entre eux. Le circuit et le style de conduite sont les paramètres prépondérants puisqu'ils déterminent les accélérations atteintes par le véhicule et par conséquent les efforts appliqués sur le pneumatique. Le véhicule se comporte comme une fonction de transfert qui communique via son comportement dynamique les efforts au pneumatique [Deutsch, 1975]. Celui-ci répond selon sa rigidité, sa résistance au frottement et à l'usure et son volume de matière encore disponible sur la bande de roulement, mais aussi selon le type de sol en contact. Il agit sur l'usure principalement *via* sa rugosité et la forme de ses aspérités. Les conditions atmosphériques (température, hygrométrie,...), en modifiant la rhéologie de l'interface, influent également sur l'usure.

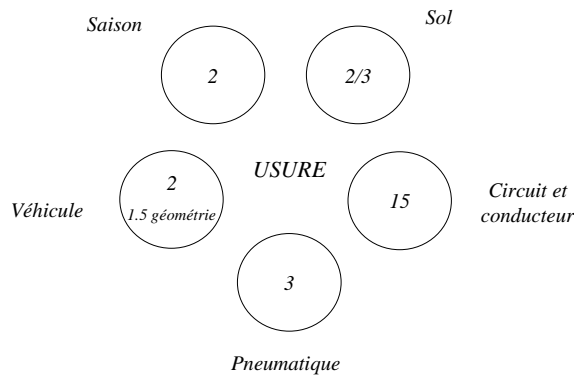
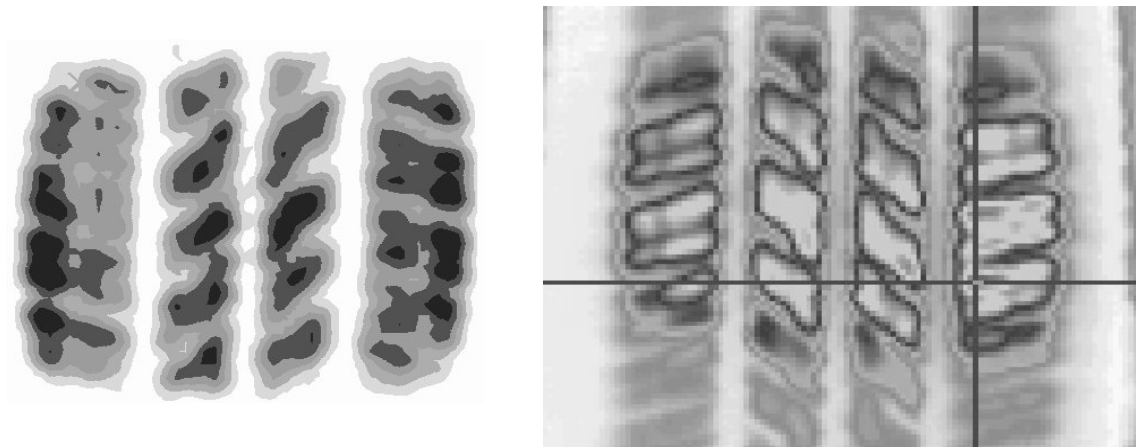


Figure 2 : Paramètres importants influant sur l'usure. Pour chacun d'entre eux figure un nombre indiquant son importance relative (d'après [Le Maître et coll., 1998]).

De nombreux travaux visent à mieux comprendre les conditions régnant à l'interface entre le pneumatique et la chaussée. L'expérience montre que la surface de contact varie linéairement en fonction de l'aplatissement du pneumatique et est indépendante de la pression de gonflage [Thirion et coll., 1964]. De plus, une augmentation de la vitesse s'accompagne généralement d'une légère augmentation de la surface de contact ainsi que d'une légère modification de la forme de cette dernière.

La pression normale varie d'un point à l'autre de l'aire de contact de manière assez complexe comme le montre [Roch, 2001] qui simule la distribution des pressions contact dans une modélisation simplifiée, quoiqu'assez complète, du contact entre une chaussée lisse et un pneumatique (Figure 3a). La pression et la température de contact dépendent de la position dans le contact et peuvent avoir de fortes variations.



a. Distribution des pressions. La nuance de gris la plus foncée correspond à 5 bar.

b. Distribution des températures lors d'un freinage ABS. La nuance de gris la plus foncée correspond à 58°C.

Figure 3 : Distributions des pressions et des températures sur un pneumatique de véhicule tourisme obtenues par simulation numérique [Roch, 2001].

La Figure 3b montre l'augmentation de température engendrée par le glissement d'un pneumatique freiné par ABS. L'augmentation de température est hétérogène dans le contact. Cette étude révèle l'extrême complexité d'analyse des conditions tribologiques régnant dans le système réel.

Plusieurs types d'usure sont identifiés en fonction du nombre de kilomètres réalisés par le pneumatique tourisme :

- sévère : pour moins de 30 000 km parcourus ;
- normal : entre 30 000 et 60 000 km parcourus ;
- doux : entre 60 000 et 90 000 km parcourus ;
- très doux : plus de 90 000 km parcourus.

Pour ces deux derniers usages, un pneumatique d'un véhicule de tourisme d'épaisseur de gomme de 8 mm et de circonférence d'environ 2 m, la perte de cote est donc de 10^{-10} m par tour de roue, soit de l'ordre du diamètre d'un atome. Elle ne résulte donc pas d'un phénomène continu, mais discontinu conduisant à une perte de cote macroscopiquement régulière. En effet, une observation visuelle d'un tel pneumatique ne révèle pas d'arrachement. Cette usure est donc provoquée par des mécanismes dont l'échelle est inférieure au millimètre. Il est, par conséquent, important de connaître les conditions existant à cette échelle.

Le travail présenté ici vise à **déterminer le mécanisme d'usure associé à cette faible perte de masse, pour un usage doux du pneumatique.**

2.3. Glissements à l'interface pneumatique / chaussée

L'expérience montre que pour user par perte de matière un élastomère chargé réticulé, il est nécessaire de glisser. Les glissements peuvent être globaux, résultant de dérapages par exemple, ou locaux. Ces derniers peuvent s'expliquer physiquement simplement. Même si le pneumatique n'a aucune force à transmettre à la chaussée, sa surface externe étant non développable, il fléchit sous l'action d'une charge et des phénomènes de compression / élongation de la bande de roulement au niveau de l'aire de contact. Les déformations étant empêchées par l'adhérence du pneumatique sur la chaussée, il naît alors des forces de cisaillement longitudinales et transversales à l'interface [Thirion, 1973]. L'augmentation des forces de cisaillement de l'entrée à la sortie de l'aire de contact n'est pas toujours possible, car l'adhérence pneumatique / sol n'est pas infinie. A partir d'un certain moment, les forces de cisaillement peuvent devenir supérieures à l'adhérence et, au niveau de la partie arrière de l'aire de contact, il y a glissement de déformation de la bande de roulement [Barquins, 1989]. Le glissement total d'un pneumatique est la somme du glissement global et du glissement de déformation.

Une estimation de la vitesse de glissement de déformation, v_d , peut être réalisée simplement. entre une sculpture et la chaussée.

Le temps de contact, t , entre une sculpture et la chaussée est (Figure 4) :

$$t = (a + d) / (v - v_a) \quad \text{Équation 1}$$

où :

- v_a est la vitesse de glissement total ;
- v est la vitesse d'avancement du véhicule ;
- a est la longueur du contact entre une sculpture et la chaussée ;
- d est la déformation horizontale d'un élément de la bande de roulement

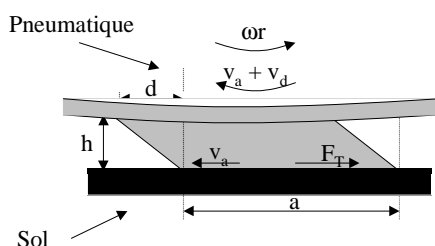


Figure 4 : Schéma de la bande de roulement glissant sur le sol. a est la longueur du contact entre une sculpture et la chaussée. ω est la vitesse de rotation de la roue. r est le rayon de la roue. v_a est la vitesse de glissement totale. v_d est la vitesse de déformation de glissement. h est la hauteur de la sculpture. d est le déplacement de la sculpture sous l'effet du chargement. F_T est la force de frottement tangentielle au mouvement.

La vitesse de déformation est égale à v_d/d .

Il s'en suit que :

$$v_d = \frac{\frac{d}{a}(v-v_a)}{1+\frac{d}{a}} \quad \text{Équation 2}$$

Le ratio d/a est relié à la rigidité de la sculpture. Si F_T est la force tangentielle appliquée à la sculpture, G' le module de cisaillement réel, h la hauteur de la sculpture et l la largeur du contact, en petites déformations :

$$\frac{F_T}{al} = G' \frac{d}{h} \quad \text{Équation 3}$$

L'Équation 2 devient :

$$v_d = \frac{\frac{F_T h}{a^2 l G'}(v-v_a)}{1+\frac{F_T h}{a^2 l G'}} \quad \text{Équation 4}$$

La contrainte tangentielle est liée à la charge normale par le facteur de frottement, f . Il est de l'ordre de l'unité, la pression de contact de l'ordre de la pression de gonflage, soit 3×10^5 Pa et le module de cisaillement voisin de 10^7 Pa. Pour une épaisseur de sculpture de 8 mm et une longueur de sculpture de 50 mm, à 90 km/h, la vitesse de glissement de déformation est de l'ordre de 100 mm/s et la longueur glissée de 0.2 mm. Ainsi quelles que soient les conditions de conduite, il y a toujours du glissement donc de l'usure sur un pneumatique.

A partir de ce résultat, il est facile d'estimer la longueur glissée nécessaire pour user complètement la sculpture du pneumatique. Pour un pneumatique faisant 75 000 km et de 2 m de circonférence, les 8 mm de caoutchouc sont usés en glissant sur une longueur de l'ordre de 10 km.

2.4. Bilan

Les expériences montrent qu'un pneumatique est actuellement capable d'effectuer plus de 60 000 km, lorsqu'il est sollicité dans des conditions dites « douces » caractéristiques de l'usage sur autoroute. L'identification des conditions locales et des mécanismes conduisant à une telle usure pourrait permettre d'accroître les distances parcourues par un pneumatique non seulement soumis à des conditions douces de sollicitation, mais encore subissant des usures plus sévères.

Cependant, l'interface pneumatique / chaussée est le lieu dans lequel s'exacerbent toutes les influences subies par le pneumatique. Il est le siège de phénomènes locaux comme des glissements, des élévations de température ou des variations de pression. La compréhension des mécanismes d'usure à partir d'un tel système revêt une extrême complexité par la difficulté d'une part de mesurer les différentes grandeurs identifiées comme importantes et d'avoir une reproductibilité des essais satisfaisante et d'autre part de simuler de tels systèmes. Par ailleurs, les tests, lorsqu'ils sont réalisés dans des conditions réelles, induisent des coûts financiers considérables. L'étude de l'usure des élastomères chargés réticulés conduisant à de très faibles pertes de masse nécessite donc de disposer de systèmes tribologiques analytiques permettant de maîtriser les conditions de fonctionnement propres à reproduire et à comprendre ces phénomènes.

3. Principaux modes d'usure¹

Avant d'étudier plus en détails l'usure des élastomères, il convient tout d'abord de rappeler les principaux modes d'usure observés sur les matériaux métalliques ou non métalliques. La classification des modèles d'usure proposée dans ce paragraphe est inspirée par celle de [Stachowiak et coll., 2001]. Elle distingue plusieurs modes d'usure : abrasive, par érosion, par cavitation, adhésive, par fatigue et délamination et enfin par d'autres modes d'usure plus particuliers. Elle permettra d'introduire les notions de base utilisées en tribologie ainsi que les grandeurs importantes. Elle fournira également des éléments de réflexion pour la présente étude. L'usure à trois corps ne sera pas considérée ici. Des précisions sur les systèmes tribologiques à trois corps pourront être trouvées, en particulier, dans les actes de la 22^{ème} conférence Leeds-Lyon de 1995 [Leeds-Lyon, 1995] qui a eu ce sujet comme thématique.

3.1. Usure par abrasion, érosion et cavitation

L'usure par abrasion, érosion et cavitation est produite par le contact entre une particule et la surface d'un solide. Ces types d'usure sont dus à l'action d'un matériau antagoniste dans différents états : solide, particulaire, liquide ou gazeux.

Usure par abrasion

L'usure abrasive est due au contact entre une rugosité et la surface d'un solide. La rugosité responsable de l'usure peut être un pic de la surface antagoniste, mais également un débris d'une surface ou plus généralement un troisième corps introduit dans le contact. L'endommagement subi par la surface se présente sous la forme de stries parallèles à la direction de glissement. En fonction de la sévérité du contact, plusieurs transformations de la surface abrasée se produisent. Elles dépendent des propriétés mécaniques et de la géométrie des matériaux en contact. Si la surface du solide sollicité est considérée comme parfaitement plane, les endommagements suivants peuvent être observés [Georges, 2000] (Figure 5) :

- coupe, si l'abrasif est suffisamment aiguisé (Figure 5.a) ;
- repoussage de la matière en surface (Figure 5.b) ;
- fracturation, si le solide est fragile (Figure 5.c) ;
- enlèvement de grains, si le matériau est insuffisamment homogène (Figure 5.d).

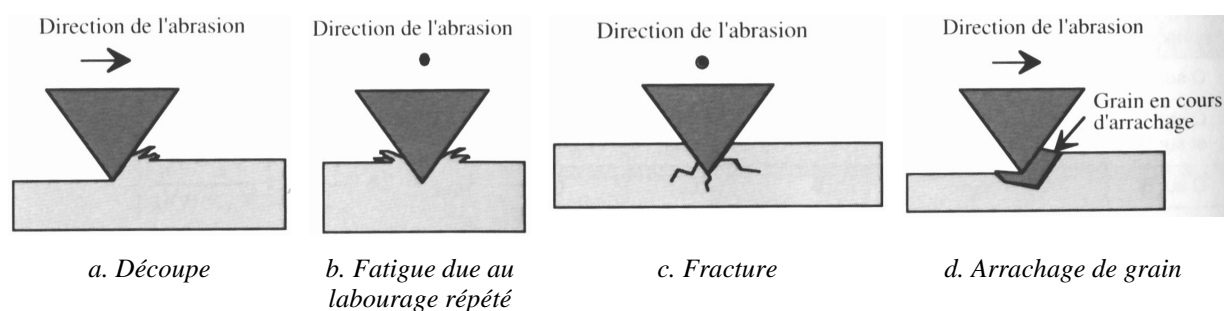


Figure 5 : Schémas des mécanismes d'usure abrasive : découpe, fracture, fatigue et arrachage [Georges, 2000].

¹ La typologie des formes de l'usure n'est pas unique, en effet, elle dépend du point de vue de celui qui l'étudie [K. Dang-Van et coll., 1998]. La formulation de l'étude menée ici « Etude de l'usure douce des élastomères chargés réticulés » s'inscrit dans le cadre d'une classification sentimentale, employée par l'utilisateur, elle est fonction de la durée de vie du matériel sollicité et de l'incidence de la défaillance. La classification technologique, utilisée par les bureaux d'étude, est basée sur l'état de dégradation des pièces usées : elle est purement phénoménologique. La classification par type de faciès observé en fait partie. Enfin, la classification scientifique prend en compte les phénomènes physiques responsables de l'usure.

Lors de l'abrasion d'une surface, l'abrasif provoque soit la formation d'un copeau qui enlève directement de la matière, il se produit alors de l'abrasion par découpe, soit la formation d'un bourrelet plastique sur les bords de la rayure et le passage répété d'aspérités enlève celui-ci : c'est l'abrasion par fatigue.

La fatigue de la surface d'un matériau abrasé est analogue à ce qui est observé pour les matériaux soumis à des sollicitations volumiques. Le passage répété de l'abrasif provoque la propagation des fissures dans le matériau à partir de défauts initialement présents dans celui-ci.

La fracturation du matériau est due aux contraintes présentes à l'arrière du contact en surface ou en sous-couche. Dans le cas d'une sphère frottant sur un plan [Hamilton, 1983] en donne son expression analytique. Mouginot, dans sa thèse et ses articles, développe de manière très complète le mécanisme de fissuration dû au contact [Mouginot, 1987, Mouginot et coll., 1985].

L'enlèvement d'un grain dans un matériau est relativement rare, il est principalement trouvé sur les céramiques. Ce mécanisme provoque des enlèvements de matière extrêmement grands quand la cohésion entre les grains est faible et la taille des grains importante.

L'étude de l'écoulement de la matière en fonction des conditions de sollicitations permet de mieux comprendre l'usure abrasive. Elle dépend des propriétés mécaniques du matériau et de la géométrie de l'indenteur utilisé (celui-ci imposant une déformation et une vitesse de déformation). La mesure du facteur de frottement permet aussi d'estimer la dissipation d'énergie dans le système lors du test de rayage, c'est pourquoi, pour modéliser le rayage, sont introduites des grandeurs telles que l'énergie d'abrasion ou la dureté à la rayure.

En pratique, il coexiste toujours au moins deux modes d'action sur une même surface, la part de la coupe restant en général assez faible (10 à 20%) [Cornet et coll., 1998].

Usure par érosion

L'usure par érosion est causée par des impacts de particules solides ou liquides contre la surface d'un solide. Ce mécanisme d'usure dépend des propriétés des matériaux en présence, de l'angle d'impact, de la vitesse d'impact et de la taille de la particule.

Comme précédemment plusieurs types d'érosion sont observés [Stachowiak et coll., 2001] (Figure 6) :

- découpe (Figure 6.a) ;
- fatigue (Figure 6.b)
- repoussage ou fissuration (Figure 6.c) ;
- fusion (Figure 6.d) ;
- fusion et autres phénomènes (Figure 6.e) ;
- érosion à l'échelle atomique (Figure 6.f).

L'érosion à faible angle d'incidence provoque un enlèvement de matière par la formation de copeaux. Lorsque l'angle augmente, à faible vitesse, des impacts répétés peuvent provoquer une propagation lente de fissures dans le matériau. Si la vitesse est plus importante, des déformations plastiques apparaissent, le bourrelet ainsi formé est ensuite enlevé par l'impact d'autres particules. Dans les mêmes conditions, en fonction des propriétés du matériau érodé, la fissuration peut engendrer l'enlèvement de matière.

A grande vitesse et grand angle d'incidence, la particule peut fusionner avec le matériau érodé. Dans des cas extrêmes – comme la collision d'une météorite avec une planète – et pour des matériaux particuliers, la particule incidente fusionne même avec le solide érodé et provoque des projections de débris au voisinage de l'impact.

A l'échelle atomique, l'impact entre un atome et un atome d'un cristal peut provoquer l'enlèvement de ce dernier.

L'usure par érosion possède donc beaucoup de similitudes avec l'usure abrasive.

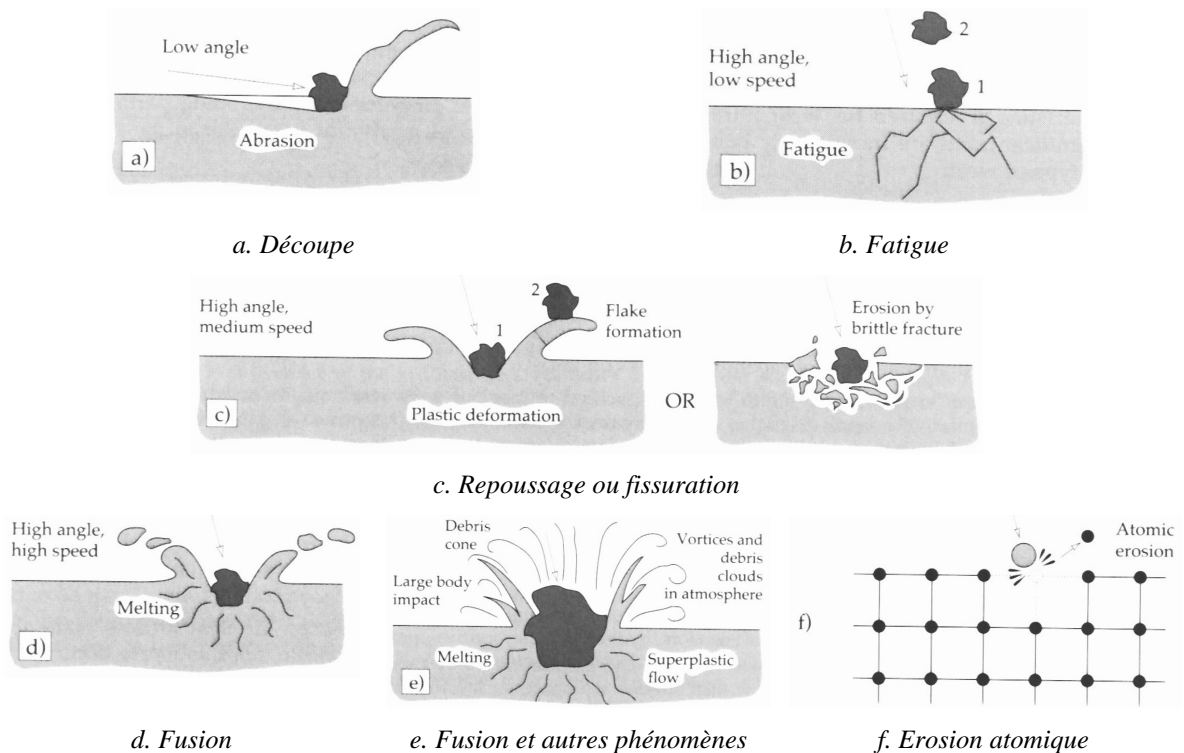


Figure 6 : Schémas des mécanismes d'usure par érosion : découpe, fatigue, repoussage ou fissuration, fusion, fusion et autres phénomènes et érosion atomique [Stachowiak et coll., 2001]

Usure par cavitation

La cavitation apparaît lorsque le liquide atteint, au voisinage d'une surface, sa pression de vapeur saturante. Il se crée alors une cavité ne pouvant rester stable dans le milieu. Elle implose donc et produit une onde de choc créant sur la surface des contraintes très élevées qui se traduisent souvent par l'apparition de faciès en forme de cratère.

3.2. Usure par fatigue et délamination

Le passage répété d'un solide sur des surfaces lisses ou rugueuses provoque la propagation de fissures par fatigue et, *in fine*, un arrachement de matière. Les fissures s'initient au niveau de défauts dans le matériau. Pour les métaux, [Suh, 1973] explique que les défauts initiateurs ne se situent pas en surface ou en extrême surface du matériau, car ils sont éliminés par l'action des efforts sur la surface. De plus, une couche d'oxyde aux propriétés mécaniques plus élevées protège la surface. Ainsi les fissures se propagent dans un premier temps en sous – couche pour remonter ultérieurement à la surface et provoquer l'enlèvement d'un débris d'usure et de l'usure par délamination (Figure 7).

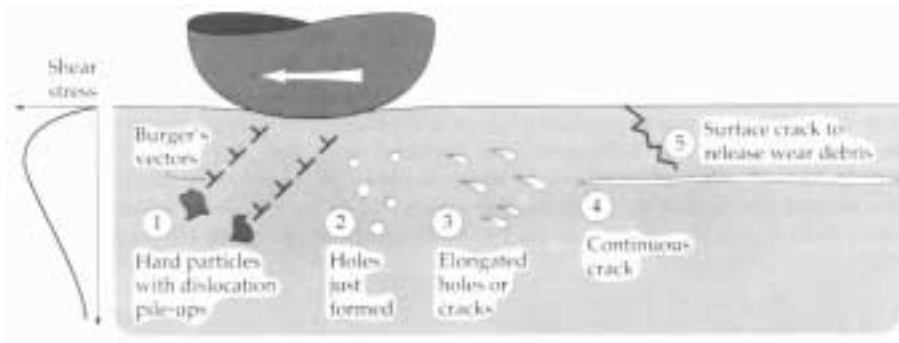


Figure 7 : Schéma des défauts provoquant l'usure par délamination (d'après [Suh, 1973]).

3.3. Usure adhésive

L'usure adhésive se caractérise par un fort taux d'usure et un coefficient de frottement instable. Les particules d'usure sont petites et souvent transférées sur l'autre solide en contact. Cette usure est due aux forces d'attraction existant entre les atomes des surfaces des solides. Lorsque les surfaces en contact sont séparées par un mouvement tangentiel ou normal, si les forces d'adhérence sont supérieures à la résistance du matériau, un arrachement de matière se produit (Figure 8).

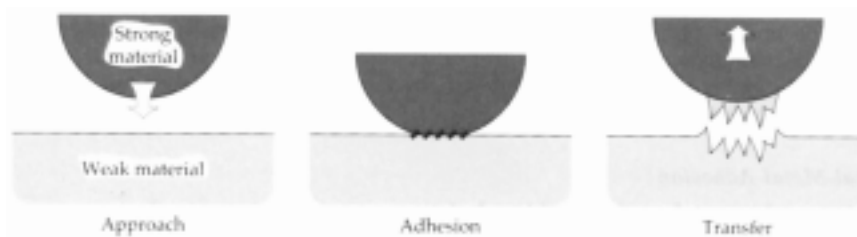


Figure 8 : Schéma de l'usure adhésive. Le matériau adhère à la surface antagoniste et lui arrache de la matière [Stachowiak et coll., 2001]

Il est possible d'estimer l'ordre de grandeur du diamètre moyen [Rabinowicz, 1974] des débris d'usure ainsi formés. Si deux matériaux, 1 et 2, adhèrent l'un à l'autre, (Figure 9) l'énergie à l'interface (Surface 12) est :

$$W_{12} = \frac{\pi d^2}{4} w_{12} \quad \text{Équation 5}$$

où :

- d est le rayon de contact entre les deux solides ;
- w_{12} est l'énergie d'adhérence par unité de surface entre les deux solides en contact.

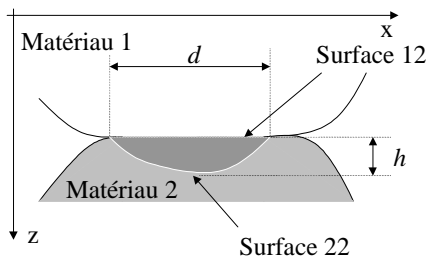


Figure 9 : Schéma d'un contact adhésif entre deux solides 1 (en blanc) et 2 (en gris). La zone en gris plus foncé représente le matériau 2 enlevé par adhésion. Surface 12 représente la limite entre le solide 1 et le solide 2. Surface 22 représente la frontière entre le matériau 2 « sain » et le débris issu du matériau 2. d est le diamètre moyen du débris et h est sa profondeur maximale.

Si la particule est assimilée à une hémisphère, l'énergie élastique, E_e , a pour expression :

$$E_e = \left(\frac{v^2 \sigma_y^2}{2E'} \right) \left(\frac{\pi d^3}{12} \right) \quad \text{Équation 6}$$

où σ_y est la contrainte seuil d'écoulement.

La particule est créée si l'énergie élastique est supérieure ou égale à l'énergie d'adhérence puisque l'enlèvement de masse minimise l'énergie du système par la création d'un trou. Ainsi, le diamètre moyen de la particule répond à la relation :

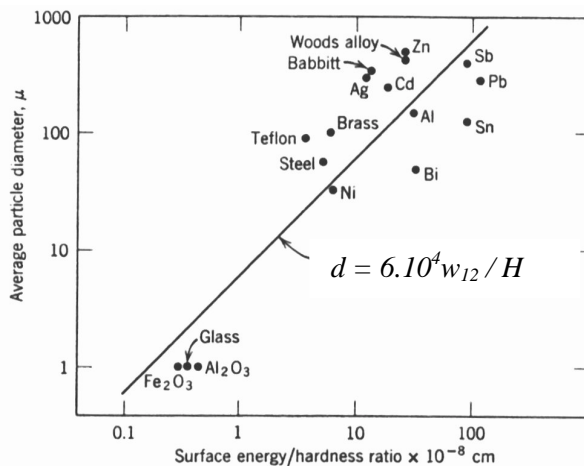
$$d \geq \frac{6E' w_{12}}{v^2 \sigma_y^2} \quad \text{Équation 7}$$

Dans le cas des métaux – le cas des élastomères sera traité dans le paragraphe suivant –, l'expression précédente peut être simplifiée de la manière suivante :

- $v^2 \sim 1/10$;
- $\sigma_y / H \sim 1/3$ [Johnson, 1994] ;
- $\sigma_y / E' \sim 3.10^{-3}$ [Johnson, 1994].

$$d' \text{ où } d = 6.10^{-3} w_{12} / H$$

Le Graph. 1 montre le diamètre moyen des particules usées en fonction du ratio énergie d'adhérence des deux solides en contact et dureté pour des matériaux métalliques et non métalliques. La formule donne un bon ordre de grandeur de la taille des particules d'usure.



Graph. 1 : Diamètre de particule en fonction du ratio l'énergie d'adhérence sur dureté pour des matériaux métalliques et non métalliques [Rabinowicz, 1974]. Dans ce cas, la relation est : $d = 6.10^4 w_{12} / H$

Par ailleurs, [Stolarski, 1990] propose d'évaluer le rapport entre la hauteur de la particule arrachée par adhérence et son diamètre en comparant l'énergie de surface du contact entre les deux solides et celle créée par la formation d'une particule d'usure.

Si la rupture se produit dans le matériau 2, l'énergie de surface le long de la surface de rupture (Surface 22) est :

$$W_{11} = \frac{\pi d^2}{4} \left(1 + 4 \left(\frac{h}{d} \right)^2 \right) w_{11} \quad \text{Équation 8}$$

où :

- h est la hauteur de la particule arrachée : on suppose que la particule enlevée à la géométrie d'une calotte sphérique ;
- w_{11} est l'énergie par unité de surface nécessaire à la rupture du solide 1.

Pour qu'un débris se forme, il faut que l'énergie nécessaire à la rupture dans le matériau 2 – donc à la création d'une nouvelle surface dans le matériau 2 – soit inférieure à celle nécessaire à la rupture de l'interface des deux solides :

$$W_{11} \leq W_{12}$$

S'il y a égalité de ces énergies, on obtient une estimation des dimensions maximales du débris :

$$\frac{h}{d} = \frac{1}{2} \sqrt{\left(\frac{w_{12}}{w_{11}} - 1\right)} \quad \text{Équation 9}$$

3.4. Autres types d'usure

Usure par soudage

Lorsque que deux solides sont en mouvement l'un par rapport à l'autre, il se produit un échauffement dans le contact qui peut provoquer des soudures locales entre les matériaux en présence et engendrer de l'usure. Ce mécanisme est l'expression la plus sévère de l'usure adhésive.

Usure corrosive et oxydative

L'usure corrosive et oxydative est due à l'effet de réactions chimiques entre la surface usée et son milieu environnant.

Usure par fretting

Le fretting est un mouvement oscillatoire de faible amplitude qui peut se produire entre deux surfaces en contact [Fouvry, 1997]. Celui-ci engendre différentes formes de dégradation pouvant conduire à la perte de fonctionnalité. Le contact est souvent en glissement partiel, c'est-à-dire que les deux solides n'ont pas de mouvement relatif dans la partie centrale du contact, mais ils glissent sur un anneau en périphérie du contact [Mindlin et coll., 1953]. Les cycles de sollicitation provoquent la fissuration des matériaux et la formation de débris qui peuvent accélérer l'usure lorsqu'ils restent confinés dans le contact.

3.5. Bilan

Dans cette partie, les principaux modèles d'usure ont été présentés. En pratique, il est illusoire de croire qu'un mécanisme d'usure se produit seul. En particulier, les surfaces créées par enlèvement de matière, les débris ou les fissures s'accompagnent souvent de réactions chimiques pouvant, en fonction des conditions extérieures, avoir un effet bénéfique ou bien aggravant sur l'usure. Plusieurs phénomènes sont souvent combinés, ce qui explique, par ailleurs, la complexité de l'analyse de l'usure en tribologie. Il existe actuellement des tentatives visant à modéliser l'usure de manière complète par une approche théorique utilisant la théorie des frontières mobiles [Pradeilles-Duval, 1992] [Dragon-Louiset, 2000]. Cependant, elles ne permettent, pour l'instant, que de résoudre des cas simples.

4. Modes d'usure des élastomères

L'usure des élastomères constitue, sinon une singularité, du moins un cas particulier de l'usure généralement observée sur les matériaux métalliques ou non métalliques. Son originalité réside tout d'abord dans la morphologie des faciès observés qui seront présentés dans cette partie. Ensuite, la difficulté d'étudier ces matériaux réduit souvent le chercheur à établir des corrélations, plus ou moins générales, entre le taux d'usure et certaines propriétés du système tribologique, celles-ci faisant l'objet d'un paragraphe. Néanmoins, elles fournissent des informations importantes pour la formulation de modèles prédictifs dont les principaux seront, *in fine*, exposés.

4.1. Aspect phénoménologique

4.1.1. Principaux faciès d'usure

A l'issue d'essais de frottement et d'usure, principalement quatre faciès peuvent être identifiés (Figure 11) :

- les stries ;
- les rides ;
- les rouleaux ;
- les cratères.

Stries d'usure

Les stries sont des bandes parallèles à la direction de glissement. En pratique, leur largeur et leur hauteur varient du millimètre au micromètre, tandis que leur longueur s'étend de la centaine de micromètres au centimètre, voire plus. Ce faciès est associé à des conditions d'usure très sévères qui ne se rencontrent que dans des cas extrêmes. Ainsi, ces faciès ne font l'objet que de peu de publications, le premier article montrant des stries d'usure est probablement [Grosch et coll., 1966]. [Schallamach, 1952] a reproduit de manière analytique le mécanisme responsable de la création des stries d'usure. Lorsqu'un indenteur pointu frotte sur la surface d'un élastomère celui-ci se déforme puis se déchire (Figure 10). Des fissures se propagent également perpendiculairement à la direction de glissement. L'indenteur réalise ainsi, lors de son avancement, une succession de déchirures plus ou moins rapprochées : plus le matériau est rigide plus les déchirures sont courtes et nombreuses. Sur les caoutchoucs chargés réticulés, en fonction des conditions de sollicitation, un nombre répété de passages peut provoquer la formation de rayures sur le matériau.

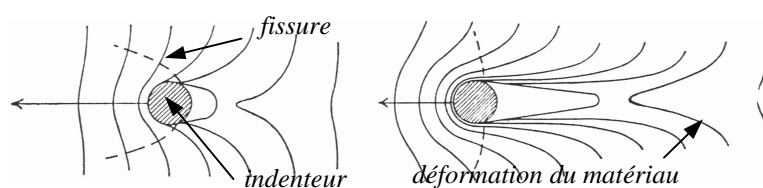
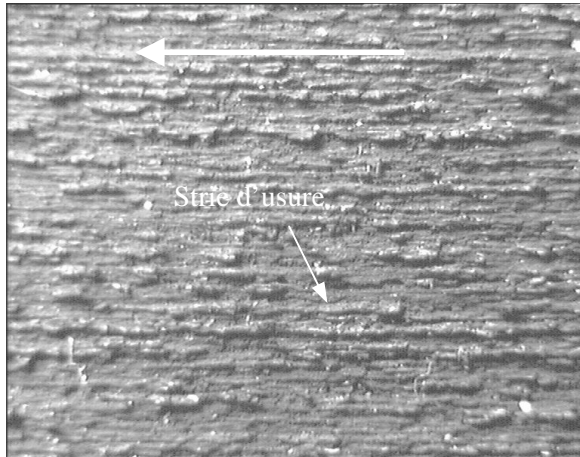


Figure 10 : Schéma de l'endommagement d'une surface d'un élastomère par un indenteur pointu. Les flèches indiquent la direction de glissement et les lignes pointillées la propagation des fissures ([Schallamach, 1952]).

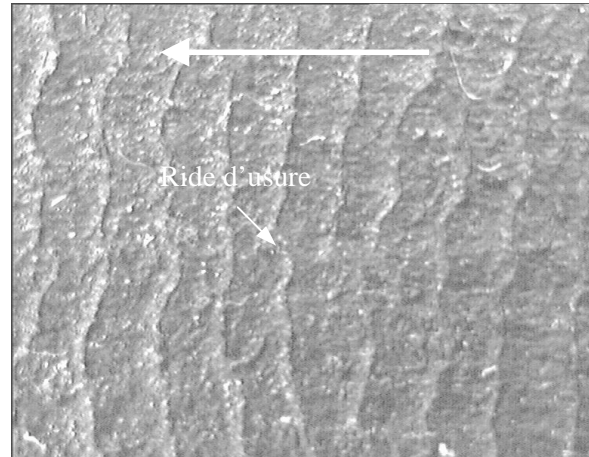
Rides d'usure

Les rides d'usure sont des faciès orientés perpendiculairement à la direction de glissement, elles ont une forme dite en « toit d'usine » ou « dent de scie ». La partie la plus pentue s'oppose au glissement. Les rides ont une longueur variant de la centaine de micromètres à plusieurs millimètres. Leur longueur est de l'ordre de dix fois leur hauteur. Les rides d'usure constituent l'essentiel des publications portant sur l'usure des élastomères, la première étude étant [Schallamach, 1952]. Schallamach est l'auteur qui a apporté la plus grande contribution à l'étude de l'usure et du frottement

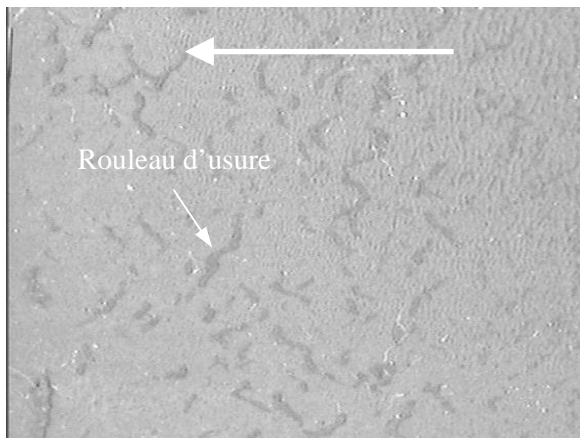
des élastomères ainsi qu'à la compréhension des rides. Par ailleurs, les études et observations au microscope électronique à balayage (MEB) réalisées par [Bhowmick et coll., 1981] et [Bhowmick, 1982] montrent que les rides résultent de la coalescence de micro – arrachements locaux. Un mécanisme analogue à celui responsable de la formation des stries d'usure, mais dans des conditions moins sévères, peut provoquer la formation des rides. Récemment, [Iwai et coll., 2000] a étudié *in situ* le niveau de déformation des rides lors du passage d'un indenteur et [Kim et coll., 1999] et [Ramakrihnan et coll., 1995] la relation entre le facteur de frottement et la taille des rides.



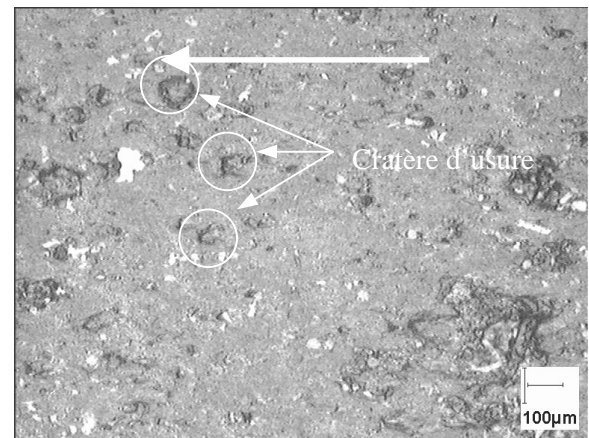
a. Stries d'usure. Les stries sont des bandes parallèles à la direction de glissement.



b. Rides d'usure. Les rides sont des faciès en dent de scie orientés perpendiculairement à la direction de glissement.



c. Rouleaux d'usure. Les rouleaux sont des débris de forme cylindrique restant sur la surface usée.



d. Cratères d'usure. Les cratères sont des trous sur la surface usée.

Figure 11 : Principaux faciès d'usure des élastomères. La flèche indique le sens de glissement de la surface antagoniste en supposant l'élastomère fixe. L'observation de la surface est réalisée au microscope optique en lumière blanche et en incidence normale. Les stries, rides et rouleaux ont une dimension caractéristique variant de la centaine de micromètres au millimètre, voire plus – c'est pourquoi aucune échelle ne figure sur les images correspondantes –. Les cratères ont un diamètre moyen de l'ordre de 100 µm.

Rouleaux d'usure

Les rouleaux d'usure sont des débris d'usure très adhérents à la surface usée. Bien que les rouleaux ne constituent pas en soi un faciès d'usure, mais un troisième corps, ce sont les signes les plus évidents d'un type d'usure. Ils ont été étudiés par quelques chercheurs [Uchiyama, 1985] [Reznikovskii et coll., 1967].

Cratères d'usure

Les cratères d'usure sont des trous circulaires sur la surface qui apparaît lisse à l'œil nu. Les cratères ont une dimension assez homogène quel que soit le matériau produisant ce type de faciès. Leur diamètre moyen est de l'ordre de la centaine de micromètres et leur profondeur de l'ordre du dixième du diamètre. Ces faciès, qui sont observés sur pneumatique, sont associés à un faible taux d'usure : c'est le régime d'usure correspondant à ce type de faciès que l'étude est plus particulièrement chargée d'étudier. Il n'existe actuellement aucun article traitant de ce faciès.

4.1.2. Identification des paramètres influents

De nombreuses expériences visant à identifier les paramètres qui influencent la perte de masse sont exposées dans la littérature, comme [Veith, 1991]. Celles-ci aident d'une part à la formulation de matériaux plus résistants à l'usure et d'autre part à mieux comprendre les mécanismes responsables de la perte de masse. Ce paragraphe propose de synthétiser les principales corrélations établies entre la perte de masse et les différents paramètres du système tribologique. Les paramètres dépendant du matériau ou des conditions expérimentales en sont les deux principales familles.

Paramètres du matériau

1. Propriétés mécaniques :

Les propriétés des élastomères sont radicalement changées par la fréquence et la température de sollicitation. Le facteur de frottement suit globalement les mêmes variations que la tangente de l'angle de perte [Grosch, 1971] [Moore,1972] et obéit à l'équivalence temps – température. Le Graph. 2 montre que l'abrasibilité – le rapport entre le volume de matière enlevée et le travail dissipé par le frottement – suit des variations inverses du facteur de frottement. Cela signifie qu'en pratique, pour obtenir un faible taux d'usure, il est nécessaire de se placer au voisinage de la température de transition vitreuse.

[Grosch, et coll.,1966] montre aussi que l'énergie dissipée par la création des débris d'usure est inversement proportionnelle à la densité d'énergie à rupture :

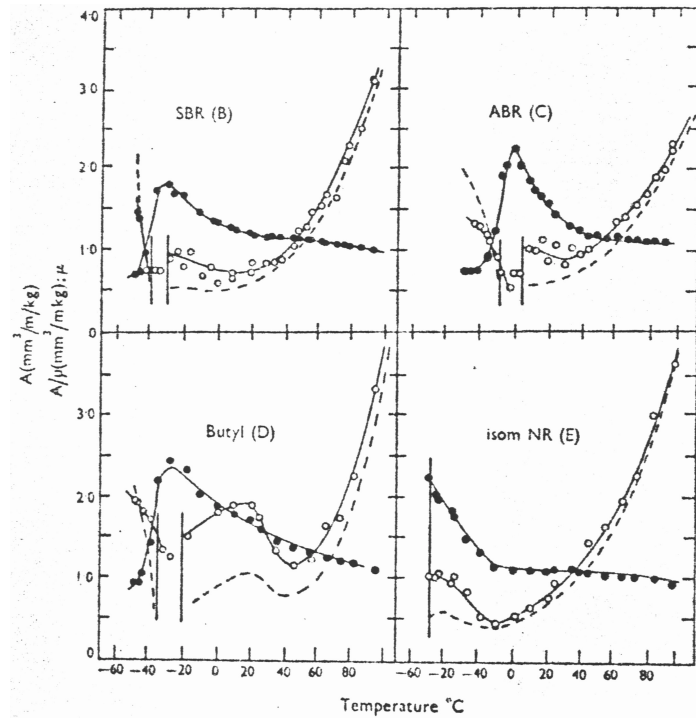
$$\gamma \propto 1/U, \quad \text{Équation 10}$$

où :

- γ est l'abrasibilité ;
- U est la densité d'énergie à rupture ou énergie élastique moyennée stockée sur le bord d'une fissure de diamètre d . Elle est reliée à la force de déchirabilité, T_C , [Thomas, 1955] :

$$T_C = 2dU$$

Par conséquent, il est possible d'établir une relation entre des propriétés limites du mélange et l'usure.



Graph. 2 : Evolution du facteur de frottement, du coefficient d'abrasion et de l'abrasibilité en fonction de la température et de la fréquence pour différents matériaux. Le coefficient d'abrasion et l'abrasibilité ont les mêmes variations. Elles sont inverses à celles du facteur de frottement. Sur les graphiques, les barres verticales signalent des zones de grande dispersion de mesure et de stick-slip ([Grosch, et coll.,1966]).

●—● Coefficient of friction μ
 ○---○ Abrasion coefficient
 - - - Abradability A/μ

2. Composition du matériau

Des études évaluent l'impact de la formulation sur la résistance à l'usure. Elles peuvent comparer différentes matrices, charges ou additifs ou évaluer l'effet de la concentration de certains éléments sur la résistance à l'usure. Cependant, les résultats obtenus ne sont bien souvent pas généralisables à d'autres configurations et conduisent fréquemment à des contradictions.

Des études plus intéressantes concernent l'effet des conditions mécaniques et atmosphériques sur les dégradations mécano-chimiques du matériau. En effet, les chaînes moléculaires se rompent pour former des radicaux libres. Elles peuvent, en fonction de la nature du polymère et de l'atmosphère, soit réagir entre elles soit réagir avec la surface frottante [Pulford, 1984]. Ces modifications de la surface contribuent à modifier la cinétique des mécanismes d'usure. La surface paraît parfois lisse, brillante et collante.

Conditions expérimentales

1. Pression et longueur glissée :

L'usure augmente avec la pression de contact et la longueur glissée. C'est probablement la seule relation pour laquelle il n'existe pas de contre exemple dans la littérature. Cette observation est conforme à la loi d'Archard [Archard, 1953] qui relie le taux d'usure, K_v , c'est-à-dire la perte de masse par unité de longueur, à la force normale et la dureté :

$$K_v \propto \frac{F_N}{H} \quad \text{Équation 11}$$

Cette relation est confirmée dans le cas des élastomères par [Moore, 1972] dans une analyse dimensionnelle par laquelle elle devient :

$$K_v \propto \frac{F_N \bar{R}}{G'} \quad \text{Équation 12}$$

où \bar{R} est le rayon de courbure moyen des aspérités.

Ces variations linéaires, vis-à-vis de la force normale, sont confirmées expérimentalement dans le cas des élastomères [Grosch et coll., 1969] et [Schallamach, 1954].

2. Surface frottante

Dans l'expression du taux d'usure proposée par Moore apparaît le rayon de courbure moyen des aspérités. Ce paramètre fait ainsi intervenir la notion de rugosité, c'est pourquoi des distinctions existent entre les différents types de surface frottante. Dans le cas général, [Moore, 1972] propose une relation puissance entre la pression de contact et le taux d'usure. Le choix de la surface frottante n'est donc pas anodin.

Deux familles peuvent être dissociées. La première fait intervenir des mono – contacts :

- une aiguille [Schallamach, 1952] est considérée comme un mono – contact de dimension un ;
- une lame de rasoir [Thomas, 1975] ou un plan sont assimilables à un mono – contact à deux dimensions ;
- une bille est un mono – contact à trois dimensions.

La deuxième famille de surfaces est multi – contact. Il existe des multi – contacts de rugosité de même dimension aigus ou émoussés ou des multi – contacts multi – échelles qui ont des morphologies assimilables à des fractales [Heinrich, 1996] ou stochastiques [Persson et coll., 2000]. Les multi – contacts sont des surfaces beaucoup moins analytiques que les mono – contacts.

3. Autres variables :

- Composition de l'atmosphère :

La composition de l'atmosphère influence l'usure des élastomères chargés réticulés. Par exemple, sous atmosphère azotée, le taux d'usure est moins important [Schallamach, 1978]. Ce résultat est cohérent avec l'influence bénéfique, vis-à-vis de l'usure, des antioxydants ajoutés dans les mélanges.

- Condition de déplacement :

Il a été observé que le changement de la direction de sollicitation diminue le taux d'usure [Schallamach, 1952].

4.2. Modèles d'usure

La grande élasticité des élastomères les rend capables de restituer la presque totalité de l'énergie emmagasinée lors du frottement, c'est pourquoi les mécanismes d'usure présentés précédemment peuvent être regroupés en deux catégories [Briscoe, 1981] [Barquins, 1989] (Figure 12). La première est l'usure cohésive. Il s'agit d'un mécanisme contrôlé par les propriétés volumiques du matériau comme la résistance à la rupture, la ténacité ou la fatigue. La dissipation de l'énergie de frottement et d'endommagement concerne alors un volume de l'ordre de la longueur de la zone de contact. L'usure abrasive et par fatigue appartiennent à l'usure cohésive. La seconde catégorie d'usure est l'usure interfaciale. Ce système se caractérise par une forte dissipation d'énergie de frottement dans une zone superficielle de faible épaisseur. Une forte augmentation de température peut alors être observée. L'usure adhésive et par corrosion font partie de l'usure interfaciale.

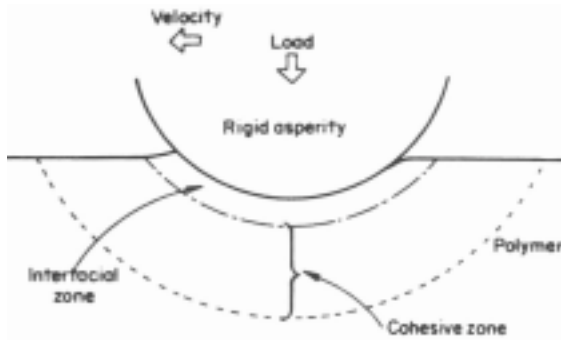


Figure 12 : Schéma des zones d'apparition des deux principaux modes d'usure : usure interfaciale et usure cohésive. La limite entre les deux régions est artificielle, mais facilite la subdivision entre les deux classes [Briscoe, 1981].

Les deux paragraphes précédents ont montré quels étaient les principaux faciès rencontrés sur les élastomères et l'influence des paramètres tribologiques sur la perte de masse. Ces observations ont conduit à l'élaboration de quelques modèles d'usure partant d'une approche locale ou globale spécifiques aux élastomères.

4.2.1. Usure cohésive

4.2.1.1. Approche de Kraghel'skii

[Kragel'skii et coll., 1965] présentent une formulation de l'usure par fatigue prenant en compte la rugosité de surface.

Si A_c et h_{max} sont respectivement l'aire de contact maximale et la profondeur maximale lorsque toutes les aspérités sont écrasées (Figure 13) et A_r l'aire réelle de contact à la profondeur h , les paramètres réduits suivants sont définis par :

- $A_{rr} = A_r / A_c$;
- $h_r = h / h_{max}$.

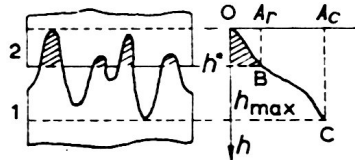


Figure 13 : Schéma du profil d'une surface et définition de paramètres [Kragel'skii et coll., 1965].

A_r est une fonction de h . En première approximation, la première partie de cette fonction est de la forme :

$$A_{rr} = bh_r^{\xi_5}, \quad b \text{ et } \xi_5 \text{ sont des paramètres de rugosité} \quad \text{Équation 13}$$

Si p est la pression de contact :

- le déplacement relatif des deux solides en contact est :

$$h_r = \xi_1 \left(\frac{p(1-\nu^2)}{E'} \right)^{2\xi_4}, \quad \text{avec } \xi_4 = \frac{1}{2\xi_5 + 1} \text{ et } \xi_1 = \left(\frac{4.7}{k_2 b} \right)^{2\xi_4} \left(\frac{r}{h_{max}} \right)^{\xi_4} \quad \text{Équation 14}$$

k_2 est une constante qui dépend de ξ_5 (Tableau 1).

- le diamètre d'un point de contact :

$$2a_r = \xi_2 \left(\frac{p(1-\nu^2)}{E'} \right)^{\xi_4}, \text{ avec } \xi_2 = \frac{2}{\nu^{1/2}} \left(\frac{4.7}{k_2 b} \right)^{\xi_4} r^{(1+\xi_4)/2} h_{max}^{(1-\xi_4)/2} \quad \text{Équation 15}$$

- l'aire réelle de contact :

$$A_{rr} = \xi_3 \left(\frac{p(1-\nu^2)}{E'} \right)^{1-\xi_4}, \text{ avec } \xi_3 = \left(\frac{b}{2} \right)^{\xi_4} \left(\frac{2.35}{k_2} \right)^{1-\xi_4} \left(\frac{r}{h_{max}} \right)^{(1-\xi_4)/2} \quad \text{Équation 16}$$

Tableau 1 : Tableau de correspondance entre k_2 et ξ_5 .

ξ_5	1	1.5	2	2.5	3	2.5	4	4.5	5	6
k_2	1.000	0.884	0.800	0.736	0.686	0.644	0.610	0.580	0.554	0.511

En fatigue, le nombre de cycles à rupture, n , peut s'exprimer en fonction de la contrainte à rupture à un cycle, σ_0 , et de l'amplitude moyenne appliquée, $\bar{\sigma}$:

$$n = k_3 \left(\frac{\sigma_0}{\bar{\sigma}} \right)^t, \text{ où } k_3 \text{ et } t \text{ sont des constantes} \quad \text{Équation 17}$$

Dans l'hypothèse où la contrainte responsable de l'usure est celle située à l'arrière du contact :

$$\bar{\sigma} = k\tau, \text{ avec } \tau = F_T/A_r \text{ et } k \text{ de l'ordre de 7-8} \quad \text{Équation 18}$$

Les Equations 13 à 20 permettent de déterminer les expressions du taux d'usure, Γ , et de l'usure spécifique, γ :

- $\Gamma = \frac{V}{A_a L_g}$: V est le volume abrasé sur la longueur glissée L_g et A_a l'aire apparente de contact :

$$\Gamma = \frac{\xi_6}{k_3} \left(\frac{p(1-\nu^2)}{E'} \right) \left(\frac{kfp}{\xi_3 \sigma_0} \left(\frac{p(1-\nu^2)}{E'} \right)^{\xi_4-1} \right)^t, \text{ avec } \xi_7 = \frac{1.2\xi_5^{1/2}}{k_2(\xi_5+1)} \quad \text{Équation 19}$$

- $\gamma = \frac{v}{A_r d}$: v est le volume abrasé sur la longueur d et A_r l'aire réelle de contact :

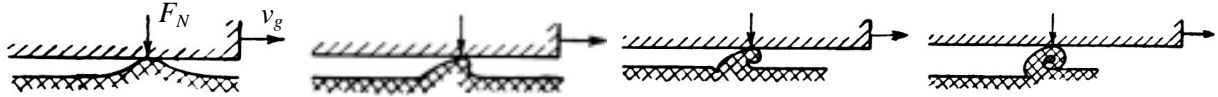
$$\gamma = \frac{\xi_7}{k_3} \left(\frac{p(1-\nu^2)}{E'} \right)^{\xi_4} \left(\frac{kfp}{\xi_3 \sigma_0} \left(\frac{p(1-\nu^2)}{E'} \right)^{\xi_4-1} \right)^t, \text{ avec } \xi_7 = \left(\frac{4.7}{k_2 b} \right)^{\xi_4} \frac{\left(\frac{h_{max}}{r} \right)^{(1-\xi_4)/2} \xi_5^{1/2}}{2(\xi_5+1)} \quad \text{Équation 20}$$

De plus : $\Gamma = \gamma \frac{A_r}{A_a}$ Équation 21

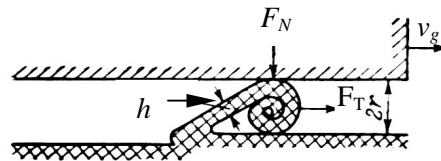
Ce modèle a pour principal avantage de dépendre des paramètres accessibles par la caractérisation volumique du matériau et de faire intervenir la rugosité de surface. Les essais réalisés par les auteurs semblent valider le modèle. Cependant, l'approche reste limitée à de petites déformations.

4.2.1.2. Approche de Reznikovskii

[Reznikovskii et coll., 1967] proposent un mécanisme expliquant la formation des rouleaux d'usure : au passage d'une contre face, l'élastomère se déchire progressivement créant un déplacement relatif sans glissement total (Figure 14). L'élastomère forme alors un rouleau qui se sépare du matériau de base lorsqu'il atteint une taille critique.



a. Schéma des différentes étapes de la formation des rouleaux d'usure



b. Schéma élémentaire de l'abrasion par formation de rouleaux d'usure

Figure 14 : Schémas expliquant l'usure par formation de rouleaux

Les rouleaux apparaissent si :

$$F_T \leq f \cdot F_N \text{ et } \varepsilon < \varepsilon_k \quad \text{Équation 22}$$

où :

- ε est la déformation dans le rouleau où la rupture va se produire ;
- ε_k est la déformation à rupture.

L'énergie dissipée dans le système par frottement, W_f , s'exprime de la forme :

$$W_f = W_t + W_e + W_r \quad \text{Équation 23}$$

où :

- W_t est l'énergie dissipée par fissuration ;
- W_e est l'énergie élastique stockée dans le rouleau ;
- W_r est l'énergie dissipée au cours du roulement.

Chaque composante de l'énergie peut être déterminée simplement :

- $W_f = F_T v_g$;
- $W_t = T l \frac{dc}{dt}$, où :
 - T est le taux de restitution d'énergie ;
 - l est la largeur du rouleau ;
 - $\frac{dc}{dt}$ est le taux de déchirure : $\frac{dc}{dt} = \frac{v_g}{2\lambda}$, où λ est l'élongation
- $W_e = h l \omega \frac{dc}{dt}$, où w est l'énergie spécifique moyenne de l'élément déchiré et h son épaisseur ;

- $W_r = 0.45 \frac{F_T^{4/3} (1-H).v_g}{(Erl)^{1/3}}$, où r est le rayon du rouleau et H la dureté de l'élastomère. Cette relation simplifiée est issue de [Bulgin et coll., 1958].

Après simplifications, la résistance spécifique à l'abrasion, β , qui représente l'énergie de frottement dissipée par unité de débris formé, est :

$$\beta = \frac{W_f}{d\Delta V/dt}, \Delta V \text{ est le volume abrasé par unité de temps}$$

$$\beta = \frac{T}{h} + \frac{k^2 T^2}{2h^2 E} + 0.9 \frac{F_T^{4/3} (1-H) \left(\frac{kT}{Eh} + 1 \right)}{hl(Erl)^{1/3}}, \text{ où } k \text{ est une constante.} \quad \text{Équation 24}$$

4.2.1.3. Approche de Thomas

Ce mécanisme est généralement proposé pour expliquer la formation des rides d'usure [Champ et coll., 1974] [Thomas, 1975]. Il est basé sur la corrélation entre taux d'usure et taux de restitution d'énergie, puisqu'en effet, il relie le volume abrasé à la force tangentielle et à la propagation de fissure par fatigue. Des débris d'usure sont alors créés par une remontée brutale de la fissure à la surface. La loi de propagation suit la loi de Paris :

$$\frac{dc}{dN} = BT^\alpha \quad \text{Équation 25}$$

où :

- c est la longueur de la fissure ;
- N est le nombre de cycles ;
- T est le taux de restitution d'énergie ;
- α et B sont des constantes du matériau : α est de l'ordre de 2 pour un caoutchouc naturel et 4 ou plus pour des caoutchoucs non chargés et non cristallins.

Le taux de restitution d'énergie dépend de la direction de propagation de la fissure par rapport à la force motrice du phénomène :

$$T = \frac{F_T}{l} (1 + \cos\theta)^2 \quad \text{Équation 26}$$

où :

- l est la largeur sur laquelle la force est exercée ;
- θ est l'angle formé entre la fissure et la surface³.

Le volume abrasé par cycle est :

$$\frac{V}{N} = Bl \sin\theta \left(\frac{F_T}{l} (1 + \cos\theta) \right)^\alpha \quad \text{Équation 27}$$

² Une approche alternative consiste à considérer que la source de l'enlèvement de matière est l'énergie de pelage. La force d'attachement représente la force d'adhérence. [A. D. Roberts, 1988] a réalisé des expériences consistant à faire rouler une bille en acier à l'intérieur d'une cage recouverte de caoutchouc, celle-ci étant mue en rotation. Les débris ont une forme de flocon d'une longueur comprise entre 3 et 20 μm et d'une profondeur inférieure à 1 μm . [A. N. Gent et coll., 1983] obtient également des débris de cette taille. Ces dimensions sont en accord avec les longueurs de fissure calculables par ce modèle.

³ Cet angle a été ajouté au modèle par la suite, afin d'avoir des taux de restitution d'énergie plus cohérents avec ce qui est observé dans la pratique.

Ce modèle établit de manière explicite le lien entre les phénomènes locaux et les propriétés mécaniques ou morphologiques. Cependant ces dernières sont difficiles à mesurer et sont d'une grande variabilité. La création des débris est expliquée par une remontée brutale de la fissure, or des observations au microscope électronique à balayage et des mesures effectuées par [Uchiyama et coll., 1992] montrent que l'enlèvement du débris s'effectue en plusieurs fois et relève d'un phénomène de fatigue.

4.2.1.4. Approche de Zhang

Le modèle de Thomas n'explique pas l'augmentation de la taille des débris [Zhang, 1984] et de l'espacement entre les rides [Schallamach, 1957] avec la longueur glissée. L'approche de Zhang apporte une explication à ces observations en considérant la déformation et la rupture de la languette constituant la ride. L'usure résulte de la propagation de fissures dans le matériau et de la déchirure de la languette formant la ride.

La déformation à rupture, ε_k , est (Figure 15) :

$$\varepsilon_k = \frac{\Delta x_i}{L_i} \quad \text{Équation 28}$$

où :

- Δx_i est la longueur du $i^{\text{ème}}$ débris arraché à la languette ;
- L_i est la longueur totale de la languette.

La fissure se propage avec un angle, θ , par rapport à la surface du matériau, donc la relation entre la longueur du débris arraché, dx_i , et son épaisseur, dy_i , est :

$$\tan\theta = \frac{dy_1}{dx_1} = \frac{dy_2}{dx_1 + dx_2} = \dots = \frac{dy_i}{\sum dx_i} \quad \text{Équation 29}$$

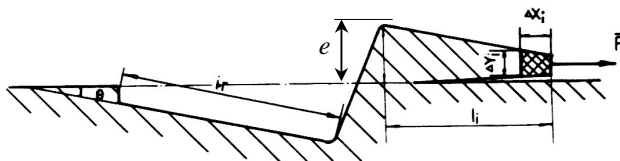


Figure 15 : Schéma du modèle physique d'usure par formation de ride [Zhang, 1984].

Lorsqu'un débris se détache de la languette sous l'action de la force de frottement :

$$\frac{F_T}{l.e} \propto \sigma_b \varepsilon_k \quad \text{Équation 30}$$

où σ_b est la résistance à rupture.

En supposant que la force de frottement est constante et que, par conséquent, la propagation de la fissure par cycle de sollicitation, $\frac{dc}{di}$, est constante, Δx_i et Δy_i s'expriment en fonction de r , ε_k et N :

$$dx_i = \frac{dc}{di} (1 - (1 - \varepsilon_k))^i \quad \text{Équation 31}$$

$$dy_i = i \frac{dc}{di} \sin \theta, \text{ pour } i \gg 1 \quad \text{Équation 32}$$

Le volume abrasé par ride après i cycles de frottement est :

$$V_i = \frac{1}{2} (dx_1 + \dots + dx_i) dy_i h \quad \text{Équation 33}$$

Les Equations 31, 32 et 33 donnent :

$$V_i = \frac{i^2 \left(\frac{dc}{di} \right)^2 \varepsilon_k \sin \theta \left(\frac{1}{\varepsilon_k} + \frac{1 - \varepsilon_k}{i \varepsilon_k} (1 - (1 - \varepsilon_k)^i) \right)}{2}, \text{ pour } i \gg 1 \quad \text{Équation 34}$$

$\frac{dc}{di}$ suit la loi de Paris (Equation 25).

Ce modèle complète celui proposé par Thomas. Cependant, il n'est pas validé par l'expérience car il est difficile de déterminer certains paramètres physiques intervenant dans le modèle.

4.2.1.5. Approche de Gent

Le lien entre la résistance à la fissuration et la perte de masse est établi pour un certain nombre de caoutchoucs non chargés. Mais il existe une grande dispersion des résultats et le caoutchouc naturel, qui possède une très grande résistance à la fissuration, a, en revanche, une piètre résistance à l'usure. Inversement, les mélanges chargés au noir de carbone ont une meilleure résistance à l'usure, mais ne présentent pas une plus grande résistance à la fissuration. Ces constatations ont incité Gent à rechercher un autre mécanisme responsable de l'usure des élastomères. Il a observé qu'il existe deux tailles caractéristiques de débris. Les premiers ont un diamètre compris entre 1 et 5 μm et les seconds ont de l'ordre de 100 μm de diamètre [Gent et coll., 1983]. Les plus petits débris sont toujours présents lors de l'usure et pourraient donc être des particules d'usure élémentaire. Gent propose un mécanisme de cavitation [Gent, 1989].

Lorsque une dépression hydrostatique excède le seuil de $\frac{5G'}{6}$ au niveau d'un défaut du matériau, il y a croissance d'une cavité. Si cette valeur critique est atteinte lors du frottement, des fissures peuvent alors se former par étirage de ces cavités [Gent, 1989] et provoquer un enlèvement de matière quand les fissures remontent à la surface.

Une plus récente publication [Gent, 1990] montre que la pression critique dépend de la taille de la cavité. Il existe une grande variété de taille des cavités, les plus petites nécessitent une plus grande pression ou contrainte pour évoluer en des fissures visibles. Seulement les plus grandes – d'un rayon de 0.5 μm à 1 mm – se transforment en fissure quand la pression critique est atteinte.

4.2.1.6. Approche de Padovan

Cette approche vise à expliquer l'existence des petites particules d'usure de 1 à 5 μm de diamètre observées par [Gent et coll., 1984].

Parties de défauts présents dans le matériau, des fissures se propagent par un phénomène de fatigue. D'abord, une aspérité approche de la fissure, qui peut être due à un précédent enlèvement de matière,

pousse un des bords de celle-ci, puis, éventuellement, continue à la solliciter après son passage (Figure 16). Dans ce modèle, la taille du débris est donc liée à celle de l'aspérité.

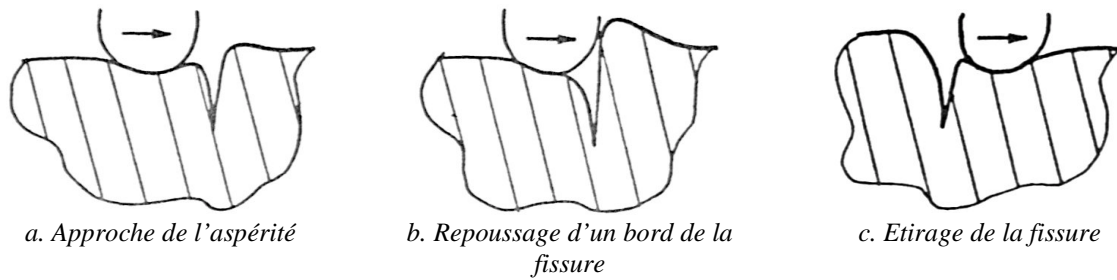


Figure 16 : Interactions entre une aspérité et une fissure sur la surface. En (a) l'indenteur approche de la fissure. En (b), l'indenteur pousse une lèvre de la fissure et provoque le développement de la fissure. En (c), l'aspérité continue à solliciter la fissure en tirant sur celle-ci [Razzaghi-Kashani et coll., 1998].

La surface du matériau et les propriétés du caoutchouc dictent la propagation de ces fissures. Les observations microscopiques du processus d'usure pourraient alors être expliquées par la trajectoire de propagation, la morphologie de la surface frottante, le taux de propagation et l'énergie dissipée dans le système.

La résolution du problème en deux dimensions est effectuée par la méthode des éléments finis. Un soin particulier est apporté à la modélisation des efforts en pointe de fissure afin de mieux déterminer sa propagation. En effet, une zone au maillage plus fin et adapté à l'étude de la fissuration suit la pointe de fissure [Guo et coll., 1993] [Padovan et coll., 1994].

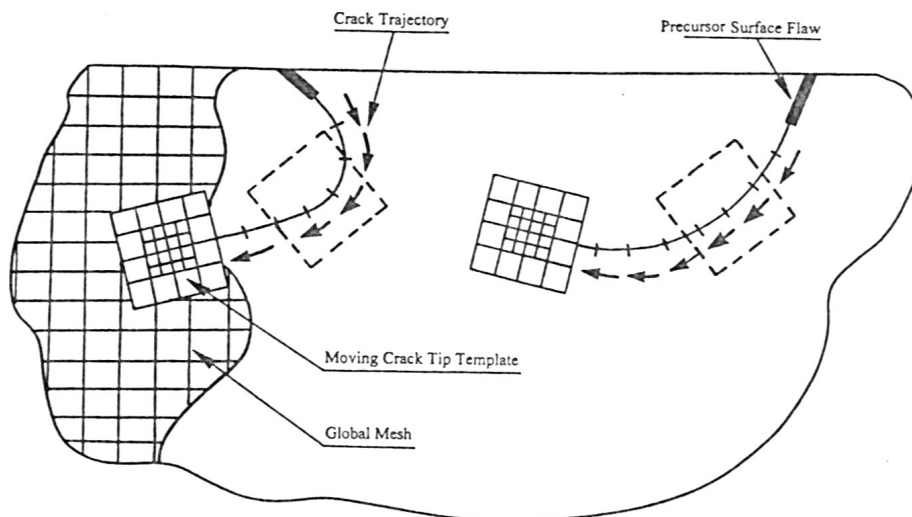


Figure 17 : Représentation de la modélisation par la méthode des éléments finis adoptée par Padovan [Razzaghi-Kashani et coll., 1998]. Un maillage plus fin suit la pointe de fissure.

Les effets des conditions de chargement, de la taille du défaut initial, de l'angle formé entre le défaut et la surface et du critère de propagation sont alors étudiés. Les résultats les plus intéressants sont les suivants :

- la phase pendant laquelle l'aspérité tire sur un bord de la fissure a le plus gros impact sur la propagation de fissure ;
- la taille de la particule d'usure peut être liée à la longueur initiale de la fissure et au mode de propagation ;
- les plus longues fissures, sur la surface, sont moins susceptibles de se propager que les plus courtes sous le même type et les mêmes conditions de chargement ;

- l'orientation de la fissure initiale influence sa propagation et sa direction de propagation ainsi que la forme de la trajectoire résultante.

Cette approche apporte des précisions sur la propagation de fissures soumises à un contact frottant. Cependant, les résultats ne sont pas validés par des résultats expérimentaux. Par ailleurs, il est possible de s'interroger sur l'opportunité de développer un modèle numérique lourd censé modéliser l'enlèvement de matière à l'échelle du micromètre alors que les paramètres physiques qui en sont responsables restent encore méconnus.

4.2.2. Usure interfaciale

Il n'existe pas, dans la littérature concernant l'usure des élastomères, de modèle d'usure interfaciale. Cependant, il est intéressant d'appliquer l'approche de [Rabinowicz, 1966] présentée dans la partie 3.3 au cas des élastomères.

Si on considère que le matériau 2 est purement élastique, l'énergie élastique du débris est de la forme :

$$E_I = \left(\frac{\pi}{6} h^3 + \frac{\pi}{8} d^2 h \right) \frac{\sigma \varepsilon}{2} \quad \text{Équation 35}$$

Si le matériau 2 est soumis globalement à une compression dans la direction z et une traction dans la direction x due au frottement, l'énergie élastique devient :

$$E_I = \left(\frac{\pi}{6} h^3 + \frac{\pi}{8} d^2 h \right) \frac{H^2}{2E'} (1+f) \quad \text{Équation 36}$$

où :

- E' est le module d'Young du matériau 2 ;
- H est la pression de contact.

La rupture entre les deux solides intervient lorsque $E_I = W_{11}$, ceci permet de calculer la profondeur de la calotte sphérique :

$$h = \frac{4w_{12}E'}{(1+f)H^2} \quad \text{Équation 37}$$

w_{12} est de l'ordre des forces de Van der Waals, soit 0.5 J/m^2 . Pour un élastomère : $E' \sim 10^7 \text{ MPa}$, $H \sim 10^6 \text{ MPa}$ et $f \sim 1$, ce qui donne donc $h \sim 10 \text{ } \mu\text{m}$.

$$w_{12} / w_{11} \sim 1.5$$

$$\text{d'où } h/d \sim 0.3$$

Le diamètre d'un débris, issu d'une usure adhésive, est donc de l'ordre de $30 \text{ } \mu\text{m}$.

4.3. Bilan

Bien qu'il n'existe que quatre faciès d'usure sur les élastomères, la plupart des études portent sur les rides d'usure. Les modèles présentés reposent tous sur la corrélation entre le taux d'usure et une grandeur mécanique accessible par une caractérisation volumique. En pratique, cette relation ne

fonctionne pas sur tous les matériaux et, comme pour les mécanismes généraux d'usure présentés dans le paragraphe 3, il est illusoire de croire qu'un mécanisme d'usure se produit seul.

5. Conclusion

Le contact entre la chaussée et le pneumatique constitue un système complexe pour lequel il est difficile, voire impossible, d'avoir accès à des grandeurs locales indispensables pour connaître les mécanismes d'usure. Ceux-ci résultent, par ailleurs, de la géométrie et de la déformation du pneumatique.

La présentation des mécanismes généraux d'usure couramment observés montre la multiplicité des phénomènes engendrant l'usure. Le travail de thèse présenté dans ce document s'efforcera de déterminer celui qui est responsable de la formation des cratères, à la lumière des mécanismes déjà proposés dans la littérature. L'approche développée sera essentiellement mécanicienne.

BIBLIOGRAPHIE

- J. F. Archard, "Contact and rubbing of flat surfaces", *Journal of Applied Physics*, **24**, pp 981-988, 1953.
- M. Barquins, "Adhérence, frottement et usure des élastomères", *Industrie Minérale*, pp 148-168, 1989.
- A. K. Bhowmick, "Ridge formation during the abrasion of elastomers", *Rubber Chemistry and Technology*, **55**, pp 1055-1062, 1982.
- A. K. Bhowmick, S. Basu et S. K. De, "Scanning electron microscopy studies of abraded rubber surfaces", *Journal of Materials Science*, **16**, pp 1654-1660, 1981.
- B. Briscoe, "Wear of polymers : an essay on fundamental aspects", *Tribology International*, **14**, pp 231-243, 1981.
- D. Bulgin et G. Hubbard, "Rotary power loss machine", *Transaction I.R.I.*, **34**, (5), pp 201-227, 1958.
- D. H. Champ, E. Southern et A. G. Thomas, "Advances in polymer friction and wear", Plenum, New York, E.U., 1974.
- A. Cornet et J.-P. Deville, "Physique et ingénierie des surfaces", EDP Sciences, Les Ulis, France, 1998.
- K. Dang-Van, S. Fouvry, P. Kapsa et H. Maitournam, "Contacts entre solides : Aspects mécaniques, fatigue, endommagement", *Cours pour l'Institut pour la Promotion des Sciences de l'Ingénieur*, 1998.
- C. Deutsch, "Dynamique des véhicules routiers", *Organisme National de Sécurité Routière*, Arcueil, Fr, 1975.
- M. Dragon-Louiset, "Contribution à une approche théorique de la mécanique de l'usure", *Ecole Polytechnique, Mécanique*, N° d'ordre 00 EPXX 0031 (thèse), 2000.
- S. Fouvry, "Etude quantitative des dégradations en fretting", *Ecole Centrale de Lyon, Mécanique*, N° d'ordre 97-04 (thèse), 1997.
- A. N. Gent, "A hypothetical mechanism for rubber abrasion", *Rubber Chemistry and Technology*, **62**, (4), pp 750-756, 1989.
- A. N. Gent, "Cavitation in rubber : a cautionary tale", *Rubber Chemistry and Technology*, **63**, pp 49 - 53, 1990.
- A. N. Gent et C. T. R. Pulford, "Mechanisms of rubber abrasion", *Journal of Applied Polymer Science*, **28**, pp 943-960, 1983.
- A. N. Gent et C. T. R. Pulford, "Micromechanics of fracture in elastomers", *Journal of Materials Science*, **19**, pp 3612-3619, 1984.
- J.-M. Georges, "Frottement, usure et lubrification", *Editions Eyrolles / CNRS Editions*, Paris, France, 2000.

K. A. Grosch, "The relation between the friction and visco-elastic properties of rubber", Proc. R. Soc. Lond., **A332**, pp 21-39, 1971.

K. A. Grosch et A. Schallamach, "Relation between abrasion and strength of rubber", Rubber Chemistry and Technology, **39**, pp 287-305, 1966.

K. A. Grosch et A. Schallamach, "The load dependence of laboratory abrasion and tyre wear", Kautschuk und Gummi, **22**, (6), pp 288-292, 1969.

Y. H. Guo et J. Padovan, "Moving template analysis of crack growth - II. Multiple crack extension and benchmarking", Engineering Fracture Mechanics, **48**, (3), pp 427-444, 1993.

G. M. Hamilton, "Explicit equations for the stresses beneath a sliding spherical contact", Proc. Instn. Mech. Engrs, **197**, (C), pp 53-59, 1983.

G. Heinrich, "Hysteresis friction of sliding rubbers on rough and fractal surfaces", Rubber Chemistry and Technology, **70**, pp 1-14, 1996.

T. Iwai et Y. Uchiyama, "Variations of rubber friction in the course of pattern abrasions - Relationships between ridge deformations and frictional force", 2000.

K. L. Johnson, "Contact mechanics", Cambridge University Press, Cambridge, G.B., 1994.

Y. S. Kim, H. S. Byun, S. Kim et A. N. Gent, "Abrasion of selected rubber compounds with a DIN abrader", Korea Polymer Journal, **7**, (2), pp 116-123, 1999.

I. V. Kragel'skii et E. F. Nepomnyashchii, "Fatigue wear under elastic contact conditions", Wear, **8**, pp 303-319, 1965.

O. Le Maître, M. Süßner et C. Zarak, "Evaluation of tire wear performance", Developments in tire, wheel, steering, and suspension technology (SP-1338), The Engineering Society for Advancing Mobility Land Sea Air and Space International, Warrendale, E.U., 1998.

Leeds-Lyon, The third body concept : interpretation of tribological phenomena, Elsevier, Amsterdam, P.B., Tribology Series, (31), 1995.

B. D. Mindlin et H. Deresiewicz, "Elastic spheres in contact under varying oblique forces", Journal of Applied Mechanics, **September**, pp 327-344, 1953.

D. F. Moore, "The friction and lubrication of elastomers", Pergamon Press, Oxford, G.B., 1972.

R. Mouginot, "Crack formation beneath sliding spherical punches", Journal of Materials Science, **22**, (3), pp 989-1000, 1987.

R. Mouginot et D. Maugis, "Fracture indentation beneath flat and spherical punches", Journal of Materials Science, **20**, pp 4354-4376, 1985.

J. Padovan et Y. H. Guo, "Moving template analysis of crack growth - I. Procedure development", Engineering Fracture Mechanics, **48**, (3), pp 405-425, 1994.

B. N. J. Persson et E. Tosatti, "Qualitative theory of rubber friction and wear", Journal of Chemical Physics, **112**, (4), pp 2021-2029, 2000.

- R.-M. Pradeilles-Duval, "Evolution de systèmes avec surfaces de discontinuités mobiles : Application au délaminage", Ecole Polytechnique, Mécanique, N° d'ordre 279/1992 (thèse), 1992.
- C. T. R. Pulford, "Failure of rubber by abrasion", *Rubber Chemistry and Technology*, **58**, pp 653-661, 1984.
- E. Rabinowicz, "Friction and Wear of Materials", John Wiley and Sons, New York, 1966.
- E. Rabinowicz, "Friction, Wear and Lubrication", Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, E.U., 1974.
- R. Ramakrishnan et J. A. Donovan, "The effect of abrading surfaces on the wear of rubber tread compounds", *Rubber Chemistry and Technology*, **68**, pp 609-622, 1995.
- M. Razzaghi-Kashani et J. Padovan, "Simulation of surface flaw propagation associated with the mechanical fatigue wear of elastomers", *Rubber Chemistry and Technology*, **71**, pp 214-233, 1998.
- M. M. Reznikovskii et G. I. Brodskii, "Abrasion of rubber", Maclaren Palmerton, 1967.
- A. D. Roberts, "Rubber adhesion at high rolling speeds", *J. nat. Rubb. Res.*, **3**, (4), pp 239 - 260, 1988.
- P. Roch, "Rubber tribology and tyre traction", The international rubber conference 2001, IOM Communication Ltd, pp 670, 2001.
- A. Schallamach, "Abrasion of rubber by a needle", *Journal of Polymer Science*, **9**, (5), pp 385-404, 1952.
- A. Schallamach, "Abrasion pattern on rubber", *Transaction I.R.I.*, **28**, 1952.
- A. Schallamach, "On the abrasion of rubber", *Proc. Phys. Soc.*, **67B**, pp 883-891, 1954.
- A. Schallamach, "Friction and abrasion of rubber", *Wear*, **1**, pp 384-416, 1957.
- A. Schallamach, "Abrasion of rubber. II", *Gummi, Asbest Kunststoffe*, **9**, (1), pp 63-67, 1978.
- G. W. Stachowiak et A. W. Batchelor, "Engineering Tribology", Butterworth-Heinemann, Woburn, E.U., 2001.
- T. A. Stolarski, "A probabilistic approach to wear prediction", *J Phys. D. : Appl. Phys.*, **24**, pp 1143-1149, 1990.
- N. P. Suh, "The delamination theory of wear", *Wear*, **25**, pp 111-124, 1973.
- P. Thirion, "Le frottement du caoutchouc et la glissante des pneumatiques d'automobiles et d'avions", Institut Français du Caoutchouc (I.F.C.), 1973.
- P. Thirion et R. Chasset, "Le frottement du caoutchouc", Institut Français du Caoutchouc (I.F.C.), 1964.
- A. G. Thomas, "Rupture of rubber II : The strain concentration at an incision", *Journal of Polymer Science*, **18**, pp 177-188, 1955.
- A. G. Thomas, "Factors influencing the strength of rubbers", *Rubber Chemistry and Technology*, **48**, pp 902-912, 1975.

Y. Uchiyama, "Wear of rubber through roll formation", *International Polymer Science and Technology*, **12**, (6), pp 51-62, 1985.

Y. Uchiyama et Y. Ishino, "Pattern abrasion mechanism of rubber", *Wear*, **158**, pp 141-155, 1992.

A. G. Veith, "A review of important factors affecting treadwear", *Rubber Chemistry and Technology*, **65**, pp 601-659, 1991.

S. W. Zhang, "Mechanisms of rubber abrasion in unsteady state", *Rubber Chemistry and Technology*, **57**, (4), pp 755-768, 1984.

Chapitre 2 : Matériaux et principaux moyens mis en œuvre

1. Introduction

Les élastomères chargés réticulés ont des compositions chimiques et des propriétés mécaniques très particulières. Le comportement tribologique est ainsi influencé par les spécificités du matériau. Ce chapitre propose, par conséquent, une description synthétique des matériaux de l'étude, une explication de la structure physico-chimique des mélanges et de son implication sur les propriétés macroscopiquement observées.

Les moyens d'essais doivent également intégrer ces particularités afin de reproduire et de maîtriser les conditions de création des phénomènes étudiés. Par ailleurs, les moyens d'analyse et de mesure, qui sont aussi présentés dans ce chapitre, ont été choisis et adaptés afin de fournir des informations pertinentes pour l'étude des propriétés morphologiques ou mécaniques des surfaces sollicitées.

SOMMAIRE

CHAPITRE 2 : MATÉRIAUX ET PRINCIPAUX MOYENS MIS EN ŒUVRE	33
1. INTRODUCTION	33
2. PROPRIÉTÉS DES ÉLASTOMÈRES CHARGÉS RÉTICULÉS	35
2.1. MATÉRIAUX DE L'ÉTUDE	35
2.2. STRUCTURE PHYSICO-CHIMIQUE.....	36
2.2.1. <i>Matrice élastomérique</i>	36
2.2.2. <i>Charge</i>	37
2.2.3. <i>Mélange matrice élastomérique – charge</i>	38
2.3. PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES	40
2.3.1. <i>Propriétés quasi-statiques</i>	40
2.3.2. <i>Propriétés dynamiques</i>	41
3. PRÉSENTATION D'UN TRIBOMÈTRE SPÉCIFIQUE ET DÉFINITION DES GRANDEURS ASSOCIÉES	43
3.1. PRÉSENTATION DU TRIBOMÈTRE.....	43
3.1.1. <i>Dispositif expérimental</i>	43
3.1.2. <i>Conditions expérimentales</i>	45
3.1.3. <i>Grandeurs accessibles</i>	46
3.2. ANALYSE DES CONDITIONS DE FONCTIONNEMENT IMPOSÉES PAR LE TRIBOMÈTRE.....	47
3.2.1. <i>Grandeurs du problème couche mince</i>	48
3.2.2. <i>Modèle éléments finis</i>	50
3.2.3. <i>Recalage des grandeurs</i>	52
3.2.4. <i>Retour au milieu semi infini</i>	55
3.2.5. <i>Bilan</i>	56
4. RUGOSIMÈTRE OPTIQUE	57
4.1. DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL.....	57
4.2. CONDITIONS EXPÉRIMENTALES	57
4.3. GRANDEURS ACCESSIBLES.....	59
5. NANO-INDENTEUR.....	60
5.1. DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL.....	60
5.2. GRANDEURS ACCESSIBLES.....	62
5.2.1. <i>Nano-indentation</i>	62
5.2.2. <i>Nano-rayage</i>	64
6. CONCLUSION	66
BIBLIOGRAPHIE.....	67

2. Propriétés des élastomères chargés réticulés

Dans cette partie, les propriétés physico-chimiques et mécaniques ainsi que la structure du matériau sont présentées séparément. Ce choix peut paraître étonnant dans la mesure où les propriétés mécaniques mesurées macroscopiquement résultent du comportement physico-chimique existant à petite échelle. Par ailleurs, la littérature abonde d'articles établissant des corrélations ou des explications liant la physico-chimie des élastomères et leurs propriétés mécaniques [Medalia, 1986] [Leblanc, 1997] [Wang, 1997]. Néanmoins, il n'existe pas actuellement de modèle établissant de manière quantitative et complète de lien entre la microstructure et les propriétés mécaniques : les deux approches restent donc complémentaires. Par conséquent, l'objectif de ce paragraphe est de présenter les matériaux de l'étude, tout en introduisant quelques notions simples, mais fondamentales. Elles donnent ainsi accès à des grandeurs permettant de mieux appréhender le comportement tribologique des mélanges qui découle de leur physico-chimie et de leurs comportements mécaniques.

2.1. Matériaux de l'étude

Huit matériaux très différents par leurs propriétés mécaniques et physico-chimiques ont été étudiés. Leur composition chimique apparaît dans le Tableau 1, celui-ci se lit de la manière suivante : pour 100 g de matrice est ajouté X g de charge, Y g d'un premier additif, Z g d'un second additif, etc...

Tableau 1 : Composition chimique et propriétés mécaniques des caoutchoucs étudiés

	Matériaux	1	2	3	4	5	6	7	8
Matrice	BCP819-PB	100							
	SIBR FLEX 2550		100						
	TSR20 6 NR			100					
	SBR1721				138				
	SBR1500					100	100	100	100
Charge	N234	50	50	50	50	50	50	50	
	N683								50
Additifs	ZnO	5	5	5	5	5	5	5	5
	Acide Stéarique	2	2	2	2	2	2	2	2
	6PPD	1	1	1	1	1	1		1
	Soufre	1.2	1.2	1.2	1.6	1.2	3	1.2	1.2
	CBS	1.2	1.2	1.2	1.6	1.2	3	1.2	1.2

Le choix de la matrice élastomérique impose au mélange final une grande part de ses propriétés visco-élastiques. La charge a un effet renforçant, mais constitue également une barrière anti-UV et un antioxydant. La charge et l'élastomère sont liés par des interactions complexes qui seront précisées. Les additifs, bien que présents en faible quantité, jouent un rôle très important dans le mélange. Le soufre, notamment, est indispensable pour créer des points de réticulation entre les chaînes de polymères. D'autres additifs, comme le 6PPD – N-(1,3-diméthylbutyle)-N'-phényl-p-phenylenediamine –, sont des antioxydants qui assurent une protection à long terme du mélange.

La plus grande partie de l'étude a été menée sur le matériau 7, parce qu'il s'est révélé donner les résultats les plus intéressants pour la compréhension des mécanismes d'usure douce. Les essais de frottement et d'usure ainsi que les caractérisations mécaniques montrent que le matériau 5 a le même comportement que le matériau 7, par conséquent, l'ajout de l'antioxydant n'a que peu d'influence sur les propriétés mesurées à court terme. L'étude de ce mélange n'apporte pas d'information supplémentaire et n'est donc pas présentée dans cette étude.

2.2. Structure physico-chimique

2.2.1. Matrice élastomérique

A l'exception du caoutchouc naturel, les élastomères sont obtenus à partir de réactions de polymérisation. Elles permettent de créer à partir de monomères de très longues chaînes moléculaires, souvent de structure filiforme. Celles-ci déterminent le comportement du polymère à température ambiante. En effet, si les interactions entre les chaînes sont faibles, elles ont une grande liberté de mouvement sous l'influence de l'agitation moléculaire causée par l'énergie thermique de la matière [Thirion, 1973]. Un tel matériau flue donc lorsqu'une contrainte lui est appliquée. La réticulation – ou vulcanisation – au niveau de ponts de soufre ou oxygène rend les macromolécules solidaires entre elles. Les mouvements des chaînes sont limités, mais la structure conserve dans son ensemble une grande élasticité. *In fine*, elle est constituée d'un très grand nombre de mailles liées entre elles par les ponts soufrés ou par des enchevêtrements.

L'élasticité caoutchoutique peut être modélisée par la théorie statistique se basant sur les hypothèses :

- d'un réseau parfait, c'est-à-dire sans défaut dû à des fins de chaînes, des boucles fermées ou des rétrécissements. Toutes les fins de chaînes sont donc fixées ;
- d'une distribution des longueurs de chaînes gaussienne ;
- qu'aucune énergie n'est emmagasinée ;
- que toutes les chaînes ont la même répartition de masse.

Les mêmes principes de mécanique statistique que dans la théorie cinétique des gaz conduisent à relier l'élasticité caoutchoutique à la probabilité de trouver un ensemble de chaînes moléculaires dans des états plus ou moins ordonnés et non aux forces qui s'exercent entre les atomes de chaînes différentes [Thirion, 1973]. La théorie statistique de l'élasticité caoutchoutique donne l'expression de la contrainte en fonction de l'élongation [Treloar, 1975] :

$$\sigma = \frac{\rho RT}{M_c} \left(\lambda^2 - \frac{1}{\lambda} \right) \quad \text{Équation 1}$$

où :

- ρ est la masse volumique ;
- R est la constante des gaz parfait ;
- T est la température ;
- M_c la masse molaire moyenne d'une chaîne ;
- λ est l'élongation.

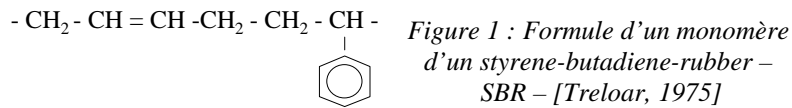
Cette expression est identique au premier terme de la formulation phénoménologique de Mooney-Rivlin. Puisqu'en petite déformation, on a :

$$\lambda = 1 + \varepsilon$$

$$\text{d'où } \sigma = \frac{\rho RT}{M_c} 3\varepsilon \text{ et } G_0 = \frac{\rho RT}{M_c} \text{ où } G_0 = NkT \text{ (pour } \nu = 1/2)$$

N représente de le nombre de chaînes par unité de volume et k la constante de Boltzmann, soit $1.381 \times 10^{-23} \text{ JK}^{-1}$. Pour un réseau idéal, le nombre de nœuds par unité de volume est la moitié du nombre de chaînes par unité de volume, si on considère que quatre chaînes se rejoignent à chaque jonction [Treloar, 1975]. Les élastomères ont un module de cisaillement entre 1 et 10 MPa sur leur plateau caoutchouteux, une densité de 1 et une masse volumique d'environ 10^3 kg/m^3 , la masse molaire moyenne d'une chaîne, M_c , est donc de l'ordre du 10^3 à 10^4 g/mol .

Pour un SBR – styrene-butadiene rubber –, le monomère a une masse molaire de l'ordre de 10^2 g/mol (Figure 1). Le nombre de monomères entre deux points de réticulation est de 10 à 100. La distance inter-atomique est de 0.1 nm. On obtient donc une distance de l'ordre de 10^{-9} à 10^{-8} m entre deux points de réticulation en considérant le monomère étiré au maximum. Dans la pratique, il existe des inclinaisons entre les liaisons atomiques et entre les monomères. La distance moyenne entre deux points de réticulation se situe donc probablement au voisinage de 10 nm.



Lorsque la température d'un élastomère est diminuée, il existe une température de transition, dite température de transition vitreuse, T_g , à partir de laquelle, pour la fréquence de l'expérience, la probabilité de réarrangement local des atomes est très fortement ralentie pour les processus exigeant des déplacements importants. Les mouvements locaux dépendent alors du temps et de la température. Cette transition peut être reliée dans certains cas à l'énergie nécessaire à un mouvement particulier de groupes d'atomes dans la chaîne [Carrega, 1999] [Meier, 1978] [Read, 1981].

2.2.2. Charge

Les charges contenues dans les mélanges de l'étude sont du noir de carbone. Le noir de carbone est produit à partir du pétrole.

La nomenclature des noirs de carbone comprend une lettre et trois chiffres, N_{xyz} :

- N indique que la charge n'influence pas beaucoup le processus de vulcanisation ;
- x est inversement proportionnel à la surface spécifique moyenne de la charge (ASTM D1765-96) ;
- yz indique de manière qualitative la propriété renforçante d'un agrégat : par exemple, un N340 est plus renforçant qu'un N327.

Le Tableau 2 donne les caractéristiques des noirs de carbone présents dans les mélanges de l'étude.

Tableau 2 : Caractéristique des noirs de carbone des mélanges de l'étude (d'après [Leblanc, 2002])

Classification N_{xyz} x	Diamètre moyen d'une charge [nm] (ASTM D1765-86)	Surface spécifique moyenne [m ² /g] (ASTM D1765-96)
2	20-25	100-120
6	49-60	33-39

Les énergies de surface des charges jouent un grand rôle dans le mélange, puisqu'elles déterminent l'intensité des liaisons entre les charges et la matrice élastomérique et entre les charges elles mêmes. Pour déterminer les énergies de surface d'une charge, il faut connaître sa composante dispersive et sa composante polaire.

Si, entre deux matériaux, seulement les forces dispersives sont responsables de l'interaction, l'énergie d'adhésion entre les matériaux correspond à la moyenne géométrique des énergies dispersives, γ_1^d et γ_2^d [Fowkes, 1962] :

$$W^d = 2(\gamma_1^d \gamma_2^d)^{1/2} \quad \text{Équation 2}$$

De la même manière, l'énergie d'adhésion, due uniquement à des forces polaires, γ_1^p et γ_2^p , a pour expression, :

$$W^p = 2(\gamma_1^p \gamma_2^p)^{1/2} \quad \text{Équation 3}$$

L'énergie totale d'adhésion a pour expression en négligeant toutes les autres forces d'interaction – liaison hydrogène et interaction acide-base – :

$$W = W^d + W^p \quad \text{Équation 4}$$

Le Tableau 3 donne pour des charges proches de celle de l'étude les composantes de l'énergie de surface.

Tableau 3 : Composante de l'énergie de surface de noir de carbone (d'après [Leblanc, 2002])

Charge	Surface spécifique moyenne [m ² /g]	Composante dispersive, γ_s^d à 150°C [mJ/m ²]	Composante polaire, γ_s^p à 150°C [mJ/m ²]
N220	118.0	235.2	103.9
N660	39.4	124.7	71.1

2.2.3. Mélange matrice élastomérique – charge

La matrice élastomérique étant constituée de chaînes formées principalement de carbone, les interactions entre la matrice et le noir de carbone sont importantes et très complexes. [Wang, 1997] signale par exemple, que le module élastique pourrait croître de manière continue entre la matrice élastomérique et la charge.

Les mélanges couramment utilisés ont un taux de charge qui les place près du seuil de percolation : pour un mélange contenant 100 g d'élastomère de masse volumique 1000 kg/m³ et 50 g de charge de masse volumique 2000 kg/m³, la fraction volumique de charge, ϕ_{charge} , est de 0.2, alors que le seuil de percolation est à 0.3. C'est pourquoi, il existe, dans le matériau, diverses structures qui influencent le comportement macroscopique. Dans le mélange, un réseau de noirs de carbone dont la déformation et la rupture en certains points, due à une déformation trop importante, est responsable de l'effet Payne (voir partie 2.3.1) Ce squelette est mis en évidence par des mesures de résistivité électrique en fonction de la déformation macroscopiquement imposée [Busfield et coll., 2001].

Malgré cette complexité du mélange élastomère / charge, celui-ci peut néanmoins être modélisé par l'équation de Guth-Gold [Guth et coll., 1938] [Guth, 1945] donnant l'expression du module de cisaillement du mélange, $G'_{mélange}$, en fonction de celui de la matrice, $G'_{matrice}$, et de la fraction volumique du renfort, ϕ_{charge} :

$$G'_{mélange} = G'_{matrice} (1 + 2.5 \phi_{charge} + 14.1 \phi_{charge}^2) \quad \text{Équation 5}$$

Cette équation est basée sur l'équation d'Einstein [Einstein, 1906] donnant l'expression de la viscosité d'un fluide contenant une suspension de sphères rigides. Pour une fraction volumique de charge de 0.2, le module de cisaillement du mélange est ainsi multiplié par 2.

Quel que soit le soin apporté au processus de mélangeage de la charge à l'élastomère, il subsiste toujours des hétérogénéités comme, par exemple, les agrégats et les agglomérats dont l'existence se justifie par des considérations énergétiques. Ainsi, l'énergie de surface des charges provoque la formation d'assemblages de charges, les agrégats. A partir de l'approche développée par [Kendall et coll., 1989], il est possible d'évaluer l'ordre de grandeur dimensionnel de ces éléments. Ce modèle

détermine le diamètre de l'assemblage moyen en comparant l'énergie de cohésion de l'ensemble, due à l'énergie de surface, et l'énergie nécessaire pour le casser :

$$\Phi = 0.064 \left(\frac{E' d^{5/2}}{W(1-\nu^2)} \right)^{2/3} \quad \text{Équation 6}$$

où :

- E' est le module d'Young d'un grain ;
- ν est le facteur de Poisson ;
- W est l'énergie de surface ;
- d est le diamètre d'un grain.

On prend $W = W^d + W^p$, pour un N220, $W \approx 0.7 \text{ J/m}^2$. Le module d'élasticité du graphite est de 33 GPa , en prenant $\nu = 0.25$ et $d = 20 \text{ nm}$, on trouve $\Phi \approx 130 \text{ nm}$, ce qui est l'ordre de grandeur de la taille des agrégats (Figure 3).

Le mélange des charges à la matrice élastomérique n'est jamais parfait, il reste des "grumeaux" ou agglomérats. Ils ont une taille variant de quelques micromètres à la centaine de micromètres (Figure 2). Leur taille dépend du temps de mélange, de l'élastomère... [Goncalves, 1999].

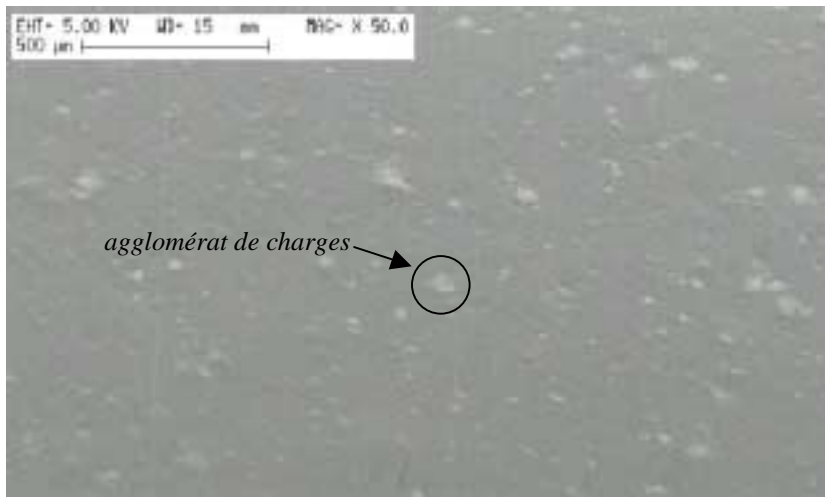


Figure 2 : Coupe d'un élastomère chargé réticulé. Les zones plus claires correspondent à des agglomérats de charge. Observation au MEB.

Le module élastique d'un agglomérat peut être estimé par :

$$E_{\text{agglomérat}} = 17.1 \nu^4 \left(\frac{E'^2 W}{d} \right)^{1/3} \quad [\text{Kendall, 1988}], \quad \text{Équation 7}$$

où :

- ν est la fraction volumique des charges, elle est prise égale au seuil de percolation qui est de l'ordre 0.3 ;
- E' est le module d'Young des charges ;
- d est le diamètre moyen des charge ;
- W est l'énergie de surface des charges.

On trouve alors $E'_{\text{agglomérat}} \approx 500 \text{ MPa}$.

Les agglomérats ont donc des propriétés mécaniques bien supérieures à celle de l'élastomère.

Les agrégats et les agglomérats ne sont pas les seules structures présentes dans le mélange. Les schémas de la Figure 3 en donnent des représentations simplifiées, ainsi que leurs ordres de grandeurs associées, pour des mélanges constitués d'élastomères renforcés par du noir de carbone ou de la silice.

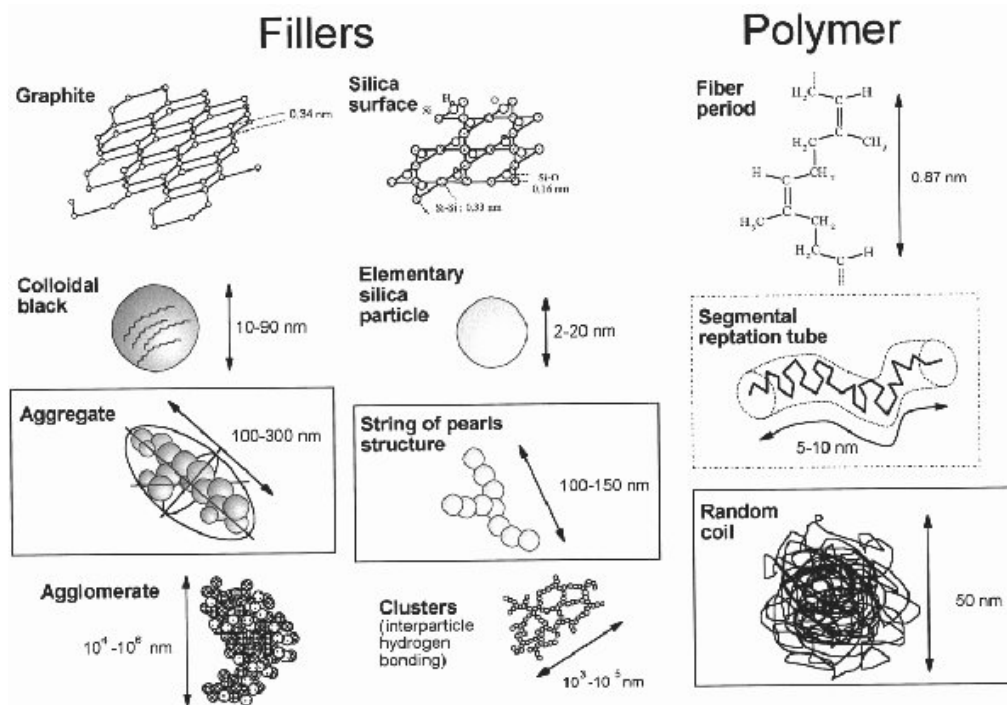


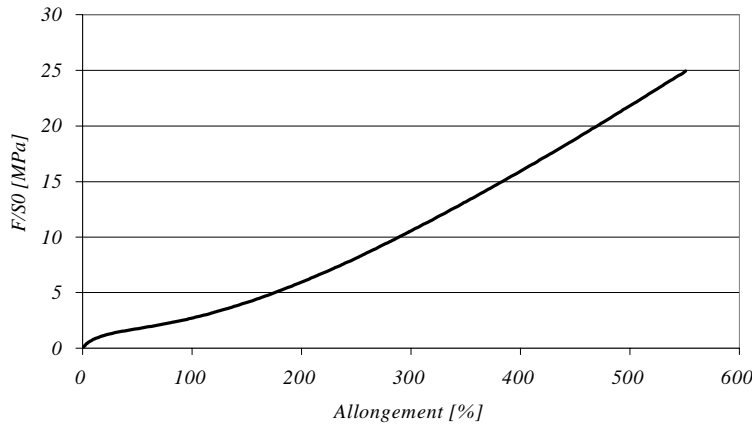
Figure 3 : Schéma de différentes structures dans un élastomère chargé réticulé [Leblanc, 2002]

2.3. Propriétés mécaniques

Bien que les élastomères chargés réticulés puissent être très différents de par leur composition chimique, il est néanmoins possible de dégager quelques caractéristiques communes à l'ensemble de ces matériaux.

2.3.1. Propriétés quasi-statiques

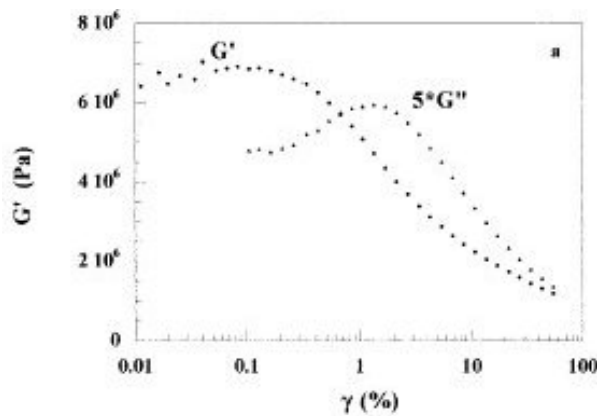
La caractéristique essentielle des élastomères est leur faible module de cisaillement dans des conditions usuelles de sollicitation, en effet, il est de l'ordre de quelques méga-pascals. Par ailleurs, les élastomères sont capables de subir de grandes déformations, de l'ordre de quelques centaines de pourcents, avant rupture. Le Graph. 1 donne un exemple de courbe de traction type sur un élastomère. Cette courbe est non linéaire, ce qui rend la définition d'un module d'élasticité difficile. Par définition, on appelle module d'Young de tels matériaux, la pente de la courbe force / allongement à petite déformation. Pour des grandes déformations, il peut être utile de définir des modules tangents.



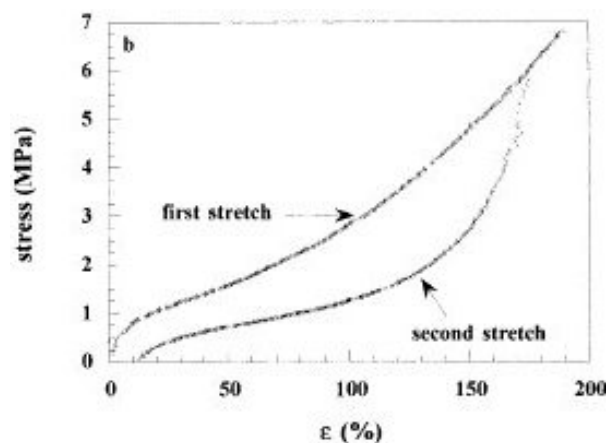
Graph. 1 : Courbe de traction typique d'un élastomère chargé réticulé

Cette non linéarité de la contrainte en fonction de la déformation est appelée *effet Payne* [Payne, 1962] [Payne, 1965] [Chazeau et coll., 2000] (Graph. 2).

Si plusieurs passages de chargement et déchargement sont réalisés successivement, les trajets ne se superposent pas exactement, une dissipation, dans le matériau, assimilée à de l'endommagement est observée : c'est *l'effet Mullins* [Mullins, 1969] [Mullins et coll., 1957] [Mullins, 1947] (Graph. 3). Une modélisation de ce phénomène peut se trouver dans [Martin-Borret, 1998].



Graph. 2 : Effet Payne ([Bokobza et coll., 2001])



Graph. 3 : Effet Mullins ([Bokobza et coll., 2001])

Les élastomères chargés réticulés sont considérés comme incompressibles ($\nu = 1/2$) dans le domaine de sollicitation de l'étude. Si cette hypothèse simplifie grandement la plupart des calculs analytiques, elle pose un grand problème pour les calculs de structures.

2.3.2. Propriétés dynamiques

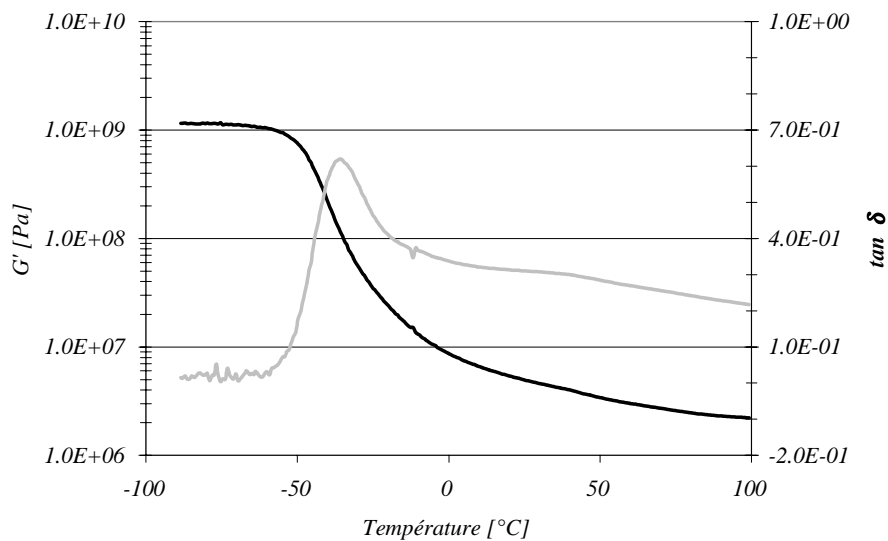
Lorsque l'élastomère chargé réticulé est sollicité, il n'atteint pas instantanément son état d'équilibre thermodynamique. Le temps requis pour l'obtention de cet équilibre dépend de l'écart par rapport à la transition vitreuse. Des expériences de fluage, généralement à force imposée, permettent de suivre l'évolution de la déformation en fonction du temps [Trotignon et coll., 1998]. Il est ainsi possible d'avoir des courbes isochrones ou des courbes isométriques. Les courbes isochrones donnent, à partir d'un faisceau de courbes, la déformation en fonction du temps pour différentes contraintes, le temps

nécessaire pour atteindre une déformation stabilisée. Les courbes isométriques sont analogues aux courbes isochrones mais pour des déformations données.

Des modèles rhéologiques simples tels Kelvin-Voigt ou Maxwell, ou plus compliqués, permettent de reproduire ce comportement [Chevalier, 1996].

Lors d'une caractérisation expérimentale des élastomères chargés réticulés, une oscillation périodique est imposée au matériau. A partir de la réponse en phase et en quadrature le module de dissipation, G'' et de restitution, G' , sont identifiés. On définit également le ratio G''/G' comme étant la tangente de l'angle de perte (Graph. 4) :

$$\tan \delta = G''/G' \quad \text{Équation 8}$$



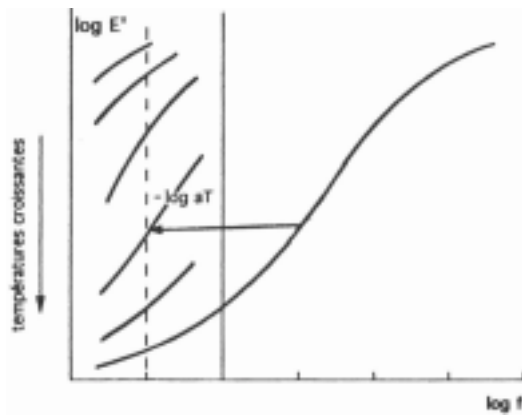
Graph. 4 : Courbe de caractérisation dynamique d'un élastomère chargé réticulé à contrainte imposée (Matériau 7, 10 Hz). La courbe grise représente la tangente de l'angle de perte, $\tan \delta$, et celle en noire le module de restitution, G' .

La vitesse de déformation du mélange est également liée à la température de sollicitation. [Williams et coll., 1955] ont montré qu'il existe une relation entre le temps et la température d'essai, elle est couramment appelée *relation WLF*. Elle permet de construire une courbe maîtresse à partir d'essais de fluage réalisés à différentes températures et fréquences. Il existe une relation reliant la fréquence de sollicitation au facteur de décalage :

$$\log\left(\frac{\dot{\epsilon}}{a_T}\right) = \text{constante}, \text{ avec } \log a_T = -\frac{C_1(T-T_0)}{C_2+T-T_0} \quad \text{Équation 9}$$

où :

- a_T est le facteur de glissement ;
- C_1 et C_2 sont des constantes du polymère considéré ;
- T_0 est une température de référence (T_g ou $T_g - 50$).



Graph. 5 : Module d'élasticité en fonction de la fréquence à différentes températures et courbe maîtresse [Carrega, 1999]. f représente ici la fréquence de sollicitation.

Le facteur de glissement ainsi que les constantes de la formule sont liés à des grandeurs physiques, comme la viscosité du matériau, grâce à la théorie des volumes libres de [Doolittle, 1951]. Cette théorie considère qu'il existe des espaces ou volumes libres dans le polymère qui permettent aux chaînes de changer de configuration.

Remarque : La température de transition vitreuse augmente quand la fréquence augmente [Meier, 1978]. La température de transition vitreuse est définie pour une fréquence d'essai de 1 Hz : pour le matériau 7, $T_g^{1\text{Hz}} = -40^\circ\text{C}$. Les constantes de l'équivalence temps-température ne sont donc correctes qu'au voisinage de 1 Hz , ce qui est le cas des expériences réalisées sur le tribomètre en température présenté ci-après.

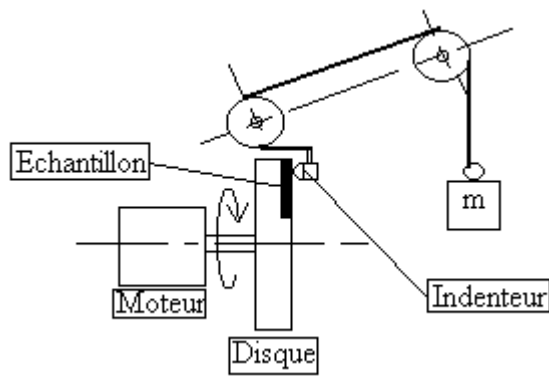
3. Présentation d'un tribomètre spécifique et définition des grandeurs associées

Il a pu être constaté dans le paragraphe et le chapitre précédents que les élastomères chargés réticulés sont complexes et ont de grandes variations de leurs propriétés en fonction des conditions de sollicitation. Pour ces raisons, il n'existe pas actuellement de moyen d'essai universel pour l'étude du frottement et de l'usure de ces matériaux. [Moore, 1972] et [Mitsubishi, 1989] donnent quelques exemples de machines plus ou moins analytiques fréquemment utilisées dans ce domaine. L'objectif de l'étude étant de comprendre l'usure douce des élastomères chargés réticulés signalée par l'apparition de cratères, il est apparu nécessaire de construire un moyen d'essai spécifique.

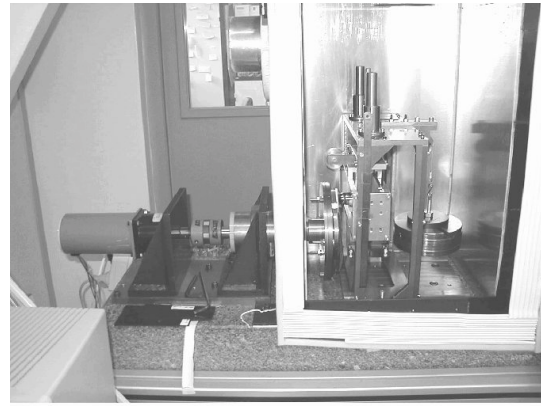
3.1. Présentation du tribomètre

3.1.1. Dispositif expérimental

Un tribomètre est un moyen d'essai permettant de réaliser des expériences de frottement et d'usure dans des conditions contrôlées. Dans le cas présent, il permet d'appliquer une charge sur un indenteur – sphérique ou d'une autre géométrie – en contact avec une éprouvette fixée sur un disque support mû en rotation (Figure 4).



a. Représentation schématique du tribomètre en température



b. Photographie du tribomètre en température

Figure 4 : Représentation schématique et réelle du tribomètre en température

L'expérience est réalisée à charge imposée. Des masses marquées appliquent la charge désirée sur l'éprouvette à tester par l'intermédiaire de deux poulies et d'un câble en acier déplaçant en translation une cage mobile sur laquelle est fixé l'indenteur. Ce mouvement est assuré par quatre lamelles en *Invar* de très faible coefficient de dilatation thermique. Elles constituent un système de très faible rigidité dans la direction de translation x , tandis qu'elles empêchent quasiment tout mouvement dans les autres directions (Figure 5). La charge réellement subie par l'éprouvette est légèrement inférieure de quelques pour cent à celle initialement imposée. Les courbes d'étalonnage permettent de connaître la charge réelle appliquée au cours de l'expérience. Un capteur de force d'une grande rigidité et de faible débattement ($\pm 0.4 \text{ mm}$) mesure en continu la force de frottement issue du contact. Il est lié à la bille par un système rigide. La bille peut seulement effectuer un mouvement de translation dans l'axe du capteur, grâce à la présence de celui-ci et de deux lamelles en *Invar*.

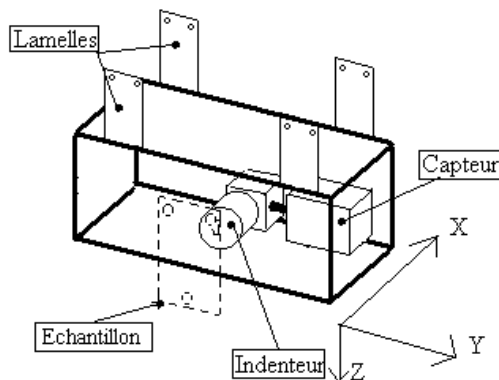


Figure 5 : L'ensemble indenteur / capteur est fixé dans une cage en aluminium reliée au reste du bâti par 4 lamelles flexibles chargées d'empêcher le mouvement tangentiel par rapport au disque (selon y) tout en permettant une translation selon l'axe x .

Un disque évidé de la dimension de l'éprouvette d'essai est revêtu d'une couche de caoutchouc sur lequel est collée une toile abrasive de grain très fin (grade 4000). Ce disque constitue la surface complémentaire de l'éprouvette sur le disque de fixation. Ce dispositif permet de nettoyer la bille sur toute sa surface de contact entre deux sollicitations de l'éprouvette. Le tribomètre en température est piloté par un ordinateur qui contrôle la vitesse de rotation de l'éprouvette et le temps entre deux passages. L'ensemble est disposé à l'intérieur d'une enceinte climatique permettant de réguler l'atmosphère et la température d'expérimentation.

Les éprouvettes d'essai sont constituées d'une plaque en aluminium sur laquelle est collé un morceau de l'élastomère à étudier. L'échantillon a une largeur de 50 mm pour une épaisseur de 1, 2 ou 25 mm, il

est collé sur la plaque en aluminium à l'aide d'une colle à base de cyano acrylate. L'ensemble est visé sur le disque support.



Figure 6 : Schéma d'une éprouvette d'essai pour une épaisseur d'éprouvette de 2 mm.

3.1.2. Conditions expérimentales

La bille utilisée pour les expériences est polie avec une solution diamantée de $1\ \mu\text{m}$. La bille est considérée comme présentant une rugosité négligeable, lorsqu'aucune rayure n'y est observée visuellement à la lumière. Elle est ensuite nettoyée avec de l'acétone, du propanol puis de l'eau distillée. La surface de l'éprouvette est nettoyée seulement par de l'eau distillée. La bille est toujours infiniment rigide par rapport à l'élastomère testé.

Avant chaque essai, deux éprouvettes sont pesées : l'une subit l'essai et l'autre sert d'éprouvette témoin. En effet, le matériau étant sensible à l'environnement, en particulier à l'hygrométrie, une partie de la variation de masse de l'éprouvette d'essai est imputable à celui-ci. L'éprouvette témoin, disposée à l'intérieur de l'enceinte du tribomètre, permet de quantifier la variation de masse non due à l'usure.

Le disque servant au nettoyage de l'indenteur entre deux frottements sur l'échantillon et la bille sont changés selon une périodicité qui dépend des conditions d'expérimentation : par exemple, pour une charge de 57.7 N, ils sont changés au maximum tous les 1200 tours, tandis que pour 4.7 N, ils peuvent subir une expérience de 10 000 passages sans être remplacés.

La vitesse de glissement imposée est limitée par la thermique du contact puisque, lorsque l'indenteur frotte sur l'élastomère, il se produit un échauffement. Le matériau étant sensible à la température, une telle augmentation de la température peut modifier son comportement tribologique. Une évaluation de la température éclair moyenne permet de déterminer quelle plage de vitesse minimise cet effet [Stachowiak et coll., 1993] [Denape, 2000]. Après calculs, la variation de température a pour expression :

$$\Delta T = \frac{fF_N v_g}{A_r} \left(\frac{\lambda_1}{L_1} + \frac{\lambda_2}{L_2} \right)^{-1} \quad \text{Équation 10}$$

où :

- f est le facteur de frottement ;
- F_N est la force normale au contact ;
- v_g est la vitesse de glissement ;
- A_r est l'aire réelle de contact, prise en première approximation comme l'aire apparente de contact : $A_r = \pi a^2$ (a est donné par la théorie de Hertz)
- λ_1 et λ_2 sont les conductivités thermiques de l'indenteur et de l'élastomère : $\lambda_1 \approx 50\ \text{W/mK}$ [Lide, 1992] et $\lambda_2 \approx 0.2\ \text{W/mK}$ [Mark, 1996];
- L_1 et L_2 sont des dimensions caractéristiques du contact : $L_1 = \frac{\pi}{4} a$ et $L_2 = 0.31\pi \frac{a}{\sqrt{Pe}}$, Pe étant le nombre de Péclet : $Pe = \frac{a v_g \rho_2 c_2}{\lambda_2}$, ρ_2 est la masse volumique du caoutchouc ($\rho_2 \approx 10^3\ \text{kg/m}^3$) et c_2 est la capacité thermique massique du caoutchouc ($c_2 \approx 2\ \text{J/kgK}$).

$$d'où \Delta T \approx 10^{-3} v_g F_N \left(\frac{G}{RF_N} \right)^{1/3}$$

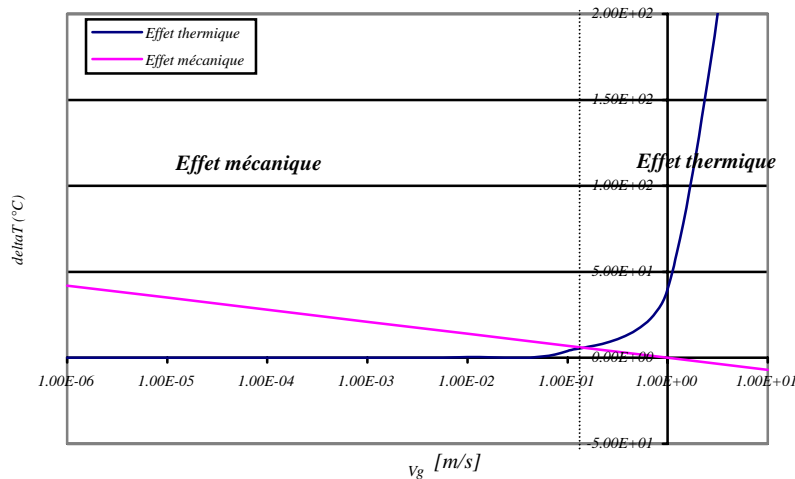
[Moore, 1972] propose une expression analogue à partir d'une approche un peu différente.

On obtient pour $f = 1$, $F_N = 10 \text{ N}$, $G = 10^7 \text{ Pa}$ et $\phi_{bille} = 9.5 \times 10^{-3} \text{ m}$:

$\Delta T \sim 40 v_g$ ce qui est un bon ordre de grandeur par rapport à ce qui est observé en pratique.

L'équivalence Temps – Température peut se simplifier en : $\Delta T \sim -7.\log v_g$.

Le Graph. 6 schématise l'influence relative du comportement mécanique et de la thermique du contact sur la température réelle de sollicitation à une fréquence donnée. Lorsque la vitesse de glissement est supérieure à environ 300 mm/s, l'effet de la température de contact devient très supérieur à l'effet de la vitesse de sollicitation.



Graph. 6 : Comparaison de l'influence de la mécanique et de la thermique sur la température réelle du contact.

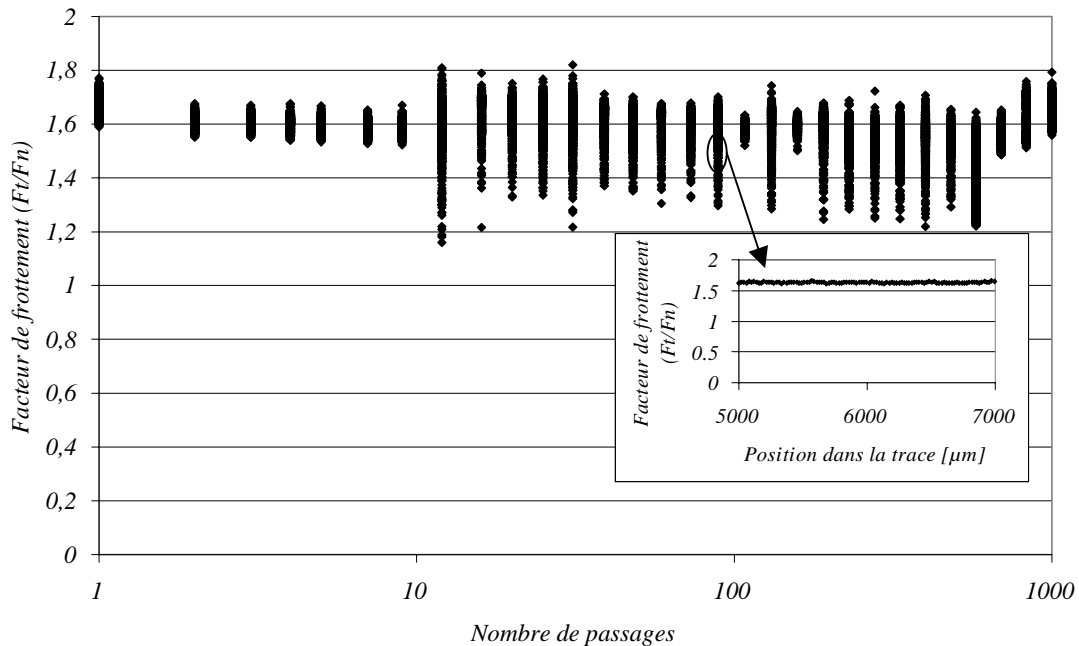
Ainsi, pour parfaitement maîtriser les conditions d'essai, il apparaît nécessaire de se placer dans des gammes de vitesse peu influencées par la thermique du contact. [Persson et coll., 2000] soulignent les problèmes de la thermique du contact et [Iwai et coll., 2000] appliquent une vitesse de glissement de 5 mm/s ou 10 mm/s au cours de leurs expériences.

3.1.3. Grandeurs accessibles

Aux cours d'un essai, les paramètres suivants sont imposés :

- la vitesse de glissement : elle peut varier dans une plage comprise entre 3 et 300 mm/s ;
- la charge appliquée : elle est comprise entre 4.7 et 57.7 N ;
- le nombre de passages : il n'est pas limité ;
- la température : la plage de variation en température est limitée de -5 à 45°C, le capteur de force n'étant plus compensé en dehors de cette zone ;
- le temps de relaxation : il s'agit du temps entre deux passages au centre de l'éprouvette. Il est fixé à 20 ou 40 s.

Le capteur de force et le système d'acquisition donnent une grande latitude dans le choix de l'enregistrement des données. Il a été choisi de réaliser une acquisition de la force de frottement suivant une loi logarithmique, ce qui permet de limiter le nombre de points de mesure au cours de l'expérience. Par contre, l'enregistrement des données est effectué à une fréquence de 512 Hz sur une zone de 20 mm de long. Ce système d'acquisition permet, tout en disposant d'un nombre de tours mesurés limité – de l'ordre de 30 –, d'avoir accès à une évolution globale de la force tangentielle et de connaître l'évolution locale de la force de frottement (Graph. 7). Pour une vitesse de 10 mm/s, une fréquence d'acquisition de 512 Hz donne un point de mesure tous les 20 μm .



Graph. 7 : Evolutions globales et locales du facteur de frottement en fonction du nombre de passages de sollicitation ou de la position dans la trace (Matériau 7, $F_N = 44.4 \text{ N}$, $e = 2 \text{ mm}$, température ambiante, $v_g = 10 \text{ mm/s}$)

A l'issue d'une expérience, un fichier contenant toutes les données de l'essai est obtenu et peut ainsi être traité.

Pour chaque essai, l'hygrométrie ainsi que la perte de masse sont mesurées.

Une grande partie des essais a été réalisée avec des éprouvettes d'une épaisseur de 2 mm. L'indenteur possédant un rayon de 12.7 mm, il existe un effet couche mince dans le contact important pour la plupart des conditions de chargement appliquées (voir le paragraphe 3.2).

3.2. Analyse des conditions de fonctionnement imposées par le tribomètre

Lors des essais de frottement et d'usure, le rayon de contact est souvent du même ordre de grandeur que l'épaisseur de l'éprouvette. Celle-ci ne peut donc plus être considérée comme un milieu semi-infini. Ainsi, il faut introduire de nouvelles définitions de la déformation et de la vitesse de déformation dans le cas d'une couche mince. Ces expressions doivent tendre asymptotiquement vers les solutions analytiques connues et être compatibles avec les autres grandeurs du problème, tels le rayon de contact et la pression maximale au centre du contact. Les paramètres ajustables introduits

dans le modèle ont été recalés, dans un premier temps, grâce à un modèle éléments finis et des résultats trouvés dans la littérature établis en deux dimensions et dans l'hypothèse de déformations planes. Les résultats ainsi obtenus ont été étendus au problème réel, c'est-à-dire à trois dimensions, et validés par des expériences.

3.2.1. Grandeurs du problème couche mince

3.2.1.1. Cas à deux dimensions

En deux dimensions, [Johnson, 1994] calcule l'expression du rayon de contact, de l'enfoncement et de la pression au centre du contact dans le cas d'un matériau incompressible sollicité en couche mince par un cylindre indéformable. Ces grandeurs ont respectivement pour expression :

$$a = \left(\frac{15 F_N R e^3}{2 G'} \right)^{1/5} \quad \delta = \frac{a^2}{6R} \quad p_0 = \frac{15 F_N}{16 a}$$

où :

- R est de rayon de contact de l'indenteur cylindrique ;
- e est l'épaisseur de la couche mince ;

Pour une épaisseur d'éprouvette semi-infinie – i.e. $e \rightarrow +\infty$ – le rayon de contact, l'enfoncement et la pression au centre de l'éprouvette ont pour expression [Mc Ewen, 1949] :

$$a_\infty = \left(\frac{4 F_N R}{3 \pi G'} \right)^{1/2} \quad \delta = \frac{a_\infty^2}{R} \quad p_0 = \frac{2 F_N}{\pi a_\infty}$$

On peut donc proposer une expression implicite du rayon de contact de la forme :

$$\left(\frac{a}{a_\infty} \right)^2 = \frac{1}{\alpha_0 + \alpha_1 \left(\frac{a}{e} \right) + \alpha_2 \left(\frac{a}{e} \right)^2 + \alpha_3 \left(\frac{a}{e} \right)^3} \quad \text{Équation 11}$$

où les α_i , $i = 0, 1, 2$ ou 3 , sont des scalaires ajustables permettant de retrouver asymptotiquement les valeurs analytiques du rayon de contact :

- quand $\frac{a}{e} \rightarrow 0$, $a \rightarrow a_\infty$, d'où $\alpha_0 = 1$;
- quand $\frac{a}{e} \rightarrow +\infty$, $\left(\frac{a}{a_\infty} \right)^2 \rightarrow \frac{1}{\alpha_3} \left(\frac{e}{a} \right)^3$ d'où $\alpha_3 = \frac{2}{15\pi}$.

En indentation, à l'interface entre l'éprouvette et l'indenteur, la relation entre la contrainte et la déformation est de la forme :

$$\sigma = E^* \varepsilon, \text{ soit } \sigma = 4G' \varepsilon \quad \text{Équation 12}$$

L'expression de la contrainte est :

$$\sigma = \beta_l \frac{P}{a} \quad \text{Équation 13}$$

où β_l est une constante.

Les équations 11, 12 et 13 permettent de trouver une expression de la déformation en indentation :

$$\varepsilon_i = \beta_i \frac{a}{R} \left(1 + \alpha_1 \left(\frac{a}{e} \right) + \alpha_2 \left(\frac{a}{e} \right)^2 + \frac{2}{15\pi} \left(\frac{a}{e} \right)^3 \right) \quad \text{Équation 14}$$

Par analogie, la déformation en rayage est définie comme suit :

$$\varepsilon_R = \beta_R f \frac{a}{R} \left(1 + \alpha_1 \left(\frac{a}{e} \right) + \alpha_2 \left(\frac{a}{e} \right)^2 + \frac{2}{15\pi} \left(\frac{a}{e} \right)^3 \right) \quad \text{Équation 15}$$

Par définition, la vitesse de déformation est : $\dot{\varepsilon} = \frac{\partial \varepsilon}{\partial t}$ Équation 16

En première approximation, l'équation précédente peut se simplifier en :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\Delta \varepsilon}{\Delta t} \quad \text{Équation 17}$$

Le temps caractéristique du système est le temps de contact, c'est-à-dire le temps pendant lequel un élément de l'éprouvette se trouve sous l'indenteur, donc :

$$\Delta t = \frac{2a}{v_g} \quad \text{Équation 18}$$

La variation de la déformation associée à ce temps caractéristique est : $\Delta \varepsilon = \varepsilon(t + \Delta t) - \varepsilon(t)$

En indentation, en considérant que la déformation en dehors du contact, $\varepsilon(t)$, est négligeable devant celle au centre du contact, $\varepsilon(t + \Delta t)$: $\Delta \varepsilon = \varepsilon(t + \Delta t) = \varepsilon_i$

Ainsi, en indentation : $\dot{\varepsilon}_i = \frac{v_g}{2a} \varepsilon_i$ Équation 19

En rayage, la matière placée à l'avant du contact est d'abord comprimée puis étirée en arrière du contact. En faisant l'hypothèse que la déformation à l'avant et à l'arrière du contact sont du même ordre de grandeur, la vitesse de déformation en rayage a pour expression :

$$\dot{\varepsilon}_R = \frac{v_g}{a} \varepsilon_R \quad \text{Équation 20}$$

La couche mince a donc pour effet d'augmenter les déformations et les vitesses de déformation en changeant l'épaisseur de l'éprouvette et le diamètre de l'indenteur et non la charge normale, la vitesse de glissement ou la température. Ce phénomène offre donc un degré de liberté supplémentaire pour modifier les conditions de sollicitation du système.

3.2.1.2. Cas à trois dimensions

Pour le problème en trois dimensions, la déformation et la vitesse de déformation en indentation et en rayage ont des expressions analogues :

$$\varepsilon_I = \chi_I \frac{a}{R} \left(1 + \phi_1 \left(\frac{a}{e} \right) + \phi_2 \left(\frac{a}{e} \right)^2 + \phi_3 \left(\frac{a}{e} \right)^3 \right) \quad \text{Équation 21}$$

$$\dot{\varepsilon}_I = \frac{v_g}{2a} \varepsilon_I \quad \text{Équation 22}$$

$$\varepsilon_R = \chi_R f \frac{a}{R} \left(1 + \phi_1 \left(\frac{a}{e} \right) + \phi_2 \left(\frac{a}{e} \right)^2 + \phi_3 \left(\frac{a}{e} \right)^3 \right) \quad \text{Équation 23}$$

$$\dot{\varepsilon}_R = \frac{v_g}{a} \varepsilon_R \quad \text{Équation 24}$$

De même, le rayon de contact est de la forme :

$$\left(\frac{a}{a_\infty} \right)^3 = \frac{1}{1 + \phi_1 \left(\frac{a}{e} \right) + \phi_2 \left(\frac{a}{e} \right)^2 + \phi_3 \left(\frac{a}{e} \right)^3} \quad \text{Équation 25}$$

En trois dimensions, sur l'axe de symétrie du problème, les champs mécaniques sont en déformation plane, ainsi, les coefficients ϕ_1 , ϕ_2 et ϕ_3 doivent être proches de ceux déterminés en deux dimensions.

3.2.2. Modèle éléments finis

3.2.2.1. Géométrie, conditions aux limites et données numériques

Le problème a été ramené à un cas à deux dimensions. Néanmoins, la géométrie est la plus proche possible de la configuration réelle. L'épaisseur de l'éprouvette est de 2 mm pour le problème en couche mince et de 25 mm pour le problème semi-infini. L'éprouvette est de longueur 50 mm. Le rayon de l'indenteur est de 12.7 ou 127 mm (Figure 7).

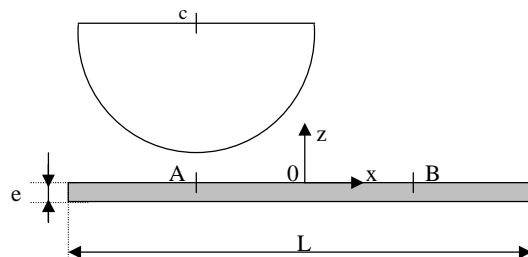


Figure 7 : Géométrie du problème couche mince résolu par la méthode des éléments finis

Le bas et les bords gauche et droit de l'éprouvette sont encastres.

Le maillage est composé de 4000 éléments (soient 4221 nœuds) quadrangles à 4 nœuds.

3.2.2.2. Données mécaniques

Loi de comportement

Le matériau est supposé incompressible, sollicité en déformation plane et en grandes déformations. Pour modéliser ce dernier comportement, une loi de type Ogden à deux coefficients a été choisie. Pour cette loi, l'énergie volumique de déformation a pour expression [Chevalier, 1996] :

$$W = \sum_{i=1}^N \frac{2A_i}{\mu_i^2} J^{-1/2} (\lambda_1^{\mu_i} + \lambda_2^{\mu_i} + \lambda_3^{\mu_i} - 3) \quad \text{Équation 26}$$

où λ_1 , λ_2 et λ_3 sont les extensions principales (racines carrées des valeurs propres du tenseur de Cauchy-Green), les coefficients A_i et μ_i (non entiers) sont des caractéristiques du matériau¹ et J est la matrice jacobienne.

La loi de comportement choisie a été réglée sur une expérience de traction uniaxiale quasi-statique à 20°C entre 0 et 200% de déformation. La plage de déformation des expériences de frottement est incluse dans cet intervalle. Les coefficients ont pour valeur :

$$\begin{aligned} A_1 &= 7.67 & \mu_1 &= 2.44 \times 10^{-3} \text{ MPa} \\ A_2 &= 1.21 \times 10^{-2} & \mu_2 &= 4.08 \times 10^2 \text{ MPa} \end{aligned}$$

Ces paramètres sont reliés au module de cisaillement à 0 % de déformation : $G_0 = \sum_{i=1}^N \mu_i A_i$, ce qui donne $G_0 = 5 \text{ MPa}$.

Cas de chargement

L'objectif principal du calcul par la méthode des éléments finis est la détermination des constantes des lois donnant la déformation et le rayon de contact. Cependant, il a également permis de vérifier en appliquant différents cas de chargement :

- jusqu'à quel niveau de déformation les équations de Hertz ou Mc Ewen peuvent être appliquées ;
- l'incidence du frottement sur la valeur des rayons de contact ;
- la cohérence du calcul dans des configurations correspondant à l'étude et dans des cas extrêmes (couche mince ou épaisse) avec les résultats de la littérature.

Pour mesurer ces différents effets, des tests d'indentation ou de frottement sur l'élastomère ont été réalisés. Les tests d'indentation sont effectués au centre de l'éprouvette, en 0 sur la Figure 7, tandis que les essais de frottement sont réalisés virtuellement de A à B, soit sur 25 mm. Les valeurs utilisées

¹ Les extensions principales sont liées aux invariants du tenseur de dilatation (ou tenseur de Cauchy-Green droit), C , par les relations :

$$\begin{aligned} I_1(C) &= l_1^2 + l_2^2 + l_3^2 \\ I_2(C) &= l_1^2 l_2^2 + l_1^2 l_3^2 + l_2^2 l_3^2 \\ I_3(C) &= l_1^2 l_2^2 l_3^2 \end{aligned}$$

lors de dépouillements ont été recueillies au centre de l'éprouvette de sorte que les effets de bords sont minimisés. La charge normale imposée varie entre 2 et 22 N/mm, ce qui correspond à des dimensions de contact voisines de celles obtenues lors des expériences réelles.

Parmi le choix de lois de frottement qu'offre le logiciel éléments finis, il a été décidé d'utiliser la loi la plus simple, c'est-à-dire la loi de Coulomb. Le facteur de frottement varie ainsi entre 0.3 et 1.7.

Le Tableau 4 donne les différents cas de chargement appliqués au modèle.

Tableau 4 : Définition des différents cas de chargement appliqués. EF1 et EF2 sont des tests de frottement et EF3 et EF4 sont des tests d'indentation. Pour les indentations, il est nécessaire de disposer d'un facteur de frottement non nul - bien que le frottement ne joue aucun rôle au cours d'une indentation - pour des problèmes d'instabilité numérique.

Nom du cas de chargement	Epaisseur de l'éprouvette [mm]	Rayon de l'indenteur [mm]	Facteur de frottement	Charge normale [N/mm]	Déplacement selon x
EF1	2	12.7	1.5	2/3/6/9/12/14/16/19/22	25
EF2	2	12.7	0.3/0.6/0.9/1.2/1.5/1.7	16	25
EF3	2	127	1.5	50/100/150/200/250/300/350/400/450/500	0
EF4	25	12.7	1.5	5/10/15/20/25/30/35/40/45/50	0

3.2.3. Recalage des grandeurs

3.2.3.1. Cas à deux dimensions

Les résultats trouvés dans la littérature ([Meijers, 1968], [Gupta et coll., 1974], [Johnson, 1994] et [Mc Ewen, 1949]) et ceux obtenus par les calculs éléments finis permettent de déterminer les valeurs des coefficients α_l , α_2 , β_l et β_R approximant le mieux le rayon de contact et la déformation dans différentes conditions :

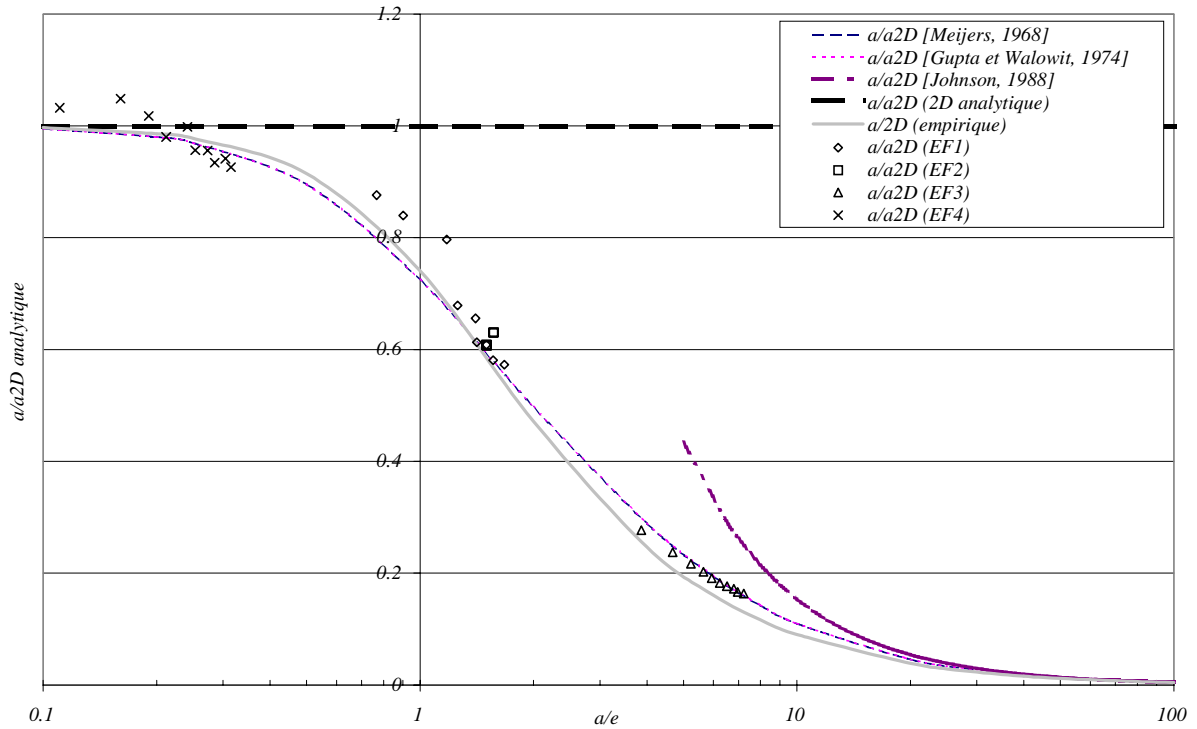
$$\begin{cases} \alpha_1 = -1/50 \\ \alpha_2 = 4/5 \\ \beta_l = 1/8^2 \\ \beta_R = \pi/4^3 \end{cases}$$

Le Graph. 8 compare, par exemple, pour le rayon de contact, les différents résultats. Le calcul par la méthode des éléments finis donne des résultats cohérents avec les autres méthodes quand le module de cisaillement, qui intervient lors de l'adimensionnement des résultats par le rayon de contact dans une configuration semi-infinie, est ajusté. Il a pour valeur 2.6 MPa au lieu des 5.0 MPa donnés par la loi de Ogden à 0 % de déformation. Sa valeur constitue une moyenne du module tangent au voisinage du contact.

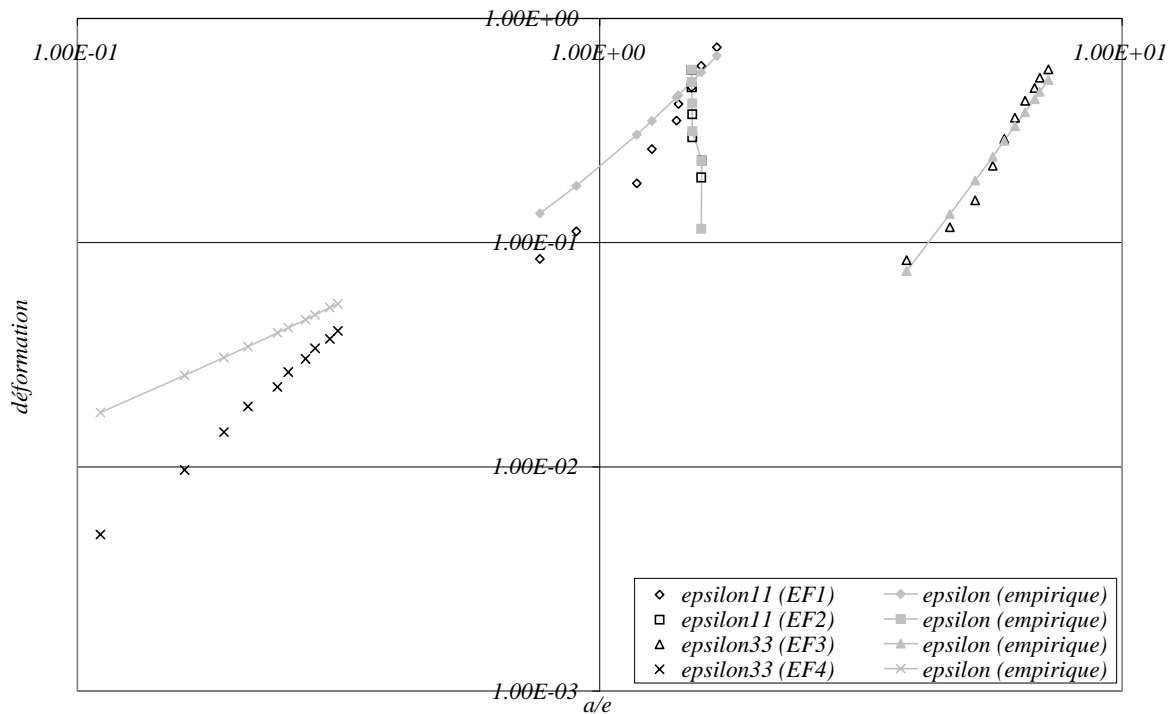
Les déformations en indentation et en rayure données par la formule empirique ont les mêmes ordres de grandeurs que leurs déformations associées, ϵ_{33} et ϵ_{11} , obtenues par la méthode des éléments finis (Graph. 9).

² la valeur maximale de ϵ_{33} est $0.16a/R$. pour un cylindre indentant un massif semi-infini [E. Mc Ewen, 1949].

³ la valeur maximale de ϵ_{11} est $\frac{\pi a}{4 R}$ pour un cylindre frottant sur un massif semi-infini [E. Mc Ewen, 1949].



Graph. 8 : Représentation du rayon de contact en couche mince adimensionné par le rayon de contact en semi-infini en fonction du ratio rayon de contact sur épaisseur de l'éprouvette. Le graphique comporte également des résultats issus de la littérature, des calculs éléments finis et du modèle construit.



Graph. 9 : Comparaison entre les déformations calculées par la formule empirique et les déformations associées obtenues par la méthode des éléments finis.

Par ailleurs, il n'y a pas de différence importante entre les résultats calculés en grande déformation et en petite déformation. En effet, les données issues du calcul éléments finis sont très proches de ceux calculés pour des petites déformations. Par conséquent, les équations de Hertz et Mc Ewen peuvent être appliquées, sans grande erreur, jusqu'à 100 % de déformation.

L'ensemble de calculs éléments finis, appelé EF2 (Tableau 4), mesure l'influence du facteur de frottement pour une charge normale donnée. Il confirme que le facteur de frottement n'influe pas sur la taille du rayon de contact et que les problèmes liés à la force normale, d'une part, et à la force tangentielle, d'autre part, peuvent se traiter de manière indépendante.

3.2.3.2. Cas à trois dimensions

Il existe peu de résultats d'indentation en couche mince sur un matériau incompressible dans la littérature [Drutowski, 1968] [Roberts, 1988]. Par conséquent, des expériences ont dû être effectuées avec une machine d'indentation dans différentes configurations de couche mince. Cette machine ne donne pas accès directement au rayon de contact, mais seulement à l'enfoncement. Or, la relation liant ces deux grandeurs dépend du ratio a/e de la couche testée (partie 3.2.1). Pour les couches testées, la relation utilisée lors du dépouillement des expériences est celle donnée par Hertz.

Les coefficients ϕ_1 , ϕ_2 et ϕ_3 doivent être proches de ceux déterminés dans le cas à deux dimensions. La formule empirique donne une bonne approximation des différents résultats (Graph. 10) pour :

$$\left\{ \begin{array}{l} \phi_1 = \frac{7}{10} \alpha_1 \\ \phi_2 = \frac{7}{10} \alpha_2 \\ \phi_3 = \frac{7}{10} \alpha_3 \end{array} \right.$$

[Tabor, 1948] montre que pour le contact entre une sphère et un solide semi-infini, la déformation a pour expression : $\varepsilon_I = \frac{a}{4R} \cdot \chi_I$ vaut donc $1/4$.

En faisant l'hypothèse que : $\frac{\beta_R}{\beta_I} = \frac{\chi_R}{\chi_I}$, il est déduit que $\chi_R = \pi/2^4$.

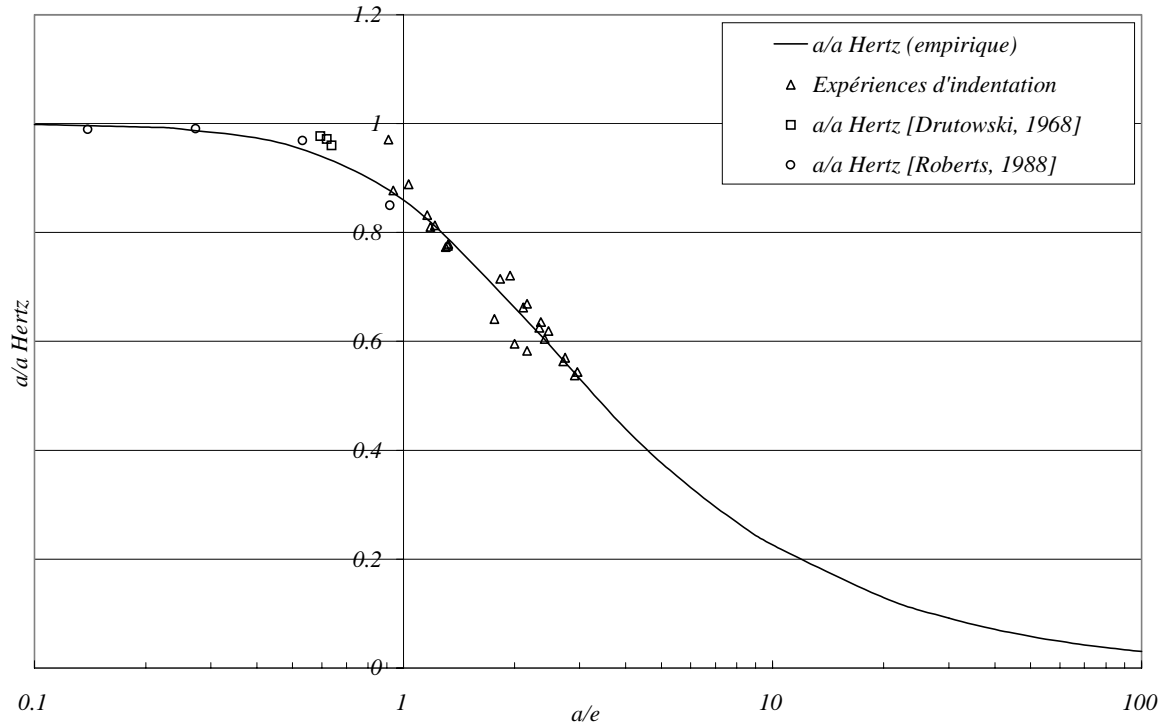
⁴ Cette valeur est cohérente avec celle donnée par [G. M. Hamilton, 1983] concernant l'expression de la traction à l'arrière du contact pour une sphère frottant sur un solide semi-infini :

Pour un matériau incompressible : $\sigma_{11} = \frac{3F_N}{2\pi a^2} \frac{9\pi}{16} f$

En surface, la relation entre la contrainte et la déformation est de la forme : $\sigma_{11} = E^* \varepsilon_{11}$

Ainsi, $\varepsilon_{11} = \frac{18}{16} \frac{a}{R}$, avec $\frac{18}{16} \approx 1.16$

La formule empirique donne dans le cas semi-infini : $\varepsilon_{11} = \frac{\pi}{2} \frac{a}{R}$, avec $\pi/2 \approx 1.57$



Graph. 10 : Rayon de contact en fonction du rapport rayon de contact sur l'épaisseur de la couche mince.

3.2.4. Retour au milieu semi infini

Les paragraphes précédents ont notamment permis de quantifier l'effet de la couche mince pour les conditions de sollicitation appliquées sur le matériau. Les déformations sont en particulier amplifiées par la faible épaisseur de l'échantillon. Par conséquent, il est possible de s'interroger sur la force normale et tangentielle équivalente en couche épaisse qu'il faudrait avoir pour obtenir la même déformation en indentation et en cisaillement qu'en couche mince. La détermination de ces grandeurs permettrait de s'affranchir de la configuration en couche mince pour se ramener au cas plus simple d'un milieu semi-infini sur lequel sont appliquées des forces équivalentes. Cette configuration permettrait en particulier d'appliquer directement les résultats de la littérature construits pour un milieu semi-infini.

L'objectif est donc, dans un premier temps, de déterminer la charge normale, F_N^* , telle que la déformation en indentation induite par cette force, sur une sphère de rayon R^* , est égale à celle causée par F_N dans le cas en couche mince, sur une sphère de rayon R :

$$\varepsilon_I^\infty(F_N^*, R^*) = \varepsilon_I^{CM}(F_N, R)$$

où :

- $\varepsilon_I^\infty(F_N^*, R^*)$ est la déformation en indentation provoquée par F_N^* , sur un contact de rayon a_∞ , pour un milieu semi-infini :

$$\varepsilon_I^\infty = \chi_I \frac{a_\infty}{R^*}$$

- $\varepsilon_I^{CM}(F_N, R)$ est la déformation en indentation provoquée par F_N , sur un contact de rayon a_{CM} , pour un milieu en couche mince :

$$\varepsilon_I^{CM} = \chi_I \frac{a_{CM}}{R} \left(1 + \phi_1 \left(\frac{a_{CM}}{e} \right) + \phi_2 \left(\frac{a_{CM}}{e} \right)^2 + \phi_3 \left(\frac{a_{CM}}{e} \right)^3 \right)$$

a_∞ est donné par Hertz :

$$a_\infty = \left(\frac{3F_N R^*}{16G'} \right)^{1/3}$$

Après calcul, on trouve :

$$\frac{F_N^*}{F_N} = \left(\frac{R^*}{R} \right)^2 \left(1 + \phi_1 \left(\frac{a_{CM}}{e} \right) + \phi_2 \left(\frac{a_{CM}}{e} \right)^2 + \phi_3 \left(\frac{a_{CM}}{e} \right)^3 \right)^2$$

Maintenant, connaissant F_N^* , il faut déterminer la force tangentielle, F_T^* , telle que la déformation en rayure dans un milieu semi-infini soit égale à celle en couche mince pour une force tangentielle, F_T :

$$\varepsilon_R^\infty(F_T^*) = \varepsilon_R^{CM}(F_T)$$

où :

- $\varepsilon_R^\infty(F_T^*)$ est la déformation en rayure provoquée par F_T^* , sur un contact de rayon a_∞ , pour un milieu semi-infini :

$$\varepsilon_R^\infty = \chi_R f^* \frac{a_\infty}{R^*}, \quad f^* = \frac{F_T^*}{F_N^*}$$

- $\varepsilon_R^{CM}(F_T)$ est la déformation en rayure provoquée par F_T , sur un contact de rayon a_{CM} , pour un milieu en couche mince :

$$\varepsilon_R^{CM} = \chi_R f \frac{a_{CM}}{R} \left(1 + \phi_1 \left(\frac{a_{CM}}{e} \right) + \phi_2 \left(\frac{a_{CM}}{e} \right)^2 + \phi_3 \left(\frac{a_{CM}}{e} \right)^3 \right), \quad f = \frac{F_T}{F_N}$$

Après calcul, on trouve :

$$\frac{F_T^*}{F_T} = \left(\frac{R^*}{R} \right)^2 \left(1 + \phi_1 \left(\frac{a_{CM}}{e} \right) + \phi_2 \left(\frac{a_{CM}}{e} \right)^2 + \phi_3 \left(\frac{a_{CM}}{e} \right)^3 \right)^2$$

et

$$\frac{F_T^*}{F_N^*} = \frac{F_T}{F_N}$$

3.2.5. Bilan

Des grandeurs caractéristiques du problème considéré, cohérentes entre elles, sont définies et validées par des expériences et des modélisations. Elles permettront une analyse fine des résultats expérimentaux.

De plus, le passage du problème couche mince à celui d'un milieu semi-infini, par des formules simples, donnera la possibilité d'appliquer les résultats de théories qui nécessitent d'avoir un milieu semi-infini.

4. Rugosimètre optique

4.1. Dispositif expérimental

La faible capacité de réflexion des matériaux et leur forte rugosité limitent les observations au microscope optique, c'est pourquoi un profilomètre optique a été essentiellement utilisé pour observer les surfaces. De plus, cet instrument réalise une mesure en trois dimensions qui permet une caractérisation quantitative de la surface.

Le rugosimètre utilisé fonctionne selon le principe de focalisation dynamique [Cornet et coll., 1998]. Ce dispositif, présenté Figure 8, dérive du principe mis en œuvre pour le pilotage de la tête d'un lecteur de disques compacts. Il comprend deux lentilles : la lentille frontale est mobile pour permettre la focalisation de la lumière d'un laser à semi-conducteur sur la surface à analyser (spot d'un micromètre). Le déplacement de cette lentille est obtenu à l'aide d'un moteur constitué par une bobine et un aimant. Le faisceau laser réfléchi par la surface est renvoyé sur une photodiode à deux quadrants par l'intermédiaire d'un séparateur de faisceau. Selon les diodes éclairées, une boucle de régulation refocalise le faisceau en agissant sur le moteur. La position de la lentille est mesurée par un autre dispositif optoélectronique et correspond à l'« altitude » de la surface. Les caractéristiques des composants optiques permettent d'obtenir une résolution de quelques 100 nm sur une plage de variation verticale de 100 μm sur les élastomères. Un balayage en x et en y est réalisé en déplaçant devant l'objectif la table motorisée à mouvements croisés sur laquelle est fixé l'échantillon. Un fichier de points est obtenu puis traité par des logiciels appropriés.

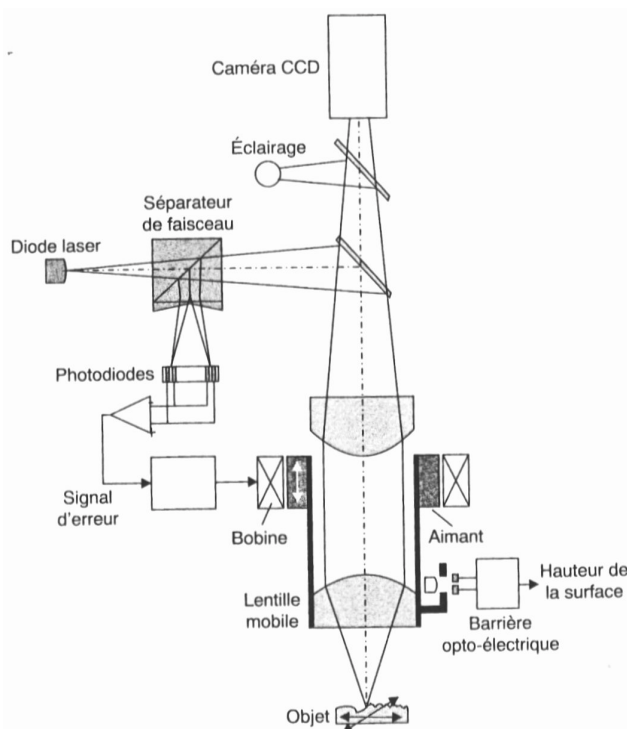


Figure 8 : Schéma de principe du rugosimètre à focalisation dynamique [Cornet et coll., 1998].

4.2. Conditions expérimentales

Des mesures topographiques ne peuvent être comparées que si elles ont été effectuées dans les mêmes conditions. En effet, [Dong et coll., 1992] montrent qu'une même surface, mesurée de manières différentes, peut donner des résultats très dissemblables. En mesurant les surfaces dans les conditions les plus proches possibles, cet aléas est minimisé. Ainsi pour l'étude, deux types de mesures standards – Type A, Type B – sont définies (Tableau 5).

La mesure Type A est mésoscopique, elle permet d’avoir une vue d’ensemble de la surface. La vitesse d’avancement du spot est de 0.4 mm/s, les dimensions de la surface topographiée sont de 2.048 x 2.048 mm et le nombre de points acquis par unité de longueur dans chaque direction est de 250.

Enfin, pour mesurer des ondulations de grande fréquence avec peu de résolution spatiale, une bande de mesures est effectuée. La vitesse d’avancement du spot est de 0.4 mm/s, les dimensions de la surface topographiée sont de 10 x 2 mm et le pas de mesure dans chaque direction est de 20 μm.

Tableau 5 : Mesures standards définies sur le profilomètre optique (UBM).

Caractéristiques de la mesure	dimensions de la mesure (mm)	nombre de points par unité de longueur (p/mm)	Vitesse de déplacement du capteur (mm/s)	Durée de la mesure (min)
Mesure type A (mésoscopique)	2.048 x 2.048	250 x 250	0.4	60
Mesure type B (bande)	10 x 2	20 x 20	0.4	40

Lorsque les surfaces sont trop rugueuses, il est nécessaire de réaliser des répliques des surfaces en silicone. L’erreur imputable à la réplique est inférieure à l’erreur de mesure (<100 nm).

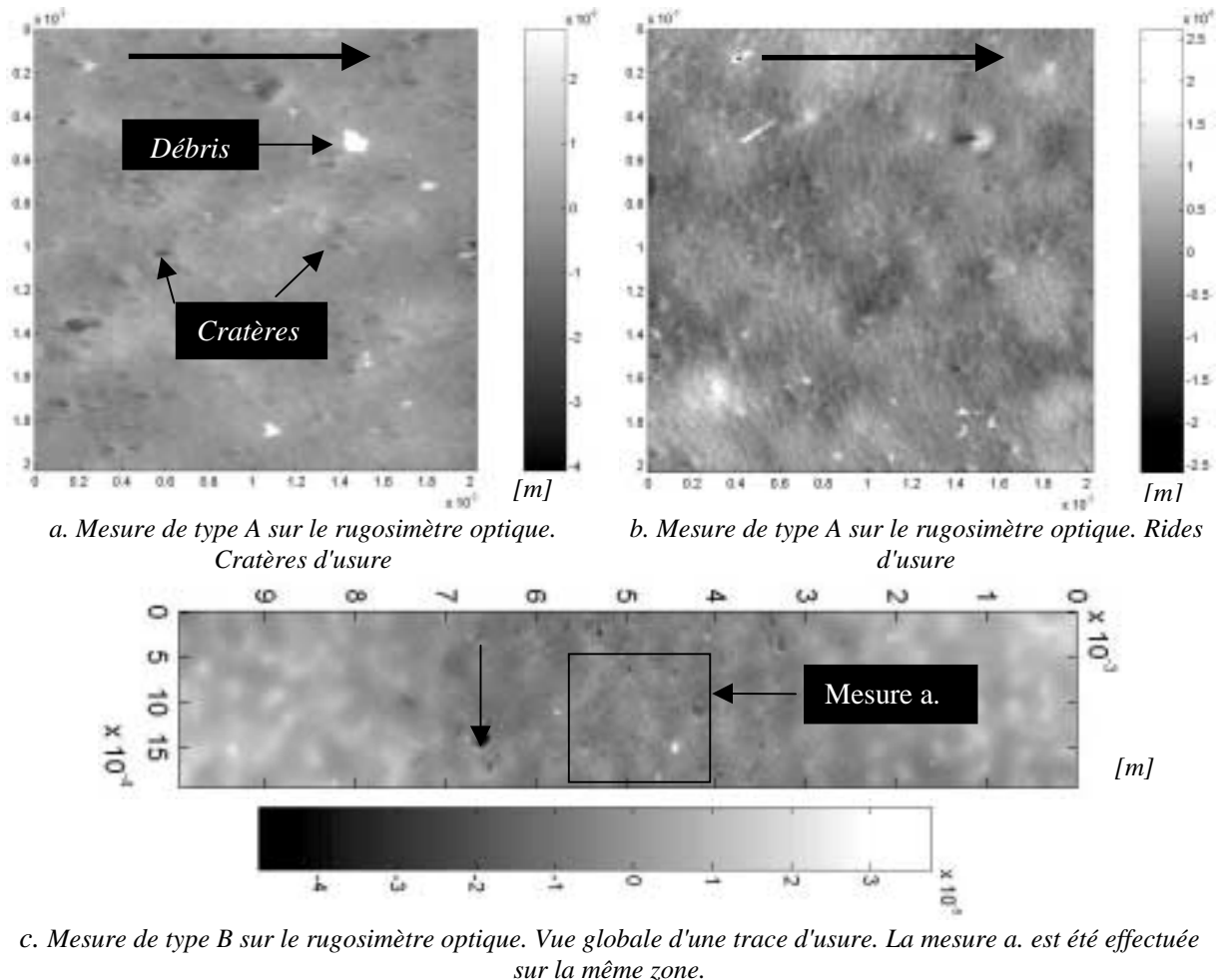


Figure 9 : Illustration des différents types de mesure : type A et B. Sur les mesures de type A, des cratères sont en a. et des rides en b.. La mesure de type B, en c., montre une trace d'usure. Les unités sont les mètres.

Les mesures sont toujours effectuées au centre de l'éprouvette et au centre de la trace d'usure réalisée par le tribomètre en température.

Des exemples des différents types de mesures sont présentés (Figure 9).

4.3. Grandeurs accessibles

Une représentation tridimensionnelle de la surface étudiée est obtenue grâce au rugosimètre optique. Cependant, le contenu en informations est trop riche pour être capable de comparer quantitativement des surfaces, ainsi, il est nécessaire d'introduire des descripteurs qui synthétisent le contenu de l'image [Stout et coll., 1993] (NFE-05-015, NF-05-051, NF-ISO-12085, DIN-4776).

En analyse de surfaces, on distingue trois types de paramètres descripteurs :

- les paramètres statistiques : ils caractérisent l'asymétrie et la forme de la surface ;
- les paramètres d'ondulations : ils donnent les valeurs moyennes ou extrêmes de la surface ;
- les paramètres de morphologie : ils effectuent une caractérisation quantitative et dimensionnelle d'éléments de la surface comme, par exemple, le nombre de trous, leur diamètre moyen, etc...

Les formules mathématiques calculant les paramètres statistiques et d'amplitudes font intervenir l'équation de la surface redressée : $\eta(x,y)$, définie comme suit [Stout et coll., 1993] :

$$\eta(x,y) = z(x,y) - (a+bx+cy)$$

où $z(x,y)$ est l'altitude des points de la surface topographiée en fonction des coordonnées x et y , $(a+bx+cy)$ est l'équation du plan moyen de la surface, obtenue par la méthode des moindres carrés.

$\eta(x,y)$ mesure donc la distance suivant l'axe z entre un point de la surface topographiée et le plan moyen.

η_{ij} représente des termes de la matrice de dimension 2 contenant l'ensemble des points de la surface redressée discrétisée, avec :

$$x(i) = i.\Delta x \text{ et } y(j) = j.\Delta y.$$

où Δx et Δy sont respectivement les pas de mesure suivant les directions x et y .

En 3D, les paramètres statistiques et d'ondulation sont calculés de la même manière que ceux définis en 2D.

Les paramètres statistiques les plus couramment utilisés sont :

- SPa (Ra en 2D) : c'est la moyenne arithmétique de toutes les valeurs de la rugosité après redressement de la surface :

$$SPa = \frac{1}{NM} \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^M |\eta_{ij}|$$

- SPt (Rt en 2D) : c'est la distance verticale maximum entre le pic le plus haut et la vallée la plus basse ;
- SPq (Rq en 2D) : c'est l'écart type de la distribution des hauteurs après redressement de la surface :

$$SPq = \left(\frac{1}{NM} \sum_{j=1}^M \sum_{i=1}^N \eta_{ij}^2 \right)^{1/2}$$

- $SPsk$ (Sk en 2D) : c'est un indicateur de l'asymétrie de la surface :

$$SPsk = \frac{1}{NM} \frac{1}{SPq^3} \sum_{j=1}^N \sum_{i=1}^M \eta_{ij}^3$$

- $SPek$ (Sk en 2D) : il définit la finesse de la surface :

$$SPek = \frac{1}{NM} \frac{1}{SPq^4} \sum_{j=1}^N \sum_{i=1}^M \eta_{ij}^4$$

Il existe des relations entre les variations de différents paramètres de rugosité, ce qui permet, en pratique, de choisir un nombre limité de ces paramètres, les plus appropriés, pour décrire une surface.

Les paramètres d'ondulation les plus communs sont :

- $SPtm$ (Rz en 2D) : c'est la valeur moyenne du pic – vallée sur toute la surface :

$$SPtm = \frac{1}{NM} \sum_{j=1}^N \sum_{i=1}^M R_{max\ ij},$$

avec $R_{max\ ij}$ la valeur du pic – vallée sur la surface redressée discrétisée [Stout et coll., 1993].

- $SPmx$ et $Spmy$ (Sk en 2D) : c'est l'écart moyen des espacements séparant l'intersection du profil avec la ligne moyenne de la surface, suivant l'axe x ou y [Stout et coll., 1993].

Les paramètres de morphologie utilisés dans ce travail sont :

- le taux de porosité : c'est le ratio entre l'aire de la surface totale topographiée et l'aire de l'ensemble des porosités ;
- le nombre de trous détectés par unité de surface ;
- le diamètre moyen et l'écart type du diamètre des trous détectés ;
- la profondeur moyenne des trous détectés.

L'ensemble de ces paramètres a été analysé à l'aide des logiciels *Toposurf* et *Matlab*.

5. Nano-indenteur

Les mesures de nano-caractérisation instrumentée ont débuté dans les années 80 [Pethica et coll., 1983] [Loubet et coll., 1984]. Elles permettent de caractériser mécaniquement les surfaces des matériaux avec des profondeurs de pénétration de quelques dixièmes à quelques dizaines de micromètres. Le principe consiste en l'application d'une charge, par l'intermédiaire d'un indenteur, sur une surface. L'appareil mesure l'enfoncement ainsi que des grandeurs (raideur, phase...) correspondant à la réponse du matériau vis-à-vis de la sollicitation.

5.1. Dispositif expérimental

La Figure 10 donne une représentation schématique du fonctionnement du nano-indenteur utilisé. La Figure 11 montre le montage expérimental. L'application de la charge est réalisée grâce à un bobinage, sur une colonne portant l'indenteur, inséré dans un aimant. La force électromagnétique induite par la circulation d'un courant à l'intérieur de la bobine provoque une force, F_N , sur la surface de contact. Les ressorts de maintien de la colonne assurent son déplacement dans l'axe vertical. Leur raideur est de 100 N/m. La mesure du déplacement de la colonne est réalisée par un capteur capacitif. L'ensemble est monté sur un bâti d'une très grande rigidité dont la raideur est de 7.10^6 N/m.

Les échantillons à étudier (Figure 11b.) sont maintenus sur un porte échantillons fixé sur une table à mouvements croisés d'une résolution micrométrique.

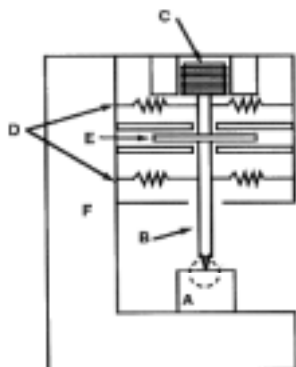
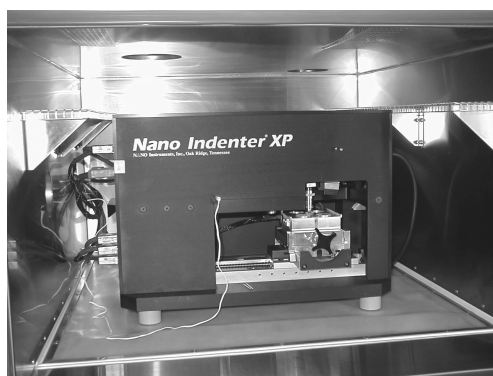


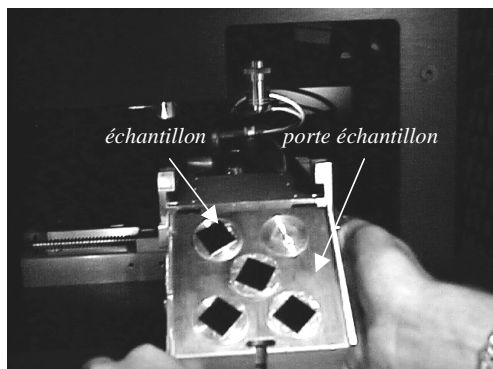
Figure 10 : Schéma de principe d'un nano-indenteur.
 A : échantillon ; B : colonne de chargement de l'indenteur (masse m) ; C : solénoïde d'application de la charge ; D : ressort supportant la colonne d'indentation (raideur K_s) ; E : jaugage capacitif de mesure du déplacement (amortisseur C_1) ; F : bâti de la machine (raideur K_f)



a. Nano-indenteur



c. Enceinte thermique



b. Porte échantillon

Figure 11 : Vues du système de nano-indentation

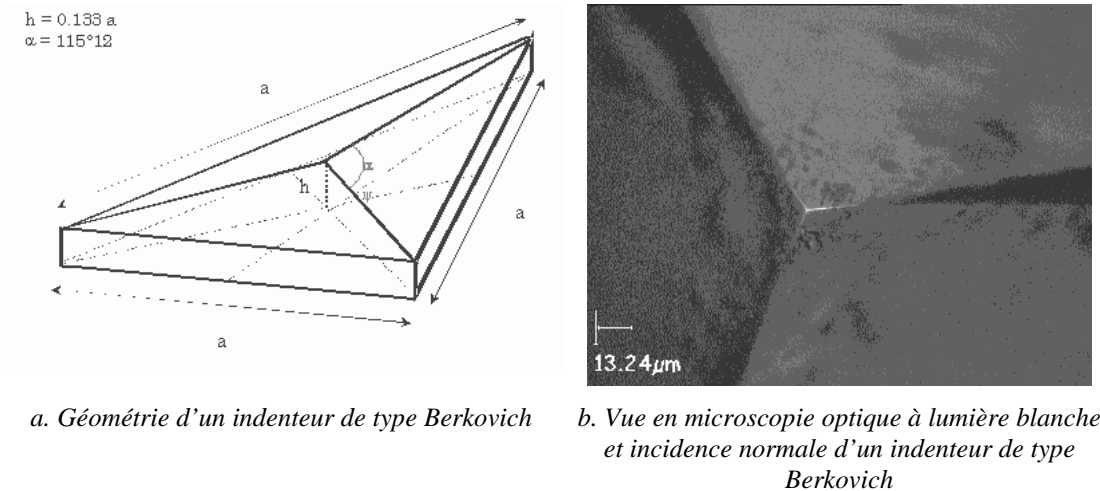


Figure 12 : Indenteur Berkovich

Le nano-indenteur est posé sur une table anti-vibration. Le montage est installé à l'intérieur d'une enceinte (Figure 11c.) régulée en température de -65 à 100°C grâce à de l'azote liquide et des résistances électriques chauffantes. Le système électronique du nano-indenteur ne permet pas, pour l'instant, d'explorer des températures en dehors de l'intervalle $[-35, 60^\circ\text{C}]$. Dans l'enceinte, il est possible de faire circuler soit de l'azote gazeux, soit de l'air sec.

Les indenteurs en diamant utilisés pour notre étude ont une géométrie tétraédrique de type Berkovich ou coin de cube (TCC). L'indenteur Berkovich possède un angle entre les arêtes de 115.12° (Figure 12) et l'indenteur TCC un angle entre arête de 90.00° . Leur géométrie est assimilée à un cône de demi-angle au sommet respectivement 70.32° et 42.28° [Johnson, 1994]. Ce résultat est obtenu en déterminant le demi-angle au sommet du cône déplaçant le même volume de matière et ayant la même surface en contact avec l'échantillon testé que l'indenteur réel utilisé. Cette transformation permet d'appliquer les formules simples de la théorie du contact. D'autres types d'indenteurs à géométrie pyramidale ou sphérique peuvent également être utilisés, ils permettent d'avoir accès à d'autres niveaux de déformation et vitesses de déformation.

5.2. Grandeurs accessibles

5.2.1. Nano-indentation

La Figure 13 montre un exemple de courbe de nano-indentation réalisée sur un élastomère chargé réticulé. Cet essai donne accès aux propriétés mécaniques, à la dureté, à l'adhérence et à des grandeurs critiques liées à la fissuration.

Afin d'établir les résultats avec la plus grande rigueur possible, les procédures de caractérisation sont réalisées à vitesse de déformation constante – chargement exponentiel avec $\dot{P}/P=0.1$ ou 0.01 –. La géométrie de l'indenteur impose une déformation constante – principe de similitude –. Le mode de dépouillement permet, tout en appliquant les résultats de la mécanique du contact, de caractériser des matériaux qui ne sont pas uniquement élastiques – visco-élastique, élasto-plastique... – [Odoni, 1998] [Bertrand-Lambotte, 2001].

Les mesures sont entachées d'incertitudes – dérive thermique, raideur du bâti ou défaut de pointe – qu'il est possible de corriger grâce à des mesures complémentaires et des procédures appropriées [Odoni, 1998] [Bertrand-Lambotte, 2001].

Lors d'un essai, une suroscillation à une fréquence de 32 Hz et d'amplitude 8 ou 16 nm est ajoutée au chargement, ce qui permet d'avoir accès aux propriétés dynamiques du matériau et d'appliquer au cours du chargement autant de chargements et de déchargements à différentes profondeurs pour la fréquence considérée.

Dans le cas des matériaux de l'étude, le module de restitution, G' , la tangente de l'angle de perte, $\tan \delta$, et la dureté, H , sont calculés dans la phase de chargement. Le module de restitution est donné par une relation liant la raideur du contact, S , mesurée par la machine, et le rayon de contact ainsi que le module :

$$G' \propto S / a_h$$

Une formule analogue détermine le module de conservation, G'' :

$$G'' \propto C\omega / a_h$$

On peut ainsi en déduire la valeur de la tangente de l'angle de perte :

$$\tan \delta = G'' / G' = C\omega / S$$

La dureté, H , représente la pression moyenne de contact.

Lors de la phase de déchargement, la force mesurée devient négative. Une force d'adhérence, F_c , existe donc entre l'élastomère et l'indenteur. A partir de cette mesure, l'énergie d'adhérence, w , est estimée :

$$w = \sqrt{\pi F_c E' \tan^3 \left(\frac{\pi}{2} - \alpha \right)}, \text{ [Maugis, 1999]}$$

Les niveaux de déformation atteints par l'indentation sont faibles dans le cas élastique – de l'ordre de 0,1 % [Bucaille, 2001] –.

Pour l'étude, les essais d'indentation sont réalisés avec un chargement exponentiellement croissant avec le temps (de 0 à 1,5 mN) ($\dot{P}/P = 0,1 \text{ s}^{-1}$). Les profondeurs de pénétration maximale sont de l'ordre de 10 μm . La vitesse de déchargement de 30 nm/s et la raideur de la machine permettent d'obtenir la courbe adhésive de manière complète.

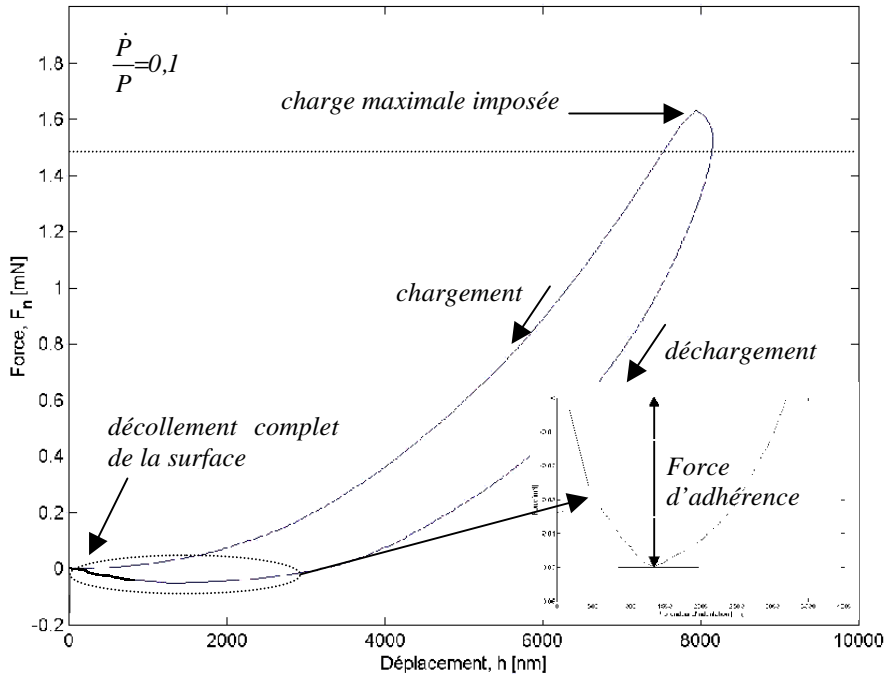


Figure 13 : Courbe d'indentation sur un élastomère chargé réticulé (Matériau 7, 1000 tours, 32,3 N, 2 mm). L'indenteur utilisé est de type Berkovich. La vitesse de chargement est de type $\dot{P}/P=0,1 \text{ s}^{-1}$. La température d'essai est de l'ordre de 25°C.

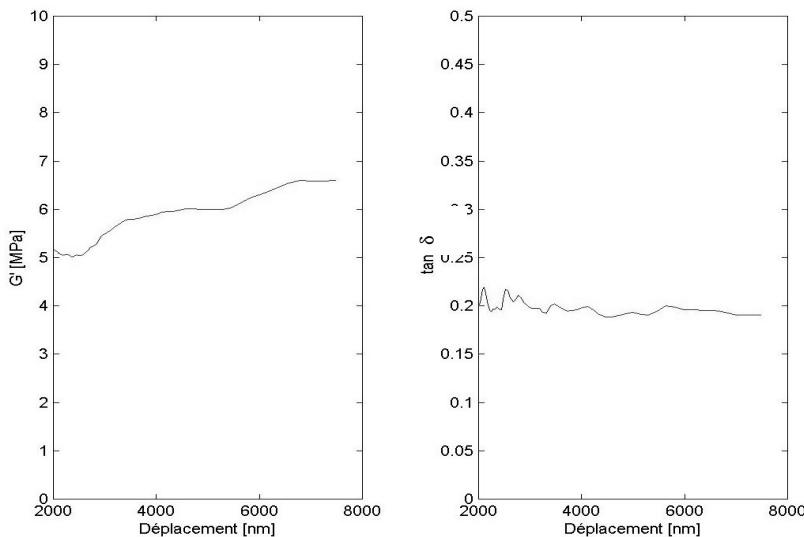


Figure 14 : Module de cisaillement et tangente de l'angle de perte issus d'un essai de nano-indentation (matériau 7, 1000 tours, 32,3 N, 2mm). L'indenteur utilisé est de type Berkovich. La vitesse de chargement est de type $\dot{P}/P=0,1 \text{ s}^{-1}$. La température d'essai est de l'ordre de 25°C.

5.2.2. Nano-rayage

Comme pour les essais de nano-indentation, ceux de nano-rayage permettent, dans le cas des élastomères de l'étude, d'obtenir les propriétés visco-élastiques – module de restitution et tangente de l'angle de perte – dans différentes conditions de rayage. Une dureté à la rayure peut également être définie.

La mesure de la force tangentielle donne accès au facteur de frottement réel ou apparent. La Figure 15 montre le facteur de frottement réel obtenu dans le cas d'un indenteur Berkovich rayant la surface d'un élastomère (matériau 7). La Figure 16 indique les propriétés mécaniques obtenues grâce à un essai de rayage.

Pendant la phase de décollement de la surface en fin d'essai, l'adhérence peut être mesurée.

Lors du rayage, le frottement induit des tensions et cisaillements pouvant être responsables de la création de fissures. L'instrumentation de l'expérience fournit la force seuil conduisant à cet endommagement. Cependant, la grande aptitude à la déformation des matériaux de l'étude s'oppose à l'apparition de fracturation dans les conditions ordinaires.

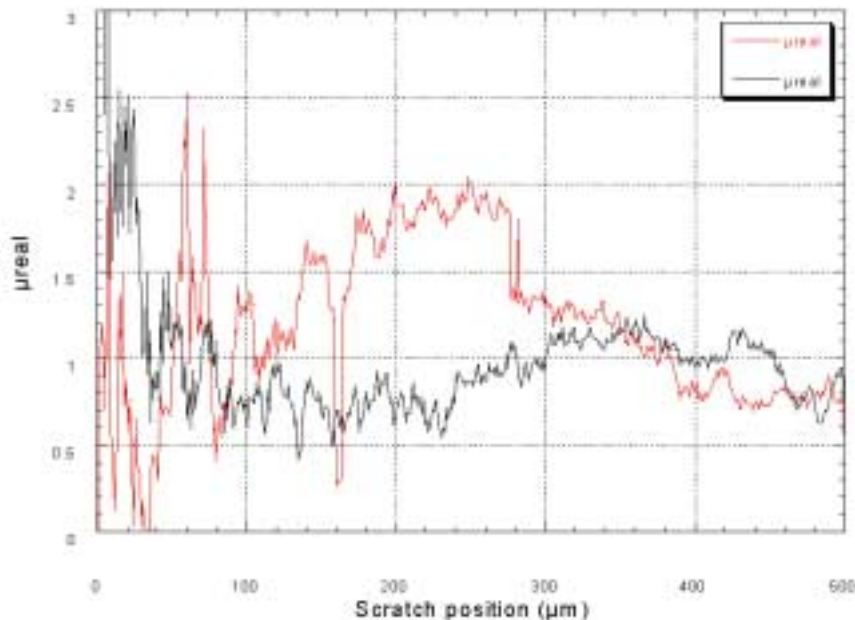


Figure 15 : Coefficient de frottement réel, $\mu_{réel}$, pour deux essais de rayage à enfoncement croissant (matériau 7, 100 tours, 32,3 N, 2 mm). L'indenteur utilisé est de type Berkovich. La température d'essai est de l'ordre de 25°C. L'essai est réalisé à deux endroits différents.

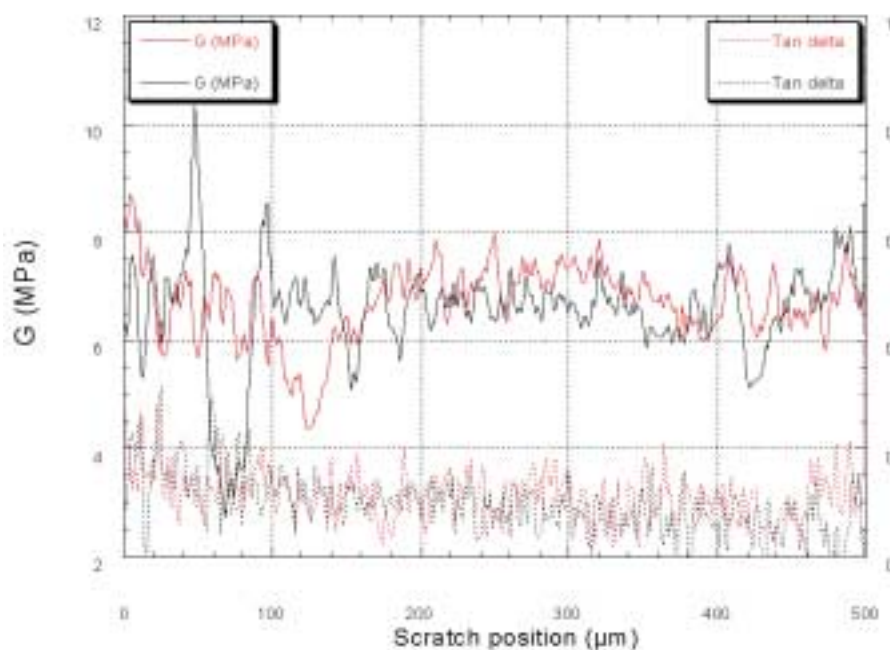


Figure 16 : Module de restitution et tangente de l'angle de perte pour deux essais de rayage à force croissante (matériau 7, 100 passages, 32,3 N, 2 mm). L'indenteur utilisé est de type Berkovich. La température d'essai est de l'ordre de 25°C. L'essai est réalisé à deux endroits différents

6. Conclusion

Les propriétés physico-chimiques et mécaniques des élastomères chargés réticulés ont été présentées de manière exhaustive. Ce sont des matériaux qui résultent du mélange de différents constituants dont les interactions sont encore largement méconnues : plusieurs structures et échelles caractéristiques se superposent. Elles influent sur les propriétés mécaniques mesurées macroscopiquement et aussi certainement sur le frottement et l'usure. En effet, il faut rappeler que le noir de carbone a historiquement été ajouté pour diminuer l'usure.

Le tribomètre développé devrait permettre de générer, dans certaines conditions, les cratères d'usure. Les surfaces ainsi obtenues seront analysées par des moyens capables d'investiguer des échelles en rapport avec le phénomène étudié et, par conséquent, d'apporter des indications sur le mécanisme responsable de la formation des cratères d'usure.

BIBLIOGRAPHIE

P. Bertrand-Lambotte, "Sur les mécanismes de rayure des vernis de finition automobile", Ecole Centrale de Lyon, Mécanique, N° d'ordre 2001/28 (thèse), 2001.

L. Bokobza et O. Rapoport, "Reinforcement of natural rubber", Journal of Applied Polymer Science, **85**, pp 2301-2316, 2001.

J. J. C. Busfield, A. G. Thomas and K. Yamaguchi, "Effect of mechanical deformation on the electrical and physical properties of carbon black filled natural rubber", The international rubber conference, IOM Communications, 2001.

M. Carrega, "Les polymères, de la molécule à l'objet", EDP Sciences, Les Ulis, France, 1999.

L. Chazeau, J. D. Brown, L. C. Yanyo et S. S. Sternstein, "Modulus recovery kinetics and other insights into the Payne effect for filled elastomers", Polymer composites, **21**, (2), pp 202-222, 2000.

Y. Chevalier, "Hyper élasticité et visco élasticité non linéaire - Grandes déformations", Cours de l'ISMCM-CESTI, 1996.

A. Cornet et J.-P. Deville, "Physique et ingénierie des surfaces", EDP Sciences, Les Ulis, France, 1998.

J. Denape, "Aspect thermique du frottement", Cours de 3ème année "Endommagement en tribologie" de l'Ecole Centrale de Lyon, 2000.

W. P. Dong, P. J. Sullivan et K. J. Stout, "Comprehensive study of parameters for characterizing three-dimensional surface topography - I : Some inherent properties of parameter variation", Wear, **159**, pp 161-171, 1992.

A. K. Doolittle, Journal of Applied Physics, pp 1471, 1951.

R. C. Drutowski, "Contact elasticity of seal elastomers", Journal of Lubrication Technology, **April**, pp 478-483, 1968.

A. Einstein, A. Ann. Physik (Leipzig), **19**, pp 289, 1906.

F. M. Fowkes, J. Phys. Chem., **66**, pp 382, 1962.

O. Goncalves, "Mesure de la dispersion des agglomérats dans un mélange", Université Pierre et Marie Curie, Ecole Supérieure des Industries du Caoutchouc et Manufacture Française des Pneumatiques Michelin, Stage DESS, 1999.

P. K. Gupta et J. A. Walowit, "Contact stresses between an elastic cylinder and a layered elastic solid", Journal of Lubrication Technology, **April**, pp 250-257, 1974.

E. Guth, J. Appl. Phys., **16**, pp 20, 1945.

E. Guth et O. Gold, Phys. Rev., **53**, pp 322, 1938.

- G. M. Hamilton, "Explicit equations for the stresses beneath a sliding spherical contact", Proc. Instn. Mech. Engrs, **197**, (C), pp 53-59, 1983.
- T. Iwai et Y. Uchiyama, "Variations of rubber friction in the course of pattern abrasions - Relationships between ridge deformations and frictional force", 2000.
- K. L. Johnson, "Contact mechanics", Cambridge University Press, Cambridge, G.B., 1994.
- K. Kendall, "Agglomerate strength", Powder Metallurgy, **31**, (1), pp 28-31, 1988.
- K. Kendall, N. M. Alford, W. J. Clegg et J. D. Birchall, "Flocculation clustering and weakness of ceramics", Nature, **339**, (11 mai), pp 130-132, 1989.
- J.-L. Leblanc, "A molecular explanation for the origin of bound rubber in carbon black filled rubber compound", Journal of Applied Polymer Science, **66**, pp 2257-2268, 1997.
- J.-L. Leblanc, "Rubber-filler interactions and rheological properties in filled compounds", Prog. Polym. Sci., **27**, pp 627-687, 2002.
- D. R. Lide, "Handbook of Chemistry and Physics", C.R.C. Press, 1992.
- J.-L. Loubet, J. M. Georges, O. Marchesini et G. Meille, "Vickers indentation Curves of Magnesium Oxide (MgO)", Journal of Tribology, (106), pp 43-48, 1984.
- J. E. Mark, "Physical properties of polymers handbook", American Institute of Physics, New York, E.U., 1996.
- G. Martin-Borret, "Sur la propagation de fissures dans les élastomères", Ecole Polytechnique, Mécanique, N° d'ordre (thèse), 1998.
- D. Maugis, "Contact, adhesion and rupture of elastic solids", Berlin, 1999.
- E. Mc Ewen, "Stresses in elastic cylinders in contact along a generatrix", Philosophical Magazine, **40**, pp 454-459, 1949.
- A. I. Medalia, "Effect of carbon black on ultimate properties of rubber vulcanizates", Rubber Chemistry and Technology, **60**, pp 45-61, 1986.
- D. J. Meier, "Molecular basis of transition and relaxations", Gordon and Breach Science Publishers, 1978.
- P. Meijers, "The contact problem of a rigid cylinder on an elastic layer", Applied Science Research, **18**, pp 353, 1968.
- K. Mitsuhashi, "Test method and equipment for abrasion and friction of rubber", International Polymer Science and Technology, **16**, (2), pp 31-48, 1989.
- D. F. Moore, "The friction and lubrication of elastomers", Pergamon Press, Oxford, G.B., 1972.
- L. Mullins, "Effet of stretching on the properties of rubber", Journal of Rubber Research, **16**, pp 275-289, 1947.
- L. Mullins, "Softening of rubber by deformation", Rubber Chemistry and Technology, **42**, pp 339-362, 1969.

- L. Mullins et N. Tobin, "Theoretical model for the elastic behavior of filler-reinforced vulcanized rubbers", *Rubber Chemistry and Technology*, **30**, pp 551-571, 1957.
- L. Odoni, "Propriétés mécaniques et effets d'échelle", Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes, Mécanique, N° d'ordre 1999/17 (thèse), 1998.
- A. R. Payne, "The dynamic properties of carbon black-loaded natural rubber vulcanizates. Part I", *Journal of Applied Polymer Science*, **6**, (19), pp 57-63, 1962.
- A. R. Payne, "A note on the existence of a yield point in the dynamic modulus of loaded vulcanisates", *Journal of Applied Polymer Science*, **3**, pp 127, 1965.
- B. N. J. Persson et E. Tosatti, "Qualitative theory of rubber friction and wear", *Journal of Chemical Physics*, **112**, (4), pp 2021-2029, 2000.
- J. B. Pethica, R. Hutchings et W. C. Oliver, *Philosophical Magazine*, **A48**, (4), pp 593-606, 1983.
- B. E. Read, "Influence of stress state and temperature secondary relaxations in polymeric glasses", *Polymer*, **22**, pp 1580-1586, 1981.
- A. D. Roberts, "Rubber adhesion at high rolling speeds", *J. nat. Rubb. Res.*, **3**, (4), pp 239 - 260, 1988.
- G. W. Stachowiak et A. W. Batchelor, "Engineering tribologie", Elsevier, 1993.
- K. J. Stout, P. J. Sullivan, W. P. Dong, E. Mainsah, N. Luo, T. Mathia et H. Zahouani, "The developpment of methods for the characterisation of roughness in 3 dimensions", European Community, 1993.
- D. Tabor, *Proc. R. Soc. Lond.*, **192**, pp 242-274, 1948.
- P. Thirion, "Caractères spécifiques du frottement du caoutchouc sur les solides", Institut Français du caoutchouc (I.F.C.), 1973.
- L. R. G. Treloar, "The physics of rubber elasticity", Clarendon Press, Oxford, G.B., 1975.
- J.-P. Trotignon, J. Verdu, A. Dobraczynski et M. Piperaud, "Matières plastiques : structures-propriétés, mise en oeuvre, normalisation", Nathan/Afnor, Paris, 1998.
- M.-J. Wang, "Effect of polymer-filled and filler-filler interactions on dynamic properties of filled vulcanizates", *Rubber Chemistry and Technology*, **71**, pp 520-589, 1997.
- M. L. Williams, R. F. Landel et J. F. Ferry, "The temperature dependance of relaxation mechanisms in amorphous polymers and other glass-forming liquids", *J. Am. Chem. Soc.*, **77**, pp 3701-3707, 1955.

Chapitre 3 : Analyse de la topographie de surface et de son évolution

1. Introduction

Dans le cadre des travaux menés, l'étude de la topographie des surfaces usées et de son évolution ne revêt d'intérêt que si les faciès d'usure douce peuvent être recréés dans des conditions maîtrisées. Ceux-ci ont été obtenus dans des configurations particulières sur le tribomètre en température introduit dans le deuxième chapitre. Dès lors, il devient pertinent d'analyser et d'essayer de comprendre plus précisément dans quelles conditions les cratères sont générés. Plusieurs échelles d'investigation se présentent alors. La première est la taille du contact et s'intéresse à la morphologie globale de la trace laissée par le frottement. La seconde échelle concerne l'observation d'une zone sur laquelle les faciès d'usure apparaissent clairement et rendent possible un traitement statistique. Enfin, la troisième échelle d'investigation s'attache à caractériser individuellement les cratères ou les autres objets observés sur une zone de travail plus grande.

La majeure partie des résultats présentés a été obtenue sur le matériau 7.

SOMMAIRE

CHAPITRE 3 : ANALYSE DE LA TOPOGRAPHIE DE SURFACE ET DE SON ÉVOLUTION	71
1. INTRODUCTION.....	71
2. ECHELLE MACROSCOPIQUE	73
2.1. OBJECTIF.....	73
2.2. CONDITIONS EXPÉRIMENTALES	73
2.3. RÉSULTATS	73
3. ECHELLE MÉSOACOPIQUE.....	74
3.1. OBJECTIFS	74
3.2. CONDITIONS EXPÉRIMENTALES	74
3.3. RÉSULTATS	75
3.3.1. <i>Faciès et conditions de sollicitation.....</i>	<i>75</i>
3.3.2. <i>Différenciation et quantification dimensionnelle des surfaces.....</i>	<i>78</i>
3.3.3. <i>Détermination de grandeurs physiques à partir de la topographie</i>	<i>81</i>
3.4. VALIDATIONS	84
3.4.1. <i>Validation sur un autre matériau</i>	<i>84</i>
3.4.2. <i>Validation dans d'autres conditions tribologiques.....</i>	<i>85</i>
3.5. BILAN.....	86
4. ECHELLE MICROSCOPIQUE.....	87
4.1. CRATÈRES D'USURE	87
4.1.1. <i>Identification des grandeurs caractéristiques.....</i>	<i>87</i>
4.1.2. <i>Conditions expérimentales</i>	<i>88</i>
4.1.3. <i>Résultats</i>	<i>89</i>
4.1.4. <i>Bilan</i>	<i>94</i>
4.2. RIDES D'USURE	94
5. CONCLUSION.....	95
BIBLIOGRAPHIE.....	96

2. Echelle macroscopique

2.1. Objectif

Lorsqu'un élastomère subit un essai de frottement et d'usure, il apparaît une dépression qui correspond à la trace d'usure. Une partie est due à l'enlèvement de matière par l'indenteur et une autre est imputable à l'effet Mullins. L'objectif de cette partie est de déterminer la part de l'effet Mullins dans la variation de volume.

2.2. Conditions expérimentales

Les éprouvettes étudiées ont été usées à température ambiante par une bille de diamètre 25.4 mm, sous une charge de 44.4 N. 1000 passages. Les éprouvettes font 2 mm d'épaisseur.

La quantification de l'effet Mullins est réalisée en comparant les relevés topographiques type B avant et après étuvage des éprouvettes sollicitées. En effet, l'étuvage relaxe le matériau et fait donc disparaître l'effet Mullins. Il a été réalisé à 70°C pendant 7 jours. L'équivalent temps-température indique qu'il faudrait attendre $10^{1.4}$ fois plus de temps, soit 182 jours, à 20°C pour obtenir le même résultat. A issue de cette période, une très grande partie de l'effet Mullins doit donc avoir disparu.

La température de transition vitreuse du matériau 7 est - 40°C. Ses coefficients de l'équivalence temps-température sont :

$$C_1 = 10.1$$
$$C_2 = 47.3$$

2.3. Résultats

L'écart entre la profondeur maximale de la trace de l'éprouvette accommodée et celle relaxée par étuvage est de l'ordre de 10% ($12.5\% \pm 7.6\%$) (Tableau 1).

Tableau 1 : Ecart entre la profondeur maximale mesurée sur l'éprouvette accommodée et l'éprouvette relaxée par étuvage (relevé topographie Type B).

<i>Eprouvette</i>	<i>Ecart en profondeur maximale [%]</i>
1	12.8
2	7.8
3	3.2
4	23.2
5	15.3
Valeur moyenne	12.5
Ecart type	7.6

3. Echelle mésoscopique

3.1. Objectifs

L'étude de la sensibilité des faciès d'usure aux différentes conditions de sollicitation appliquées permettra de mieux cerner le ou les domaines de création des faciès. Ainsi, l'effet du nombre de passages, de la charge normale, de la température d'essai et de la vitesse de glissement sera évalué grâce au tribomètre en température présenté dans le chapitre 2.

Par ailleurs, comme l'a montré ce même chapitre, il est important de disposer de paramètres objectifs décrivant la surface afin d'être capable de comparer les surfaces et leur sensibilité à la variation de grandeurs physiques.

Par conséquent, le double objectif de cette partie est de cerner les conditions de sollicitation nécessaires à la formation des cratères d'usure et de déterminer des paramètres morphologiques adaptés à la description des surfaces usées.

3.2. Conditions expérimentales

Les surfaces usées étudiées ont été obtenues avec le tribomètre en température. Pour chaque configuration d'expérimentation, trois essais sont réalisés afin de s'assurer de leur reproductibilité. Le matériau testé est le numéro 7. L'indenteur est une bille en acier de diamètre 25.4 mm. Les éprouvettes ont une épaisseur de 2 mm. La vitesse de glissement est de 10 mm/s.

Pour évaluer l'influence de la charge normale, cinq chargements ont été appliqués : 4.7 / 9.4 / 26.4 / 44.4 / 57.7 N. 4.7 N est la charge minimale applicable sur le tribomètre en température, l'essai sous 9.4 N confirme les résultats obtenus pour la charge inférieure. Six passages ont été testés pour 4.7, 26.4 et 57.7 N : 30 / 100 / 300 / 1000 / 3000 / 10000 passages et seulement deux passages pour 9.4 et 44.4 N : 300 et 3000 passages. La température des essais est comprise entre 22 et 25°C et l'hygrométrie entre 25 et 40%. Le temps de relaxation est de 20 s.

Les effets de la température et de la vitesse de glissement ont été étudiés pour une charge donnée, 44.4 N, et après un nombre de passages fixé, 1000 passages. Des essais à 10 mm/s ont été réalisés à 5, 15, 25, 35 et 45°C. Les essais à 100 mm/s ont été, quant à eux, effectués à 25 et 35°C et enfin ceux à 3 et 4 mm/s à 45°C. Dans ces conditions, l'hygrométrie varie entre 10 et 30%.

Les surfaces ont été mesurées grâce au rugosimètre optique présenté dans le chapitre 2, avec des relevés de type A.

3.3. Résultats

3.3.1. Faciès et conditions de sollicitation

3.3.1.1. Effet charge normale et nombre de passages

L'ensemble des expériences permet de tracer, pour une même température d'essai, une carte de faciès d'usure faisant intervenir le nombre de passages et la pression apparente de contact – c'est-à-dire la charge normale divisée par l'aire apparente de contact obtenue en mesurant la largeur de la trace usée –

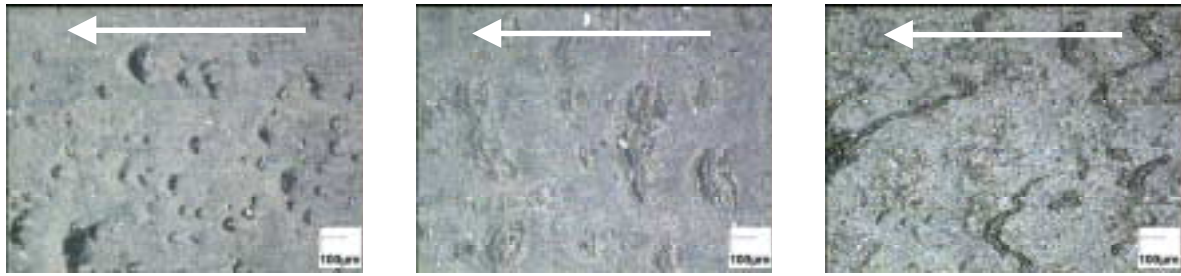
Quelle que soit la charge normale appliquée, trois faciès transitoires apparaissent pour les premiers passages – inférieurs à 300 – : les faciès transitoires de type 1 et 2, et les rouleaux (Figure 1). Ces faciès ont leur plus grande dimension orientée perpendiculairement à la direction de glissement. Ils ont une taille assez importante puisque supérieure à 100 μm dans la plupart des cas, jusqu'à 500 μm voire plus. Le temps de latence est d'autant moins long que la charge normale est grande. Le faciès transitoire de type 1 possède une forme d'écaille. Il laisse place par la suite à des rouleaux qui ne sont, eux non plus, pas pérennes dans le temps. Ils apparaissent pour les charges les moins grandes. Les faciès transitoires de type 2 sont créés sous 2 MPa. Ils ont une forme boursouflée.

Cette période de latence correspond aussi au temps nécessaire à l'accommodation de la surface et à l'enlèvement de la couche résiduelle de poly-tétra-fluoro-éthylène (téflon) provenant du processus de mise en forme du matériau. On supposera que ces faciès n'influencent pas la formation de ceux constants dans le temps et qu'ils ne constituent donc que des épiphénomènes qui ne seront pas étudiés ici.

Les faciès permanents, les rides ou les cratères, succèdent alors aux trois faciès transitoires (Figure 1). Les cratères apparaissent nettement pour des pressions de contact supérieures à 1.8 MPa. En dessous de 1 MPa, des rides sont obtenues. Entre ces deux valeurs, les deux faciès se superposent. Ainsi, les rides et les cratères sont capables de coexister dans une même zone de sollicitation.

Par ailleurs, un faciès peut laisser place à un autre. Pour une pression apparente de contact de 1 à 1.5 MPa et environ 300 passages, le cratère disparaît au profit de la ride. Par conséquent, le cratère est créé plus rapidement que la ride, cette dernière ayant besoin de plus de sollicitation pour prendre le pas sur le cratère. Pour une pression apparente de contact inférieure à 1 MPa, les cratères remplacent les rides après 10000 passages. Cette dernière observation met en évidence l'influence de la pression réelle de contact. En effet, la ride augmente en taille avec le nombre de passages et accroît, ainsi, la pression réelle de contact. Lorsque celle-ci devient suffisante, les cratères apparaissent. L'étude de la morphologie des surfaces devrait permettre de mieux cerner les conditions de pression régnant dans le contact.

Grâce aux expressions déterminées dans le deuxième chapitre, la déformation en indentation peut également être calculée pour évaluer la sensibilité du faciès à la charge imposée. 1 MPa correspond alors à 10% de déformation.



a. Faciès transitoire de type 1 (FT1) b. Faciès transitoire de type 2 (FT2) c. Rouleaux (Ro)

Figure 1 : Images des trois faciès transitoires apparaissant au cours des premiers passages : faciès transitoire 1 (FT1), faciès transitoire 2 (FT2) et rouleaux (Ro). Le faciès transitoire 1 a une morphologie en forme d'écaille. Le faciès transitoire 2 a un aspect boursoufflé. Les rouleaux sont analogues à ceux présentés dans le premier chapitre.

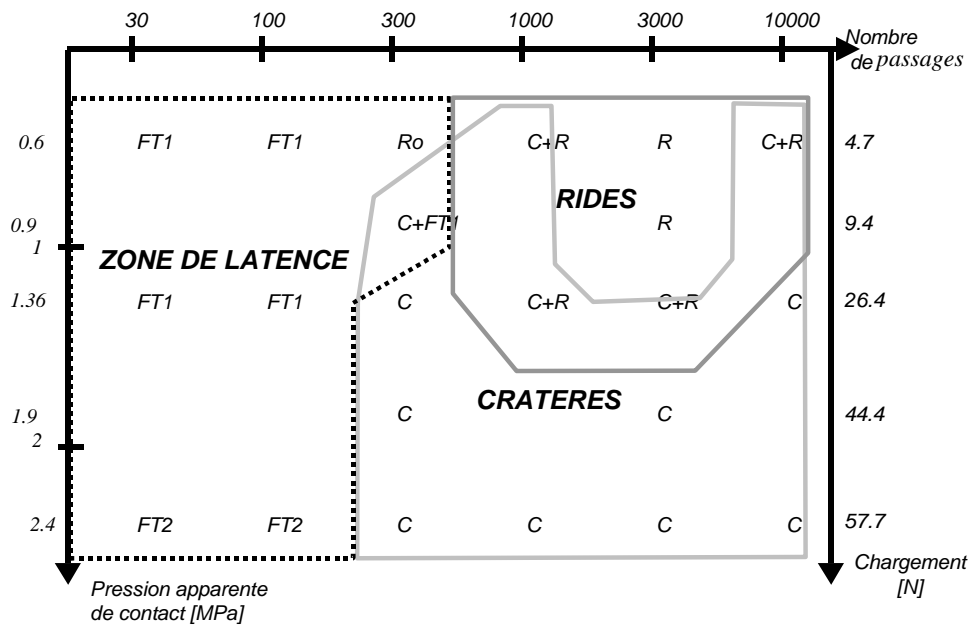
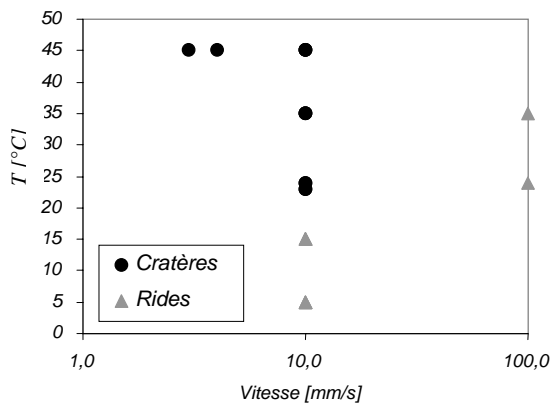


Figure 2 : Carte des faciès d'usure. Cette figure représente, en fonction de la pression apparente de contact et du nombre de passages, le faciès d'usure visualisé sur la surface. Pour les faibles pressions de contact, inférieures à 1.3 MPa, les rides sont obtenues. Pour des pressions supérieures, les cratères sont créés. Les faciès transitoires apparaissent pour les faibles nombre de passages. Par ailleurs, il est intéressant de constater que des cratères sont créés même pour de faibles pressions apparentes de contact : ils sont probablement la conséquence de l'augmentation de la pression réelle de contact due à l'accroissement de la rugosité par les rides. Légende : R : rides, C : cratères, FT1 : faciès transitoire de type 1, FT2 : faciès transitoire de type 2 et Ro : rouleaux.

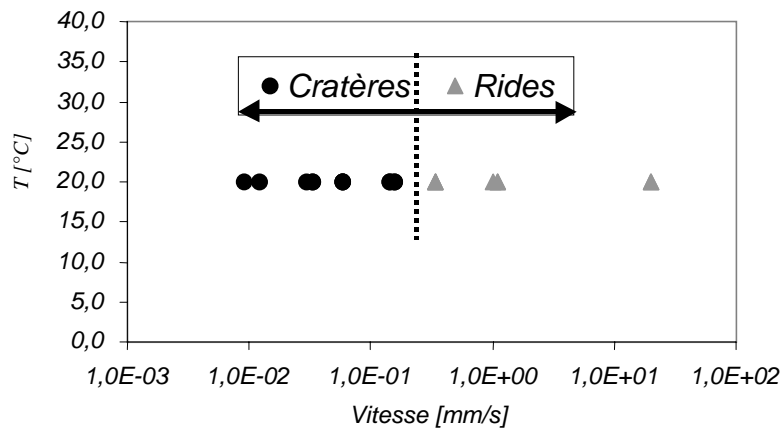
3.3.1.2. Effet vitesse de glissement et température

Les faciès d'usure obtenus dépendent de la vitesse de glissement et de la température. Le Graph. 1 indique le type de faciès visualisé sur la surface usée en fonction de la température et de la vitesse de glissement de l'essai. Il semblerait que les rides soient reliées à de basses températures tandis que les cratères à des températures plus élevées. Cependant, les expériences réalisées à 25 et 35°C et 100 mm/s conduisent à la formation de rides de tailles voisines de celles obtenues à 15°C et 10 mm/s. Les faciès sont donc sensibles à la vitesse de glissement et à la température.



Graph. 1 : Localisation des faciès d'usure en fonction de la température et de la vitesse de glissement. L'hygrométrie est entre 10 et 30%. Les faciès ont été identifiés après 1000 passages.

Compte tenu de la nature viscoélastique du matériau, ce résultat n'est pas étonnant et conduit naturellement à utiliser l'équivalence temps-température pour repositionner les différents essais dans une configuration de référence ne faisant intervenir que la température ou la vitesse de glissement, respectivement à une vitesse de glissement ou une température donnée. De plus, grâce aux équivalences couche mince / couche épaisse déterminées dans le chapitre 2, il est possible de s'affranchir de la couche mince par des formules simples. Le Graph. 2 montre que l'équivalence temps température permet de parfaitement dissocier les zones de création des cratères et des rides à une température de référence de 20°C.



Graph. 2 : Localisation des faciès d'usure en fonction de la vitesse de glissement à 20°C. Les faciès ont été identifiés après 1000 passages. Deux domaines de création apparaissent nettement : pour les grandes vitesses, les rides sont créées, tandis que l'apparition des cratères est favorisée par les basses vitesses.

La vitesse de glissement peut être remplacée par la vitesse de déformation, $\dot{\epsilon}_r$. Elle ne change pas les domaines de création des différents faciès d'usure, mais les relie à une grandeur intrinsèque du matériau comparable à des données issues d'une caractérisation volumique.

3.3.2. Différenciation et quantification dimensionnelle des surfaces

3.3.2.1. Paramètre SPa

Le paramètre SPa (pp 59) est le plus couramment employé pour caractériser les surfaces, il est donc intéressant, d'abord, d'étudier les informations que fournit cette grandeur.

Les relevés morphologiques effectués sur des surfaces usées dans les mêmes conditions apportent des paramètres topographiques assez dispersés : la présence de débris collés sur la surface en est souvent la cause.

Les courbes de tendance montrent l'évolution globale de la rugosité des surfaces avec les conditions de sollicitation (Graph. 3). Sans surprise, la rugosité augmente avec la charge et le nombre de passages. De 0 à 30 passages, la rugosité n'évolue quasiment pas, elle est de l'ordre de $2 \mu\text{m}$. Par la suite, le paramètre SPa augmente et se différencie en fonction des conditions de chargement. Pour les faibles charges, correspondant aux rides d'usure (4.7 N), il est toujours inférieur à $3 \mu\text{m}^1$.

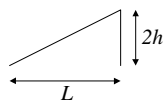
Pour les forts chargements, le paramètre SPa est multiplié par 2, environ, par décennie de passages.

Le Graph. 3 met en évidence la coexistence des deux faciès permanents que sont les rides et les cratères. Pour les chargements sous 26.4 et 57.7 N, le paramètre SPa croît lorsque des cratères apparaissent et décroît lorsque des rides se forment. Cette évolution n'est pas vérifiée pour le chargement sous 4.7 N.

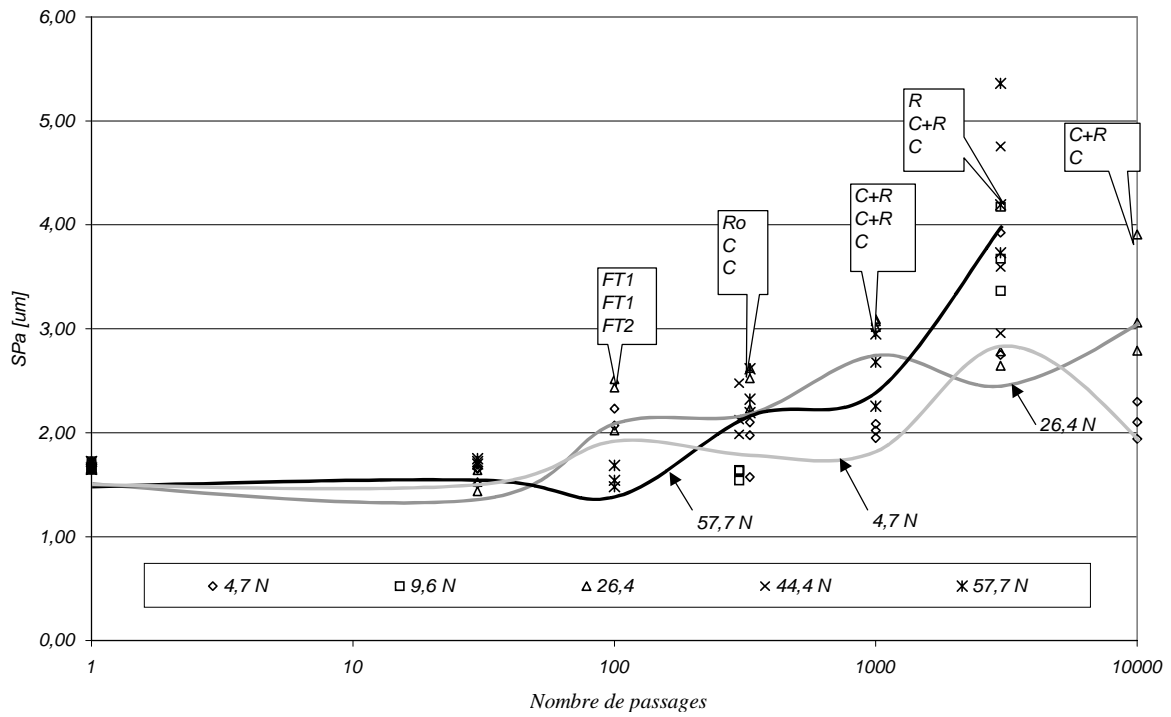
Ce paramètre de rugosité traduit néanmoins de manière satisfaisante la nature accidentée des surfaces. Il ne permet cependant pas de dissocier les faciès d'usure.

¹ En approximant la section des rides par un triangle rectangle de longueur L et de hauteur $2h$, le calcul analytique donne : $SPa = h$

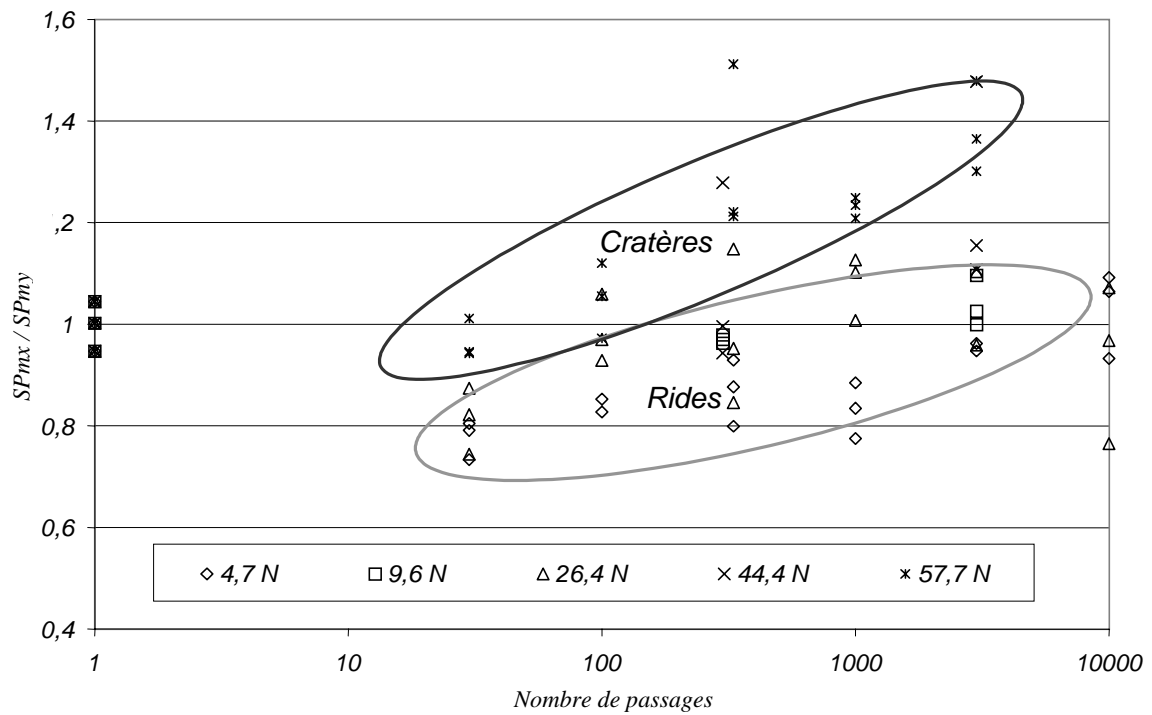
Une relation directe entre le paramètre de rugosité SPa et la demie hauteur des rides est donc directement trouvée. L'ordre de grandeur ainsi obtenu est cohérent avec une mesure directe sur de grosses rides.



Approximation de la géométrie des rides. L est la longueur des rides et $2h$ la hauteur.



Graph. 3 : Paramètre SPa en fonction du nombre de passages et de la charge



Graph. 4 : Rapport SPmx / SPmy en fonction du nombre de passages et de la charge

3.3.2.2. Rapport SP_{mx} / SP_{my}

Les mesures topographiques effectuées par le rugosimètre optique orientent la surface selon la direction x – l'axe parallèle à la direction de glissement –. Les surfaces vierges isotropes n'ont pas un rapport SP_{mx} / SP_{my} de 1. C'est la raison pour laquelle un décalage d'origine a été effectué sur le Graph. 4, pour recentrer les valeurs autour de 1.

Le rapport SP_{mx} / SP_{my} prend des valeurs comprises entre 0.8 et 1 pour les rides. On pourrait cependant s'attendre à des valeurs bien inférieures. Mais les rides ne sont pas parfaitement rectilignes et très régulières, ce qui explique le résultats obtenu.

Le rapport donne de meilleurs résultats pour les cratères puisque il est compris entre 1 et 1.2. Cette dernière valeur confirme même la légère asymétrie observée sur les cratères présentées dans le paragraphe 4.

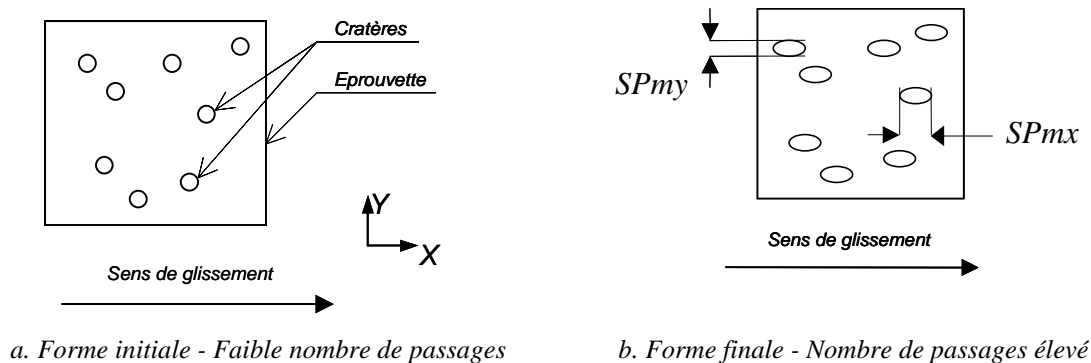
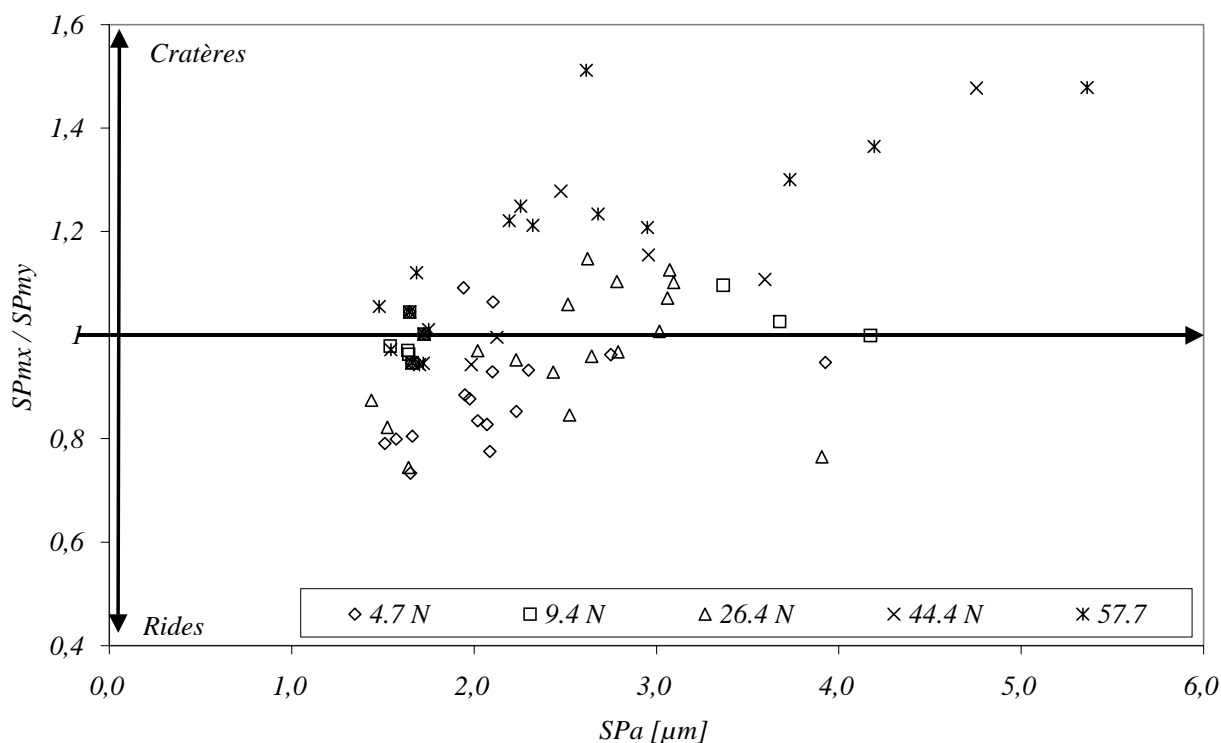


Figure 3 : Evolution de la forme des cratères

3.3.2.3. Synthèse

A isofaciès, il est possible de distinguer les principaux types de faciès (rides et cratères) à l'aide du rapport SP_{mx} / SP_{my} . De plus, SP_a est un bon indicateur des caractéristiques dimensionnelles de chacun des faciès. Le Graph. 5 représente SP_{mx} / SP_{my} en fonction de SP_a , c'est-à-dire, le type de faciès en fonction de ses dimensions.

Les deux chargements d'isofaciès – 4.7 et 57.7 N – se distinguent. Pour les faibles valeurs du rapport SP_{mx} / SP_{my} , environ 0.9, ce sont les rides qui prédominent alors que les faciès de type cratères se situent pour un rapport d'environ 1.1. Sous 4.7 N, les grosses rides obtenues à 3000 passages se détachent bien de l'ensemble des valeurs. Les gros cratères obtenus pour 57.7 N à 3000 passages se distinguent aussi. Les points représentatifs du chargement de 26.4 N se situent sur la limite entre les deux zones rides et cratères : ceci reste en accord avec les observations expérimentales.



Graph. 5 : Rapport SP_{mx} / SP_{my} en fonction du paramètre SP_a . SP_{mx} / SP_{my} caractérise le type de faciès tandis que SP_a caractérise sa dimension.

3.3.3. Détermination de grandeurs physiques à partir de la topographie

La connaissance des paramètres morphologiques peut, dans certaines conditions, informer sur des grandeurs physiques comme, par exemple, la pression réelle de contact ou l'aire réelle de contact.

3.3.3.1. Contact plan / plan rugueux modifié

Dans le cas d'un contact plan / plan rugueux, [Greenwood et coll., 1966] donnent l'expression de la pression réelle moyenne de contact pour des profils de surfaces exponentiels ou gaussiens ou des surfaces assimilables à une sinusoïde.

Le type de surface est déterminé en analysant certains paramètres topographiques [Georges, 2000] [Hutchings, 1992], ainsi :

- si $\frac{SP_q}{SP_a} \sim \frac{\pi}{2\sqrt{2}}$, le profil est de type sinusoïdal ;
- si $\frac{SP_q}{SP_a} \sim \sqrt{\frac{\pi}{2}}$ ou SP_{sk} est voisin de zéro, le profil est de type gaussien.

Si SP_q / SP_a et SP_{sk} sont tracés pour toutes les charges en fonction du nombre de passages de sollicitation, on observe que plus la charge est faible plus la distribution des hauteurs est gaussienne. En première approximation, les profils de l'ensemble des surfaces usées peuvent raisonnablement être assimilés à une gaussienne.

La pression moyenne de contact est alors de la forme :

$$\bar{p} = \frac{F_N}{A} = \zeta E' \sqrt{SPpm \times \kappa_s}, \text{ où } \zeta \text{ est compris entre 0.3 et 0.4.}$$

κ_s est la courbure moyenne de la surface. Dans le cas du contact sphère plan, κ_s est la moyenne de la courbure de la surface et du rayon de l'indenteur.

Pour le matériau 7, la déformation moyenne dans le contact est donc (chapitre 4) :

$$\bar{\varepsilon} = \frac{\zeta}{2} \sqrt{SPpm \times \kappa_s}$$

On prendra $\frac{\zeta}{2} = 0.2$

La déformation moyenne est ainsi indépendante de la charge normale appliquée.

La difficulté du calcul repose sur la détermination de la courbure moyenne des surfaces en contact. Si la surface n'est pas filtrée, la déformation moyenne obtenue est de l'ordre de 10^4 %. En effet, les fluctuations locales du profil rendent la courbure moyenne de la surface très grande. Un filtrage des rugosités de la surface n'apporte pas une réponse satisfaisante. A contrario, si on considère que la courbure sous charge est donnée par l'indenteur, comme dans [Baumberger, 1997], la déformation moyenne devient voisine de 1 %. Cette méthode ne permet donc pas de déterminer la déformation moyenne de la surface.

3.3.3.2. Contact sphère plan rugueux

Pour des contacts plus complexes, tel une bille sur un plan rugueux, la détermination rigoureuse de paramètres physiques devient plus compliquée, car le problème est non linéaire et nécessite un traitement numérique. [Greenwood et coll., 1967] proposent néanmoins des grandeurs, μ et T , permettant d'évaluer l'écart entre la pression maximale et l'aire de contact du problème réel et la solution donnée par Hertz.

Le premier paramètre, μ , a pour expression :

$$\mu = \frac{8}{3} \eta_s \times SPpm \left(\frac{2R}{\kappa_s} \right)^{1/2},$$

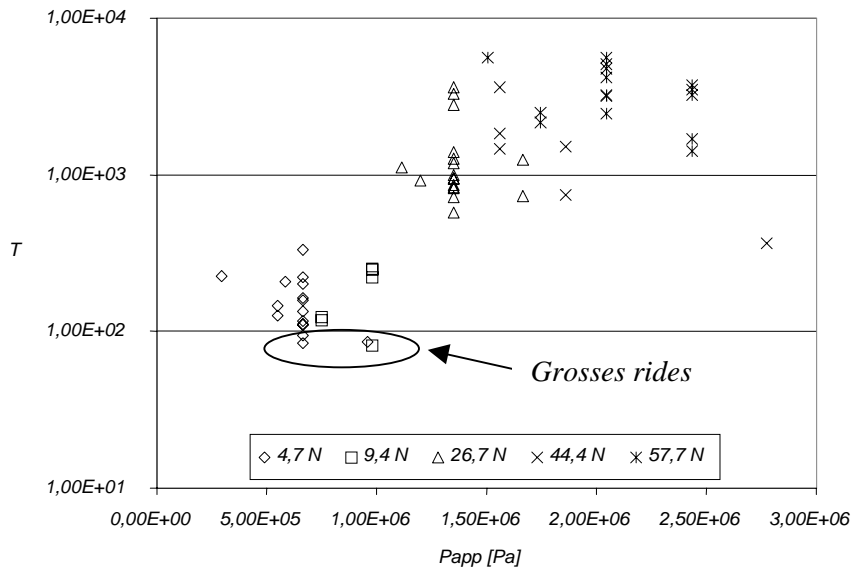
où η_s est le nombre de sommets par unité de surface.

Comme dans le paragraphe précédent, la détermination de la courbure moyenne pose un problème pour la détermination de μ .

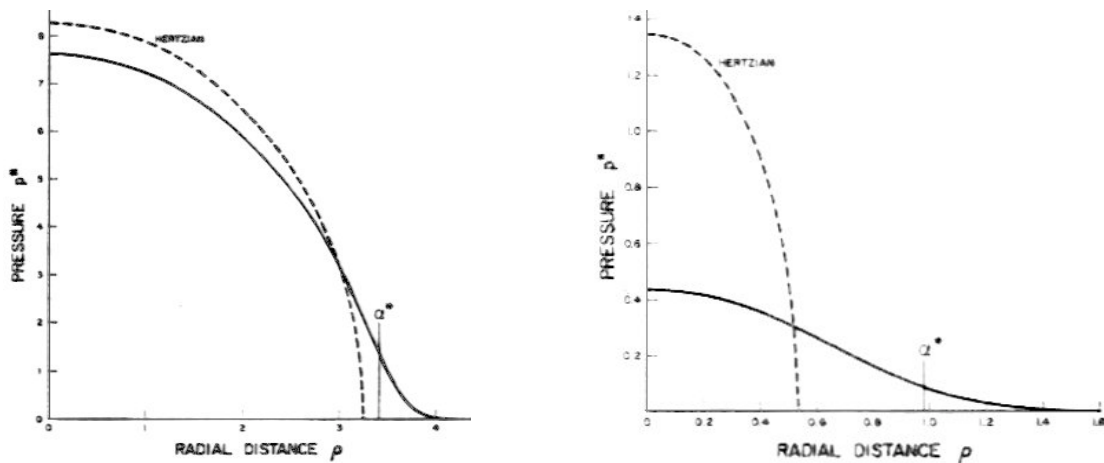
Le second paramètre, T , vaut :

$$T = \frac{8}{3\sqrt{2}} \left(\frac{SPpm \times R}{a_\infty^2} \right)^{-3/2}$$

Donc, plus T est grand plus le contact se rapproche d'un contact hertzien.



Graph. 6 : Evolution du paramètre T , défini par [Greenwood et coll., 1967], en fonction de la pression apparente de contact. Plus T est grand, plus le contact se rapproche d'un contact hertzien.



a. Contact haute pression. $T \approx 5.85 \times 10^3$. [Greenwood et coll., 1967].

b. Contact basse pression. $T \approx 0.75$. [Greenwood et coll., 1967].

Figure 4 : Comparaison avec la théorie de Hertz de contacts sous haute et basse pression. Sous haute pression, la distribution de la pression et de l'aire de contact sont très voisines de celles données par la théorie de Hertz. Sous basse pression, les rugosités écartent beaucoup le résultat du cas idéal. a^* représente le rayon de contact défini par [Greenwood et coll., 1967] pour un contact rugueux.

Le Graph. 6 montre l'évolution du paramètre T en fonction de la pression apparente de contact. Pour les charges les plus importantes, T étant de l'ordre de 10^3 , l'effet de la rugosité sur le contact peut être négligé (Graph. 7a.). En revanche, pour les faibles charges, 4,7 ou 9,4 N, les rugosités ont un impact non négligeable (Graph. 7b.). En particulier, le rayon de contact est plus grand. La charge appliquée est portée par des rugosités isolées, ce qui a pour effet de solliciter plus sévèrement les zones en contact et de déléster les autres. Les T les plus faibles correspondent aux rides les plus grandes. Ainsi, l'augmentation de la taille des rides provoque bien un accroissement des pressions de contact locales. Les relevés topographiques étant effectués au centre de la trace – où la pression est naturellement la plus grande –, c'est ici qu'elles vont disparaître les premières pour céder la place aux cratères. Par ailleurs, sur les bords de ces traces, les rides subsistent, car la pression de contact reste insuffisante.

La pression locale de contact revêtant une grande importance, il est, par conséquent, plus judicieux de faire figurer sur la carte de faciès la pression à l'endroit exact du relevé, c'est-à-dire, ici, au centre de la trace. La pression maximale est égale à une fois et demie la pression moyenne pour un contact hertzien :

$$p_o = \frac{3}{2} \left(\frac{F_N}{\pi a^2} \right)$$

Par ailleurs, la rugosité interagit avec la pression locale de contact pour favoriser le développement ou l'apparition d'un faciès d'usure. Dans la carte d'usure, l'évolution au cours des passages des faciès d'usure ne résulte donc pas seulement de ces interactions ponctuelles, mais de celles se produisant sur l'ensemble de la zone de contact. Ainsi, le nombre de passages ne représente pas, en toute rigueur, l'évolution dans le temps d'un faciès d'usure, mais l'expression dans le temps des interactions entre rugosités. Pour étudier réellement la cinétique d'évolution des faciès d'usure, il faudrait disposer d'un champ de pression homogène dans le contact – en se plaçant dans une configuration en couche très mince ou à deux dimensions – ou solliciter le matériau à une échelle locale. Dans le cas des expériences réalisées, ce sont les essais sous 57.7 N qui permettent d'évaluer le plus finement l'évolution des faciès d'usure sous charge constante.

3.4. Validations

Pour valider les résultats obtenus, des expériences complémentaires ont été réalisées d'une part sur un matériau différent du matériau 7 et d'autre part dans des conditions d'essai différentes.

3.4.1. Validation sur un autre matériau

Afin de valider l'effet de la vitesse de déformation sur un autre matériau, des expériences ont été menées sur le matériau 4 qui a une matrice différente – *SBR1721* au lieu de *SBR1500* – et un taux de charge et d'additifs différents du matériau 7. Cela se répercute sur les propriétés mécaniques par, notamment, une température de transition vitreuse de -11°C . Malheureusement, les coefficients de l'équivalence temps-température ne sont pas disponibles, ceux du matériau 7 ont été repris.

Pour ce matériau, deux faciès apparaissent : les cratères et un écaillage, de même aspect que le faciès transitoire de type 1, associé à la formation de rouleaux. Ce dernier faciès était remplacé par des rides pour le matériau 7. Ici, il semble pérenne dans le temps.

Comme précédemment, les domaines de création de faciès de type cratère et d'un autre faciès sont dissociés une fois l'équivalence temps-température appliquée.

Les matériaux 4 et 7 ont une transition de faciès, pour la même température de référence, à la même vitesse. Cela exclut donc une simple influence prédominante de l'écart de l'essai par rapport à la transition vitreuse. L'équivalence temps-température étant applicable pour les faciès d'usure, cela prouve que les phénomènes dissipatifs de type visqueux restent, malgré tout, importants dans le problème : une prise en compte, par exemple, de la valeur de la dissipation, du module ou des propriétés limites pourraient certainement permettre de mieux comprendre cette transition et la formation des faciès d'usure. La vitesse de déformation reste néanmoins un paramètre important pour la création des faciès d'usure.

3.4.2. Validation dans d'autres conditions tribologiques

Si la déformation et la vitesse de déformation sont les grandeurs intrinsèques pour la création des cratères d'usure, un changement des conditions expérimentales, ne modifiant pas ces deux grandeurs, ne devrait pas changer le faciès. C'est pourquoi, des essais complémentaires dans les conditions suivantes ont été réalisées :

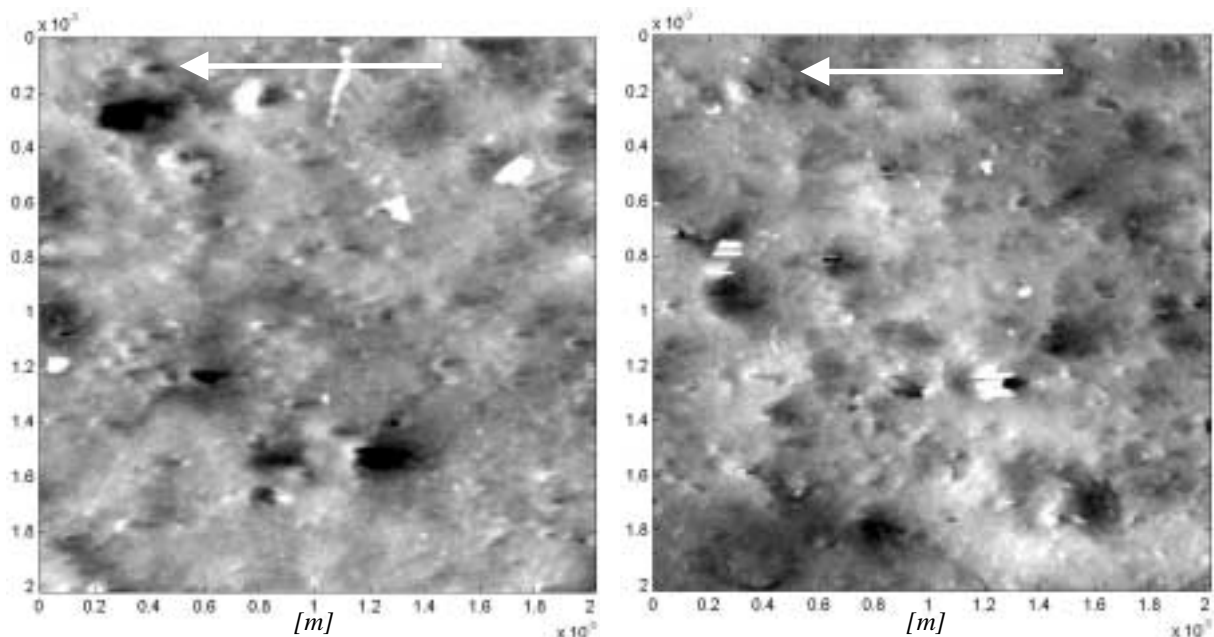
- diamètre de la bille : 12 mm ;
- épaisseur de l'éprouvette : 1 mm ;
- vitesse de glissement : 5 mm/s ;
- température : 25 °C ;
- charge normale : 13.4 N.

La déformation et la vitesse de déformation sont équivalente à un essai avec :

- diamètre de la bille : 25.7 mm ;
- épaisseur de l'éprouvette : 2 mm ;
- vitesse de glissement : 10 mm/s ;
- température : 25 °C ;
- charge normale : 57.7 N.

Ainsi, la déformation est de l'ordre 10% et la vitesse de déformation à 25°C d'environ 0.2 s⁻¹.

La Figure 5 montre les faciès d'usure obtenus. Les deux surfaces usées sont donc très ressemblantes. Par ailleurs, les forces tangentielles équivalentes en couche épaisse sont voisines (chapitre 5).



a. Diamètre de la bille : 25.7 mm, épaisseur de l'éprouvette : 2 mm, vitesse de glissement : 10 mm/s, température : 25 °C et charge normale : 57.7 N.

b. Diamètre de la bille : 12 mm, épaisseur de l'éprouvette : 1 mm, vitesse de glissement : 5 mm/s, température : 25 °C et charge normale : 13.4 N.

Figure 5 : Comparaison entre les faciès d'usure dans différentes conditions de couche mince. Les surfaces ont été obtenues avec le rugosimètre optique, la mesure est de type A. Les nuances de couleur correspondent aux altitudes. Le blanc est situé à 20 µm et le noir à -20 µm.

De plus, un essai en couche épaisse avec une bille de diamètre 25.4 N, sous 57.7 N et à 35°C donne des cratères d'usure.

En conclusion, la déformation et la vitesse de déformation sont effectivement des grandeurs physiques déterminant le type de faciès obtenu.

3.5. Bilan

Les expériences réalisées sur le matériau 7 et validées dans d'autres conditions d'essai et sur un autre matériau ont permis d'identifier que la déformation et la vitesse de déformation sont des paramètres physiques importants pour la création des faciès d'usure douce. L'effet du nombre de passages sur le faciès dans des conditions bien définies reste à préciser².

La couche mince n'est qu'un moyen pour avoir accès aux bons domaines de sollicitation à partir du dispositif expérimental utilisé.

La Figure 6 donne une représentation schématique du positionnement des cratères par rapport aux rides en fonction de la pression réelle de contact, de la vitesse de glissement à une température de référence donnée. Un manque de données ne permet pas, pour l'instant, d'essayer d'établir une corrélation entre les faciès et des grandeurs issues de caractérisations volumiques, comme le module complexe par exemple.

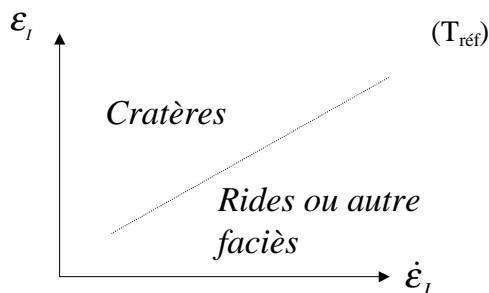


Figure 6 : Représentation schématique des domaines de création des cratères et des rides – ou d'un autre faciès – compte tenu des conditions tribologiques appliquées. Les cratères apparaissent pour les grandes déformations et les vitesse de déformations faibles à une température de référence.

Lorsque les surfaces usées présentent un seul faciès, une combinaison de paramètres topographiques dissocie et quantifie les surfaces. Cependant, les faciès d'usure sont souvent mêlés et, pour les cratères, la quantification n'est pas liée directement à sa dimension. Les paramètres morphologiques étudiés n'apportent pas une réponse très satisfaisante pour la caractérisation morphologique de la surface.

L'estimation de l'aire et de la pression réelle de contact n'est réalisée qu'indirectement *via* un indicateur. Pour obtenir un résultat plus précis, il faudrait mettre en œuvre des moyens plus performants, mais plus lourds, nécessitant la construction de modèles numériques semi-analytiques [Ju et coll., 1992, Stanley et coll., 1997] ou éléments finis [Komvopoulos et coll., 1992].

² A la place de nombre de passages, il serait probablement plus judicieux d'utiliser la longueur glissée qui est définie par le produit entre le nombre de passages et la longueur du contact. En effet, cette grandeur correspond à la distance sur laquelle un élément de matière est directement sollicité par la surface frottante.

4. Echelle microscopique

L'analyse de chaque événement à une échelle locale peut révéler des indices susceptibles d'aider à la compréhension des mécanismes responsables de l'enlèvement de matière par une meilleure connaissance des ordres de grandeur et de l'effet des conditions expérimentales. Ainsi, des mesures dimensionnelles des faciès observés ont été réalisées et sont présentées dans cette partie.

4.1. Cratères d'usure

4.1.1. Identification des grandeurs caractéristiques

Les paramètres morphologiques des cratères les plus évidents sont leur longueur, L , leur largeur, l , et leur profondeur maximale, h . Cependant, une observation plus approfondie de ces faciès – confirmée par des visualisations au MEB – montrent qu'ils sont souvent accompagnés d'un bourrelet, quasiment toujours du même côté par rapport à la direction de glissement, et que les angles situés à l'avant, α , et à l'arrière, β , du faciès semblent caractéristiques (Figure 7). La mesure de la longueur du bourrelet, L_b , a été réalisée pour tous les cratères inspectés et la hauteur maximale, h_b , ainsi que le volume, v_b , n'ont été mesurés que pour certains d'entre eux. Le volume du cratère, v , bien que calculable à partir des paramètres déjà cités plus haut, a été mesuré pour chaque cratère. Il faut souligner que les mesures de volume ne sont pas très aisées à mettre en œuvre, car les limites exactes du volume considéré ne sont pas toujours très nettes. Elles permettront, néanmoins, de vérifier la cohérence globale des grandeurs mesurées. Deux formules donnent une estimation du volume des cratères :

- si le cratère est approximé par une calotte d'ellipse :

$$v = \frac{\pi}{8} h l L, \text{ avec } \frac{\pi}{8} \approx 0.4$$

- s'il est tenu compte des angles caractéristiques, le calcul complet donne à l'ordre 1 :

$$v = \frac{2}{3} h l L, \text{ avec } \frac{2}{3} \approx 0.7$$

Les deux méthodes fournissent donc des volumes du même ordre de grandeur.

La Figure 8 illustre les différents paramètres mesurés.

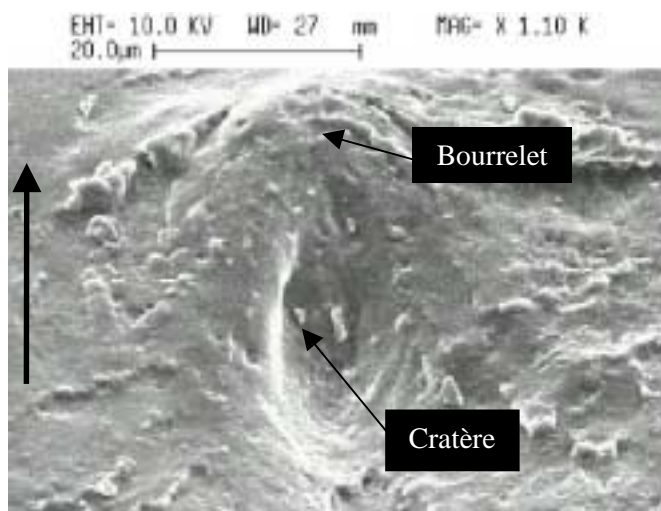


Figure 7 : Observation d'un cratère au MEB. La formation d'un cratère est accompagnée par celle d'un bourrelet. Cette image montre également que le cratère possède une forme allongée dans la direction de glissement.

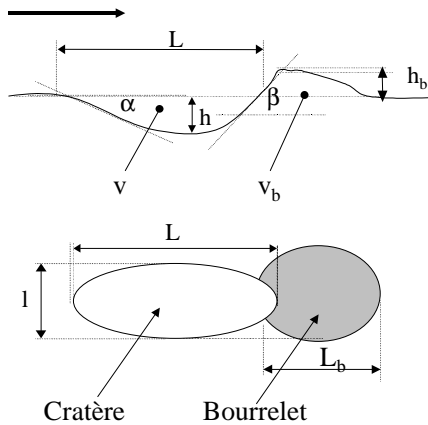


Figure 8 : Définitions des grandeurs mesurées sur les cratères d'usure. α et β sont respectivement les angles d'attaque et de fuite. L et L_b sont respectivement les longueurs du cratère et du bourrelet. h et h_b sont respectivement les hauteurs maximales du cratère et du bourrelet. v et v_b sont respectivement les volumes du cratère et du bourrelet. l est la largeur du cratère. Attention, les altitudes sont dilatées pour mieux voir les différents paramètres.

Des paramètres adimensionnés peuvent également être définis :

- l'indice de circularité : L/l ;
- l'indice de profondeur : L/h ;
- l'indice d'amplitude : h/h_b ;
- l'indice des volumes : v/v_b .

4.1.2. Conditions expérimentales

Pour disposer de données statistiques fiables et permettant de mesurer correctement les effets désirés, 730 cratères ont été mesurés individuellement.

Les cratères mesurés sont issus de deux types d'expériences. Le premier visait à établir la carte des faciès d'usure en faisant varier la charge et le nombre de passages sur les faciès d'usure, les résultats ont été présentés dans la partie 3. Le deuxième cherche à déterminer, avec précision, l'évolution d'une zone bien déterminée de l'éprouvette pour une charge donnée à différents passages. Ces expériences sont appelées : suivi de faciès. Les résultats de deux suivis de faciès sont présentés :

- le suivi 1 : la charge appliquée est de 26.4 N, la surface est mesurée tous les 60 tours environ, de 0 à 1200 passages ;
- le suivi 2 : la charge appliquée est de 57.7 N, la surface est mesurée tous les 60 tours environ, de 0 à 1200 passages.

Une étude de chaque paramètre, qu'il serait fastidieux de présenter complètement ici, a été menée. Seuls les résultats les plus intéressants sont détaillés. Ils sont représentés sous deux formes :

- des graphiques, qui montrent l'évolution d'une grandeur dimensionnelle en fonction d'un paramètre d'essai. Cette représentation est surtout intéressante pour mesurer l'effet du nombre de sollicitations sur les cratères ;
- d'histogrammes, qui indiquent la fréquence d'occurrence d'une grandeur dimensionnelle pour différentes conditions de sollicitation. Cette représentation permet une meilleure analyse statistique des paramètres mesurés. Comme le même nombre de cratères n'a pas été mesuré dans les différentes conditions d'essai, les fréquences d'occurrence sont adimensionnées par le nombre total de cratères mesurés dans une condition donnée.

4.1.3. Résultats

4.1.3.1. Ordres de grandeur

Une première observation globale des différents paramètres mesurés permet tout d'abord d'affiner les ordres de grandeur associés aux cratères d'usure (Tableau 2). Les longueurs et les largeurs des cratères ont des dimensions voisines – autour de 100 μm –, cependant l'indice de circularité, compris entre 1 et 5, indique qu'ils sont légèrement étirés dans la direction de glissement. La profondeur des cratères est, quant à elle, bien inférieure, puisqu'elle varie entre 5 et 25 μm . Il y a donc un ordre de grandeur entre la profondeur et la longueur des cratères – l'indice de profondeur, L/h , est compris entre 3 et 20 –.

Il est également intéressant de comparer cette profondeur à la hauteur du bourrelet. En effet, bien que les valeurs soient assez dispersées, l'indice d'amplitude, h/h_b , est centré autour de 0.7. Cette observation est en accord avec les mesures de volume, puisque l'indice des volumes, v/v_b , est aussi centré autour de 1. La taille du bourrelet est donc voisine de celle du cratère.

Les angles d'attaque et de fuite sont respectivement compris entre 5 et 20° (Graph. 7) pour l'un et 15 et 40° (Graph. 8) pour l'autre.

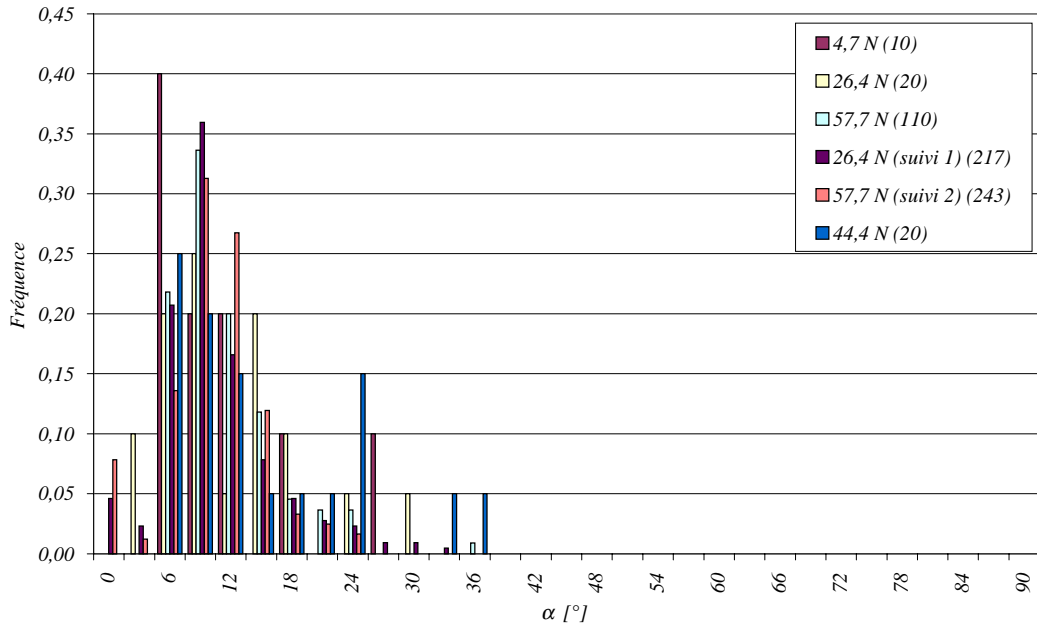
Tableau 2 : Encadrement des paramètres dimensionnels associés aux cratères d'usure.

Paramètre	Encadrement
<i>Longueur, L, [μm]</i>	<i>[30, 200]</i>
<i>Largeur, l, [μm]</i>	<i>[30, 100]</i>
<i>Profondeur du cratère, h, [μm]</i>	<i>[5, 25]</i>
<i>Hauteur du bourrelet, h_b, [μm]</i>	<i>[0, 10]</i>
<i>Angle d'attaque, α, [°]</i>	<i>[5, 20]</i>
<i>Angle de fuite, β, [°]</i>	<i>[15, 40]</i>
<i>Volume du cratère, v, [μm^3]</i>	<i>[10³, 10³]</i>
<i>Volume du bourrelet, v_b, [μm^3]</i>	<i>[10³, 10³]</i>

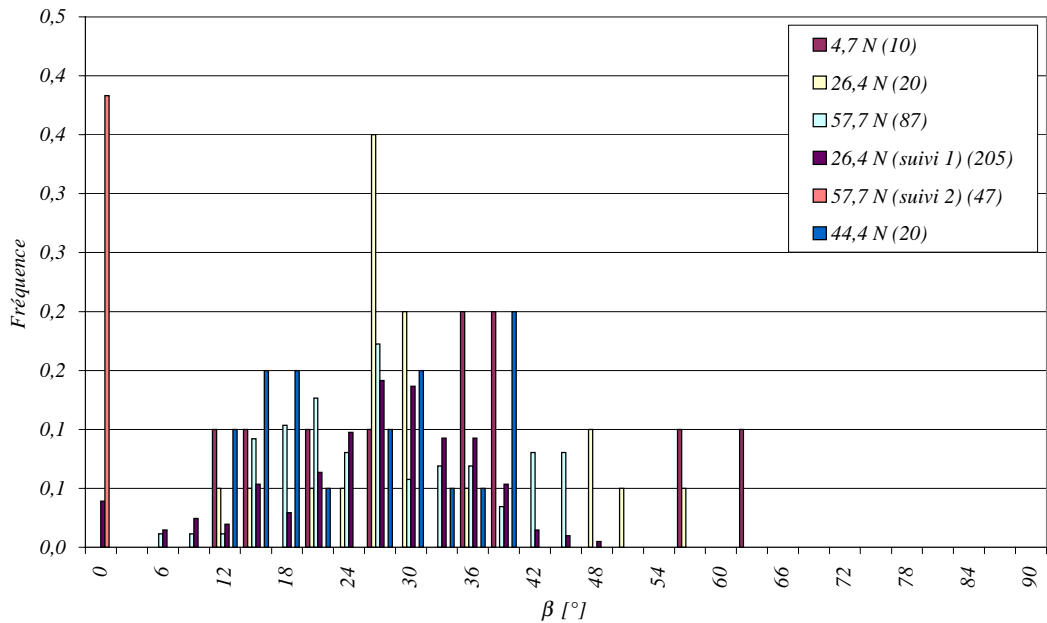
Les mesures révèlent que les cratères sont similaires entre eux, c'est-à-dire que quelle que soit la taille du cratère observé, les rapports entre les dimensions sont conservés.

Les mesures des altitudes sont les plus reproductibles, c'est pourquoi, dans la suite de cette partie, la profondeur maximale est majoritairement présentée.

Les ordres de grandeur du diamètre, de la profondeur et du volume des cratères sont confirmés par les paramètres morphologiques obtenus sur ces mêmes surfaces.



Graph. 7 : Répartition statistique de l'angle d'attaque des cratères. La fréquence d'occurrence pour chaque chargement est adimensionnée par le nombre total d'angles d'attaque mesurés dans la configuration de chargement. Ce nombre apparaît entre parenthèses dans la légende en haut à droite du graphique.



Graph. 8 : Répartition statistique de l'angle de fuite des cratères. La fréquence d'occurrence pour chaque chargement est adimensionnée par le nombre total d'angles de fuite mesurés dans la configuration de chargement. Ce nombre apparaît entre parenthèses dans la légende en haut à droite du graphique.

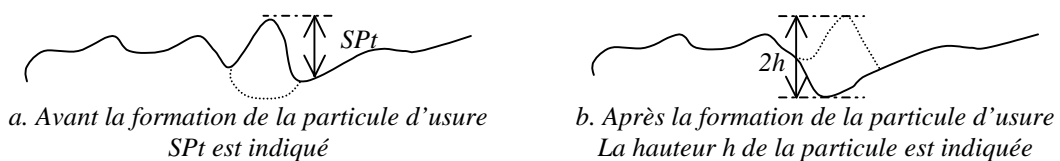
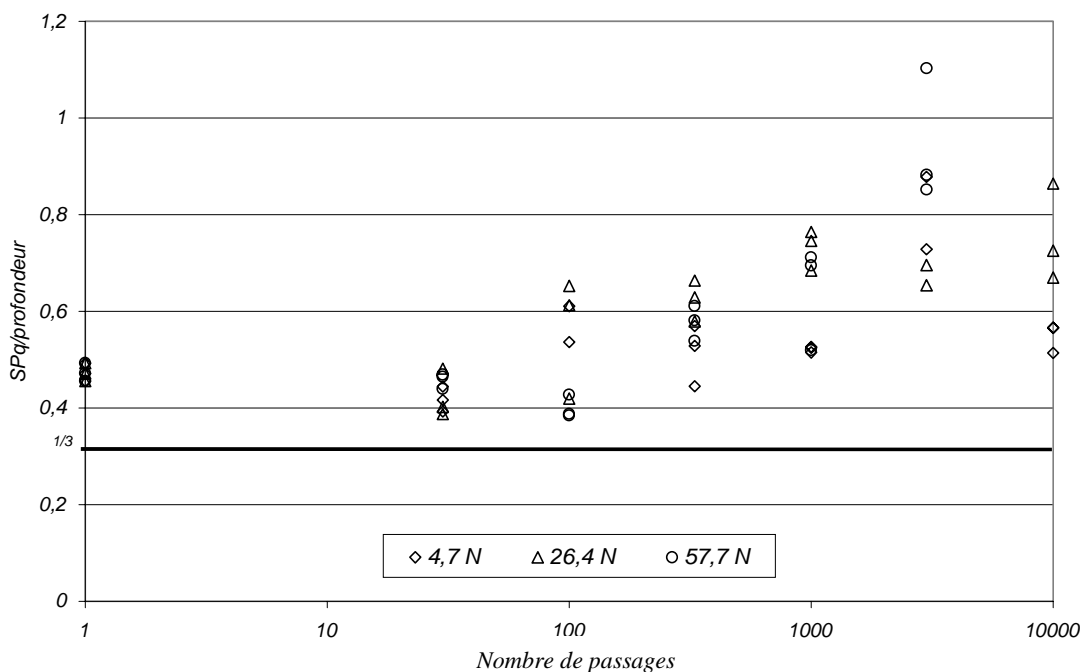


Figure 9 : Surface avant et après formation d'une particule d'usure

Par ailleurs, la notion de surface d'équilibre introduite par [Rabinowicz, 1966] [Rabinowicz, 1974] permet également d'évaluer la profondeur des trous à partir du paramètre statistique, SPq , donnant l'écart type de la distribution des hauteurs d'une surface. Pour cet auteur, la rugosité de la surface constitue une répartition de potentiels. L'enlèvement de matière se produit là où l'énergie est la plus élevée, c'est-à-dire dans les zones où se situe le point le plus haut de la surface. La hauteur de la particule enlevée est de l'ordre de la distance verticale maximale entre le pic le plus haut et la vallée la plus basse, SPt . [Moore, 1972] montre que pour les surfaces générées par glissement, la valeur du paramètre SPq est égale à $1/6$ de SPt (Figure 9) :

$$SPq = SPt/6 = 2h/6$$

Le Graph. 9 représente le rapport entre le SPq et la profondeur moyenne des trous. L'ordre de grandeur du rapport est correct puisqu'il varie entre 0.4 et 1.

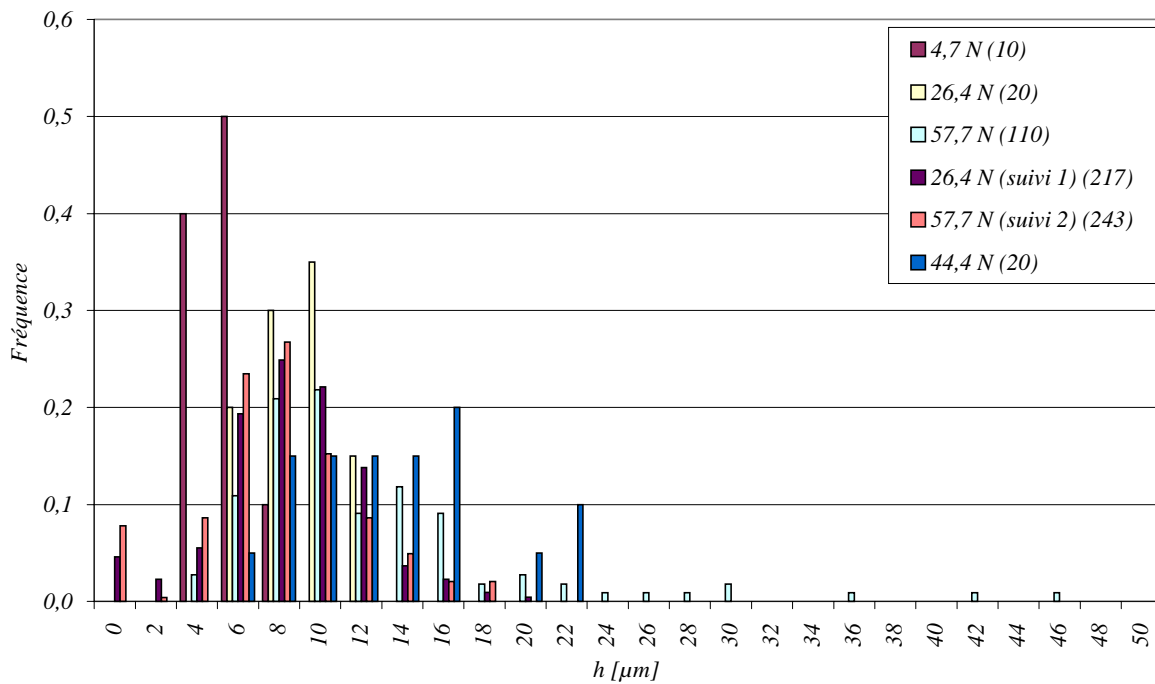


Graph. 9 : Rapport entre SPq et la profondeur moyenne des trous en fonction du nombre de passages.

4.1.3.2. Influence de la charge normale et du nombre de passages

(1) Effet de la charge normale

La charge n'a pas d'effet sur la taille des cratères. Le Graph. 10 montre, par exemple, que quelles que soient les conditions de chargement, la répartition des profondeurs maximales des cratères reste identique.



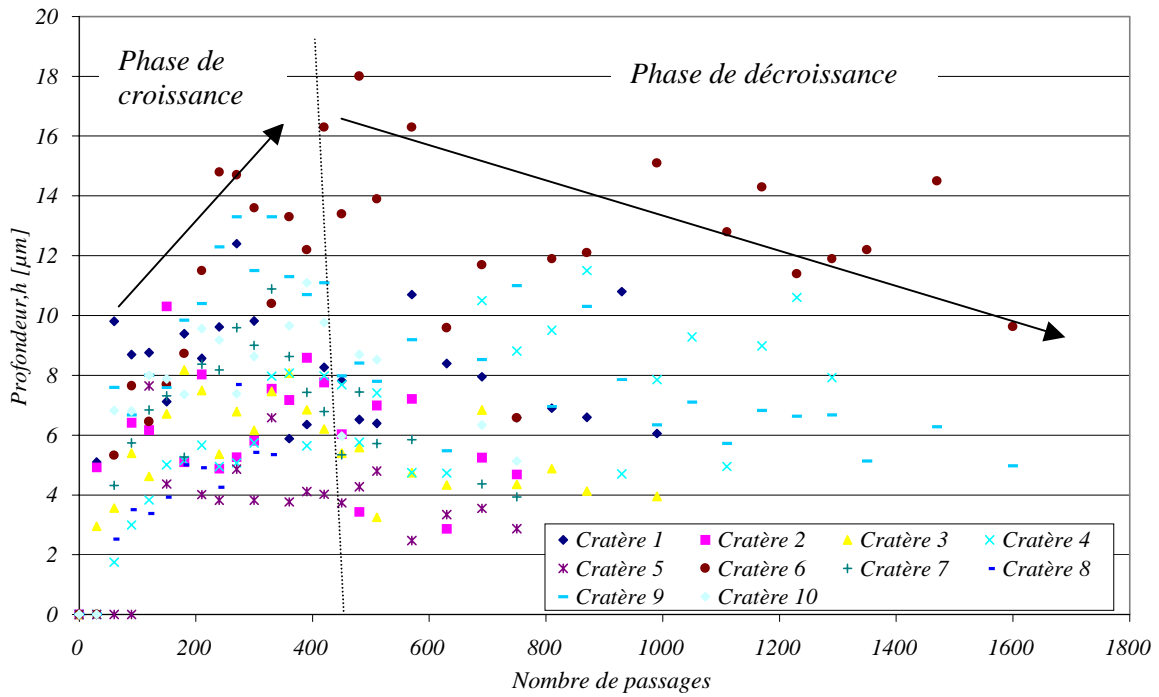
Graph. 10 : Répartition statistique de la profondeur maximale des cratères. La fréquence d'occurrence pour chaque chargement est adimensionnée par le nombre total de profondeur maximale mesurée dans cette configuration de chargement. Ce nombre apparaît entre parenthèses dans la légende en haut à droite du graphique.

(2) Effet du nombre de passages

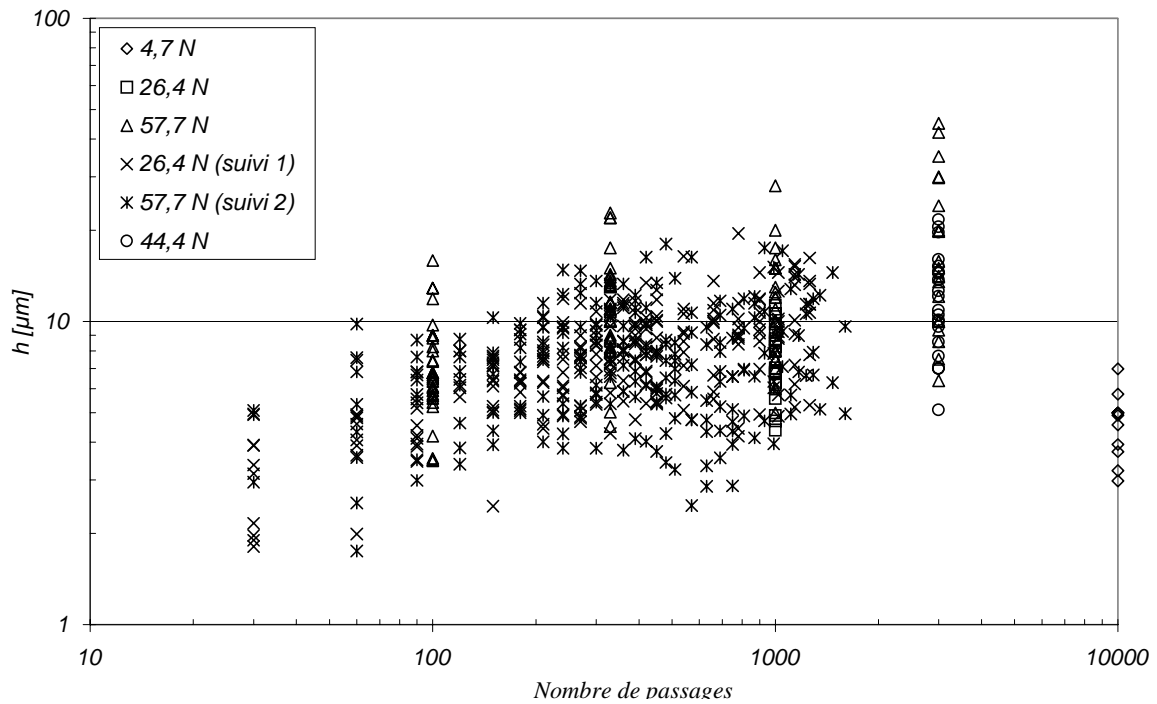
Le Graph. 11 montre l'évolution de la profondeur maximale des cratères en fonction du nombre de passages pour le suivi de faciès 2, donc pour une charge normale de 57.7 N. Il indique que la profondeur des cratères évolue avec le nombre de sollicitations. Deux phases sont identifiables : la première est une croissance, la seconde est une diminution de la profondeur des cratères. Les cratères ne sont donc pas créés en une seule fois, mais résultent d'une modification continue de la surface pendant environ 400 passages. La deuxième période de l'évolution des cratères montre qu'ils disparaissent petit à petit au cours du processus d'usure. A partir de quelques micromètres de profondeur, il n'est plus possible de dissocier les cratères de l'ondulation générale de la surface usée. Dans le cadre de cette expérience, la "durée de vie" d'un cratère est donc de l'ordre de 1500 passages.

La longueur et la largeur des cratères croissent également pendant les 400 premiers passages, puis restent constantes.

L'ensemble des cratères mesurés montre que leurs paramètres morphologiques augmentent pendant quelques centaines de passages pour ensuite se centrer autour d'une valeur moyenne, comprise autour de 10 μm pour la profondeur maximale (Graph. 12).



Graph. 11 : Evolution des profondeurs maximales de 10 cratères pour le suivi de faciès 2. Ce graphique prouve tout d'abord que les cratères subissent une évolution avec les passages. Il montre également que, pour la majorité des cratères mesurés, il existe deux phases dans leur évolution. Dans un premier temps, ils s'approfondissent – dans les 400 premiers passages de leur existence – et ensuite ils deviennent de moins en moins profonds.



Graph. 12 : Evolution des profondeurs maximales des cratères en fonction du nombre de passages pour différentes conditions de chargement et différentes expériences.

4.1.4. Bilan

Les observations minutieuses des cratères ont permis d'en affiner la connaissance et en particulier de :

- préciser et quantifier les grandeurs caractéristiques ;
- montrer que les cratères ne sont pas sensibles à la charge normale apparente appliquée ;
- étudier l'évolution des cratères en fonction du nombre de passages et d'en estimer la durée d'existence.

Une morphologie encore plus précise des cratères, qui ne peut être facilement quantifiée, a également été constatée (Figure 10). En effet, de nombreux cratères ont une forme trapézoïdale lorsqu'ils sont observés en vue de dessus. Le bourrelet situé à l'arrière du cratère est accompagné d'une dépression très peu profonde en forme de croissant.

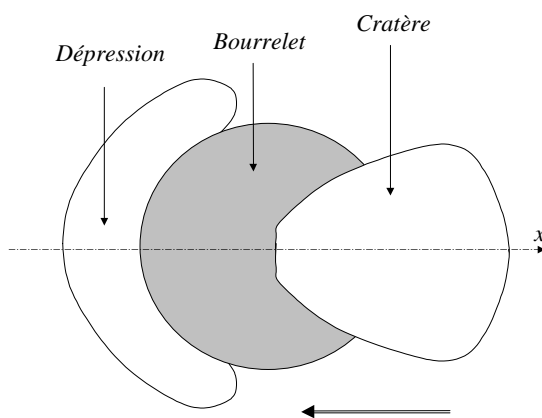


Figure 10 : Représentation schématique d'un cratère type et de son voisinage vu de dessus. Le cratère a une forme trapézoïdale. A l'arrière du cratère se situe un bourrelet dont le volume est de même ordre de grandeur que le trou. Il est accompagné d'une petite dépression en forme de croissant.

4.2. Rides d'usure

Une observation au MEB des surfaces usées montre que les cratères sont accompagnés de micro-rides d'une échelle très fine – de l'ordre $10 \mu\text{m}$ de longueur d'onde – (Figure 11). Le régime d'usure douce est donc caractérisé par la présence de cratères, mais des rides existent à une échelle inférieure.

Il semblerait donc intéressant d'étudier aussi la morphologie de ces rides. Pour des rides apparaissant à des échelles supérieures, des articles décrivent leur géométrie et leur corrélation avec le frottement et l'usure (voir chapitre 1, [Kim et coll., 1999], [Fukahori et coll., 1994], [Uchiyama et coll., 1992], [Iwai et coll., 2000] ou [Barquins et coll., 1976]).

Les expériences, déjà présentées, et des résultats de la littérature indiquent que la taille des rides augmente avec la longueur glissée et diminue lorsque la pression de contact croît. Cette observation est, en particulier, confirmée par les expériences à faibles charges pour lesquelles une transition de la ride au cratère est constatée. La ride existe donc toujours quels que soient la pression de contact et le nombre de passages. Mais lorsque sa taille est inférieure aux cratères, les moyens d'observation de la surface ne mettent en évidence que ces derniers.

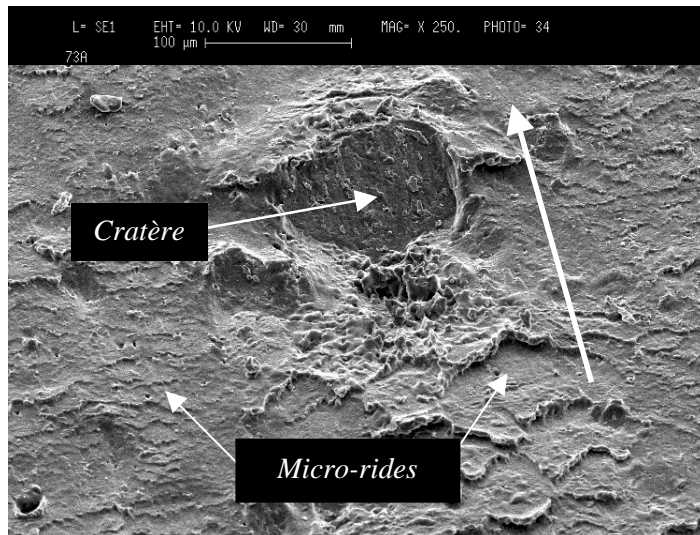


Figure 11 : Observation au MEB l'une surface usée sous 57.7 N. La surface présente des cratères, mais aussi des micro-rides.

5. Conclusion

L'analyse morphologique des surfaces usées, à différentes échelles d'observation, montre que les rides existent toujours. Le cratère, caractéristique de l'usure douce, est donc un faciès qui se superpose à la ride et devient visible lorsque celle-ci est suffisamment petite. Les rides et les cratères doivent, par conséquent, être considérés comme des faciès concurrents ayant probablement des origines physiques différentes. Si, pour les rides, il n'existe pas dans le domaine physique investigué, de seuil pour leur création, il n'en est pas de même pour les cratères. Nous avons montré qu'ils apparaissent pour des déformations supérieures à environ 10%.

Les dimensions des cratères sont très différentes de celles du système tribologique les créant – diamètre de la bille ou épaisseur d'éprouvette –. La cause de la formation de ces faciès est donc probablement à chercher dans le matériau lui-même : la dimension des cratères est imposée par le matériau, la sollicitation la révèle.

Les paramètres topographiques des surfaces apportent des réponses intéressantes, mais incomplètes pour une caractérisation objective. Aucun ne présente de lien direct avec des grandeurs physiques des rides et des cratères. L'analyse locale a affiné la forme des cratères et a mis en évidence l'existence d'un bourrelet dont le volume est voisin de celui du cratère.

Enfin, les étuvages indiquent que l'effet Mullins représente de l'ordre de 10% du volume de la trace.

BIBLIOGRAPHIE

- M. Barquins, P. Rougier et R. Courtel, "Sur les mécanismes d'usure du caoutchouc par frottement de glissement", C. R. Acad. Sc. Paris - Série B, **283**, pp 355-357, 1976.
- T. Baumberger, "Contact dynamics and friction at a solid at a solid-solid interface: material versus statistical aspects", Solid State Communications, **102**, (2-3), pp 175-185, 1997.
- Y. Fukahori et H. Yamazaki, "Mechanism of rubber abrasion. Part 2. General rule in abrasion pattern formation in rubber-like materials", Wear, **178**, pp 109-116, 1994.
- J.-M. Georges, "Frottement, usure et lubrification", Editions Eyrolles / CNRS Editions, Paris, France, 2000.
- J. A. Greenwood et J. H. Tripp, "The elastic contact of rough sphere", Journal of Applied Mechanics, **34**, (1), pp 153-159, 1967.
- J. A. Greenwood et J. B. P. Williamson, "Contact of nominally flat surfaces", Proc. R. Soc. Lond., **A295**, pp 300-318, 1966.
- I. M. Hutchings, "Tribology : Friction and wear of engineering materials", Londres, G.B., 1992.
- T. Iwai et Y. Uchiyama, "Variations of rubber friction in the course of pattern abrasions - Relationships between ridge deformations and frictional force", 2000.
- Y. Ju et L. Zheng, "A full numerical solution for the elastic contact of three-dimensional real rough surfaces", Wear, **157**, pp 151-161, 1992.
- Y. S. Kim, H. S. Byun, S. Kim et A. N. Gent, "Abrasion of selected rubber compounds with a DIN abrader", Korea Polymer Journal, **7**, (2), pp 116-123, 1999.
- K. Komvopoulos et D. H. Choi, "Elastic finite element analysis of multi-asperity contacts", Journal of Tribology, **114**, (4), pp 823-831, 1992.
- D. F. Moore, "The friction and lubrication of elastomers", Pergamon Press, Oxford, G.B., 1972.
- E. Rabinowicz, "Friction and Wear of Materials", John Wiley and Sons, New York, 1966.
- E. Rabinowicz, "Friction, Wear and Lubrication", Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, E.U., 1974.
- H. M. Stanley et T. Kato, "An FFT-based method for rough surface contact", Journal of Tribology, **119**, pp 481-485, 1997.
- Y. Uchiyama et Y. Ishino, "Pattern abrasion mechanism of rubber", Wear, **158**, pp 141-155, 1992.

Chapitre 4 : Analyse des propriétés mécaniques de surface et de leurs évolutions

1. Introduction

Les chapitres précédents ont montré que des dimensions comprises entre 10 à 100 μm correspondent à la fois à une échelle caractéristique de l'usure douce et de l'hétérogénéité structurale du matériau. Il apparaît donc intéressant d'étudier si cette dimension se manifeste également au niveau des propriétés mécaniques. Par ailleurs, la connaissance de la rhéologie de la surface et de son éventuelle évolution au cours du frottement et de l'usure revêt une grande importance pour la compréhension des phénomènes se produisant dans le contact.

Ce chapitre s'intéressera donc à l'étude des propriétés mécaniques et de leurs évolutions sur un matériau de référence – matériau 7 –. Trois niveaux d'observation sont dissociés :

- l'échelle macroscopique : elle donne accès aux propriétés volumiques et à leur évolution due au cyclage du matériau ;
- l'échelle mésoscopique : elle permet de connaître l'effet de l'usure sur les propriétés mécaniques de surface à une échelle de l'ordre de 100 μm ;
- l'échelle microscopique : elle s'intéresse plus particulièrement à la caractérisation des agglomérats et du mélange homogène.

SOMMAIRE

CHAPITRE 4 : ANALYSE DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DE SURFACE ET DE LEURS ÉVOLUTIONS	97
1. INTRODUCTION	97
2. ECHELLE MACROSCOPIQUE – ESSAIS EN CISAILLEMENT SIMPLE	99
2.1. OBJECTIF	99
2.2. CONDITIONS EXPÉRIMENTALES	99
2.3. RÉSULTATS	99
3. ECHELLE MÉSOSCOPIQUE	101
3.1. OBJECTIFS	101
3.2. CONDITIONS EXPÉRIMENTALES	101
3.3. RÉSULTATS	103
3.3.1. <i>Propriétés mécaniques de surface et topographie</i>	<i>103</i>
3.3.2. <i>Propriétés mécaniques de surface et nombre de sollicitations</i>	<i>111</i>
4. ECHELLE MICROSCOPIQUE	112
4.1. OBJECTIFS	112
4.2. CONDITIONS EXPÉRIMENTALES	112
4.3. RÉSULTATS	112
5. COMPARAISON ENTRE INDENTATION ET CARACTÉRISATIONS VOLUMIQUES	117
5.1. DÉFORMATION INDUITE PAR UN ESSAI D'INDENTATION	117
5.2. TRACTION ET INDENTATION	118
6. CONCLUSION	120
BIBLIOGRAPHIE	121

2. Echelle macroscopique – Essais en cisaillement simple

2.1. Objectif

Le passage répété d'un indenteur sur la surface peut être assimilé à un cyclage mécanique. Il faut donc s'interroger sur l'effet d'un cyclage mécanique sur les propriétés volumiques du matériau. De plus, si la fatigue a un impact sur celles-ci, il sera alors possible de dissocier l'effet du frottement de celui du cyclage sur l'évolution des propriétés mécaniques surfaciques. Ainsi, des essais de fatigue en cisaillement simple, sur le matériau 7, ont été réalisés afin de mesurer l'incidence du cyclage.

2.2. Conditions expérimentales

Les cycles sont répétés c'est-à-dire qu'au cours de la sollicitation, la charge vient tangenter la valeur nulle puis atteint la valeur maximale imposée. $0 N$ constitue un extremum du chargement. Quatre contraintes ont été imposées : $0.44 / 0.57 / 0.69 / 0.82 MPa$.

Les premiers cycles sont réalisés à une fréquence de 1 Hz, puis, à partir de 200 cycles, la fréquence de 10 Hz demandée est atteinte. Les premiers cycles de cisaillement ne sont pas fermés, il faut attendre l'accommodation du matériau pour que le régime stationnaire s'établisse. Néanmoins, il est possible d'avoir une estimation des propriétés mécaniques en considérant des demi-cycles.

Les expériences sont réalisées à une température régulée à 25°C.

2.3. Résultats

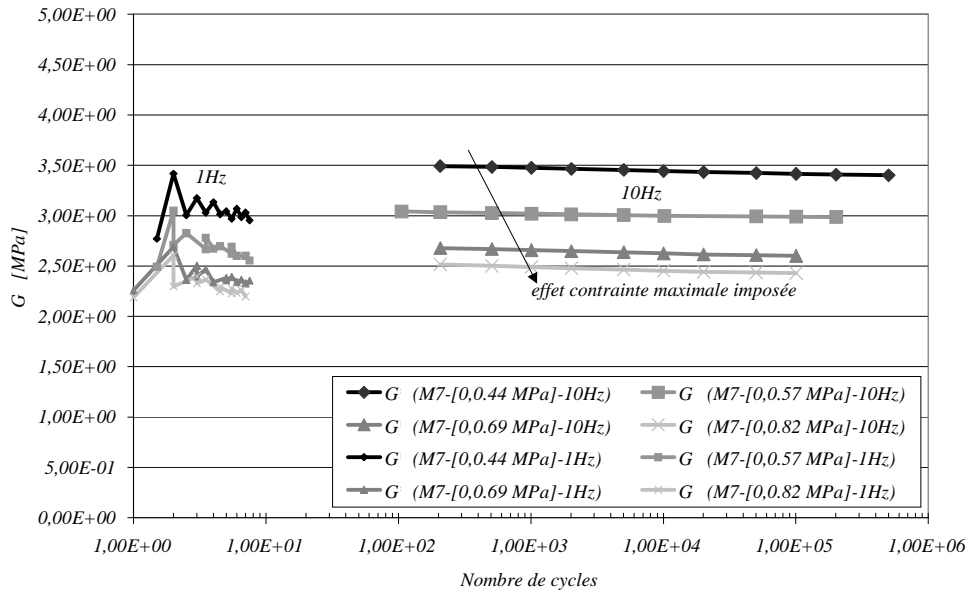
Les propriétés mécaniques diminuent dans les premiers cycles puis décroissent très faiblement par la suite (Graph. 1). La tangente de l'angle de perte, quant à elle, varie très peu (Graph. 2).

A 10 Hz, la relation liant le module de cisaillement au nombre de cycles est du type :

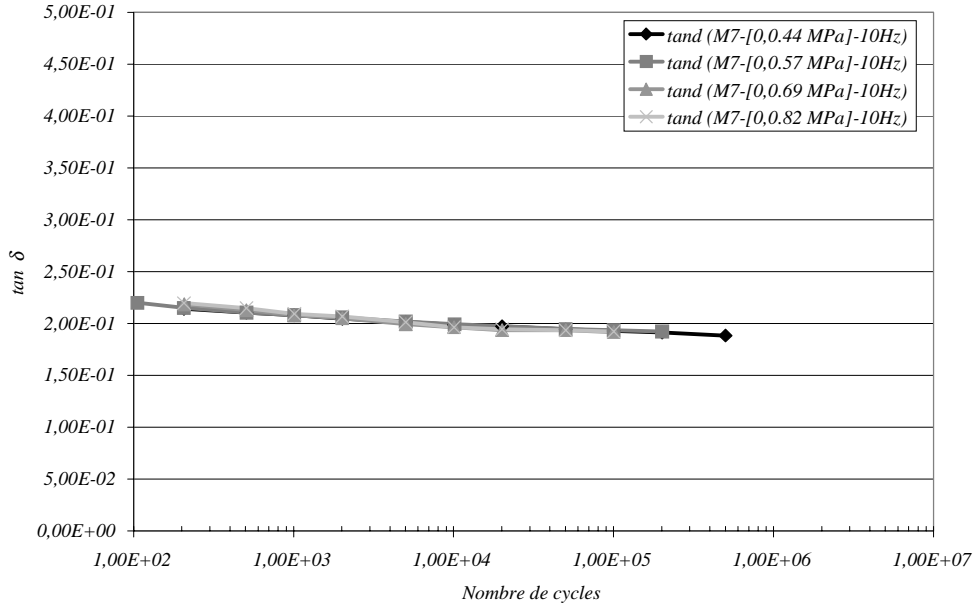
$$G = G_1 \cdot \log_{10}(\text{nbre de cycles}) + G_0, \text{ la pente est de l'ordre de } 10^{-2}.$$

Quelle que soit la charge imposée, la pente de décroissance du module de cisaillement reste identique.

Les différentes charges imposées permettent de vérifier aussi que le module de cisaillement diminue quand la contrainte augmente.



Graph. 1 : Evolution du module de cisaillement, G , en fonction du nombre de cycles de sollicitation dans le cas l'une expérience de cisaillement simple sur le matériau 7 à 25°C.



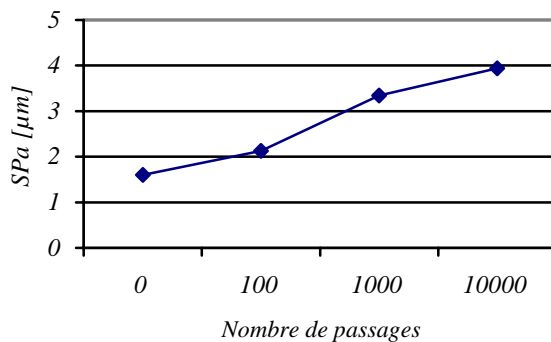
Graph. 2 : Evolution de la tangente de l'angle de perte, $\tan \delta$, en fonction du nombre de cycles de sollicitation dans le cas d'une expérience de cisaillement simple sur le matériau 7 à 25°C.

3. Echelle mésoscopique

3.1. Objectifs

Ces expériences visent à déterminer l'évolution des propriétés mécaniques de surface avec le nombre de sollicitations.

Cependant, les surfaces usées analysées sont particulièrement rugueuses comme le montre le Graph. 3. Or, le dépouillement des essais de nano-indentation suppose que la rugosité est négligeable devant la profondeur de pénétration. Ainsi, avant d'étudier l'impact de l'usure sur les propriétés mécaniques de surface, il est nécessaire d'évaluer l'influence de la rugosité sur la mesure.



Graph. 3 : Evolution de la rugosité, SPa, en fonction du nombre de passages pour le matériau 7, $F_N=32.3\text{ N}$, $e=2\text{mm}$, $v_g=10\text{mm/s}$ et température et hygrométrie ambiantes.

3.2. Conditions expérimentales

Les surfaces usées étudiées ont été obtenues grâce au tribomètre en température, en appliquant une charge de 32.3 N sur une bille en acier de diamètre 25.4 mm en contact avec un caoutchouc d'une épaisseur de 2 mm, à une vitesse de glissement de 10 mm/s. Les matériaux ont subi 0, 100, 1000 ou 10000 passages. La surface présente des faciès caractéristiques de l'usure douce par formation de cratères après 1000 et 10000 passages (Figure 2).

Les essais d'indentation sont réalisés avec un indenteur Berkovich. Le chargement est exponentiellement croissant avec le temps de 0 à 1.5 mN ($\dot{P}/P=0,1\text{ s}^{-1}$). La profondeur maximale de pénétration est de l'ordre de 10 μm – donnant un diamètre de contact voisin de 50 μm –. Chaque essai est espacé de 100 μm .

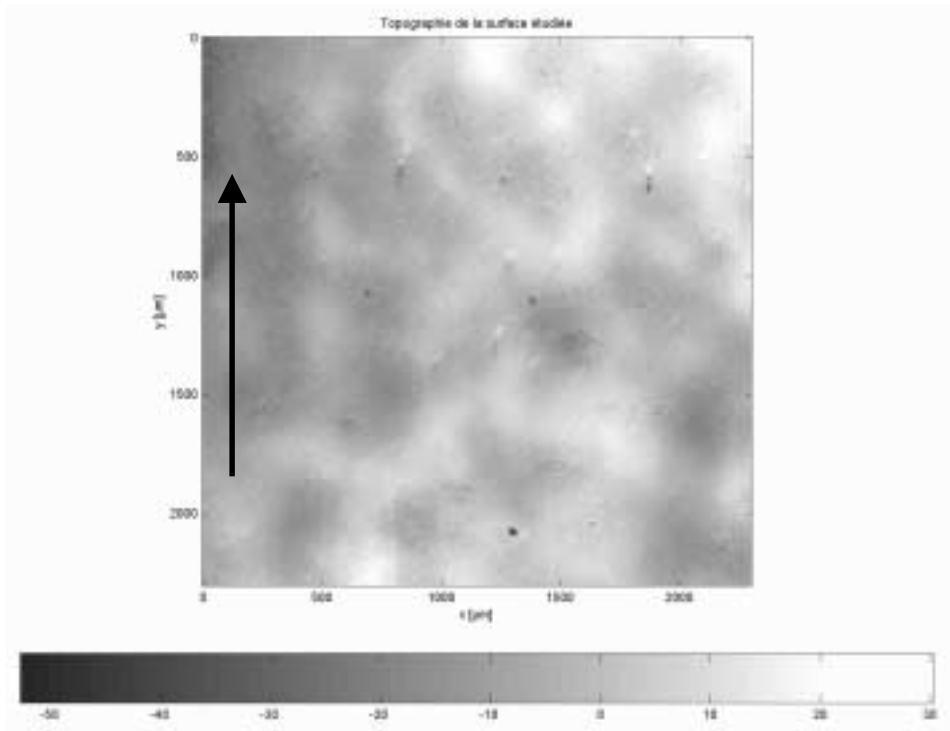


Figure 1 :
Topographie de la surface étudiée par nano-indentation (Matériau 7, 100 passages, 2mm, 32,3 N, 10 mm/s) obtenue avec un interféromètre optique. Le pas d'échantillonnage dans les directions x et y est de l'ordre de 3 μm. Le cartouche horizontal donne la correspondance entre les couleurs et les altitudes mesurées en micromètres.

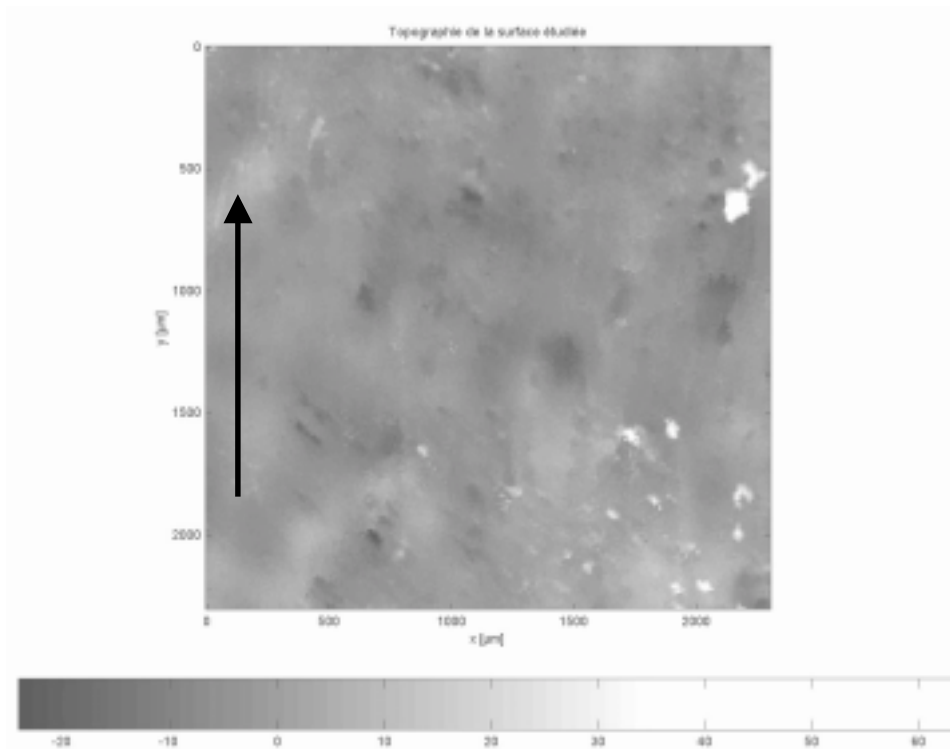


Figure 2 :
Topographie de la surface étudiée par nano-indentation (Matériau 7, 1000 passages, 2 mm, 32,3 N, 10 mm/s) obtenue avec un interféromètre optique. Le pas d'échantillonnage dans les directions x et y est de l'ordre de 3 μm. Le cartouche horizontal donne la correspondance entre les couleurs et les altitudes mesurées en micromètre. La surface présente des faciès caractéristique de l'usure par formation de cratères.

Pour évaluer l'effet de la rugosité sur la mesure des propriétés mécaniques, des essais de nano-indentation ont été réalisés sur deux surfaces usées. La première a été usée en appliquant une charge normale de 32.3 N sur une éprouvette de 2 mm d'épaisseur pendant 100 passages. La seconde a subi la même sollicitation sur 1000 passages. Sur chaque surface sont effectués 23 essais par colonne sur 23 lignes, ce qui représente un total de 529 essais – pour un temps d'expérience total de 10 jours –. Les indentations sont espacées de 100 μm dans les deux directions d'essai. Les cartographies des

propriétés mécaniques sont comparées à la topographie de la surface et aux altitudes détectées, avant essai, par le nano-indenteur. Il est inutile d'effectuer des indentations plus rapprochées puisque les propriétés mesurées représentent une moyenne sur une certaine sphère d'intégration plus grande que le volume déplacé par l'indentation. Dans le cas d'un matériau parfaitement élastique, la sphère d'intégration est le volume total du matériau. Cependant, l'influence du matériau décroît, en première approximation, de manière exponentielle avec la distance à la surface de contact. Ainsi, les propriétés mécaniques obtenues représentent effectivement celles situées dans une sphère de l'ordre de dix fois la profondeur d'indentation.

Après l'étude de la reproductibilité des mesures réalisées, un nombre d'essais limité répartis aléatoirement sur la surface permet de déterminer les propriétés mécaniques moyennes du matériau. Les valeurs obtenues à 100 et 1000 passages sont celles issues des expériences présentées précédemment, celles trouvées à 0 et 10000 passages ont été obtenues en réalisant, respectivement, 40 et 60 essais sur chaque surface.

3.3. Résultats

3.3.1. Propriétés mécaniques de surface et topographie

Les propriétés mécaniques mesurées sont représentées sous deux formes. La première indique la répartition statistique de la propriété étudiée et la seconde établit la distribution spatiale de la propriété afin de pouvoir la comparer à la topographie de surface. Pour cette dernière représentation, entre chaque point de mesure, les valeurs sont interpolées. Les relevés topographiques correspondent exactement aux zones d'essai.

Les valeurs moyennes et les écarts types du module de restitution et de la tangente de l'angle de perte figurent dans le Tableau 1.

Tableau 1 : Valeurs moyennes et écarts types, σ , du module de restitution et de la tangente de l'angle de perte pour les essais sur 100 et 1000 passages. Les résultats sont obtenus par nano-indentation. L'indenteur utilisé est de type Berkovich. La suroscillation de l'indenteur a une fréquence de 32 Hz et une amplitude de 16 nm. La vitesse de chargement est telle que $\dot{P}/P = 0,1 \text{ s}^{-1}$. La température de début d'essai est de l'ordre de 28°C pour 100 passages et 25°C pour 1000 passages.

Nombre de passages	$G' \text{ [MPa]}$		$\tan \delta$	
	G'_{moyen}	$\sigma_{G'}$	$\tan \delta_{\text{moyen}}$	$\sigma_{\tan \delta}$
100 (28°C)	7,3	2,1	0,16	0,03
1000 (25°C)	7,7	3,5	0,18	0,012

Les écarts entre les moyennes des essais sont relativement faibles : de 5% pour le module de restitution et de 13% pour le $\tan \delta$.

Cependant, les Figure 8 et Figure 11, représentant la répartition statistique des modules de restitution, montrent une grande dispersion des mesures. Celle-ci est plus importante pour le matériau le plus utilisé (1000 passages), or, celui-ci possède également la plus grande rugosité. Cette observation est due soit à l'existence d'une hétérogénéité effective de la surface corrélée avec la rugosité, soit à l'impact de la rugosité sur la détermination des propriétés mécaniques.

En effet, la rugosité peut influencer la détermination des propriétés mécaniques à plusieurs niveaux :

1. Micro-rugosité

Si l'indenteur entre en contact avec une micro-ride (Figure 3a.), la raideur mesurée correspond à celle de la ride en série avec celle du contact : si on appelle S_{app} la raideur mesurée, K_c la raideur du contact et K_r celle de la rugosité, on a la relation :

$$1/S_{app} = 1/K_c + 1/K_r$$

2. Ondulation

Si l'indenteur s'enfonce dans une zone dans laquelle la courbure n'est pas négligeable devant le rayon de contact, l'aire de contact calculée est surestimée ou sous-évaluée par rapport à l'aire réelle. Si on indente sur une bosse, $a_h < h \cdot \tan \alpha$, où α est le demi-angle au sommet du cône équivalent à l'indenteur, tandis que si on indente sur un creux $a_h > h \cdot \tan \alpha$. Comme la raideur de contact est proportionnelle au produit du rayon de contact par le module, dans le cas d'une bosse, le module sera sous-estimé et, dans le cas d'un creux, il sera surestimé.

L'effet de la rugosité s'observe aussi sur la concavité de la courbe raideur en fonction du déplacement, $S = f(h)$. Si la courbe est parfaitement plane, la surface indentée est plane et si elle est concave – respectivement convexe –, la surface indentée est en forme de bosse – respectivement creux –.

Si on fait l'hypothèse que les variations des propriétés mécaniques sont négligeables devant tous les autres paramètres, une estimation de la raideur de contact, dans le cas d'un contact entre un cône et une surface de faible courbure, peut être réalisée.

La surface de l'échantillon est supposée approchée par une expression de la forme :

$$z = A_1 x^2 + B_2 y^2,$$

$A_1 = 1/2R_2'$ et $A_2 = 1/2R_2''$, où R_2' et R_2'' sont les rayons de courbure de l'échantillon à l'origine [Johnson, 1994].

Le rayon de courbure conjugué, R^* , est alors défini par :

$$1/R^* = 1/2R_2' + 1/2R_2''$$

Désormais, le problème devient celui du contact d'un cône sur une sphère de rayon R^* .

Dans le cas d'un contact cône / sphère, sur la frontière du contact, le déplacement d'un point du cône a pour expression (Figure 6) :

$$z_1 = a_h \tan \alpha$$

Le déplacement d'un point de la surface : $z_2 = a_h^2/R^*$

Le déplacement total est donc : $h = a_h \tan \alpha + a_h^2/R^*$

D'où

$$a_h \approx h \tan \alpha - \frac{R^* \tan \alpha}{2} \left(\frac{h \tan \alpha}{R^*} \right)^2$$

Comme $S = 2.E'a_h$, on obtient : $S = 2E' \left(h \tan \alpha - \frac{R^* \tan \alpha}{2} \left(\frac{h \tan^2 \alpha}{R^*} \right)^2 \right)$,

dans le cas d'un contact cône / sphère.

L'expression de la raideur, démontrée ci-dessus, est étendue sans démonstration aux surfaces dont une bonne approximation serait de la forme :

$$z = A_1 x^m + B_2 y^m$$

$S = 2E' \left(h \tan \alpha - \frac{h^m}{\bar{R}^*} \right)$, où \bar{R}^* et m sont des constantes définissant la géométrie de la surface indentée.

Malheureusement, une correction de la raideur par la courbure de la surface indentée n'est pas possible car celle-ci nécessiterait d'être capable de connaître avec une précision, pour l'instant, non réalisable la localisation des indentations.

Les images topographiques du module de restitution possèdent les mêmes variations : les zones de haut module correspondent à celles en creux et celles de bas module aux bosses. Malheureusement, les essais ont échoué dans les zones de grande rugosité soulignant la difficulté d'indenter sur ces surfaces.

La cartographie en raideur de contact (Figure 7) indique, comme précédemment, une corrélation entre la raideur et la rugosité tout en ôtant l'effet d'une éventuelle mauvaise estimation de l'aire réelle de contact ($S = 6G'a_h$, pour $\nu = 0.5$), cette image plus contrastée suggère que, soit le rayon de contact est mal évalué sur les parties rugueuses, soit le module de restitution est hétérogène sur la surface et est corrélé au relief.

Les Figure 10 et Figure 13 représentent les répartitions statistiques de la raideur de contact moyennée entre 2 et 8 μm et à 6 μm de pénétration. L'écart type de la mesure diminue avec l'enfoncement. Avec l'enfoncement, les propriétés surfaciques mesurées tendent vers celles volumiques. On observe un resserrement du spectre des raideurs autour de la valeur vers laquelle tend la raideur. Or, au cours de l'enfoncement, la rugosité de la surface s'efface. Ainsi, l'évolution de la raideur de contact est sensible à la rugosité ou le matériau devient homogène en profondeur.

A contrario, la cartographie et la répartition statistique du $\tan \delta$ (Figure 9 et Figure 12) est homogène. Or le $\tan \delta$ est en grande partie affranchi de l'effet de la rugosité :

$$\tan \delta = C\omega / S$$

Dans cette formule, l'aire de contact n'intervient pas et $C\omega$ et S sont affectés de la même manière par la rugosité, donc leur ratio amoindrit son effet. Ainsi la mesure du $\tan \delta$ permet d'obtenir une image des propriétés mécaniques décorrélée de la rugosité. Ces fluctuations sont du bruit issu de la mesure.

En conclusion, un faisceau d'indices prouve que la variation du module de restitution mesuré sur les échantillons par nano-indentation est due à la rugosité de la surface. La formation des cratères n'est donc pas liée à une hétérogénéité des propriétés mécaniques de la surface créée par le frottement.

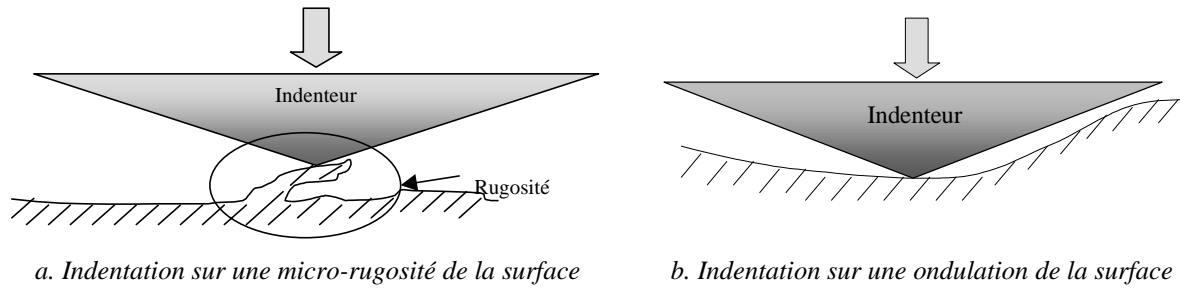


Figure 3 : Représentation schématique d'une indentation sur une surface rugueuse. La micro-rugosité et l'ondulation de la surface peuvent induire une erreur dans la détermination des propriétés mécaniques.

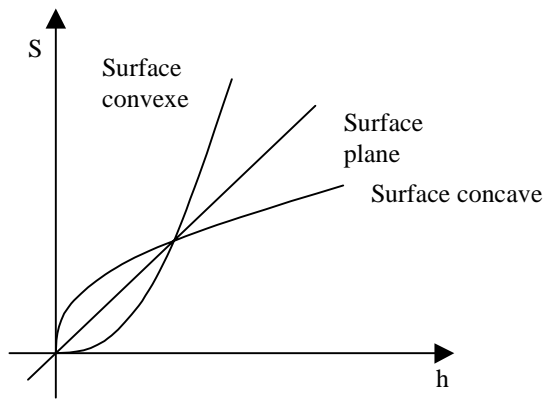


Figure 4 : Effet de la concavité de la surface sur la concavité de la mesure de la raideur de contact en fonction de l'enfoncement, h

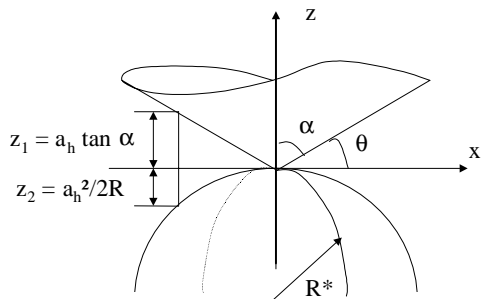


Figure 5 : Représentation non déformée d'un contact entre un cône et une sphère de rayon R^* . α est le demi angle au sommet du cône.

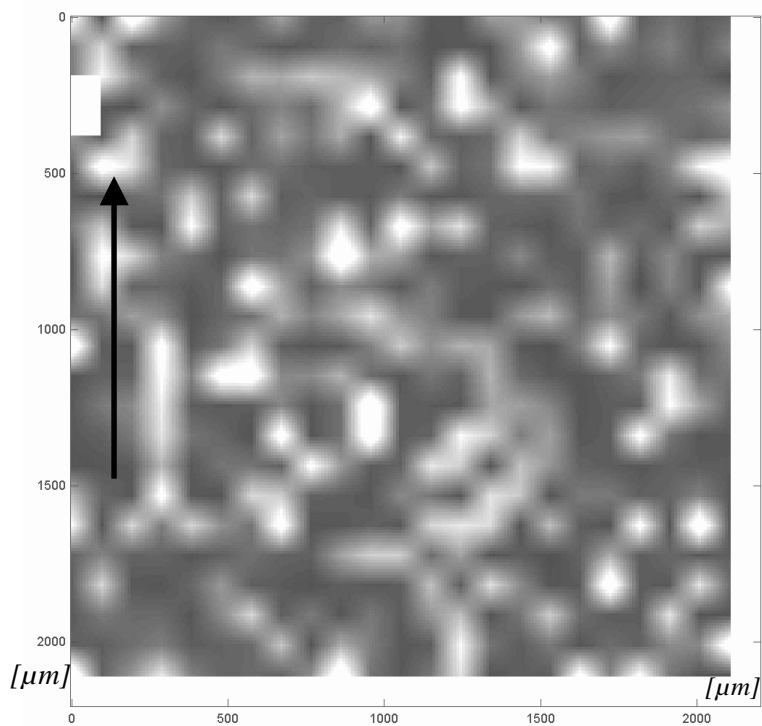


Figure 6 : Relief de l'échantillon mesuré par l'indenteur lors de la détection de la surface (Matériau 7, 100 passages, 32.3 N, 2 mm, 10 mm/s). Cette image donne les altitudes relatives des différentes indentations.

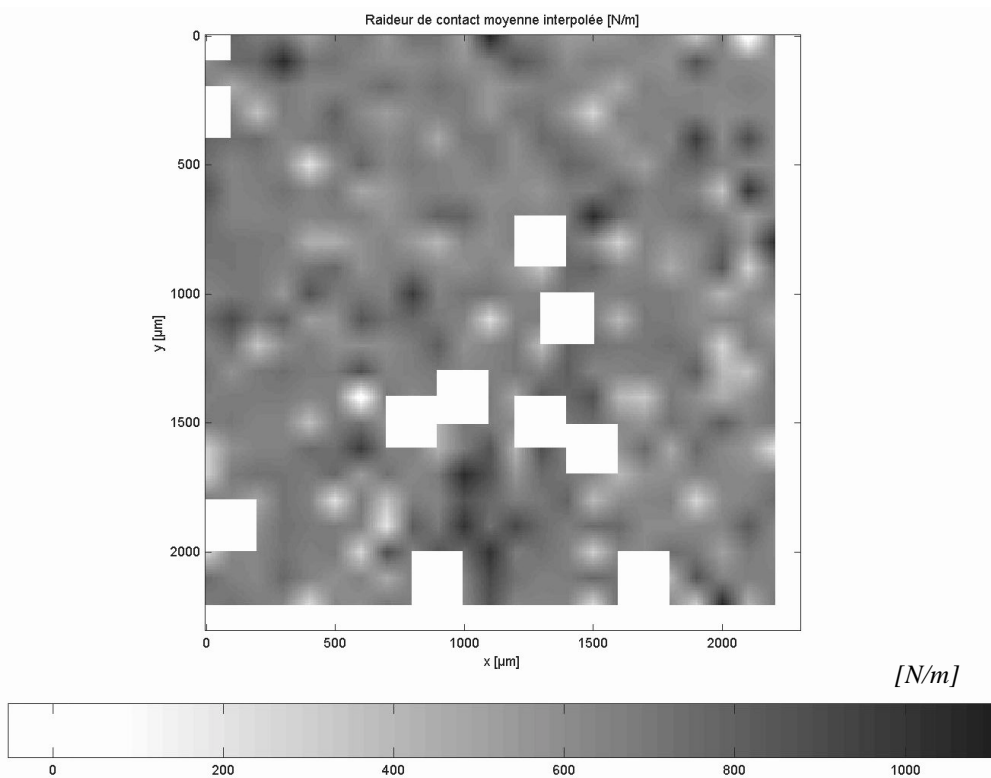


Figure 7 : Cartographie de la raideur de contact de la surface usée (Matériau 7, 100 passages, 2mm, 32,3 N, 10 mm/s)

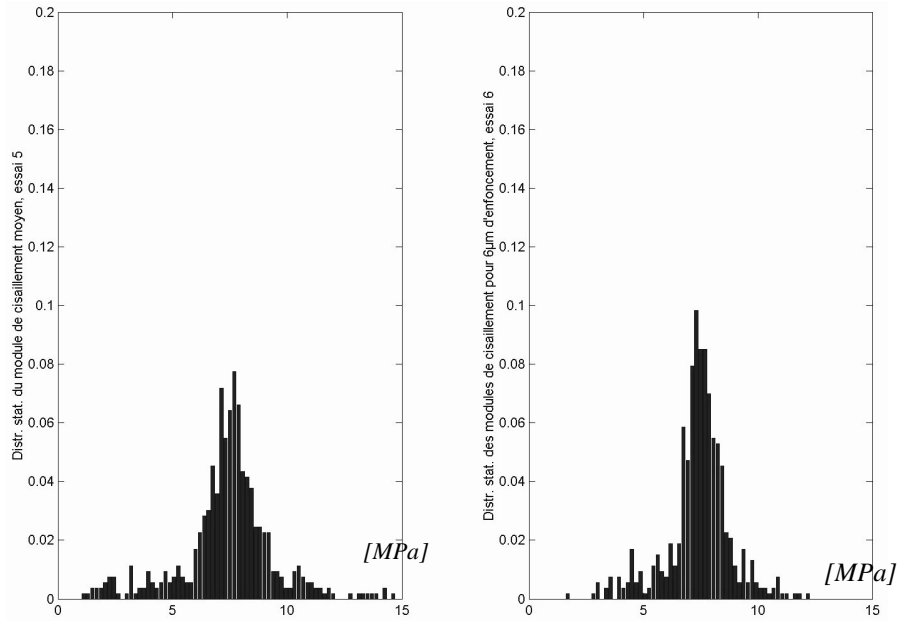


Figure 8 : Distribution statistique des modules de cisaillement. Le premier graphique donne la distribution statistique moyenne calculée entre 2 et 8 μm d'enfoncement, tandis que le deuxième donne la distribution statistique à 6 μm d'enfoncement. L'axe des ordonnées est adimensionné par le nombre total d'essais, i.e. 529. L'indenteur utilisé est de type Berkovich. La vitesse de chargement est de la forme $\dot{P}/P=0,1\text{ s}^{-1}$. La température d'essai de l'ordre de 28°C. (Matériau 7, 100 passages, 2 mm, 32,3 N, 10 mm/s).

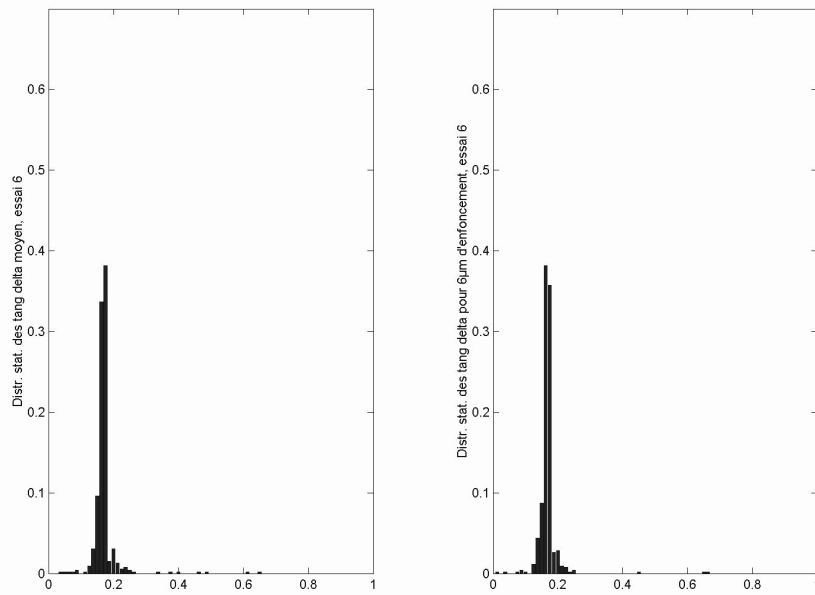


Figure 9 : Distribution statistique des tangentes de l'angle de perte. Le premier graphique donne la distribution statistique moyenne calculée entre 2 et 8 μm d'enfoncement, tandis que le deuxième donne la distribution statistique à 6 μm d'enfoncement. L'axe des ordonnées est adimensionné par le nombre total d'essais, i.e. 529. L'indenteur utilisé est de type Berkovich. La vitesse de chargement est de la forme $\dot{P}/P=0,1\text{ s}^{-1}$. La température d'essai de l'ordre de 28°C. (Matériau 7, 100 passages, épaisseur 2 mm, 32.3 N, 10 mm/s).

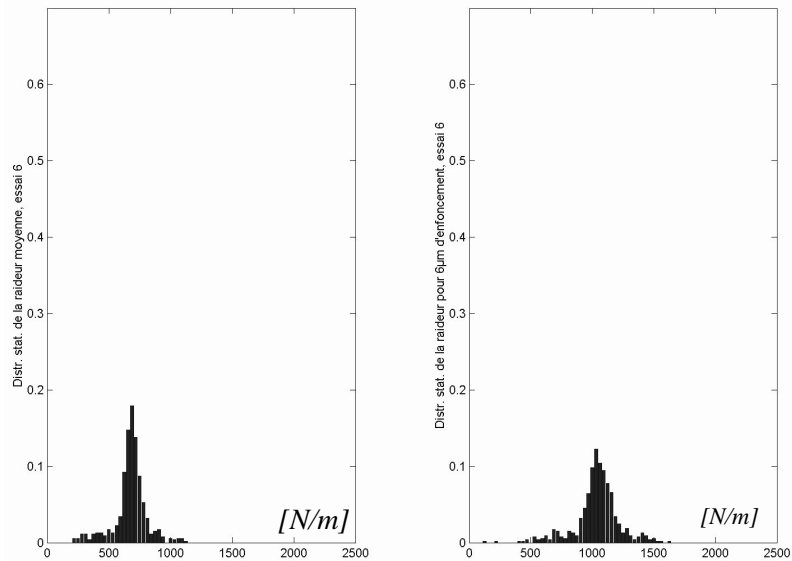


Figure 10 : Distribution statistique des raideurs de contact. Le premier graphique donne la distribution statistique moyenne calculée entre 2 et 8 μm d'enfoncement, tandis que le deuxième donne la distribution statistique à 6 μm d'enfoncement. L'axe des ordonnées est adimensionné par le nombre total d'essais, i.e. 529. L'indenteur utilisé est de type Berkovich. La vitesse de chargement est de la forme $\dot{P}/P=0,1 \text{ s}^{-1}$. La température d'essai de l'ordre de 28°C. (Matériau 7, 100 passages, 2 mm, 32.3 N, 10 mm/s).

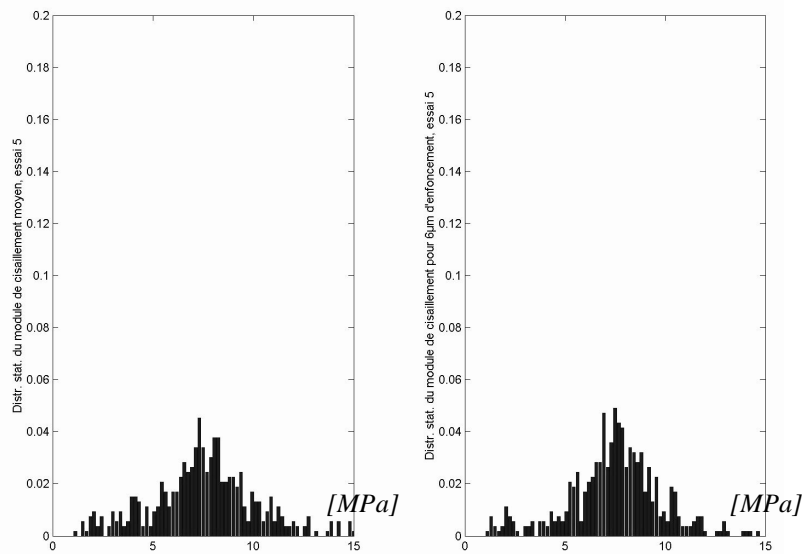


Figure 11 : Distribution statistique des modules de cisaillement. Le premier graphique donne la distribution statistique moyenne calculée entre 2 et 8 μm d'enfoncement, tandis que le deuxième donne la distribution statistique à 6 μm d'enfoncement. L'axe des ordonnées est adimensionné par le nombre total d'essais, i.e. 529. L'indenteur utilisé est de type Berkovich. La vitesse de chargement est de la forme $\dot{P}/P=0,1 \text{ s}^{-1}$. La température d'essai de l'ordre de 25°C. (Matériau 7, 1000 passages, 2 mm, 32.3 N, 10 mm/s).

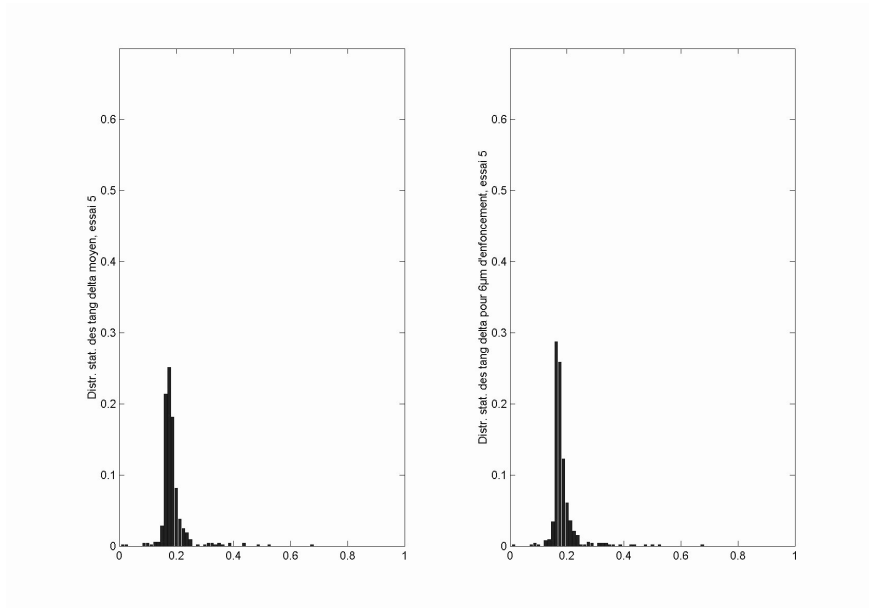


Figure 12 : Distribution statistique des tangentes de l'angle de perte. Le premier graphique donne la distribution statistique moyenne calculée entre 2 et 8 μm d'enfoncement, tandis que le deuxième donne la distribution statistique à 6 μm d'enfoncement. L'axe des ordonnées est adimensionné par le nombre total d'essais, i.e. 529. L'indenteur utilisé est de type Berkovich. La vitesse de chargement est de la forme $\dot{P}/P=0,1 \text{ s}^{-1}$. La température d'essai de l'ordre de 25°C. (Matériau 7, 1000 passages, 2 mm, 32.3 N, 10 mm/s).

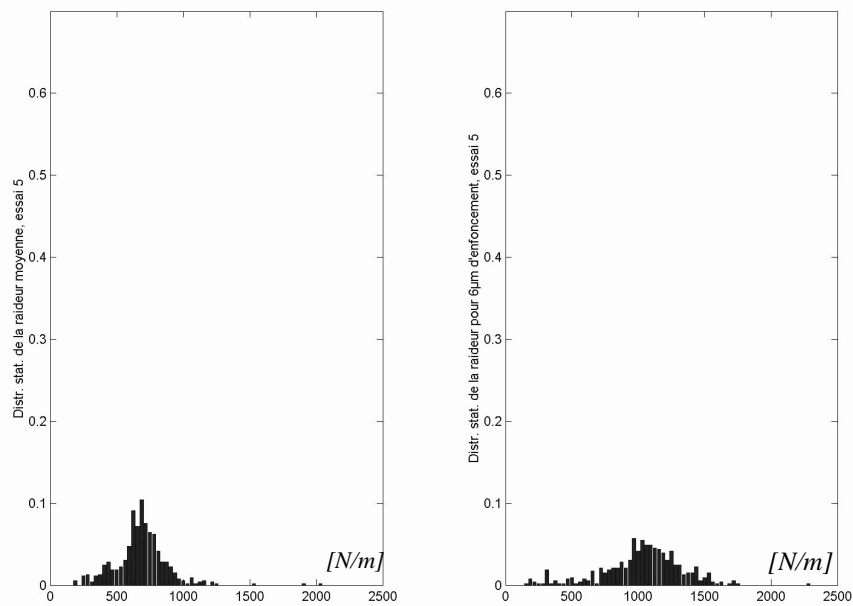


Figure 13 : Distribution statistique des raideurs de contact. Le premier graphique donne la distribution statistique moyenne calculée entre 2 et 8 μm d'enfoncement, tandis que le deuxième donne la distribution statistique à 6 μm d'enfoncement. L'axe des ordonnées est adimensionné par le nombre total d'essais, i.e. 529. L'indenteur utilisé est de type Berkovich. La vitesse de chargement est de la forme $\dot{P}/P=0,1 \text{ s}^{-1}$. La température d'essai de l'ordre de 25°C. (Matériau 7, 1000 passages, 2 mm, 32.3 N, 10 mm/s).

3.3.2. Propriétés mécaniques de surface et nombre de sollicitations

La Figure 15 montre l'évolution du module de restitution et du $\tan \delta$ mesurés par nano-indentation en fonction du nombre de passages. Comme présenté dans le paragraphe ci-dessus, on observe une grande dispersion des mesures du module de restitution quel que soit le nombre de passages subi par l'échantillon et une faible dispersion pour le $\tan \delta$: ce résultat est dû à la rugosité de surface. Les valeurs moyennes sont calculées à partir d'au minimum 40 essais. En appliquant les résultats des probabilités, on constate que les essais permettent d'avoir un niveau de confiance, sur les moyennes calculées, quasiment équivalent à un nombre d'essais infini.

Ainsi, on peut déduire de la Figure 15 que le module de restitution diminue faiblement (10%) entre 0 et 100 passages pour finalement se stabiliser aux alentours de 7.7 MPa. Cette diminution est due à l'accommodation du matériau – effet Mullins –.

La Figure 15 montre, par ailleurs, qu'il est possible de tracer, à partir de la valeur de la tangente de l'angle de perte, une droite parallèle à l'axe des abscisses représentant le nombre de passages. La tangente de l'angle de perte conserve donc une valeur constante quel que soit le nombre de sollicitations.

L'usure ne s'accompagne donc pas d'une chute catastrophique des propriétés mécaniques. Celles issues de caractérisations volumiques peuvent donc être utilisées.

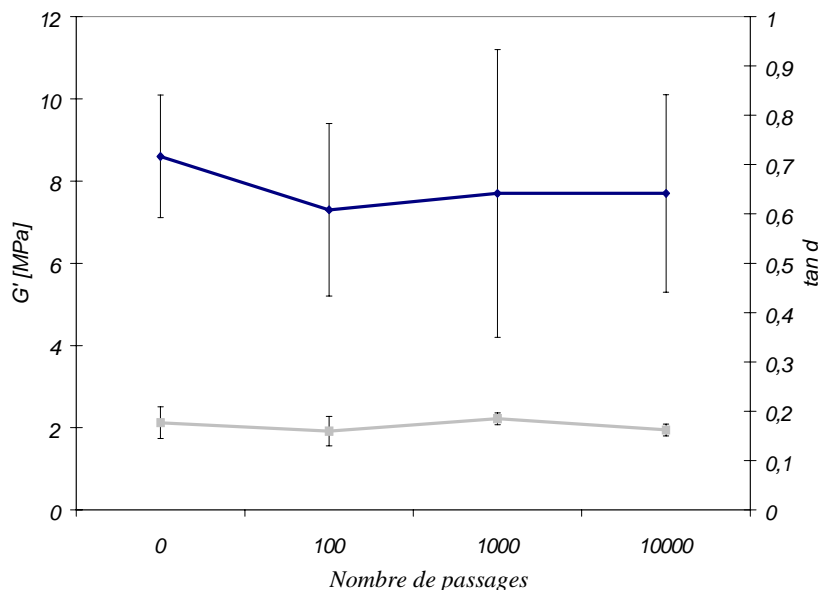


Figure 14 : Evolution des propriétés mécaniques - module de restitution (en haut) et $\tan \delta$ (en bas) - avec le nombre de passages, à 32 Hz et 0.1% de déformation pour le matériau 7. L'indenteur utilisé est de type Berkovich. La vitesse de chargement est de la forme $\dot{P}/P = 0,1 s^{-1}$. La température des essais est comprise entre 25 et 28°C.

Les résultats concernant la force critique de décollement sont difficiles à interpréter. Leur grande dispersion ne correspond pas directement à celle observée spatialement. De plus, ces mesures sont très sensibles à la rugosité qui n'est pas maîtrisée dans nos expériences. L'énergie d'adhérence associée est comprise entre 1 et 10 J/m², ce qui correspond à des valeurs trop grandes pour des liaisons de type Van der Waals.

4. Echelle microscopique

4.1. Objectifs

Les observations au microscope optique ou au microscope électronique à balayage montrent qu'il existe, dans le mélange, des agglomérats qui peuvent atteindre des diamètres de l'ordre de la centaine de micromètres. La rugosité des surfaces usées n'a pas permis d'identifier les propriétés des agglomérats dans le paragraphe précédent. La rugosité cache les agglomérats.

4.2. Conditions expérimentales

Les surfaces testées ont été obtenues en réalisant des coupes très soignées du polymère. Les agglomérats apparaissent alors en relief sur une surface plane de faible rugosité.

Des essais de nano-indentation ont été réalisés séparément sur les agglomérats et le mélange homogène à l'aide d'un indenteur Berkovich et TCC. Ces deux indenteurs se différencient par la déformation imposée par leur géométrie : l'indenteur Berkovich impose une déformation moyenne de 7% [Odoni, 1998] ou 2% [Bucaille, 2001] sur la limite élasto-plastique et celle de l'indenteur TCC est de 14% [Odoni, 1998] ou 10% [Bucaille, 2001] sur cette même limite.

Sur les agglomérats et le mélange homogène, 40 essais ont été réalisés avec les indenteurs Berkovich et TCC. Pour compléter les mesures, 40 essais ont été effectués au hasard sur la surface avec ces deux types d'indenteur. Les conditions de chargement et de déchargement sont identiques à celles déjà présentées dans la partie précédente.

4.3. Résultats

Les images de la Figure 15 montre de manière qualitative les différences de propriétés mécaniques entre l'agglomérat et le mélange homogène. Pour les essais réalisés sur ce dernier, aucune trace d'indentation n'est observée quel que soit l'indenteur utilisé. Sur les agglomérats testés par l'indenteur Berkovich, il y n'a pas de trace, tandis que l'indenteur TCC laisse systématiquement une trace d'indentation. L'agglomérat plastifie donc plus tôt que le mélange homogène. De plus, un encadrement du seuil de plasticité de l'agglomérat est obtenu : il est compris entre 7 et 14% [Odoni, 1998] ou entre 2 et 10% [Bucaille, 2001].

Sur le Graph. 4 figurent les modules de cisaillement réels mesurés dans les différentes configurations. Les modules du mélange homogène testé à l'aide de l'indenteur Berkovich ou TCC donnent des résultats peu dispersés autour de leur valeur moyenne :

- 6.9 MPa \pm 1.7 MPa pour l'indenteur TCC ;
- 7.9 MPa \pm 1.2 MPa pour l'indenteur Berkovich.

Ces valeurs sont bien sûr cohérentes avec celles données dans la partie précédente.

La valeur, légèrement inférieure donnée par l'indenteur TCC par rapport à l'indenteur Berkovich, peut s'expliquer par le niveau de déformation supérieur imposé par l'indenteur TCC.



a. Mélange homogène testé par un indenteur Berkovich



b. Agglomérat testé par un indenteur Berkovich



c. Mélange homogène testé par un indenteur TCC



d. Agglomérat testé par un indenteur TCC

Figure 15 : Photographie de mélanges homogènes et d'agglomérats testés par un indenteur Berkovich ou TCC. Les mélanges ne présentent pas de déformation résiduelle consécutive à l'essai. Sur l'agglomérat testé avec l'indenteur TCC figure une partie de l'empreinte d'indentation, tandis que sur l'agglomérat testé avec l'indenteur Berkovich aucune déformation n'est visible. Les échelles des quatre images sont les mêmes : la largeur représente 117 μm et la hauteur 92.5 μm .

Par ailleurs, les essais effectués sur les agglomérats donnent des valeurs dispersées. Le module d'Young réduit décroît lorsque la profondeur de pénétration augmente sans jamais se stabiliser. En effet, les propriétés mécaniques du mélange influent sur la détermination de celle de l'agglomérat. Le prolongement de la courbe vers le point de "zéro enfoncement" ne permet pas d'obtenir une valeur très précise du module – l'ordre de grandeur est de la centaine de méga Pascal –. Néanmoins, si l'agglomérat est considéré comme parfaitement élastique, la pénétration dans le matériau pas trop importante et les propriétés de l'agglomérat bien supérieures à celles du mélange homogène, les propriétés mécaniques du mélange peuvent être déconvoluées de celle de l'agglomérat par un modèle rhéologique simple. Ce modèle considère un ensemble de deux ressorts en série de raideur S_1 et S_2 associés respectivement au contact entre l'indenteur et l'agglomérat et au mélange homogène (Figure 16) :

$$S_1 = 2 \frac{E'_{aggl}}{1 - \nu_{aggl}^2} a,$$

où :

- E'_{aggl} est le module d'Young de l'agglomérat ;

$$S_2 = 2 \frac{E'_{mélange}}{1 - \nu_{mélange}^2} \bar{r},$$

où :

- $E'_{mélange}$ est le module d'Young du mélange homogène ;

- ν_{aggl} est le facteur de Poisson de l'agglomérat ;
- a est le rayon de contact entre l'indenteur et l'agglomérat.
- $\nu_{mélange}$ est le facteur de Poisson du mélange homogène ;
- \bar{r} est le rayon moyen de l'agglomérat, il est mesuré grâce à l'observation optique.

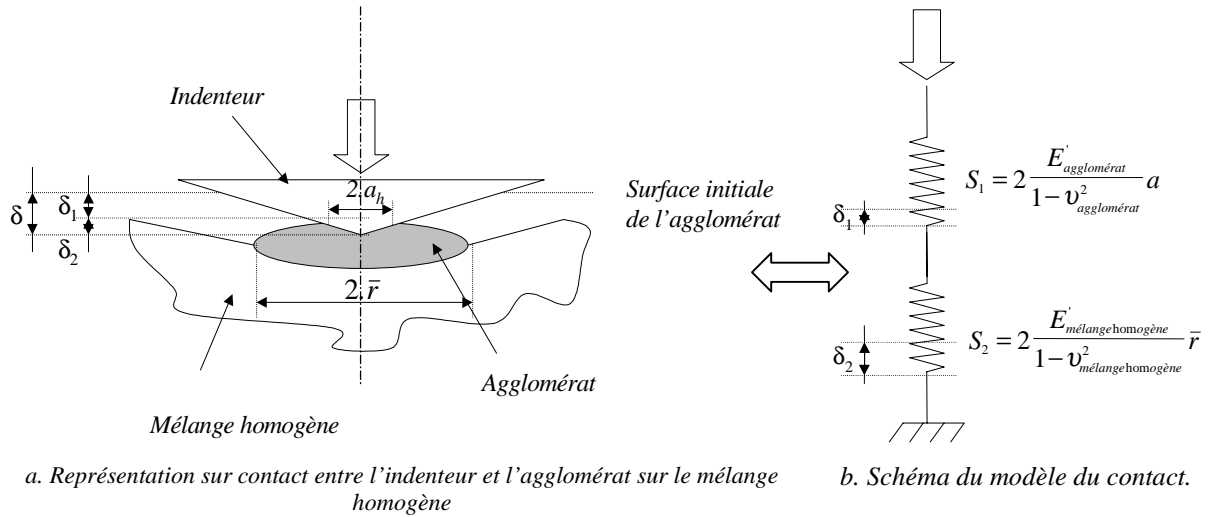


Figure 16 : Représentation du contact et de son modèle associé pour un essai d'indentation sur un agglomérat à la surface du mélange homogène. Le modèle est un modèle rhéologique constitué de deux ressorts en série de raideur S_1 et S_2 . Il considère que les solides en présence ont un comportement parfaitement élastique.

La raideur de l'ensemble est :

$$\frac{1}{S_{mesuré}} = \frac{1}{S_1} + \frac{1}{S_2},$$

$S_{mesuré}$ est la raideur de l'ensemble mesurée par le nano-indenteur.

Le déplacement de l'ensemble est la somme des déplacements au niveau de chaque contact (Figure 16) :

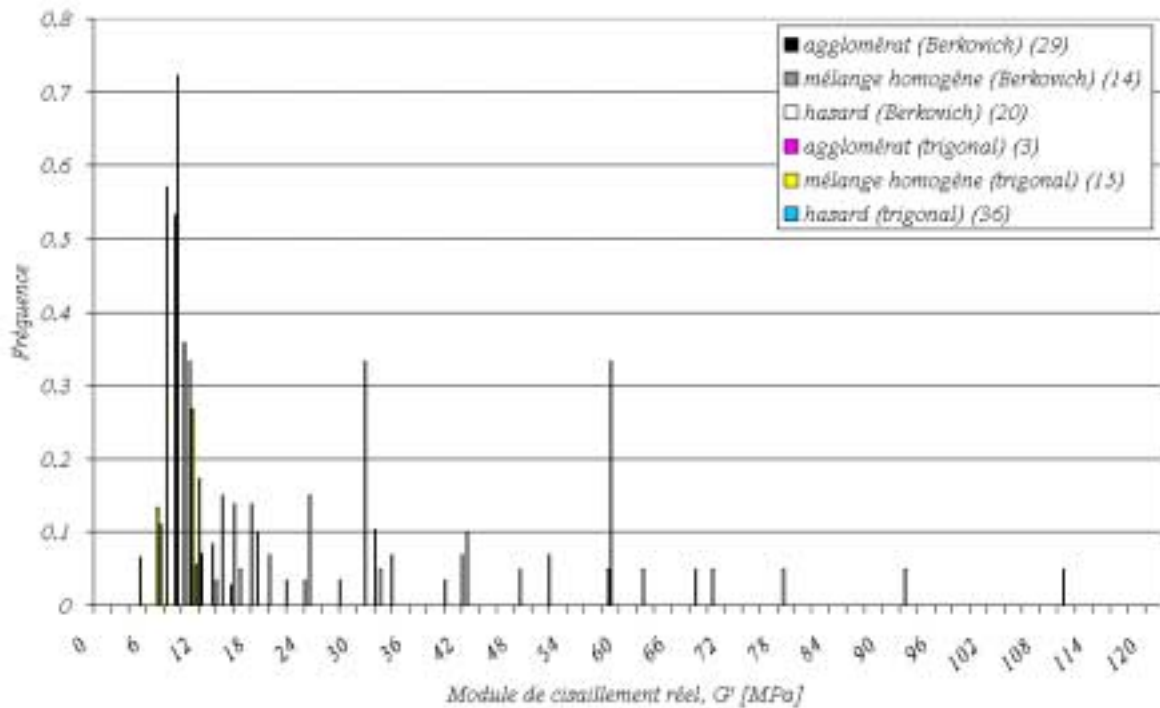
$$\delta_{mesuré} = \delta_1 + \delta_2,$$

où :

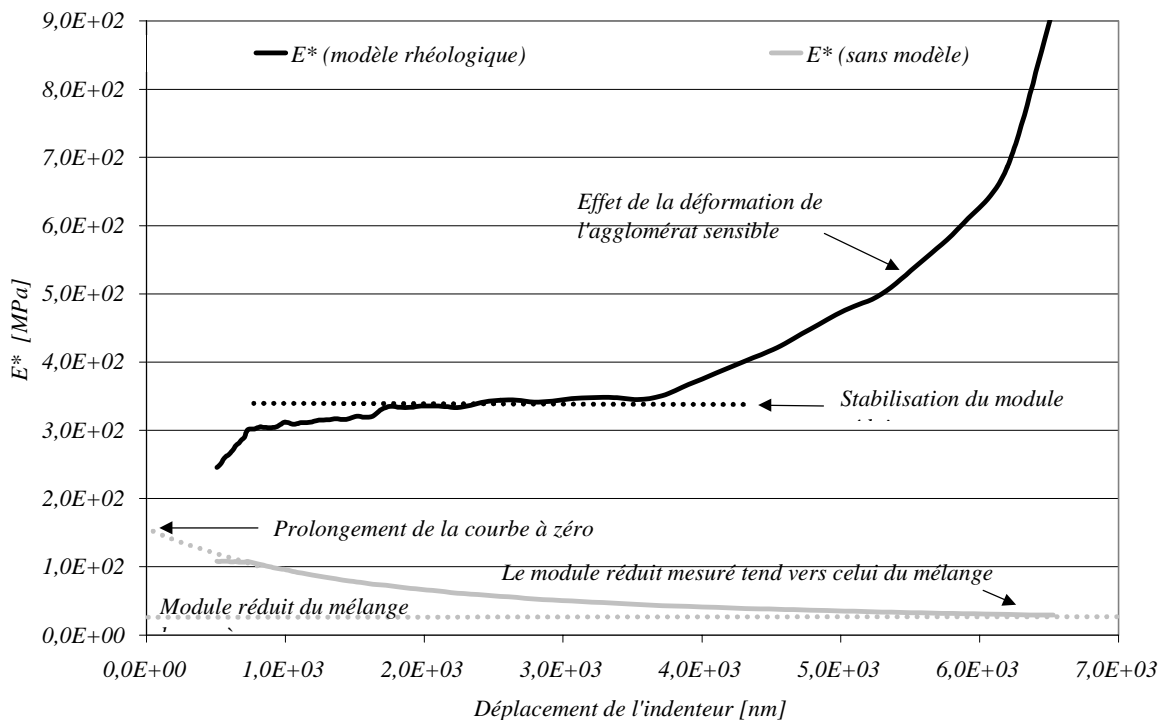
- $\delta_{mesuré}$ est le déplacement, mesuré par le nano-indenteur ;
- δ_1 est l'enfoncement de l'indenteur dans l'agglomérat : $\delta_1 = F_N / S_1$;
- δ_2 est l'enfoncement de l'agglomérat dans le mélange homogène : $\delta_2 = F_N / S_2$;
- F_N est la charge exercée par le nano-indenteur.

Donc, connaissant le module d'Young du mélange homogène, le module de l'agglomérat peut être déterminé :

$$\frac{E'_{aggl}}{1 - \nu_{aggl}^2} = \frac{1}{2 \tan \alpha} \frac{S}{(1 - S/S_2) (\delta - F_N/S_2)}$$



Graph. 4 : Fréquence d'occurrence du module de cisaillement réel en fonction du module de cisaillement réel pour les essais d'indentation avec indenteur Berkovich et TCC sur le mélange homogène, les agglomérats et au hasard sur la surface du matériau 7. Les fréquences sont adimensionnées par le nombre d'essais – il figure entre parenthèses dans la légende – réalisés dans la configuration donnée. Il s'agit d'un module moyen calculé entre $1 \mu\text{m}$ et d'enfoncement maximal – inférieur à $10 \mu\text{m}$ –.



Graph. 5 : Comparaison du module de réduit obtenu par un dépouillement classique et par l'utilisation du modèle rhéologique présenté. Dans le premier cas, il n'y a pas stabilisation du module avec le déplacement de l'indenteur, tandis que, dans le second, un pallier est observé pendant quelques microns. L'essai sur l'agglomérat traité correspond à celui de la Figure 15d., le rayon moyen est de $25 \mu\text{m}$.

Sans déconvoluer les propriétés mécaniques, celles mesurées sur l'agglomérat ne se stabilisent jamais. La valeur moyenne du module de d'Young réduit – calculé de 1 µm d'enfoncement à l'enfoncement maximal – est alors de l'ordre de 70 MPa ± 30MPa avec un indenteur Berkovich. En déconvoluant les propriétés mécaniques, le module réduit se stabilise sur quelques microns avant de croître car la déformation de l'agglomérat ne peut plus être négligée¹. En effet, l'essai sollicite un volume dont le rayon est de l'ordre 10 fois l'enfoncement. La valeur moyenne obtenue sur le plateau est de l'ordre de 300 MPa.

Les mesures de dureté dépouillées avec la méthode classique donnent les résultats suivants :

- pour l'indenteur Berkovich : 0.69 MPa ± 0.14 MPa sur le mélange homogène et 3.0 MPa ± 1.8 MPa sur l'agglomérat ;
- pour l'indenteur TCC : 1.61 MPa ± 0.39 MPa sur le mélange homogène et 8.22 MPa ± 7.03 MPa sur l'agglomérat.

Pour les agglomérats, les résultats sont très dispersés et la courbe donnant la dureté en fonction de l'enfoncement décroît en fonction de l'enfoncement de manière analogue à ce qui est observé sur le module élastique. Le mélange élastique a une influence sur la détermination de la dureté de l'agglomérat. Une estimation plus précise peut tout de même être réalisée :

$$H = F_N/A \text{ et } A \propto l/E^* \text{ pour un indenteur conique}$$

$$\text{donc } H \propto F_N \cdot E^*$$

$$\text{d'où : } H_{\text{aggl}}/H_{\text{mélange}} \propto E^*_{\text{aggl}}/E^*_{\text{mélange}}$$

$$H_{\text{aggl}}/H_{\text{mélange}} \sim 10$$

L'agglomérat est donc bien plus dur que le mélange homogène.

Les indenteurs Berkovich et TCC donnent des valeurs de tangentes de l'angle de perte peu dispersées et identiques entre elles. Les essais réalisés sur les agglomérats et le mélange homogène indiquent :

- pour l'indenteur Berkovich : 0.17 ± 0.09 sur le mélange homogène et 0.18 ± 0.04 sur l'agglomérat ;
- pour l'indenteur TCC : 0.21 ± 0.07 sur le mélange homogène et 0.17 ± 0.01 sur l'agglomérat.

Les résultats trouvés sur le mélange homogène sont en accord avec ceux présentés dans la partie précédente. Par ailleurs, la tangente de l'angle de perte ne varie pas avec l'enfoncement. Par conséquent, dans le domaine de sollicitation étudié, le mélange homogène et l'agglomérat ont la même tangente de l'angle de perte. Pour espérer observer une différence, il faudrait probablement se placer dans un domaine de sollicitation où l'hétérogénéité du matériau serait plus manifeste, par exemple au voisinage de la température de transition vitreuse.

¹ Lorsque l'enfoncement de l'indenteur dans l'agglomérat devient du même ordre que le rayon de l'agglomérat, la déformation de ce dernier n'est plus négligeable et introduit un déplacement supplémentaire qui peut être modélisé simplement. L'agglomérat est déformé entre l'indenteur et le mélange homogène, la contrainte dans la direction de l'enfoncement a pour expression :

$$\sigma = E_1^* \varepsilon,$$

où :

$$\sigma = P/\pi a^2 ;$$

$\varepsilon = \delta_3/\bar{r}$: δ_3 est la déformation de l'agglomérat due à l'effet de l'indenteur et du mélange homogène.

Par conséquent : $\delta_3 = P\bar{r}/(\pi a^2 E_1^*)$ et la raideur de l'agglomérat est : $S_3 = \pi a^2 E_1^*/\bar{r}$

Le modèle de rhéologique proposé Figure 16b peut donc être complété par un autre ressort en série de raideur S_3 . Cependant, la résolution de ce système non linéaire ne peut se faire analytiquement, c'est pourquoi il ne sera pas appliqué ici.

5. Comparaison entre indentation et caractérisations volumiques

5.1. Déformation induite par un essai d'indentation

La comparaison entre les résultats donnés par la nano-indentation et les caractérisations volumiques permet de déterminer, *a posteriori*, le niveau de déformation induit par les essais de nano-indentation.

Le Graph. 6 donne l'évolution du module de cisaillement réel en fonction de la déformation. Il est obtenu en regroupant des résultats trouvés par la caractérisation de l'équivalence temps-température, du comportement dynamique en fonction de la température pour différentes charges imposées et de la fatigue (partie 2).

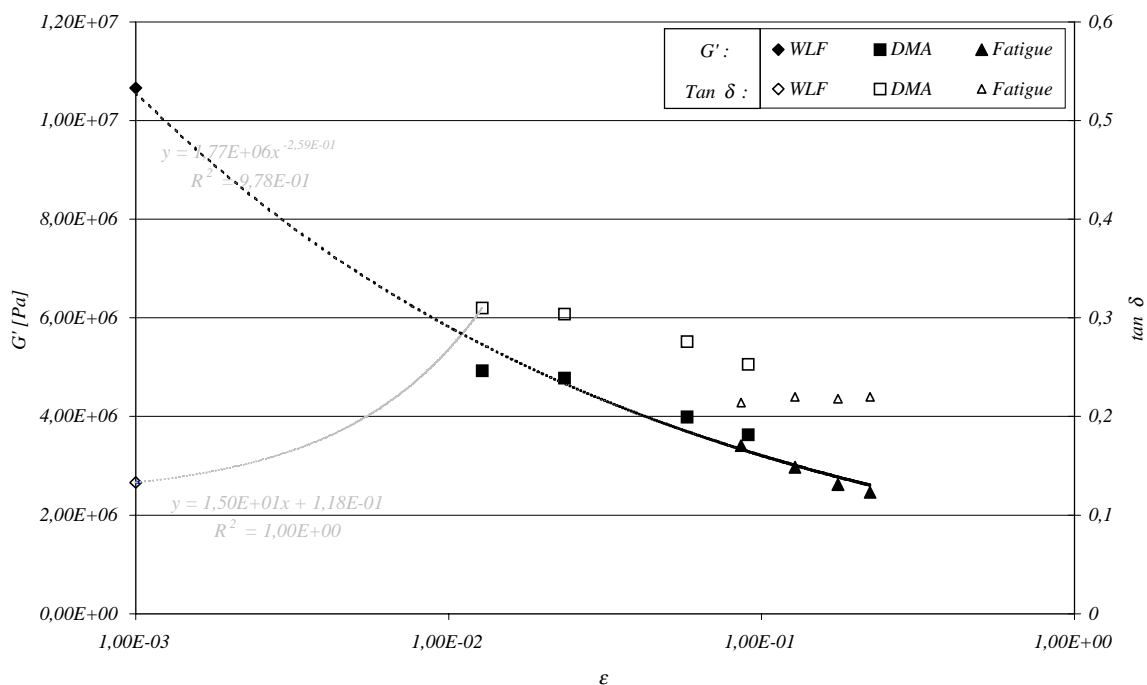
L'approximation par une loi puissance de la variation du module de cisaillement réel (Graph. 6) donne :

- pour l'indenteur Berkovich une déformation associée de 0.3% pour $G' = 7.9 \text{ MPa}$;
- pour l'indenteur TCC une déformation associée de 0.5% pour $G' = 6.9 \text{ MPa}$.

Ces déformations sont cohérentes avec celles obtenues en réalisant une approximation linéaire entre les deux points de plus faible déformation pour la tangente de l'angle de perte :

- pour l'indenteur Berkovich une déformation associée de 0.3% pour $\tan \delta = 0.17$;
- pour l'indenteur TCC une déformation associée de 0.6% pour $\tan \delta = 0.21$.

L'écart entre la valeur de la tangente de l'angle de perte fournie par la caractérisation de l'équivalence temps-température (≈ 0.14) et celle fournie par les autres moyens (≈ 0.25) ne trouve pas d'explication (Graph. 6).



Graph. 6 : Evolution du module de cisaillement réel et de la tangente de l'angle de perte en fonction de la déformation à 25°C et 10 Hz pour différents essais de caractérisation mécanique : caractérisation de l'équivalence temps-température (WLF), caractérisation dynamique (DMA), caractérisation en fatigue à faible nombre de passages (Fatigue, voir la partie 2).

Le demi-angle au sommet du cône réalisant l'indentation est la seule dimension caractéristique du problème d'un cône indentant un milieu semi-infini.

Ainsi : $\varepsilon = \alpha / \tan \theta$ Équation 1

Pour l'indenteur Berkovich : $\alpha \approx 8 \times 10^{-3}$

Pour l'indenteur TCC : $\alpha \approx 5 \times 10^{-3}$

Donc, α sera pris égal à 6.5×10^{-3} .

Dans de cas des matériaux élasto-plastiques, α est de l'ordre de 0.2 [Johnson, 1994].

5.2. Traction et indentation

Le niveau de déformation des différents essais de nano-indentation étant déterminé, ils sont comparés aux essais de caractérisation volumique, en particulier, aux essais de traction et de frottement sur le tribomètre en température.

En préliminaire, il faut calculer la relation liant la contrainte à la déformation.

En indentation : $\frac{dF_n}{dh} = 2 \frac{E'}{1-\nu^2} a$ Équation 2

Cas de l'indenteur conique :

Pour un indenteur conique : $a = h \tan \theta$ Équation 3

et la déformation est : $\varepsilon_l = \alpha / \tan \theta$ (Equation 1)

Par conséquent, $F_n = \frac{E'}{(1-\nu^2)} \frac{a^2}{\tan \theta}$

Donc la pression de contact est : $\frac{F_n}{\pi a^2} = \frac{1}{\alpha \pi (1-\nu^2)} E' \varepsilon$

D'où : $\frac{F_n}{\pi a^2} \approx 65 E' \varepsilon$

Cas de l'indenteur sphérique :

On considère que E' ne dépend que de la déformation dans la plage de sollicitation. E' est approximé par la fonction :

$$E' = E'_0 \varepsilon^n \quad \text{Équation 4}$$

où E'_0 et n sont deux constantes du matériau testé.

Pour un indenteur sphérique :
$$h = \frac{a^2}{R} \quad \text{Équation 5}$$

et la déformation est :
$$\varepsilon_l = a/4R \quad \text{Équation 6}$$

Par conséquent,
$$F_n = \frac{256 E'_0 R^2}{(1-\nu^2)(n+3)} \left(\frac{a}{4R} \right)^{n+3}$$

Donc la pression de contact est :
$$\frac{F_n}{\pi a^2} = \frac{16 E'_0}{\pi(1-\nu^2)(n+3)} \varepsilon^{n+1}$$

Pour le matériau 7, sur la plage 0 à 30% de déformation de la courbe de traction :

$$E' = 7 \times 10^6 \varepsilon^{0.7} \quad \text{Équation 7}$$

D'où :
$$\frac{F_n}{\pi a^2} \approx 2 E' \varepsilon$$

Les essais d'indentation avec des indenteurs coniques ou sphériques peuvent donc être comparés aux essais de traction uni-axiale en divisant la dureté par respectivement 65 et 2 pour le matériau 7. Ainsi, la relation suivante, analogue à celle en traction, est obtenue :

$$\sigma_{eq} = E' \varepsilon$$

où σ_{eq} est la contrainte équivalente : $\sigma_{eq} = \frac{1}{\kappa} \frac{F_n}{\pi a^2}$, $\kappa = 2$ pour une sphère sur le matériau 7
 $\kappa = 65$ pour un cône

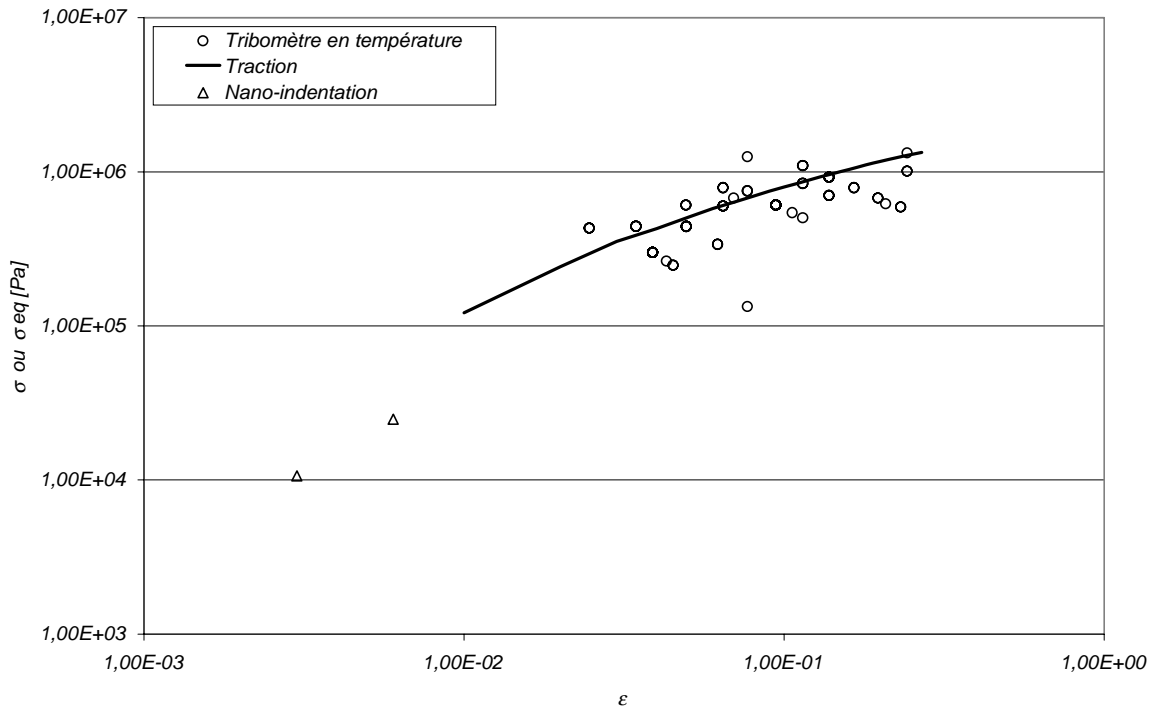
Le Graph. 7 compare un essai de traction uni-axiale, effectué sur le matériau 7, aux essais de nano-indentation ou aux essais de frottement réalisés sur le tribomètre en température. Pour tous les résultats, la température d'essai est de l'ordre de 25°C. Cependant, les fréquences de sollicitation sont différentes :

- 0.06 Hz pour l'essai de traction ;
- 32 Hz pour les essais de nano-indentation ;
- entre 0.1 et 1 Hz sur le tribomètre en température.

La température de transition vitreuse du matériau 7 étant de -35°C, les modules ne changent pas d'ordre de grandeur à 25°C et aux fréquences de sollicitation considérées.

Pour les essais effectués sur le tribomètre en température, le rayon de contact est obtenu en mesurant à la règle la largeur de la trace pour 100 passages. Ceci explique la dispersion assez importante des mesures pour cet essai. La déformation en est déduite à partir des résultats présentés dans le chapitre 2.

Ainsi, le Graph. 6 montre que les différents résultats sont cohérents entre eux. Il est donc possible de comparer les résultats d'indentation à ceux de traction.



Graph. 7 : Comparaison d'un essai de traction uniaxial avec les essais de nano-indentation et de frottement effectués sur le tribomètre en température. En abscisse, figure la déformation et en ordonnée la contrainte ou la contrainte équivalente. La température est de 25°C, mais les fréquences de sollicitation sont différentes pour les essais : pour la traction uni-axiale la fréquence est de l'ordre de 0.06 Hz, 32 Hz pour les essais de nano-indentation et entre 0.1 et 1 Hz sur le tribomètre en température.

6. Conclusion

L'étude des propriétés mécaniques de surface montre, tout d'abord, qu'après accommodation ces dernières se stabilisent. Le passage répété du frotteur ne provoque pas une dégradation importante des propriétés mécaniques de surface à échelle où celles-ci ont été mesurées.

Une fois le niveau de déformation induit par les essais d'indentation évalué, une comparaison avec les essais de caractérisation volumique devient possible. Elle montre que les différents résultats sont cohérents entre eux, ce qui permet de conclure que les données issues des caractérisations volumiques peuvent donc être utilisées pour représenter le comportement mécanique de la surface.

Par ailleurs, les essais prouvent que le mélange possède des propriétés mécaniques hétérogènes à une échelle de l'ordre de 100 μm, puisque les agglomérats ont un module d'Young de l'ordre de 300 MPa contre 30 MPa pour le mélange homogène. Le calcul d'ordre de grandeur effectué dans le chapitre 2, donnait $E' = 500 \text{ MPa}$ pour les agglomérats.

BIBLIOGRAPHIE

J.-L. Bucaille, "Simulation numérique de l'indentation et de la rayure des verres organiques", Mines de Paris, Mécanique, N° d'ordre 01 ENMP 1005 (thèse), 2001.

K. L. Johnson, "Contact mechanics", Cambridge University Press, Cambridge, G.B., 1994.

L. Odoni, "Propriétés mécaniques et effets d'échelle", Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes, Mécanique, N° d'ordre 1999/17 (thèse), 1998.

Chapitre 5 : Compléments et proposition d'un mécanisme de création des cratères d'usure

1. Introduction

Les résultats établis dans les deux chapitres précédents incitent à compléter l'étude de l'usure douce des élastomères chargés réticulés par celles du frottement et de la perte de masse. En effet, le troisième chapitre a notamment permis de préciser les conditions de charge normale conduisant à la création des cratères.

L'étude du frottement complètera la connaissance des conditions mécaniques régnant à l'interface en explicitant la sensibilité des efforts tangentiels aux différentes conditions d'essai. Ce troisième chapitre a également montré que les cratères et les rides coexistent dans des conditions d'usure douce.

L'étude de la perte de masse précisera la contribution de l'un et l'autre faciès à l'enlèvement global de matière observé.

Le quatrième chapitre prouve que le matériau contient des hétérogénéités, les agglomérats, aux propriétés mécaniques très différentes de celles du mélange homogène. Elles constituent donc des candidates potentielles pour initier des cratères d'usure. Des résultats plus complets sur les agglomérats seront par conséquent présentés.

L'ensemble des données précédemment recueillies permettra donc, dans la dernière partie de ce chapitre, de proposer et de valider un mécanisme pour expliquer la formation des cratères.

SOMMAIRE

CHAPITRE 5 : COMPLÉMENTS ET PROPOSITION D'UN MÉCANISME DE CRÉATION DES CRATÈRES D'USURE	123
1. INTRODUCTION	123
2. FROTTEMENT.....	125
2.1. OBJECTIFS	125
2.2. EFFET VITESSE DE GLISSEMENT ET TEMPÉRATURE.....	125
2.2.1. <i>Conditions expérimentales</i>	125
2.2.2. <i>Résultats</i>	125
2.3. EFFET CHARGE NORMALE.....	126
2.3.1. <i>Conditions expérimentales</i>	126
2.3.2. <i>Résultats</i>	127
2.4. BILAN.....	129
3. PERTE DE MASSE.....	130
3.1. OBJECTIFS	130
3.2. CONDITIONS EXPÉRIMENTALES	130
3.3. RÉSULTATS.....	130
3.4. BILAN.....	132
4. RÔLE DES AGGLOMÉRATS	133
4.1. NOMBRE DE CRATÈRES ET D'AGGLOMÉRATS	133
4.2. TAILLE DES CRATÈRES ET DES AGGLOMÉRATS	133
4.3. BILAN.....	134
5. PROPOSITION D'UN MÉCANISME DE CRÉATION DES CRATÈRES D'USURE.....	134
5.1. EXPLICATIONS.....	134
5.2. VALIDATIONS	136
5.2.1. <i>Expérimentale</i>	136
5.2.2. <i>Numérique</i>	139
6. CONCLUSION.....	141
BIBLIOGRAPHIE.....	142

2. Frottement

2.1. Objectifs

L'étude du frottement des élastomères constitue en soi un sujet extrêmement complexe qui n'est pas encore, maintenant, parfaitement compris. L'objectif, ici, n'est donc pas d'expliquer finement le frottement, mais d'apporter un éclairage différent et complémentaire afin de tenter de mieux comprendre l'usure douce, en particulier, de mieux cerner les conditions mécaniques et les phénomènes physiques dans le contact. Ainsi, cette partie s'attachera à discuter l'effet de la vitesse de glissement et de la température, du nombre de passages et de la force normale sur le frottement.

2.2. Effet vitesse de glissement et température

2.2.1. Conditions expérimentales

Les conditions expérimentales sont celles appliquées dans le chapitre 3 pour la détermination de l'effet de la vitesse de glissement et de la température sur le faciès d'usure. Les résultats sont considérés à 1000 passages.

Les valeurs de la force tangentielle utilisées pour un passage donné sont leur moyenne sur une séquence d'acquisition.

2.2.2. Résultats

Le Graph. 1 donne l'évolution du facteur de frottement en fonction de la température pour une vitesse de glissement de référence : 10 mm/s. L'utilisation de l'équivalence temps-température déplace les valeurs de frottement, issues d'essais à des vitesses différentes, sur la courbe obtenue, en réalisant un balayage en température. Une courbe maîtresse est trouvée, l'équivalence temps-température sur le frottement est donc à nouveau vérifiée [Grosch, 1971].

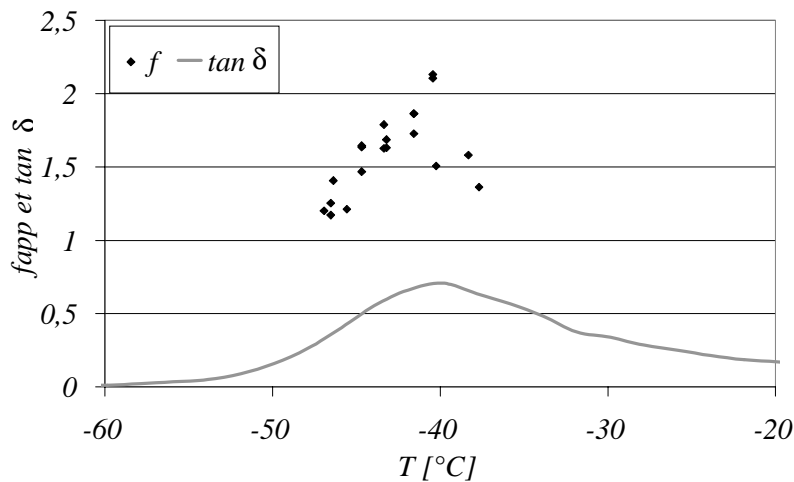
Le frottement est couramment relié à la tangente de l'angle de perte pour modéliser, soit le comportement adhésif, soit le comportement visqueux. En effet, il est souvent considéré que ceux-ci constituent les manifestations physiques de mouvements moléculaires sur des dimensions différentes [Moore, 1972]. Le frottement visqueux est causé par la réponse visqueuse d'un volume relié aux dimensions de l'aire de contact, tandis que le frottement adhésif est causé par l'interaction directe entre les molécules situées à l'interface des deux solides en contact. Ce dernier comportement donne lieu à des modélisations du type cinétique moléculaire [Moore, 1972], [Schallamach, 1952] [Bartenev et coll., 1965].

Le maximum de frottement et le maximum de la dissipation concordent en réalisant un décalage de $1/6 \cdot 10^6$ Hz par l'équivalence temps-température. La vitesse de glissement étant de 10 mm/s, une distance caractéristique, λ , de 60 nm est obtenue :

$$\lambda = \frac{10^{-2}}{\frac{1}{6} \cdot 10^6} = 6 \cdot 10^{-8} \text{ m} = 60 \text{ nm}$$

Cette ordre de grandeur est confirmé par une étude analogue sur le matériau 3 (chapitre 2, partie 2)

Cette dimension caractéristique est la même que celle obtenue par Grosch [Grosch, 1971]. Il l'interprète comme représentative des sauts des molécules à la surface du polymère. Elle est à relier à la distance inter points de réticulation obtenue dans le chapitre 2 – de 10 à 100 nm – et à la taille des charges présentes dans le mélange. Il est intéressant de remarquer que Gent [Gent et coll., 1994] introduit une dimension caractéristique comprise entre 1 et 10 nm pour recaler sa courbe maîtresse du taux de restitution d'énergie par rapport aux modules dynamiques. La nécessité d'introduire cette grandeur n'est donc pas propre aux essais de frottement.



Graph. 1 : Evolution du facteur de frottement en fonction de la température à une fréquence de 1 Hz et pour une charge normale de 44.4 N. La tangente de l'angle de perte figure aussi sur le graphique. Pour que les maxima des deux courbes se situent à la même température, il faut introduire une dimension de 60 nm.

2.3. Effet charge normale

2.3.1. Conditions expérimentales

Les résultats des expériences à température ambiante présentés dans le chapitre 3 sont utilisés.

Par ailleurs, des essais complémentaires, avec une épaisseur d'éprouvette de 1 et 25 mm, une bille de diamètre 25.4 mm et des charges normales de 4.7 / 9.4 / 26.4 / 44.4 / 57.7 N, ont été réalisés pour étendre la plage de charge normale virtuellement investiguée en semi-infini.

Afin de vérifier que la transformation couche mince / couche épaisse est bien valable, des essais dans les mêmes conditions de déformation et de vitesse de déformation ont été menés en divisant toutes les grandeurs dimensionnelles par deux :

- diamètre de la bille : 12 mm ;
- épaisseur de l'éprouvette : 1 mm ;
- vitesse de glissement : 5 mm/s ;
- température : 25°C ;
- charge normale : 13.2 ou 26.4 N.

Ces essais correspondent à ceux sous 26.4 et 44.4 N dans les conditions habituelles.

De plus, l'ensemble des résultats obtenus sur le tribomètre en température a été comparé avec celui réalisé sur d'autres moyens d'essai, à température ambiante :

- un scléromètre : il permet d'effectuer un rayage en contrôlant la charge normale. Les forces normales et tangentielles sont mesurées en continu [Jardret, 1996] ;
- le nano-indenteur présenté dans de deuxième chapitre.

Les surfaces testées avaient préalablement été accommodées pendant 100 passages sur le tribomètre en température sous 26.4 N.

Sur le scléromètre, la vitesse de glissement est de 250 $\mu\text{m/s}$ et la bille, en acier 100C6, possède un diamètre de 4 mm. Les charges normales appliquées sont : 0.7 / 1.3 / 3.7 / 6 N. Pour chaque rayure la force normale moyenne est recalculée.

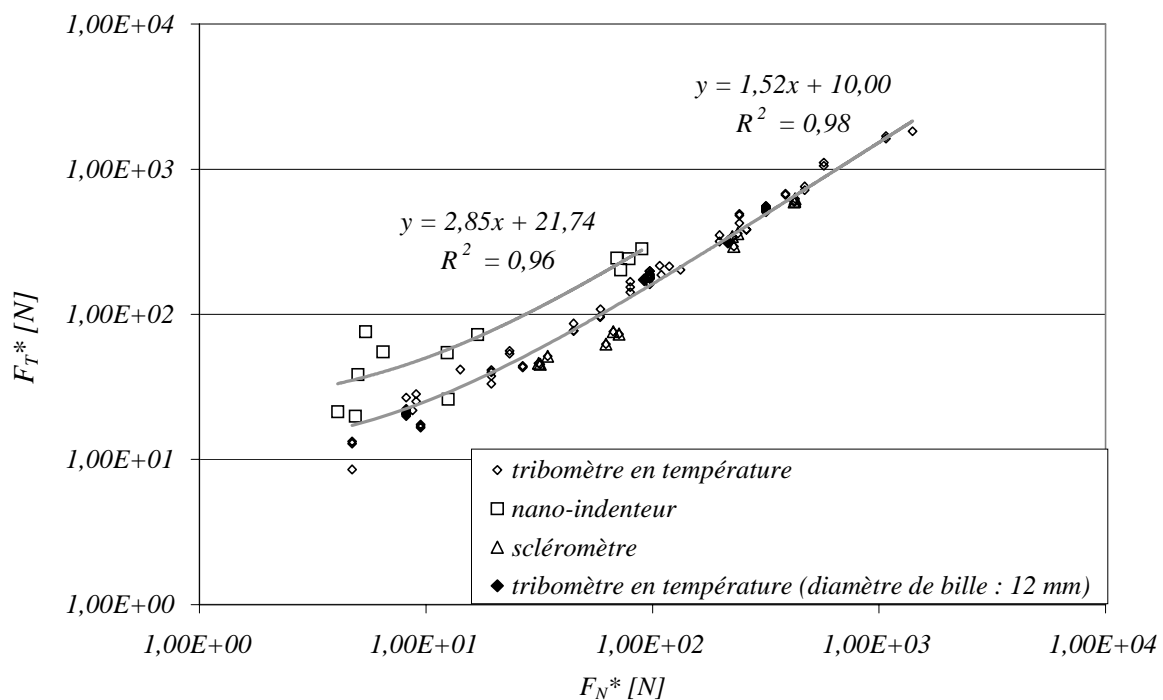
Sur le nano-indenteur, la vitesse de glissement est de 1 $\mu\text{m/s}$ et la bille, en diamant, a un diamètre de 20 μm . Les charges normales appliquées sont : 20 μN / 1 mN. Sur chaque rayure, la force normale moyenne est recalculée. Les essais sous 20 μN sont à la limite de la résolution de l'appareil. Ils fournissent donc des résultats assez dispersés, mais néanmoins suffisamment significatifs pour être présentés.

Pour obtenir un facteur de frottement affranchi de l'influence de la rugosité, tous les résultats sont présentés pour 100 passages. En effet, dans ces conditions, le matériau est accommodé et la rugosité demeure faible (chapitre 3).

Les effets des écarts des vitesses de déformation entre les essais sont négligés : il est considéré que, compte tenu de la température d'essai, ceux-ci ne conduisent pas à de grandes modifications des propriétés mécaniques.

2.3.2. Résultats

Les résultats sont présentés dans le Graph. 2.



Graph. 2 : Evolution de la force tangentielle en fonction de la force normale obtenu à l'aide de différents moyens d'essais et pour différents chargements. Tous les résultats ont été transposés à l'aide des formules du chapitre 2, à la configuration de référence : c'est-à-dire pour une bille de diamètre 25.4 mm frottant sur un milieu semi-infini. Les essais sur tribomètre et scléromètre ont été réalisés avec des billes en acier 100C6, tandis qu'une bille en diamant a été utilisée sur le nano-indenteur.

Les expériences de vérification sont parfaitement concluantes. Les essais de validation du passage couche mince / couche épaisse sont cohérents entre eux puisqu'ils se superposent avec les essais effectués dans d'autres conditions tribologiques, mais avec la même déformation et la même vitesse de déformation. De plus, les essais sur scléromètre sont très proches des essais sur le tribomètre en température. Les grandeurs fournies ne sont donc pas propres au moyen d'essai utilisé, mais intrinsèque au contact.

L'ensemble des essais réalisés avec un contact élastomère / acier – sur le tribomètre en température et le scléromètre – sur le tribomètre en température forme une droite dont l'équation est :

$$F_T^* = 1.5 F_N^* + 10$$

Pour un contact élastomère / diamant – sur le nano-indenteur –, la courbe de frottement est :

$$F_T^* = 2.8 F_N^* + 21$$

De manière logique, l'élastomère adhère plus sur le diamant que sur l'acier.

Une relation aussi simple peut s'interpréter de différentes manières : soit à la manière de Briscoe et Tabor [Briscoe et coll., 1978] soit à la manière de Derjaguin [Derjaguin, 1957].

Pour Briscoe et Tabor, la contrainte tangentielle résultant du contact s'exprime de la manière suivante :

$$\tau = f \cdot p + \tau_0$$

où :

- p est la pression de contact : $p = F_N/A$;
- τ est la contrainte de cisaillement à l'interface : $\tau = F_T/A$;
- τ_0 est la contrainte de cisaillement seuil nécessaire à la séparation des surfaces.

Cette formulation intègre les interactions mécaniques entre les rugosités en contact et la cohésion moléculaire [Mazuyer, 1989].

Derjaguin en reformulant la loi de Coulomb, donne un autre sens physique au frottement. En effet, l'effort normal, F'_N , est, dans ce cas, la somme des efforts extérieurs, F_N^{ext} , et des efforts intérieurs, F_N^{int} :

$$F'_N = F_N^{int} + F_N^{ext}$$

La force de frottement devient ainsi :

$$F_T = f \cdot (F_N^{int} + F_N^{ext})$$

$f \cdot F_N^{int}$ représente les interactions mécaniques dues aux rugosités de surface et générées par la charge normale et $f \cdot F_N^{ext}$ est l'attraction moléculaire au niveau du contact [Mazuyer, 1989]. Les actions internes au contact peuvent être interprétées dans le cadre des théories de l'adhésion.

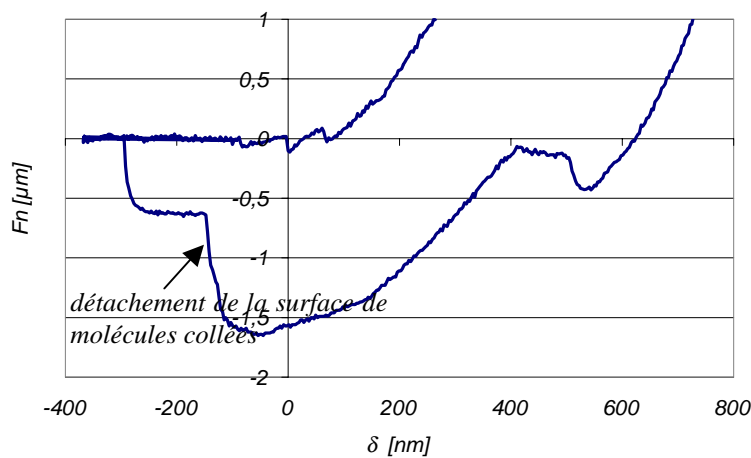
Pour les élastomères, Barquins [Barquins, 1987] trouve aussi une relation linéaire entre la force tangentielle et la force normale. L'écart à l'ordonnée à l'origine résulte, selon lui, de l'intervention des forces d'attractions moléculaires, donc il estime que la loi de frottement s'inscrit dans le cadre de la formulation de Derjaguin. Il propose d'exprimer la force normale par :

$$F'_N = F_N + 3\pi w R + \sqrt{(6\pi w R F_N + (3\pi w R)^2)}$$

où w représente l'énergie d'adhésion de Dupré.

Si le facteur de frottement est fixé à 1.5, les essais sur le tribomètre en température sont bien approximés en prenant une énergie de Dupré de l'ordre de 10 J/m^2 – en considérant simplement l'ordonnée à l'origine de la loi de frottement, c'est-à-dire à $F_N = 0$, l'énergie de Dupré est de 28 J/m^2 ¹. Cette valeur est bien trop grande. L'énergie de surface n'est donc pas le mécanisme responsable de l'adhésion. Il faut probablement s'orienter vers un frottement de type Briscoe – Tabor pour lequel l'interface possède une rhéologie propre. Il est possible d'envisager que des molécules de la surface de l'élastomère viennent se coller à la surface de l'indenteur. Elles seraient alors étirées puis rompues lors du frottement. Elles gouverneraient alors la rhéologie de l'interface.

Si la phase de déchargement de la surface est mesurée avec une grande précision par nano-indentation, il est effectivement constaté que la décharge s'effectue par à-coups successifs caractéristiques d'une séparation discontinue des surfaces (Graph. 3). Les molécules se décollent de la surface ou se rompent les unes après les autres.



Graph. 3 : Courbe de déchargement, d'un indenteur Berkovich en diamant, de la surface d'un élastomère.

2.4. Bilan

L'influence de la force normale ou de la température sur le frottement montre que l'adhésion joue un rôle important dans le problème considéré. La dimension caractéristique obtenue – de l'ordre de la distance entre deux points de réticulation – et la valeur de l'adhésion indiquent qu'elles sont dues au collage des chaînes de la surface de l'élastomère sur la surface frottante. Pour compléter la compréhension de la rhéologie de l'interface, il faudrait également étudier les fluctuations de la force tangentielle observées lors d'une séquence d'acquisition et non présentées ici.

L'utilisation des résultats établis dans le chapitre 3 permet de corréler le facteur de frottement apparent au faciès d'usure pour les faibles nombres de passages, pour lesquels la rugosité reste encore négligeable. Cependant, lorsque ces derniers augmentent, une telle relation devient hasardeuse dans la mesure où la rugosité de la surface complique considérablement le comportement tribologique. Le facteur de frottement mesuré intègre alors l'ensemble des frottements locaux engendrés par des micro-contacts dans des conditions souvent très différentes.

¹ Cette valeur est proche de celles trouvées par nano-indentation dans le chapitre 2.

3. Perte de masse

3.1. Objectifs

Les rides et les cratères sont deux modes d'usure concurrents de l'élastomère (chapitre 2). Cette partie propose de déterminer la contribution des cratères dans la perte de masse totale mesurée.

3.2. Conditions expérimentales

Les expériences considérées sont celles, déjà présentées dans les chapitres précédents visant à déterminer, sur le tribomètre en température, l'influence du nombre de passages, de la charge normale et de la température sur le faciès d'usure.

Les expériences de suivi de faciès (chapitre 3) seront également analysées en terme de perte de masse dans cette partie.

3.3. Résultats²

A partir des mesures de surface de type A (pp 58), une analyse des paramètres morphologiques donne accès à des grandeurs permettant de déduire la perte de masse imputable aux cratères. Le Tableau 1 indique, pour plusieurs essais, le rapport entre le volume contenu dans les cratères et le volume de matière enlevée par usure. Le volume des cratères est obtenu à partir du nombre de trous comptés sur la surface et du volume moyen de ces trous (Figure 1). La majeure partie des résultats est issue d'un traitement automatique sur un logiciel préalablement validé par des mesures manuelles.

Les cratères ayant une durée de vie de l'ordre de 1500 passages, seuls les relevés effectués pour des passages inférieurs à 1500 doivent être considérés. Ainsi, les résultats montrent que les cratères ne contribuent que pour environ 10% du volume de matière globale enlevée (Tableau 1) ($16\% \pm 5\%$). La formation des cratères ne provoque donc qu'une faible perte de masse. Le mécanisme responsable de l'usure douce, dans le système tribologique considéré, n'est donc pas celui provoquant les cratères. Ceux-ci sont la signature d'une vitesse d'usure.

Par ailleurs, le nombre de cratères par unité de surface est indépendant de la charge normale appliquée et du nombre de passages (Tableau 1) : il est d'environ $31 \pm 8 / \text{mm}^2$.

Une autre approche consiste à analyser la vitesse d'usure. Elle donne une estimation du nombre de passages nécessaires à la création des cratères, si la totalité de la perte de masse est due à ceux-ci et si leur évolution est négligée. Pour une charge normale de 57.7 N, la vitesse d'usure, v_u , varie linéairement avec le nombre de passages. Elle peut s'exprimer de différentes manières :

$$v_u = 7 \times 10^{-9} \text{ g/passage/mm}^2 \text{ ou } v_u = 7 \times 10^3 \text{ } \mu\text{m}^3/\text{passage/mm}^2 \text{ ou } v_u = 7 \text{ nm/passage.}$$

Ce résultat est confirmé par les suivis de faciès pour lesquels le nombre de points de mesure est plus important (Graph. 4). La vitesse d'usure est de :

- pour $F_N = 26.4 \text{ N}$: de 0 à 200 passages, $v_u = 1.1 \times 10^{-7} \text{ g/passage/mm}^2$
et de 200 à 1300 passages, $v_u = 1.6 \times 10^{-8} \text{ g/passage/mm}^2$;
- pour $F_N = 57.7 \text{ N}$: de 0 à 400 passages, $v_u = 4.6 \times 10^{-7} \text{ g/passage/mm}^2$
et de 400 à 1600 passages, $v_u = 1.6 \times 10^{-8} \text{ g/passage/mm}^2$.

² Les pertes de masse obtenues par pesée ont été confirmées par des mesures du volume de la trace : le ratio entre ces deux modes d'évaluation est de 1.6 ± 1.5 . L'incidence de l'effet Mullins sur la variation de volume est inférieure à 10% (chapitre 3).

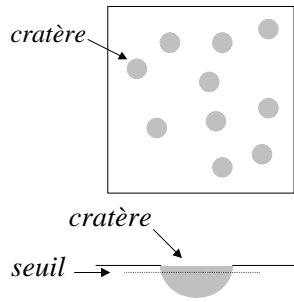
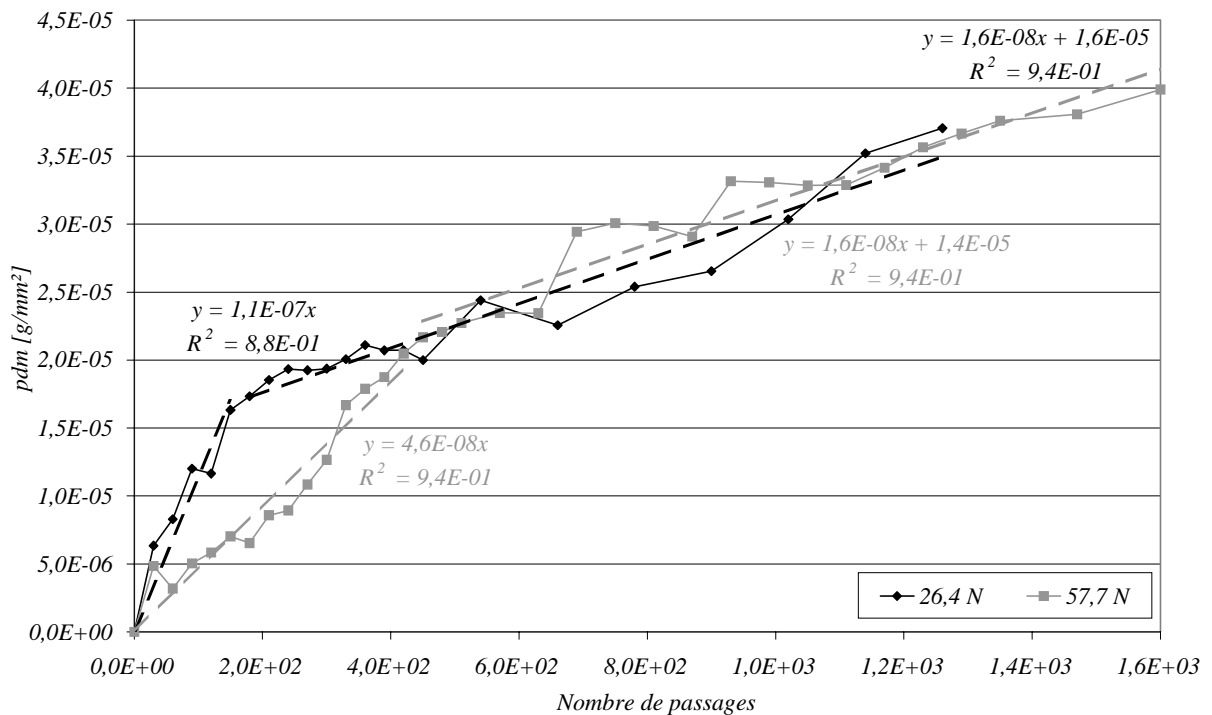


Figure 1 : Mesure du volume contenu dans les cratères. Lorsque la surface est topographiée, la représentation numérique de cette surface est traitée grâce à un logiciel qui détermine le nombre de trous rencontrant un plan situé à une certaine distance, ou seuil, de la surface moyenne. Il calcule également le volume moyen, le diamètre moyen et la profondeur moyenne des trous situés au dessous de cette surface. La connaissance de ces grandeurs moyennes et du seuil permet de s'affranchir du niveau de seuillage et de connaître le volume total des trous.

Tableau 1 : Rapport entre le volume des cratères et le volume de matière enlevée lors des expériences de frottement pour différentes charges et différents passages. n_d est le nombre de trous détectés de manière automatique par mm^2 , tandis que n_{dm} est le nombre de trous détectés manuellement par mm^2 . v_d est le volume moyen des trous mm^3 . $v_{pdm}/v_{cratères}$ est le rapport entre la matière enlevée et le volume des cratères sur la même surface en prenant une densité de 10^3 kg/m^3 , soit $10^{-12} \text{ g}/\mu\text{m}^3$.

Charge [N]	Nbre de passages	n_d [mm^{-2}]	n_{dm} [mm^{-2}]	v_d [μm^3]	$v_{pdm}/v_{cratères}$
26.4	330	22	22	1750	/
26.4	330	20	19	1000	/
26.4	330	21	24	1620	/
44.4	300	22	19	1360	20
44.4	300	36	30	1580	70
44.4	1000	46	/	800	6
44.4	1000	48	/	870	13
44.4	1000	43	/	1390	23
57.7	1000	30	31	2320	12
57.7	1000	28	27	2290	10
57.7	1000	33	31	1050	19



Graph. 4 : Evolution de la perte de masse en fonction de nombre de passages pour le suivi de faciès sous 26.4 N et 57.7 N. Pour ces deux expériences, la perte de masse varie linéairement avec le nombre de passages jusqu'à environ 300 passages, puis elle varie toujours linéairement avec le nombre de passages, mais avec une pente plus petite.

Dans les premières centaines de passages, la vitesse d'usure est donc plus élevée que par la suite. [Grosch et coll., 1966] observent le même résultat au cours de leurs expériences. La vitesse d'usure stabilisée est de 1.6×10^{-8} g/passage/mm² pour les deux conditions de chargement.

L'étude de l'évolution des cratères, effectuée dans le chapitre 3, a montré que les cratères croissent dans les premiers passages puis décroissent pour enfin disparaître. Pour une densité de cratères de 30 /mm², un volume moyen de cratère de $10^4 \mu\text{m}^3$ et une croissance des cratères sur 300 passages, la vitesse d'usure est de 10^{-9} g/passage/mm². Il y a donc un ordre de grandeur de différence entre la vitesse d'usure globale et la vitesse d'usure due aux cratères.

Le volume des cratères est compris entre 10^3 et $10^5 \mu\text{m}^3$ et la vitesse d'usure est de l'ordre de $10^4 \mu\text{m}^3/\text{passage}/\text{mm}^2$, il faut donc entre 0.1 et 10 passages pour former un cratère. Ainsi, un passage peut suffire pour créer 10 petits cratères tandis que 10 passages peuvent être nécessaires pour générer les plus gros. Pour renouveler la surface, il faudrait de l'ordre de 10^3 /mm² cratères. Or, lors des suivis de faciès réalisés jusqu'à 1500 passages environ, il n'apparaît que très peu de nouveaux cratères. Par conséquent, l'essentiel de la perte de masse n'est pas dû aux cratères, mais à un autre mécanisme.

Par ailleurs, sur les surfaces usées, deux cratères sont très rarement jointifs.

Enfin, il est intéressant d'étudier la perte de cote due au frottement de l'élastomère sur un mètre, ou taux d'usure, ζ , ainsi que l'énergie spécifique d'usure, ξ :

$$\zeta \propto \frac{v_u}{a} \text{ et } \xi \propto \tau \frac{a}{v_u}$$

où τ est la contrainte de cisaillement moyenne dans le contact.

Pour les expériences présentées, le taux d'usure est de l'ordre de $1 \mu\text{m}/\text{m}$ et l'énergie spécifique d'usure de l'ordre de $10^3 \text{ J}/\text{mm}^3$. Sur les aciers, dans des conditions d'usure douce, le taux d'usure est d'environ le nanomètre par mètre et l'énergie spécifique d'usure d'environ $10^8 \text{ J}/\text{mm}^3$ [Georges, 2000]. L'usure douce des élastomères est donc extrêmement sévère si elle est comparée à celle existant sur les aciers. D'autre part, l'introduction du taux d'usure permet bien de retrouver que les cratères engendrent une usure moindre que les rides. En effet, les vitesses d'usure des deux expériences figurant dans le Graph. 4 sont identiques pour un nombre de passages supérieur à 400. En revanche, leurs rayons de contact sont différents car les charges normales appliquées sont différentes. Ainsi, le taux usure associé à la plus forte charge, présentant des cratères, est inférieure à celui associé à la plus faible charge, présentant, quant à lui, des rides à partir de 1000 passages de l'indenteur.

Sur pneumatique, la perte de cote et la longueur glissée sont respectivement de l'ordre de 10^{-10} m et 10^{-4} m par tour de roue (pp 7 et pp 8). Dans ce cas, le taux d'usure est donc de l'ordre de $10^{-2} \mu\text{m}/\text{m}$. Entre le taux d'usure trouvé sur le tribomètre analytique et celui obtenu dans le système réel, il existe donc deux ordres de grandeur. Cet écart peut se justifier par l'utilisation de mélanges plus performants sur pneumatique et le fait qu'un élément de la roue ne touche pas une aspérité du sol à chaque tour de roue, mais seulement tous les 10 ou 100 tours.

3.4. Bilan

Les approches directes ou indirectes adoptées pour mesurer la perte de masse prouvent clairement que les cratères ne contribuent qu'au maximum pour 10% à la perte de masse globale. Cette valeur constitue, en effet, une majoration puisque les cratères sont accompagnés d'un bourrelet dont le volume en est voisin. Pour le système tribologique considéré, les rides sont donc le principal vecteur de l'usure.

4. Rôle des agglomérats

Les élastomères chargés réticulés comportent des agglomérats dont les propriétés sont très différentes de celles du mélange homogène (chapitre 3) et d'un diamètre de l'ordre de la centaine de micromètre. Les cratères sont également de l'ordre de 100 μm de diamètre. Il faut donc s'interroger sur le rôle des agglomérats dans la formation des cratères d'usure.

Dans cette partie, le nombre et la taille des agglomérats et des cratères sont comparés.

4.1. *Nombre de cratères et d'agglomérats*

L'étude de la perte de masse a indiqué que le nombre des cratères est indépendant de la charge et du nombre de passages (partie 3). Leur densité est de l'ordre de 30 par mm^2 .

Cette valeur peut être confrontée à celle des agglomérats comptés sur des sections du matériau. Celles-ci ont été obtenues en réalisant des coupes très nettes au moyen d'une guillotine. Ces coupes ont été ensuite observées à très faible grossissement (x 50 ou x 100) au MEB afin de disposer d'images suffisamment contrastées (Figure 2 du chapitre 2).

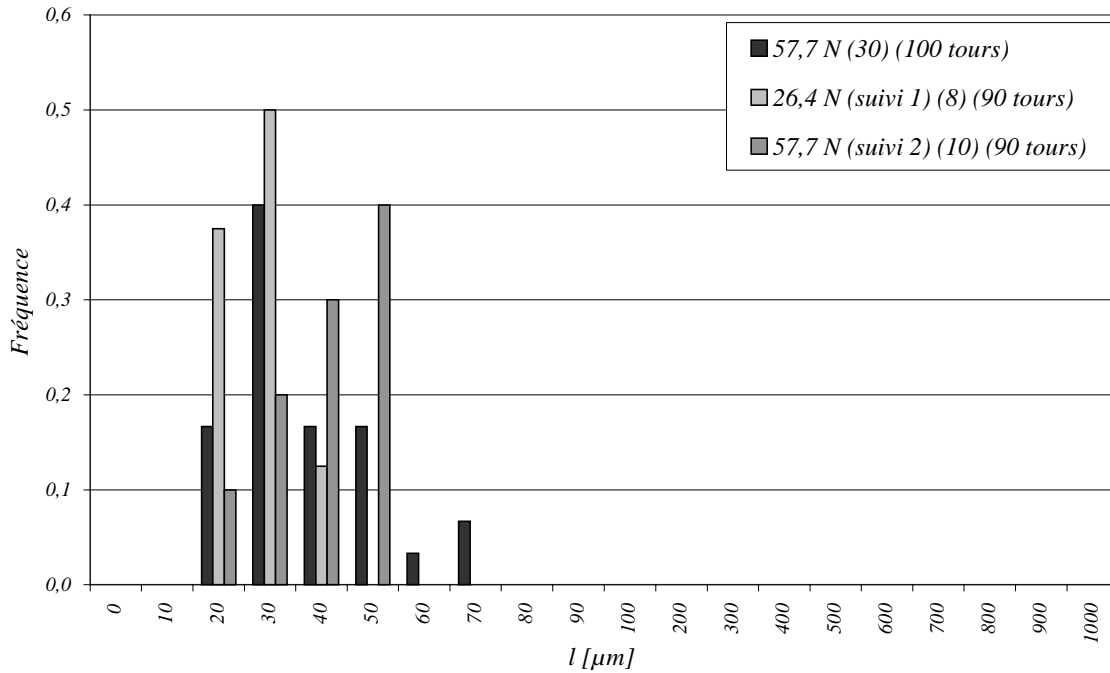
Le traitement des images donne une densité d'agglomérats de l'ordre de 60 par mm^2 pour un diamètre moyen de 25 μm . Il faut, en effet, associer la densité à un diamètre moyen puisque les images sont préalablement filtrées avant le dénombrement et la mesure des faciès. Ce résultat est cohérent avec des mesures effectuées sur des dispositifs spéciaux évaluant la dispersion des mélanges [Goncalves, 1999]. Cette valeur correspond également à l'état de dispersion couramment rencontrée dans les mélanges industriels.

4.2. *Taille des cratères et des agglomérats*

Le diamètre moyen de 25 μm des agglomérats peut être comparé à la largeur des cratères après au maximum 100 passages. En effet, si les cratères sont directement reliés à la présence des agglomérats, leur largeur doit être de même dimension juste après leur création.

Les largeurs des cratères sont peu dispersées et sont comprises entre 20 et 60 μm .

Les largeurs des cratères et des agglomérats sont très voisins.



Graph. 5 : Fréquence d'occurrence de la largeur des cratères pour un faible nombre de passages – inférieur à 100 – dans différentes conditions de chargement.

4.3. Bilan

Les agglomérats ont la même densité et des dimensions voisines des celles des cratères. De plus, possédant des propriétés mécaniques très différentes de celles du mélange homogène, ils jouent probablement un rôle très important dans la création des faciès d'usure douce.

5. Proposition d'un mécanisme de création des cratères d'usure

5.1. Explications

L'ensemble des résultats obtenus précédemment permet de proposer un scénario simple dans lequel l'agglomérat est le principal responsable de la formation des cratères d'usure : **les cratères résultent de la plastification des agglomérats à la surface de l'élastomère**. De nombreuses données concordent pour un tel mécanisme.

Les cratères sont obtenus avec un système dont les dimensions sont très différentes. Cela signifie que la formation de ce faciès n'est pas due seulement aux champs mécaniques engendrés par l'essai, mais à un élément caractéristique dans le matériau qui en est l'initiateur. Les cratères mesurent de l'ordre de 100 μm de diamètre, cette dimension est donc inférieure à 100 μm .

La caractérisation mécanique par nano-indentation a montré que les agglomérats sont beaucoup plus rigides que le mélange homogène – un rapport de l'ordre de 10 a été trouvé – (chapitre 4). De plus, ils se plastifient pour une déformation de 10% environ. L'agglomérat étant lié à la matrice, la plastification de celui-ci apparaît pour une déformation de l'ensemble légèrement supérieure à son seuil de plasticité. Les cratères sont obtenus sur la surface lorsque la déformation en indentation est de 10% (chapitre 3), ce qui correspond à un facteur de frottement apparent de 2 (partie 2). La déformation en rayure est donc de 20% (chapitre 2). L'agglomérat subit, par conséquent, une déformation résiduelle

de 10% après le passage de l'indenteur sur la surface, si l'ensemble de l'agglomérat plastifie. Ce résultat doit se traduire au niveau de la morphologie finale de l'agglomérat.

Si on s'intéresse maintenant à la forme des cratères, on observe d'une part que le rapport entre la profondeur et la largeur du cratère est voisin de 10, c'est la valeur de la déformation résiduelle. D'autre part, la formation du cratère s'accompagne de celle d'un bourrelet de dimensions voisines et suivie d'une légère dépression. Ces éléments plaident à nouveau pour un mécanisme s'effectuant à volume constant et engendrant des déformations résiduelles dans le mélange homogène.

Les efforts dus au passage de l'indenteur déforment l'agglomérat. En première approximation, par continuité des contraintes, il peut être considéré que les contraintes dans l'agglomérat sont homogènes et égales à celles régnant dans le mélange homogène (Figure 2b.). La déformation de l'agglomérat induit alors des contraintes résiduelles de compression à l'arrière et de traction à l'avant de celui-ci. Au repos, ces efforts causent le basculement de l'agglomérat pour satisfaire à l'équilibre des moments et disposer d'un système stable. *In fine*, un cratère et un bourrelet sont créés. L'angle de basculement, β , est au maximum égal à l'angle de frottement :

$$\beta = \text{Arctan} \left(\frac{F_N}{F_T} \right)$$

Il est donc de l'ordre de 30° . Or l'angle de fuite, correspondant à l'angle de basculement, mesuré sur les cratères (chapitre 3), est entre 15 et 40° .

Les suivis de faciès ont montré que les cratères ont deux phases au cours de leur existence : une phase de croissance et une phase de disparition (chapitre 3). La première période correspond au nombre de sollicitations pour lequel le cratère est encore sensible à l'action de l'indenteur. En effet, d'une part, la plastification créée par un passage de l'indenteur modifie la géométrie de la surface. Celle-ci interagit ensuite plusieurs fois avec l'indenteur jusqu'à l'établissement d'un état permanent. D'autre part, le type même de comportement plastique – parfait, avec écrouissage isotrope ou cinématique ou combiné... – et les interactions avec le mélange isotrope peut rendre l'agglomérat sensible à la longueur glissée. La période de disparition des cratères correspond à une phase où ils ne compensent plus l'abaissement général de la surface dû aux rides par ces interactions géométriques ou ces propriétés mécaniques. Le bourrelet disparaît par abrasion.

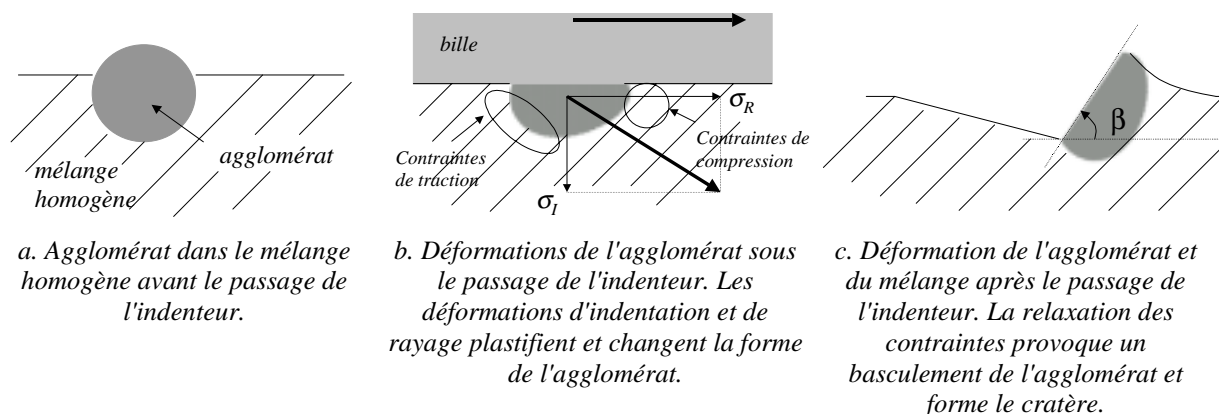


Figure 2 : Mécanisme de création des cratères à partir des agglomérats.

La détermination du lieu sous l'indenteur où l'agglomérat plastifie peut être réalisée :

A l'avant du contact

Soit σ_0 la contrainte normale appliquée sur l'agglomérat. Par continuité des contraintes, $-f.\sigma_0$ est la contrainte subie par l'agglomérat dans la direction du mouvement. Par incompressibilité, la contrainte orthogonale aux deux autres est $(f+1).\sigma_0$. Les contraintes de cisaillement étant négligeables, le tenseur des contraintes, $\underline{\underline{\sigma}}$, est :

$$\underline{\underline{\sigma}} \approx \sigma_0 \begin{bmatrix} -f & 0 & 0 \\ 0 & 1+f & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{bmatrix}$$

La contrainte équivalente de von Mises, $\sqrt{J_2}$ est :

$$\sqrt{J_2} = \sigma_0 \sqrt{2} \sqrt{(1+f+f^2)}$$

A l'arrière du contact

La contrainte subie par l'agglomérat dans la direction du mouvement est $f\sigma_0$. Par incompressibilité, la contrainte orthogonale aux deux autres est $(f-1).\sigma_0$. Les contraintes de cisaillement étant négligeables, le tenseur des contraintes, $\underline{\underline{\sigma}}$, est :

$$\underline{\underline{\sigma}} \approx \sigma_0 \begin{bmatrix} f & 0 & 0 \\ 0 & 1-f & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{bmatrix}$$

La contrainte équivalente de von Mises, $\sqrt{J_2}$ est de nouveau :

$$\sqrt{J_2} = \sigma_0 \sqrt{2} \sqrt{(1-f+f^2)}$$

La plasticité de l'agglomérat apparaît donc préférentiellement à l'avant du contact.

Les agglomérats sont créés pour une pression de contact de l'ordre du méga Pascal, par conséquent, le seuil de plasticité des agglomérats est de l'ordre de 4 MPa. Pour les matériaux céramiques, le rapport entre le module d'Young et le seuil de plasticité est compris entre 25 et 50 [Ashby et coll., 1991]. Ici, il est de 75 : l'ordre de grandeur est donc respecté.

5.2. Validations

5.2.1. Expérimentale

5.2.1.1. Sur tribomètre en température

Un essai a été réalisé pour visualiser plus directement l'effet du frottement sur la morphologie des agglomérats. Une expérience de frottement a par conséquent été effectuée sur une surface pour laquelle les agglomérats apparaissent nettement. Avant l'essai, une zone identifiée a été cartographiée

à l'aide du rugosimètre optique – relevé de type A –. Après l'essai, la même zone a été à nouveau mesurée. Les conditions tribologiques sont les suivantes :

- l'indenteur est une bille en acier de diamètre 25.4 mm ;
- l'éprouvette mesure 2 mm d'épaisseur ;
- la charge imposée est 57.7 N ;
- la vitesse de glissement est 10 mm/s ;
- 300 passages sont appliqués ;
- la température est de 25°C et l'hygrométrie de l'ordre de 30% ;
- le matériau testé est le 7.

La Figure 2 compare une zone des relevés topographiques réalisés avant et après le frottement. Sur la surface neuve, plusieurs agglomérats d'un diamètre de l'ordre de 50 μm apparaissent. Après l'essai de frottement, des trous sont visibles devant les agglomérats : un cratère est créé.

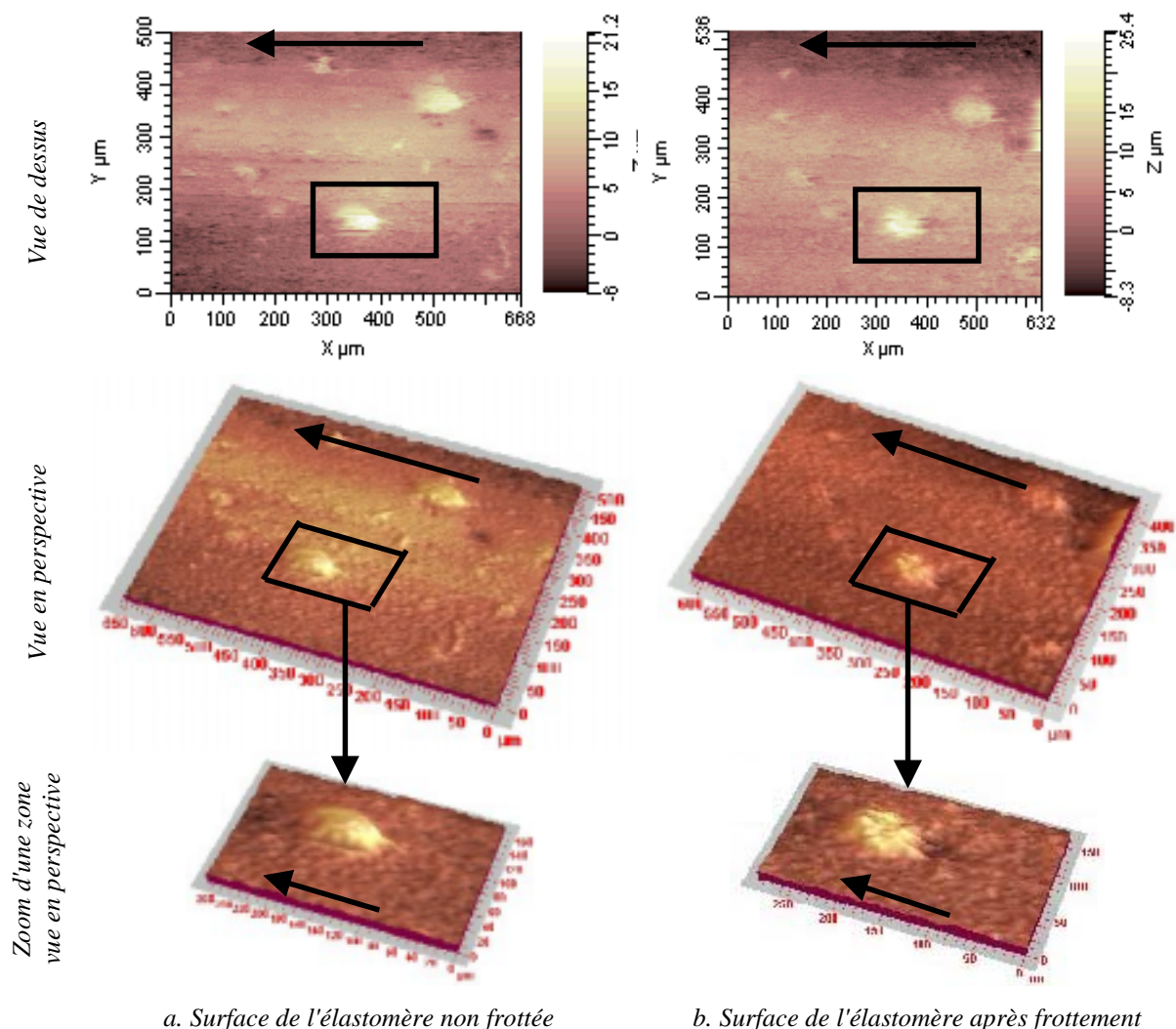


Figure 3 : Effet d'un essai de frottement sur les agglomérats. a. et b. permettent de voir l'impact d'un essai de frottement sur les agglomérats. Plusieurs observations sont présentées : vue de dessus, perspective et zoom d'une zone où un agglomérat est présent. L'essai de frottement a été réalisé à l'aide d'une bille en acier de 25.4 mm de diamètre sur une éprouvette de 2 mm d'épaisseur. La vitesse de glissement est de 10 mm/s et la charge normale de 57.7 N. Le matériau testé est le 7. L'essai a été effectué à température ambiante (environ 25°C) et l'hygrométrie est de l'ordre de 30%.

5.2.1.2. Sur microscope électronique à balayage

L'observation au microscope électronique à balayage des cratères et de leur coupe indique que des agglomérats sont très souvent présents à l'arrière du cratère (Figure 4).

La Figure 4 montre sur le matériau 7 que les agglomérats sont responsables de l'existence du bourrelet et qu'ils basculent.

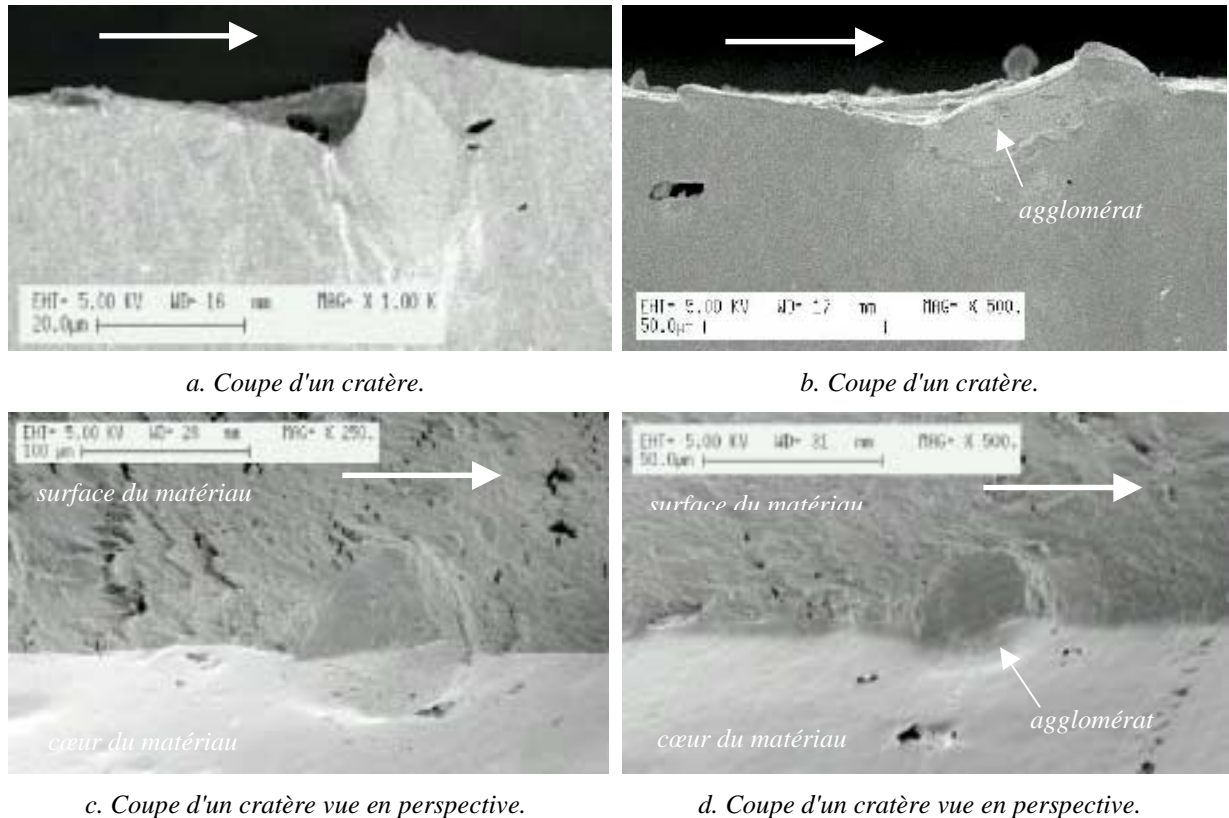


Figure 4 : Coupe de cratères sur le matériau 7. Observations au MEB. Des agglomérats sont présents à l'arrière des cratères et forment le bourrelet.

Les sections des surfaces usées en couche mince présentent également des trous inexistant dans le matériau neuf. Les calculs éléments finis prouvent que la pression hydrostatique atteinte est alors suffisante pour créer de la cavitation : la pression hydrostatique est supérieure au seuil défini par Gent (chapitre 1). Ces cavités sont révélées ensuite sur la surface par le frottement. Elles ne sont pas responsables de la formation des cratères puisqu'elles n'apparaissent pas dans des sections de matériaux "semi-infinis" présentant des cratères. Leur existence ou non peut permettre de borner un encadrement de la pression hydrostatique subie par le matériau usé.

Les observations (Figure 5) réalisées sur le matériau 4 prouvent que les cratères ont la même morphologie sur un autre matériau. En particulier, les cratères sont bien liés à la présence des agglomérats. Le mécanisme proposé est donc général à l'ensemble des matériaux présentant des cratères à leur surface.

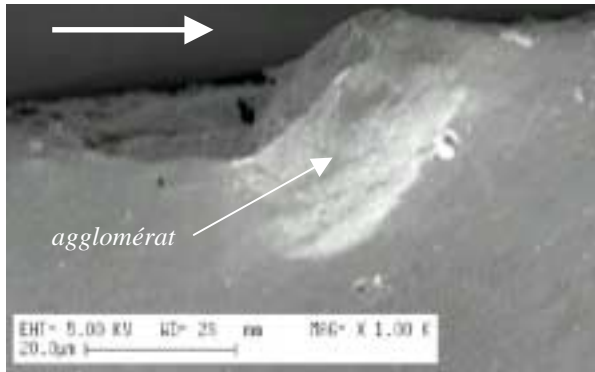


Figure 5 : Coupe de cratère sur le matériau 4. Observation au MEB. Des agglomérats sont présents à l'arrière du cratère et forment le bourrelet.

Sur certaines coupes de cratères, des agglomérats ne sont pas présents, plusieurs explications sont possibles :

- l'agglomérat est présent sur l'autre côté de la coupe puisque le passage de la lame, permettant de réaliser une coupe, ne sectionne pas les agglomérats. Ceux-ci déforment la matrice et passent d'un côté ou de l'autre de l'outil. La probabilité de voir un agglomérat sur une section de cratère est donc de l'ordre un demi ;
- l'agglomérat peut être arraché par des passages ultérieurs de l'indenteur.

5.2.2. Numérique

Une modélisation numérique du système apporte une réponse fine aux phénomènes qui permet, dans le cadre de l'étude, de valider les mécanismes proposés pour la formation des cratères.

5.2.2.1. Géométrie, conditions aux limites et données numériques

La configuration géométrique et les conditions aux limites retenues sont celles utilisées pour modéliser la couche mince dans le deuxième chapitre : le problème est donc simplifié au cas 2D (pp 50), avec les dimensions les plus proches possible du cas réel. Dans cette configuration, est ajoutée sur la surface une fine couche de 60 μm d'épaisseur maillée beaucoup plus finement. Cette couche comporte l'agglomérat supposé hémisphérique de rayon 30 μm .

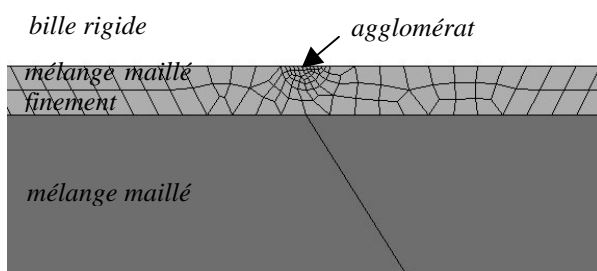


Figure 6 : Maillage de la surface de l'élastomère. La couche supérieure, dans laquelle est présent un agglomérat, est maillée plus finement que le reste du matériau.

Le matériau est constitué de 7012 éléments :

- 38 dans l'agglomérat ;
- 6698 dans la couche supérieure ;
- 276 dans le reste du matériau.

Les éléments du maillage ont 4 nœuds.

Le problème est traité en grandes déformations et déformations planes.

5.2.2.2. Données mécaniques

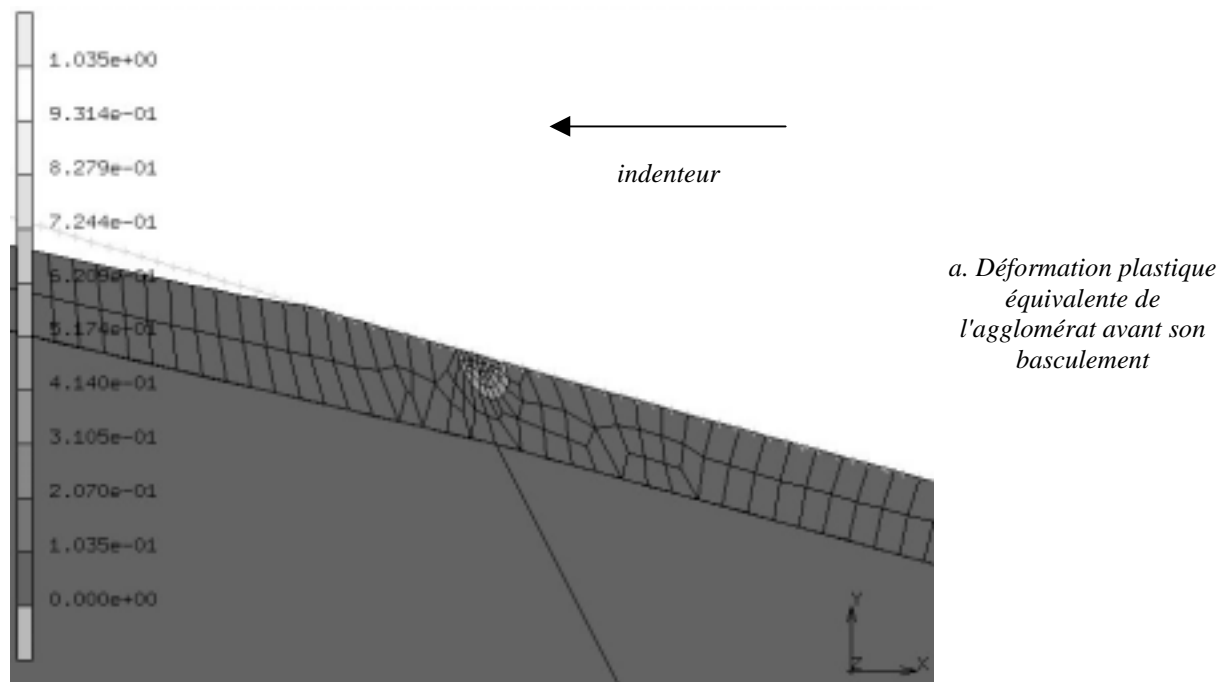
La loi de comportement du mélange homogène est la même que celle utilisée dans le chapitre 2. L'agglomérat est supposé élasto-plastique parfait. Le module d'Young est de 200 MPa, sa limite d'élasticité de 6 MPa et son facteur de Poisson 0.3. Le critère de plasticité est celui de von Mises.

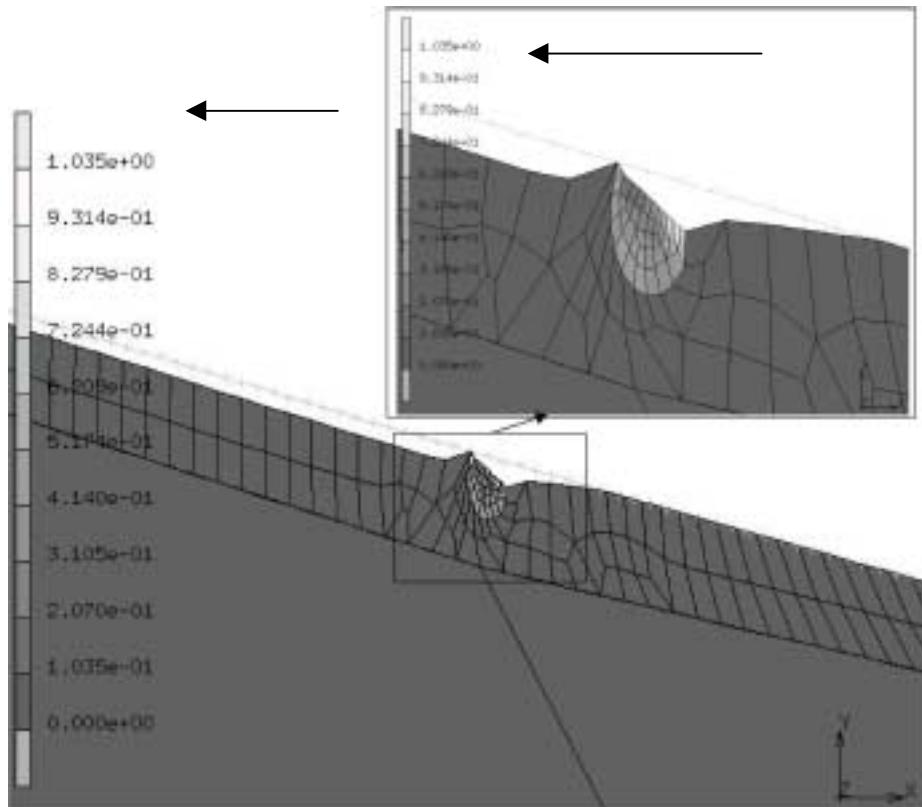
La charge normale appliquée correspond, en terme de rayon de contact, aux 44.4 N sur cas 3D. Le facteur de frottement est de type Coulomb et vaut 1.5.

5.2.2.3. Résultats

Le calcul éléments finis montre que les déformations plastiques équivalentes induites par le passage de l'indenteur sont très grandes : de l'ordre de 50% (Figure 7). L'agglomérat, à l'origine hémisphérique, prend alors une forme allongée. Les contraintes résiduelles sont si intenses, au voisinage de l'agglomérat, que le modèle éléments finis prévoit même le basculement de l'agglomérat sous l'indenteur (Figure 7b.).

Le calcul éléments finis confirme donc le raisonnement réalisé précédemment.





b. Déformation plastique équivalente de l'agglomérat après son basculement

Figure 7 : Déformation équivalente de von Mises avant et après basculement de l'agglomérat sous l'indenteur. Le basculement se produit à l'avant du contact. La déformation équivalente moyenne atteinte est de l'ordre de 50%.

6. Conclusion

Les cratères sont causés par la plastification, préférentiellement à l'avant du contact, des agglomérats présents dans le mélange homogène. Les cavités ainsi créées ne provoquent aucune perte de masse. Ce sont les bourrelets, consécutifs à la formation des cratères, qui sont ensuite abrasés et représentent de l'ordre de 10% de la perte de masse. Les micro-rides sont donc la principale cause de l'usure douce.

Une meilleure compréhension de l'adhésion mais également des fluctuations de la force tangentielle mesurées lors d'une séquence d'acquisition – de type stick-slip – pourrait permettre de disposer d'une connaissance plus approfondie du mode de déplacement des élastomères par rapport à la surface frottante et ainsi d'explicitier le lien physique entre les rides, le frottement et l'usure douce.

BIBLIOGRAPHIE

M. F. Ashby et D. R. H. Jones, "Matériaux", Dunod, Paris, France, 1991.

M. Barquins, "Adhérence, frottement et usure des élastomères", *Kautschuk + Gummi*, **40**, (5), pp 419-438, 1987.

G. M. Bartenev et A. I. El'Kin, "Friction properties of high elastic materials", *Wear*, **8**, pp 8-21, 1965.

B. Briscoe et D. Tabor, "Friction and wear of polymers : the role of mechanical properties", *The British Polymer Journal*, **10**, pp 74-78, 1978.

B. V. Derjaguin, "The mechanism of boundary lubrication and the properties of the lubricating film", *Wear*, **1**, pp 277-289, 1957.

A. N. Gent et S.-M. Lai, "Interfacial bonding, energy dissipation, and adhesion", *Journal of Polymer Science*, **32**, pp 1543-1555, 1994.

J.-M. Georges, "Frottement, usure et lubrification", Editions Eyrolles / CNRS Editions, Paris, France, 2000.

O. Goncalves, "Mesure de la dispersion des agglomérats dans un mélange", Université Pierre et Marie Curie, Ecole Supérieure des Industries du Caoutchouc et Manufacture Française des Pneumatiques Michelin, Stage DESS, 1999.

K. A. Grosch, "The relation between the friction and visco-elastic properties of rubber", *Proc. R. Soc. Lond.*, **A332**, pp 21-39, 1971.

K. A. Grosch et A. Schallamach, "Relation between abrasion and strength of rubber", *Rubber Chemistry and Technology*, **39**, pp 287-305, 1966.

V. Jardret, "Apport des techniques sclérométriques à la caractérisation des propriétés mécaniques des surfaces", Ecole Centrale de Lyon, Mécanique, N° d'ordre 96-09 (thèse), 1996.

D. Mazuyer, "La force de frottement limite", Ecole Centrale de Lyon, Mécanique, N° d'ordre ECL 89.005 (thèse), 1989.

D. F. Moore, "The friction and lubrication of elastomers", Pergamon Press, Oxford, G.B., 1972.

A. Schallamach, "The velocity and temperature dependance of rubber friction", *Proc. R. Soc. Lond.*, pp 386-392, 1952.

Conclusion générale

Sur les élastomères chargés réticulés de l'étude, les surfaces générées par frottement sont constituées par la superposition de rides et de cratères lorsque les conditions de sollicitation sont suffisamment sévères. Les cratères sont causés par la plastification des agglomérats présents initialement dans le matériau. Ces grumeaux proviennent d'un mélangeage imparfait entre la matrice élastomérique et la charge. Lorsque les efforts induits par le passage d'un indenteur sur l'agglomérat sont suffisants, ce dernier flue. De cette modification géométrique, résultent alors des contraintes mécaniques qui sont relaxées ensuite. Un cratère et un bourrelet sont ainsi créés.

La formation des cratères ne provoque donc pas directement de perte de masse. Les rides sont la principale source d'usure. La taille des cratères est liée à celle des agglomérats. L'observation ou non de cratères à la surface provient, par conséquent, de la taille des rides. Si les rides sont de grandes dimensions, larges et profondes, elles masquent les cratères. L'usure douce se caractérise géométriquement par une longueur d'onde de ride inférieure au diamètre moyen des agglomérats. Pour contrôler l'usure, il faut donc contrôler la taille des rides.

Par ailleurs, le résultat, établi pour plusieurs formulations de matériaux, sur notre système tribologique analytique, reste à confirmer sur les pneumatiques, tant pour la perte de masse que pour le mécanisme responsable de la création des cratères. Mais, de simples coupes de la bande de roulement montrent que les agglomérats sont là aussi présents dans le mélange. De plus, les cratères sur pneumatique sont du même ordre de grandeur que ceux créés sur notre tribomètre et sont également accompagnés par de petites rides. Une observation *in situ*, des agglomérats au niveau des cratères, est plus difficile à réaliser par la faiblesse du nombre de cratères à leur surface.

La modélisation de l'effet couche mince a permis de s'en affranchir par l'introduction de forces virtuelles équivalentes générant les mêmes déformations. Elle a montré qu'il est possible d'investiguer une large plage d'efforts en influant simplement sur l'épaisseur de l'éprouvette et le diamètre de la bille. Les résultats ainsi obtenus indiquent que le facteur de frottement varie linéairement avec la charge normale. L'adhésion joue aussi un rôle important dans le contact. Il pourrait être intéressant de l'approfondir, afin de mieux cerner le mouvement des solides en présence et son effet sur l'usure.

L'étude de la rugosité de la surface des élastomères usés revêt une grande complexité. Les paramètres standards ne différencient que partiellement les faciès et surtout ne sont pas explicitement liés à une grandeur physique. L'estimation fine de l'aire réelle de contact et des pressions nécessiterait, quant à elle, de mettre en œuvre des moyens lourds et, en particulier, des moyens numériques.

Les travaux ont également permis d'établir que les propriétés mécaniques du mélange homogène ne sont pas affectées par le frottement à l'échelle regardée (100 μm). Les propriétés volumiques issues de ces caractérisations peuvent être utilisées pour représenter celles du mélange homogène. Cependant, les agglomérats possèdent des propriétés très différentes du mélange homogène. Ils sont en particulier capables de se déformer plastiquement. Si, sur les propriétés viscoélastiques ce comportement a peu d'effet¹, il n'en est probablement pas de même sur les propriétés limites. Ainsi, ils peuvent influencer de façon non négligeable sur l'usure, si les rides sont formées par fissuration. Dans l'hypothèse d'un effet bénéfique des agglomérats sur l'usure, ils pourraient alors devenir un paramètre de conception supplémentaire s'il est maîtrisé.

¹ L'hétérogénéité peut néanmoins influencer sur les propriétés viscoélastiques si le volume sollicité est d'une dimension inférieure ou égale à la taille d'un agglomérat.

Une connaissance approfondie de la taille des rides, en fonction des conditions tribologiques appliquées, pourrait permettre de mieux évaluer les conditions régnant localement dans le contact entre le pneumatique et la chaussée. Il serait alors possible de mieux optimiser la géométrie et la raideur de la bande de roulement pour minimiser l'usure.

Bibliographie

- J. F. Archard, "Contact and rubbing of flat surfaces", *Journal of Applied Physics*, **24**, pp 981-988, 1953.
- M. F. Ashby et D. R. H. Jones, "Matériaux", Dunod, Paris, France, 1991.
- M. Barquins, "Adhérence, frottement et usure des élastomères", *Kautschuk + Gummi*, **40**, (5), pp 419-438, 1987.
- M. Barquins, "Adhérence, frottement et usure des élastomères", *Industrie Minérale*, pp 148-168, 1989.
- M. Barquins, P. Rougier et R. Courtel, "Sur les mécanismes d'usure du caoutchouc par frottement de glissement", *C. R. Acad. Sc. Paris - Série B*, **283**, pp 355-357, 1976.
- G. M. Bartenev et A. I. El'Kin, "Friction properties of high elastic materials", *Wear*, **8**, pp 8-21, 1965.
- T. Baumberger, "Contact dynamics and friction at a solid at a solid-solid interface: material versus statistical aspects", *Solid State Communications*, **102**, (2-3), pp 175-185, 1997.
- P. Bertrand-Lambotte, "Sur les mécanismes de rayure des vernis de finition automobile", Ecole Centrale de Lyon, Mécanique, N° d'ordre 2001/28 (thèse), 2001.
- A. K. Bhowmick, "Ridge formation during the abrasion of elastomers", *Rubber Chemistry and Technology*, **55**, pp 1055-1062, 1982.
- A. K. Bhowmick, S. Basu et S. K. De, "Scanning electron microscopy studies of abraded rubber surfaces", *Journal of Materials Science*, **16**, pp 1654-1660, 1981.
- L. Bokobza et O. Rapoport, "Reinforcement of natural rubber", *Journal of Applied Polymer Science*, **85**, pp 2301-2316, 2001.
- B. Briscoe, "Wear of polymers : an essay on fundamental aspects", *Tribology International*, **14**, pp 231-243, 1981.
- B. Briscoe et D. Tabor, "Friction and wear of polymers : the role of mechanical properties", *The British Polymer Journal*, **10**, pp 74-78, 1978.
- J.-L. Bucaille, "Simulation numérique de l'indentation et de la rayure des verres organiques", Mines de Paris, Mécanique, N° d'ordre 01 ENMP 1005 (thèse), 2001.
- D. Bulgin et G. Hubbard, "Rotary power loss machine", *Transaction I.R.I.*, **34**, (5), pp 201-227, 1958.
- J. J. C. Busfield, A. G. Thomas et K. Yamaguchi, "Effect of mechanical deformation on the electrical and physical properties of carbon black filled natural rubber", *The international rubber conference*, IOM Communications, 2001.
- M. Carrega, "Les polymères, de la molécule à l'objet", EDP Sciences, Les Ulis, France, 1999.

D. H. Champ, E. Southern et A. G. Thomas, "Advances in polymer friction and wear", Plenum, New York, E.U., 1974.

L. Chazeau, J. D. Brown, L. C. Yanyo et S. S. Sternstein, "Modulus recovery kinetics and other insights into the Payne effect for filled elastomers", *Polymer composites*, **21**, (2), pp 202-222, 2000.

Y. Chevalier, "Hyper élasticité et visco élasticité non linéaire - Grandes déformations", Cours de l'ISMCM-CESTI, 1996.

A. Cornet et J.-P. Deville, "Physique et ingénierie des surfaces", EDP Sciences, Les Ulis, France, 1998.

K. Dang-Van, S. Fouvry, P. Kapsa et H. Maitournam, "Contacts entre solides : Aspects mécaniques, fatigue, endommagement", Cours pour l'Institut pour la Promotion des Sciences de l'Ingénieur, 1998.

J. Denape, "Aspect thermique du frottement", Cours de 3ème année "Endommagement en tribologie" de l'Ecole Centrale de Lyon, 2000.

B. V. Derjaguin, "The mechanism of boundary lubrication and the properties of the lubricating film", *Wear*, **1**, pp 277-289, 1957.

C. Deutsch, "Dynamique des véhicules routiers", Organisme National de Sécurité Routière, Arcueil, Fr, 1975.

W. P. Dong, P. J. Sullivan et K. J. Stout, "Comprehensive study of parameters for characterizing three-dimensional surface topography - I : Some inherent properties of parameter variation", *Wear*, **159**, pp 161-171, 1992.

A. K. Doolittle, *Journal of Applied Physics*, pp 1471, 1951.

M. Dragon-Louiset, "Contribution à une approche théorique de la mécanique de l'usure", Ecole Polytechnique, Mécanique, N° d'ordre 00 EPXX 0031 (thèse), 2000.

R. C. Drutowski, "Contact elasticity of seal elastomers", *Journal of Lubrication Technology*, **April**, pp 478-483, 1968.

A. Einstein, *A. Ann. Physik (Leipzig)*, **19**, pp 289, 1906.

S. Fouvry, "Etude quantitative des dégradations en fretting", Ecole Centrale de Lyon, Mécanique, N° d'ordre 97-04 (thèse), 1997.

F. M. Fowkes, *J. Phys. Chem.*, **66**, pp 382, 1962.

Y. Fukahori et H. Yamazaki, "Mechanism of rubber abrasion. Part 2. General rule in abrasion pattern formation in rubber-like materials", *Wear*, **178**, pp 109-116, 1994.

A. N. Gent, "A hypothetical mechanism for rubber abrasion", *Rubber Chemistry and Technology*, **62**, (4), pp 750-756, 1989.

A. N. Gent, "Cavitation in rubber : a cautionary tale", *Rubber Chemistry and Technology*, **63**, pp 49 - 53, 1990.

- A. N. Gent et S.-M. Lai, "Interfacial bonding, energy dissipation, and adhesion", *Journal of Polymer Science*, **32**, pp 1543-1555, 1994.
- A. N. Gent et C. T. R. Pulford, "Mechanisms of rubber abrasion", *Journal of Applied Polymer Science*, **28**, pp 943-960, 1983.
- A. N. Gent et C. T. R. Pulford, "Micromechanics of fracture in elastomers", *Journal of Materials Science*, **19**, pp 3612-3619, 1984.
- J.-M. Georges, "Frottement, usure et lubrification", Editions Eyrolles / CNRS Editions, Paris, France, 2000.
- O. Goncalves, "Mesure de la dispersion des agglomérats dans un mélange", Université Pierre et Marie Curie, Ecole Supérieure des Industries du Caoutchouc et Manufacture Française des Pneumatiques Michelin, Stage DESS, 1999.
- J. A. Greenwood et J. H. Tripp, "The elastic contact of rough sphere", *Journal of Applied Mechanics*, **34**, (1), pp 153-159, 1967.
- J. A. Greenwood et J. B. P. Williamson, "Contact of nominally flat surfaces", *Proc. R. Soc. Lond.*, **A295**, pp 300-318, 1966.
- K. A. Grosch, "The relation between the friction and visco-elastic properties of rubber", *Proc. R. Soc. Lond.*, **A332**, pp 21-39, 1971.
- K. A. Grosch et A. Schallamach, "Relation between abrasion and strength of rubber", *Rubber Chemistry and Technology*, **39**, pp 287-305, 1966.
- K. A. Grosch et A. Schallamach, "The load dependence of laboratory abrasion and tyre wear", *Kautschuk und Gummi*, **22**, (6), pp 288-292, 1969.
- Y. H. Guo et J. Padovan, "Moving template analysis of crack growth - II. Multiple crack extension and benchmarking", *Engineering Fracture Mechanics*, **48**, (3), pp 427-444, 1993.
- P. K. Gupta et J. A. Walowit, "Contact stresses between an elastic cylinder and a layered elastic solid", *Journal of Lubrication Technology*, **April**, pp 250-257, 1974.
- E. Guth, *J. Appl. Phys.*, **16**, pp 20, 1945.
- E. Guth et O. Gold, *Phys. Rev.*, **53**, pp 322, 1938.
- G. M. Hamilton, "Explicit equations for the stresses beneath a sliding spherical contact", *Proc. Instn. Mech. Engrs*, **197**, (C), pp 53-59, 1983.
- G. Heinrich, "Hysteresis friction of sliding rubbers on rough and fractal surfaces", *Rubber Chemistry and Technology*, **70**, pp 1-14, 1996.
- I. M. Hutchings, "Tribology : Friction and wear of engineering materials", Londres, G.B., 1992.
- T. Iwai et Y. Uchiyama, "Variations of rubber friction in the course of pattern abrasions - Relationships between ridge deformations and frictional force", 2000.
- V. Jardret, "Apport des techniques sclérométriques à la caractérisation des propriétés mécaniques des surfaces", Ecole Centrale de Lyon, Mécanique, N° d'ordre 96-09 (thèse), 1996.

- K. L. Johnson, "Contact mechanics", Cambridge University Press, Cambridge, G.B., 1994.
- Y. Ju et L. Zheng, "A full numerical solution for the elastic contact of three-dimensional real rough surfaces", *Wear*, **157**, pp 151-161, 1992.
- K. Kendall, "Agglomerate strength", *Powder Metallurgy*, **31**, (1), pp 28-31, 1988.
- K. Kendall, N. M. Alford, W. J. Clegg et J. D. Birchall, "Flocculation clustering and weakness of ceramics", *Nature*, **339**, (11 mai), pp 130-132, 1989.
- Y. S. Kim, H. S. Byun, S. Kim et A. N. Gent, "Abrasion of selected rubber compounds with a DIN abrader", *Korea Polymer Journal*, **7**, (2), pp 116-123, 1999.
- K. Komvopoulos et D. H. Choi, "Elastic finite element analysis of multi-asperity contacts", *Journal of Tribology*, **114**, (4), pp 823-831, 1992.
- I. V. Kragel'skii et E. F. Nepomnyashchii, "Fatigue wear under elastic contact conditions", *Wear*, **8**, pp 303-319, 1965.
- J.-L. Leblanc, "A molecular explanation for the origin of bound rubber in carbon black filled rubber compound", *Journal of Applied Polymer Science*, **66**, pp 2257-2268, 1997.
- J.-L. Leblanc, "Rubber-filler interactions and rheological properties in filled compounds", *Prog. Polym. Sci.*, **27**, pp 627-687, 2002.
- O. Le Maître, M. Süßner et C. Zarak, "Evaluation of tire wear performance", *Developments in tire, wheel, steering, and suspension technology (SP-1338)*, The Engineering Society for Advancing Mobility Land Sea Air and Space International, Warrendale, E.U., 1998.
- Leeds-Lyon, *The third body concept : interpretation of tribological phenomena*, Elsevier, Amsterdam, P.B., Tribology Series, (31), 1995.
- D. R. Lide, "Handbook of Chemistry and Physics", C.R.C. Press, 1992.
- J.-L. Loubet, J. M. Georges, O. Marchesini et G. Meille, "Vickers indentation Curves of Magnesium Oxide (MgO)", *Journal of Tribology*, (106), pp 43-48, 1984.
- E. Mc Ewen, "Stresses in elastic cylinders in contact along a generatrix", *Philosophical Magazine*, **40**, pp 454-459, 1949.
- J. E. Mark, "Physical properties of polymers handbook", American Institute of Physics, New York, E.U., 1996.
- G. Martin-Borret, "Sur la propagation de fissures dans les élastomères", Ecole Polytechnique, Mécanique, N° d'ordre (thèse), 1998.
- D. Maugis, "Contact, adhesion and rupture of elastic solids", Berlin, 1999.
- D. Mazuyer, "La force de frottement limite", Ecole Centrale de Lyon, Mécanique, N° d'ordre ECL 89.005 (thèse), 1989.
- A. I. Medalia, "Effect of carbon black on ultimate properties of rubber vulcanizates", *Rubber Chemistry and Technology*, **60**, pp 45-61, 1986.

- D. J. Meier, "Molecular basis of transition and relaxations", Gordon and Breach Science Publishers, 1978.
- P. Meijers, "The contact problem of a rigid cylinder on an elastic layer", Applied Science Research, **18**, pp 353, 1968.
- B. D. Mindlin et H. Deresiewicz, "Elastic spheres in contact under varying oblique forces", Journal of Applied Mechanics, **September**, pp 327-344, 1953.
- K. Mitsuhashi, "Test method and equipment for abrasion and friction of rubber", International Polymer Science and Technology, **16**, (2), pp 31-48, 1989.
- D. F. Moore, "The friction and lubrication of elastomers", Pergamon Press, Oxford, G.B., 1972.
- R. Mougnot, "Crack formation beneath sliding spherical punches", Journal of Materials Science, **22**, (3), pp 989-1000, 1987.
- R. Mougnot et D. Maugis, "Fracture indentation beneath flat and spherical punches", Journal of Materials Science, **20**, pp 4354-4376, 1985.
- L. Mullins, "Effet of stretching on the properties of rubber", Journal of Rubber Research, **16**, pp 275-289, 1947.
- L. Mullins, "Softening of rubber by deformation", Rubber Chemistry and Technology, **42**, pp 339-362, 1969.
- L. Mullins et N. Tobin, "Theoretical model for the elastic behavior of filler-reinforced vulcanized rubbers", Rubber Chemistry and Technology, **30**, pp 551-571, 1957.
- L. Odoni, "Propriétés mécaniques et effets d'échelle", Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes, Mécanique, N° d'ordre 1999/17 (thèse), 1998.
- J. Padovan et Y. H. Guo, "Moving template analysis of crack growth - I. Procedure development", Engineering Fracture Mechanics, **48**, (3), pp 405-425, 1994.
- A. R. Payne, "The dynamic properties of carbon black-loaded natural rubber vulcanizates. Part I", Journal of Applied Polymer Science, **6**, (19), pp 57-63, 1962.
- A. R. Payne, "A note on the existence of a yield point in the dynamic modulus of loaded vulcanisates", Journal of Applied Polymer Science, **3**, pp 127, 1965.
- B. N. J. Persson et E. Tosatti, "Qualitative theory of rubber friction and wear", Journal of Chemical Physics, **112**, (4), pp 2021-2029, 2000.
- J. B. Pethica, R. Hutchings et W. C. Oliver, Philosophical Magazine, **A48**, (4), pp 593-606, 1983.
- R.-M. Pradeilles-Duval, "Evolution de systèmes avec surfaces de discontinuités mobiles : Application au délaminage", Ecole Polytechnique, Mécanique, N° d'ordre 279/1992 (thèse), 1992.
- C. T. R. Pulford, "Failure of rubber by abrasion", Rubber Chemistry and Technology, **58**, pp 653-661, 1984.
- E. Rabinowicz, "Friction and Wear of Materials", John Wiley and Sons, New York, 1966.

- E. Rabinowicz, "Friction, Wear and Lubrication", Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, E.U., 1974.
- R. Ramakrishnan et J. A. Donovan, "The effect of abrading surfaces on the wear of rubber tread compounds", *Rubber Chemistry and Technology*, **68**, pp 609-622, 1995.
- M. Razzaghi-Kashani et J. Padovan, "Simulation of surface flaw propagation associated with the mechanical fatigue wear of elastomers", *Rubber Chemistry and Technology*, **71**, pp 214-233, 1998.
- B. E. Read, "Influence of stress state and temperature secondary relaxations in polymeric glasses", *Polymer*, **22**, pp 1580-1586, 1981.
- M. M. Reznikovskii et G. I. Brodskii, "Abrasion of rubber", Maclaren Palmerton, 1967.
- A. D. Roberts, "Rubber adhesion at high rolling speeds", *J. nat. Rubb. Res.*, **3**, (4), pp 239 - 260, 1988.
- P. Roch, "Rubber tribology and tyre traction", The international rubber conference 2001, IOM Communication Ltd, pp 670, 2001.
- A. Schallamach, "Abrasion of rubber by a needle", *Journal of Polymer Science*, **9**, (5), pp 385-404, 1952.
- A. Schallamach, "The velocity and temperature dependence of rubber friction", *Proc. R. Soc. Lond.*, pp 386-392, 1952.
- A. Schallamach, "Abrasion pattern on rubber", *Transaction I.R.I.*, **28**, 1952.
- A. Schallamach, "On the abrasion of rubber", *Proc. Phys. Soc.*, **67B**, pp 883-891, 1954.
- A. Schallamach, "Friction and abrasion of rubber", *Wear*, **1**, pp 384-416, 1957.
- A. Schallamach, "Abrasion of rubber. II", *Gummi, Asbest Kunststoffe*, **9**, (1), pp 63-67, 1978.
- G. W. Stachowiak et A. W. Batchelor, "Engineering tribologie", Elsevier, 1993.
- G. W. Stachowiak et A. W. Batchelor, "Engineering Tribology", Butterworth-Heinemann, Woburn, E.U., 2001.
- H. M. Stanley et T. Kato, "An FFT-based method for rough surface contact", *Journal of Tribology*, **119**, pp 481-485, 1997.
- T. A. Stolarski, "A probabilistic approach to wear prediction", *J Phys. D. : Appl. Phys.*, **24**, pp 1143-1149, 1990.
- K. J. Stout, P. J. Sullivan, W. P. Dong, E. Mainsah, N. Luo, T. Mathia et H. Zahouani, "The development of methods for the characterisation of roughness in 3 dimensions", European Community, 1993.
- N. P. Suh, "The delamination theory of wear", *Wear*, **25**, pp 111-124, 1973.
- D. Tabor, *Proc. R. Soc. Lond.*, **192**, pp 242-274, 1948.
- P. Thirion, "Caractères spécifiques du frottement du caoutchouc sur les solides", Institut Français du caoutchouc (I.F.C.), 1973.

- P. Thirion, "Le frottement du caoutchouc et la glissante des pneumatiques d'automobiles et d'avions", Institut Français du Caoutchouc (I.F.C.), 1973.
- P. Thirion et R. Chasset, "Le frottement du caoutchouc", Institut Français du Caoutchouc (I.F.C.), 1964.
- A. G. Thomas, "Rupture of rubber II : The strain concentration at an incision", Journal of Polymer Science, **18**, pp 177-188, 1955.
- A. G. Thomas, "Factors influencing the strength of rubbers", Rubber Chemistry and Technology, **48**, pp 902-912, 1975.
- L. R. G. Treloar, "The physics of rubber elasticity", Clarendon Press, Oxford, G.B., 1975.
- J.-P. Trotignon, J. Verdu, A. Dobraczynski et M. Piperaud, "Matières plastiques : structures-propriétés, mise en oeuvre, normalisation", Nathan/Afnor, Paris, 1998.
- Y. Uchiyama, "Wear of rubber through roll formation", International Polymer Science and Technology, **12**, (6), pp 51-62, 1985.
- Y. Uchiyama et Y. Ishino, "Pattern abrasion mechanism of rubber", Wear, **158**, pp 141-155, 1992.
- A. G. Veith, "A review of important factors affecting treadwear", Rubber Chemistry and Technology, **65**, pp 601-659, 1991.
- M.-J. Wang, "Effect of polymer-filled and filler-filler interactions on dynamic properties of filled vulcanizates", Rubber Chemistry and Technology, **71**, pp 520-589, 1997.
- M. L. Williams, R. F. Landel et J. F. Ferry, "The temperature dependance of relaxation mechanisms in amorphous polymers and other glass-forming liquids", J. Am. Chem. Soc., **77**, pp 3701-3707, 1955.
- S. W. Zhang, "Mechanisms of rubber abrasion in unsteady state", Rubber Chemistry and Technology, **57**, (4), pp 755-768, 1984.

AUTORISATION DE SOUTENANCE

Vu les dispositions de l'arrêté du 25 avril 2002,

Vu la demande des Directeurs de Thèse

Messieurs J.L. LOUBET, H. ZAHOUANI et D. MAZUYER

et les rapports de

Monsieur C. CRETON
Directeur de Recherche CNRS - ESPCI - Service Physico-Chimie Structurale et Macromoléculaire -
10, rue Vauquelin - 75005 PARIS

et de

Monsieur C. STOLZ
Directeur de Recherche CNRS - Ecole Polytechnique - Laboratoire de Mécanique des Solides -
91128 PALAISEAU Cedex

Monsieur PETITET Gilles

est autorisé à soutenir une thèse pour l'obtention du grade de **DOCTEUR**

Ecole doctorale MECANIQUE, ENERGETIQUE, GENIE CIVIL et ACOUSTIQUE (MEGA)

Fait à Ecully, le 24 janvier 2003

P/Le Directeur de l'E.C.L.
Le Directeur des Etudes



F. LEBOEUF

Résumé

Sur pneumatique, dans des conditions douces d'utilisation, il apparaît sur la bande de roulement des faciès d'usure de type "cratère" d'une centaine de micromètres de diamètre et d'environ dix micromètres de profondeur.

Ce travail de thèse a consisté à recréer et étudier sur un tribomètre analytique ce faciès d'usure sur des élastomères chargés réticulés afin d'en expliquer le mécanisme de formation. Des grandeurs telles que la rugosité, les propriétés mécaniques de surface, le facteur de frottement et la perte de masse ont été étudiées.

L'étude a finalement révélé que les cratères sont générés par la plastification d'hétérogénéités constituées de charges mal dispersées, les agglomérats, lorsque les efforts dépassent leur seuil de plasticité.

La perte de masse observée pour les surfaces présentant des cratères n'est donc pas due à ces derniers. Ce sont des micro-rides, créées à une échelle inférieure, qui provoquent l'essentiel de la perte de matière.

Mots clefs : tribologie, pneumatique, caoutchouc, élastomère chargé réticulé, frottement, usure, rugosité, nano-indentation, faciès d'usure, agglomérat, hétérogénéité.

Abstract

On the rubber tread of tyres, wear patterns, called craters appear in soft conditions. Their diameters are a hundred micrometers and their depth around a ten micrometers.

The goal of the thesis has been to re-create and to study on an analytical tribometer these wear patterns on rubber filled compounds in order to explain their mechanisms of formation. Parameters such as rugosity, surface mechanical properties, coefficient of friction and loss of weight have been studied.

This study has shown that craters are due to the plastification of heterogeneities made of fillers badly dispersed, the agglomerates, when the plasticity threshold is exceeded by the strains.

As a consequence, the loss of weight observed on surfaces with craters is not due to the presence of these craters. Micro-ridges, created on a lower scale, cause most of the loss of material.

Keywords : tribology, tyre, rubber, rubber filled compound, friction, wear, rugosity, nano-indentation, wear pattern, agglomerate, heterogeneity.