



**HAL**  
open science

# Simulation expérimentale de l'usure du contact aube-disque de compresseur sous sollicitations de fretting

Caroline Mary

► **To cite this version:**

Caroline Mary. Simulation expérimentale de l'usure du contact aube-disque de compresseur sous sollicitations de fretting. Autre. Ecole Centrale de Lyon, 2009. Français. NNT : 2009ECDL0018 . tel-01017181

**HAL Id: tel-01017181**

**<https://theses.hal.science/tel-01017181>**

Submitted on 15 Sep 2014

**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 **Matériaux**

par

**Caroline MARY**

Ingénieur Centrale Nantes

---

**SIMULATION EXPERIMENTALE DE L'USURE  
DU CONTACT AUBE/DISQUE DE COMPRESSEUR  
SOUS SOLlicitATIONS DE FRETting**

---

Soutenue le 25 Septembre 2009  
devant la commission d'examen composée de MM.

DENAPE Jean	ENI Tarbes	Rapporteur
FOUVRY Siegfried	Ecole Centrale Lyon	Directeur de Thèse
MARTIN Jean-Michel	Ecole Centrale Lyon	Directeur de Thèse
MISHLER Stefano	EPF Lausanne	Rapporteur
RAHMALO Amilcar	Universidade de Coimbra	Membre du Jury
RUIZ-SABARIEGO Juan-Antonio	SNECMA	Membre du Jury
VINCENT Léo	Ecole Centrale Lyon	Président du Jury





# Remerciements

L'étude présentée dans ce manuscrit est le fruit de la collaboration entre le laboratoire de Tribologie et de Dynamique des Systèmes et la Division Matériaux et Procédés de Snecma dans le cadre d'une bourse CIFRE. Je remercie chaleureusement Philippe KAPSA et Denis MAZUYER, qui ont dirigé successivement le LTDS et qui m'ont accueillie au sein de leur laboratoire pendant ces trois années passionnantes. Ma reconnaissance va également aux membres du jury pour l'attention qu'ils ont portée à mon travail et pour les échanges scientifiques fructueux qui en ont découlé avant et après la soutenance.

Je souhaite remercier SNECMA pour m'avoir donné l'opportunité de travailler sur un sujet si riche et motivant. Un grand merci en particulier à Stéphane DEYBER et Bénédicte BONNET qui m'ont accordé leur confiance dès le départ et à Juan-Antonio RUIZ-SABARIEGO qui a su reprendre le suivi de l'étude. Tous m'ont permis, tout au long de la thèse, de garder en tête les objectifs industriels et m'ont apporté un solide accompagnement industriel. Mention spéciale à Nathalie SERRES qui a suivi la thèse dans son intégralité et a toujours su m'apporter échantillons, réconfort et bonne humeur à chacun de mes passages à Snecma. A Villaroche justement, un remerciement particulier à ceux qui ont eu cœur d'aider la petite thésarde qui venait hanter les bureaux du bâtiment 41 une fois par mois : Claude MONS et Joël DELEAUTRE, pour m'avoir emmené visiter les sites Snecma et m'avoir « malgré eux » convaincue que j'y avais ma place ; Sylvain LORMIER pour le magnifique cadeau qu'il m'a fait en m'offrant l'opportunité d'expertiser un spool de flotte !

J'ai eu le privilège d'être doublement encadrée dans cette thèse. Merci à Siegfried FOUVRY et Jean-Michel MARTIN qui m'ont témoigné une grande confiance durant ces trois années et qui ont su encadrer mes travaux tout en me laissant les conduire à ma façon. Chacun dans son domaine a apporté du crédit à mon travail et a su mettre à ma disposition tous les moyens expérimentaux et les compétences dont j'avais besoin. La partie expérimentale notamment n'aurait pas pu aboutir sans l'ingéniosité et la disponibilité de Krzysztof KUBIAK et Jean-Michel VERNET qui m'ont aidé à la mise en place du montage de fretting et dont l'humour m'a aidé à surmonter les incontournables galères expérimentales. La partie tribochimique de ce travail a largement bénéficié du dévouement de Thierry LE MOGNE, qui a su imaginer des manip à l'XPS et au TEC jamais mises en place sur des contacts de ce type. Un grand merci également à Béatrice VACHER qui a eu la patience de m'enseigner le maniement délicat du MET et m'a guidée dans ces longues journées d'observation et d'analyse.

Je remercie très chaleureusement Juliette CAYER-BARRIOZ qui a eu la patience infinie de relire mon manuscrit jusque dans les moindres détails et dont les conseils très avisés m'ont accompagnée jusqu'à la soutenance. Ce regard critique et perfectionniste sur mon travail a vraiment contribué à la qualité du manuscrit et de la soutenance.

Un grand merci aux thésards de la « fretting team » : Tomasz, Pawel, Radoslaw, Rafic, Rémi, Jessica, Marie-Lise, Damien, Julien, Jonathan, Stéphane, Romain... que j'ai eu la chance de côtoyer durant ces trois ans et qui ont su souder l'équipe autour d'un véritable esprit de soutien solidaire. Bien entendu, mention spéciale à Jean qui, en plus d'avoir amené une ambiance festive et musicale dans notre bureau commun, est devenu un ami fidèle dont le soutien a été et demeure inestimable.

Pour terminer ce petit tour du labo, un grand merci à Maxime(s) R & F, Mélanie, Mathieu, Romain, Christine, Johny, Manu, David, Mathilde, Vanessa, Leslie, Cédric, Fabrice, Etienne, Kény, Samuel, Paule, Clothilde, Karim, Pierre-Henry... pour leur amitié, les mots fléchés du 20 minutes, les gouters à la cafét, les innombrables repas de thèse, les tournois de coinche, les repas de Noël, les soirées à la Triche... et tous les autres, thésards, post-docs et permanents du LTDS, qui réussissent année après année ce défi de maintenir une ambiance à la fois chaleureuse et stimulante au sein du laboratoire.

Enfin bien entendu, merci à ma famille, qui m'a toujours apporté un soutien inconditionnel dans cette étape même si ce n'était pas toujours évident de comprendre de quoi il s'agissait. Merci à mes amis et à Guillaume, présents à mes côtés dans les bons moments comme dans les mauvais. Une pensée pour Bertrand HUNEAU et Mohammad JAHAZI, qui ont été mes professeurs successivement à Centrale Nantes et à McGill et qui ont su me donner le goût pour la Science des Matériaux et l'aéronautique.

Pour finir, merci à François-Pierre NINOVE qui m'a soutenue et encouragée de tout son cœur dans la dernière ligne droite, jusqu'à l'impression de ce manuscrit aujourd'hui.

À tous ceux, qui de près ou de loin, ont croisé mon chemin et me l'ont rendu encore plus agréable : MERCI !

# Table des Matières

<b>REMERCIEMENTS .....</b>	<b>III</b>
<b>INTRODUCTION GENERALE .....</b>	<b>1</b>
<b>CHAPITRE 1 POSITIONNEMENT INDUSTRIEL ET SCIENTIFIQUE.....</b>	<b>3</b>
<b>1.1 Contexte industriel.....</b>	<b>5</b>
1.1.1 Le fretting dans les turboréacteurs aéronautiques .....	5
1.1.2 Le contact aube/disque de compresseur HP .....	6
1.1.3 Objectifs industriels.....	15
<b>1.2 Contexte scientifique .....</b>	<b>16</b>
1.2.1 Le fretting.....	16
1.2.2 Endommagements induits par fretting.....	21
1.2.3 Comportement des revêtements et lubrifiants .....	33
1.2.4 Objectifs scientifiques.....	35
<b>1.3 Positionnement du sujet .....</b>	<b>36</b>
1.3.1 Etat de l'art sur les contacts aube/disque .....	36
1.3.2 Conclusions .....	37
<b>CHAPITRE 2 DEMARCHE DE LA THESE .....</b>	<b>39</b>
<b>2.1 Analyse fine du système industriel .....</b>	<b>41</b>
2.1.1 Etude des sollicitations imposées au système.....	41
2.1.2 Expertises de pièces moteur endommagées .....	44
2.1.3 Conclusion sur l'analyse du système industriel.....	53
<b>2.2 Détermination des conditions expérimentales .....</b>	<b>54</b>
2.2.1 Choix du type de sollicitation et de la géométrie de contact .....	54
2.2.2 Modélisation de l'essai de fretting.....	55
2.2.3 Détermination de la géométrie et des paramètres d'essais.....	57
<b>2.3 Présentation du dispositif expérimental.....</b>	<b>58</b>
2.3.1 Montage de fretting wear .....	59
2.3.2 Protocole expérimental.....	61
2.3.3 Traitement des données et analyses des échantillons.....	62
<b>2.4 Conclusion .....</b>	<b>63</b>
<b>CHAPITRE 3 COMPORTEMENT TRIBOLOGIQUE DU SYSTEME.....</b>	<b>65</b>
<b>3.1 Identification des réponses tribologiques du système dans le domaine étudié .....</b>	<b>67</b>
3.1.1 Identification des conditions de glissement.....	67
3.1.2 Comportements en Glissement Total .....	72
3.1.3 Synthèse et démarche adoptée .....	75
<b>3.2 Comportement du système sous fortes charges.....</b>	<b>75</b>
3.2.1 Identification des comportements tribologiques.....	76
3.2.2 Etudes complémentaires de certains phénomènes observés.....	95
3.2.3 Quantification des endommagements sous fortes charges.....	106
3.2.4 Synthèse sur le comportement sous fortes charges.....	112
<b>3.3 Comportement du système sous faibles charges .....</b>	<b>114</b>
3.3.1 Influence de la force normale sur la réponse en fretting.....	114
3.3.2 Identification des mécanismes d'endommagement .....	115
3.3.3 Quantification des endommagements.....	119

3.3.4 Synthèse sur le comportement sous faibles charges .....	120
<b>3.4 Conclusions.....</b>	<b>121</b>

## **CHAPITRE 4 ETUDE PHYSICO-CHIMIQUE DES ENDOMMAGEMENTS ..... 123**

<b>4.1 Analyses de la transformation tribologique du titane .....</b>	<b>125</b>
4.1.1 Observations microscopiques .....	125
4.1.2 Analyses structurales .....	127
4.1.3 Analyses de surface.....	129
4.1.4 Analyses en profondeur.....	135
4.1.5 Analyses des débris d'usure .....	139
4.1.6 Synthèse des observations et analyses effectuées .....	140
<b>4.2 Mécanismes et conditions de formation de la TTS .....</b>	<b>141</b>
4.2.1 Influence du revêtement .....	141
4.2.2 Influence de la température .....	142
4.2.3 Influence de la force normale.....	142
4.2.4 Influence de l'amplitude de débattement.....	147
4.2.5 Synthèse et discussion sur les conditions de formation .....	148
<b>4.3 Essais de frottement en environnement contrôlé.....</b>	<b>150</b>
4.3.1 Protocole expérimental.....	151
4.3.2 Etudes successives de l'influence des différents paramètres .....	153
4.3.3 Synthèse de la campagne d'essais.....	159
<b>4.4 Conclusion sur la physico-chimie des endommagements .....</b>	<b>160</b>

## **CHAPITRE 5 REPONSE AU PROBLEME INDUSTRIEL ET PERSPECTIVES.. 164**

<b>5.1 Retour au cas industriel .....</b>	<b>166</b>
5.1.1 Analyse physico-chimique des pièces moteur.....	166
5.1.2 Comparaison des endommagements moteur/essais .....	169
5.1.3 Discussion sur l'origine des différences de comportement.....	170
<b>5.2 Amélioration de la représentativité des essais.....</b>	<b>172</b>
5.2.1 Modification des paramètres expérimentaux.....	172
5.2.2 Modification du type de sollicitations imposées .....	175
<b>5.3 Proposition de nouveaux protocoles d'essais.....</b>	<b>180</b>
5.3.1 En conservant le même dispositif expérimental.....	180
5.3.2 Développement d'un nouveau dispositif expérimental.....	181

## **CONCLUSION GENERALE ..... 186**

## **BIBLIOGRAPHIE ..... 188**

## **ANNEXE A TECHNIQUES D'ANALYSE UTILISEES..... A**

## **ANNEXE B NOTIONS DE COMPLAISANCE DE MONTAGE ..... E**

## **ANNEXE C PUBLICATIONS ET CONFERENCES ..... G**

# Notations

$\alpha$	Coefficient énergétique d'usure ( $\text{mm}^3\cdot\text{J}^{-1}$ )
$\alpha_s$	Coefficient énergétique réduit d'usure ( $\text{mm}^3\cdot(\text{J}\cdot\text{mm})^{-1}$ )
$\delta$	Déplacement relatif ( $\mu\text{m}$ )
$\delta_0$	Glissement relatif entre les deux pièces $\sim$ ouverture du cycle de fretting ( $\mu\text{m}$ )
$\delta^*$	Débattement imposé ( $\mu\text{m}$ )
$\delta_t$	Débattement imposé à la transition ( $\mu\text{m}$ )
$\mu_{\text{lub}}$	Coefficient de frottement en phase lubrifiée
$\mu_{\text{stab}}$	Coefficient de frottement en régime stabilisé
$\mu_t$	Coefficient de frottement à la transition
$a$	Demi-largeur de contact (mm)
$C_c$	Complaisance de contact ( $\mu\text{m}/\text{N}$ )
$C_s$	Complaisance du système (du montage) ( $\mu\text{m}/\text{N}$ )
$C_t$	Complaisance totale du cycle de fretting ( $\mu\text{m}/\text{N}$ )
$dEd$	Densité d'énergie dissipée ( $\text{J}\cdot\text{mm}^{-2}$ )
$E$	Module d'Young (MPa)
$Ed$	Energie dissipée (J)
$Eds$	Energie dissipée réduite ( $\text{J}\cdot\text{mm}$ )
$F_n$	Force normale (N)
$g$	indique que l'échantillon est grenailé
$h$	Profondeur d'usure ( $\mu\text{m}$ )
$K$	Facteur d'Archard ( $\text{mm}^3\cdot(\text{N}\cdot\text{m})^{-1}$ )
$N_c$	Nombre de cycles
$N_{\text{lub}}$	Nombre de cycle du plateau lubrifié
$p(x,y)$	Pression locale au point de coordonnées $(x,y)$
$P$	Pression de contact (MPa)
$P_{\text{moy}}$	Pression de contact moyenne (MPa)
$P_{\text{max}}$	Pression de contact maximale (MPa)
$q(x,y)$	Cisaillement local au point de coordonnées $(x,y)$
$Q$	Force tangentielle (N)
$R_a$	Rugosité arithmétique (écart moyen par rapport à la ligne moyenne de la rugosité ( $\mu\text{m}$ ))
$R_c$	Raideur de contact ( $\text{N}/\mu\text{m}$ )
$R_s$	Raideur du système (du montage) ( $\text{N}/\mu\text{m}$ )
$R_t$	Raideur totale du cycle de fretting ( $\text{N}/\mu\text{m}$ )
$T$	Température ( $^{\circ}\text{C}$ )
$V$	Volume d'usure ( $\text{mm}^3$ )
$V_{\text{endom}}$	Volume d'endommagement ( $\text{mm}^3$ )
$V_{\text{transfert}}$	Volume de transfert ( $\text{mm}^3$ )

## Abbréviations et acronymes

BSE	<i>Back Scattering Electron</i> , électrons rétrodiffusés
CCHC	Cartouches Chauffantes Hautes Charges
COF	Coefficient de frottement
DRX	Diffraction aux Rayons X
DDV	Durée De Vie
EDX	<i>Energy Dispersive X-Ray spectrometer</i> , spectromètre sélectif en énergie de rayons X

FEG	<i>Field Emission Gun</i> , canon à émission de champ
FIB	<i>Focused Ion Beam</i> , faisceau d'ion focalisé
GP	Condition de Glissement Partiel
GT	Condition de Glissement Total
JCPDS	<i>International Centre for Diffraction Data</i>
MEB	Microscope Electronique à Balayage
RGP	Régime de Glissement Partiel
RGM	Régime de Glissement Mixte
RGT	Régime de Glissement Total
SE	<i>Secondary Electron</i> , électrons secondaires
US	Ultrasons (Nettoyage par ultrasons dans un bac)
XPS	<i>X-Ray Photoelectron Spectroscopy</i> , spectroscopie de photoélectrons

# INTRODUCTION GENERALE

Fruit d'un partenariat\*, entre le Laboratoire de Tribologie et de Dynamique des Systèmes (LTDS) et Snecma, société du groupe SAFRAN spécialisée dans la propulsion aéronautique et spatiale, ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre d'une importante recherche mise en place pour étudier les phénomènes d'usure dans les contacts aube/disque des moteurs aéronautiques soumis au fretting ; c'est-à-dire à l'action couplée d'efforts normaux et tangentiels cycliques de faible amplitude entre deux surfaces en contact. Les enjeux pour Snecma résident dans la capacité à simuler expérimentalement les endommagements du moteur afin de pouvoir prédire les comportements et notamment la durée de vie des pièces.

Face à la complexité d'un tel système industriel, la tribologie, science consacrée à l'étude des contacts, de la lubrification, du frottement et de l'usure, permet une approche scientifique essentielle à la compréhension et à la formalisation des phénomènes. S'appuyant sur la forte pluridisciplinarité inhérente à la tribologie, cette étude propose de faire appel à la fois à la mécanique du contact, à la science des matériaux et à la physico-chimie des surfaces pour aborder cette problématique industrielle.

Le contact aube/disque de compresseur est un système tribologique riche dans lequel les chargements normaux et tangentiels évoluent de façon couplée, en température, et génèrent des endommagements importants sur de larges surfaces constituées de matériaux revêtus et lubrifiés. La richesse de ce système permet de relayer des questions scientifiques encore mal appréhendées voire inabordées telles que le comportement d'un contact de grande dimension, les phénomènes de transformation tribologique pour les alliages de titane, le rôle de l'environnement en fretting, l'influence de la température, la prise en compte de dynamiques de chargement complexes...

Pour répondre à la fois à ces objectifs industriels et scientifiques, une approche originale, couplant la mécanique des matériaux et la physico-chimie des surfaces, a été adoptée et permet une description qualitative et quantitative des mécanismes d'usure mis en jeu. De plus, une expertise approfondie des sollicitations et endommagements industriels a été conduite afin de proposer des essais de fretting proches des conditions moteur. La comparaison directe des systèmes industriels et de laboratoire permet d'évaluer la représentativité des essais de fretting et de proposer une démarche prédictive.

---

\* sous convention CIFRE



Pour présenter ce travail de thèse, ce manuscrit est organisé de la façon suivante :

- Le **premier chapitre** a pour vocation de positionner le sujet par rapport à son contexte industriel et scientifique et de présenter les objectifs de la thèse. Les matériaux en contact sont notamment décrits et l'état de l'art des connaissances en fretting et en usure permet d'identifier les besoins d'études par rapport au problème posé.
- Le **deuxième chapitre** introduit la démarche qui a été adoptée pour aborder le problème. Y sont notamment détaillés l'analyse fine du système industriel en termes de sollicitations et d'endommagement, le choix du dispositif expérimental et des paramètres d'essais ainsi le protocole expérimental.
- Le **troisième chapitre** propose une identification des réponses tribologiques du système en fonction des paramètres de sollicitations. La compréhension des phénomènes de dégradation mis en jeu permet notamment de formaliser les cinétiques d'usure.
- Le **quatrième chapitre** apporte une vision complémentaire aux mécanismes identifiés par le biais d'analyses physico-chimiques. La compréhension des mécanismes de transformation tribologique en fretting et du rôle joué par les gaz environnementaux est notamment améliorée.
- Le **dernier chapitre** met en regard les expertises effectuées sur pièces moteur et les endommagements sur échantillons expérimentaux afin d'évaluer la représentativité des essais et conduit à proposer de nouveaux protocoles expérimentaux tenant compte notamment de la dynamique de chargement.

## Chapitre 1

# Positionnement industriel et scientifique

Le fretting est un phénomène fréquemment observé dans l'aéronautique, en particulier dans les turboréacteurs où la rotation des pièces ainsi que les vibrations hautes fréquences engendrées par les effets aérodynamiques génèrent des microdéplacements au niveau de certaines interfaces de contact. Cette étude se focalise sur les mécanismes tribologiques intervenant au niveau des interfaces aube/disque du Compresseur Haute Pression (CoHP) d'un turboréacteur civil, le GE90.

Tout d'abord, afin de bien comprendre les enjeux industriels qui ont motivé le lancement de cette thèse, on présentera brièvement le principe de fonctionnement d'un turboréacteur, les matériaux utilisés, les endommagements observés en vol et les enjeux liés aux problèmes de fretting. Dans un deuxième temps, le contexte scientifique du sujet sera développé et après un rappel théorique sur le fretting et ses principales caractéristiques, les types d'endommagements induits seront différenciés. Les études sur l'usure étant nombreuses, seront présentées uniquement les principales approches qualitatives et quantitatives qui semblent pertinentes par rapport à notre problématique. Enfin, un rapide état de l'art des recherches précédentes sur les contacts aube/disque permettra de positionner notre sujet et l'originalité de notre démarche par rapport aux résultats publiés à l'heure actuelle par la communauté scientifique.

## Plan du Chapitre 1

---

<b>1.1</b>	<b>Contexte industriel.....</b>	<b>5</b>
1.1.1	Le fretting dans les turboréacteurs aéronautiques .....	5
1.1.2	Le contact aube/disque de compresseur HP .....	6
1.1.2.1	<i>Géométrie et sollicitations.....</i>	<i>6</i>
1.1.2.2	<i>Matériaux et procédés.....</i>	<i>8</i>
1.1.2.3	<i>Endommagements observés en flotte.....</i>	<i>14</i>
1.1.3	Objectifs industriels.....	15
<b>1.2</b>	<b>Contexte scientifique .....</b>	<b>16</b>
1.2.1	Le fretting.....	16
1.2.1.1	<i>Définition et conditions de glissement.....</i>	<i>16</i>
1.2.1.2	<i>Régimes de glissement et cartes de fretting.....</i>	<i>19</i>
1.2.2	Endommagements induits par fretting.....	21
1.2.2.1	<i>Description qualitative de l'usure.....</i>	<i>22</i>
1.2.2.2	<i>Description quantitative de l'usure .....</i>	<i>30</i>
1.2.2.3	<i>Modélisation numérique.....</i>	<i>32</i>
1.2.3	Comportement des revêtements et lubrifiants .....	33
1.2.3.1	<i>Comportement du revêtement CuNiIn.....</i>	<i>33</i>
1.2.3.2	<i>Comportement des vernis lubrifiants solides .....</i>	<i>35</i>
1.2.4	Objectifs scientifiques.....	35
<b>1.3</b>	<b>Positionnement du sujet.....</b>	<b>36</b>
1.3.1	Etat de l'art sur les contacts aube/disque .....	36
1.3.2	Conclusions .....	37

---

## 1.1 Contexte industriel

### 1.1.1 Le fretting dans les turboréacteurs aéronautiques

Le GE90, moteur pour lequel a été lancée cette étude, est un turboréacteur civil de forte poussée pour avions gros porteurs développé depuis 1990 dans le cadre d'un programme associant General Electric (GE) (60,5%), Snecma (23,5%), IHI-Japon (9%) et Avio-Italie (7%). Depuis 2004, avec sa version à poussée augmentée, le GE90-115B a accédé au rang du moteur le plus puissant au monde avec une poussée de 489 à 513kN. Mesurant plus de 3m de diamètre pour 7m de longueur, ce moteur équipe toutes les versions des avions bimoteurs long-courriers Boeing 777.

Comme tout turboréacteur « double-corps/double flux », le GE90 est composé des entités suivantes (Figure 1-1) :

- la **Soufflante**, ou *fan*, située à l'entrée du flux d'air et qui sépare celui-ci en flux primaire (I) et flux secondaire (II).
- les **Compresseurs Basse Pression** (CoBP) et **Haute Pression** (CoHP) qui compriment progressivement le flux primaire.
- la **Chambre de Combustion** (CdC) à l'intérieur de laquelle on injecte le carburant au sein du flux.
- les **Turbines Haute Pression** (TuHP) et **Basse Pression** (TuBP) qui, entraînées par l'énergie générée par la détente des gaz de combustion, viennent entraîner en retour respectivement, le Compresseur Haute Pression, et l'ensemble Compresseur Basse Pression et Soufflante.

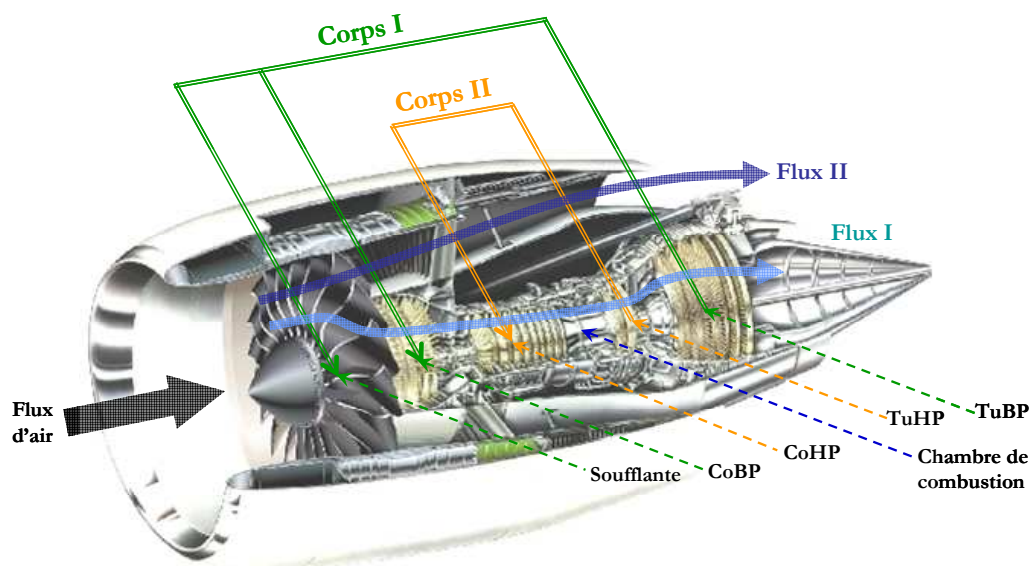


Figure 1-1 : Vue en coupe d'un turboréacteur civil double-corps double-flux: le moteur GE90.

La qualification de "turboréacteur double-flux" provient de la séparation du flux d'air par la soufflante, destinée à réduire le bruit et augmenter la poussée. Compte-tenu des débits relatifs de

ces deux flux, environ 80% de la poussée du réacteur est en effet produit par la soufflante. De plus, le GE90 est qualifié de "double-corps" car composé de deux ensembles mécaniquement indépendants: un premier corps avec la turbine BP qui entraîne la soufflante et le compresseur BP, et un deuxième qui comprend la turbine HP entraînant le compresseur HP. Dans le programme GE90, la société Snecma est responsable notamment des compresseurs BP et HP.

Au sein du moteur, la quasi totalité des interfaces vibrantes sont susceptibles de subir des sollicitations dites de « fretting ». Ce terme désigne les sollicitations associées à des mouvements oscillatoires de faible amplitude entre deux pièces en contact. Suivant la direction et l'amplitude du glissement, différents types d'endommagement peuvent être rencontrés : rayure, écaillage, usure, oxydation préférentielle, grippage, fissuration, formation de débris... Dans le moteur, les endommagements peuvent être observés sur des pièces aussi diverses que les aubes, disques, paliers, roulements, douilles, tambours, joints d'étanchéité ...

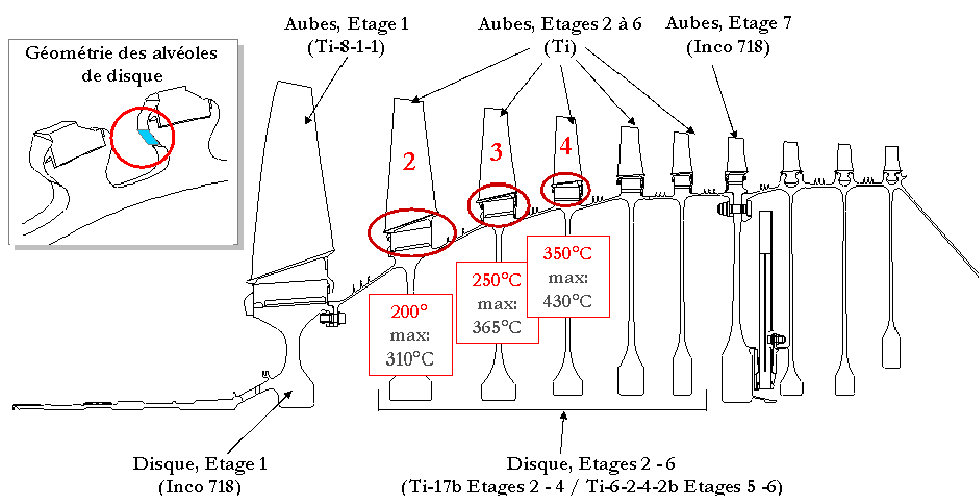
Parmi ces problématiques, celle qui présente l'enjeu le plus important pour Snecma à l'heure actuelle reste l'ensemble des contacts aube/disque, de la soufflante au compresseur HP, pour lesquels les chargements radiaux liés à l'application de la force centrifuge combinés aux vibrations d'origine aérodynamique, induisent des mouvements complexes et des endommagements importants au niveau des portées. Les conséquences peuvent alors aller de la perte de cote, à la perte de fonctionnalité, voire à la rupture des pièces en fatigue. Pour les motoristes, il est essentiel d'acquérir une solide connaissance de l'évolution des contacts soumis au fretting, de prédire les durées de vie des pièces et de rechercher de nouvelles solutions palliatives. Les enjeux sont la garantie de la sécurité et de l'intégrité des composants, l'optimisation de la maintenance et l'innovation technologique.

## **1.1.2 Le contact aube/disque de compresseur HP**

### **1.1.2.1 Géométrie et sollicitations**

La Figure 1-2 présente un schéma du rotor (partie tournante) du compresseur HP du GE90 des étages 1 à 10. Les alliages de titane sont utilisés pour l'ensemble du spool (bloc constitué des disques des étages 2 à 6 du compresseur) et cette étude se concentre sur les étages 2, 3 et 4 pour lesquels les températures en fonctionnement sont comprises entre 200°C à 450°C environ.

Le disque est constitué d'alvéoles dans lesquelles sont insérés librement les pieds des aubes. Lors du fonctionnement du turboréacteur, la rotation de l'axe du moteur induit une force centrifuge qui plaque les aubes contre les alvéoles du disque, le long de surfaces appelées « portées ».



**Figure 1-2 : Vue en coupe du compresseur HP du GE90-115B.**  
**Les températures indiquées correspondent aux températures moyennes et maximales des alvéoles du disque en fonctionnement.**

La Figure 1-3 illustre les sollicitations qui s'exercent au niveau du contact aube/disque. A la force centrifuge engendrée par la rotation du moteur, viennent s'ajouter les oscillations radiales de l'aube dans son logement dues aux vibrations d'origine aérodynamique, ainsi que l'ouverture cyclique des alvéoles associée à la déformation du disque. Ainsi, au cours des différents cycles de chargement du moteur, des efforts normaux et tangentiels sont transmis au niveau des portées et des micro-glissements (« fretting ») sont observés. Deux types de sollicitations imposées aux contacts sont généralement distingués:

- **les sollicitations oligocycliques**, lors du démarrage et de l'arrêt du turboréacteur, qui sont associées à de « grands » déplacements de l'aube dans son alvéole (de 25 à 100 $\mu$ m) à très faible fréquence,
- **les sollicitations polycycliques** qui correspondent à des vibrations induites par des instabilités aérodynamiques à différents moments du vol. Les fréquences supposées de ce type de sollicitations sont de quelques centaines d'Hertz et les amplitudes associées faibles (estimées inférieures à une dizaine de  $\mu$ m).

Cette étude s'intéresse essentiellement aux endommagements de type usure observés au niveau des surfaces des portées ; ceux-ci sont classiquement attribués aux sollicitations oligocycliques. Pour donner un ordre de grandeur des conditions de chargement, on retiendra que les pressions de contact moyennes sont de quelques centaines de MPa (de 100 à 300MPa), les débattements de quelques dizaines de  $\mu$ m (de 25 à 100 $\mu$ m) et les vitesses de quelques de l'ordre du dixième de mm.s<sup>-1</sup>. Cependant, il sera vu par la suite que l'une des grandes difficultés de l'étude réside dans l'estimation des sollicitations réellement appliquées au contact en termes de pression, débattement et fréquence.

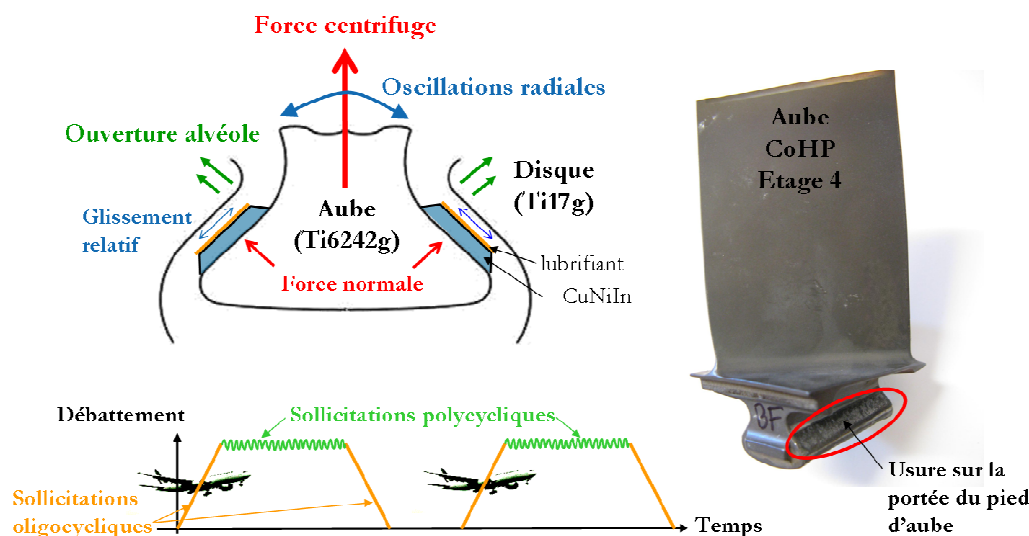


Figure 1-3 : Illustration de la géométrie du contact aube/disque de CoHP et des sollicitations appliquées au cours du vol.

### 1.1.2.2 Matériaux et procédés

Pour les trois étages étudiés, les matériaux utilisés sont les suivants :

- pour le disque : alliage de titane Ti17 grenailé.
- pour les aubes : alliage de titane Ti6242 grenailé recouvert d'un dépôt épais de CuNiIn puis d'un vernis lubrifiant graphitique noté D180.

#### Les alliages de titane : Ti17 et Ti6242

L'intérêt de l'utilisation du titane et de ces alliages dans l'industrie repose sur les deux propriétés essentielles de ces matériaux : une **bonne résistance à la corrosion** due au développement d'une couche protectrice de quelques nanomètres à la surface, constituée majoritairement de  $TiO_2$  et liée au caractère très oxydable du titane, et des **propriétés mécaniques spécifiques élevées** liées à la faible masse volumique du titane ( $4.5g.cm^{-3}$ ). En raison de leur coût élevé, leur utilisation est cependant réservée à des applications spécifiques telles que l'industrie aéronautique et spatiale, chimique et biomédicale.

D'un point de vue métallographique, deux phases d'équilibre peuvent être distinguées pour le titane pur: la phase  $\alpha$  de structure hexagonale compacte (hc) et la phase  $\beta$  de structure cubique centrée (cc). La température de transition entre ces deux états d'équilibre, la température de transus  $\beta$ , est évaluée à  $T_\beta=882.5^\circ C$  pour le titane pur (Figure 1-4). La phase  $\alpha$  possède la particularité d'être pseudo-compacte et de présenter une multitude de plans de glissement ou de maclage, ce qui explique la ductilité relativement importante du titane par rapport aux autres métaux hexagonaux [Combes '99].

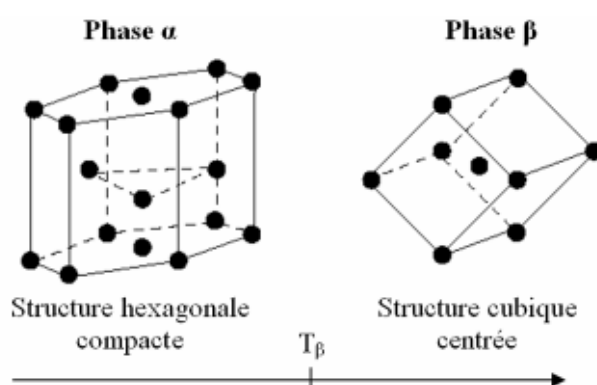


Figure 1-4: Représentation schématique des structures des deux variétés allotropiques stables du titane pur.

Les alliages sont réalisés par addition de différents éléments, classés en fonction de leur influence sur la stabilité de ces deux phases. Peuvent ainsi être distingués :

- les éléments stabilisateurs de la phase  $\alpha$  (Al, O, N, C...) qui augmentent la température de transus  $\beta$  et donc le domaine de stabilité de  $\alpha$ ,
- les éléments stabilisateurs de la phase  $\beta$  (Mo, Fe, Va, Cr, Mn, Si...), en solution solide ou via la formation d'eutectoïdes, qui augmentent le domaine de stabilité de la phase  $\beta$ .
- Les éléments neutres (Sn, Zr) qui n'ont pas d'influence sur le transus  $\beta$

En fonction de leur composition, les alliages de titane sont répartis en trois catégories: les alliages  $\alpha$  ou quasi  $\alpha$ , les alliages  $\alpha+\beta$  et les alliages  $\beta$  ou quasi  $\beta$ . Le Tableau 1-1 donne les compositions respectives du Ti17, utilisé pour le disque de compresseur, et du Ti6242, alliage constituant les aubes.

Tableau 1-1 : Composition massique du Ti17 et du Ti6242 [Donachie '88].

Eléments	Ti	Al	Mo	Cr	Zr	Sn	O	Fe	Si
Ti17	base	5	4	4	1.9	2	0.1		
Ti6242	base	6	2		4	2	0.12	0.25	0.1

Cette composition classe le **Ti17** parmi les **alliages quasi  $\beta$** , avec une température de transus  $\beta$  de 890°C. A l'ambiante, il est biphasé avec 30% de phase  $\beta$  (cc) et 70% de phase  $\alpha$  (hc). En ce qui concerne le **Ti6242**, la proportion relative d'Al et de Mo en fait un **alliage  $\alpha/\beta$**  présentant une température transus  $\beta$ ,  $T_\beta$  de 995°C. A l'ambiante, il présente une structure mixte analogue à celle du très courant TA6V. D'un point de vue mécanique, le Ti17, comme la majorité des quasi  $\beta$ , est caractérisé par une bonne résistance à l'ambiante, une bonne aptitude aux traitements thermiques et une excellente forgeabilité. Le Ti6242, développé spécifiquement pour des applications à hautes températures, présente de bonnes caractéristiques de ténacité et de résistance mécanique jusqu'à 550°C. Le Tableau 1-2 présente quelques propriétés mécaniques à froid des deux alliages considérés. En plus de ces données disponibles dans la littérature, Snecma effectue ses propres essais de caractérisation du comportement de ses alliages, notamment pour évaluer leur tenue en température dans le domaine d'utilisation. Ces données, utilisées lors de cette étude pour interpréter le comportement à chaud des échantillons ne sont pas intégrées à ce manuscrit pour des raisons de confidentialité.



Tableau 1-2 : Propriétés mécaniques du Ti17 et du Ti6242 à 20°C [Boyer '94].

	E (MPa)	Dureté (HV)	R <sub>E</sub> <sup>0.2%</sup> (MPa)	R <sub>m</sub> (MPa)	El (%)	K <sub>1c</sub> (MPa.√m)
Ti17	≈110000	400	1050	1100-1250	8-15	30-80
Ti6242	≈114000	330-400	1000-1100	1100-1200	13-16	30-60

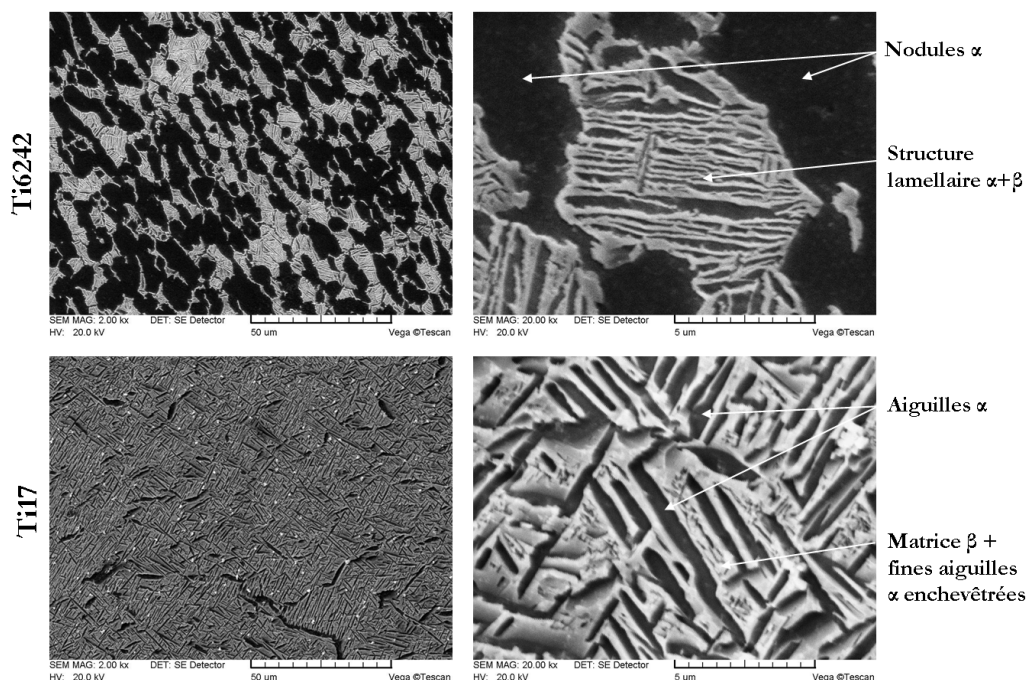


Figure 1-5: Microstructures observées\* sur les aubes de compresseur étage 2 à 4 (Ti6242) et sur le disque de compresseur (Ti17).

Les caractéristiques mécaniques des alliages sont très étroitement liées à leur microstructure et aux différents traitements thermomécaniques qui sont appliqués pour les obtenir. Différentes phases de type  $\alpha$  et  $\beta$  sont distinguées pour décrire la microstructure [Delfosse '05]:

- **Pour la phase  $\alpha$**  : les principales sont la phase alpha primaire qui précipite sous forme de liserés assez épais aux ex-joints de grains  $\beta$  ( $\alpha_{GB}^P$ ); la phase alpha primaire qui précipite sous forme de colonies constituées d'aiguilles parallèles entre elles ( $\alpha_{WGB}^P$ ); la phase alpha primaire intergranulaire de Widmanstätten se présentant sous forme d'aiguilles enchevêtrées ( $\alpha_{WT}^P$ ), et la phase alpha secondaire intergranulaire de Widmanstätten se présentant sous forme d'aiguilles très fines ( $\alpha_{WT}^S$ ). Il existe également la phase  $Ti_3Al$ , apparaissant lors de maintiens prolongés entre 450°C et 700°C ; elle est hexagonale, extrêmement durcissante et très fragilisante,
- **Pour la phase  $\beta$**  :  $\beta_s$ , phase retenue à l'ambiante et stabilisée et  $\beta_m$ , phase métastable, retenue à l'ambiante mais qui évolue en phase  $\alpha$  sous l'effet des traitements thermiques, sont les deux principales structures observées.

Les procédés thermomécaniques appliqués lors de la mise en forme des pièces industrielles consistent en plusieurs passes de forge et de réchauffe dans le domaine  $\alpha/\beta$ , suivies de

\* Images MEB obtenues par coupes transverses attaquées chimiquement au réactif de Keller.

traitements thermiques (trempe et recuit autour de 700°C) [Delfosse '05]. La Figure 1-5 présente des clichés au microscope électronique à balayage de microstructures observées sur pièces industrielles après polissage et attaque chimique au réactif de Keller\*. Le Ti6242 est caractérisé par une structure duplex (ou bimodale), constituée de nodules  $\alpha$  et d'une structure lamellaire  $\alpha/\beta$  tandis que le Ti17 présente une structure équiaxe composée d'aiguilles primaires  $\alpha$  et d'une matrice  $\beta$  enrichie en aiguilles secondaires  $\alpha$ .

### Le grenailage de précontrainte

Le grenailage de précontrainte (ou shot peening), traitement mécanique superficiel fréquemment utilisé dans l'industrie, consiste à soumettre la surface d'une pièce à un "bombardement" contrôlé de particules généralement sphériques.

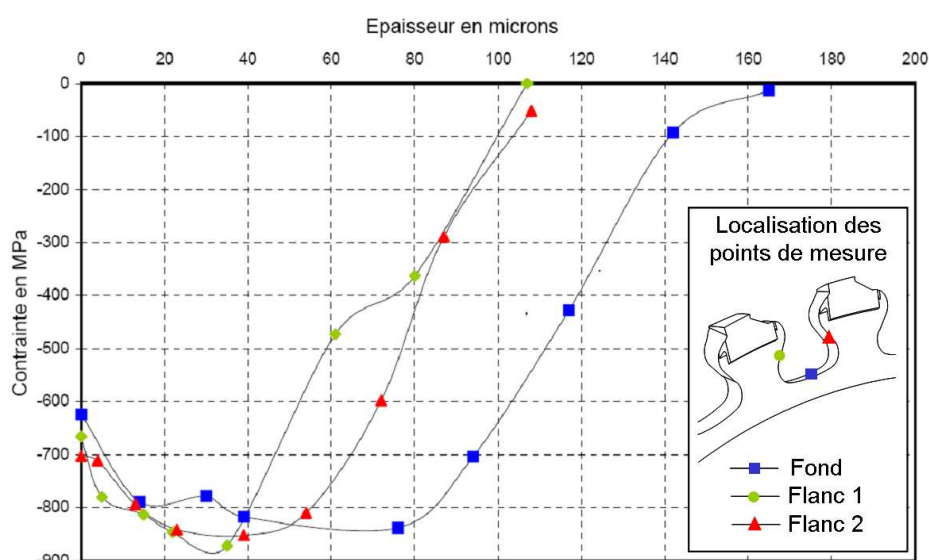


Figure 1-6 : Profil de contraintes résiduelles sur disque de CoHP GE90 en Ti17 (Grenailage BA315F15A par rebond).

Les particules utilisées peuvent être de la grenaille d'acier, des billes de céramique ou de verre... Chaque particule frappe la surface et "imprime" dans le matériau une cupule de déformation plastique plus ou moins profonde selon la nature du matériau grenailé et l'énergie cinétique de la particule. L'action du grenailage est double :

- En surface, il se traduit par la modification de la rugosité et par un fort écrouissage local du matériau qui altère plus ou moins fortement sa capacité de déformation ultérieure et sa dureté;
- En profondeur, il génère un champ de contraintes résiduelles de compression qui constitue l'atout majeur du traitement.

\* Solution aqueuse contenant 1 % d'acide fluorhydrique, 1.5 % d'acide chlorhydrique et 2.5 % d'acide nitrique.

Le grenailage utilisé par Snecma pour les pieds d'aubes et les alvéoles de disques est de type BA315F15A\*. La mesure des contraintes résiduelles induites par le grenailage se fait par Diffraction aux Rayons X (DRX). Le profil présenté Figure 1-6 indique une contrainte superficielle d'environ -700MPa et une contrainte maximale de -800 à -850MPa à 40 $\mu$ m. La profondeur totale affectée est d'environ 110 à 120 $\mu$ m.

### Le revêtement CuNiIn

Après grenailage, un revêtement de CuNiIn d'une épaisseur de 150 $\pm$ 30 $\mu$ m est appliqué sur les portées des pieds d'aube. L'intérêt de ce dépôt réside dans sa dureté relativement faible ( $HV_{0,3,CuNiIn}=174$ ) et sa forte rugosité. Son rôle principal consiste à retenir le vernis de lubrifiant solide qui est déposé ensuite à sa surface. De plus, avec un module d'élasticité faible, il permet une bonne accommodation de l'interface et une réduction des pressions de contact.

D'un point de vue des procédés, la poudre utilisée, composée de grains sphéroïdaux d'alliage de cuivre-nickel-indium dans les proportions (58 $\pm$ 1.8%)-(36,5 $\pm$ 1%)-(5 $\pm$ 0.3%), présente une classe de 45 à 90 $\mu$ m† et une température de fusion estimée à 1150°C. La projection s'effectue par plasma à l'air libre en 6 à 8 passes. Après fabrication, le dépôt est vérifié visuellement et doit présenter un taux de porosités inférieur à 15% (diamètre maximum des pores de 30 $\mu$ m) et un taux de particules infondues inférieur à 15% (diamètre maximum des infondus de 60 $\mu$ m). La dureté Vickers sous 300g doit être supérieure à 120 $HV_{0,3}$  et l'adhérence de la couche sur le substrat supérieure à 25MPa en traction et 41MPa en cisaillement. La rugosité finale du dépôt est fortement augmentée ( $Ra=10\mu$ m) par rapport au substrat en Ti6242 ( $Ra\approx 1\mu$ m).

Pour déterminer les propriétés mécaniques de la couche de CuNiIn plusieurs études ont été menées à l'ambiante et en température. On citera notamment les mesures de nano-indentation instrumentée réalisées au LTDS en 2001 par l'équipe du Professeur Loubet, à la surface et sur la tranche de couches de CuNiIn déposées sur un substrat de TA6V, afin de déterminer la dureté (H), le module d'élasticité (E) ainsi qu'une loi de comportement cinématique linéaire [Pavan '01]. En 2007, de nouveaux essais de nano-indentation ont été réalisés à l'ONERA afin d'étendre la caractérisation à  $T=350^\circ\text{C}$ . On peut noter que, dans le cadre de cette thèse, des mesures de nano-indentation ont également été conduites sur des plans de CuNiIn endommagés en fretting et ont démontré un fort écrouissage du revêtement sous le frottement. On reviendra sur ces résultats dans la suite du manuscrit (cf. §3.2.2.3). Le Tableau 1-3 résume les propriétés mécaniques moyennes obtenues avec ces différentes techniques.

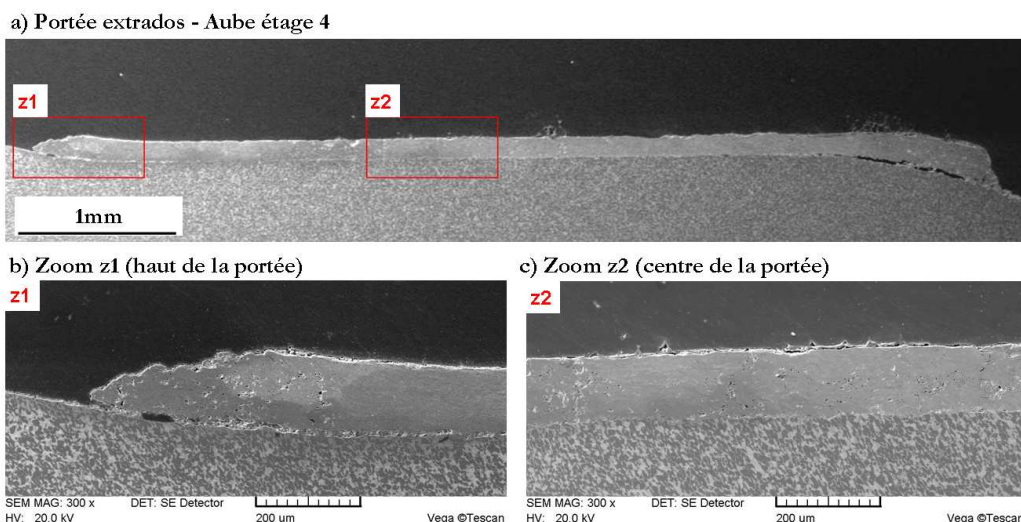
La Figure 1-7 présente une vue au Microscope Electronique à Balayage (MEB) d'une coupe transverse effectuée dans le pied d'une aube de CoHP étage 4. La microstructure duplex du Ti6242 et le revêtement de CuNiIn avec ses porosités peuvent être distinguées.

\* C'est-à-dire effectué à l'aide de billes en acier d'un diamètre de 315  $\mu$ m, avec un taux de recouvrement de 125 %. L'intensité Almen, définie comme la valeur maximale de la flèche que prend une éprouvette normalisée (type A) après grenailage, est de 15/100 de mm.

† 5 % en masse de la poudre passe au travers d'un tamis de maille 45  $\mu$ m et 1 % en masse reste sur un tamis de maille 90 $\mu$ m.

**Tableau 1-3: Moyenne des propriétés mécaniques du dépôt de CuNiIn.**

T°	E (GPa)	Dureté (GPa)	Limite d'élasticité (MPa)	Mesure d'adhérence (MPa)	Coefficient de Poisson
20°C	60±16	1.5±0.3	222±3	30 à 35	0.15
350°C	30±10	1.0±0.2	138	-	-



**Figure 1-7 : Vue en coupe au MEB d'une portée d'aube (CoHP étage 4) revêtue de CuNiIn. a) Portée entière, b) Haut de la portée, c) Centre de la portée.**

### Le vernis lubrifiant graphitique

A la surface du CuNiIn est déposé en couche d'une dizaine de micromètres, un vernis lubrifiant graphite à liant organique, noté D180 et constitué des éléments suivants :

- graphite de granulométrie moyenne inférieure à 5µm
- résine silicone
- solvant acétate d'éthyle ou acétate de méthylglycol

Après séchage à l'air pendant 30 minutes, il subit une polymérisation de 15 minutes à 250°C. La Figure 1-8 illustre la morphologie de la surface d'un plan vernis de D180 après polymérisation. Des agglomérats d'une vingtaine de µm de diamètre constitués de plans de graphite sont visibles. L'observation au microscope électronique à transmission de couches minces de D180 illustre l'organisation des plans de graphite dans une matrice silicone.



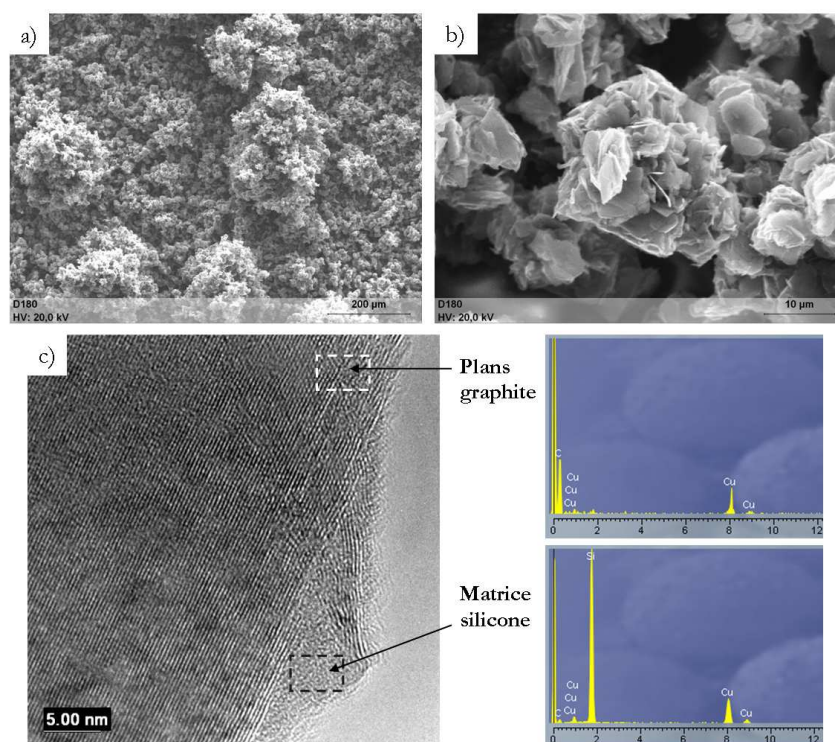


Figure 1-8 : Observations au microscope électronique à balayage (a, b) et au microscope électronique à transmission (c) du vernis lubrifiant graphitique D180.

### 1.1.2.3 Endommagements observés en flotte

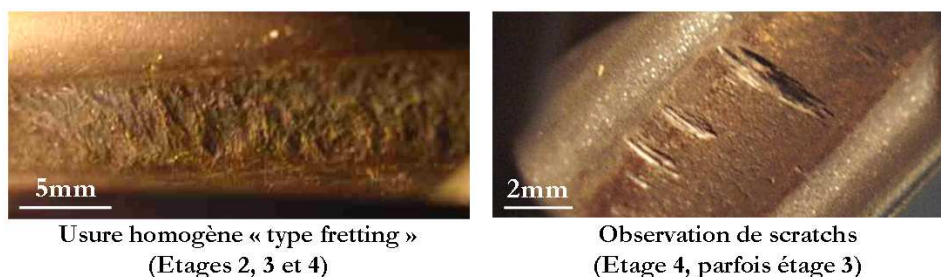
Le compresseur HP est un module difficilement observable en flotte car il nécessite un démontage partiel du moteur en atelier. En utilisation normale, différents points maintenance sont prévus (typiquement à 3000 et 6000 heures de vol) et permettent un contrôle de l'état d'endommagement des portées. Cependant, en raison du volume et de la géométrie des pièces, seuls des observations optiques et des relevés topographiques linéaires des portées les plus endommagées sont réalisés. Ces données sont toutefois précieuses pour Snecma afin de contrôler l'endommagement des pièces par rapport à la durée de vie spécifiée.

Les types d'endommagement observés concernent l'usure, la fissuration, la corrosion, l'écaillage... Dans cette thèse, **l'intérêt sera porté essentiellement sur l'usure**. A partir des données recueillies sur le spool et les aubes des étages 2 à 4 par Snecma lors des différents points maintenance, deux types d'endommagements sont distingués :

- **Usure de type « fretting »**, généralement homogène sur l'ensemble de la portée et présentant des marques dans le sens du glissement et un faciès bosselé. Ce type d'endommagement est observé sur 100% des portées des étages 2 et 3 et 50% des portées des étages 4. Les profondeurs maximales d'usure admissibles sur le disque sont de 80μm pour l'étage 2, 95μm pour l'étage 3 et 130μm pour l'étage 4.
- **Endommagement de type « scratch »**, caractérisé par des rayures localisées, profondes et orientées selon le glissement, sur une portée quasiment intacte. La proportion des portées de l'étage 4 qui présentent ce type d'endommagement est estimée

à 50%. La profondeur maximale des scratches observés lors de maintenance est de  $160\mu\text{m}$  sur le disque.

La Figure 1-9 illustre les faciès caractéristiques de ces deux types d'endommagement observés en flotte.



**Figure 1-9 : Traces d'usure constatées dans les alvéoles du disque de compresseur HP aux étages 2, 3 et 4.**

Afin de compléter les données en flotte recueillies par Snecma, un spool usé ainsi que les aubes associées (étages 2 à 4) ont été mis à disposition pour expertise au LTDS. Une synthèse de ces expertises sera présentée au Chapitre 2. L'objectif est d'acquérir une connaissance fine des endommagements rencontrés sur pièces réelles afin d'avancer dans la compréhension des mécanismes d'usure en fretting. Par la suite, la comparaison avec les comportements des échantillons expérimentaux permettra d'évaluer la représentativité des essais de fretting par rapport au contact aube/disque.

### 1.1.3 Objectifs industriels

Comme nous avons pu le voir, un turboréacteur est un ensemble complexe de composants fortement sollicités. Les retours de flotte permettent de constater des endommagements importants au niveau des contacts aube/disque des étages 2 à 4 du module compresseur HP. L'enjeu majeur pour Snecma consiste alors à en évaluer la criticité par rapport à la tenue des pièces, notamment en fatigue. Cette évaluation passe par la détermination de la cinétique d'usure des composants et par la prédiction efficace de l'abatement induit sur leur durée de vie en fatigue. Concrètement, le motoriste doit garantir ses composants pour un certain nombre d'heures de vol et indiquer la procédure d'inspection et de réparation lors des différents points de maintenance. L'enjeu économique pour Snecma consiste à réduire au maximum la fréquence de ces visites tout en garantissant la sécurité des composants.

Au regard de ces enjeux, les objectifs industriels de cette thèse sont les suivants :

- **Simuler les endommagements des contacts aube/disque à l'échelle laboratoire** dans des conditions adaptées par rapport aux sollicitations moteur,
- **Identifier les mécanismes d'endommagement et formaliser les cinétiques d'usure** en vue de la prédiction de la durée de vie des pièces,
- **Évaluer la représentativité** des endommagements et des cinétiques proposées par rapport au système industriel.

## 1.2 Contexte scientifique

### 1.2.1 Le fretting

Présent dans tous les systèmes industriels dès lors que de faibles débattements existent dans les contacts, le fretting a longtemps été méconnu ou associé à tort à de la corrosion. C'est l'avancée des connaissances et des besoins dans le domaine de la tenue en service des matériaux, qui en ont fait un enjeu industriel majeur. Sans rentrer dans la description historique des études sur le fretting, on retiendra qu'au milieu du siècle, l'oxydation est progressivement vue comme une conséquence et non une cause du phénomène et le « fretting » est associé d'une part à l'usure par formation de débris induite par frottement, et d'autre part à la chute de la limite d'endurance en fatigue [McDowell '53]. Par la suite, des avancées qualitatives importantes sont apportées avec les concepts de cartes de fretting [Vingsbo '88] et de régimes de fretting [Vincent '92]. Une contribution considérable à la formalisation des résultats en fretting est apportée par Waterhouse dans son livre « Fretting corrosion » [Waterhouse '72].

#### 1.2.1.1 Définition et conditions de glissement

À l'heure actuelle, la notion de « fretting » caractérise un mouvement oscillatoire de faible amplitude entre deux surfaces en contact.

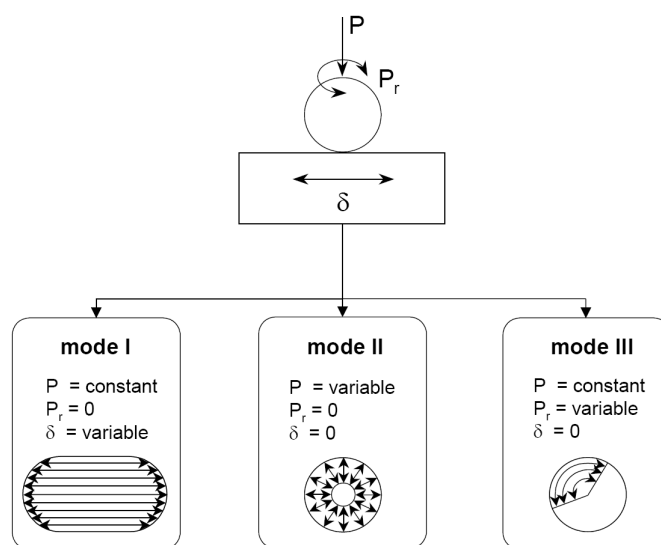


Figure 1-10: Présentation des trois modes de fretting rencontrés dans le cas d'un contact sphère/plan [Mohrbacher '95b].

Dans le cas d'un contact de référence sphère/plan soumis à un chargement normal  $P$  et à un chargement de rotation  $P_r$ , Mohrbacher définit trois modes de fretting [Mohrbacher '95b] :

- Mode I : déplacement linéaire
- Mode II : déplacement radial
- Mode III : déplacement circonférentiel

Le travail présenté ici concerne uniquement le **fretting linéaire (mode I)**, mode certainement le plus étudié en raison de la quantité importante d'applications industrielles.

Une distinction doit être faite entre le fretting et le glissement alterné, associé à de plus grandes amplitudes. En fretting, quelle que soit la géométrie du contact, il existe une zone centrale qui n'est jamais exposée à l'environnement extérieur. Afin de formaliser cette transition, Fouvry [Fouvry '96] utilise le rapport  $e$  entre l'amplitude de glissement  $\delta_0$  (inférieure à l'amplitude de déplacement imposé  $\delta^*$ , en raison de la complaisance du contact et du montage) et la demi-largeur de contact dans la direction de glissement  $a$  (relation 1-1) :

$$e = \delta_0 / a \quad (1-1)$$

Le domaine du fretting est alors associé à la condition  $e < 1$ . Dans le cas de contacts sphère/plan ou cylindre/plan pour lesquels la théorie de Hertz permet la description en chargement normal d'après les principes de l'élasticité linéaire, cette frontière peut être tracée dans un graphe Force normale-Débattement (Figure 1-11).

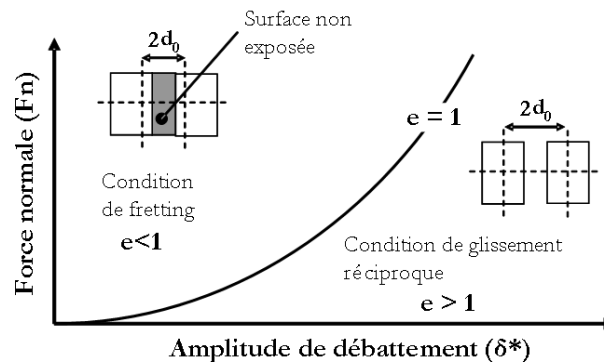


Figure 1-11 : Distinction entre fretting et glissement alterné dans le cas d'un contact cylindre/plan.

Le comportement instantané d'un contact se traduit par son « cycle de fretting », tracé de l'évolution de la force tangentielle  $Q$  dans un diagramme en fonction du déplacement  $\delta$ . Selon les sollicitations normales et tangentielles appliquées, différentes conditions de glissement caractérisées par des formes de cycle de fretting, peuvent être observées au niveau du contact (Figure 1-12) :

- **Le collage (ou « stick condition ») :** Si la distribution de cisaillement  $q(x,y)$  n'excède pas localement le seuil de Coulomb  $\mu \cdot p(x,y)$ , où  $\mu$  est le coefficient de frottement de Coulomb et  $p(x,y)$  le champ de pression local, il n'y a pas de glissement local. Le débattement imposé est alors uniquement absorbé par déformation élastique des massifs et le cisaillement local est proportionnel aux déformations locales : le régime est dit de « collage » et le cycle de fretting est fermé linéaire.
- **Le glissement partiel (ou « stick-slip condition ») :** Dès que la valeur du cisaillement  $q(x,y)$  atteint localement le seuil de Coulomb  $\mu \cdot p(x,y)$ , il y a mise en glissement local des surfaces sous la forme d'un anneau de glissement autour d'une zone collée. En présence de rugosités, la zone collée peut se répartir en spots individuels et le glissement relatif a lieu entre les rugosités. Au fur et à mesure de l'augmentation du déplacement, la proportion des domaines glissants progresse et la réponse macroscopique  $Q(\delta)$



correspond à un contact composite avec des zones collées ( $q(x,y) < \mu \cdot p(x,y)$ ) et des zones glissantes ( $q(x,y) = \mu \cdot p(x,y)$ ). Dans le cas général, le cycle de fretting présente une forme elliptique en raison du glissement local et de la déformation plastique des massifs.

- **Le glissement total (ou « gross slip condition ») :** Si l'amplitude de débattement est encore augmentée, l'ensemble du contact passe en glissement et le cycle de fretting présente une forme quadratique. La force tangentielle est constante pendant la période de glissement.

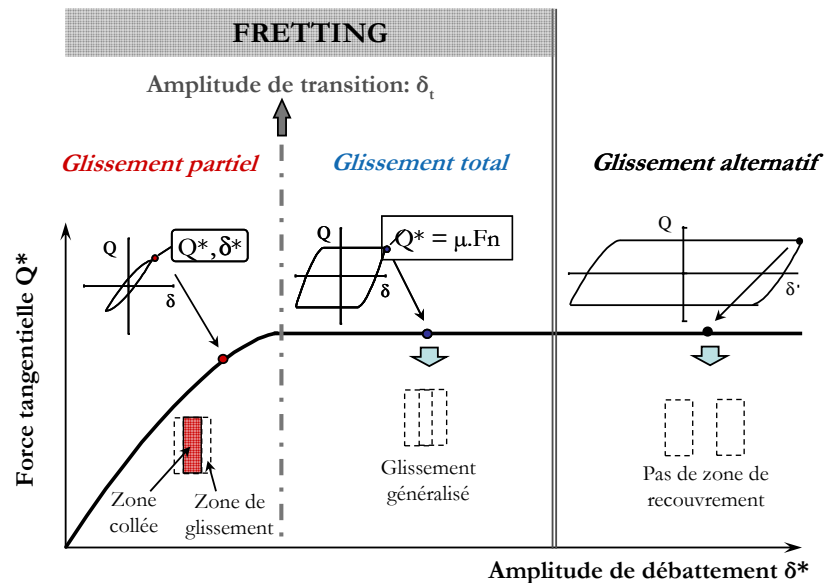


Figure 1-12: Transition entre conditions de glissement partiel et total pour une configuration d'essais donnée.

En glissement total, l'évolution de la forme et des paramètres caractéristiques du cycle de fretting renseigne sur le comportement du contact et les endommagements en cours d'essai. Chaque cycle correspond à un « aller-retour ». Sur la Figure 1-13, entre les points A et B, il n'y a pas de déplacement entre les deux échantillons mais accommodation élastique de l'ensemble montage/contact. La raideur tangentielle du cycle (en  $N/\mu m$ ) est définie comme la pente  $R_t = dQ/d\delta$  au changement de sens de débattement. Cette valeur tient compte de la rigidité de la machine, du montage et du contact (l'Annexe B définit les notions de complaisance et de raideur d'un montage). Quand l'effort tangentiel atteint une valeur critique, le glissement commence et continue jusqu'au point C, où l'amplitude de débattement imposé  $\delta^*$  ( $\mu m$ ) est atteinte. L'effort tangentiel maximal est noté  $Q^*$  (N) et permet, pendant la phase de glissement, de définir le coefficient de frottement  $\mu$  par la relation 1-2 :

$$\mu = Q^* / F_n \quad (1-2)$$

Au point C la vitesse est nulle et la sollicitation tangentielle change de sens. L'amplitude de glissement  $\delta_0$  (ou ouverture de cycle) est alors définie comme la valeur du débattement pour un effort tangentiel nul et correspond donc au glissement réel au niveau du contact. Avec cette

représentation, l'énergie dissipée au cours du cycle de fretting  $E_d$  correspond à l'aire contenue à l'intérieur du cycle, et l'énergie totale  $E_t$  est associée à l'aire du plus petit rectangle contenant le cycle ( $E_t=4\delta_0Q^*$ ). La dissipation de l'énergie se fait au travers de nombreux mécanismes : création de débris, fissuration, déformation plastique, élévation de température, transformations physico-chimiques... L'énergie dissipée  $E_d$  peut être approchée par la relation 1-3 :

$$E_d \approx 4\delta_0 Q^* \quad (1-3)$$

Finalement, afin de s'affranchir de la forme du cycle, un coefficient de frottement énergétique  $\mu_c$ , est également défini par la relation 1-4 :

$$\mu_c = E_d / 4\delta_0 P \quad (1-4)$$

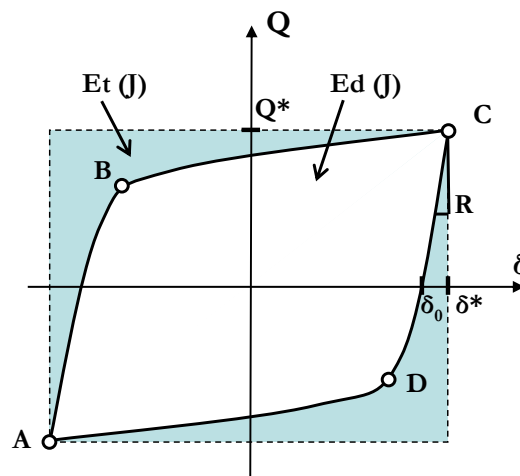


Figure 1-13: Cycle de fretting en condition de glissement total et définition des paramètres utilisés.

La quantification de la transition entre conditions de glissement partiel et total est longtemps restée basée uniquement sur l'observation de la forme des cycles de fretting. Cette description qualitative est ambiguë et subjective, en particulier au voisinage de la transition. Afin de formaliser cet aspect, Fouvry [Fouvry '97, Fouvry '95] propose trois critères quantitatifs de transition, établis à partir du formalisme de Mindlin [Mindlin '49] pour un contact sphère/plan élastique : le critère d'énergie  $A=E_d/E_t$ , le critère d'ouverture du cycle  $B=\delta_0/\delta^*$ , et le critère indépendant du montage  $C=E_d/E_{d0}$ .

### 1.2.1.2 Régimes de glissement et cartes de fretting

La notion de « **conditions de glissement** » n'est définie que pour un cycle donné et ne contient pas d'information temporelle. Afin d'intégrer l'évolution de la condition de glissement dans le temps, Colombié [Colombié '86] introduit le concept de « **régimes de glissement** » et met en évidence des situations où le contact bascule d'une condition de glissement vers une autre pendant l'essai. Il propose également la représentation 3D des « **bûches de fretting** » dans lesquelles les cycles de fretting  $Q(\delta)$  sont représentés en fonction du temps selon une échelle logarithmique. Ainsi, les évolutions de la condition de glissement sont définies par trois régimes, illustrés Figure 1-14 :

- Le **Régime de Glissement Partiel (RGP)** pour lequel la condition de glissement partiel est observée pendant tout l'essai. Les amplitudes de glissement sont généralement très faibles ( $<10\mu\text{m}$ ) et les forces normales importantes. La dégradation la plus souvent reportée pour ce régime est l'amorçage de fissures.
- Le **Régime de Glissement Mixte (RGM)** caractérisé par une instabilité du contact et un passage de l'une à l'autre des deux conditions de glissement. Ce régime est très sévère en raison des mécanismes de fissuration et d'usure qui entrent en compétition.
- Le **Régime de Glissement Total (RGT)** où la condition de glissement total est toujours observée et pour lequel la dégradation prépondérante est l'usure avec formation de débris.

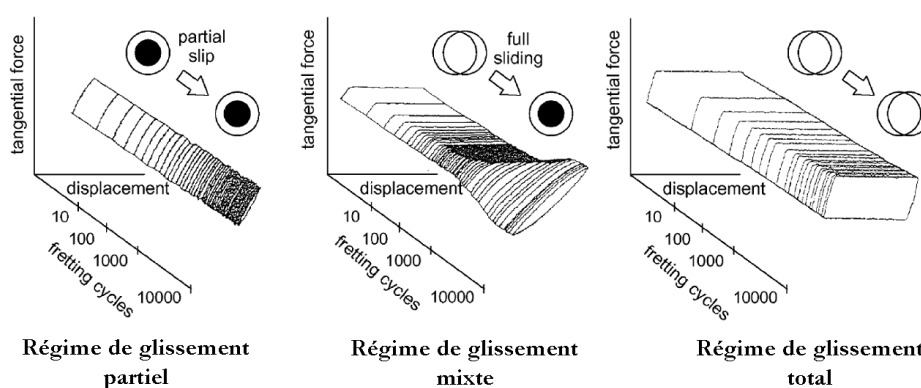


Figure 1-14 : Evolution de la condition de glissement au cours du temps, illustration des différents régimes [Fouvry '97].

A partir des premières cartes de fretting introduites par Vingsbo [Vingsbo '88] pour tracer la transition entre les conditions de glissement dans un diagramme  $F_n(\delta^*)$ , Vincent [Vincent '92] propose une représentation basée sur les régimes de glissement et appelée « **Carte de Sollicitation Locale** » (CSL). A partir de l'observation des endommagements classiquement observés, une deuxième carte peut lui être superposée, la « **Carte de Réponse du Matériau** » (CRM), déterminée pour un nombre de cycles donné et dont les frontières évoluent avec le temps. Pour les industriels, les CSL et CRM forment des outils très performants qui apportent des informations aussi bien sur l'origine que sur la nature des dégradations de fretting. Ainsi, des optimisations peuvent être menées d'une part sur le matériau (traitement de surface, revêtement...) pour modifier la nature des endommagements ; et d'autre part sur les chargements ou débattements du système éviter de se situer dans le domaine des sollicitations les plus nocives.

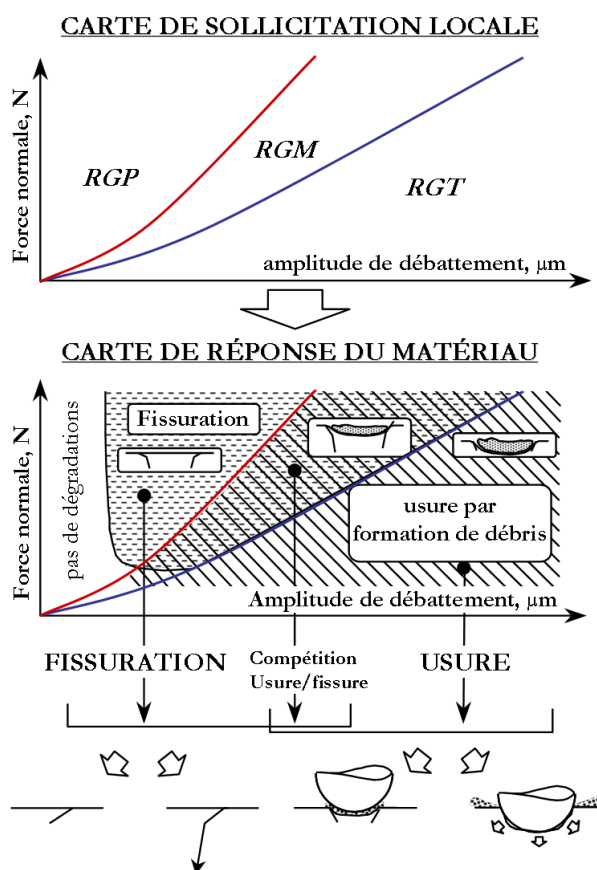


Figure 1-15 : Illustration des cartes de fretting (d'après [Fouvry '95]).

## 1.2.2 Endommagements induits par fretting

Trois types d'endommagements induits par fretting sont généralement distingués :

- **Le grippage** : Défini comme l'arrêt du mouvement relatif entre les deux pièces en contact, il peut induire le blocage du mécanisme et résulte de l'adhésion entre les matériaux ou du comblement du jeu de fonctionnement par les débris [Yantio Njankeu Sabeya '07, Yantio Njankeu Sabeya '08].
- **La fissuration** : Observée généralement en régime de glissement partiel ou mixte, elle se décompose en une phase d'amorçage de fissures en bordure de contact et une phase de propagation attribuée aux sollicitations cycliques de type fatigue. La fissuration constitue un enjeu essentiel pour les industriels car elle peut entraîner une rupture brutale catastrophique des pièces par fatigue [Fridrici '02, Kubiak '06, Paulin, Proudhon '05].
- **L'usure** : Induite par différents phénomènes (mécanique, physique, chimique...), elle se traduit par une modification de la surface qui conduit à une perte de côte et peut nécessiter un remplacement des pièces [Fridrici '02, Paulin '06, Rybiak '08, Yantio Njankeu Sabeya '07].

La complexité des systèmes industriels entraîne souvent une coexistence de ces trois types d'endommagements. Dans le cas du contact aube/disque de compresseur HP, le chargement

induit à la fois des mécanismes d'usure au niveau des portées lors des phases de chargement oligocyclique ainsi qu'un amorçage de fissures en bords de contact lors de phases de vol (solicitations polycycliques). Afin d'avancer dans la compréhension de chacun de ces mécanismes, **la volonté de cette thèse est de découpler ces deux sollicitations et de se focaliser uniquement sur les endommagements de type usure**. D'autres études ont été lancées en parallèle sur l'influence du chargement de fatigue\* et seront abordées lors de la discussion sur la prise en compte globale des sollicitations.

### 1.2.2.1 Description qualitative de l'usure

Depuis les années 50, beaucoup d'études se sont attachées à décrire et surtout classifier les différents types d'usure observés dans les systèmes mécaniques. La classification de Quinn [Quinn '83b] par exemple propose de différencier l'usure sévère de l'usure douce. Le terme d'« usure sévère » décrit ainsi les phénomènes d'adhésion, de soudage partiel local, de transfert de matière, de déformation plastique... et le terme d'« usure douce » regroupe à l'inverse les mécanismes produisant des surfaces lisses et des débris fins et résultant généralement d'interactions avec l'environnement, de formation progressive de débris... Cette classification est toutefois simpliste et les traces d'usure présentent souvent des profils mixtes. Introduites par la suite, les appellations suivantes font toujours l'unanimité (Figure 1-16) :

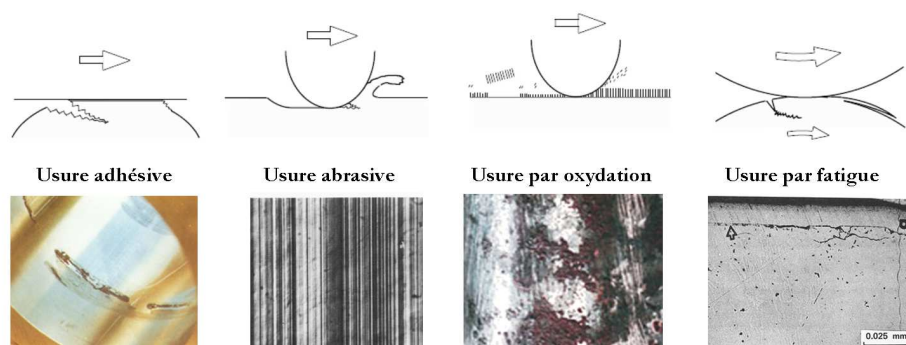


Figure 1-16 : Illustration des différents types d'usure (schémas d'après [Bhushan '01]).

- **usure par adhésion** : correspondant à de l'usure sévère pour Quinn, l'usure par adhésion est attribuée à des forces d'attractions fortes entre les surfaces et à des phénomènes de micro-soudage locaux entraînant un arrachage de la matière et des phénomènes de transfert importants.
- **Usure par abrasion** : considérée comme hybride entre l'usure douce et l'usure sévère, l'usure par abrasion suppose généralement l'action d'un troisième corps (lit de débris ou oxydes) qui raié les surfaces en laissant des traces « parallèles » caractéristiques. Dans le cas de débris gros et très abrasifs, l'usure par abrasion peut engendrer des traces très localisées et profondes.
- **Usure par oxydation** : représentant typiquement l'usure douce pour Quinn, l'usure par oxydation peut se superposer aux autres phénomènes. Elle représente l'action de

\* Thèse CIFRE de Jean Mériaux en partenariat LTDS/Snecma.

l'environnement qui crée un film d'oxyde fragile et peu résistant au cisaillement. Selon les conditions et les matériaux, l'oxyde formé peut être bénéfique (agissant comme un lubrifiant solide) ou néfaste (généralisant des débris d'usure durs et très abrasifs).

- **Usure par fatigue** : observée par exemple dans le cas de dépôts durs, ce type d'usure correspond à la fatigue de l'interface de contact se traduisant généralement par de l'écaillage ou de la délamination.

Depuis plusieurs décennies, de nombreuses théories ont été proposées pour décrire les mécanismes activés lors de ces différents types d'usure. La plupart d'entre-elles concernent le cas du glissement alterné mais certaines notions restent applicables au cas particulier du fretting usure. La différence essentielle entre glissement alterné et fretting repose sur l'aspect confiné du contact et se traduit notamment au niveau de l'éjection du troisième corps, de l'exposition des surfaces à l'environnement... Les paragraphes suivants présentent les principales théories sur l'usure qui paraissent pertinentes par rapport au sujet de cette étude.

### **Théories d'usure superficielle**

Une des plus anciennes théories sur l'usure est celle de Bowden et Tabor [Bowden '43 Bowden, 1956, 124] pour lesquels l'usure est due au cisaillement par frottement de microsoudures ou jonctions qui se forment entre deux aspérités en contact direct. Lorsque deux surfaces sont en mouvement relatif, l'énergie thermique dissipée par frottement, alliée aux très fortes pressions ponctuelles, suffit à provoquer un écoulement plastique du métal et à souder les aspérités en contact. Il y a alors cisaillement de l'aspérité ou de la jonction. Cette théorie a été reprise plus tard par Thiessen en 1965, qui suppose la formation d'un plasma au niveau des points de contact, puis par Rabinowicz en 1976 avec la notion de soudures chaudes et de températures flash.

Cette première approche, qualifiée de superficielle car elle considère le phénomène d'usure uniquement comme un problème d'interaction de surface, a été approfondie par Archard [Archard '53] qui a proposé une formulation mathématique du taux d'usure, toujours en vigueur et présentée paragraphe 1.2.2.2.

A partir des années 70-80, certains chercheurs tels que Suh (1973), Landheer & Zaat (1974), Rigney (1978), Blau (1981) ou Godet (1980) commencent à mettre en évidence les limites des théories superficielles et la nécessité de prendre en compte des aspects volumiques (confirmés par l'observation de déformations plastiques en sous-couche) et le rôle joué par les débris.

### **Approche 3ème corps**

Cette approche qui a vu le jour dans les années 80 à l'initiative de l'équipe du Professeur Godet [Godet '84], s'appuie sur une vision dynamique du problème. Elle définit le « troisième corps » comme l'écran qui sépare les massifs en contact (ou « premiers corps ») et considère que l'usure est gouvernée par trois phénomènes essentiels : la création, la circulation et l'éjection des débris. La formation et le maintien des débris dans le contact sont donc vus comme bénéfiques car ceux-

ci permettent d'assurer la séparation des surfaces et participent au transfert de chargement à travers leur capacité de portance.

Par la suite, la notion de 3<sup>ème</sup> corps a été étendue avec la proposition d'un modèle d'accommodation des vitesses en 1988 par Berthier [Berthier '88]. Cette approche a permis une grande avancée dans la compréhension et l'unification des mécanismes d'usure existants. En 1984, après une revue bibliographique très complète et à partir d'une analyse des propriétés du lit de débris formés en fretting, Colombié [Colombié '84] propose un processus de genèse et de transformation du troisième corps, illustré Figure 1-17. Selon lui, l'usure des premiers corps a lieu et est gouvernée par les propriétés lubrifiantes ou abrasives du troisième corps, et par la « prédisposition » à créer des débris. L'éjection du troisième corps quant à elle, est régulée par les paramètres de sollicitations ainsi que la géométrie du contact.

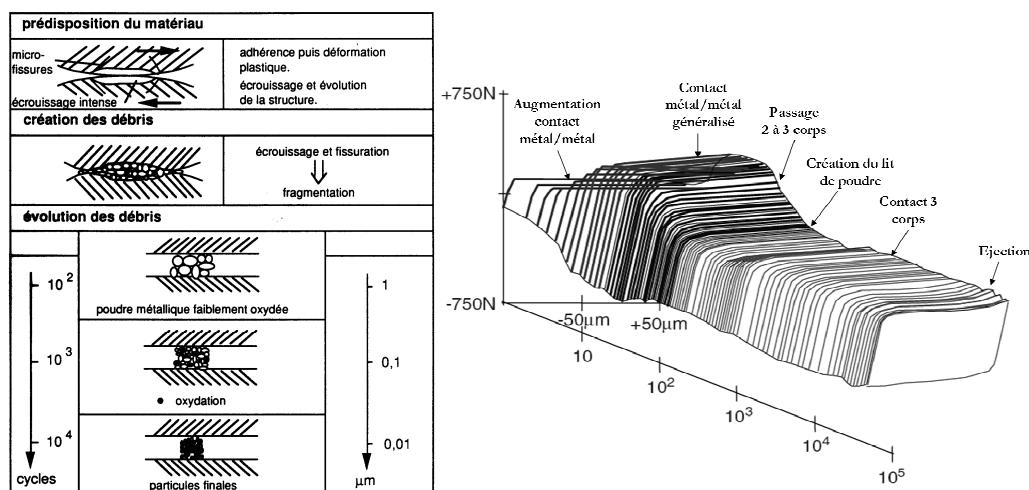


Figure 1-17 : Processus général de dégradation dans un contact métal/métal (D'après [Colombié '86]).

L'importance du rôle bénéfique des débris a été confirmée vers la fin des années 80 par Iwabuchi [Iwabuchi '91, Iwabuchi '86] avec l'étude de l'influence des particules d'usure sur la transition usure sévère/usure douce. Les auteurs ont ainsi constaté que si des particules d'usure étaient artificiellement introduites dans le contact ou maintenues par champ magnétique, cette transition était anticipée et l'usure finale du système réduite. De même, le retrait des débris en cours d'essai retarde la transition et augmente l'usure totale.

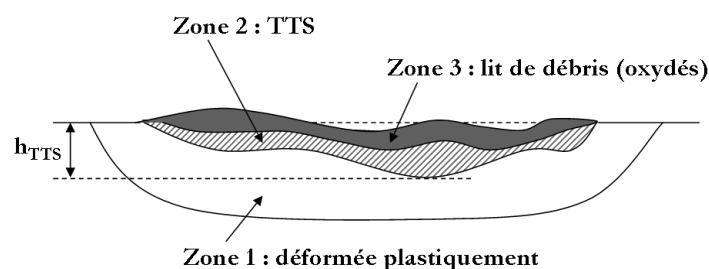
Finalement, dans une étude récente, Varenberg [Varenberg '02] résume le rôle des débris dans le contact en distinguant deux rôles possibles pour les débris : soit ils protègent la surface en formant un lit aux propriétés lubrifiantes (dans le cas des mécanismes d'usure par adhésion), soit ils sont abrasifs et participent à l'endommagement de la surface (si l'usure est de nature abrasive).

### Transformation Tribologique Superficielle (TTS)

A partir des premières observations sur l'existence d'un volume de matière écroui sous le contact, plusieurs chercheurs ont commencé à se focaliser sur les toutes premières étapes du fretting (ou



du glissement alterné). La thèse généralement acceptée est qu'il se forme, à la surface des matériaux en contact, une couche présentant une structure transformée et qui va progressivement se fissurer et former les débris d'usure. Appelée « **Mechanically Mixed Layer** » (MML) par Li et Tandon [Li '00] et Rigney [Rigney '00], « **Tribologically Transformed Structure** » (TTS) par Blanchard [Blanchard '91a, Blanchard '91b], Fayeulle [Fayeulle '93] et Sauger [Fayeulle '93, Sauger '97, Sauger '00a, Sauger '00b], ou « **High-Temperature Phase Transformed Material** (HTPTM) par Kalin et Vizintin [Kalin '01b, Podgornik '01], cette couche présente généralement une structure ultrafine, une dureté augmentée et une composition identique à celle des débris d'usure. La Figure 1-18 présente une représentation schématique d'une coupe transverse d'une trace de fretting.



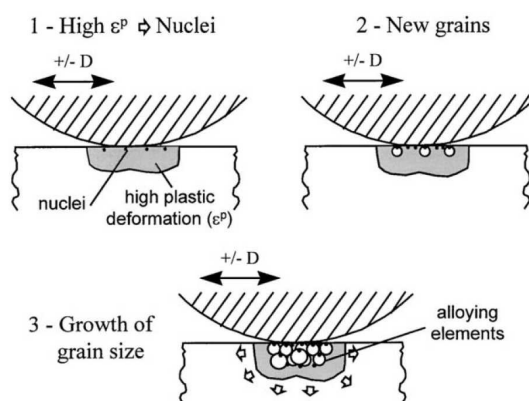
**Figure 1-18 : Illustration de la présence de la couche transformée (TTS) sur une trace de fretting. D'après [Blanchard '91a].**

Cependant, si les chercheurs s'entendent sur l'apparition d'une telle couche dès les premiers cycles de fretting, l'explication des mécanismes qui engendrent sa formation reste un sujet très controversé. Dans l'ensemble, trois théories sont proposées pour expliquer son origine :

- **Formation due aux fortes températures :** Un système soumis à un chargement de fretting reçoit une quantité importante d'énergie mécanique due au frottement. Une grande partie de cette énergie est dissipée par déformation plastique dans le matériau. Plusieurs études ont tenté d'estimer l'élévation de température qui en découlerait, notamment dans le cas de contacts très ponctuels entre aspérités (génération de températures flash très importantes par rapport au reste de la surface) [Ashby '91, Kalin '01a]. La théorie, soutenue notamment par Kalin et Vizintin [Kalin '01b, Podgornik '01] suggère que les transformations de phase observées dans la HTPTM (« High-Temperature Phase Transformed Material ») seraient dues à un échauffement important et très localisé à l'interface de contact. Les essais présentés dans leurs articles correspondent à des vitesses de glissement élevées (de l'ordre de  $60\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$  avec une fréquence de  $210\text{Hz}$ ). Or, les conditions de fretting considérées dans cette thèse induisent des vitesses de glissement beaucoup plus faibles (quelques  $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$ ) et les simulations numériques [Colombié '84] ainsi que les tentatives de mesure expérimentales [Sproles '78] ont rapporté des augmentations de température inférieures à  $20^\circ\text{C}$  (pour  $f=1\text{Hz}$ ). De plus, une étude conduite par Blanchard à faibles fréquences [Blanchard '91a] a montré les mêmes transformations de phase et semble indiquer que si l'élévation de température du contact peut effectivement jouer un rôle dans les transformations tribologiques observées, elle n'est sans doute pas le principal promoteur.



- **Formation par mécano-mixage (« mechanical mixing ») :** Cette théorie, soutenue par Rigney en 1984, s'intéresse aux déformations plastiques au voisinage de la surface. Le premier stade de la dégradation consiste en la formation d'une couche de transfert. Les particules de transfert produites vont alors être déformées et mélangées avec la matière de l'antagoniste et/ou des composés de l'atmosphère du contact, pour constituer une couche nommée « Mechanically Mixed Layer » ou MML. Le mécanisme de formation de cette couche superficielle s'apparenterait à un phénomène de « mechanical alloying » [Rigney '00]. Les études expérimentales menées sur la MML ont identifié des couches formées d'un mélange intime de matière à partir des deux matériaux en contact et présentant une structure nanocristalline sans orientation préférentielle [Li '00]. Dans sa théorie développée en 1984, Rigney avance que la formation de la microstructure nanocristalline observée dans la MML n'est possible qu'en présence d'une espèce chimique différente (antagoniste, environnement...). Cette couche donne ensuite naissance à des débris d'épaisseur relativement uniforme 'flake type debris', selon des phénomènes qui s'apparentent à du délaminage [Suh '73].
- **Formation par recristallisation dynamique :** Selon Blanchard [Blanchard '91a], Fayeulle [Fayeulle '93] et Sauger [Sauger '97, Sauger '00a], la TTS n'est en aucun cas un agrégat de débris ou un mélange formé à partir des deux matériaux en contact. L'hypothèse développée stipule que les déformations plastiques seraient suffisantes pour créer des dislocations et ainsi induire une recristallisation du matériau sur une faible épaisseur en surface. Cette accumulation de déformation plastique se ferait durant les premiers cycles de fretting, sans qu'il y ait usure. D'après Blanchard, dès que la densité de dislocations locale critique est atteinte, de nouveaux grains  $\alpha$  germent puis croissent, entraînant la ségrégation des éléments d'alliage aux joints de grains, ce qui conduit rapidement à leur stabilisation en taille. Ce scénario permet d'expliquer notamment la limite très nette qui est observée entre TTS et massif, ainsi que l'aspect lamellaire des TTS. Les débris seraient alors formés à partir de la fragmentation de cette structure. La TTS présente la même composition que le matériau de base et une structure nanocristalline (même module d'Young, dureté augmentée). De plus, Blanchard et Sauger proposent l'existence d'une relation entre la taille nanométrique des grains observés dans la TTS et la composition chimique du matériau de base : plus le matériau comporterait d'éléments d'alliages, plus les grains recristallisés seraient fins. Cette théorie leur permet d'expliquer la trop grande solubilité des éléments d'alliage (tels que le vanadium pour les alliages de titane) dans la TTS.



**Figure 1-19 : Illustration de la théorie de la TTS par recristallisation dynamique [Sauger '00a].**

Au final, ces trois théories diffèrent mais ne sont pas nécessairement incompatibles. Selon les conditions de sollicitations, les matériaux, l'environnement... des processus tels que les déformations plastiques, le transfert, la recristallisation, les transformations de phase et le délaminage vont intervenir, se succédant ou se superposant, pour former cette structure particulière observée à la surface des traces d'usure et à partir de laquelle les débris sont formés.

Le point commun de ces théories d'une transformation structurale de la surface est qu'elles ne considèrent pas l'oxydation comme un facteur d'usure ; l'oxygène peut intervenir dans les processus de mélange et de transformation mais ce n'est jamais l'oxydation des surfaces qui est génératrice d'usure (à la différence du modèle d'Oxidational Wear de Quinn présenté page 28)

### Aspects rhéologiques

Afin de mieux formaliser les phénomènes dynamiques liés à la formation, à l'accumulation et à l'éjection du 3<sup>ème</sup> corps, une approche rhéologique a été proposée à partir de 1990 par l'équipe du professeur Berthier. Il introduit ainsi la notion de "Circuit Tribologique" qui décrit l'équilibre des débits (massiques par exemple) de troisième corps dans un contact [Berthier '88]. Cette approche a été complétée par Descartes [Descartes '97] qui met en évidence une corrélation entre le frottement et la rhéologie du 3<sup>ème</sup> corps. Stipulant que le frottement dépend de la nature de l'interface formée, elle propose de caractériser le 3<sup>ème</sup> corps par des notions de « cohésion » et de « ductilité » basées sur des observations microscopiques de sa morphologie, taille de particules, forme, arrangement... Ainsi, un troisième corps faiblement cohésif est associé à une morphologie pulvérulente avec des débris fins alors qu'un troisième corps de forte cohésion apparaît compacté, quasiment continu. De la même façon, la ductilité traduit la tendance à la déformation plastique ; le troisième corps sera qualifié de faiblement ductile s'il présente peu de zones d'étalement et fortement ductile si de larges zones étalées sont observées à la surface du contact. Ces notions sont bien sûr très qualitatives mais rappellent qu'une bonne observation de la morphologie des traces de frottement permet généralement une appréhension efficace des mécanismes d'endommagement activés, préalable indispensable à toute formalisation.

## Effet des conditions environnementales

Le système industriel étudié dans le cadre de cette thèse subit des températures de 200°C à 500°C. Depuis les années 80, plusieurs études se sont attachées à décrire l'usure à chaud sous sollicitations de fretting ou de glissement alterné de différents matériaux [Stott '02, Stott '73, Stott '76] [Hamdy '81, Jiang '04]. En s'appuyant sur ces travaux, Stott [Stott '02] propose de distinguer trois comportements à l'oxydation dans le cas du glissement alterné sous hautes températures, illustrés Figure 1-20 :

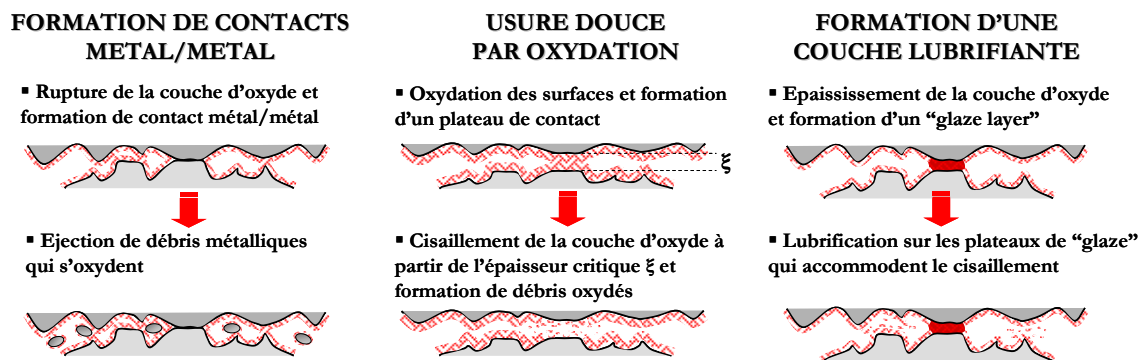


Figure 1-20 : Illustration des trois principales théories sur l'usure sous hautes températures.

- **Formation de débris métalliques:** Le frottement détruit la couche naturelle protectrice d'oxyde et crée des contacts métal/métal. Les débris métalliques ainsi formés s'oxydent rapidement et on observe de fines particules d'usure oxydées spontanément et complètement.
- **Usure douce par oxydation:** Lorsque les pièces entrent en contact, les surfaces, s'accommodent et les îlots les plus hauts des deux surfaces forment un plateau qui supporte la charge, s'étend et s'oxyde. Dès que la couche d'oxyde atteint une épaisseur critique, le film devenu instable se rompt en feuillets puis en débris d'usure. Un autre plateau devient alors actif et subit le même processus. Ce comportement a été particulièrement développé par Quinn dans la théorie de l'« Oxydational Wear » [Quinn '83a;b;'98].
- **Formation d'une couche lubrifiante « Glaze layer » :** Sous certaines conditions de températures élevées, on assiste à un épaississement de la couche d'oxyde qui limite les contacts métalliques et constitue alors une protection efficace contre l'usure. Dans leurs études menées sur des alliages de nickel et de chrome, Wood, Stott et Bill [Bill '74, Stott '73, Stott '76] rapportent ainsi une diminution du coefficient de frottement ainsi qu'une amélioration de la tenue en fatigue avec l'augmentation de la température. Ils attribuent ces résultats à la formation d'un oxyde radouci thermiquement présentant de faibles résistances au cisaillement qu'ils qualifient de « glaze oxide ». La Figure 1-21, illustre la transition observée par Jiang [Jiang '04] dans le cas d'alliages de nickel entre une usure sévère (a) de type abrasive présentant des débris oxydés et compactés et une usure douce (b), lubrifiée par la couche de « glaze layer ». Jiang et Stott suggèrent que la température,

en favorisant le compactage des débris d'usure par frittage et les mécanismes d'oxydation des particules, faciliterait cette transition. Ce résultat a récemment été retrouvé par Rybiak dans le cas d'aciers inoxydables [Rybiak '08].

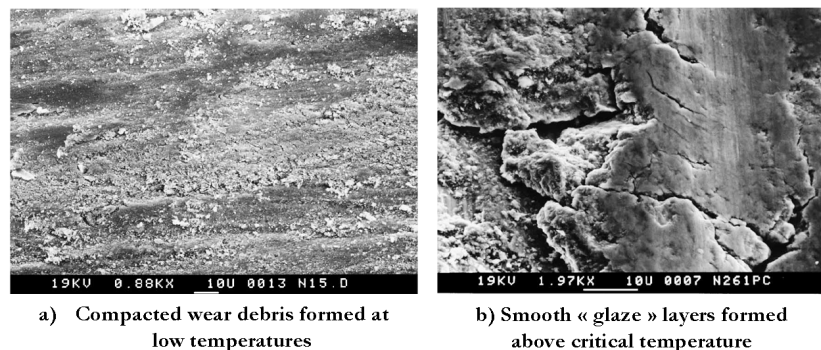


Figure 1-21 : Illustration du processus de formation des débris d'usure et de la formation du « glaze oxide » [Jiang '04].

Dans le cas particulier du fretting, Hamdy et Waterhouse [Hamdy '81, Waterhouse '85] s'intéressent au comportement en température des alliages de titane, mais n'observent pas de diminution du coefficient de frottement avec la température. Les auteurs notent cependant l'apparition de faibles zones de type « glaze oxide » à partir de 200°C sous la forme d'oxydes compactés et lissés.

Pour finir, il paraît intéressant de citer une étude récemment publiée par Hager sur l'influence de la température sur l'usure en fretting du Ti6Al4V non revêtu [Hager '06]. Les auteurs constatent que la température (450°C) a pour effet de supprimer la transition brutale entre glissement partiel (GP) et glissement total (GT) communément observée à l'ambiante (Figure 1-22). Les auteurs suggèrent que la température activerait dans le matériau des systèmes de glissement de plans atomiques (« slip systems »), ce qui rendrait moins aisée la concentration de dislocations. De plus, la température favorise l'oxydation des surfaces ainsi que le radoucissement des propriétés mécaniques du Ti6Al4V.

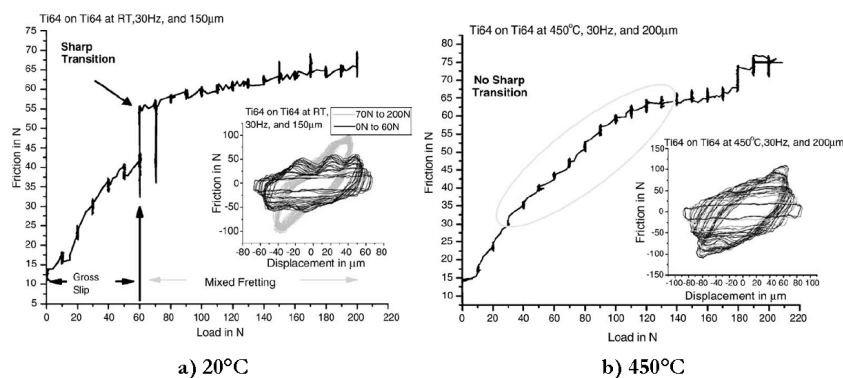


Figure 1-22 : Mise en évidence de l'absence de transition entre glissement partiel et total à 450°C [Hager '06].

Enfin, il semble important de rappeler que l'humidité peut également jouer un rôle important dans les mécanismes d'usure, en modifiant notamment la rhéologie du troisième corps et les cinétiques d'oxydation [Huq '02].

### 1.2.2.2 Description quantitative de l'usure

La diversité des modèles qualitatifs cités précédemment donne un aperçu de la complexité inhérente à la formalisation de l'usure. Les aspects transformation structurale, rhéologie des débris, accommodation des vitesses, mécanismes de transfert, modification des propriétés mécaniques... interviennent de façon successive ou simultanée et il est illusoire de prétendre proposer une loi unique décrivant l'ensemble des mécanismes activés. De nombreuses lois d'usure existent cependant, basées sur la formalisation de l'un ou l'autre de ces mécanismes. Pour illustrer cette diversité, il est souvent rappelé qu'en 1995, Meng et Ludema [Meng '95] ont passé en revue quelques 5466 articles parus dans la revue *Wear* et les conférences de *Wear Of Materials* et ont ainsi pu répertorier plus de 300 formulations différentes, souvent spécifiques d'un système ou d'une gamme de sollicitations donnés.

#### Approche classique d'Archard

L'une des modélisations de l'usure les plus utilisées de nos jours est celle d'Archard [Archard '53] qui, en 1953, propose d'exprimer le volume usé  $V$  en fonction de la distance de glissement totale parcourue  $L$ , et de la force normale  $F_n$  (relation 1-5). Cette relation revient à considérer le travail de la force normale comme facteur principal de l'usure.

$$V = K.L.F_n \quad (1-5)$$

Le coefficient adimensionnel  $K$  est nommé coefficient d'usure et traduit la probabilité que la rencontre de deux aspérités des deux massifs en contact produise une particule d'usure. Pour des conditions de glissement total en fretting, la formulation d'Archard s'exprime par la relation 1-6, avec  $\delta_0(i)$  et  $F_n(i)$ , respectivement le glissement réel et la force normale au  $i^{\text{ème}}$  des  $N$  cycles de fretting.

$$V = K. \sum_{i=1}^N \delta_0(i).F_n(i) \quad (1-6)$$

Même si cette approche est toujours très largement utilisée pour décrire le comportement à l'usure des systèmes, l'absence de prise en compte du coefficient de frottement dans la formulation est un facteur limitant. En effet, il est démontré [Johnson '85] que le coefficient de frottement joue un rôle primordial dans l'activation des endommagements, tant du point de vue de l'intensité que de la localisation des maximums de chargement.

#### Approche énergétique

Depuis quelques années, des équipes des laboratoires de Leuven et de Lyon, ont développé une approche énergétique associée au travail de la force tangentielle. C'est alors l'énergie de frottement dissipée dans l'interface qui est considérée comme critère d'endommagement.

A partir des concepts de « friction power intensity » introduit en 1965 par Matveesky pour traduire la vitesse à laquelle l'énergie est générée par frottement dans le contact et d' « Energy Pulse » complété par Plint en 1995 pour tenir compte du temps de transit dans la zone de

contact ; Mohrbacher et al. [Mohrbacher '95a] proposent la notion d' « Energie dissipée cumulée »  $Ed$ , calculée à partir du déplacement relatif  $\delta$  des deux surfaces et de la valeur de la force tangentielle  $Q$  ; l'énergie dissipée  $Ed$  correspond alors à l'aire du cycle de fretting (relation 1-7) :

$$Ed = \sum Q \cdot \delta \approx 4 \cdot Q \cdot \delta^* \quad (1-7)$$

A partir de la relation (1-7), plusieurs études ont ainsi pu relier le volume usé  $V$  à la quantité cumulée d'énergie dissipée dans le contact par une relation linéaire (relation 1-8) [Fouvry '97, Fouvry '04, Fouvry '06]. L'intérêt de cette méthode repose sur le caractère unique de l'énergie dissipée qui tient à la fois compte du chargement normal, de l'évolution du coefficient de frottement, de l'amplitude du débattement et de la durée de l'essai.

$$V = \alpha \sum_{i=1}^N Ed(i) \quad (1-8)$$

Cette approche, largement validée pour nombre de systèmes non adhérents (ex : TiN, aciers) [Fouvry '06a, Huq '02, Mohrbacher '95b] est cependant difficilement adaptable à des tribo-systèmes adhérents (tels que les alliages de titane). En effet, une part non négligeable de l'énergie dissipée est alors consommée dans le processus d'éjection des débris. L'influence de l'amplitude de fretting est alors prépondérante : une augmentation du débattement induit en effet une augmentation du taux d'éjection des débris et ainsi de la cinétique d'usure. Paulin [Paulin '05;'06] propose alors une formulation modifiée de l'énergie dissipée pour les contacts adhérents (relation 1-9) et une loi énergétique réduite d'usure (relation 1-10). Cette approche permet notamment de prédire avec précision des cinétiques d'usure observées pour des sollicitations variables (cas de blocs de chargements variables).

$$\sum Ed_s \sum_{i=1}^N \frac{\delta_0(i)}{\delta_{0ref}} Ed(i) \quad (1-9)$$

$$V = \alpha_s \cdot \sum Ed_s \quad (1-10)$$

Les techniques précédemment citées sont intéressantes en raison de leur relative simplicité. Cependant, il ne faut pas oublier que cette globalisation du contact reflète en réalité des mécanismes locaux qui gouvernent les cinétiques d'usure. Aussi est-il intéressant de revenir également à d'autres modèles, plus spécifiques et complexes, décrivant les différents mécanismes et modes d'usure.

### Prise en compte des phénomènes transitoires

La mise en place d'un régime stabilisé d'usure est souvent précédé de processus transitoires tels que la formation d'une couche de structure transformée (ITS) [Blanchard '91a, Sauer '00b] ou l'activation des déformations plastiques en profondeur (associées à la formation de bourrelets en bordure de contact) [Langlade '01, Paulin '06]. Ces phénomènes transitoires se traduisent par des variations des lois d'usure sur un faible nombre de cycles au début du test.



Dans le cas de la formation de TTS, Blanchard et Sauger mettent en évidence un décalage sur l'abscisse des énergies de la cinétique d'usure, correspondant à l'énergie d'activation  $\Delta E_{TTS}$  des phénomènes de durcissement structural puis de recristallisation. La loi d'usure (1-8) devient alors :

$$V = \alpha \cdot \sum E d - \Delta E_{TTS} \quad (1-11)$$

D'autre part, dans le cas de contacts revêtus, Paulin rapporte l'existence de bourrelets en bordure de contact se traduisant par une remontée de la force tangentielle en fin de cycle de fretting. Ce phénomène est associé à un volume d'usure initial, activé par l'évacuation sur les bords de matière déformée plastiquement. Paulin définit alors un volume initial d'activation de l'usure, fonction d'une profondeur initiale d'usure et la surface apparente de contact. Il propose la modification suivante de la loi d'usure (relation 1-12), traduisant le décalage qu'il observe sur l'axe des ordonnées.

$$V = \alpha \cdot \underbrace{\sum E d}_{\text{Régime stabilisé}} - \underbrace{V_{ini}}_{\text{Régime transitoire}} \quad (1-12)$$

Régime stabilisé Régime transitoire

### 1.2.2.3 Modélisation numérique

Citons pour finir l'apparition de modèles numériques permettant une prise en compte de l'usure dans les contacts mécaniques. Initiée par Johansson en 1994 [Johansson '94], l'utilisation de la Méthode des Eléments Finis (MEF) avec implémentation de la loi d'Archard à l'échelle locale et modification progressive de la surface de contact, fut ensuite reprise et développée par différentes équipes [Kim '05, Mccoll '04, Öqvist '01, Pödra '99] qui l'ont étendue à diverses configurations. Le principal atout de ces modèles réside dans l'utilisation du calcul éléments finis (EF) pour évaluer l'usure localement, et la mise à jour de la géométrie usée avant chaque nouvelle itération.

Récemment, Paulin [Paulin '08] et Dick [Dick '06a] ont adapté cette méthode en utilisant une approche énergétique locale basée sur le principe de l'équivalence global/local de la description énergétique de l'usure. Ils obtiennent ainsi la relation 1-13 locale à partir de la relation 1-10 globale, avec  $h(x)$ , la profondeur d'usure locale au point d'abscisse  $x$ ,  $\alpha_s$  le taux d'usure réduit et  $\sum E d_s(x)$  l'énergie dissipée cumulée réduite en  $x$ .

$$h(x) = \alpha_s \cdot \sum E d_s(x) \quad (1-13)$$

L'utilisation d'un passage global/local des formulations de l'usure paraît très intéressante dans le cadre d'une démarche ingénieur et de l'utilisation des moyens modernes de calculs tels que les éléments finis. En effet, la densité d'énergie dissipée étant intrinsèque, elle est transposable à toute géométrie de contact et trajet de chargement. La démarche est ainsi applicable à de nombreux systèmes industriels complexes. D'une manière générale, les résultats obtenus avec ces modèles itératifs sont prometteurs mais certains problèmes d'instabilités apparaissent lorsque le pas d'incrémentation est trop important [Mccoll '04]. Attribués à une altération trop brutale de la surface de contact, ces problèmes doivent être soigneusement contrôlés afin d'optimiser le



modèle. De plus, le coût en temps de calcul d'une approche basée sur une incrémentation progressive de l'usure par éléments finis peut être très lourd et il peut être intéressant de se tourner vers des approches semi-analytiques [Gallego '08] dans le cas de systèmes industriels complexes.

### 1.2.3 Comportement des revêtements et lubrifiants

Il existe plusieurs types de solution permettant d'agir sur le comportement en fretting d'un système mécanique donné. Quatre approches peuvent être adoptées :

- **Introduction de contraintes résiduelles compressives :** Ces traitements (grenailage, nitruration, carburation...) permettent d'améliorer la tenue en fatigue des composants en agissant sur la propagation des fissures [Fridici '01]. L'impact sur leur amorçage ainsi que sur l'usure est cependant négligeable [Kubiak '05].
- **Réduction du coefficient de frottement :** L'introduction de lubrifiants solides (verniss graphitiques, Molydag...) permet de limiter le frottement et donc l'usure pendant un certain nombre de cycles correspondant à leur durée de vie. La fin de cette période lubrifiée peut être due à l'élimination du vernis ou à la perte de ses capacités lubrifiantes par oxydation. Elle se traduit généralement par un saut en coefficient de frottement.
- **Augmentation de la dureté :** L'application de couches minces et dures (TiN, TiC, WC...) ont démontré de très bonnes performances vis-à-vis de la résistance à l'usure. Leur rôle consiste à limiter l'activation des mécanismes d'adhésion et à augmenter la résistance à l'abrasion.
- **Accommodation des déformations :** L'utilisation de revêtements « mous » (CuNiIn, CuAl...) permet, sans abaisser le coefficient de frottement, d'accommoder les déformations plastiques.

Le contact industriel aube/disque tire profit de ces trois approches : les portées des deux pièces sont grenillées et le pied de l'aube est revêtu de CuNiIn puis recouvert de vernis graphitique de faible coefficient de frottement. Les deux revêtements agissent en synergie puisque la rugosité du revêtement « mou » de CuNiIn facilite l'adhésion du vernis qui, réduisant le frottement, ralentit la cinétique d'usure.

Dans l'optique du remplacement du revêtement de CuNiIn, des chercheurs du « Pennsylvania State University » ont proposé récemment d'utiliser de nouveaux revêtements à base Ni [Hager], tirant ainsi profit des observations de Stott sur la formation d'un « glaze layer » lubrifiant sur des alliages de nickel [Stott '73]. De la même façon, les propriétés physiques des éléments peuvent jouer un rôle essentiel dans les mécanismes d'endommagement qui vont être activés. On insistera ainsi sur la comparaison des énergies d'adhésion des différents revêtements pour limiter l'usure sévère de type adhésive [Hager '07, Liskiewicz '04, Yantio Njankeu Sabeya '07].

#### 1.2.3.1 Comportement du revêtement CuNiIn

La diversité des techniques de dépôt du CuNiIn (*Ion Beam Enhanced Deposition* (IBED), *High Velocity Oxy-Fuel* (HVOF), Plasma sous vide ou à l'air...) rendent difficile la comparaison des

résultats des différentes études publiées sur le comportement en fretting usure [Fridrici '02, Fridrici '03, Segall '99, Wu '00].

Lors d'une étude réalisée pour Snecma en 2002 sur des dépôts plasma de CuNiIn semblables à ceux étudiés dans cette thèse [Fridrici '03], Fridrici met en évidence l'effet bénéfique du CuNiIn sur la fissuration, en raison de son faible module d'Young et de sa faible dureté. Pour des conditions expérimentales identiques, la capacité d'accommodation plastique du CuNiIn induit des cycles de fretting plus fermés que dans le cas du contact non revêtu. D'une manière générale, le CuNiIn a tendance à favoriser le glissement partiel, avec un décalage de  $5\mu\text{m}$  de la transition Glissement Partiel (GP)/Glissement Total (GT) sur l'axe du débattement (Figure 1-23). L'énergie dissipée par cycle étant plus faible et la largeur de la trace plus importante en raison de la faible rigidité du revêtement, Fridrici constate un facteur énergétique d'usure légèrement augmenté par rapport au contact non revêtu. L'auteur ne constate pas d'influence sur le coefficient de frottement.

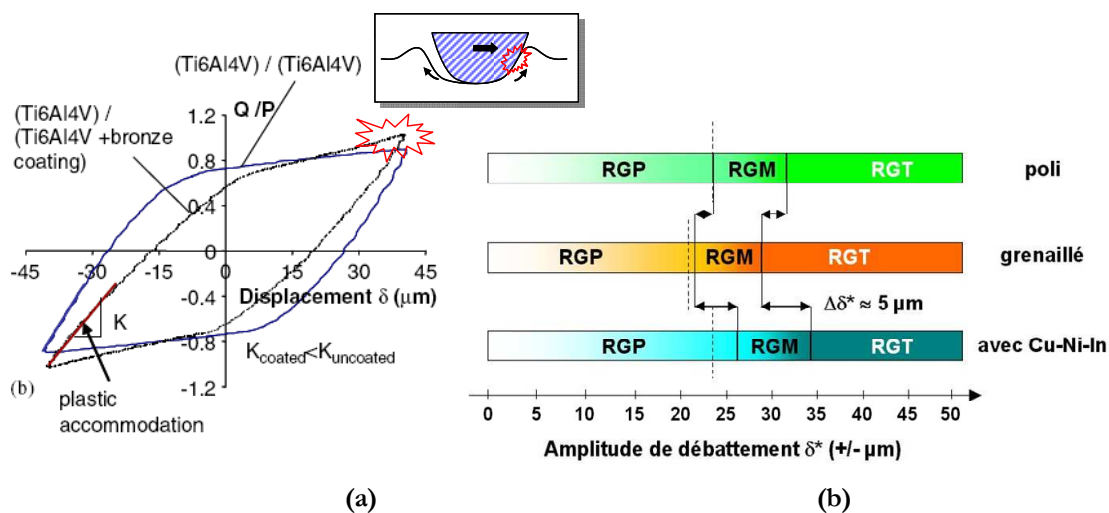


Figure 1-23 : a) Effet de l'ajout d'un revêtement de type CuNiIn sur la forme du cycle de fretting, b) Décalage de la transition GP/GT. [Fridrici '02]

D'autre part, la phase initiale transitoire de l'usure d'un contact revêtu de CuNiIn ne semble pas obéir aux mêmes lois que le contact Ti/Ti. En particulier, les phénomènes d'activation de la TTS (définis précédemment et observés dans le cas du Ti/Ti), se traduisant généralement par une phase d'usure nulle jusqu'à ce que la TTS soit activée, ne sont pas observés. Les expériences conduites sur le CuAl [Lee '05] et sur le CuNiIn [Fouvry '04, Paulin '06], rapportent soit une phase transitoire nulle soit une usure très forte observée pour les tout premiers cycles. Ce régime transitoire est lié, selon Paulin et Dick [Dick '06b] à une plastification importante de l'interface couplée à une dégradation par usure adhésive. Il s'ensuit alors la création, en bordure et/ou tout le long du contact, de bourrelets (ou amas) de matière dus à l'écoulement plastique particulier du troisième corps. Ce phénomène se traduit par une remontée de force tangentielle en bout de cycle de fretting.

### 1.2.3.2 Comportement des vernis lubrifiants solides

Le vernis lubrifiant graphite utilisé par Snecma sur les portées d'aubes de CoHP, noté D180, a été relativement peu étudié dans la littérature. Les équipes de recherche se sont davantage penchées sur le comportement des dépôts durs (type TiN, TiC, WC...) ou des vernis lubrifiants de type MoS<sub>2</sub>, utilisés dans les contacts aube/disque à température ambiante (aubes de soufflante). Les propriétés des lubrifiants solides reposent sur leur faible résistance au cisaillement, qui induit un faible coefficient de frottement. Pour être efficaces, ces dépôts doivent également présenter une bonne adhésion aux premiers corps et une faible abrasivité. Dans le cas du graphite, la structure lamellaire et hexagonale favorise la réorientation des particules sous le frottement, parallèlement aux plans basaux [Sloney '92]. Il a été observé que les propriétés lubrifiantes du graphite étaient liées à l'absorption de films d'eau, de gaz ou d'huile. Son coefficient de frottement augmente donc sous vide, dans des environnements de faible humidité ou lorsque la température est suffisamment élevée pour engendrer la désorption des surfaces (à partir de 400°C-600°C). D'autre part, il a également été observé que, dans le cas d'un contact métallique, le graphite réagit avec les oxydes formés et peut à nouveau présenter un bas coefficient de frottement jusqu'à 450°C (Peterson et Johnson, 1954).

Dans le cas de ces revêtements, on ne s'intéresse généralement plus à l'évolution du volume d'usure mais à plutôt à leur Durée De Vie (DDV), c'est-à-dire à la « longévité » de leurs propriétés lubrifiantes. Une approche de ce type a ainsi été présentée par Langlade et al. en 2001 [Langlade '01]. Les auteurs proposent une représentation du nombre critique de cycles N<sub>c</sub> au bout duquel le substrat est atteint en fonction des paramètres de sollicitation (débattement, pression...). Le diagramme obtenu, dit de type « Wöhler » par analogie à la démarche classique de fatigue, permet la comparaison de la durée de vie de différents revêtements soumis à des sollicitations identiques. Pour une majorité de dépôts, il a été observé que deux phénomènes d'endommagement entrent en compétition : l'usure progressive précédemment décrite et un phénomène d'écaillage associé à une fatigue de l'interface induite par les sollicitations cycliques du contact. Dans le cadre de sa thèse, Liskiewicz a proposé d'introduire une capacité énergétique effective d'endurance du dépôt qui tient compte de ces deux mécanismes d'endommagement [Liskiewicz '04].

Aujourd'hui, de nouveaux lubrifiants voient le jour tels que les Diamond-like carbon (DLC), les dépôts multicouches ou nano-structurés... [Donnet '04, Haseeb '03, Ramesh '03, Wu '00]. Plusieurs études sont déjà parues pour étudier leurs propriétés tribologiques mais le comportement sur un grand nombre de cycles et en conditions industrielles est encore inconnu.

### 1.2.4 Objectifs scientifiques

Suite à cet état de l'art des principales théories qualitatives et quantitatives permettant de décrire l'usure par fretting, les **objectifs scientifiques** de cette thèse seront les suivants :

- **Comprendre les mécanismes d'endommagement** en fretting d'un contact Ti/Ti avec et sans revêtement et lubrifiant, en conditions de glissement total et en température.

- **Caractériser les structures transformées tribologiquement** à la surface des échantillons à l'aide d'outils physico-chimiques.
- **Formaliser les cinétiques d'endommagement** des différents systèmes et évaluer leur stabilité dans le domaine d'étude ( $F_n$ ,  $T$ ,  $\delta$ ...)

## 1.3 Positionnement du sujet

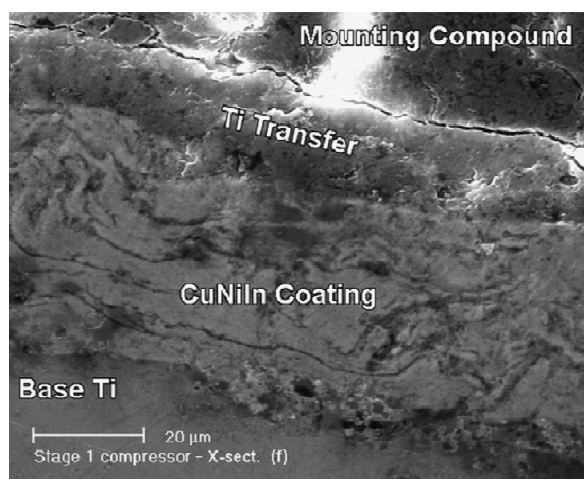
### 1.3.1 Etat de l'art sur les contacts aube/disque

L'industrie aéronautique est une des premières à avoir motivé l'avancée des recherches en fretting. Depuis de nombreuses années, des équipes de chercheurs de différents laboratoires se sont donc penchées sur la problématique des contacts aube/disque ; initialement à travers des configurations de contact, niveaux de sollicitations et conditions d'essais simplifiés (contact sphère/plan, pièces non revêtues, chargements faibles et constants, température et humidité ambiante...) puis avec une intégration progressive des complexités liées au système industriel. Le paragraphe suivant propose une brève synthèse des principaux résultats publiés à l'heure actuelle sur ces problématiques.

L'Université de Pennsylvanie a développé depuis la fin des années 90 une importante recherche expérimentale sur le comportement en fretting usure de revêtements utilisés au niveau des contacts aube/disque de CoHP [Freimanis '02, Freimanis '00, Segall '99]. Les résultats publiés, en partenariat avec l'avionneur Boeing, incluent notamment des expertises de portées usées d'aubes de compresseur HP (étages 1, 2 et 3) qui révèlent des phénomènes de transfert importants de titane (provenant de l'endommagement du disque) à la surface du CuNiIn, ainsi qu'une ségrégation de cuivre et une disparition du lubrifiant pour les plus hautes températures. Les portées d'alvéoles du disque paraissent facettées avec des marques de frottement dans le sens du glissement. La Figure 1-24 illustre ces phénomènes de transfert et le maintien de l'épaisseur du revêtement (les auteurs insistent sur le fait que le CuNiIn n'est jamais traversé). Après une première campagne d'essais en plan/plan (surface 16mm x 4mm) à 175°C puis en cylindre/plan (diamètre 5mm) à 227°C et 454°C pour des débattements de  $\pm 25\mu\text{m}$  à 50Hz pour différents nombre de cycles, les auteurs proposent finalement un protocole en deux phases composé de 100 000 cycles de GT à  $\pm 125\mu\text{m}$ , 30Hz suivis de 1 000 000 cycles de GT à  $\pm 25\mu\text{m}$ , 50Hz (plus proche d'un régime de glissement mixte d'après leurs conditions), jugé plus représentatif des endommagements moteur. Ce protocole est ensuite utilisé pour comparer le comportement en température de nouveaux revêtements jugés prometteurs en raison de leurs propriétés lubrifiantes à haute température (dépôts à base Ni, Co, W et Mo) [Freimanis '02].

Ces résultats ont ensuite été repris par les équipes de Sanders et Sharma du Wright Patterson Air Force Base qui publient des séries d'articles sur le comportement en fretting usure en température du Ti6Al4V (détermination des conditions de transition entre régimes de glissement partiel, mixte et total à froid [Hager '04, Hager '06]) puis de revêtements type CuAl ([Lee '07a, Lee '07b, Lee '05]), CuNiIn ([Hager '08, Hager '07]) et à base Ni ([Hager]). Les auteurs retrouvent des mécanismes

d'usure essentiellement adhésifs, avec des phénomènes de transfert de la pièce non revêtue en titane vers la surface revêtue, activant ainsi des contacts métalliques Ti/Ti. A la surface des pièces non revêtues, les auteurs rapportent également la présence de couches transformées tribologiquement, semblables aux observations des TTS des alliages de Ti évoquées précédemment (page 24).



**Figure 1-24 : Vue en coupe d'une portée d'aube de CoHP (étage 1) illustrant les transferts de titane à la surface du CuNiIn (D'après [Freimanis '00]).**

En France, une importante recherche a été mise en place depuis une dizaine d'années à l'initiative de Snecma pour formaliser les phénomènes de fretting usure dans les contacts aube/disque. Au LTDS, les travaux de Fridrici en 2002 [Fridrici '02] puis de Paulin en 2006 [Paulin '06] sur les contacts aube/disque de soufflante à température ambiante ont permis de mettre en évidence l'endommagement progressif par tribo-oxydation du film lubrifiant de MoS<sub>2</sub>, suivi de l'usure de type adhésive du contact TA6V/CuNiIn. Les résultats présentés concordent ainsi avec ceux des équipes américaines. Ces mécanismes ont été formalisés avec la proposition d'une capacité énergétique pour le vernis de lubrifiant [Fouvry '06a, Fouvry '06b] et d'une cinétique d'usure à énergie dissipée réduite pour le CuNiIn [Paulin '06]. S'appuyant sur ces résultats expérimentaux, le LAMCOS (INSA de Lyon) et le Centre des Matériaux (ENSMP), ont développé et validé des modélisations numériques très efficaces avec prise en compte de l'usure ([Dick '06a], [Gallego '08]). On peut noter également le travail expérimental de l'équipe de Denape qui, en collaboration avec le CIRIMAT, le LMPM et le LMP a développé un banc d'essai de fretting à débattement libre utilisé pour caractériser les transitions glissement/grippage et comparer le comportement de nouveaux revêtements destinés aux contacts aube/disque [Yantio Njankeu Sabeya '07, Yantio Njankeu Sabeya '08].

### 1.3.2 Conclusions

Les études précédentes sur le fretting usure des contacts aube/disque ont permis de mieux appréhender les endommagements du système et de proposer un formalisme énergétique de l'usure à température ambiante. Cependant, elles relèvent un manque de connaissances réelles des

mécanismes activés dans le moteur lors des différentes phases de vol. La représentativité des endommagements générés sur bancs expérimentaux ne peut alors pas être critiquée.

En ce qui concerne l'effet d'échelle, si les travaux de Paulin [Paulin '06] et Merhej [Merhej '08] ont permis de mettre en évidence l'importance de la taille du contact sur les mécanismes d'usure, la quasi totalité des études réalisées sur les contacts aube/disque utilisent des contacts sphère/plan ou cylindre/plan de petite dimension. De plus, l'influence de la température des pièces sur les mécanismes d'endommagement du tribo-système et la formulation des cinétiques d'usure n'a pour l'instant pas été étudiée de façon approfondie.

Pour résumer, ce premier chapitre a permis d'introduire le contexte industriel et de décrire les matériaux en contact. A travers le constat des usures en flotte, la problématique industrielle est identifiée.

Pour résoudre ce problème, un état de l'art des connaissances en fretting est proposé et les différents modèles qualitatifs et quantitatifs développés pour décrire les endommagements sont présentés. Les lacunes par rapport à notre problématique apparaissent alors clairement, notamment en ce qui concerne le comportement en fretting de contacts de grandes dimensions, l'influence de la température et la représentativité expérimentale par rapport à un système industriel au chargement complexe.

Aux regards de ces points encore en suspens, et par rapport aux objectifs industriels et scientifiques énoncés précédemment, nous proposons de **simuler expérimentalement le contact aube/disque de compresseur en fretting, pour un contact à l'échelle 1, en température, et dans des conditions proches du fonctionnement moteur**. La démarche que nous avons adoptée dans le cadre de cette thèse est présentée au Chapitre 2 de ce manuscrit.

## Chapitre 2

# Démarche de la thèse

Après avoir exposé les contextes industriel et scientifique de cette thèse, il convient de présenter la démarche originale qui a été suivie. Celle-ci s'appuie sur une étude fine du système industriel, une détermination adaptée des conditions d'essais et des analyses physico-chimiques pertinentes permettant d'identifier puis de comparer les processus d'endommagement.

Ce deuxième chapitre développe ainsi l'analyse du contact aube/disque de compresseur HP à travers ses sollicitations et les endommagements observés lors des retours de flotte ; puis propose une stratégie expérimentale de fretting usure à l'échelle 1 dont les conditions de chargement reproduisent celles du système industriel. Enfin, les dispositifs expérimentaux et les outils numériques mis en place dans le cadre de la thèse sont décrits et leur précision et pertinence évaluées.



## Plan du Chapitre 2

---

<b>2.1</b>	<b>Analyse fine du système industriel .....</b>	<b>41</b>
2.1.1	Etude des sollicitations imposées au système.....	41
2.1.2	Expertises de pièces moteur endommagées .....	44
2.1.2.1	<i>Caractérisation de l'usure de type « fretting »</i> .....	45
2.1.2.2	<i>Caractérisation de l'usure de type « scratch »</i> .....	49
2.1.3	Conclusion sur l'analyse du système industriel.....	53
<b>2.2</b>	<b>Détermination des conditions expérimentales .....</b>	<b>54</b>
2.2.1	Choix du type de sollicitations et de la géométrie de contact.....	54
2.2.2	Modélisation de l'essai de fretting.....	55
2.2.3	Détermination de la géométrie et des paramètres d'essais.....	57
<b>2.3</b>	<b>Présentation du dispositif expérimental.....</b>	<b>58</b>
2.3.1	Montage de fretting wear .....	59
2.3.2	Protocole expérimental.....	61
2.3.3	Traitement des données et analyses des échantillons.....	62
<b>2.4</b>	<b>Conclusion .....</b>	<b>63</b>

---

L'objectif de cette thèse est de simuler expérimentalement, à l'échelle laboratoire, le comportement du contact aube/disque de compresseur HP sous sollicitations oligocycliques de fretting, par l'intermédiaire d'essais qui soient à la fois simples (pour pouvoir être comparés à la littérature) et représentatifs. Pour ce faire, nous avons adopté la démarche suivante :

- **1. Etude fine du système industriel** pour bien appréhender le fonctionnement et les endommagements en vol du contact aube/disque de CoHP. Cette première étape, présentée au §2.1, repose sur la modélisation numérique du système et de ses sollicitations, et sur des expertises complètes de pièces industrielles endommagées.
- **2. Détermination des conditions d'essais** à appliquer pour reproduire les niveaux de chargement du moteur avec le dispositif de fretting usure choisi. Le choix des paramètres expérimentaux tels que la géométrie de contact, la force normale, le débattement imposé... sont détaillés au §2.2.
- **3. Simulation expérimentale** : réalisation des essais sur le dispositif expérimental de fretting suivant le protocole décrit au §2.3.
- **4. Expertises** des échantillons : observations macro et microscopiques, analyses topographiques, mesures des propriétés mécaniques, analyses physico-chimiques, quantification des usures...
- **5. Identification des mécanismes d'endommagement et établissement des cinétiques d'usure pour les différents domaines de sollicitations.**
- **6. Comparaison aux données industrielles** en termes de mécanismes d'endommagement identifiés sur pièces et de cinétiques d'usure relevées en flotte
- **7. Conclusion sur la représentativité des essais** et proposition d'un nouveau protocole adapté

Les points 4 et 5 seront détaillés dans les chapitres 3 et 4 tandis que les points 6 et 7 font l'objet du chapitre 5.

## 2.1 Analyse fine du système industriel

En premier lieu, il convient d'approfondir le fonctionnement du système aube/disque de CoHP et de caractériser ses endommagements.

### 2.1.1 Etude des sollicitations imposées au système

Cette étude a été réalisée conjointement avec le Bureau d'Etude de Snecma (BE) et les calculs présentés ici ont été effectués par L. Gallego. Le contact alvéole de disque/pied d'aube a été modélisé en Eléments Finis (EF) en 3D et un cycle de chargement moteur est simulé en augmentant progressivement la force centrifuge (liée à la rotation du disque). Plusieurs calculs ont été effectués sur les portées intrados et extrados des étages 2 à 4 du CoHP du GE90 (version 94B), en supposant un comportement élastoplastique du CuNiIn (écrouissage cinématique linéaire [Pavan '01]) et pour deux conditions de frottement (avec ou sans prise en compte du vernis

lubrifiant). La phase modélisée (Figure 2-1) représente ainsi une montée en charge du moteur lors du décollage de l'avion et peut être décrite de la façon suivante :

- Initialement, la force centrifuge augmente mais demeure insuffisante pour générer un glissement total de l'aube dans l'alvéole. Il y a adhésion, puis de faibles débattements locaux sont observés ( $\delta < 10\mu\text{m}$ ): cela correspond à des conditions de Glissement Partiel (GP) à Mixte (GM).
- A partir d'un seuil de force centrifuge (ici associée à  $\approx 20\%$  de la force normale maximale), l'aube glisse contre les parois de l'alvéole. Le système entre en condition de Glissement Total (GT) et le rapport Force tangentielle/Force normale devient constant et égal au coefficient de frottement introduit dans le modèle. Les glissements locaux maximaux  $\delta_{\text{max}}$  sont observés de  $15\mu\text{m}$  à  $70\mu\text{m}$ , ce qui correspond à un glissement moyen sur la portée compris entre  $10\mu\text{m}$  et  $40\mu\text{m}$ .
- L'aube continue à glisser jusqu'à ce que la force centrifuge atteigne sa valeur maximale. Dans le cas présenté ici (aube étage 4 extrados non lubrifiée), la force normale atteint alors la valeur maximale  $F_{n_{\text{max}}}=2038\text{daN}$ , ce qui représente une pression moyenne sur la portée  $P_{\text{moy}}=144\text{MPa}$  et une pression maximale aux bords du contact  $P_{\text{max}}=573\text{MPa}$ .

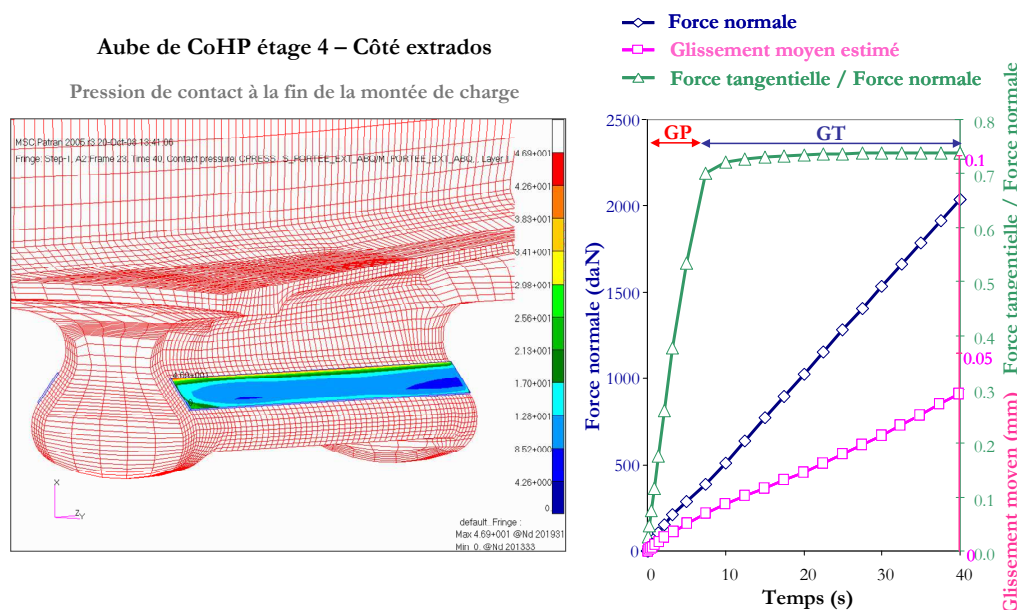


Figure 2-1 : Illustration de la phase de mise en charge du moteur et représentation de l'évolution des chargements normaux et tangentiels.

Les pièces sont dimensionnées de façon à assurer un glissement croissant jusqu'à la fin de l'application de la charge ; il n'y a pas de blocage anticipé afin de limiter la génération de contraintes dans les pièces. Ce cycle de mise en charge est suivi d'une phase de vol (solicitations polycycliques non modélisées ici) durant laquelle l'aube vibre dans son logement, engendrant de faibles débattements en condition de glissement partiel ( $\delta < 10\mu\text{m}$ ). La phase de décharge n'est pas symétrique et lors de la diminution de la force centrifuge, l'aube reste un certain temps collée avant de glisser (phénomènes d'adhésion). La Figure 2-2a présente un cycle total charge/décharge pour une aube de l'étage 2 du CoHP. En raison de difficultés numériques de convergence en fin

de décharge, la fin du déchargement, notamment lors de la perte de contact, est complétée en pointillé. Les phases de glissement partiel et total (rapport  $F_t/F_n$  constant) peuvent y être distinguées. L'allure quadratique du cycle moteur est cependant trompeuse et ne doit pas être confondue avec les représentations usuelles des cycles de fretting. En effet, pour un essai classique de fretting, la force normale imposée est constante alors qu'ici elle continue d'augmenter pendant la phase de glissement. Une représentation compatible avec l'approche classique du fretting, tracée notamment en fonction du glissement moyen sur la portée et non plus au point le plus glissant localement, est présentée Figure 2-2b.

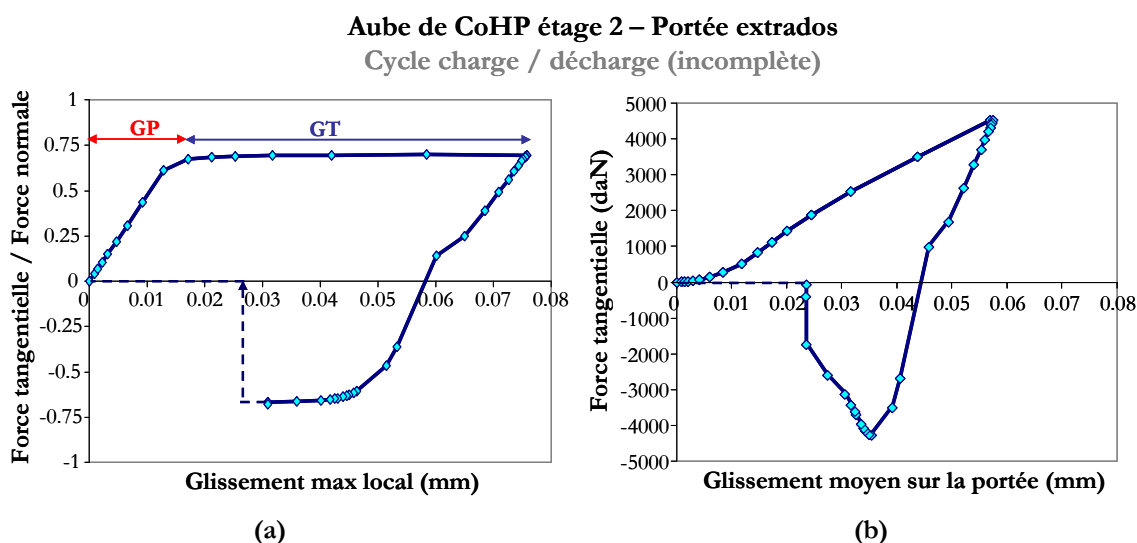


Figure 2-2 : Modélisation d'un cycle charge/décharge pour un contact aube/disque étage 2 de CoHP, a) Représentation en  $F_t/F_n$ , b) Représentation en  $F_t$ .

Les sollicitations oligocycliques imposées au contact aube/disque sont complexes. A tout moment, elles sont définies par un couple (Force normale, glissement) qui évolue au cours du temps. La démarche couramment adoptée en laboratoire consiste à appliquer un débattement sinusoïdal d'amplitude constante sous un effort normal maintenu constant. Le choix des paramètres de sollicitation est alors essentiel. **Dans une volonté de conservatisme**, pratique courante en aéronautique, **les essais reproduiront dans un premier temps les sollicitations maximales, associées aux valeurs de force normale et de débattement relevées lors de la fin du chargement.** La Figure 2-3 montre la distribution spatiale de pression à l'instant où le chargement est maximal. La répartition radiale présente les caractéristiques d'un contact poinçon/plan avec des pressions latérales élevées notées  $P_{max}$  et une pression moyenne  $P_{moy}$  sur la surface de portée. Cette répartition révèle une forte hétérogénéité axiale avec, dans le cas présenté ici, un chargement 2 à 3 fois plus élevé au niveau du Bord de Fuite (BF).

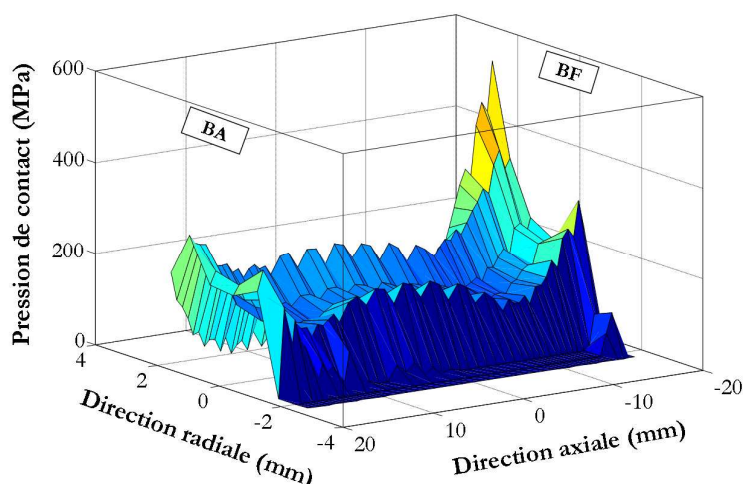


Figure 2-3 : Distribution de pression de contact à l’instant où le chargement est maximal sur une aube étage 4 de CoHP.

Le Tableau 2-1 répertorie, à l’instant où le chargement est maximal, les glissements moyens et maxi (localement) sur la portée et les pressions moyennes et maximales pour les différentes configurations de chargement.

Tableau 2-1 : Valeurs moyennes et maximales des pressions et débattements estimées par modélisation EF en fin de mise en charge moteur.

		Conditions lubrifiées ( $\mu=0.3$ )						Conditions non lubrifiées ( $\mu=0.75$ )					
		Etage 2		Etage 3		Etage 4		Etage 2		Etage 3		Etage 4	
		Intra	Extra	Intra	Extra	Intra	Extra	Intra	Extra	Intra	Extra	Intra	Extra
$\delta$	moy	119	95	-	-	81	64	111	57	-	-	78	40
	max	155	109	113	130	89	94	143	74	103	100	87	71
<b>P</b>	moy	223	228	211	216	188	195	161	170	151	163	132	144
	max	1088	1104	699	711	686	703	877	907	561	589	543	573

- : Données non disponibles.

Nous verrons par la suite au §2.2 que ces conditions seront reproduites dans les campagnes d’essais de fretting wear en chargement statique. Cependant, il est pertinent de remarquer que si le couple ( $F_{n,max}$ ,  $\delta_{max}$ ) existe effectivement au point maximal de chargement, il n’est appliqué que lors d’un moment ponctuel et ne représente donc pas la complexité du chargement normal et tangentiel subit par le contact.

### 2.1.2 Expertises de pièces moteur endommagées

Afin de compléter les données fournies par Snecma, un spool (disque) ainsi que les aubes des étages 3 et 4 ont été mis à disposition au LTDS pour expertise. L’objectif est d’analyser finement les portées afin de classifier les types d’usure et d’identifier les mécanismes d’endommagement.

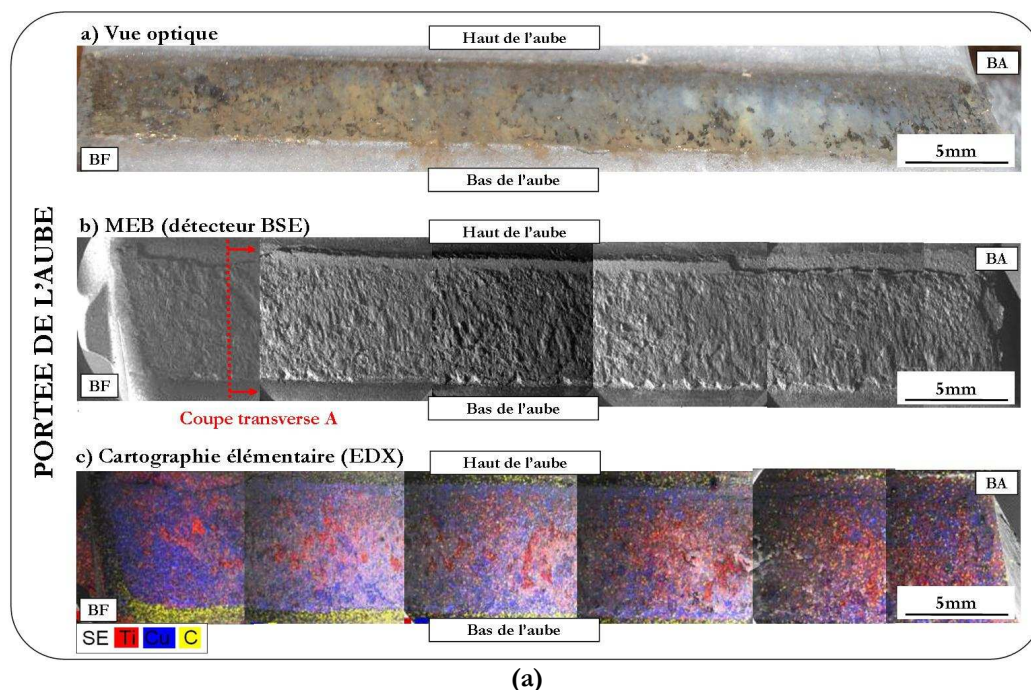
Les pièces expertisées proviennent d’un compresseur HP d’un moteur GE90-94B présentant 13727h de vol pour 6414 cycles moteur et ayant volé dans des conditions particulièrement critiques (survol de zones désertiques et sableuses). Un « cycle moteur » correspond approximativement à un allumage/arrêt du moteur. Sur l’ensemble du spool, 10 alvéoles de

disque ont pu être prélevées de façon aléatoire, ainsi que les aubes antagonistes: 2 pour l'étage 2, 4 pour l'étage 3 et 4 pour l'étage 4.

Les pièces expertisées apparaissent toutes recouvertes d'un mélange fin de sable et de débris d'usure. Les observations macroscopiques permettent de retrouver les deux principaux types d'endommagement distingués par Snecma (cf. Chapitre 1 §1.1.2.3) : l'endommagement de type « fretting » et l'endommagement de type « scratch ».

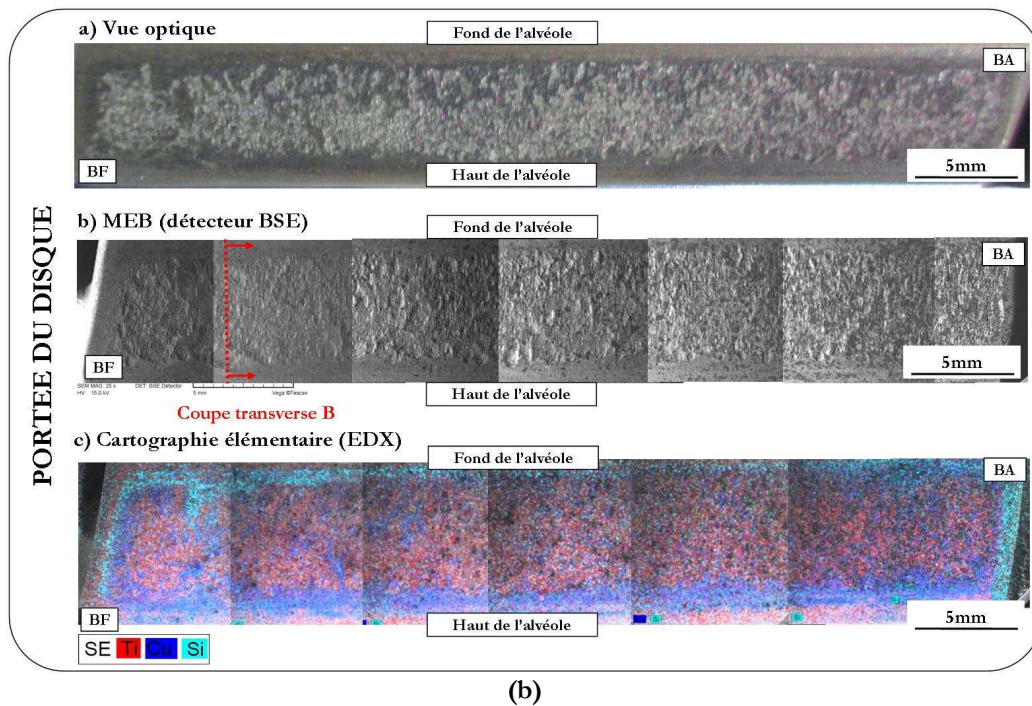
### 2.1.2.1 Caractérisation de l'usure de type « fretting »

Une expertise plus approfondie de plusieurs couples aube/disque représentatifs d'un endommagement de type « fretting » permet de mettre en évidence les phénomènes de transfert et d'adhésion entre le revêtement de CuNiIn et l'alliage de titane. Sur la Figure 2-4, l'examen des deux faces antagonistes d'un contact de l'étage 3 (côté intrados) indique un important transfert de titane sur toute la partie centrale de la portée de l'aube (revêtue de CuNiIn), alors que sur le disque, des transferts de CuNiIn sont observés sur une couronne périphérique. La cartographie des éléments constitutifs du vernis lubrifiant (C et Si) permet de localiser sa présence après les 13 727 heures de vol. Sur la quasi totalité des aubes expertisées, des traces de vernis sont observées en dehors de la portée, preuves de la persistance du D180 en température. Sur la surface en contact, aucune trace de C ni de Si n'a pu être détectée au MEB avec un système EDX et il semble que le vernis ait totalement disparu de l'interface. Sur la partie haute de la portée, des écaillages latéraux du revêtement de CuNiIn sont observés, a priori extérieurs à la zone portante. La cartographie EDX de l'oxygène (non représentée ici) ne présente pas de concentration particulière, même avant nettoyage des portées aux ultrasons.



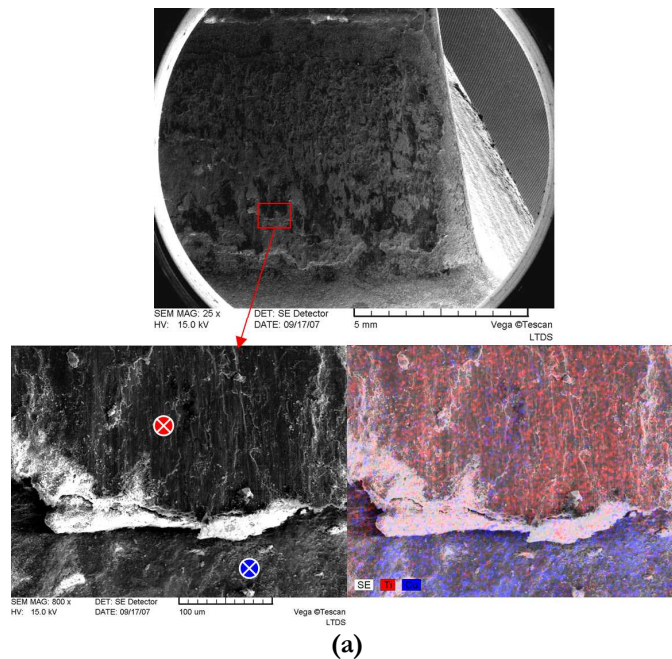
(a)





(b)  
**Figure 2-4 : Observations des portées antagonistes aube (a)/disque (b) de CoHP étage 3.**

Le transfert important de titane du disque vers l'aube constitue l'endommagement principal et est considéré comme capital puisqu'il induit une perte de volume du disque, pièce tournante et particulièrement critique. Un zoom sur le bord d'attaque de l'aube (BA) (Figure 2-5) permet d'observer la nature de ce transfert, sous forme de plaques ou feuillet de dizaines de  $\mu\text{m}$  d'épaisseur et constitués essentiellement des éléments d'alliage du disque avec peu de traces de CuNiIn, et pas d'oxydation évidente.



(a)



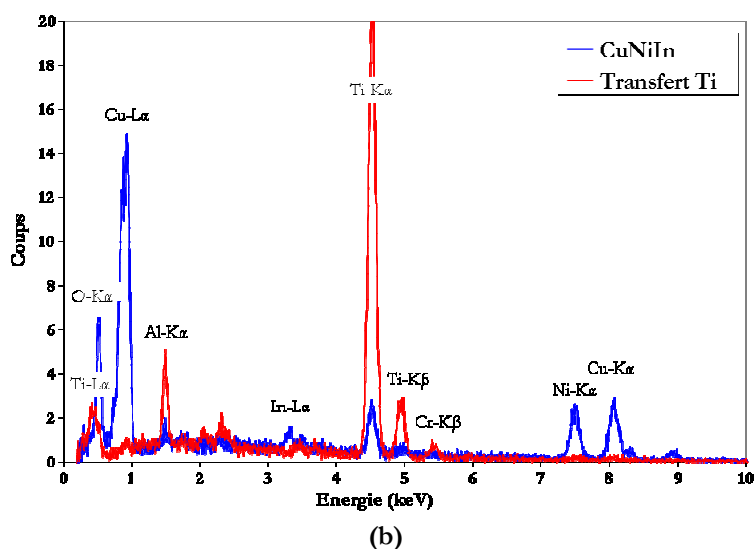
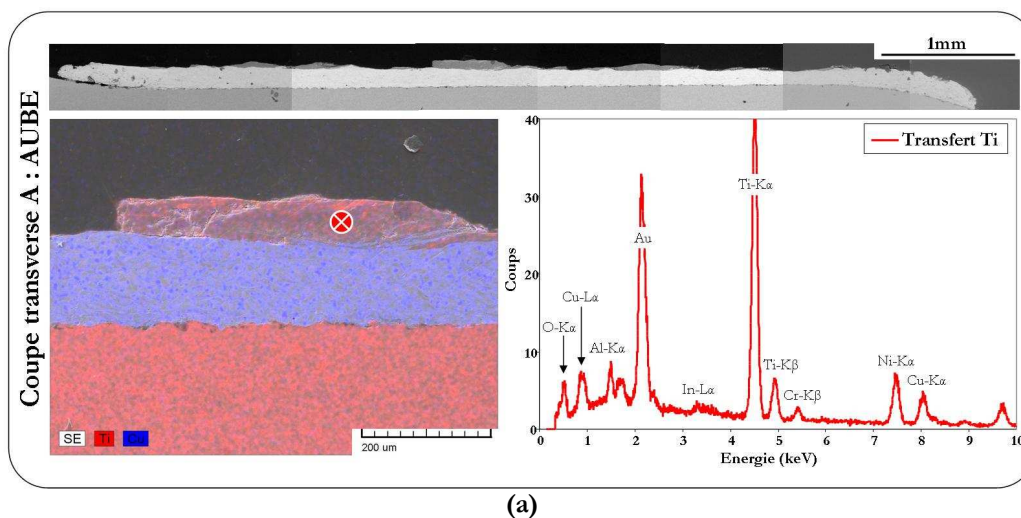


Figure 2-5 : Observation du Bord d'Attaque (BA) d'une aube étage 3. a) Images SE et cartographies EDX, b) Spectre EDX.

Afin de poursuivre ces analyses, des coupes transverses ont été effectuées au niveau des bords de fuite (BF) des deux pièces (localisation des coupes visibles sur la Figure 2-4). La Figure 2-6 illustre l'intégrité du revêtement de CuNiIn, même après un endommagement important. Sur l'ensemble des portées expertisées, une épaisseur résiduelle moyenne de CuNiIn de 89µm à 127µm est observée. La coupe transverse révèle la très bonne adhésion des volumes de transferts sur le revêtement (traces de mixage mécanique) et leur épaisseur de +40µm à +80µm. Une analyse EDX réalisée dans le matériau transféré indique une composition mixte Ti17/CuNiIn et une oxydation non négligeable. L'analyse en volume diffère alors de l'analyse en surface (présentée Figure 2-5 b)) qui n'indiquait pas de mélange avec le CuNiIn. Au niveau du disque, le profil est marqué avec des profondeurs d'usure pouvant atteindre jusqu'à 40µm et semble recouvert d'une épaisseur (de 5 à 20µm) de CuNiIn oxydé. Sous cette couche de transfert, un écrouissage (alignement de la structure en aiguilles du Ti17) peut être distingué à certains endroits du disque sur une profondeur de 30µm.



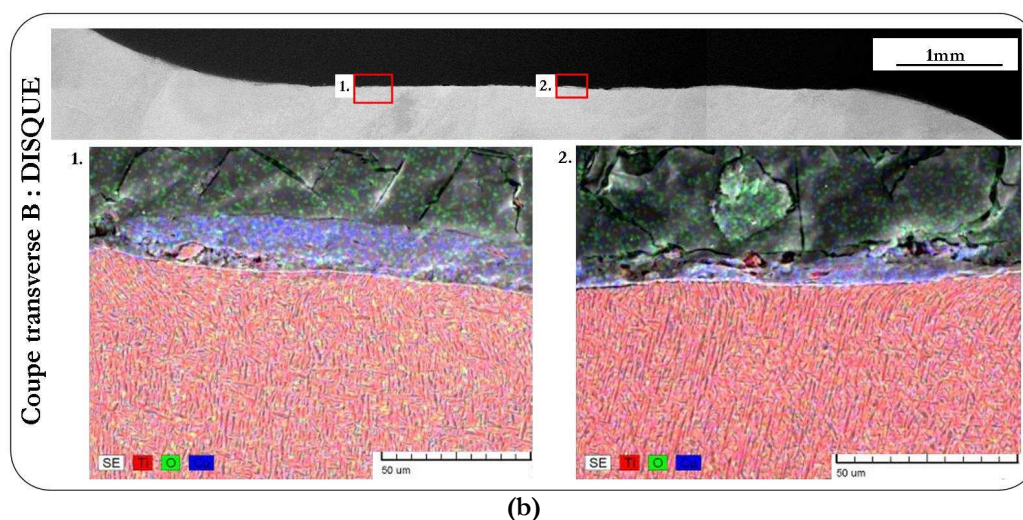


Figure 2-6 : Coupes transverses dans les portées aube (a) et disque (b) antagonistes localisées Figure 2-4.

A partir de différentes observations effectuées sur pièces, un premier scénario d'endommagement peut être proposé pour ces usures de type « fretting » (Figure 2-7) :

- Initialement, le contact est revêtu et lubrifié et l'interface est homogène de type Ti17g/D180,
- Les pressions et cisaillements très élevés, notamment au niveau des zones de chargement maximal (BA/BF et zones hautes et basses de la surface de contact), vont induire une usure prématurée du lubrifiant et créer un contact Ti17g/CuNiIn, fortement adhésif.
- S'installe alors une usure de type adhésive par spots de quelques centaines de µm de diamètre (faciès martelé creux/bosses évoqué précédemment) où se produisent simultanément, des phénomènes d'adhésion d'une couche plus ou moins épaisse de CuNiIn oxydé à la surface du disque et des transferts de titane par feuillets (parfois sous forme de mélange Ti17/CuNiIn oxydé) à la surface du revêtement de CuNiIn.

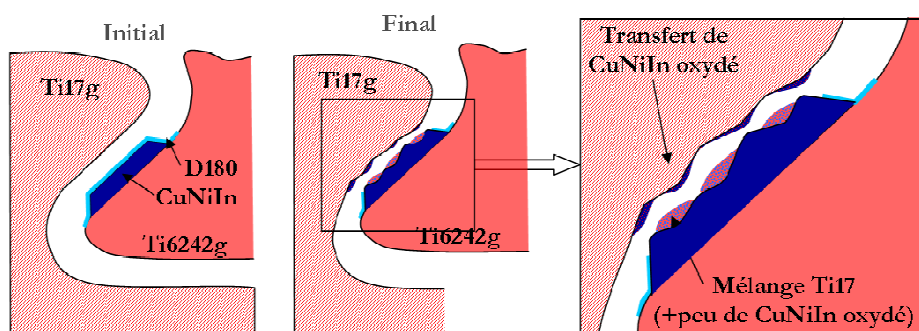
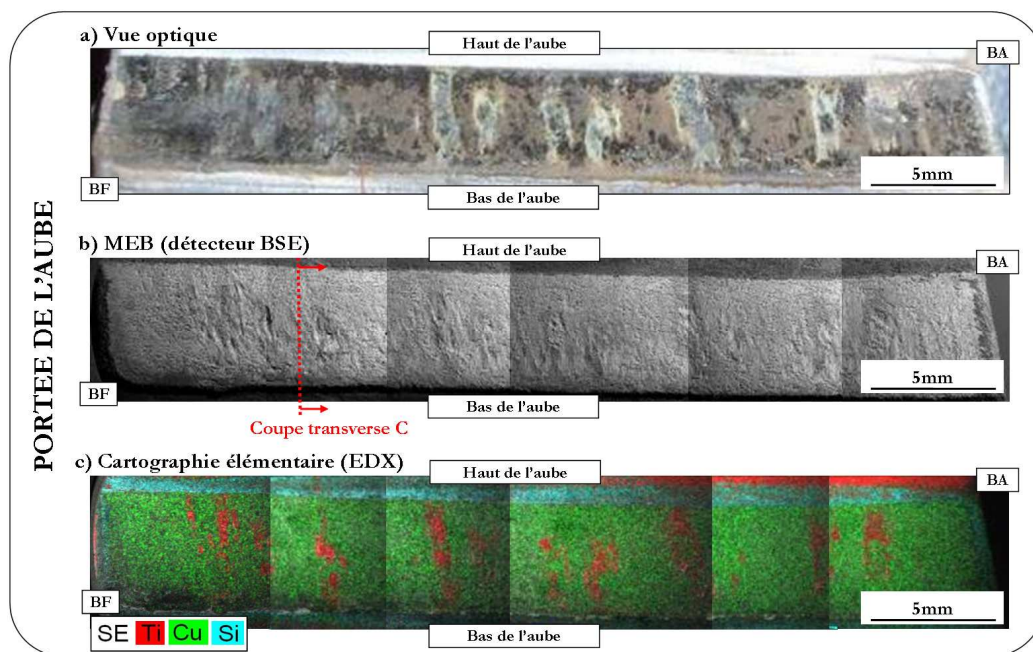


Figure 2-7 : Mécanisme proposé pour l'endommagement de type « fretting ».

Il est notable que, dans le cas des pièces expertisées ici, le dépôt de CuNiIn n'est jamais traversé complètement et que des mesures de topographie de surface par interférométrie optique à lumière blanche indiquent une usure plus forte au niveau des bords d'attaque et de fuite, où les pressions sont maximales (cf. Figure 2-3). L'usure moyenne globale est estimée à 40µm de chaque côté.

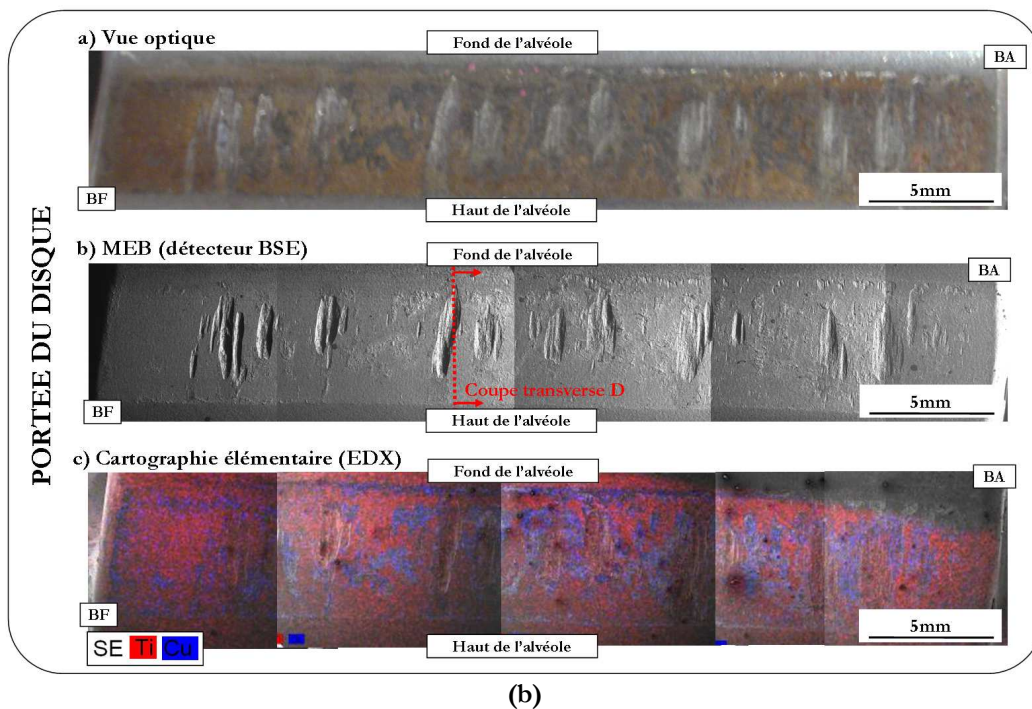
### 2.1.2.2 Caractérisation de l'usure de type « scratch »

L'endommagement de type « scratch » n'est observé qu'au niveau de l'étage 4, sans tendance préférentielle entre les faces intrados ou extrados. Ce type d'endommagement est asymétrique entre les deux antagonistes et le disque présente des rayures profondes et très localisées. La Figure 2-8 montre des observations optiques et microscopiques de portées antagonistes d'aube et de disque de l'étage 4, côté intrados. Sur l'aube, l'endommagement se traduit par des marques très visibles dans le dépôt. L'analyse topographique révèle qu'elles correspondent à de l'usure et les analyses EDX indiquent la présence de titane au fond de ces cavités. En dehors de ces marques, le reste de la surface du CuNiIn paraît intact et ne présente pas de transfert de Ti comme dans le cas de l'endommagement de type « fretting ». De la même façon que précédemment, la présence de Si aux bords de la portée indique la bonne tenue en température du vernis lubrifiant, s'il n'est pas sollicité mécaniquement. Sur le disque, l'endommagement se traduit par des trous profonds ou « scratches », essentiellement situés dans la partie centrale de la portée et pouvant s'étendre sur toute la largeur radiale (soit 3 à 4 mm de long). Sur toutes les pièces observées, les scratches du disque et de l'aube sont symétriques. Le reste de la portée paraît intact mais présente une teinte jaune, attribuée à des phénomènes d'oxydation.



(a)





(b)  
Figure 2-8 : Observations des portées aube (a) et disque (b) antagonistes de CoHP étage 4.

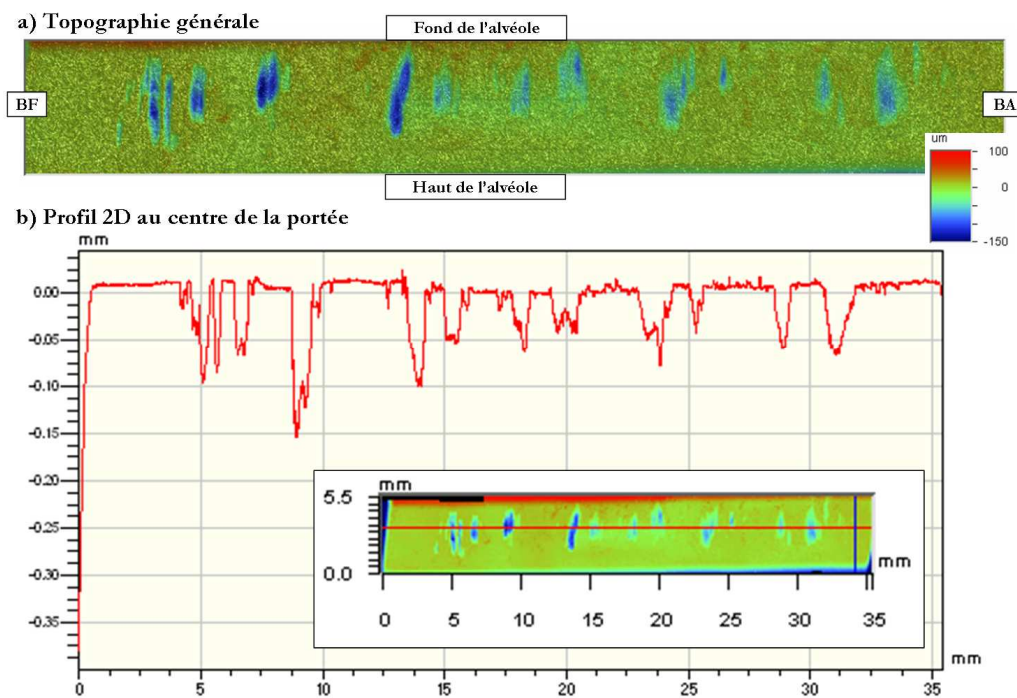


Figure 2-9 : Mesures topographiques de la portée intrados de l'aube étage 4 observée précédemment.

L'analyse topographique de la portée du disque (Figure 2-9) indique des profondeurs de scratches de  $40\mu\text{m}$  à  $150\mu\text{m}$  et une proportion surfacique évaluée à 12% de la surface totale de la portée.

En raison de la criticité potentielle d'entailles de cette taille sur des pièces tournantes telles que les disques de CoHP, une étude plus poussée d'évaluation de l'impact sur la durée de vie en fatigue des pièces, a été conduite à Snecma. Il en ressort que l'orientation radiale des rayures, leur localisation centrale et la nature compressive des sollicitations de fretting vont à l'encontre d'une tendance à l'amorçage de fissures. D'ailleurs, sur nos expertises, aucune fissure n'a été observée autour des scratches. Si toutefois une fissure devait s'amorcer, les calculs de propagation effectués indiquent une durée de vie nettement supérieure à la durée maximale entre deux arrêts pour maintenance.

Une analyse plus approfondie du faciès des scratches et du reste de la portée (Figure 2-10) révèle des marques de glissement visibles uniquement au fond des cavités et sur deux bandes latérales. Tout semble indiquer que le glissement n'a eu lieu que sur ces zones. Les plaques de transfert observées entre les scratches paraissent également constituées d'un mélange oxydé CuNiIn/Ti17. Cependant, elles ne présentent aucune strie de glissement.

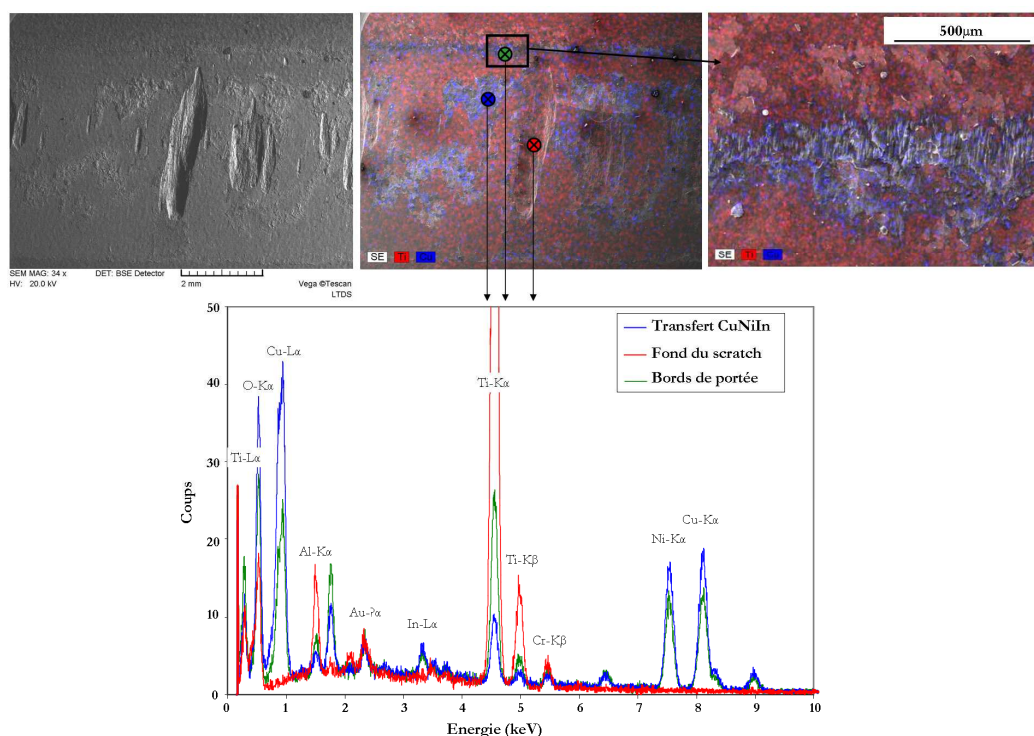


Figure 2-10 : Observations et analyses de la portée d'une alvéole de disque étage 4.

Plusieurs coupes transverses effectuées au niveau et à côté des scratches, sur l'aube et sur le disque, ont permis d'analyser la nature de l'interface. Sur l'aube (Figure 2-11), une épaisseur résiduelle minimale de 50µm est toujours observée et un corps adhérent, constitué d'un mélange oxydé CuNiIn/Ti17, est visible au fond des scratches. Son aspect pulvérulent évoque les phénomènes de compaction de débris. Sur le disque, les observations au MEB et les analyses EDX effectuées ne permettent de distinguer aucun film de transfert à la surface des scratches. Sur la partie non endommagée de la portée, un film de CuNiIn de 5 à 10µm d'épaisseur est observé à la surface du disque.

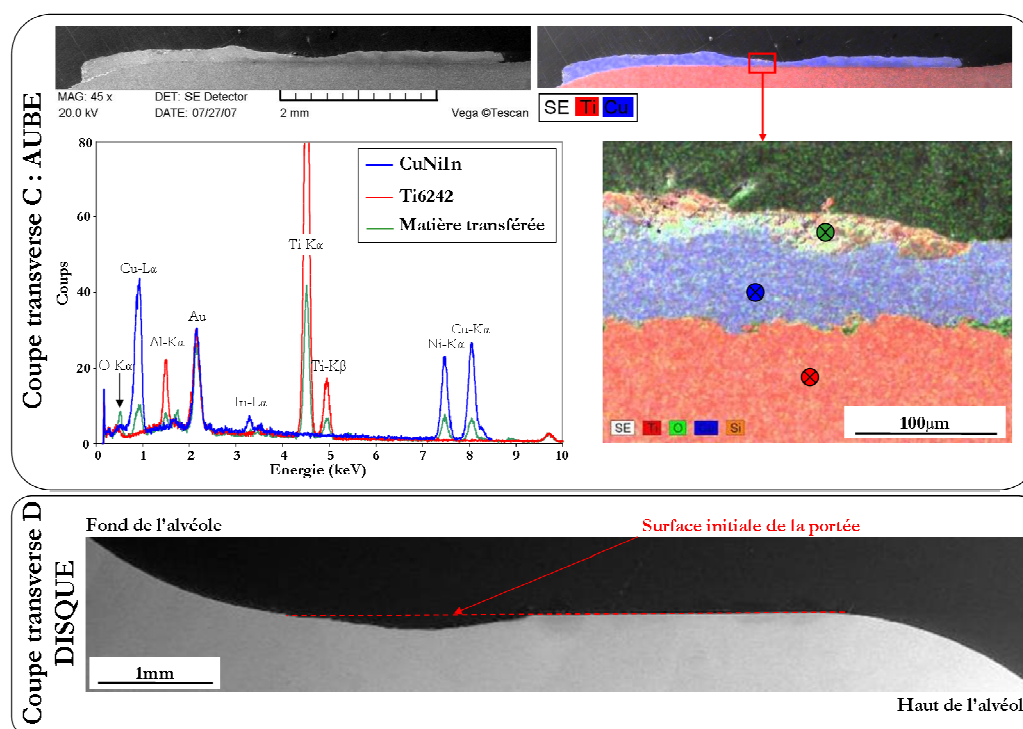


Figure 2-11 : Observation et analyse des coupes transverses C et D localisées précédemment.

Tous les éléments rassemblés semblent indiquer qu'un troisième corps volumineux était présent dans l'interface pendant le glissement. Ce corps, étranger (type grains de sable agglomérés, cailloux...) ou constitué d'une agglomération de débris d'usure du contact, devait être suffisamment abrasif et volumineux pour créer de tels endommagements (la somme des profondeurs usées du côté du disque et de l'aube pour une même zone représente 270 $\mu$ m). Cette particule étrangère aurait ainsi pu supporter l'essentiel du chargement, protégeant par conséquent le reste de la portée. Dans cette configuration, le glissement se serait produit au niveau des interfaces entre ce troisième corps et les surfaces des deux pièces (marques de glissement au fond des scratches) et sur les bords latéraux des portées. Si cette théorie permet d'expliquer les faciès d'endommagement, les résultats actuels ne permettent cependant pas de se prononcer sur la nature de ce corps étranger. Il est intéressant de constater toutefois qu'au niveau de l'étage 4, en raison de la température élevée, aucune pâte de montage n'est utilisée lors de l'insertion des aubes dans les alvéoles. Cette pâte, utilisée à l'étage 2 notamment, limite le décollement du contact et donc la pénétration de particules étrangères. Dans tous les cas, le « corps étranger » est probablement très adhérent ou bloqué mécaniquement dans l'interface car il ne disparaît pas lors des ouvertures de contact successives.

La synthèse de toutes les observations et analyses effectuées permet de proposer un scénario pour l'endommagement de type « scratch » (Figure 2-12) :

- Initialement, le contact est revêtu et lubrifié et l'interface est homogène de type Ti17g/D180. L'environnement de contact est pollué par la présence de sable venant se placer au niveau des interfaces de contact,

- Sous l'action du chargement de fretting, les débris et/ou grains de sable se concentrent au centre du contact, région la moins sollicitée qui présente des niveaux de pression maximale de 100MPa, et forment des agglomérats qui ne peuvent pas être éjectés en raison de l'aspect confiné du contact et grossissent,
- Le troisième corps ainsi formé supporte alors toute la charge, engendrant localement des pressions et cisaillement très élevés et par conséquent des usures très importantes,
- En dehors de ces scratches, les portées s'oxydent légèrement et de fines plaques de CuNiIn adhèrent à la surface du disque,
- Lorsque le contact est finalement ouvert lors du démontage pour maintenance, ce troisième corps est éliminé du contact et seuls des débris d'usure persistent et adhèrent au CuNiIn dans le fond des cavités.

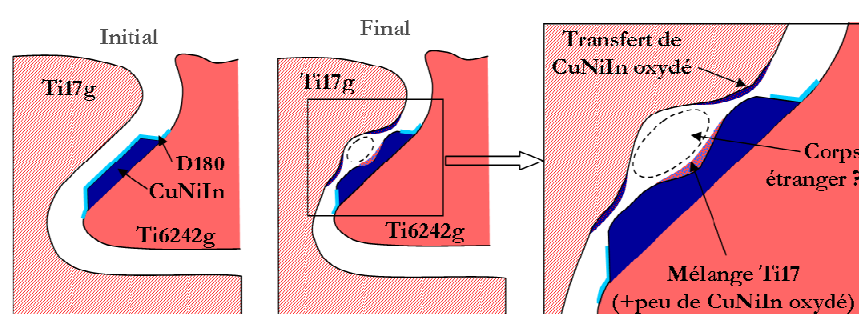


Figure 2-12 : Mécanisme proposé pour l'endommagement de type « scratch ».

### 2.1.3 Conclusion sur l'analyse du système industriel

Pour conclure cette étude approfondie du comportement du système industriel, il faut retenir que **la sollicitation au niveau du contact aube/disque est complexe** et associée, pendant la mise en charge, à une **augmentation progressive du chargement normal et du glissement relatif** ; puis, pendant la décharge, à un collage et à un glissement progressif simultané avec une décroissance de la force normale. Les calculs EF effectués indiquent des valeurs moyennes de glissement relatif de 70 à 100 $\mu$ m dans le cas du contact revêtu non lubrifié.

D'un point de vue endommagement, la majorité des dégradations sont homogènes de type « fretting » et se traduisent par la formation de débris de CuNiIn et de Ti17 qui s'agglomèrent et adhèrent au CuNiIn créant des transferts pouvant atteindre jusqu'à 80 $\mu$ m d'épaisseur. Le disque s'endommage sous forme de plaques qui se détachent et adhèrent au CuNiIn. Dans le cas de l'étage 4 dont l'étanchéité au sable n'est pas assurée, 50% des pièces sont concernés par un endommagement de type « scratch », attribué à un mécanisme d'abrasion qui impliquerait le sable présent dans le moteur. Celui-ci se traduit par une aire de contact a priori réduite à quelques spots répartis sur toute la portée et supportant la charge créant de profonds scratches à la surface du disque et un transfert de titane sur le CuNiIn de l'aube.

En ce qui concerne l'efficacité de la lubrification solide, il est remarquable que pour toutes les aubes étudiées, des traces de vernis ont toujours été retrouvées de part et d'autre de la portée (même pour l'étage 4 pour lequel la température en vol atteint 400°C). Rien ne permet cependant



d'affirmer qu'il a conservé ses propriétés lubrifiantes. On précise qu'en aucun cas des restes de vernis n'ont pu être mis en évidence sur les surfaces de contact.

Maintenant que le système aube/disque est bien connu, il s'agit dans un deuxième temps de définir les essais de fretting à l'échelle laboratoire qui vont être réalisés.

## 2.2 Détermination des conditions expérimentales

La détermination des conditions expérimentales est effectuée en plusieurs temps. Tout d'abord, le type de sollicitation, c'est-à-dire de mouvement à appliquer, est choisi par rapport aux caractéristiques du dispositif de fretting. Ensuite, pour choisir les valeurs des paramètres expérimentaux qui seront testés, un modèle numérique est réalisé. Il permet notamment de modéliser avec le même outil les chargements du moteur et du banc d'essais. A l'aide de ce modèle, les valeurs de force normale à appliquer et les dimensions exactes des échantillons sont déterminées.

### 2.2.1 Choix du type de sollicitation et de la géométrie de contact

Dans cette étude, seule la composante oligocyclique du contact aube/disque, c'est-à-dire liée aux « grands » débattements pendant les phases de mise en charge et décharge du moteur, est considérée. Comme rappelé précédemment, ce mouvement est complexe puisqu'il comporte une évolution simultanée de la force normale et du déplacement relatif.

Dans les essais de fretting, l'objectif est de s'approcher au plus près des conditions réelles afin d'obtenir des endommagements similaires. Cependant, les dispositifs expérimentaux classiques ne permettent pas de piloter de façon indépendante les évolutions temporelles des chargements normaux et tangentiels. Concrètement, dans la quasi totalité des études de fretting usure répertoriées dans la littérature, l'effort normal appliqué est constant pendant toute la durée de l'essai. Dans l'optique d'avoir un dispositif expérimental simple et dont les résultats pourront être comparés aux études précédentes, il a donc été décidé d'imposer un **chargement normal statique**. Pour des raisons de conservatisme, nous avons choisi de reproduire tout d'abord le niveau de chargement maximal, associé à la fin de mise en charge du moteur. Cependant, il faut retenir que cette valeur de la force normale n'est atteinte qu'à la fin de la mise en charge et que toute la phase de glissement se fait à des pressions inférieures. Pour cette raison, le comportement en fretting sera également étudié pour des forces normales beaucoup plus faibles.

D'autre part, l'étude des sollicitations imposées au système aube /disque a permis de connaître la distribution de la pression de contact. Celle-ci, de par les rayons de raccordement des pièces, présente une forme proche de celle d'un contact poinçon/plan. L'objectif étant de s'approcher au plus près des conditions moteur, une **géométrie d'étude de type poinçon/plan** est choisie. Les paramètres géométriques,  $b$  et  $R^*$ , doivent être ajustés pour reproduire les niveaux de chargement

---

\* Précisés à la Figure 2-13

atteints dans le système industriel. De plus, la dimension de contact sera choisie suffisamment grande et proche des dimensions industrielles pour limiter les effets d'échelle.

La Figure 2-13 illustre le passage qui est fait entre les géométries et sollicitations du moteur et du dispositif à l'échelle laboratoire.

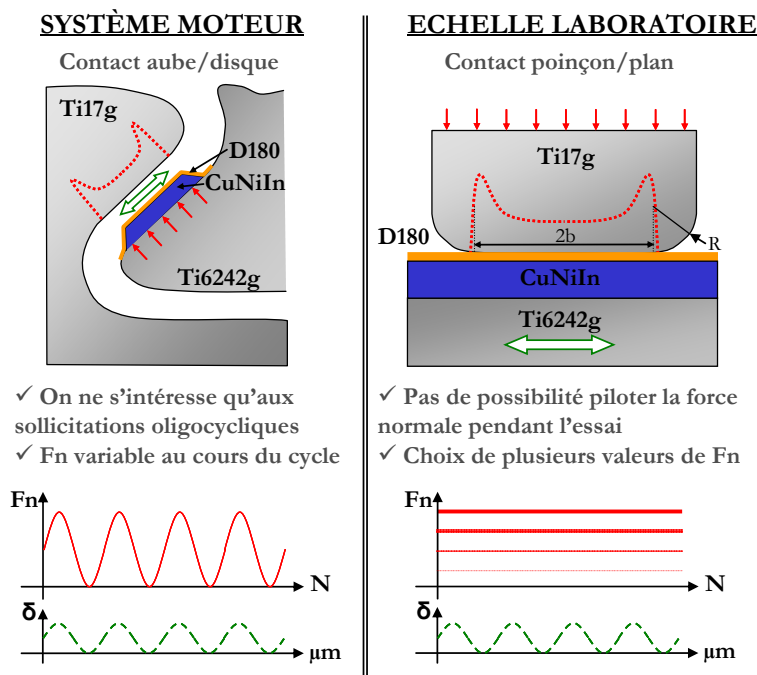


Figure 2-13 : Illustration de la différence entre les sollicitations du contact aube/disque et laboratoire.

Pour calculer les valeurs des forces normales à appliquer au dispositif expérimental pour imposer des distributions de pression semblables au cas industriel, une modélisation par Eléments Finis du contact est réalisée.

## 2.2.2 Modélisation de l'essai de fretting

Une simulation numérique en 2D de l'essai de fretting wear a été mise en place avec un logiciel de calcul par Eléments Finis (Abaqus). Un contact poinçon/plan dont la géométrie est paramétrable est considéré et subit des sollicitations mécaniques de fretting à travers un chargement normal et un déplacement tangentiel.

La Figure 2-14 représente le contact 2D après maillage. Les matériaux et lois de comportement utilisées sont :

- Pour le poinçon : Ti17 à comportement élastique ( $E_1=101000\text{MPa}$ ,  $\nu_1=0.286$ )
- Pour le plan : Ti6242 à comportement élastique ( $E_2=99000\text{MPa}$ ,  $\nu_2=0.286$ ) recouvert d'une couche de  $160\mu\text{m}$  d'épaisseur de CuNiIn à comportement élastoplastique cinématique linéaire ( $E=66000\text{MPa}$ ,  $\nu=0.15$ , ( $\sigma_1=225\text{MPa}$ ,  $\epsilon_1=0$ ), ( $\sigma_2=433\text{MPa}$ ,  $\epsilon_2=0.128$ )) (cf. [Pavan '01]).

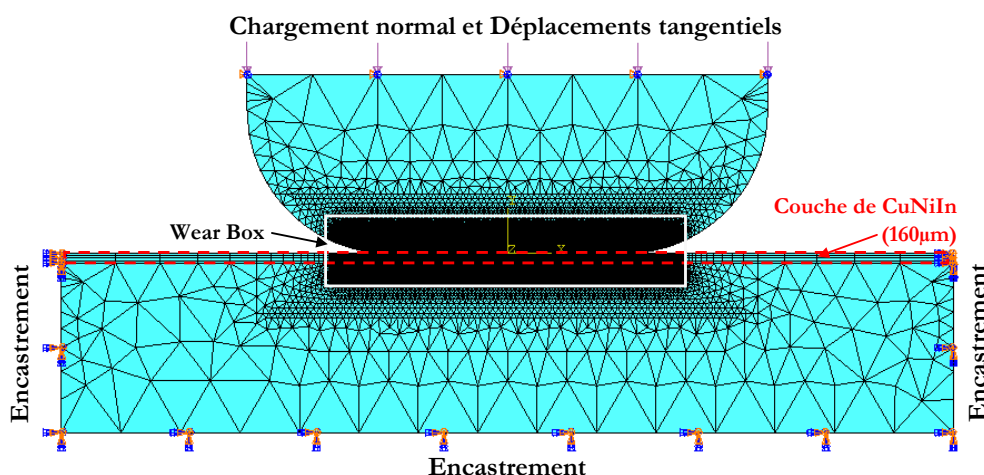


Figure 2-14 : Modélisation du contact poinçon/plan.

La zone de contact, appelée « Wear Box », est définie de part et d'autre de l'interface sur  $400\mu\text{m}$  de profondeur dans chacune des pièces et sur toute la largeur de contact. Le maillage de cette zone utilise des éléments de type quadratiques linéaires fins (CPE4R) à intégration réduite alors que le reste du modèle est constitué d'éléments triangulaires linéaires plus grossiers (CPE3). D'après une étude précédente sur l'influence de la taille des éléments de la Wear Box, une valeur unique de  $10\mu\text{m} \times 40\mu\text{m}$  a été choisie pour toutes les configurations de contact testées (moteur, expérimental...). Les conditions de frottement sont définies avec l'approche des multiplicateurs de Lagrange, en spécifiant une surface maîtresse (poinçon) et une surface esclave (plan) et en introduisant un coefficient de frottement isotrope constant  $\mu$ , choisi à 0.75 comme pour le modèle 3D du moteur. Les conditions aux limites utilisées dans le modèle sont précisées sur la Figure 2-14 et la séquence de chargement suivante est considérée:

- Etape 1 : Première indentation (Application d'un déplacement vertical de quelques  $\mu\text{m}$  pour mettre les surfaces en contact et assurer la convergence numérique)
- Etape 2 : Application de la force normale au niveau de la face supérieure du poinçon
- Etape 3 : Déplacement tangential d'une valeur  $+\delta$  avec maintien de la force normale
- Etape 4 : Déplacement tangential d'une valeur  $-\delta$  avec maintien de la force normale (retour à l'origine)
- Etape 5 : Déplacement tangential d'une valeur  $-\delta$  avec maintien de la force normale
- Etape 6 : Déplacement tangential d'une valeur  $+\delta$  avec maintien de la force normale (retour à l'origine).

Le calcul est effectué en conditions de déformations planes et seules les étapes 1 et 2 sont utilisées pour la détermination du chargement normal. Les étapes 3 à 6 correspondent à la modélisation d'un cycle de fretting afin de suivre les évolutions locales de la pression, du cisaillement, du glissement et de l'énergie dissipée. De plus, ces données sont exportées vers un logiciel de calcul programmable (Matlab) via une commande Python pour un post-traitement de prise en charge progressive de l'usure de type modification des coordonnées nodales comme évoqué dans la revue bibliographique (§1.2.2.3). Ce programme de post-traitement, développé au

LTDS sous le nom de «Wear Box», permet de prendre en compte de l'usure de façon incrémentale à chaque nœud du contact en appliquant une loi d'usure énergétique déterminée expérimentalement. Suite aux travaux de Meunier et Paulin [Paulin '06, Paulin '08] qui ont mis au point une première version du programme «Wear Box» sur une géométrie simple de type cylindre/plan supportant une usure unilatérale, le modèle a été optimisé pour pouvoir prendre en compte l'usure sur les deux parties du contact, grâce à deux «Wear Box» activées successivement, et étendu à des géométries de contact variables. Ces travaux ont fait l'objet d'une publication fournie en Annexe C [Mary '07].

A titre indicatif, la Figure 2-15 illustre l'évolution du profil d'usure d'un plan et de la distribution de l'énergie dissipée lors d'une prise en compte progressive de l'usure pour un contact Ti17/CuNiIn de comportement élastoplastique pour deux géométries de contact : cylindre/plan et poinçon/plan. Ce modèle permet notamment d'observer l'évolution du contact vers une distribution homogène d'énergie dissipée pour les deux géométries.

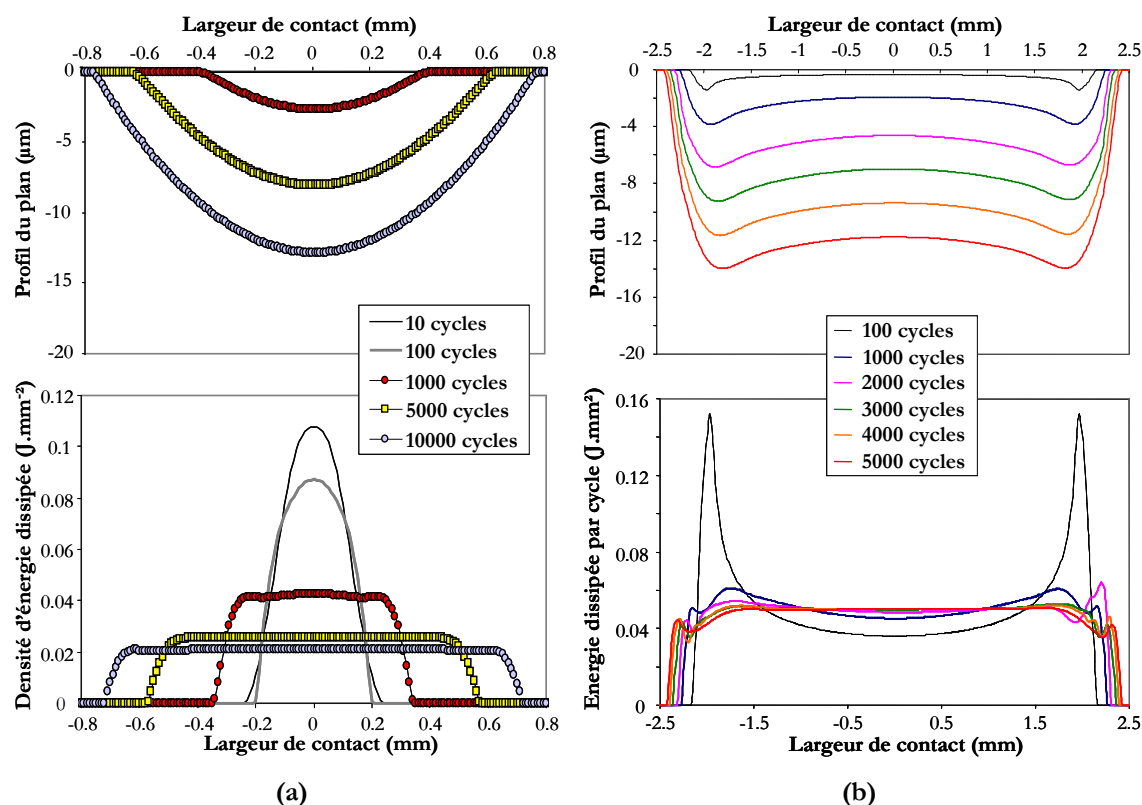


Figure 2-15 : Evolution de la distribution de pression et d'énergie dissipée avec prise en compte de l'usure pour un contact cylindre plan diamètre 20mm (a) et pour un contact poinçon/plan (b).

### 2.2.3 Détermination de la géométrie et des paramètres d'essais

Le modèle numérique construit est utilisé pour déterminer la géométrie du poinçon et la valeur de la force normale à appliquer dans les essais afin de reproduire les niveaux de chargement moteur.

Une étude paramétrique a permis de choisir la géométrie des poinçons expérimentaux ( $b=1.98\text{mm}$ ,  $R=2.4\text{mm}$ ), fruit d'un compromis entre la taille de contact et le niveau de chargement à appliquer par rapport aux capacités maximales du dispositif expérimental. La génératrice de contact  $L$  est fixée à  $3.5\text{mm}$ , ce qui permet de vérifier que  $b'/L < 0.1$ , avec  $b'$  la demi-largeur du pic de pression. Par analogie avec le contact hertzien, le contact vérifie les conditions de déformations planes.

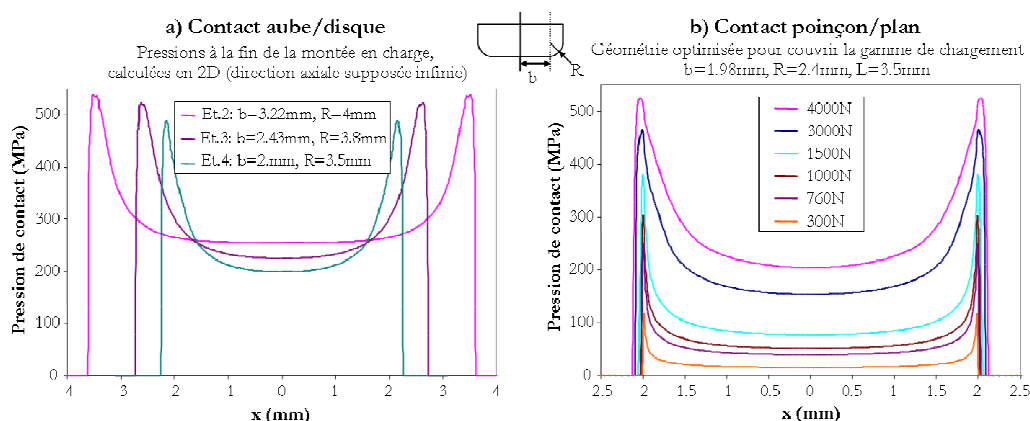


Figure 2-16 : Distribution de pression de contact pour le système industriel et pour le contact poinçon/plan expérimental choisi.

Le Tableau 2-2 indique les valeurs des pressions de contact au centre ( $P_0$ ), moyenne ( $P_{\text{moy}}$ ) et maximale ( $P_{\text{max}}$ ) pour toutes les configurations testées. Les forces normales les plus élevées (3000N et 4000N) correspondent au chargement moteur maximal.

Tableau 2-2 : Synthèse des pressions de contact mesurées par EF\*.

(MPa)	Contact moteur			Contact poinçon expérimental					
	Et. 2	Et. 3	Et. 4	300N	760N	1000N	1500N	3000N	4000N
$P_0$	255	225	200	15	39	51	77	153	204
$P_{\text{moy}}$	301	288	259	21	54	71	105	206	270
$P_{\text{max}}$	539	524	489	118	251	304	381	466	523

## 2.3 Présentation du dispositif expérimental

Le dispositif expérimental de fretting usure mis au point dans le cadre de cette thèse s'appuie sur un banc d'essai développé au fur et à mesure des études précédentes, et notamment dans le cadre de la thèse de Paulin [Paulin '06]. Celui-ci a cependant été optimisé afin d'atteindre toutes les exigences liées au sujet actuel : utilisation d'une géométrie poinçon/plan échelle 1, tests effectués en température jusqu'à  $450^\circ\text{C}$ , chargements normaux jusqu'à  $4000\text{N}$ , collecte des débris pour analyses physico-chimiques...

\* On note que ces charges, calculées en MEF 2D diffèrent légèrement de celles présentées au §2.1.1 calculées en MEF3D. Les calculs 3D n'étant pas disponibles au lancement de la campagne d'essais, les paramètres expérimentaux ont été calés sur les calculs 2D.

### 2.3.1 Montage de fretting wear

Les essais de fretting usure sont réalisés sur une machine de traction/compression hydraulique MTS. La Figure 2-17 présente le schéma de principe du montage développé dans le cadre de cette thèse. Le dispositif est composé de deux parties : une partie mobile, actionnée par un vérin hydraulique, à laquelle est fixé le plan ; et une partie fixe, à laquelle est fixé le poinçon. Afin d'assurer une charge normale constante tout au long de l'essai, la partie « fixe » du montage a été placée sur une glissière. Ce nouveau système permet à cet ensemble de glisser horizontalement pour pouvoir accommoder graduellement l'usure en cours d'essai. Cette optimisation assure ainsi une mesure fiable de la force normale au cours de l'essai et a été accompagnée de la mise en place d'un système motorisé qui permet un asservissement de la force normale pendant l'essai. Le déplacement relatif est mesuré par le biais d'un extensomètre de précision placé au dessus du contact (plage de mesure  $\pm 500\mu\text{m}$ ) et les efforts tangentiels et normaux sont enregistrés par des capteurs de force (plage de mesure 10kN). Dans tous nos essais, le pilotage se fait en déplacement tangentiel relatif imposé  $\delta^*$  (commande de type sinusoïdale) et le programme de pilotage donne accès à chaque instant aux valeurs de force normale  $F_n$ , de force tangentielle  $F_t$  et de déplacement relatif  $\delta$  mesuré par l'extensomètre.

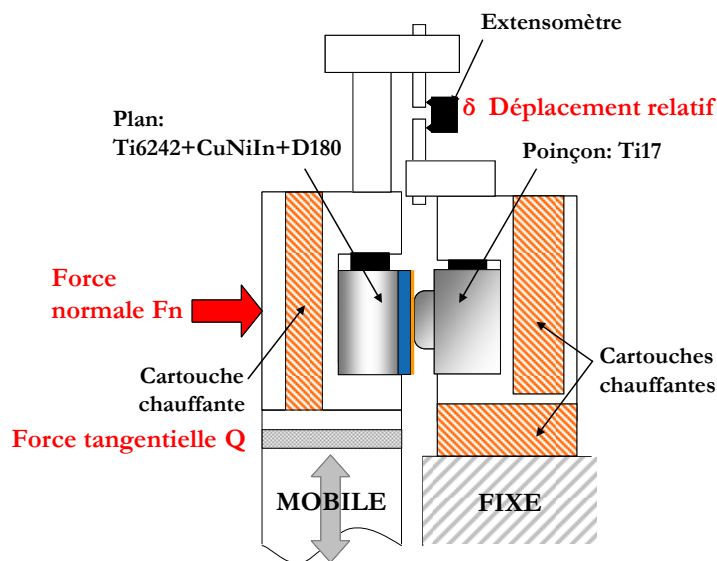


Figure 2-17 : Montage de fretting usure en température.

Le système de chauffage utilisé ici repose sur l'utilisation de cartouches chauffantes hautes charges (CCHC), résistances électriques de NiCr noyées dans de la magnésie et protégées par un blindage en acier inoxydable. Les puissances, dimensions et emplacements des CCHC ont été ajustés soigneusement afin d'obtenir une bonne répartition de la chaleur dans les échantillons. Notamment les charges spécifiques (rapport  $c$  entre la puissance et la surface effective, en  $\text{W}/\text{cm}^2$ ) ont été diminuées et les jeux mécaniques réduits afin d'améliorer l'efficacité du chauffage. D'autre part, l'isolation du reste du montage et notamment des capteurs de force et de déplacement est assurée par la création de barrières thermiques (par l'intermédiaire de blocs céramiques) et l'ajout de sources froides (refroidissement à l'eau). Avant chaque test, les CCHC

sont montées graduellement à la température de commande puis maintenues durant 30 minutes afin d'assurer l'homogénéisation de la température dans le montage. D'autre part, la température est mesurée, et vérifiée régulièrement au cours du test, au plus près du contact à l'aide de thermocouples K appuyés contre les échantillons. La Figure 2-18 illustre l'emplacement des différents thermocouples utilisés en phase de réglage et en phase de test :

- Le thermocouple n°1 fait partie intégrante du système de chauffage et sa température est affichée tout au long du test,
- Le thermocouple n°2 est un thermocouple d'appoint qui est retiré après stabilisation de la température de contact, juste avant le test de fretting. La différence de température entre les points 1 et 2 peut atteindre 30 à 50°C pour les températures les plus chaudes,
- Le thermocouple n°3 est utilisé lors des phases de réglage au début de la campagne d'essais. Il est inséré dans un perçage réalisé sur la tranche du poinçon. On estime que c'est ce thermocouple, situé « dans le matériau » au plus près du contact, qui donne la mesure la plus précise de la température au niveau du contact.

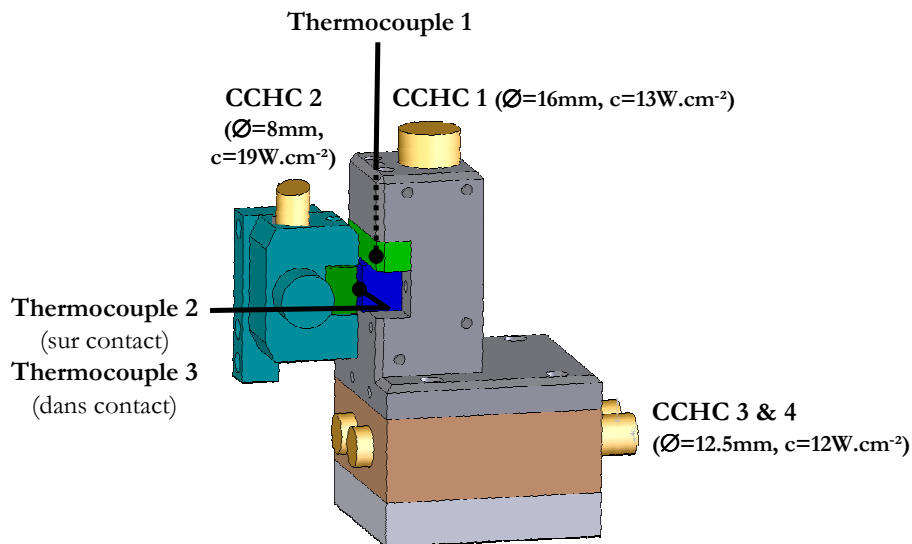


Figure 2-18 : Emplacement des CCHC et des thermocouples de contrôle.

Lors des phases de réglage, un tableau d'équivalence entre les températures de commande des quatre CCHC et les commandes des thermocouples a été réalisé. Afin d'améliorer l'efficacité du chauffage, l'isolation thermique est renforcée par l'application sur toutes les surfaces chaudes du montage d'une double épaisseur de carton isolant à base de fibres minérales. De plus, avant essai, un tissu thermique est disposé tout autour du montage et limite les pertes par convection. La Figure 2-19 présente une photographie du dispositif expérimental de fretting avant essai.



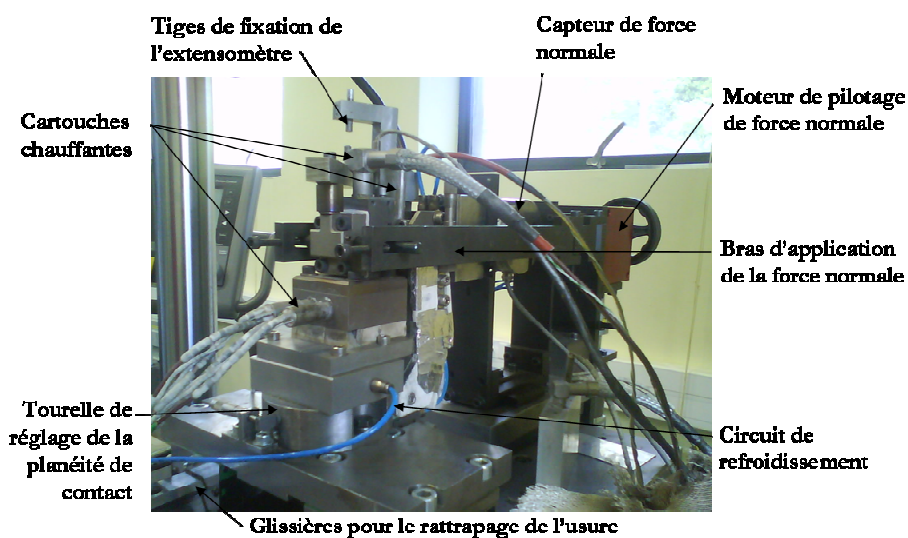


Figure 2-19 : Photographie du dispositif de fretting usure en température avant mise en place de l'extensomètre et du tissu thermique.

### 2.3.2 Protocole expérimental

Les échantillons sont usinés par Snecma à partir de prélèvements effectués dans des disques de compresseur en Ti17 et Ti6242. Ils sont ensuite grenillés suivant le protocole BA315F15A, évoqué page 11. Afin de tester les différentes configurations de contact, un revêtement plasma de CuNiIn de 150 à 200 $\mu$ m d'épaisseur est appliqué sur un certain nombre de plans et un vernis lubrifiant graphite de D180 déposé sur la moitié d'entre-eux. La Figure 2-20 rappelle la géométrie des échantillons ainsi que les notations qui seront utilisées dans ce manuscrit.

Le protocole expérimental a été élaboré au début de la thèse et rigoureusement suivi pour tous les essais. Avant essai, tous les échantillons non lubrifiés sont nettoyés à l'acétone pendant 15min dans un bain d'ultrasons, dans le cas des plans vernis de D180 le nettoyage se fait au propan-2-ol pour ne pas endommager le vernis graphite. La géométrie initiale des poinçons est vérifiée par profilométrie optique 3D. Une fois les échantillons mis en place, la planéité du contact est vérifiée visuellement à l'aide d'un faisceau lumineux et ajustée au moyen de vis micrométriques installées sur le montage. Le contact est également révérifié après stabilisation de la température. Durant le test, un réceptacle est placé sous le contact et collecte les débris d'usure. A la fin de l'essai, les échantillons sont observés, mesurés par profilométrie optique et analysés avant et après nettoyage aux ultrasons durant 15 minutes.

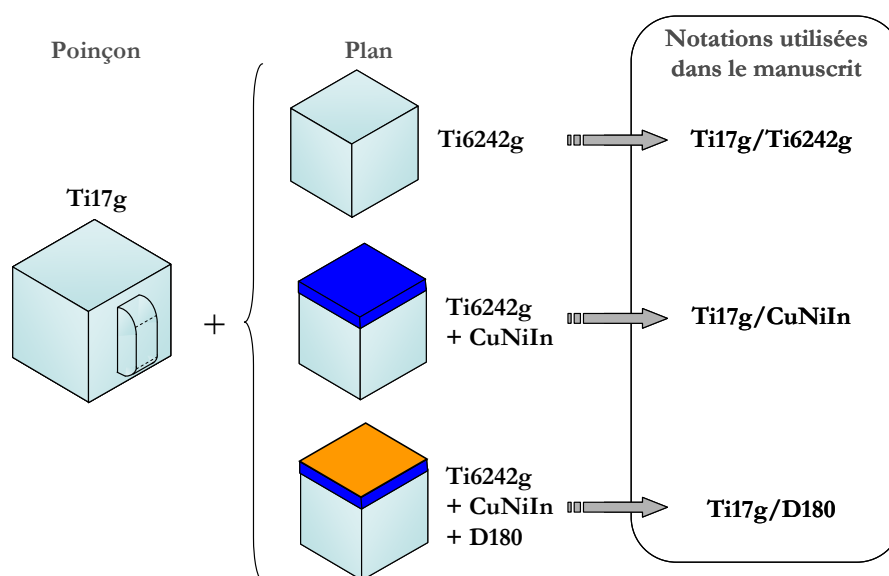


Figure 2-20 : Nature des échantillons testés\* et notations utilisées.

Le Tableau 2-3 rappelle les principaux paramètres expérimentaux testés et leur gamme de variation. La fréquence de sollicitation, fixée à 5 Hz pour tous les essais, est le fruit d'un compromis entre la fréquence des sollicitations oligocycliques (fréquence très faible) et une durée d'essai relativement réduite. L'humidité ne peut pas être réglée avec ce dispositif et l'hygrométrie quotidienne est notée pour chaque essai.

Tableau 2-3: Paramètres expérimentaux

f (Hz)	Fn (N)	$\delta^*$ ( $\mu\text{m}$ )	T ( $^{\circ}\text{C}$ )	RH (%)	Durée de l'essai (cycles)
5	[300, 4000]	[ $\pm 75$ , $\pm 200$ ]	[20 $^{\circ}\text{C}$ , 450 $^{\circ}\text{C}$ ]	Non contrôlée	[1000, 100000]

### 2.3.3 Traitement des données et analyses des échantillons

Le pilotage se fait en déplacement  $\delta^*$  imposé et le logiciel d'acquisition enregistre pour un nombre fini de numéro de cycles (préalablement définis) l'ensemble des paramètres de tests : force normale  $F_n$ , force tangentielle  $Q$ , déplacement relatif  $\delta$ ... La visualisation en temps réel des cycles de fretting permet une première interprétation de l'évolution du comportement du contact et un suivi du coefficient de frottement.

Une fois les essais de fretting usure effectués pour les différentes conditions expérimentales et configurations de contact choisies, de nombreuses techniques d'analyse (définies en Annexe A) ont été mises en œuvre afin de comprendre l'évolution des endommagements et de proposer des scénarios et des cinétiques d'usure adaptées.

\* Les indices g signifient que les échantillons sont grenailés.

## 2.4 Conclusion

L'originalité de notre approche repose sur la comparaison entre les endommagements observés dans le moteur et ceux obtenus sur banc d'essai pour des sollicitations proches.

En couplant les essais de fretting avec des analyses physico-chimiques fines, nous disposons d'un outil puissant d'identification des mécanismes d'endommagement qui nous permettra au final de critiquer la représentativité du protocole expérimental.

La Figure 2-21 illustre la démarche qui a été adoptée dans cette thèse.

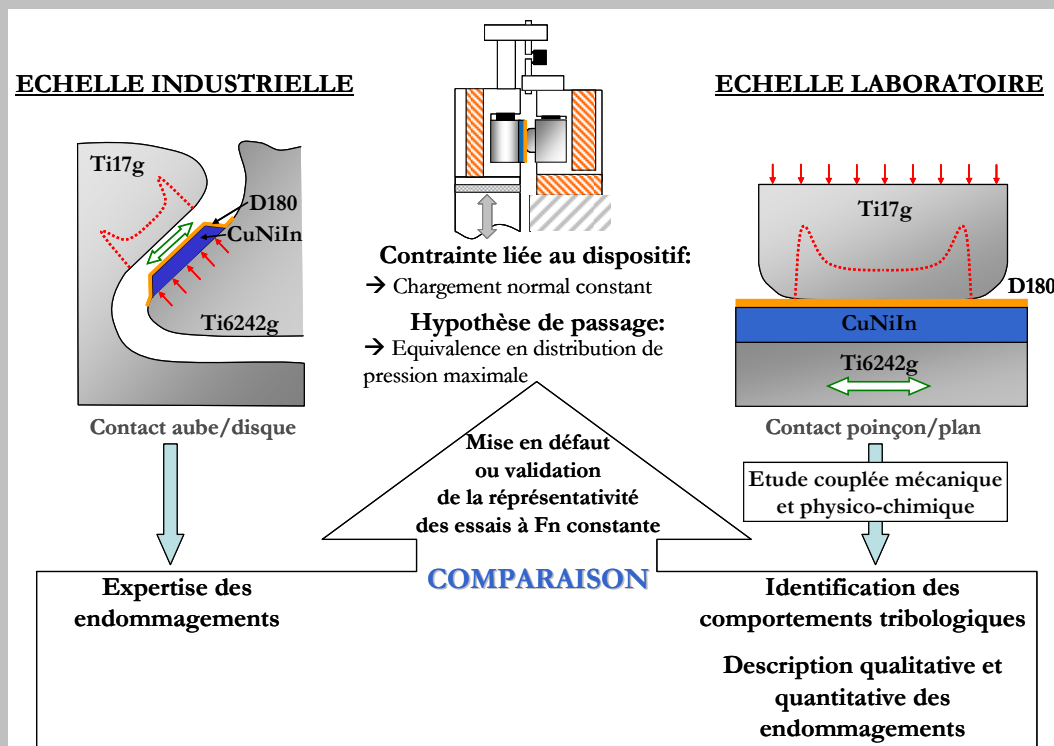


Figure 2-21 : Illustration de la démarche adoptée.



## Chapitre 3

# Comportement tribologique du système

Dans ce chapitre, les grandes caractéristiques des comportements tribologiques des contacts grenailés, revêtus et lubrifiés sont étudiées. Dans un premier temps, la méthode des débattements variables a été utilisée pour déterminer les cartes de condition de glissement en fretting dans la gamme de température [20°C, 450°C]. Le domaine d'étude est alors dissocié en deux grands types de comportement : le domaine des fortes charges et le domaine des faibles charges normales.

Pour chacun de ces sous-domaines, les paramètres de fretting et les interfaces obtenues expérimentalement sont soigneusement étudiés afin d'identifier les processus de dégradation de chacun des trois couples dans la gamme de température. Des hypothèses sont formulées pour expliquer l'origine des différents phénomènes observés tels que l'adhésion, l'abrasion, les déformations plastiques... Après avoir identifié les différents modes d'endommagement, ceux-ci sont quantifiés, à travers des approches énergétiques et d'Archard, afin de formaliser les cinétiques d'usure.

## Plan du Chapitre 3

---

<b>3.1</b>	<b>Identification des réponses tribologiques du système dans le domaine étudié .....</b>	<b>67</b>
3.1.1	Identification des conditions de glissement.....	67
3.1.1.1	<i>Essais de débattement variable.....</i>	<i>68</i>
3.1.1.2	<i>Carte de réponse en fretting.....</i>	<i>69</i>
3.1.1.3	<i>Complaisance du montage.....</i>	<i>71</i>
3.1.2	Comportements en Glissement Total .....	72
3.1.2.1	<i>Etude des coefficients de frottement .....</i>	<i>72</i>
3.1.2.2	<i>Forme des cycles de fretting .....</i>	<i>73</i>
3.1.3	Synthèse et démarche adoptée .....	75
<b>3.2</b>	<b>Comportement du système sous fortes charges.....</b>	<b>75</b>
3.2.1	Identification des comportements tribologiques.....	76
3.2.1.1	<i>Couple Ti17g/D180.....</i>	<i>76</i>
3.2.1.2	<i>Couple Ti17g/CuNiIn.....</i>	<i>87</i>
3.2.1.3	<i>Couple Ti17g/Ti6242g.....</i>	<i>92</i>
3.2.2	Etudes complémentaires de certains phénomènes observés.....	95
3.2.2.1	<i>Chutes brutales de COF.....</i>	<i>95</i>
3.2.2.2	<i>Décohésion de l'interface CuNiIn/Ti6242 et influence de la lubrification .....</i>	<i>96</i>
3.2.2.3	<i>Phénomènes d'érouissage .....</i>	<i>103</i>
3.2.3	Quantification des endommagements sous fortes charges.....	106
3.2.3.1	<i>Proposition d'un formalisme descriptif de l'endommagement.....</i>	<i>106</i>
3.2.3.2	<i>Cinétiques d'usure.....</i>	<i>108</i>
3.2.4	Synthèse sur le comportement sous fortes charges.....	112
<b>3.3</b>	<b>Comportement du système sous faibles charges .....</b>	<b>114</b>
3.3.1	Influence de la force normale sur la réponse en fretting.....	114
3.3.2	Identification des mécanismes d'endommagement .....	115
3.3.3	Quantification des endommagements.....	119
3.3.4	Synthèse sur le comportement sous faibles charges .....	120
<b>3.4</b>	<b>Conclusions.....</b>	<b>121</b>

---

### 3.1 Identification des réponses tribologiques du système dans le domaine étudié

L'étude menée au Chapitre 2 a permis de définir le domaine des paramètres qui sera étudié dans la suite de la thèse (Tableau 2-3), en cohérence avec les sollicitations moteur. Pour démarrer cette étude, il est essentiel de parcourir l'ensemble de ce domaine et de qualifier les types de réponse du système (avec ou sans revêtement et pour toutes les températures). Afin de définir notamment la transition entre conditions de glissement partiel (GP) et total (GT), le domaine d'étude est étendu vers les faibles débattements (Figure 3-1).

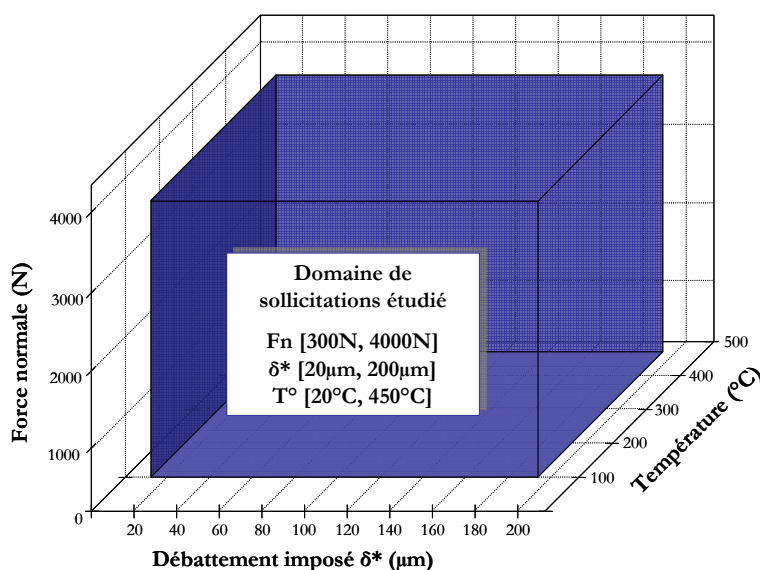


Figure 3-1 : Illustration du domaine de sollicitations étudié pour identifier les réponses tribologiques du système.

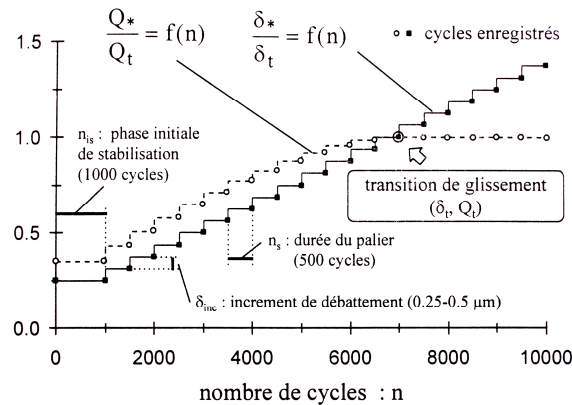
#### 3.1.1 Identification des conditions de glissement

La démarche la plus couramment adoptée en fretting pour cartographier les conditions et régimes de glissement d'un tribo-système donné repose sur la méthode dite des « débattements variables » [Fouvry '97, Voisin '92]. Le principe est de charger le système à une force normale constante et d'augmenter graduellement, par paliers, l'amplitude de débattement imposée  $\delta^*$  (Figure 3-2). Un essai de débattement variable permet ainsi de définir l'amplitude  $\delta_t$  et le coefficient  $\mu_t$  de transition entre conditions de glissement partiel et glissement total, pour le jeu de conditions choisies (force normale, température, configuration de contact...). L'intérêt principal de cette méthode repose sur sa simplicité et sa rapidité. Théoriquement, il suffit de 2 ou 3 essais, effectués à des niveaux de force normale différents, pour déterminer rapidement les frontières des domaines de GP et GT et choisir ainsi la gamme de débattement qui sera utilisée par la suite.

Toutefois, cette méthode présente l'inconvénient de ne pas tenir compte de l'évolution du contact avec le nombre de cycles, c'est-à-dire des régimes de glissement. En effet, l'application de cycles de fretting peut engendrer une modification de l'interface (écrouissage, formation de débris...). Ainsi, un contact initialement en GT proche de la transition pourra basculer en GP



après un certain nombre de cycles (définition du régime de glissement mixte). La méthode des débattements variables n'est pas adaptée pour appréhender les notions de régime de glissement et une analyse en débattement constant doit être réalisée pour encadrer plus précisément les transitions RGP/RGM/RGT.



**Figure 3-2: Illustration du principe de la méthode des « Débattements variables »**  
[Fouvry '97, Voisin '92].

### 3.1.1.1 Essais de débattement variable

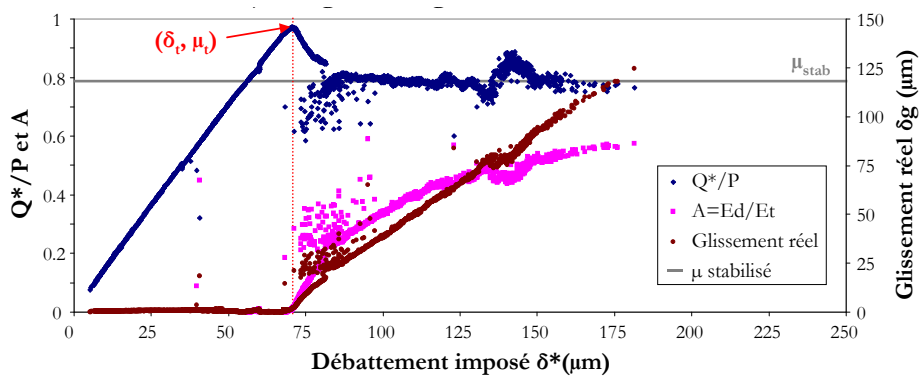
L'objectif majeur de ces essais est de positionner notre domaine d'intérêt ( $\delta^* \in [75\mu\text{m}, 200\mu\text{m}]$ ,  $F_n \in [300\text{N}, 4000\text{N}]$ ) par rapport à l'ensemble des réponses du système. Ainsi, l'accent sera mis sur l'estimation des frontières de la carte de fretting à travers la détermination des tendances des « extrêmes » du domaine :

- Contact Ti17/Ti6242, Contact Ti17/CuNiIn
- $T^{\circ}_{\min}=20^{\circ}\text{C}$ ,  $T^{\circ}_{\max}=450^{\circ}\text{C}$
- $F_{n_{\min}}=300\text{N}$ ,  $F_{n_{\max}}=3000\text{N}$  ou  $4000\text{N}$

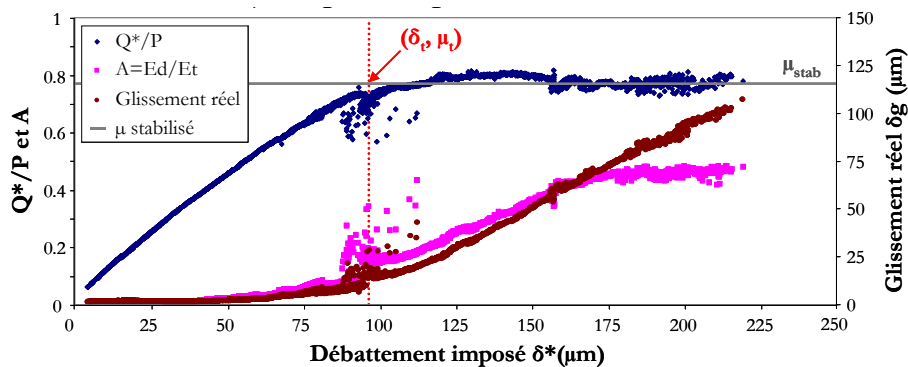
Pour toutes les conditions testées, une fréquence de 15Hz est choisie et correspond à un compromis entre durée de test et représentativité des essais. Les incréments de débattement sont fixés à  $0.5\mu\text{m}$  tous les 1000 cycles (cette durée est choisie pour assurer une stabilisation du comportement à chaque palier de débattement).

La Figure 3-3 illustre les courbes obtenues pour deux essais de débattement variable effectués sur le couple Ti17g/Ti6242g à 3000N pour deux niveaux de température ( $20^{\circ}\text{C}$  et  $450^{\circ}\text{C}$ ). Le rapport  $Q^*/P$  présente une évolution typique (expliquée au §1.2.1.1) avec le passage d'une condition de GP à une condition de GT au-delà une certaine amplitude de débattement, notée  $\delta_t$ . Le coefficient de frottement associé à cette transition est noté  $\mu_t$  et est légèrement supérieur au coefficient de frottement observé après stabilisation du contact en condition de Glissement Total,  $\mu_{\text{stab}}$ . Les essais présentés à la Figure 3-3 illustrent l'influence de la température, d'une part sur l'amplitude du débattement à la transition  $\delta_t$ , et d'autre part sur la valeur du coefficient  $\mu_t$  et le caractère plus ou moins marqué de la transition GP/GT. Ces phénomènes, observés pour toutes les conditions testées, avaient déjà été rapportés par Hager [Hager '06] sur le TA6V (Figure 1-22).

L'adoucissement des propriétés mécaniques des alliages de titane avec la température permet d'expliquer le décalage en  $\delta_t$ . En effet, on note une augmentation de +21% de l'allongement à rupture du Ti6242 à 450°C ainsi qu'une diminution de -42% de la limite d'élasticité à 0.2% par rapport au comportement à température ambiante (données Snecma, cf. Annexe A). D'autre part, pour expliquer la brutalité de la transition GP/GT à l'ambiante, Hager invoque la fissuration, à partir d'une certaine valeur de débattement, des structures écrouies formées à l'interface (de type TTS). La température, en activant les plans de glissement dans la maille  $\alpha$  du titane, rendrait plus difficile l'accumulation des dislocations et limiterait donc le durcissement structural et la formation des TTS. Cet aspect permettrait d'expliquer l'adoucissement de la transition GP/GT avec la température. Cependant, les résultats de notre étude ne permettent pas de confirmer cette théorie et il sera vu par la suite que des phénomènes de TTS sont observés autant à 20°C qu'à 450°C. Une autre hypothèse consiste alors à associer le saut de coefficient de frottement à 20°C ( $\Delta\mu = \mu_t - \mu_{stab}$ ) à la rupture des jonctions métalliques (contact adhésif) générées durant la phase de GP. A 450°C, le caractère progressif de la transition serait dû essentiellement à la ductilité augmentée du titane.



(a) T=20°C, Fn=3000N



(b) T=450°C, Fn=3000N

Figure 3-3 : Essais de débattement variable pour le couple Ti17g/Ti6242g à 20°C et 450°C.

### 3.1.1.2 Carte de réponse en fretting

Pour tous les essais de débattement variable, les valeurs de  $\delta_t$  et  $\mu_t$  sont déterminées. Cependant, dans le cas des températures élevées, l'absence de transition brutale, évoquée précédemment, rend

difficile cette estimation. Pour exploiter au mieux les résultats, les évolutions temporelles du glissement réel  $\delta_0$  et du critère énergétique  $A$  sont tracées en fonction du nombre de cycles. Il est alors constaté que la période de transition entre condition de GP et GT se traduit par des instabilités au niveau des courbes, associées à la rupture des jonctions métalliques générées pendant la phase de glissement partiel. La détection de ces instabilités permet d'estimer les valeurs mini et maxi de l'amplitude de débattement à la transition, qui sont utilisées comme barres d'incertitude sur le graphe  $F_n(\delta_t)$ , présenté Figure 3-4.

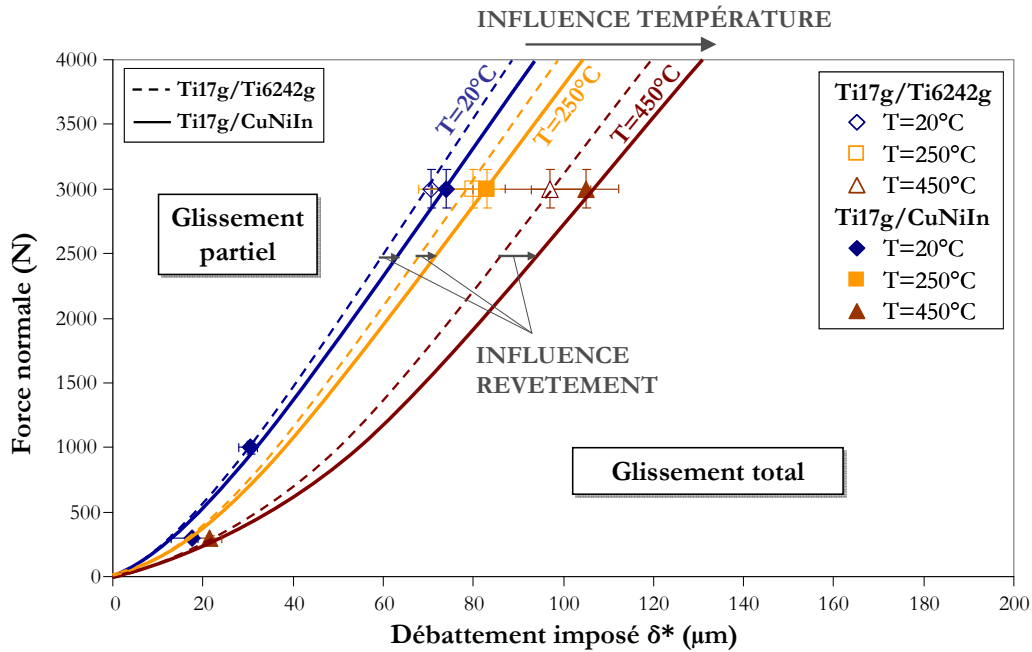


Figure 3-4 : Carte de réponse en fretting pour le système poinçon/plan en fonction de la température. Les lignes en pointillés correspondent au contact non revêtu, les lignes pleines au contact Ti17g/CuNiIn.

La carte de fretting ainsi tracée, d'après le concept de Vingsbo et Söderberg [Vingsbo '88], définit les frontières entre conditions de glissement partiel et total pour chacune des températures. L'effet température est retrouvé pour toutes les configurations avec un décalage pouvant atteindre jusqu'à  $30\mu\text{m}$  sur le débattement à la transition pour  $F_n=3000\text{N}$ . L'augmentation de la température induit ainsi une extension du domaine de GP. L'influence du revêtement de CuNiIn est également visible et se traduit par un décalage de la frontière vers les plus grands débattements (augmentation également du domaine de GP). Cet effet avait déjà été observé par Fridrici [Fridrici '02] qui avait évalué ce  $\Delta\delta_t$  à  $5\mu\text{m}$  pour un contact cylindre/plan et une pression maximale de  $830\text{MPa}$ . Cet ordre de grandeur est cohérent avec ce que l'on observe ici (décalage maxi de  $4\mu\text{m}$  à  $20^\circ\text{C}$  et de  $8\mu\text{m}$  à  $450^\circ\text{C}$  à  $3000\text{N}$ , soit  $P_{\text{max}}=466\text{MPa}$ ).

Il est essentiel de rappeler que la carte obtenue diffère d'une carte de sollicitation locale (définie au §1.2.1.2) car elle ne considère pas les évolutions temporelles du contact. Pour déterminer complètement une telle carte à un nombre de cycle donné, des essais à force normale et débattement constants devraient être conduits pour des valeurs de  $\delta^*$  proches de la transition et

afin d'observer une éventuellement transition  $GT \rightarrow GP$ , caractéristique du régime de glissement mixte. Cette démarche a été développée dans la thèse de Fridrici [Fridrici '02] pour un système similaire et les résultats indiquent que la frontière RGP/RGM est très proche de ce qui peut être déterminé par la méthode des débattements variables. La frontière RGM/RGT correspond ensuite à un décalage supplémentaire de 10 à 15 $\mu\text{m}$  maximum pour les conditions les plus sévères. Le tracé des cartes de fretting n'étant qu'une étape préliminaire à notre travail, nous nous appuyerons sur ces résultats et choisirons donc de nous placer suffisamment loin de la frontière identifiée ( $\delta^*=150\mu\text{m}$ ) pour vérifier les conditions de GT.

### 3.1.1.3 Complaisance du montage

Ces essais de débattements variables peuvent également être utilisés pour caractériser la réponse du tribomètre et notamment estimer sa complaisance tangentielle (définie en Annexe B), grandeur associée à la perte d'amplitude dans le contact due à l'accommodation élastique du système.

En pratique, la complaisance totale du système  $C_t$  correspond à l'inverse de la pente du cycle de fretting au moment du changement de sens de débattement (raideur  $R_t=1/C_t$ ). Elle représente la somme de la complaisance de contact  $C_c$  et de la complaisance du montage  $C_s$ . Dans les premiers cycles des essais de débattement variable, le contact est en condition de glissement partiel et l'interface ne présente pas encore de modification critique (état initial de la complaisance de contact). La raideur totale  $R_t$  mesurée sur le cycle pourra alors servir de référence pour la suite de l'étude. La raideur du montage  $R_s$ , étant une constante (pour des conditions données de force normale et de température), toute modification de la pente  $R_t$  pourra être attribuée à un phénomène apparaissant au niveau de l'interface et qui modifie donc la composante  $R_c$ .

Le Tableau 3-1 rassemble quelques valeurs de raideurs totales mesurées en conditions de glissement partiel au début des essais de débattement variable. A une force normale donnée, deux effets simultanés sont observés :

- une diminution de la raideur liée à l'ajout du revêtement mou de CuNiIn,
- une diminution de la raideur liée à la température,
- une augmentation de raideur avec la force normale.

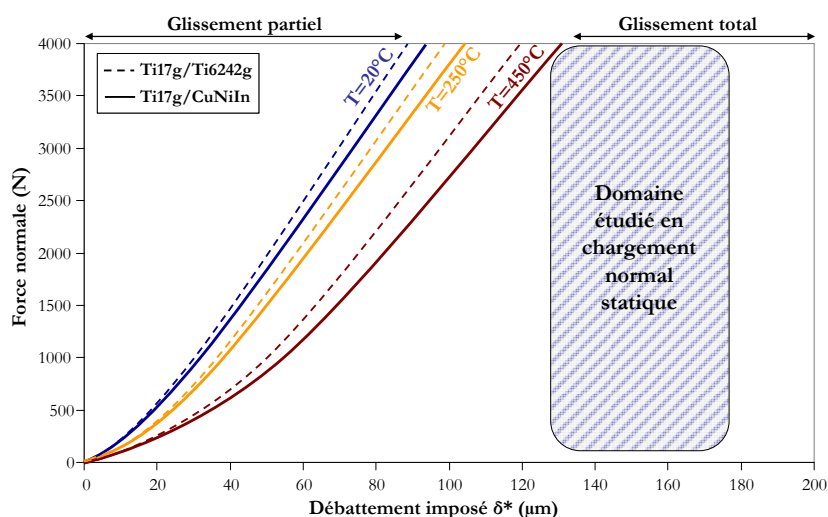
L'influence du revêtement de CuNiIn a déjà été étudiée par Fridrici [Fridrici '02] qui attribue la diminution de raideur du contact à la souplesse élastique de la couche de CuNiIn qui absorbe par déformation une partie du débattement. Dans le cas présent, cette diminution de raideur est de 6% maximum. D'autre part, l'augmentation de la température à conditions égales se traduit par une diminution de la raideur totale de +30% environ, ce qui peut être expliqué par l'adoucissement des propriétés mécaniques du Ti17, du Ti6242 et du CuNiIn. Enfin, l'augmentation de la raideur avec la force normale est un phénomène classiquement observé et attribué à la croissance de l'aire de contact qui engendre une augmentation de la raideur du contact.

**Tableau 3-1: Raideurs totales calculées au début de l'essai de débattements variables avant apparition des endommagements.**

Fn	Ti17g/Ti6242g			Ti17g/CuNiIn		
	20°C	250°C	450°C	20°C	250°C	450°C
300N				28N/μm		20N/μm
1000N				35.5N/μm		35N/μm
3000N	47N/μm	40N/μm	31N/μm	44N/μm	39N/μm	32N/μm
4000N	65N/μm		35N/μm			

### 3.1.2 Comportements en Glissement Total

L'analyse du contact aube/disque, conduite au Chapitre 2, a mis en évidence des sollicitations de type glissement mixte à total, liées à des amplitudes de glissement de 70μm à 100μm. En cohérence avec la carte de fretting tracée, il a donc été décidé de travailler à des valeurs élevées de débattements imposés ( $\pm 125\mu\text{m}$ ,  $\pm 175\mu\text{m}$ ) et de se placer ainsi en Régime de Glissement Total. La plage de force normale [300N, 4000N] est alors balayée pour étudier l'unicité ou l'hétérogénéité des comportements tribologiques. Cette démarche de survol du domaine d'étude a été réalisée pour les trois couples étudiés et nous nous focaliserons dans ce manuscrit sur les résultats du couple Ti17g/CuNiIn.



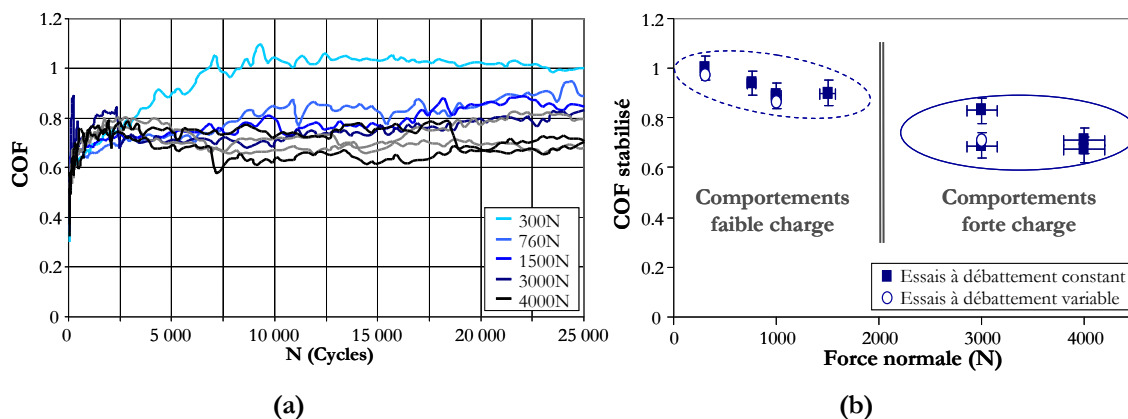
**Figure 3-5 : Localisation du domaine d'étude par rapport à la carte de fretting.**

#### 3.1.2.1 Etude des coefficients de frottement

La Figure 3-6a présente les évolutions du coefficient de frottement conventionnel (défini par le rapport  $Q^*/F_n$  au §1.2.1.1) pour différents essais de fretting usure effectués à température ambiante pour des valeurs constantes de débattement  $\delta^*$  et de force normale  $F_n$ . L'influence de la force normale paraît alors évidente et il est possible de distinguer deux types de comportement, associés respectivement aux faibles et aux fortes charges. Cette distinction est particulièrement visible sur la Figure 3-6b où le coefficient de frottement stabilisé\* est tracé en fonction de la force normale imposée. Sur cette figure, les valeurs de  $\mu_{\text{stab}}$  obtenues à partir des essais de débattement

\* Le coefficient de frottement stabilisé est une moyenne du coefficient conventionnel sur les  $N_s$  derniers cycles de l'essai avec  $[N_{\text{fin}} - N_s, N_{\text{fin}}]$  défini comme intervalle pour lequel l'écart moyen est inférieur à 1.5%.

variable ont été ajoutées et confirment la tendance observée. Une tendance similaire avait déjà été rapporté par Hager [Hager '06] dans le cas du contact TA6V/TA6V en fretting. L'auteur avait ainsi observé une décroissance du coefficient de frottement avec la force normale de 1.4 à 0.6, identique à 20°C et à 450°C.



**Figure 3-6 : Influence de la force normale sur l'évolution du coefficient de frottement en cours d'essai (a) et sur la valeur stabilisée du COF (b) (Couple Ti17g/CuNiIn,  $T=20^{\circ}\text{C}$ ,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ ).**

### 3.1.2.2 Forme des cycles de fretting

L'étude des cycles de fretting apporte également de précieuses informations sur le comportement tribologique du contact. La Figure 3-7 présente, dans le cas du contact revêtu de CuNiIn, une comparaison des cycles de fretting en fonction de la force normale pour deux nombres de cycles donnés. A  $N=100$  cycles, le contact est en phase d'accommodation pour les trois valeurs de  $F_n$  considérées. Les cycles sont de forme quadratique avec une partie glissante quasi horizontale, traduisant un contact lubrifié par les oxydes initialement présents à la surface des échantillons. La différence principale entre les trois niveaux de force normale se situe au niveau de la pente de retour élastique. Les écarts entre les 3 pentes sont en réalité amplifiés par le tracé en  $Q^*/F_n$  et les valeurs de raideur calculées précédemment à partir des essais de débattement variable sont retrouvées (raideur totale du système 30% plus importante à 3000N qu'à 300N en raison de la plus grande raideur du contact). A la fin de la partie glissante, dans les trois cas, les cycles présentent une légère remontée de la force tangentielle. Ce phénomène est assez classique en glissement total et avait déjà été rapporté par Blanchard et Pellerin [Blanchard '91b] dans des études sur les alliages de titane et d'aluminium. Les deux principales explications généralement invoquées reposent:

- Soit, sur une interaction entre les débris d'usure présents dans le contact et un bourrelet de déformation plastique en bordure de celui-ci. Le corps en mouvement viendrait alors buter en bout de course sur ce bourrelet par l'intermédiaire des débris et induirait une remontée de la force tangentielle.
- Soit, sur une forme en cratère du profil de contact. Cette hypothèse, indépendante de la présence de débris, a pu être vérifiée numériquement par Tristani [Tristani '00] et Dick [Dick '06a] en introduisant une géométrie usée dans un modèle numérique et en simulant

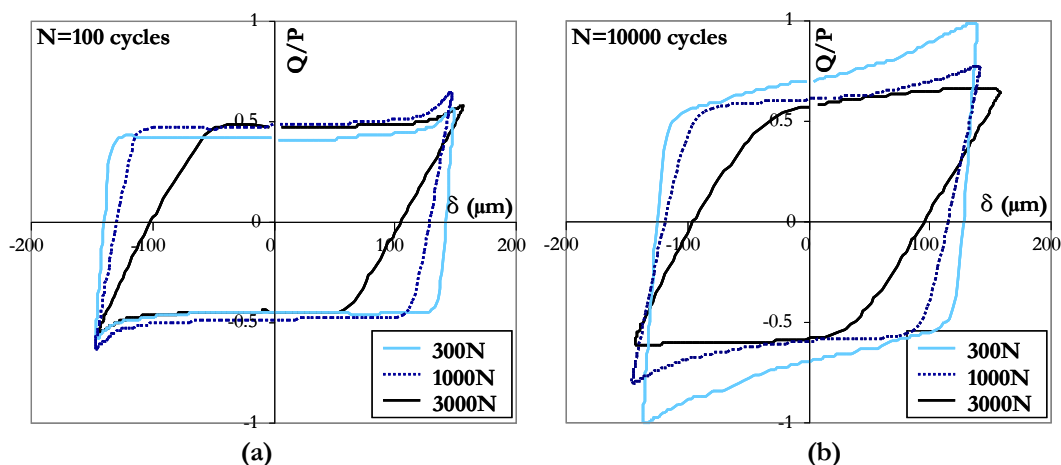


les cycles de fretting correspondants. Ce phénomène a également été observé lors de nos modélisations avec prise en compte de l'usure (cf. §2.2.2).

Après 10000 cycles de fretting, le comportement est stabilisé et les cycles quadratiques enregistrés confirment que la condition de GT est respectée. Plusieurs différences peuvent être identifiées entre les 3 niveaux de force normale. A 300N, le cycle stabilisé présente un coefficient de frottement conventionnel plus élevé et une pente apparaît dans la partie « glissante ». D'après Blanchard et Hannel [Hannel '00] cette augmentation continue de l'effort tangentiel serait due à une répartition homogène de la déformation plastique sur la surface de contact. Ils l'attribuent respectivement :

- à la ductilité du matériau initial : Blanchard constate ainsi que cette pente continue apparaît dans le cas des alliages ductiles de type  $\beta$  comme le Ti15CA (structure cubique centrée) et n'est pas observée pour les alliages de type  $\alpha/\beta$  comme le TA6V (structure hexagonale).
- à la ductilité de l'interface : Pour expliquer la pente de la partie glissante du cycle, Hannel invoque le caractère ductile du lit de débris formé [Hannel].

Avec l'augmentation de la force normale, la pente de la partie glissante disparaît. La première hypothèse, reposant sur la ductilité du titane, est donc à rejeter et il existe vraisemblablement une variation de mécanismes d'endommagement, et de comportement du troisième corps, entre les faibles et fortes charges (en cohérence avec l'hypothèse de Hannel). A  $F_n=3000N$ , les remontées en fin de cycle finissent par s'estomper et la portion singulière du cycle devient quasiment linéaire.



**Figure 3-7 : Allure des cycles de fretting en fonction de la force normale pour a) N=100 cycles, et b) N=10000 cycles (Ti17g/CuNiIn, T=20°C).**

Une autre façon d'illustrer la variation de la forme du cycle de fretting en fonction de la force normale consiste à comparer les valeurs des coefficients de frottement conventionnel et énergétiques dans le domaine stabilisé (Figure 3-8). De part leur formulation, ces coefficients rendent compte de l'écart de forme par rapport à un cycle quadratique parfait. Le rapprochement des deux courbes avec la force normale (illustré Figure 3-8) confirme la transition de comportement entre les faibles et fortes charges.

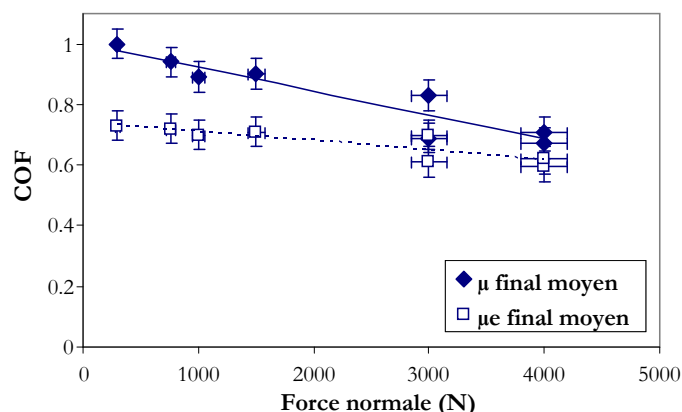


Figure 3-8 : Comparaison des valeurs conventionnelles et énergétiques du coefficient de frottement stabilisé en fonction de la force normale (Conditions expérimentales : contact Ti17g/CuNiIn,  $T=20^{\circ}\text{C}$ ,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ ).

### 3.1.3 Synthèse et démarche adoptée

Aux vues des résultats précédents, il a été décidé de distinguer le domaine des fortes charges du domaine des faibles charges et d'étudier séparément le comportement du système dans ces deux domaines. Les sollicitations du moteur correspondent alors à un va-et-vient entre ces deux niveaux de chargement. La Figure 3-9 résume la démarche adoptée et rappelle les grandes étapes de l'étude tribologique qui est détaillée dans la suite de ce chapitre.

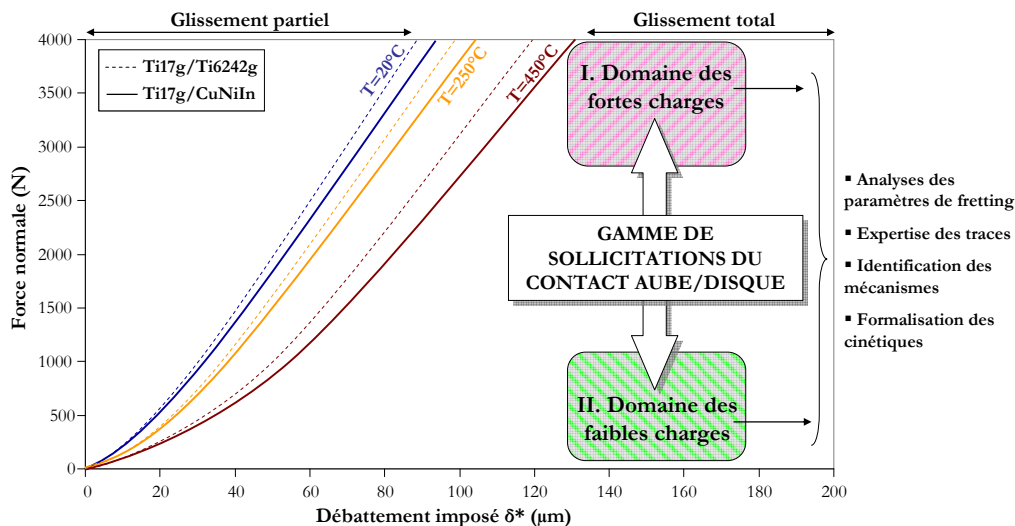


Figure 3-9 : Illustration de la démarche adoptée pour les deux domaines d'étude.

## 3.2 Comportement du système sous fortes charges

Dans ce paragraphe sont présentés les principaux résultats des essais de fretting usure effectués sous chargement normal statique dans la gamme [3000N, 4000N], pour les 3 couples et pour toutes les températures. La Figure 3-10 représente la matrice des essais dans l'espace ( $\delta^*$ ,  $N_c$ ,  $T$ ).

L'étude a été particulièrement centrée autour du contact revêtu et lubrifié (Ti17g/Ti6242g+CuNiIn+D180) et du contact revêtu (Ti17g/Ti6242g+CuNiIn), afin de représenter le système industriel complet, respectivement en conditions initiales et après perte de lubrification. Quelques essais non revêtus (Ti17g/Ti6242g) ont également été effectués à titre comparatif pour évaluer l'effet du revêtement de CuNiIn.

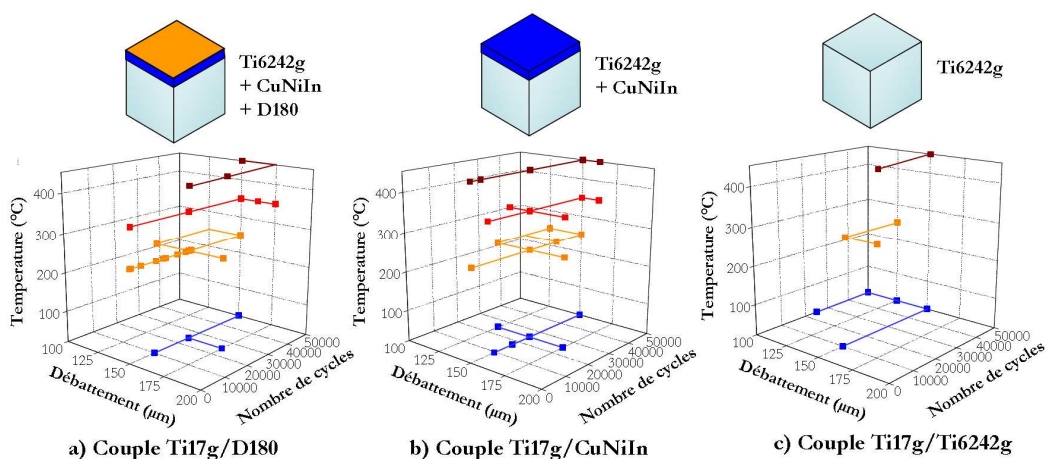


Figure 3-10 : Représentation de la matrice des essais réalisés à forte charge\*.

### 3.2.1 Identification des comportements tribologiques

Pour la clarté de ce manuscrit, on détaillera dans les pages suivantes les résultats obtenus pour le système complet (Ti17g/Ti6242g+CuNiIn+D180) et on présentera de façon plus succincte les comportements des deux autres couples en insistant sur les aspects liés respectivement à l'absence de lubrification et à l'absence de revêtement.

#### 3.2.1.1 Couple Ti17g/D180

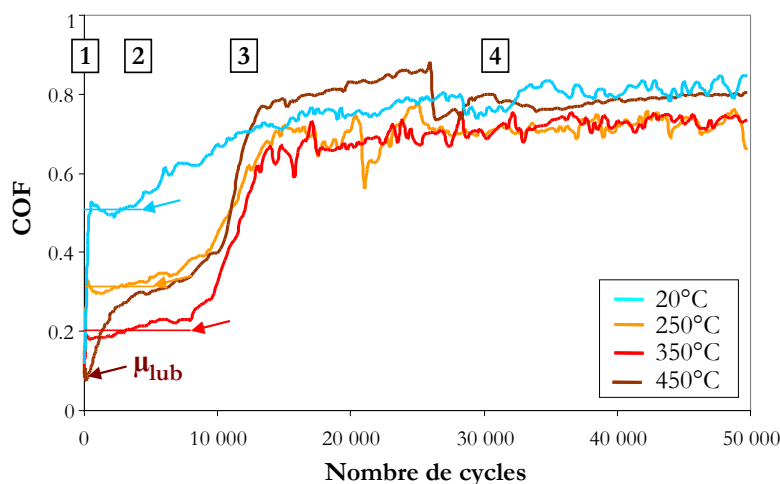
##### Influence de la température sur le coefficient de frottement

La Figure 3-11 présente les évolutions du COF en fonction de la température. Les tendances des courbes sont toujours similaires et peuvent être décomposées de la façon suivante :

- **Etape 1 : Accommodation des surfaces.** Cette phase est classiquement observée pour tous les essais de fretting et est associée à l'établissement de l'aire réelle de contact (passage d'un contact aspérités/aspérités à un contact d'aire de plus en plus grande) et à l'élimination progressive de la couche d'oxyde native présente à la surface des échantillons
- **Etape 2 : Phase lubrifiée.** D'une durée  $N_{lub}$  variable selon les essais, cette phase correspond à un plateau de coefficient de frottement à la valeur  $\mu_{lub}$ .
- **Etape 3 : Phase mixte.** Plus ou moins brutale, cette phase correspond à la transition entre le comportement lubrifié et le comportement stabilisé.

\* Les essais répétés ne sont pas représentés sur la figure.

- **Etape 4 : Phase stabilisée.** Associée à un coefficient de frottement constant autour de la valeur  $\mu_{stab}$ , il sera vu par la suite que ce régime correspond à l'élimination totale du vernis lubrifiant et présente toutes les caractéristiques du comportement stabilisé du contact Ti17g/CuNiIn.

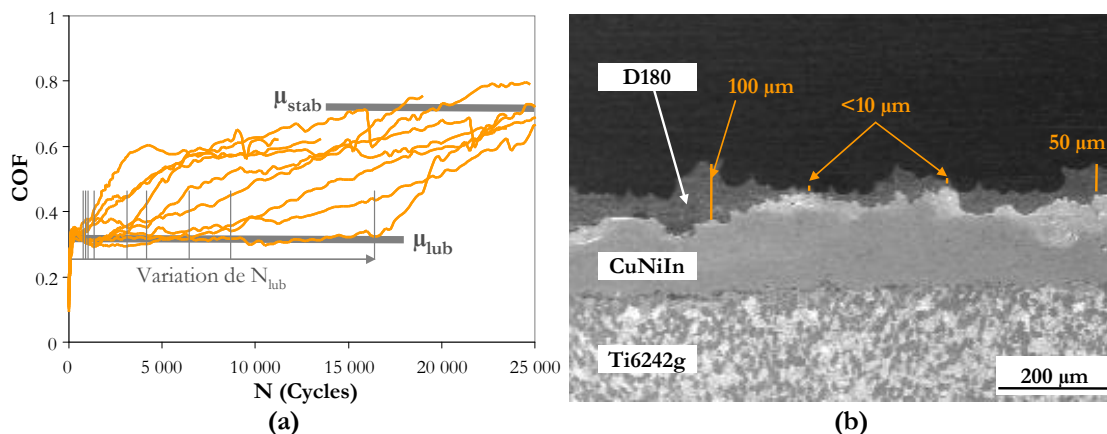


**Figure 3-11 : Evolutions du COF en fonction de la température pour le couple Ti17g/D180 à fortes charges normales ( $F_n=3000N$ ,  $\delta^*=\pm 150\mu m$ ,  $N=50000$  cycles).**  
**N.B. Les flèches indiquent le plateau de COF de la phase lubrifiée.**

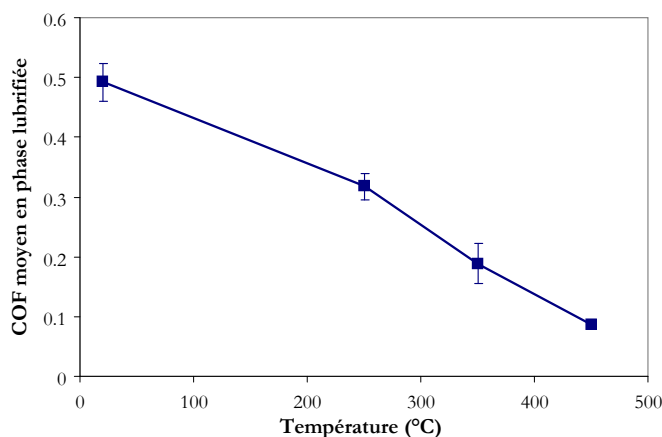
Les courbes tracées sur la Figure 3-11 correspondent à des essais présentant un comportement représentatif de chaque température. Il existe cependant une forte disparité sur les durées de la phase lubrifiée. La Figure 3-12a montre les évolutions du COF pour une dizaine d'essais répétés dans des conditions identiques (mêmes paramètres expérimentaux) mais sur des plans Ti6242g+CuNiIn+D180 différents. La variation de durée de lubrification peut atteindre un facteur 10. Les incertitudes liées à la reproductibilité des essais de fretting ne suffisent pas à expliquer ces variations, qui ne sont pas observées en conditions non lubrifiées. Ce phénomène est attribué aux variations d'épaisseur du vernis lubrifiant D180 dont la procédure de dépôt est manuelle. En effet, les observations en microscopie optique effectuées sur coupes transverses indiquent des épaisseurs locales de vernis de  $5\mu m$  à  $100\mu m$  (Figure 3-12b). Cette disparité n'étant pas contrôlable sur nos échantillons, l'attention ne sera pas portée sur les durées de lubrification en elles-mêmes mais davantage sur les allures des courbes et sur les valeurs de  $\mu_{lub}$  et  $\mu_{stab}$ , qui présentent une bonne reproductibilité. En perspectives de ce travail, une étude en partenariat avec Snecma a été envisagée pour améliorer l'homogénéité d'épaisseur de dépôt du D180 et ainsi proposer une formalisation de la DDV du vernis.

La Figure 3-13 illustre l'effet de la température sur le coefficient de frottement durant la phase de lubrification. La diminution de  $\mu_{lub}$  de 0.49 à  $20^\circ C$  à 0.09 à  $450^\circ C$  met en évidence l'amélioration des propriétés lubrifiantes du graphite avec la température. Ce phénomène est surprenant au premier abord puisque le graphite tient ses propriétés lubrifiantes de sa capacité à adsorber un film d'eau ou de gaz à sa surface. Par conséquent, une forte augmentation de la température devrait faciliter la désorption et engendrer une augmentation du COF. Cependant, il a également

été rapporté que dans le cas de contacts métalliques, les oxydes formés en surface pouvaient adhérer au graphite et réduire considérablement le coefficient de frottement [Rymuza '89]. Les valeurs de  $\mu_{lub}$  présentent une excellente reproductibilité, cette diminution avec la température est attribuée à une interaction chimique entre les oxydes de titane et le graphite du D180.



**Figure 3-12 : Illustration de la variation de la phase de lubrification.**  
**a) Evolution du COF pour 10 essais répétés dans des conditions identiques**  
**( $T=250^{\circ}\text{C}$ ,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ ,  $N$  variable), b) Coupe transverse d'un plan**  
**Ti17g+CuNiIn+D180 illustrant les hétérogénéités d'épaisseur du vernis.**



**Figure 3-13 : Influence de la température sur la lubrification. (Ti17g/D180,**  
 **$F_{nc}[3000\text{N}, 4000\text{N}]$ ).**

### Suivi d'un essai caractéristique

Hormis cette variation du coefficient de frottement en phase stabilisée, les essais effectués aux quatre températures présentent des évolutions très proches. Afin d'avancer dans la compréhension du comportement du couple Ti17g/D180, un essai caractéristique de l'ensemble des réponses est considéré ( $T=250^{\circ}\text{C}$ ,  $F_n=4000\text{N}$ ,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ ,  $N=50000$  cycles) et la Figure 3-14 présente le tracé de différents paramètres de fretting en fonction du nombre de cycles. Les 4 grandes étapes distinguées précédemment sont retrouvées et les cycles de fretting associés sont représentés sur la Figure 3-15.

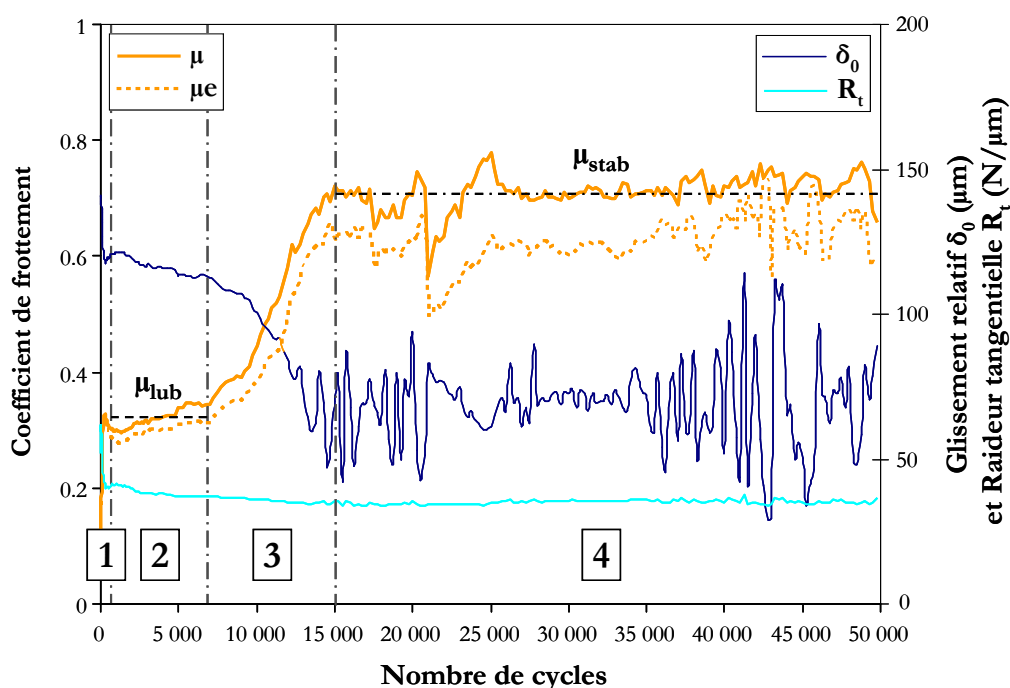


Figure 3-14 : Suivi des paramètres de fretting pour un essai caractéristique du comportement du couple Ti17g/D180 (Ti17g/D180, T=250°C, F<sub>n</sub>=4000N, δ\*= $\pm 150\mu\text{m}$ , N=50000cycles).

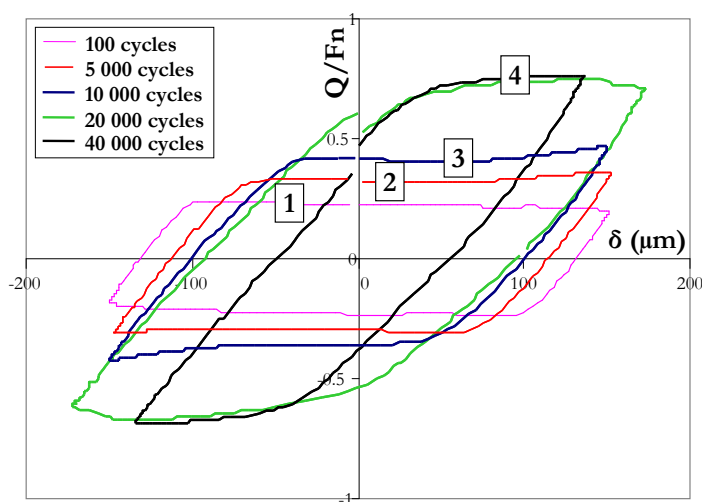


Figure 3-15 : Evolution des cycles de fretting en fonction du nombre de cycles (Ti17g/D180, T=250°C, F<sub>n</sub>=4000N, δ\*= $\pm 150\mu\text{m}$ , N=50000cycles).

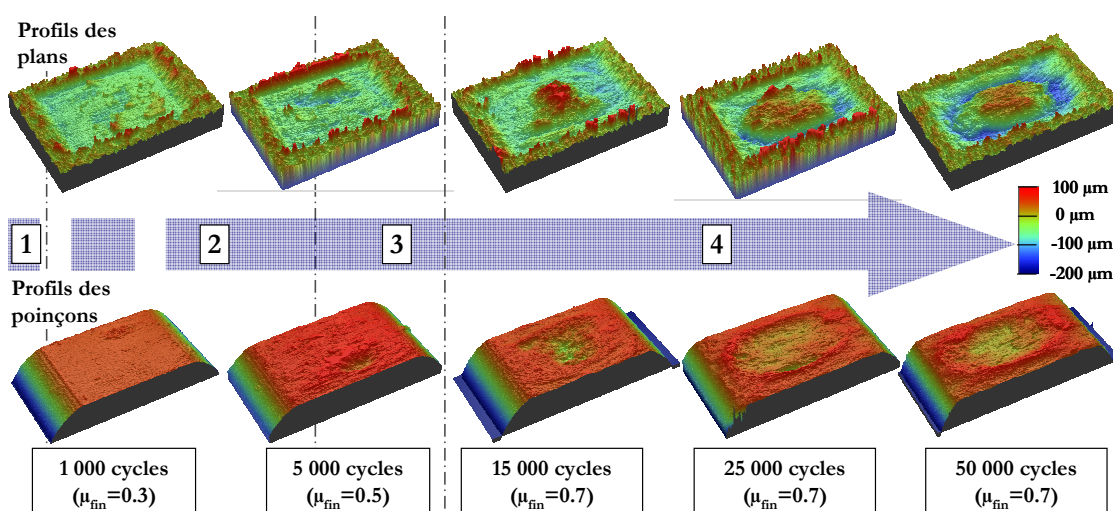
Les phases d’accommodation et de lubrification sont caractérisées par des cycles quadratiques, à bas coefficient de frottement. De légères remontées de force tangentielle sont observées durant l’étape 2 et sont attribuées à la déformation plastique du revêtement sous l’indentation du poinçon. La phase mixte consiste en une augmentation progressive du coefficient de frottement, associée à la persistance des remontées de force tangentielle en bout de cycle et à la diminution de l’ouverture du cycle  $\delta_0$ . Cet effet correspond à la mise en place d’un nouveau mécanisme d’endommagement, qui stabilise à l’étape 4. L’amplitude de glissement passe alors de  $\pm 120\mu\text{m}$  à



$\pm 73\mu\text{m}$ . Les instabilités observées sur la courbe  $\delta_0(N_c)$  sont liées à des difficultés au niveau du pilotage par l'extensomètre. Le comportement est toutefois considéré comme constant et le coefficient de frottement se stabilise autour de la valeur  $\mu_{\text{stab}}$ . Quelques chutes brutales de COF sont parfois observées au cours de la phase stabilisée et seront analysées au §3.2.2.1. Le tracé de la raideur totale du cycle (pente du cycle de fretting au moment du changement de sens de débattement) permet de vérifier sa constance tout au long de l'essai. La valeur mesurée est très proche de ce qui avait été obtenu par la méthode des débattements variables (Tableau 3-1).

### Analyse des traces d'usure

L'analyse des cycles et paramètres de fretting a été répétée à toutes les températures et la même évolution a été observée. Pour progresser dans la compréhension des processus d'endommagement, les conditions de l'essai précédent ( $T=250^\circ\text{C}$ ,  $F_n=4000\text{N}$ ,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ ) ont été conservées et plusieurs tests ont été répétés pour des nombres de cycles variables. Les traces d'usure ont été expertisées et la Figure 3-16 illustre l'évolution de leur morphologie en fonction des nombres de cycles. Les coefficients de frottement atteints lors de l'arrêt du test sont précisés.



**Figure 3-16 : Evolution de la topographie des traces obtenues après des essais identiques mais arrêtés à des nombres de cycles différents ( $\text{Ti17g/D180}$ ,  $T=250^\circ\text{C}$ ,  $F_n=4000\text{N}$ ,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ ).**

Les observations effectuées permettent de mettre en évidence les phénomènes suivants :

- La phase 1 consiste essentiellement en une indentation du poinçon à la surface du plan. En effet, le vernis de lubrifiant graphite est compressible et se déforme plastiquement lors de l'application de la charge normale. Un léger bourrelet de déformation est observé à la périphérie de la trace. Du côté du poinçon, l'endommagement est négligeable.
- En phase lubrifiée, des plaques de vernis compactés se décollant légèrement sont observées à la surface du plan. Les endommagements à l'échelle macro paraissent très faibles au niveau du poinçon.

- Lors de la phase mixte, des phénomènes d'adhésion apparaissent entre le titane du poinçon et le revêtement de CuNiIn et l'interface de contact est considérée comme « composite » avec des zones encore lubrifiées et des spots d'adhésion, ce qui explique la diminution de l'ouverture du cycle.
- En phase stabilisée, l'endommagement du plan augmente progressivement sous la forme d'un important volume de transfert au centre, entouré d'une zone latérale d'usure forte. Au niveau du poinçon, la topographie présente un profil en « cuvette ».

Des observations MEB et des analyses EDX ont été conduites sur ces différents échantillons, en vue de dessus et en coupe transverse (avec et sans attaque chimique) afin de comprendre les endommagements d'un point de vue matériau. La Figure 3-17 présente ainsi les vues du plan et du poinçon après 1000 cycles de fretting, c'est-à-dire au début de la phase de lubrification par le vernis graphitique. Des lamelles compactées de D180 sont visibles au centre de la trace du plan et les analyses EDX permettent de mettre en évidence les phénomènes d'adhésion. En effet, malgré l'absence d'endommagement du poinçon, des traces de Ti sont retrouvées sur le plan et du Cu est également visible sur le poinçon. Ces analyses montrent que même après 1000 cycles de fretting et alors que le COF avoisine 0.3, le revêtement de CuNiIn a d'ores et déjà commencé à s'endommager. Il est intéressant de remarquer que l'adhésion du CuNiIn à la surface du poinçon se fait préférentiellement sur une couronne latérale et semble moins importante au centre de la trace. De la même façon, la cartographie de l'oxygène indique une oxydation sous forme de couronne latérale.

Sur la Figure 3-17, les débris d'usure autour de la trace paraissent très abondants et de forme variable. Une analyse plus précise révèle la présence de deux types de débris différents. Sur la Figure 3-18, peuvent être distingués des lamelles grises et larges, riches en carbone, et provenant de l'élimination progressive par abrasion du vernis lubrifiant graphite, et des débris plus fins, très pulvérulents, riches en oxygène et en cuivre qui semblent venir d'une usure progressive du CuNiIn.

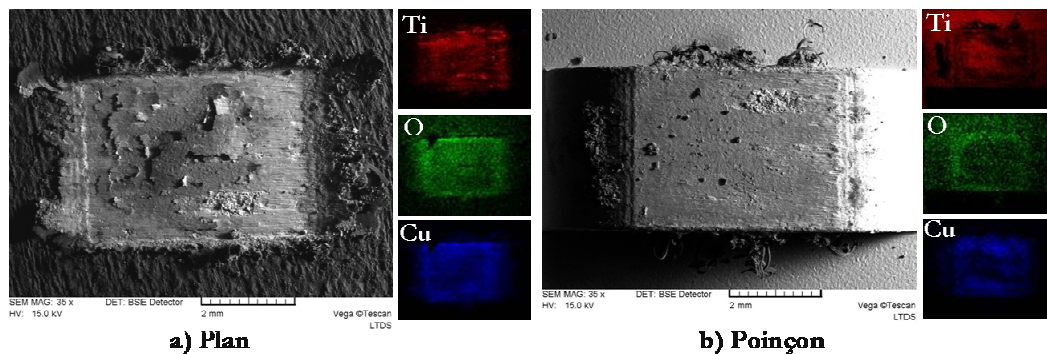
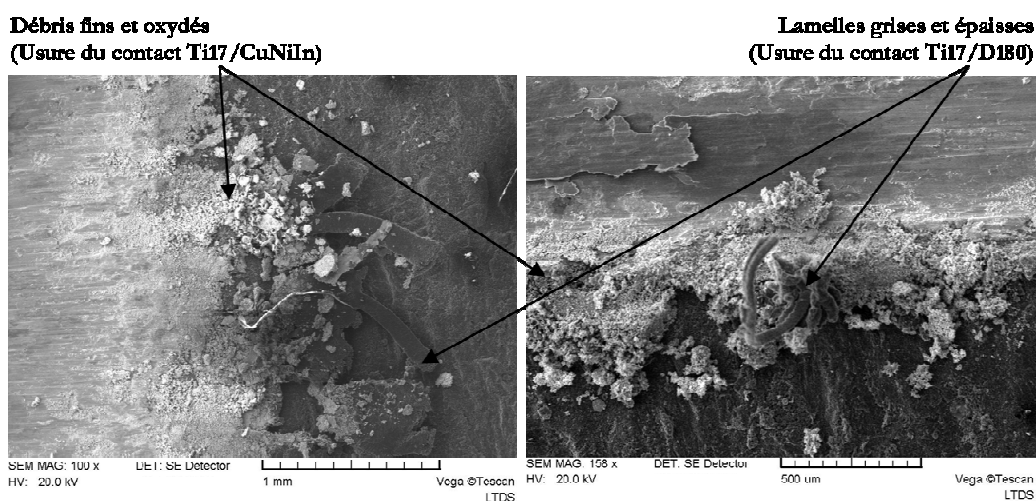


Figure 3-17 : Observations MEB du dessus des traces en phase lubrifiée (Ti17g/D180, T=250°C, Fn=4000N,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ , N=1000cycles).



**Figure 3-18 : Photographies MEB des débris en bord de trace sur le plan en conditions lubrifiées (Ti17g/D180, T=250°C, Fn=4000N,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ , N=1000cycles).**

Les coupes transverses réalisées dans ces échantillons confirment l'usure de la couche de vernis lubrifiant. Sur le plan (Figure 3-19), la couche de D180 n'est visible qu'en bords de trace. Les observations conduites au centre révèlent la présence de transferts de titane d'une épaisseur maximale de  $10\mu\text{m}$ , sous forme de plaques (Figure 3-19 b) ou d'un enrichissement de la surface du revêtement de CuNiIn (Figure 3-19 c et d).

Au niveau du poinçon, si la géométrie paraît intacte à l'échelle macroscopique, les observations à fort grandissement (Figure 3-20) permettent de déceler des marques d'un écrouissage de la structure en aiguilles du Ti17, sur une épaisseur maximale de  $5\mu\text{m}$ .

Après stabilisation du comportement, à  $N_c=25000$  cycles, les traces d'usure présentent des faciès caractéristiques avec une séparation très marquée entre une zone de transfert, riche en titane, au centre et une couronne oxydée aux bords (Figure 3-21). Le processus d'éjection des débris d'usure hors de la trace semble s'apparenter à des mécanismes d'extrusion et des lamelles de débris fins compactés sont observées en bords de trace, dans le sens du frottement (Figure 3-22).

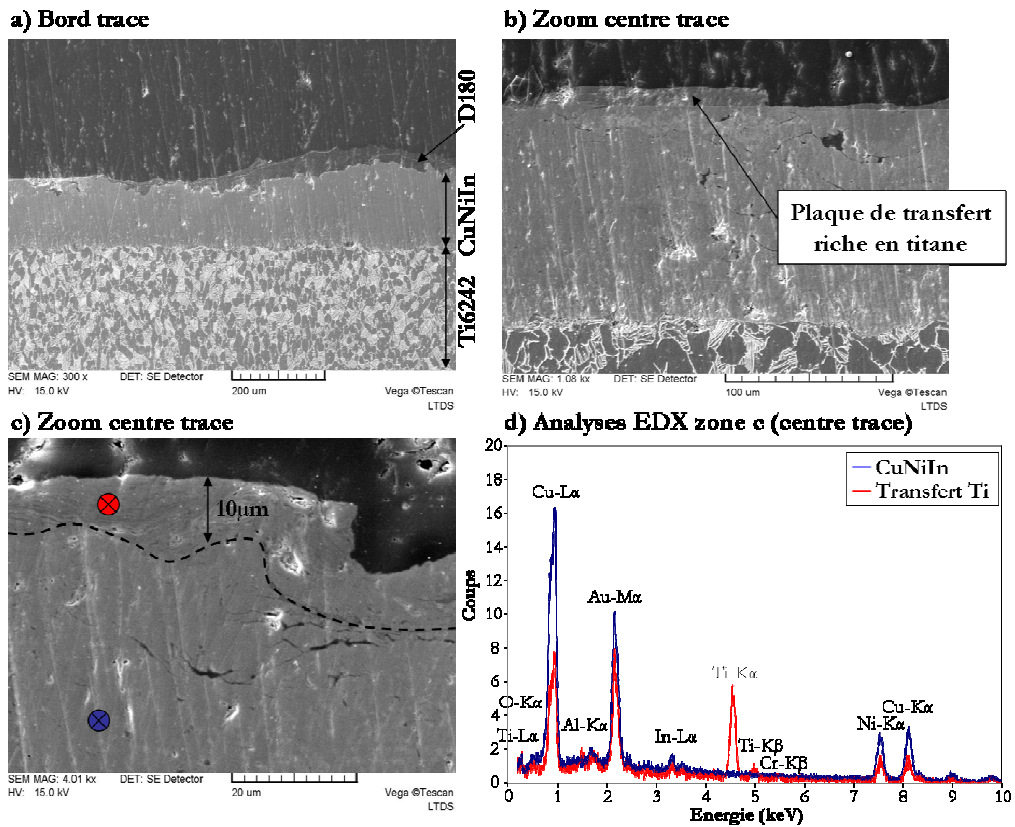


Figure 3-19 : Observations MEB d'une coupe transverse dans le plan en phase lubrifiée (Ti17g/D180, T=250°C, Fn=4000N,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ , N=1000cycles).

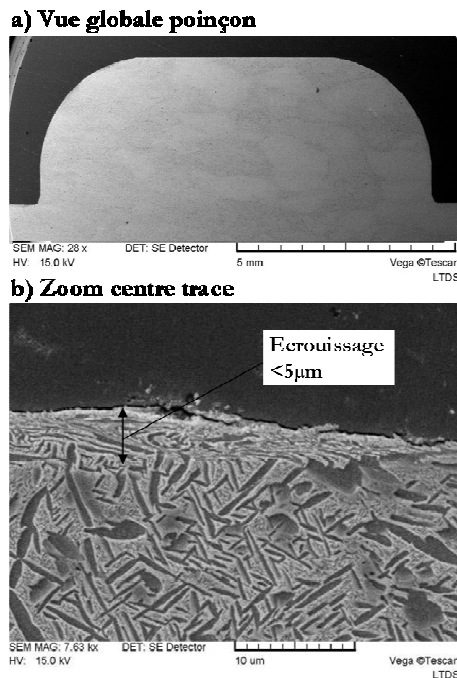
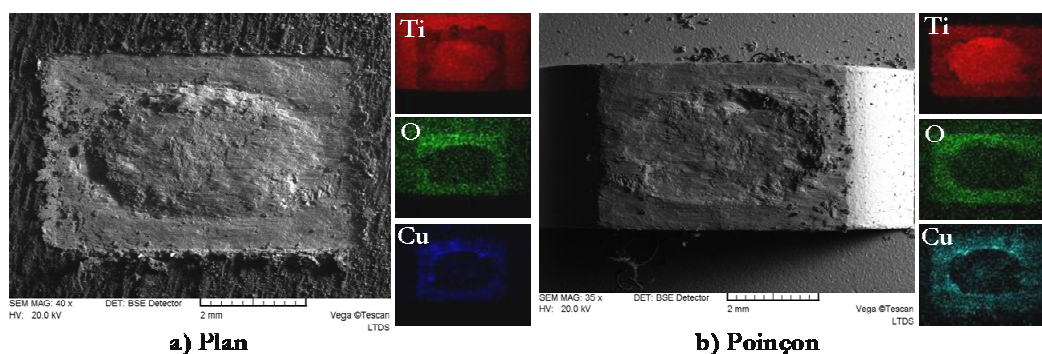
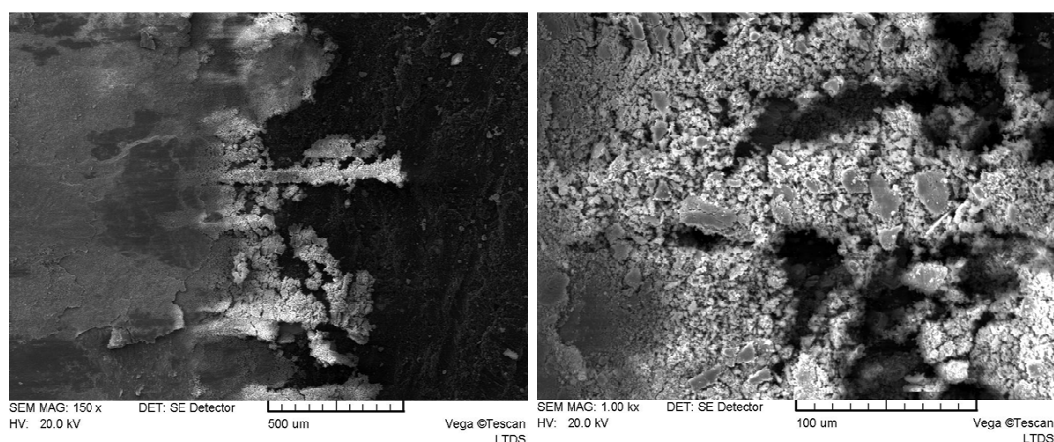


Figure 3-20 : Observations MEB d'une coupe transverse dans le poinçon en phase lubrifiée (Ti17g/D180, T=250°C, Fn=4000N,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ , N=1000cycles).





**Figure 3-21 : Observations MEB du dessus des traces en phase stabilisée (Ti17g/D180, T=250°C, Fn=4000N,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ , N=25000cycles).**



**Figure 3-22 : Photographies MEB des débris en bord de trace sur le plan en conditions stabilisées (Ti17g/D180, T=250°C, Fn=4000N,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ , N=25000cycles).**

Sur le plan, la zone centrale correspond à une importante surépaisseur (estimée à + 110 $\mu\text{m}$  par rapport aux points minimum de la trace) et les coupes transverses réalisées (illustrées Figure 3-23) confirment que ce volume est essentiellement composé de titane provenant du poinçon, adhérant à la surface du CuNiIn. De fortes marques de plastification sont visibles au niveau de l'interface CuNiIn/Ti6242g et seront discutées au §3.2.2.3 de ce chapitre. Malgré l'usure importante (jusque - 80 $\mu\text{m}$  au niveau de la couronne latérale), le revêtement n'est jamais complètement traversé (sur tous les tests effectués). Tout autour de la zone de transfert centrale, la couronne latérale apparaît très oxydée et pulvérulente. A la surface, la frontière avec la TTS se compose de plateaux de débris oxydés et compactés (Figure 3-24).

Sur le poinçon, la zone centrale se retrouve sous forme d'une épaisse couche (jusqu'à 150 $\mu\text{m}$  d'épaisseur au centre) présentant une structure transformée par rapport à la microstructure initiale du Ti17 (Figure 3-25). Les analyses EDX indiquent une composition identique à celle du Ti17 et semblable à ce qui est observé sur le volume transféré du côté du plan. L'absence de CuNiIn dans la composition de cette structure va dans le sens d'une transformation structurale induite par le frottement, tel que décrit dans les théories sur les TTS (« Tribologically Transformed Structure »,

page 24). L'analyse fine de la nature de cette structure transformée fait l'objet du Chapitre 4 de ce manuscrit.

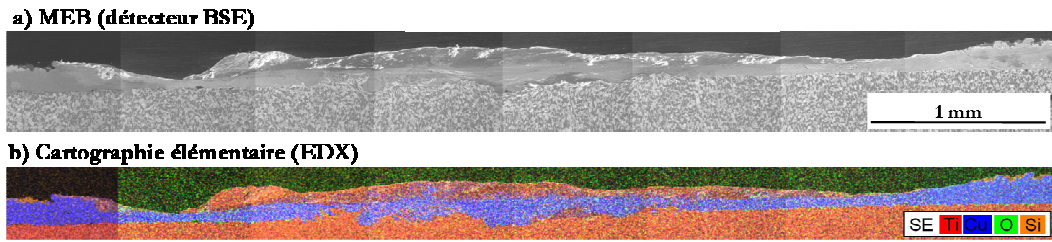


Figure 3-23 : Observations MEB d'une coupe transverse dans le plan en conditions stabilisées (Ti17g/D180, T=250°C, F<sub>n</sub>=4000N, δ\*= $\pm$ 150μm, N=25000cycles).

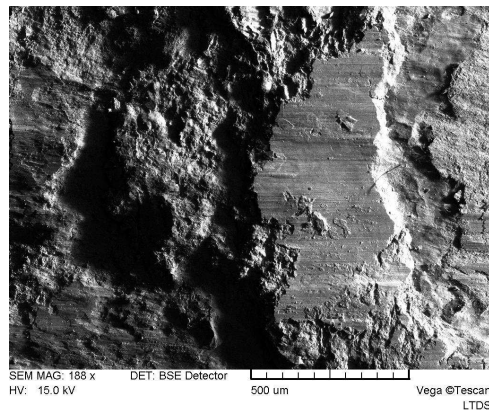


Figure 3-24 : Observation de débris compactés et oxydés dans la zone latérale formée en phase stabilisée (Ti17g/D180, T=250°C, F<sub>n</sub>=4000N, δ\*= $\pm$ 150μm, N=25000cycles).

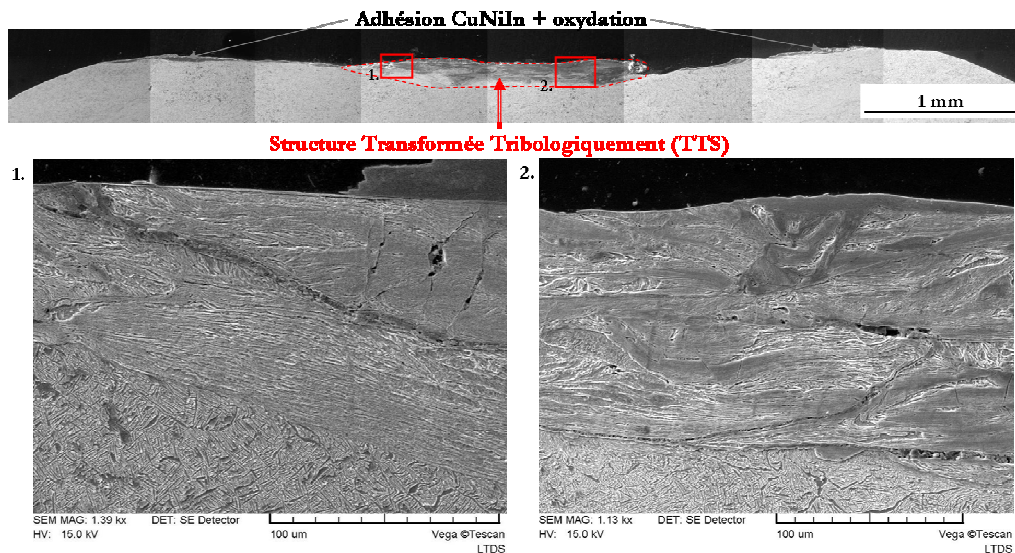


Figure 3-25 : Observations MEB d'une coupe transverse dans le poinçon en conditions stabilisées (Ti17g/D180, T=250°C, F<sub>n</sub>=4000N, δ\*= $\pm$ 150μm, N=25000cycles).

Pour conclure sur les mécanismes d'endommagement en régime stabilisé du couple Ti17g/D180 dans la plage de température [20°C, 450°C], une « reconstitution artificielle » du contact après



ouverture est réalisée en superposant les coupes transverses du plan et du poinçon (Figure 3-26). Celles-ci ne se situent pas rigoureusement dans le même plan mais la largeur et l'homogénéité du contact au centre permettent d'obtenir une idée correcte du contact. Il est alors intéressant de noter que dans le régime stabilisé, la majeure partie de l'interface correspond à un contact de type TTS/TTS au centre et Ti17/CuNiIn aux bords. L'importance des phénomènes d'adhésion influe sur la forme des cycles de fretting qui ont tendance à se refermer durant la phase stabilisée (réduction de l'ouverture du cycle, cf. Figure 3-15). Le contact est pourtant toujours en condition de glissement total et un glissement relatif de  $\pm 70\mu\text{m}$  est mesuré. De plus, la surface de la zone de TTS au centre présente des marques de glissement.

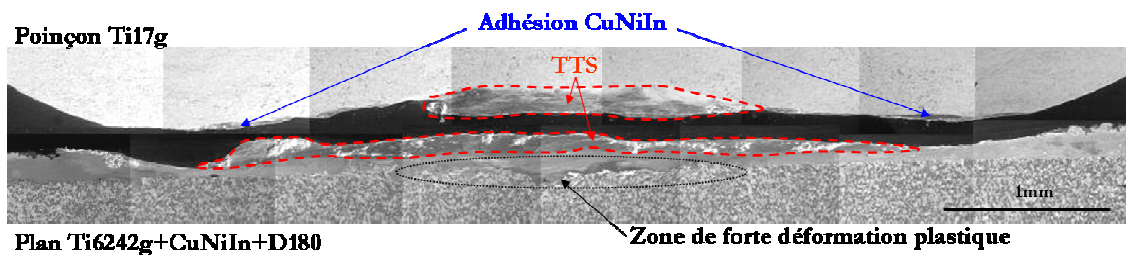


Figure 3-26 : Reconstitution du contact Ti17g/D180 en phase stabilisée (Conditions:  $T=250^{\circ}\text{C}$ ,  $F_n=4000\text{N}$ ,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ ,  $N=25000\text{cycles}$ ).

#### Proposition d'un scénario d'endommagement

Toutes les observations conduites aux différentes températures et nombre de cycles permettent alors de proposer un scénario d'endommagement pour le contact Ti17g/D180. Sur la Figure 3-27, les quatre principales étapes du comportement sont schématisées et explicitées successivement à travers : la compaction du vernis sous l'indentation du poinçon, la lubrification sous l'action des particules de graphite encore présentes à l'interface, l'apparition de spots Ti/CuNiIn puis Ti/Ti au centre qui font augmenter le COF de façon continue, puis la mise en place d'un mécanisme dual entre transformation tribologique et transfert de titane au centre et adhésion et oxydation du CuNiIn sur les bords. L'usure se déroule alors par fracturation de la TTS, broyage, attrition et éjection sur les zones latérales où a lieu l'oxydation avant extrusion finale des débris sous la forme d'une fine poudre oxydée. Il sera vu au paragraphe suivant que ce comportement stabilisé est globalement semblable à ce qui est observé dans le cas du contact non lubrifié Ti17g/CuNiIn.

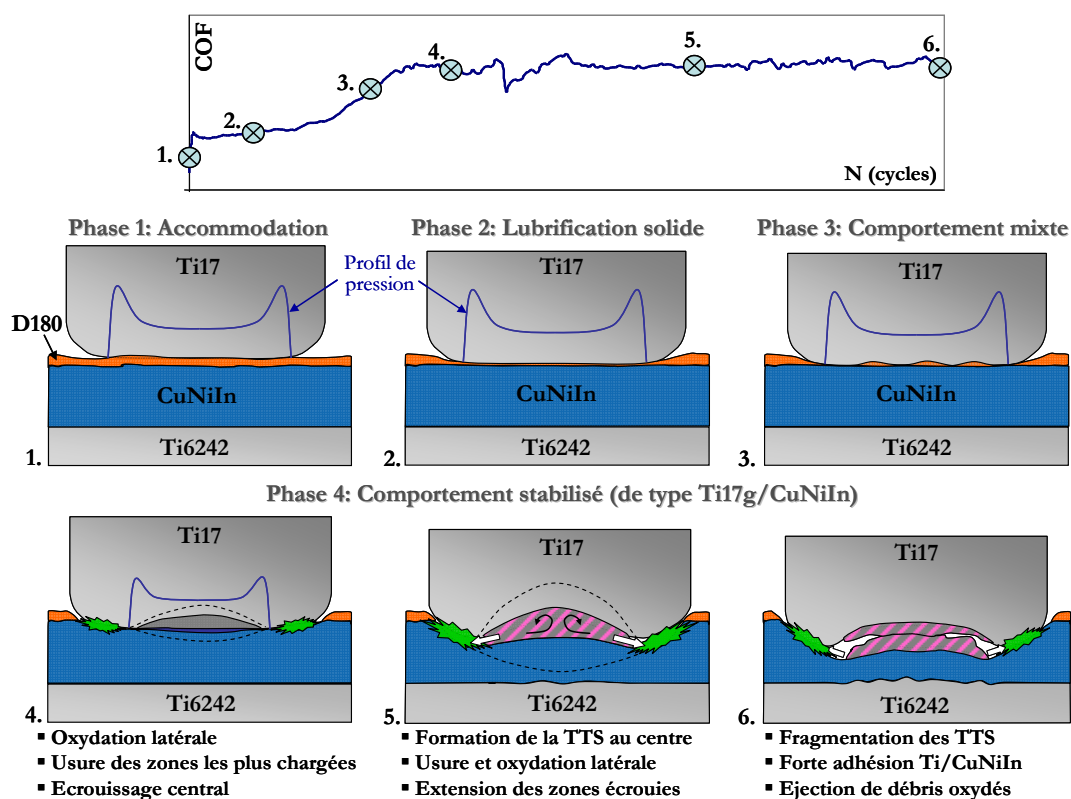


Figure 3-27 : Scénario d'endommagement du couple Ti17g/D180 pour  $T \in [20^{\circ}\text{C}, 450^{\circ}\text{C}]$  et  $F_n \in [3000\text{N}, 4000\text{N}]$ .

### 3.2.1.2 Couple Ti17g/CuNiIn

Une approche similaire a été mise en place pour étudier le comportement tribologique du couple Ti17g/CuNiIn à toutes les températures. Les résultats obtenus ont fait l'objet d'un article intitulé « *High temperature fretting wear of a Ti alloy/CuNiIn contact* » [Mary '08] et porté en Annexe C. Le lecteur est invité à s'y référer. Dans un souci de concision, seules les principales observations et conclusions seront présentées dans ce manuscrit et la discussion sera orientée vers les différences par rapport au tribo-système lubrifié.

#### Evolution du COF

De la même façon que pour le couple lubrifié, l'évolution du COF semble indépendante de la température [Mary '08]. Une phase d'accommodation, liée à l'élimination de la couche d'oxyde et à l'établissement de l'aire réelle de contact, est observée pendant les 2000 premiers cycles. Par la suite, le comportement stabilise à un niveau proche ( $\mu_{\text{stab}}=0.72\pm 0.04$  pour le couple revêtu par rapport à  $\mu_{\text{stab}}=0.74\pm 0.03$  pour le couple revêtu lubrifié) et des chutes brutales de coefficient de frottement sont parfois observées (cf. §3.2.2.1).

#### Suivi d'un essai caractéristique

La Figure 3-28 montre l'évolution des paramètres de fretting au cours d'un essai effectué à  $250^{\circ}\text{C}$  (conditions proches de l'essai présenté pour le contact lubrifié). Il est intéressant de constater que

la raideur du contact présente une diminution, simultanée avec la chute de COF, puis revient au même niveau et se stabilise. L'observation des cycles de fretting associés permet de comprendre que la variation de raideur (pente des cycles) et ne s'accompagne pas d'une modification de la forme du cycle : aucun changement n'est observé au niveau des pics de force tangentielle. Le COF énergétique suit d'ailleurs la même évolution que le COF conventionnel. L'origine des variations de raideur est difficile à identifier. Elle peut être due à des modifications de l'interface, à de la fissuration en sous-couche, de l'écaillage, une modification du comportement rhéologique du troisième corps... Le paragraphe 3.2.2 développe les interprétations possibles de ces phénomènes et notamment la différence entre les comportements des couples lubrifiés et non lubrifiés dans le régime stabilisé.

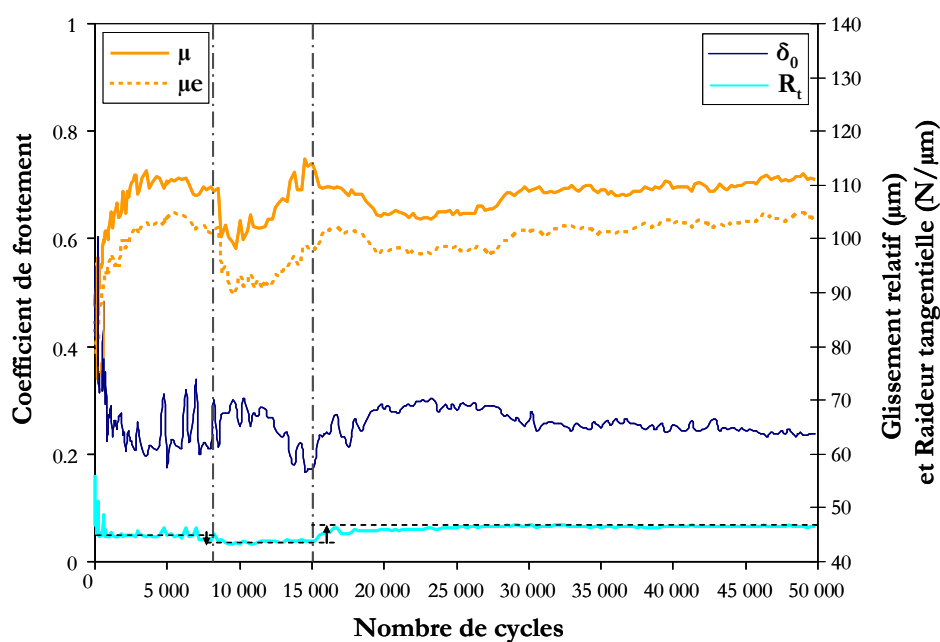


Figure 3-28 : Suivi des paramètres de fretting pour un essai caractéristique du comportement du couple Ti17g/CuNiIn ( $T=250^{\circ}\text{C}$ ,  $F_n=4000\text{N}$ ,  $\delta^*=\pm 125\mu\text{m}$ ,  $N=50000\text{cycles}$ ).

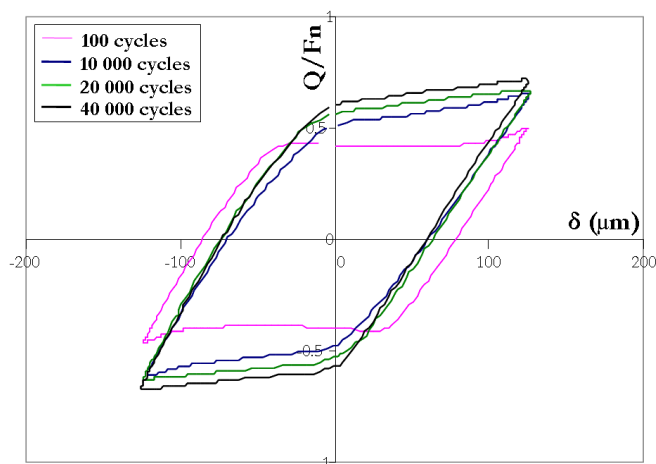


Figure 3-29: Evolution des cycles de fretting (Ti17g/CuNiIn, T=250°C, Fn=4000N,  $\delta^*=\pm 125\mu\text{m}$ , N=50000cycles)

### Analyse des traces d'usure

L'article [Mary '08] synthétise les observations des échantillons testés aux quatre températures. Y sont présentées notamment l'évolution de la morphologie des traces au cours de l'essai de la phase d'accommodation à la phase stabilisée ainsi que la comparaison des profils finaux aux différentes températures. Il ressort de cette analyse que la température n'influe pas sur le type d'endommagement observé. La Figure 3-30 présente les profils finaux de trois couples poinçon/plan testés dans des conditions similaires mais à des températures différentes.

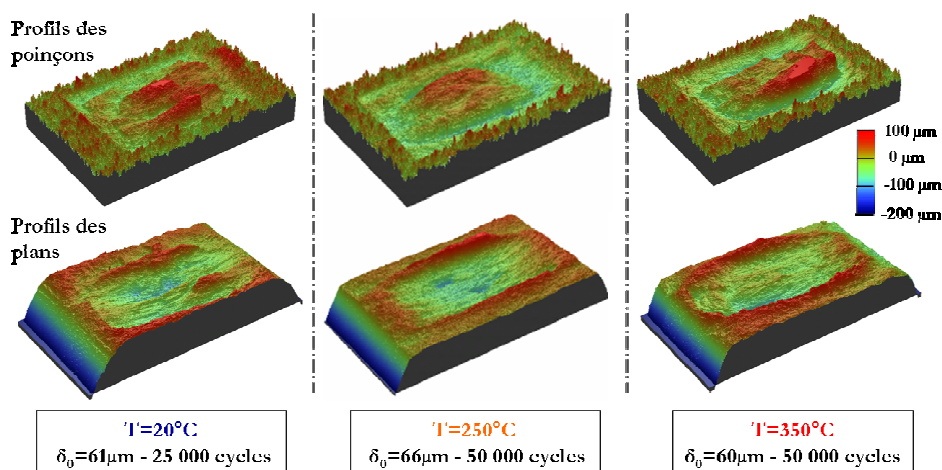


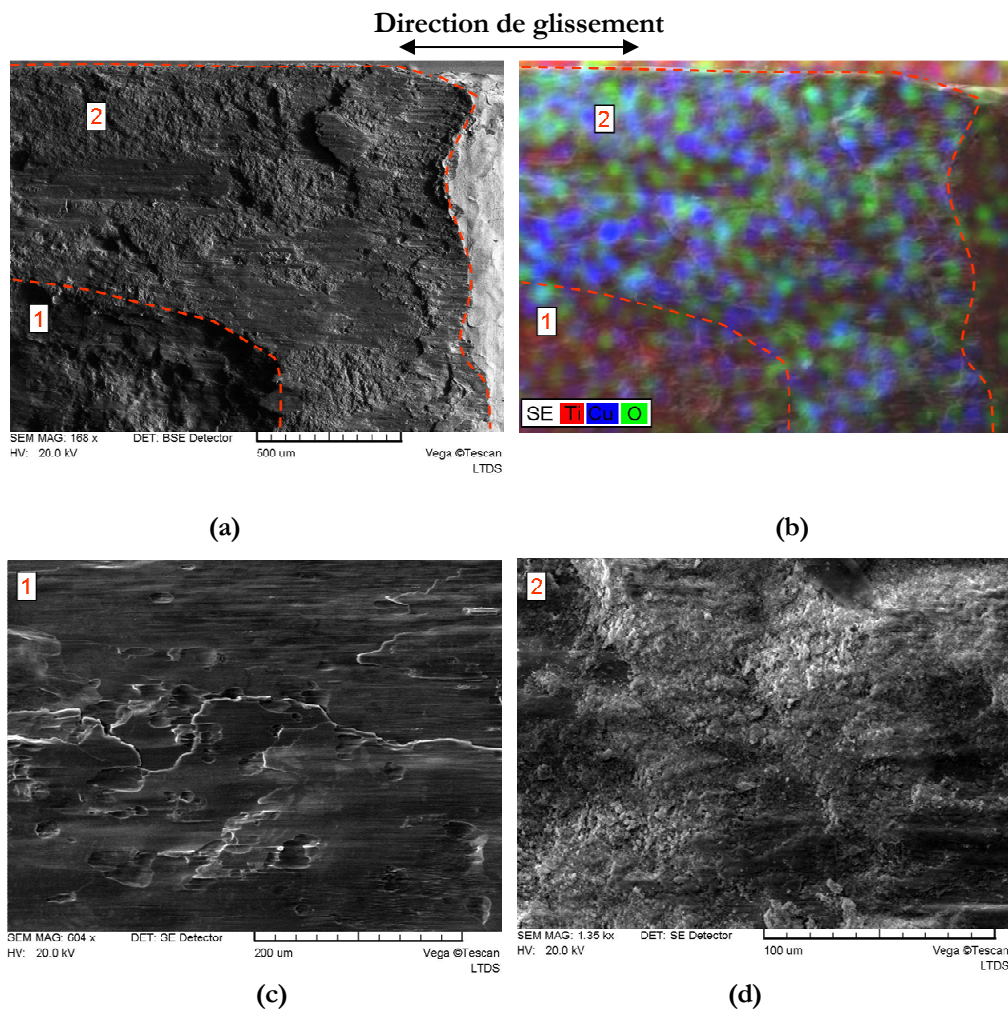
Figure 3-30 : Influence de la température sur la morphologie des traces en régime stabilisé. (Ti17g/CuNiIn, Fn=4000N,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ ).

L'étude de la topographie des traces ainsi que les expertises au MEB permettent d'identifier deux zones distinctes dans le contact, identiques à ce qui a été rapporté dans le cas du contact lubrifié Ti17g/D180 en phase stabilisée (Figure 3-31):

- Une zone centrale (1), de forme elliptique, riche en titane et pauvre en oxygène et CuNiIn. Cette zone présente un faciès lissé et des marques de glissement, et correspond à une

modification de structure (ITS) du Ti17g qui adhère au revêtement mou de CuNiIn, créant un important volume de transfert au centre du plan.

▪ Une couronne latérale (2), très oxydée et riche en CuNiIn. D'aspect pulvérulent, cette zone présente quelques îlots compactés et lustrés en surépaisseur, semblables à ce qui a été rapporté dans le cas du contact Ti17g/D180 (Figure 3-24).

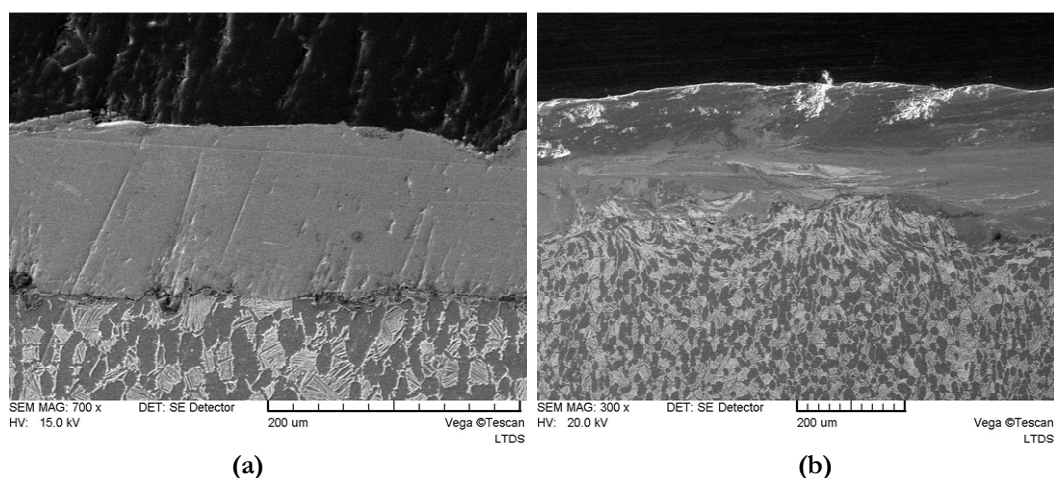


**Figure 3-31 : Observation des différentes zones d'endommagement du poinçon en phase stabilisée. a) Image SE du bord de la trace, b) Cartographie EDX de la même zone, c) Zoom zone 1, d) Zoom zone 2 (Ti17g/CuNiIn, T=350°C, Fn=4000N,  $\delta^*=\pm 162.5\mu\text{m}$ , N=50000cycles).**

L'analyse des essais arrêtés à faible nombre de cycles révèle des phénomènes de compaction du revêtement. Ainsi le taux de porosité du CuNiIn, initialement de 5% à 15% (cf. §1.1.2.2 et Figure 1-7), paraît quasi nul après 5000 cycles de fretting (Figure 3-32a). Cette compaction s'accompagne d'un écrouissage sous l'action du frottement, mis en évidence par micro-dureté. Les mesures effectuées (sous un chargement de 100g de type Vickers) indiquent une augmentation de dureté du CuNiIn de 150HV<sub>0.1</sub> hors trace à 430HV<sub>0.1</sub> au centre sous le transfert. La couche de titane transformé tribologiquement (ITS) présente une dureté très élevée pouvant atteindre 655HV<sub>0.1</sub>. Cette valeur est d'un ordre de grandeur comparable à ce qui est rapporté dans la littérature sur la



transformation tribologique des alliages de titane [Blanchard '91a, Sauger '97]. Un autre phénomène très intéressant est observé à l'interface CuNiIn/Ti6242g avec un étirement de la structure du titane (déformation des grains  $\alpha/\beta$ ) sans transformation structurale. Localisé au centre du plan, 100 à 200 $\mu\text{m}$  sous la zone de transfert, ces mouvements de matière sont a priori attribués à une compaction du CuNiIn au centre, qui, « bloqué » entre les pics de pression latéraux, engendrerait des surpressions et cisaillements importants à l'interface avec le Ti6242g (Figure 3-32b). Pour ces essais du système non lubrifié, des fissures sont parfois observées à l'interface CuNiIn/Ti6242. Pour étudier plus précisément l'ensemble de ces phénomènes, plusieurs séries de mesures de nano-indentation ont été menées sur des coupes transverses poinçon et plan issues d'un essai Ti17g/ D180 à 250°C et seront présentées dans le paragraphe 3.2.2.3.



**Figure 3-32 : a) Mise en évidence de la compaction du CuNiIn (Ti17g/CuNiIn, T=250°C, F<sub>n</sub>=3000N,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ , N=1000cycles),  
b) Phénomènes de déformation plastique à l'interface CuNiIn/Ti6242g (Ti17g/CuNiIn, T=250°C, F<sub>n</sub>=4000N,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ , N=25000cycles).**

### Proposition d'un scénario d'endommagement

L'ensemble des observations effectuées permettent de proposer un scénario d'endommagement pour le couple Ti17g/CuNiIn. Comme précisé précédemment, ce comportement est globalement semblable à celui du couple Ti17g/D180 après élimination du vernis lubrifiant. Au début du test, les deux échantillons entrent en contact et le dépôt de CuNiIn se compacte sous l'effet de l'application de la force normale. En plus d'une diminution de la porosité du dépôt, estimée initialement de 5% à 15%, on assiste à un écrouissage global sur toute la surface de la trace. L'application du chargement de fretting favorise les mécanismes d'adhésion entre les deux surfaces. La structure du poinçon se transforme sous le frottement au centre et la TTS formée adhère au CuNiIn et tend à se fissurer. Les pics de pression latéraux agissent alors comme des barrières, maintenant le dôme de transfert au centre et créant des surpressions sur le CuNiIn. Des conditions de pression et de cisaillement extrêmes sont alors observées dans le CuNiIn sous le volume de transfert, et induisent des mouvements de déformation plastique à l'interface CuNiIn écroui/Ti6242. L'évolution du tribo-système semble se poursuivre ainsi avec une augmentation du volume de transfert avec le nombre de cycles.



A ce niveau, l'ajout d'un vernis lubrifiant D180 semble donc agir uniquement comme retard de la mise en place du mécanisme d'endommagement. Ce constat est en partie vrai mais nous verrons également par la suite que les endommagements importants en sous-couche observé dans le cas du couple Ti17g/CuNiIn sont liés à l'absence de lubrification initiale (cf. §3.2.2.2).

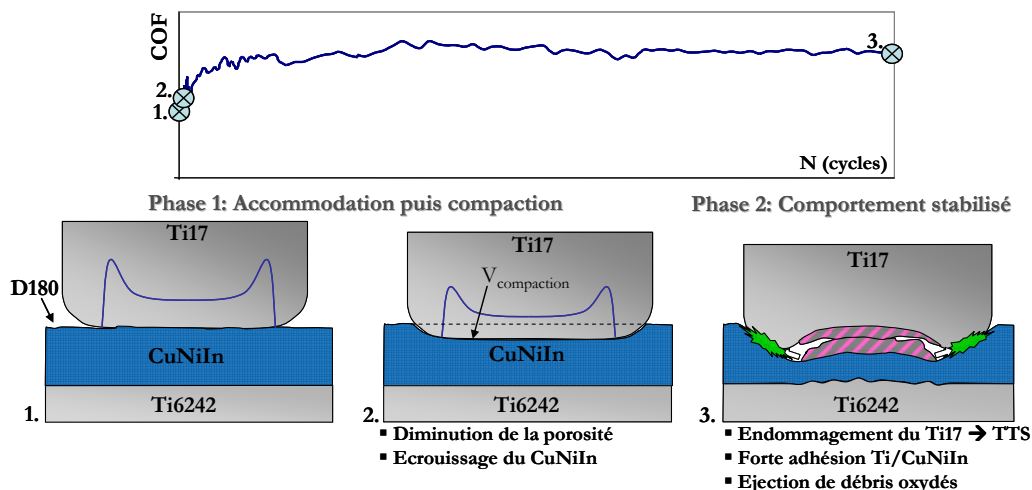


Figure 3-33 : Scénario d'endommagement pour le couple Ti17g/CuNiIn pour T e [20°C, 450°C] et F<sub>n</sub> e [3000N, 4000N].

### 3.2.1.3 Couple Ti17g/Ti6242g

Par souci de concision du manuscrit, nous ne décrivons pas ici toutes les analyses qui ont été effectuées pour l'identification du comportement tribologique du couple Ti17g/Ti6242g.

Les principaux résultats obtenus sont :

- **Influence négligeable de la température sur le COF dans la plage [20°C, 450°C]** (Figure 3-34).

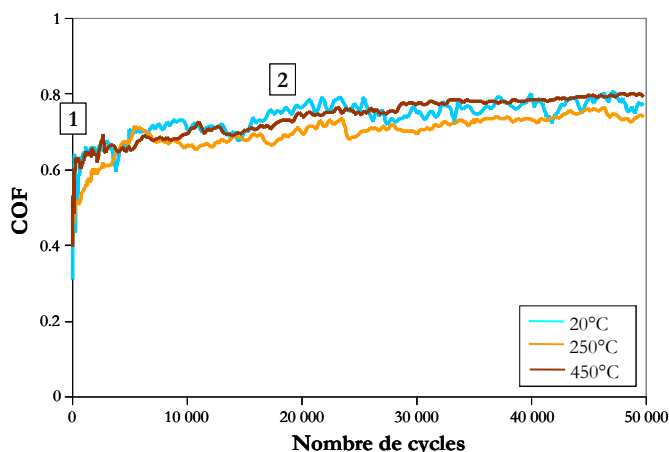


Figure 3-34 : Evolution du COF en fonction de la température pour le couple Ti17g/Ti6242g (T=250°C, F<sub>n</sub>=4000N, δ\* = ±125μm, N=50000cycles). La phase 1 correspond à la phase transitoire (jusqu'à 5000 cycles) et la phase 2 au comportement stabilisé.

- **Pas de tendance au niveau de la répartition de l'usure et des transferts entre plan et poinçon.** Ce résultat, lié à l'homogénéité du couple de matériau, diffère des résultats observés pour les systèmes revêtus et revêtus lubrifiés.
- Traces d'usure non homogènes (différence de morphologie entre le centre et les bords) avec la mise en évidence au centre de la présence d'une **structure transformée (de type TTS)** d'une centaine de  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. La Figure 3-36 illustre ces observations qui permettent de faire le lien direct avec les études de Fayeulle, Blanchard et Sauger [Blanchard '91a, Fayeulle '93, Sauger '97] sur les TTS des alliages de titane. En effet, les travaux de Sauger par exemple étudient les propriétés des TTS pour différents alliages de titane (quasi  $\alpha$ ,  $\alpha/\beta$  ou quasi  $\beta$ ) sollicités en fretting. Les micrographies présentées sont très proches de celles-ci. Cependant les mesures de micro-dureté effectuées par Sauger prévoyaient des valeurs bien supérieures (environ  $1000\text{HV}_{0.025}$  pour le TA6V, le TV15CA( $\alpha$ ) et le TV15CA( $\beta$ ) par micro-indentation). L'analyse de la nature de la couche transformée, que ce soit dans le cas du contact revêtu comme dans le cas du contact Ti17/Ti6242, fait l'objet du Chapitre 4 .

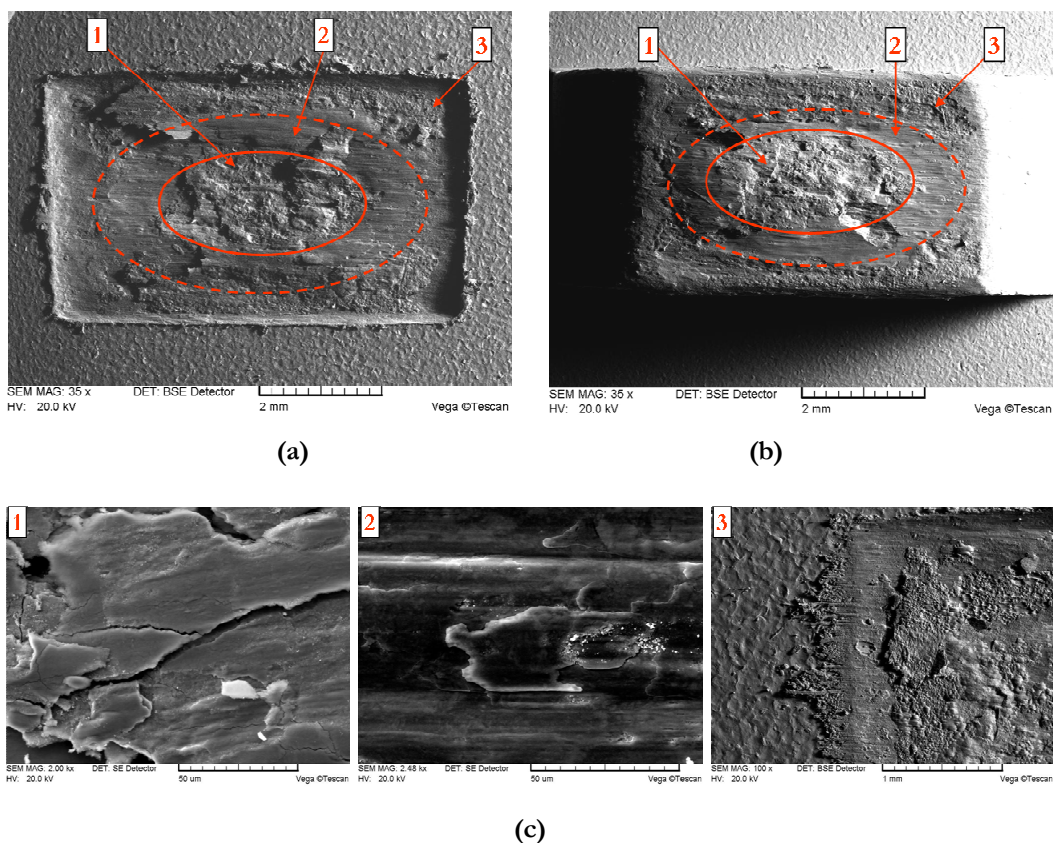


Figure 3-35 : Morphologie des traces d'usure caractéristiques du couple Ti17g/Ti6242 : a) Plan, b) Poinçon, c) Zooms MEB sur les zones 1, 2 et 3 ( $T=250^{\circ}\text{C}$ ,  $F_n=4000\text{N}$ ,  $\delta^*=\pm 125\mu\text{m}$ ,  $N=50000$ cycles).

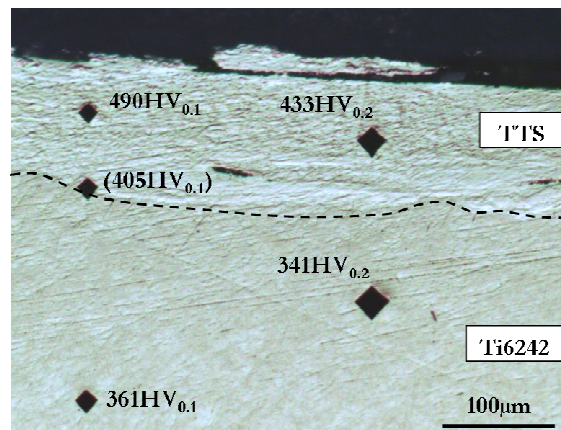


Figure 3-36 : Coupe transverse au centre d'un poinçon T17g et mesures de micro-dureté associées ( $T=250^{\circ}\text{C}$ ,  $F_n=4000\text{N}$ ,  $\delta^*=\pm 125\mu\text{m}$ ,  $N=50000\text{cycles}$ ).

### Proposition d'un scénario d'endommagement

A partir de toutes les observations effectuées, un scénario d'endommagement est proposé pour le contact poinçon/plan Ti17g/Ti6242g, résumé par la Figure 3-37. Au début du test, les deux pièces rentrent en contact et les premières étapes du frottement sont classiquement les suivantes : plastification des aspérités, établissement de l'aire réelle de contact, élimination de la couche d'oxyde naturellement présente à la surface... La connaissance des profils de pression et de cisaillement indique que l'usure est initialement favorisée aux bords du contact, sous les pics de pression, là où l'énergie dissipée est la plus forte. La zone centrale, d'aire plus réduite, est alors très fortement sollicitée et va s'écrouir. Cette accumulation de déformations plastiques à la surface du plateau de contact engendre la formation d'une structure transformée tribologiquement (TTS). Par la suite, la TTS, très fragile, a tendance à se fissurer et à se fragmenter, formant des débris d'usure très fins (de l'ordre de quelques dizaines de nm<sup>\*</sup>). Les débris sont éjectés hors du contact et sont oxydés dans les zones latérales où l'oxygène de l'air peut accéder. L'observation des zones centrales sur les échantillons indique une adhésion entre les deux zones de TTS. L'ouverture du contact à la fin de l'essai provoque une fissuration de la TTS et la répartition aléatoire du volume de TTS entre les deux pièces. L'interface finale après ouverture de contact peut alors être différente de celle qui était active pendant le frottement.

\* Mesuré par Microscopie Electronique à Transmission (cf. §4.1.5)

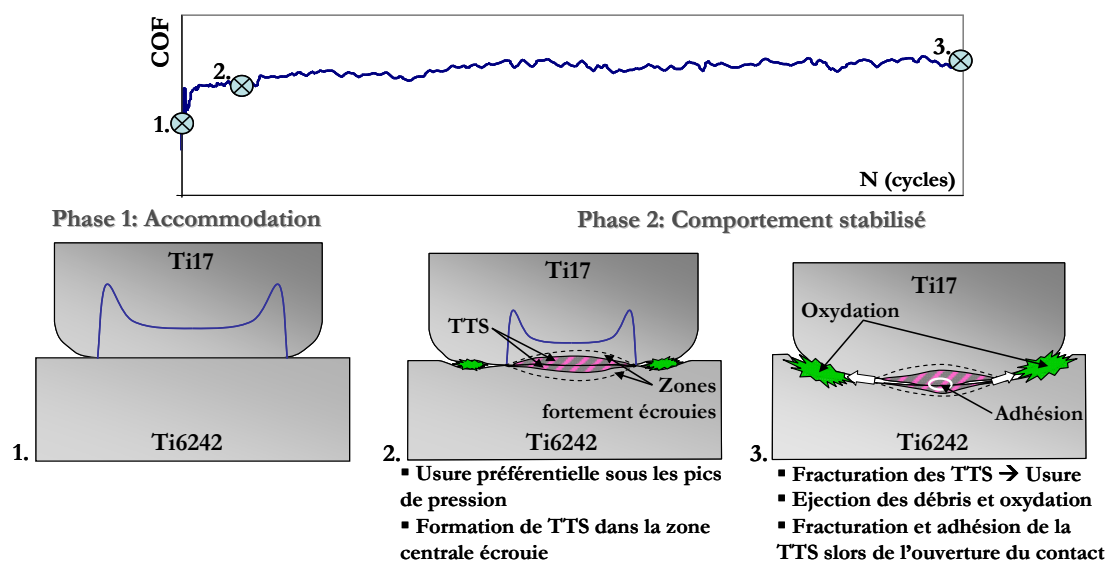


Figure 3-37 : Scénario d'endommagement du couple Ti17g/Ti6242g pour  $T_e[20^\circ\text{C}, 450^\circ\text{C}]$  et  $F_n[3000\text{N}, 4000\text{N}]$ .

### 3.2.2 Etudes complémentaires de certains phénomènes observés

#### 3.2.2.1 Chutes brutales de COF

L'étude des comportements tribologiques des trois couples a mis en évidence l'occurrence de chutes brutales de COF. En suivant l'évolution simultanée des autres paramètres de fretting, il a été constaté que ces chutes pouvaient être associées à des variations de la pente de retour élastique du cycle (raideur totale,  $R_t$ ). La raideur du montage étant considérée comme constante au cours du temps, ces phénomènes sont associés à des variations de la raideur du contact et donc à des modifications des propriétés mécaniques de l'interface de contact.

Plusieurs hypothèses peuvent être formulées pour expliquer cette modification soudaine des propriétés mécaniques du contact :

- Une décohésion se produit en sous-couche à l'interface CuNiIn/Ti6242, augmentant la souplesse du contact,
- Une modification de mécanisme a lieu et le contact évolue pendant quelques cycles vers des conditions de Glissement Partiel,
- Les propriétés du troisième corps sont modifiées et une phase d'éjection importante de débris se produit, faisant ainsi chuter la force tangentielle.

Pour évaluer la pertinence de ces différents scénarios, les essais concernés par les chutes brutales de COF ont été systématiquement expertisés par coupe transverse et les évolutions des paramètres de fretting vérifiés. Il résulte de ces analyses que si un certain nombre d'essais paraissent présenter des traces de décohésion du revêtement CuNiIn, ce phénomène ne concerne pas la majorité des essais et est donc à étudier de façon indépendante (cf. §3.2.2.2). En ce qui concerne une évolution possible du contact vers une condition de GP, il a été vérifié sur tous les essais concernés que les cycles de fretting paraissaient toujours quadratiques (GT). De plus, on

rappelle que les chutes de COF sont des phénomènes transitoires et qu'au bout de 5000 cycles maximum, le comportement stabilise à nouveau. Finalement, l'hypothèse la plus probable pour expliquer les chutes brutales de COF pourrait être celle d'une **modification des propriétés du troisième corps**.

On rappelle que, dans ses travaux sur la réponse tribologique en fretting de contacts bronze/bronze pour la connectique, Hannel [Hannel '00] distingue un type de comportement associé à des glissements proches de la transition GP/GT, pour lequel le contact est effectivement en condition de glissement total mais sujet à de forts phénomènes d'adhésion. Elle observe une chute brutale de COF associée à la formation de débris par écrouissage de la surface (fragmentation de TTS). La remontée de l'effort tangentiel correspond à l'établissement d'un équilibre entre écrouissage, éjection de débris et adhésion. Dans notre cas, il est essentiel de tenir compte de la forte hétérogénéité de l'interface. Le volume de matière écrouie au centre, de dureté très élevée, est source de débris. Cependant, le revêtement de CuNiIn qui le supporte présente une importante ductilité. Cette ductilité pourrait expliquer les pentes importantes observées dans la partie en glissement des cycles de fretting, accentuées par la forme en « W » des traces de fretting.

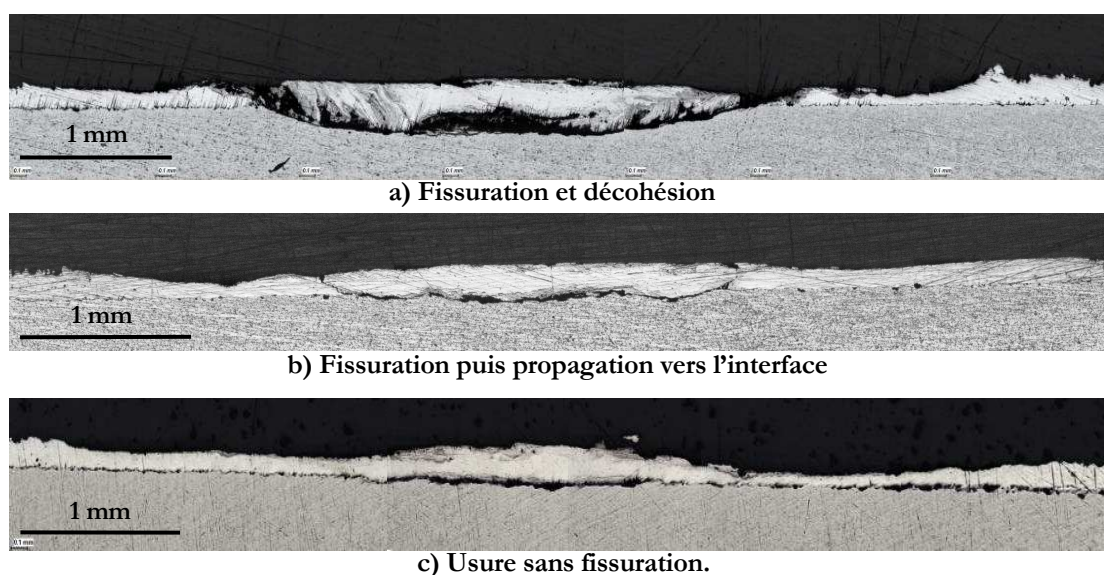
### 3.2.2.2 Décohésion de l'interface CuNiIn/Ti6242 et influence de la lubrification

Les coupes transverses réalisées sur la quasi totalité des essais effectués ont permis d'identifier des cas de fissuration et de décohésion de l'interface CuNiIn/Ti6242. La Figure 3-38 illustre les différents phénomènes observés. Sur l'ensemble des essais concernés, on distingue ceux qui présentent uniquement des fissures de part et d'autre de la zone centrale (b) de ceux pour lesquels il y a décohésion de l'interface CuNiIn/Ti6242 avec parfois un enlèvement complet du volume central (a).

Plusieurs aspects peuvent être envisagés pour expliquer l'origine de ces phénomènes :

- Soit le niveau des sollicitations ou la morphologie de l'interface ont fait évoluer le contact vers une condition de glissement partiel (régime de glissement mixte). Il y a alors une compétition entre usure et fissuration, notamment sous les pics de pression latéraux où le cisaillement est le plus important.
- Soit la qualité des dépôts de CuNiIn est inégale selon les échantillons et certains plans présenteraient initialement des faiblesses au niveau de l'interface CuNiIn/Ti6242.
- Soit les conditions de sollicitation ont été particulièrement sévères au début de l'essai, avant accommodation du profil de pression, ce qui a pu amorcer des fissures qui se sont propagées par la suite.





**Figure 3-38 : Observation des coupes transverses effectuées dans 3 échantillons illustrant 3 types d'endommagement distincts.**

- a) Ti17/CuNiIn, T=450°C, Fn=3000N,  $\delta^*=\pm 162.5\mu\text{m}$ , N=50000 cycles,
- b) Ti17/CuNiIn, T=350°C, Fn=3000N,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ , N=25000 cycles,
- c) Ti17/CuNiIn, T=350°C, Fn=4000N,  $\delta^*=\pm 175\mu\text{m}$ , N=25000 cycles.

Pour tester la validité de la première hypothèse, les buches de fretting des essais présentant les fissurations et décohésions les plus fortes sont tracées et comparées aux essais non fissurés. Dans tous les cas, les boucles de fretting apparaissent quadratiques tout au long de l'essai : **le contact se situe donc bien en condition de glissement total.**

Concernant la qualité des dépôts de CuNiIn, il est important d'évoquer que sur les différents lots d'échantillons testés au cours de l'étude, un lot s'est révélé très sensible aux phénomènes d'écaillage. Les écaillages observés étaient visibles à l'œil nu à la surface de l'échantillon autour de la trace de frottement et différent des phénomènes de décohésion abordés dans ce paragraphe. Après coupes micrographiques des plans concernés, leur origine a été attribuée à une épaisseur trop importante (jusqu'à  $220\mu\text{m}$  au lieu des  $150\pm 30\mu\text{m}$  spécifiés pour les autres lots) de dépôt plasma de CuNiIn qui réduisait ainsi la résistance au cisaillement du revêtement. Les échantillons concernés ont été écartés de la suite de l'étude et les essais présentés dans cette thèse proviennent tous de lots matière jugés équivalents.

Enfin, pour déterminer si la sévérité des contraintes tangentielles initiales peut être suffisante pour amorcer des fissures aux bords de la zone de transfert centrale (hypothèse n°3), une campagne d'essais spécifique a été conduite. Basée sur le fait que les phénomènes de décohésion sont majoritairement observés pour le couple revêtu non lubrifié (Ti17g/CuNiIn), ces essais visent à évaluer l'influence d'une phase de lubrification (induisant des cisaillements plus faibles) sur l'occurrence des décohésions d'interface CuNiIn/Ti6242.



### Influence de la lubrification sur la décohésion d'interface CuNiIn/Ti6242

Le problème peut se poser de la façon suivante : **La présence d'une phase lubrifiée au début de l'essai influe-t-elle sur les phénomènes de décohésion ?** En effet, si les mécanismes d'endommagement finaux semblent identiques pour les deux couples (revêtu non lubrifié Ti17g/CuNiIn et revêtu lubrifié Ti17g/D180), **le lubrifiant ne fait-il que retarder l'apparition de l'endommagement ou a-t-il une autre influence ?**

Pour répondre à ces questions, une étude a été menée pour comparer le comportement d'échantillons revêtus, avec et sans lubrifiant D180, testés dans des conditions identiques et pour un même nombre de cycles stabilisés,  $N_{stab}$ . Afin d'unifier les comparaisons, le début de la stabilisation a été défini par le critère  $COF > 0.7$ . La Figure 3-39 illustre la stratégie adoptée dans cette série de tests. Trois valeurs de  $N_{stab}$  ont été testées : 7500 cycles, 25000 cycles et 50000 cycles.

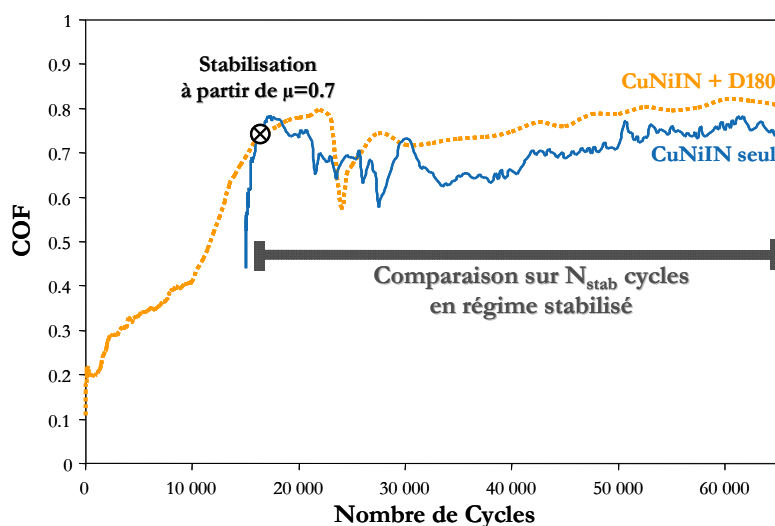


Figure 3-39 : Illustration de la méthode proposée pour identifier l'influence de la présence initiale du lubrifiant sur l'endommagement final après  $N_{stab}$  cycles de comportement stabilisé.

Les Figure 3-40 et Figure 3-41 présentent les résultats obtenus en termes d'évolution de force tangentielle et d'endommagement. Pour les trois valeurs de  $N_{stab}$  testées, le contact non lubrifié (CuNiIn) présente une fissuration voire une décohésion du revêtement de CuNiIn, alors que dans le cas du contact lubrifié (D180), aucune fissure n'est observée. Il est remarqué que la force tangentielle en phase stabilisée paraît parfois légèrement plus élevée dans le cas du contact lubrifié que dans le cas du contact non lubrifié. On note que certains essais Ti17g/D180 présentent des chutes de force tangentielle dans la phase stabilisée, ce qui confirme l'indépendance entre les phénomènes de chute de COF et de décohésion d'interface. D'après ces résultats, il semble donc que **le lubrifiant graphitique D180 ait une action bénéfique sur le comportement tribologique du contact, en limitant l'occurrence des décohésions d'interface, et ce même après 50 000 cycles de stabilisation du COF.** L'hypothèse d'une persistance d'un effet tribochimique du lubrifiant par l'intermédiaire du troisième corps est peu probable car elle se

traduirait en termes de COF ou de forme de cycle. De plus, aucune trace de graphite n'a été observée sur les surfaces usées ou dans les débris d'usure (mesures effectuées au MEB-EDX, aux DRX et à l'XPS).

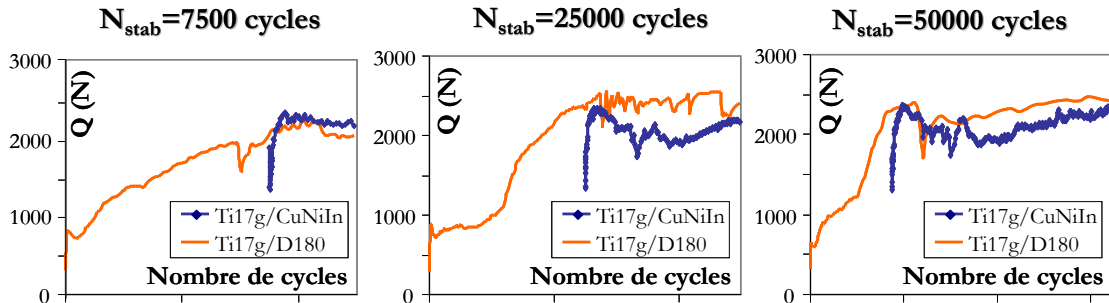
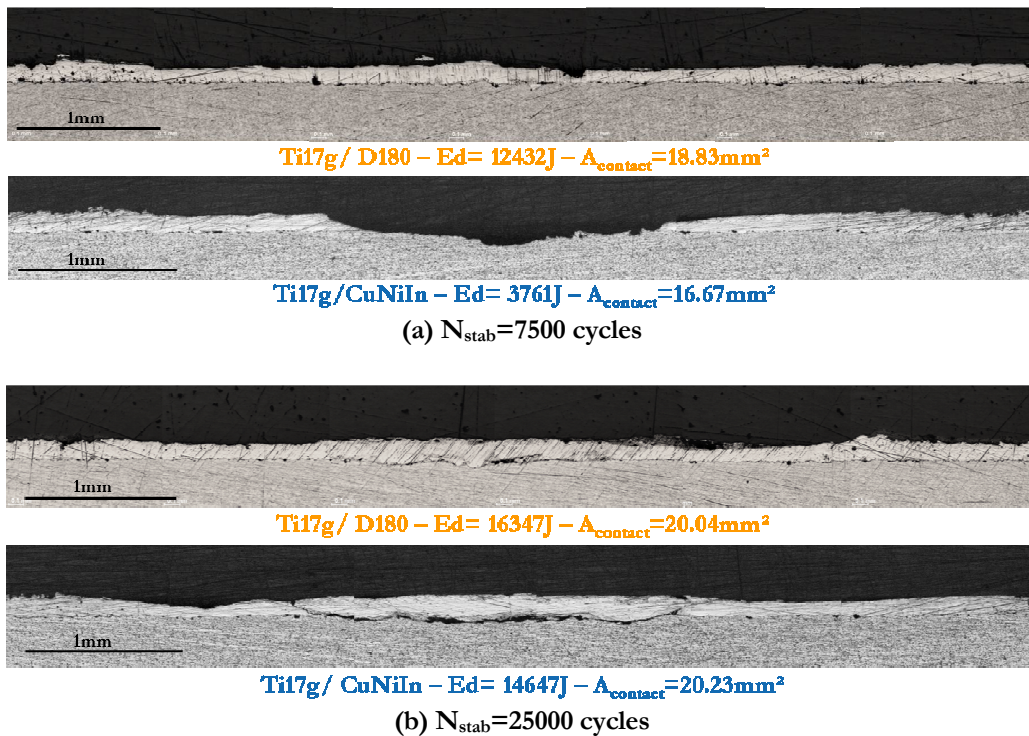
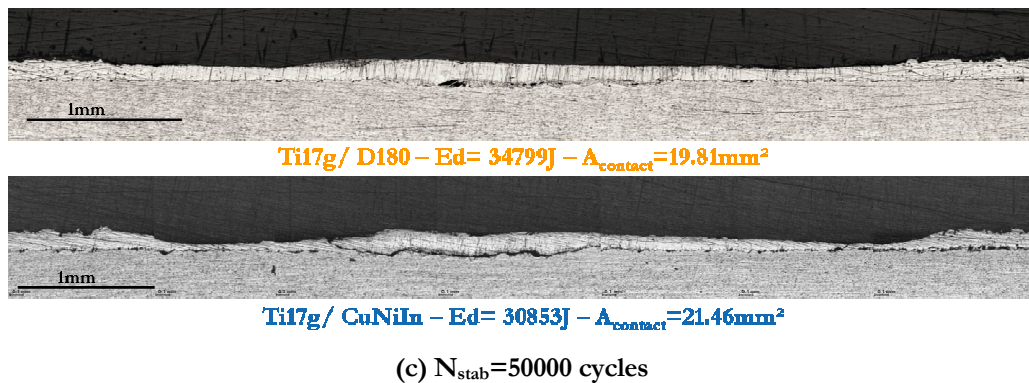


Figure 3-40 : Comparaison des évolutions de la force tangentielle ( $F_n=3000N$ ,  $\delta^*=\pm 150\mu m$ ).





**Figure 3-41 : Comparaison des coupes transverses des plans CuNiIn ou D180 en fonction du nombre de cycles stabilisés ( $F_n=3000N$ ,  $\delta^*=\pm 150\mu m$ ).**

### Hypothèse d'un effet « rodage » du lubrifiant

Pour expliquer cette influence de la lubrification initiale sur l'endommagement final, on compare les évolutions de la force tangentielle. Sur la Figure 3-40, il est intéressant de noter que dans le cas du couple non lubrifié, la force tangentielle atteint la valeur maximale de 2500N dès le 1000<sup>ème</sup> cycle. A cet instant du test, l'usure est négligeable et les surfaces ne se sont pas encore accommodées, les profils de pression et de cisaillement présentent donc encore des pics latéraux très élevés. A l'inverse, dans le cas du contact lubrifié, les 20000 cycles de la phase de lubrification à bas coefficient de frottement, autorisent une accommodation douce et progressive des surfaces. Les mesures topographiques indiquent une profondeur d'usure pouvant atteindre 50 $\mu m$  à l'issue cette phase (valeur accentuée par le phénomène de compaction du vernis lors de l'indentation). Ainsi, lorsque la force tangentielle atteint finalement les 2500N de la phase stabilisée, les contraintes locales sont nettement réduites par rapport au cas non lubrifié.

Pour illustrer ce concept d'un effet « rodage » de la phase lubrifiée, on utilise les résultats des modélisations par éléments finis (MEF) avec prise en compte de l'usure\*. Sur la Figure 3-42, une simplification de l'évolution de la pression maximale est proposée en notant  $P_1$  la pression maximale du contact avant usure,  $P_2$  la valeur après accommodation complète des deux surfaces et  $N_p$  le nombre de cycles nécessaire à cette accommodation. Avec les calculs EF, on observe une stabilisation de l'évolution de  $P_{max}$  à partir d'une profondeur d'usure de 40 $\mu m$  aux zones latérales. Le nombre de cycles équivalent  $N_p$  dépend de la cinétique d'usure implémentée et du coefficient de frottement utilisé dans les calculs (on choisit,  $\mu=0.2$  pour un contact lubrifié et  $\mu=0.8$  pour un contact non lubrifié).

De la même façon, les évolutions du COF pour les deux couples peuvent être formalisées par la Figure 3-43 en notant  $\mu_1$  le coefficient en phase lubrifiée,  $\mu_2$  le coefficient en phase stabilisée et  $N_L$  la durée de la phase lubrifiée. Par convention,  $N_L=0$  pour le couple non lubrifié.

\* Modèle « Wear Box » présenté au §1.2.2.3.

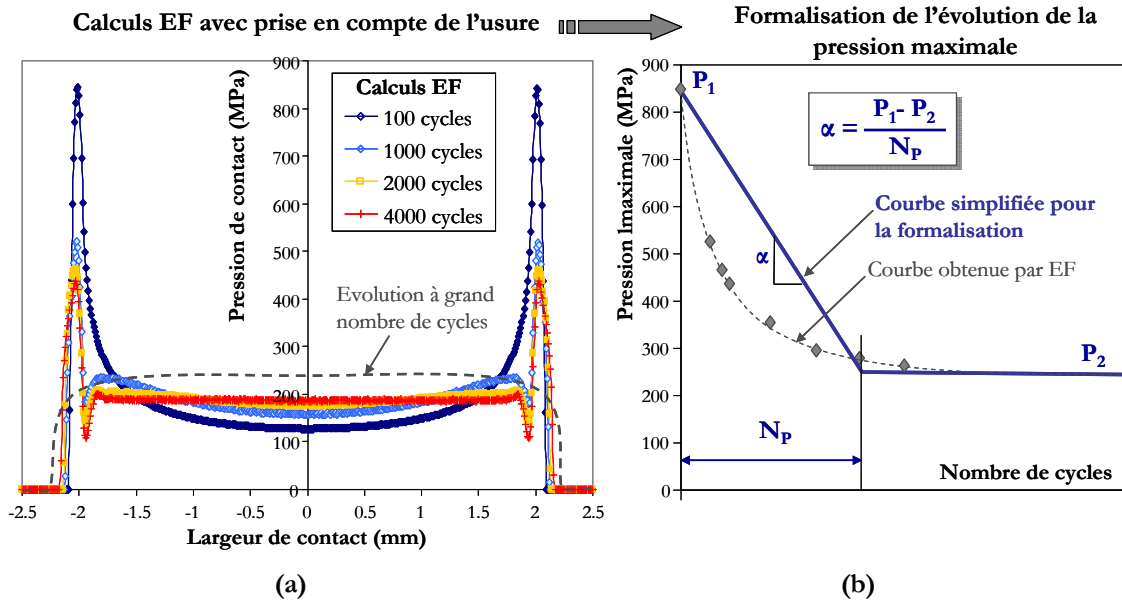


Figure 3-42 : Evolution du profil de pression : a) Calculs EF en considérant un contact Ti17/CuNiIn élastique, b) Evolution de la pression maximale avec le nombre de cycles et formalisation proposée.

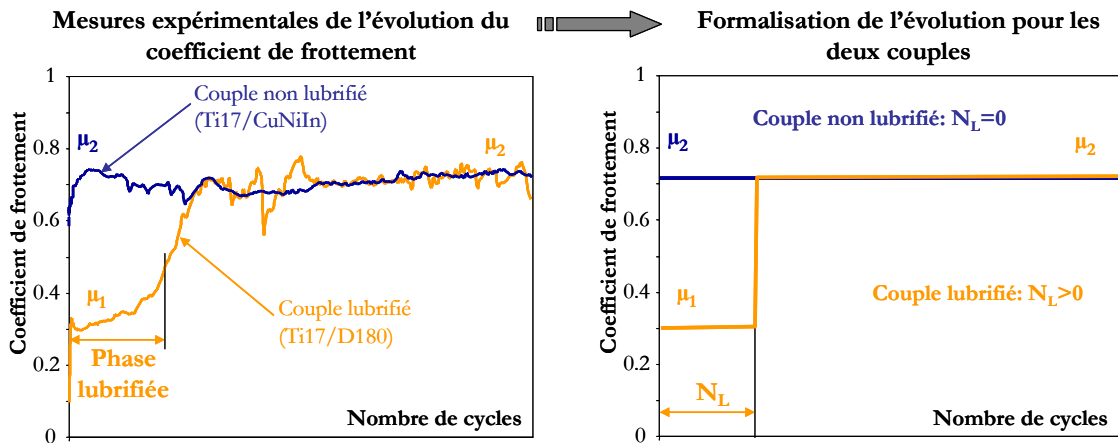


Figure 3-43 : Evolution des coefficients de frottement pour les couples Ti17/CuNiIn et Ti17/D180 et formalisation proposée.

En cohérence avec les résultats précédents, on pose l'hypothèse de l'existence d'un seuil de cisaillement en sous-couche à partir duquel l'interface Ti6242/CuNiIn subit une décohésion. Ce niveau de cisaillement en sous-couche est associé à un cisaillement critique au niveau de l'interface, noté  $\tau_{surf\_crit}$ . Le cisaillement à l'interface peut être approximé par la relation 3-1 :

$$\tau = P \cdot \mu \quad (3-1)$$

On pose l'hypothèse suivante : **Si  $\tau > \tau_{crit}$ , un risque de décohésion existe.**

Afin d'évaluer le risque d'occurrence d'une décohésion, on simule les différents cas possibles à partir de la formalisation simple proposée précédemment. Quatre cas peuvent être distingués et illustrés par la Figure 3-44 :

- Le cas du contact non lubrifié (Ti17g/CuNiIn) pour lequel  $N_L=0$  (cas n°1),
- Le cas du contact lubrifié Ti17g/D180 pour lequel la phase de lubrification est suffisamment longue pour permettre l'accommodation des surfaces  $N_L > N_P$  (cas n°2),
- Le cas du contact lubrifié Ti17g/D180 pour lequel  $N_L < N_P$  mais reste suffisamment grand pour permettre au taux de cisaillement de ne pas atteindre  $\tau_{crit}$  (cas n°3),
- Le cas du contact lubrifié Ti17g/D180 pour lequel la phase de lubrification est tellement faible ( $N_L \ll N_P$ ) que le niveau de cisaillement peut dépasser  $\tau_{crit}$  (cas n°4).

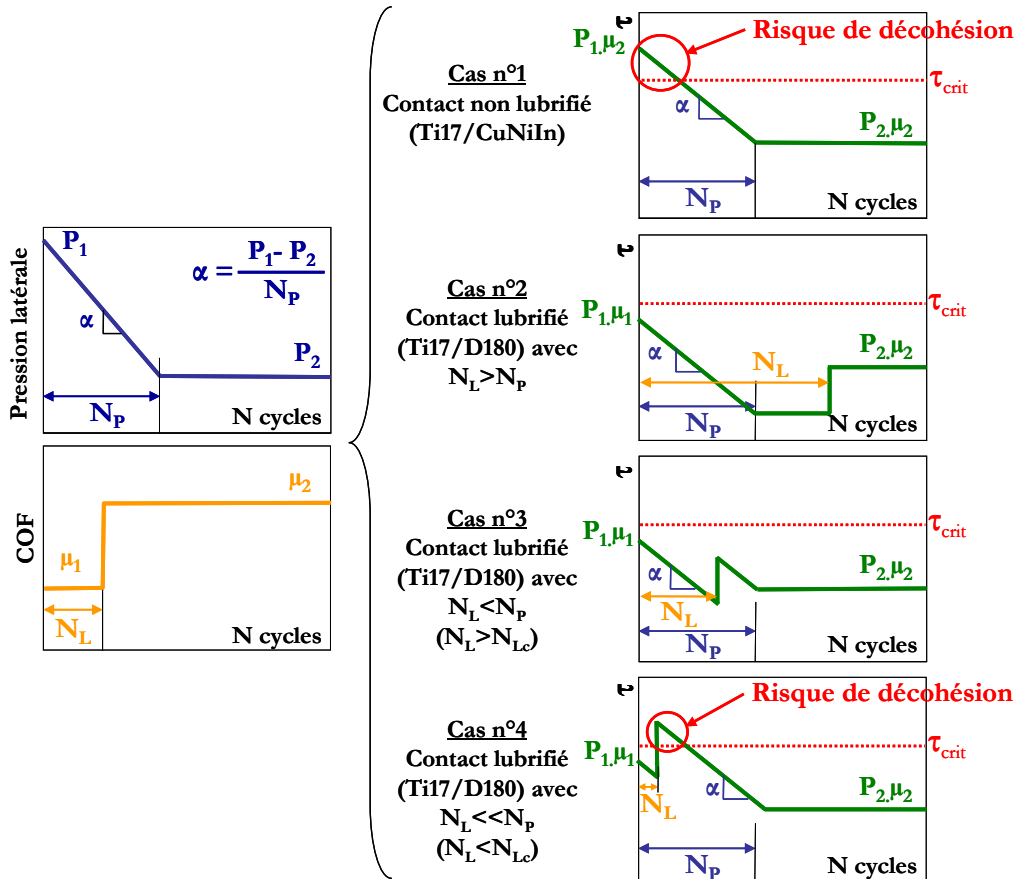


Figure 3-44: Principe de l'effet « rodage » induit par le lubrifiant et qui explique l'absence de décohésion pour les essais Ti17g/D180 tant que  $N_L > N_{Lc}$ .

Cette représentation permet de comprendre pourquoi un risque de décohésion existe non seulement dans le cas du contact non lubrifié mais aussi dans le cas du contact lubrifié si la durée de la phase à bas COF est trop faible, c'est-à-dire inférieure à une durée de lubrification critique,  $N_{Lc}$ .

Au final, le critère de décohésion peut se résumer à la condition suivante :

**Si  $N_L < N_{Lc}$ , risque de décohésion**

avec  $N_{Lc}$  tel que :

$$P_{1,\mu_2} - \alpha \cdot N_{Lc} \cdot \mu_2 = \tau_{crit} \quad (3-2)$$

Soit :

$$N_{Lc} = (P_1 - \tau_{crit} / \mu_2) \cdot 1 / \alpha \quad (3-3)$$

$$N_{Lc} = (P_1 - \tau_{crit} / \mu_2) \cdot (P_2 - P_1) / N_P \quad (3-4)$$

$N_{Lc}$  peut être déterminé à partir de  $P_1$  et  $P_2$ , qui dépendent uniquement de la géométrie considérée, de  $\mu_2$  qui dépend du tribocouple en contact, de  $N_P$  qui dépend de la forme du contact et de la cinétique d'usure et de  $\tau_{crit}$  qui est une donnée intrinsèque du dépôt considéré.

### 3.2.2.3 Phénomènes d'écrouissage

Les analyses précédentes ont permis de mettre en évidence l'importance des mécanismes d'écrouissage sur l'évolution du comportement du contact. Ce paragraphe s'intéresse à la caractérisation et à l'évaluation de ces phénomènes d'écrouissage. Pour ce faire, une campagne de mesures de nano-indentation a été menée pour évaluer l'évolution des propriétés mécaniques des pièces. Deux échantillons antagonistes d'un essai Ti17g/D180, testés dans des conditions moyennes ( $T=250^\circ\text{C}$ ,  $N=50000$  cycles,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ ,  $N$ ,  $F_n=4000\text{N}$ ), présentant un important volume de TTS et des marques de déformation plastique sans fissuration, ont été étudiés. Les mesures de nano-indentation ont été effectuées en collaboration avec J.-L. Loubet et S. Pavan du LTDS, à l'École Centrale de Lyon, à température ambiante, avec un indenteur de type Berkovitch pour une charge de 450mN. Le système réalise des cycles de micro charge/décharge durant la phase d'indentation ce qui permet de mesurer le couple (dureté  $H$ , module d'Young réduit  $E^*$ ) pour chaque profondeur. Les courbes obtenues présentent toutes une stabilisation à partir d'un enfoncement résiduel, noté  $hr'$ , de 500nm. Pour le dépouillement des résultats, les valeurs de  $H$  et de  $E^*$  ont été moyennées sur  $hr' \in [1000\text{nm}, 1500\text{nm}]$ .

#### Propriétés mécaniques de la TTS

Les différentes séries de mesures effectuées sur le poinçon et sur le plan ont permis d'évaluer les propriétés mécaniques de la structure transformée tribologiquement (TTS). Le Tableau 3-2 synthétise les principaux résultats obtenus.

**Tableau 3-2: Valeurs moyennes de dureté et de module d'Young réduit mesurées par nano-indentation pour les différents zones identifiées sur le poinçon et sur le plan.**

	Zone	H (GPa)	E* (GPa)	Commentaires
Poinçon	Référence Ti17	3.5±0.2	120±5	Ces mesures situées à 1mm sous la trace permettent de caractériser le Ti17.
	De 0 à 200µm de profondeur sous la TTS	3.5±0.3	114±15	Pas de variation de H ou E* avec la profondeur sous la TTS (aucun effet gradient)
	Zone TTS fragmentée	6.0±1.0	80±20	Forte augmentation de dureté par rapport au Ti17. Dispersion attribuée aux variations d'épaisseur des fragments de TTS dans la coupe transverse.
Plan	Volume de transfert (TTS)	6.7±0.3	140±20	Forte augmentation de dureté par rapport au Ti17. Peu de dispersion car volume de matière compact et non fissuré.
	Débris compactés en bords de trace	2.7±0.3	93±15	Débris compactés, peu de dispersion.



Ces observations confirment l'existence d'un facteur 2 entre la dureté de la TTS et celle du Ti17 non écroui. Les données de Blanchard [Blanchard '91a] en micro-indentation instrumentée indiquent des valeurs de dureté de TTS de l'ordre de 9 à 10 GPa. La légère diminution du module d'Young relevée sur les fragments de TTS peut être liée aux hétérogénéités de la TTS. Une modification structurale pourrait aussi expliquer cette différence. Cet aspect sera étudié plus précisément dans le Chapitre 4 qui traite des analyses physico-chimiques et de structure de la TTS. Les mesures effectuées tous les 20 $\mu$ m en sous-couche de 0 à 200 $\mu$ m de profondeur sous l'interface Ti17/TTS ne présentent aucune variation. L'écrouissage ne semble donc pas progressif sous la surface : la frontière entre la TTS et le Ti17 non écroui est franche et brutale.

### Propriétés mécaniques du revêtement de CuNiIn

Pour étudier l'écrouissage du revêtement de CuNiIn, une ligne d'indents a été placée, au centre de l'épaisseur du dépôt, sous toute la largeur de la trace.

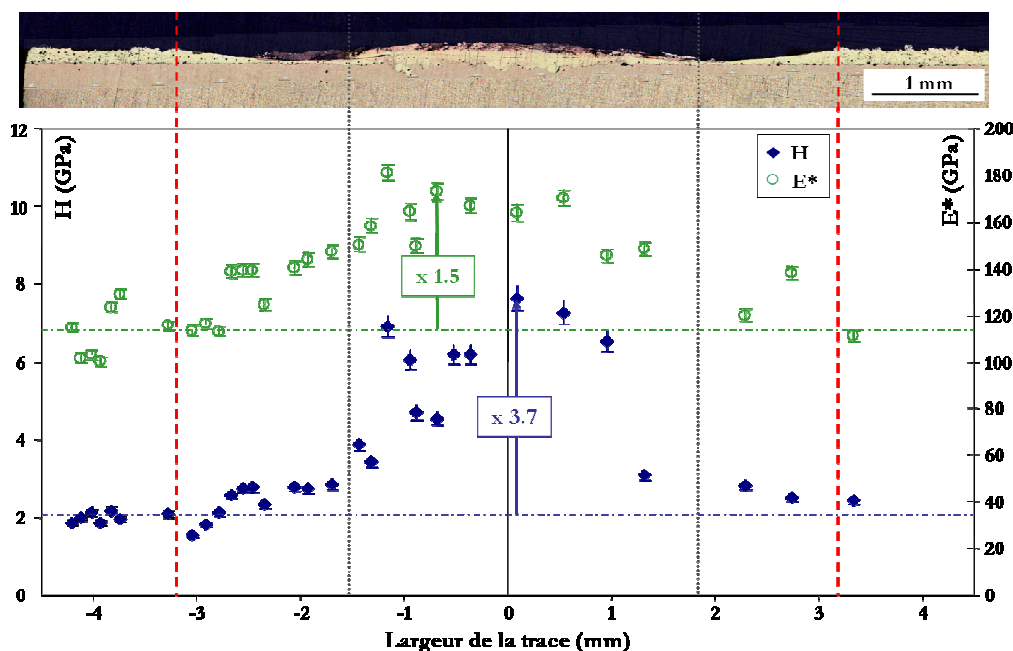


Figure 3-45: Tracé des valeurs moyennes de H et de E\* en fonction de la localisation des indents par rapport au centre de la trace. Les pointillés rouges représentent les limites de la trace de fretting sur le plan.

Sur la Figure 3-45, les valeurs mesurées de H et E\* ont été tracées en fonction de la distance au centre de la trace. Au niveau du module d'Young, une augmentation globale (jusqu'à 1.5 fois) est observée sur toute la largeur de la trace. Cette augmentation est attribuée à la compaction du revêtement, visible sur toute la trace à travers la diminution du taux de porosité et plus forte sous le transfert de titane. En ce qui concerne la dureté, l'augmentation globale sur l'ensemble de la trace de 2.1GPa à 2.5GPa correspond à l'écrouissage lors de l'indentation. La très forte augmentation de dureté (de 3.7 fois) au centre de la trace sous le transfert, sur une zone de 2.25mm de diamètre, correspond au transfert le plus épais. La dureté du CuNiIn dépasse alors

dans ces zones celles du Ti17 et du Ti6242, ce qui peut expliquer les phénomènes de plastification en sous couche.

### Déformations plastiques en sous-couche

Au regard des mesures précédentes, il semble intéressant de revenir sur les phénomènes de déformation plastique observée au centre du plan sous le transfert pour les couples revêtus, lubrifiés ou non. La Figure 3-46 présente deux exemples de déformations plastiques observées respectivement sur le plan et sur le poinçon. Sur l'image a, il est intéressant de noter l'étiement de la structure  $\alpha/\beta$  du Ti6242 ainsi que les nodules de CuNiIn qui s'immiscent à l'interface sous l'action des sollicitations imposées. Ces phénomènes ont été retrouvés à toutes les températures. La Figure 3-47 illustre l'interprétation proposée selon laquelle les pics de pression agiraient comme des barrières, accentuant la compaction et l'écroutissage du CuNiIn et bloquant son écoulement sur les bords. Le CuNiIn, durci, exercerait alors une pression sur le Ti6242. Celle-ci, conjuguée aux contraintes tangentielle de cisaillement, créaient un mouvement de flux de matière se traduisant sous forme de vagues, telles qu'observées Figure 3-46. Ces observations rappellent les études et modélisations de Rigney sur les sous-structures déformées engendrées par les grandes déformations plastiques durant le glissement alterné [Rigney '92].

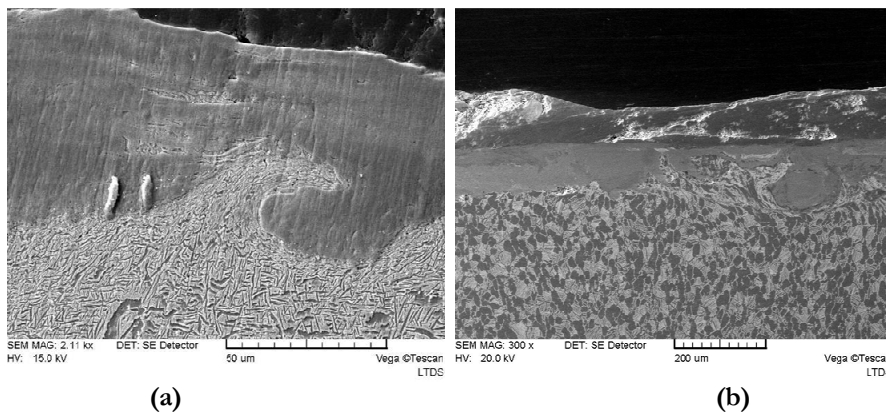


Figure 3-46: Exemple de déformations plastiques observées : (a) à l'interface TTS/Ti17 sur le poinçon, (b) à l'interface CuNiIn/Ti6242 sur le plan.

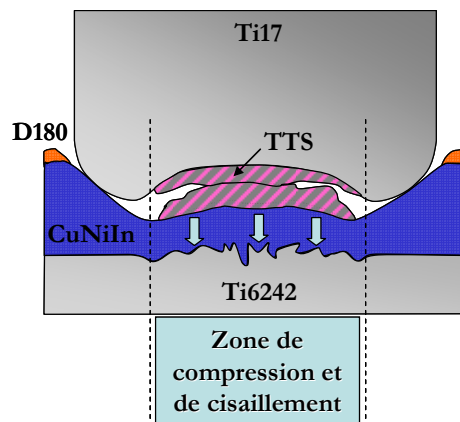


Figure 3-47: Illustration de l'interprétation proposée des phénomènes de déformation plastique observés à l'interface CuNiIn/Ti6242.

### 3.2.3 Quantification des endommagements sous fortes charges

#### 3.2.3.1 Proposition d'un formalisme descriptif de l'endommagement

La démarche proposée ici pour formaliser et prédire le comportement du système s'appuie sur l'identification qui a été faite des processus de dégradation des trois couples. Ainsi, les mécanismes de compaction, d'écroûissage, d'adhésion et de transfert qui ont été mis en évidence doivent être pris en compte dans une description cohérente des volumes d'endommagement.

On rappelle que le formalisme conventionnel consiste à définir une surface de référence, correspondant au profil avant endommagement, et à quantifier les volumes  $V^-$  et  $V^+$ , respectivement le volume de matière manquant sous la surface de référence et le volume de matière situé au-dessus de celle-ci. Le volume d'usure au sens conventionnel,  $V_{conv}$ , est ainsi défini par la formule 3-5 :

$$V_{conv} = V^- - V^+ \quad (3-5)$$

Ce volume conventionnel est calculé pour chacune des deux pièces en contact et la somme constitue le volume d'usure total du système,  $V_{tot\_conv}$  (relation 3-6). Cette formulation fonctionne a priori très bien pour de nombreux couples de matériaux, lorsque l'on considère le volume d'usure du système dans son ensemble.

$$V_{tot\_conv} = V_{plan\_conv} + V_{poinçon\_conv} \quad (3-6)$$

Cependant, l'application de la formulation conventionnelle du volume d'usure aux tribo-systèmes considérés n'est pas appropriée en raison des deux phénomènes suivants qui faussent le calcul de  $V_{plan\_conv}$  :

- **La compaction** du vernis lubrifiant D180 et du revêtement CuNiIn, qui crée un volume d'endommagement initial qui n'est pas lié au frottement mais uniquement à l'indentation du poinçon. Retrouvé sous forme d'un décalage constant en  $V$ , même pour les essais à faibles nombres de cycles, ce volume  $V_{compaction}$  doit être retranché du volume d'usure.
- **Les transferts de TTS** au centre du plan, qui faussent le calcul du volume d'usure du plan. En effet, les observations micrographiques ont révélé que cette couche de matière écroûie est très fragile et sujette à la fissuration. Ainsi, même si ce volume est encore « physiquement » présent sur l'échantillon, il est en réalité endommagé et les études révèlent qu'il sera éjecté du contact dès les premières sollicitations polycycliques [Fouvry '09]. Ce volume, noté  $V_{transfert}$ , est donc également à prendre en compte dans le calcul du volume d'usure.

Finalement, compte-tenu de ces deux phénomènes, un formalisme adapté est proposé pour le calcul du volume d'usure. Celui-ci, noté **volume d'endommagement**,  $V_{endom}$  et défini par la relation 3-7, intègre le volume de matière transformée tribologiquement (TTS), considéré comme perdu pour le contact car prêt à se fissurer, et les phénomènes de compaction du vernis et du revêtement. La Figure 3-48 définit les différents volumes considérés.

$$V_{endom} = (V^- - V^+) + V_{transfert} - V_{compaction} \quad (3-7)$$

De la même façon que précédemment, le volume total d'endommagement du système correspond à la somme des volumes d'endommagement du plan et du poinçon (relation 3-8).

$$V_{\text{tot\_endom}} = V_{\text{plan\_endom}} + V_{\text{poinçon\_endom}} \quad (3-8)$$

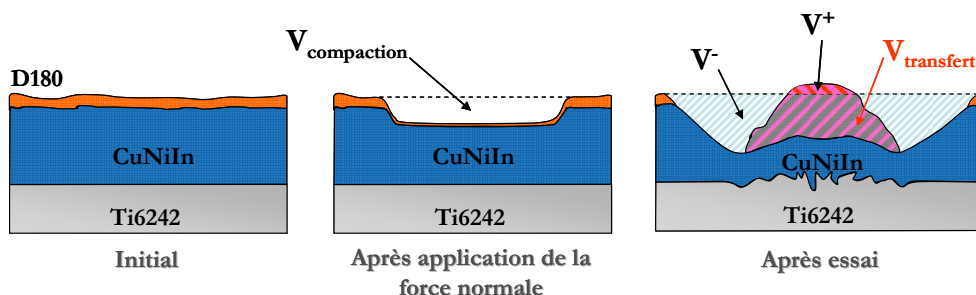


Figure 3-48 : Définition des termes utilisés pour la définition du volume d'usure au sens conventionnel et du volume d'endommagement.

Pour évaluer les phénomènes de compaction, des essais d'indentation sans fretting sont effectués pour les différentes valeurs de force normale et de température. Le protocole de mesure consiste à effectuer trois indentations successives avec maintien de la force normale pendant une minute. L'essai est répété deux fois afin de vérifier la reproductibilité du test. **Les valeurs de  $V_{\text{compaction}}$  obtenues vont de  $0.09\text{mm}^3$  à  $20^\circ\text{C}$  pour  $F_n=300\text{N}$  jusqu'à  $0.72\text{mm}^3$  pour  $T=450^\circ\text{C}$  et  $F_n=3000\text{N}$ .**

La détermination de  $V_{\text{transfert}}$  se fait par profilométrie 3D. Le protocole de post-traitement mis en place consiste à faire passer un plan moyen par les points bas du profil d'usure et à mesurer le volume positif central (Figure 3-49). Cette méthode présente un certain degré d'incertitude puisque la limite en profondeur entre le volume de matière écrouie et le revêtement de CuNiIn ne se situe pas forcément au niveau du plan moyen d'usure. Cependant, elle permet une évaluation correcte et non destructive du volume d'endommagement. Sur certains essais, des mesures croisées ont été effectuées avec des mesures micrographiques sur coupes transverses et des mesures topographiques après sollicitation mécanique de la TTS par glissement partiel (abordées au §5.2.2.1). La comparaison de ces résultats permet d'estimer la précision sur le volume de transfert à 12%.

L'utilisation de ce formalisme adapté permet de rendre compte des endommagements réels du plan et du poinçon en cohérence avec les mécanismes de dégradation qui ont été identifiés. **L'écart par rapport au volume conventionnel est d'environ 25%**. Cet écart sera retrouvé par la suite avec les formulations énergétiques.

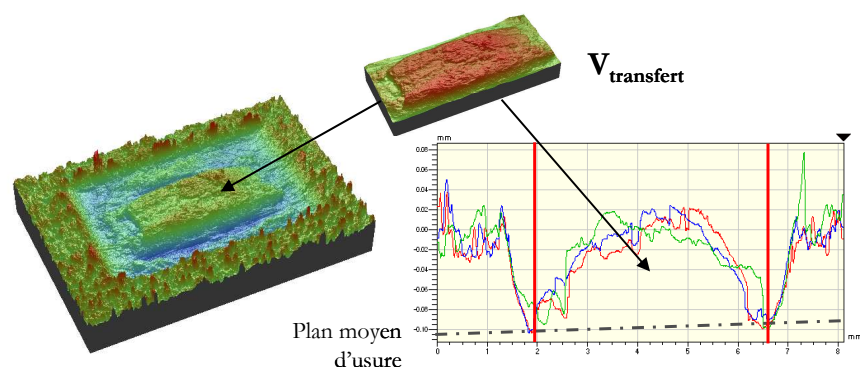


Figure 3-49 : Définition du mode de mesure de  $V_{\text{transfert}}$ .

### 3.2.3.2 Cinétiques d'usure

Cette définition est utilisée pour quantifier les cinétiques d'usure des différents couples de matériaux. Comme évoqué au Chapitre 1 (§1.2.2.2), différents formalismes sont utilisables pour décrire l'évolution des endommagements. Dans le cas présent, trois approches ont été retenues et comparées :

- L'approche énergétique classique, qui a déjà été utilisée à de nombreuses reprises dans le cas du fretting,
- L'approche énergétique pondérée par le glissement, proposée par Paulin dans le cas des contacts Ti/Ti pour tenir compte des essais à différentes amplitudes et rendre compte des phénomènes d'adhésion,
- L'approche d'Archard, en raison de sa popularité en tribologie et à titre de référence.

La Figure 3-50 (a, b et c) présente les cinétiques obtenues dans le cas du couple Ti17g/Ti6242g à toutes les températures. Le tracé en formulation énergétique classique (a) permet de confirmer la forte influence du débattement  $\delta^*$ , déjà mis en évidence par Paulin [Paulin '05]. L'approche d'Archard (c) présente une distribution semblable. Enfin, la formulation énergie réduite (b), en pondérant à chaque cycle l'énergie dissipée par le glissement réel, rend compte de l'effet du débattement sur l'éjection des débris et donc sur l'usure. L'ensemble des essais peut alors être décrit par une seule tendance linéaire. Cette comparaison des trois approches permet de mettre en évidence la **pertinence de la formulation énergie réduite qui permet de décrire des essais effectués à des débattements différents avec la même loi.**

On remarque qu'aucun effet température n'apparaît et que tous les essais semblent suivre la même cinétique d'usure.

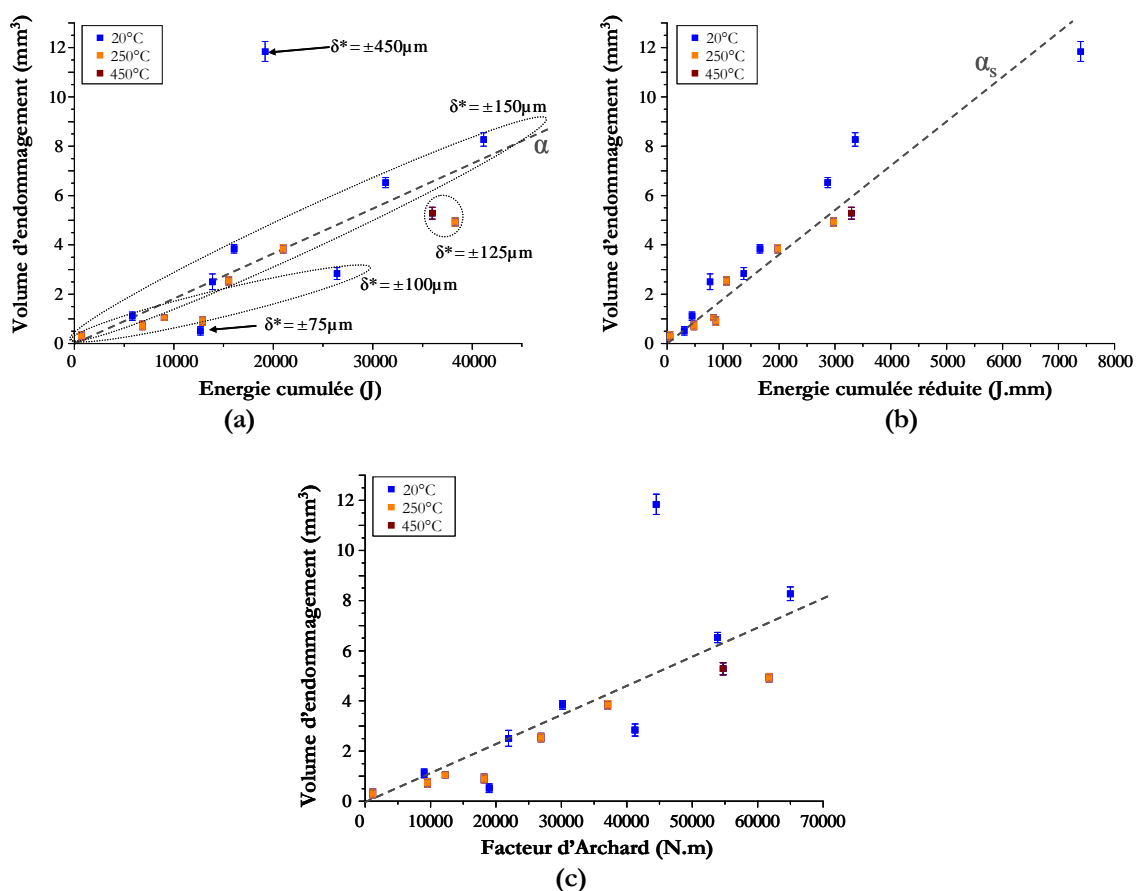


Figure 3-50 : Cinétique d'usure du couple Ti17g/Ti6242g en tenant compte de la définition du volume d'endommagement. a) Formulation énergétique classique, b) Formulation énergétique réduite, c) Formulation d'Archard.

Une analyse semblable a été conduite pour les couples revêtus et lubrifiés à toutes les températures. La Figure 3-51 présente les graphes obtenus pour le formalisme retenu (volume d'endommagement, approche énergétique réduit). Il est intéressant d'observer que, pour les couples Ti17g/CuNiIn et Ti17g/D180, **la température semble également avoir un effet négligeable**. En effet, tous les points présentent une même tendance linéaire, dont la dispersion est à attribuer aux incertitudes de mesures et au caractère aléatoire des mécanismes d'usure en fretting. Au sein de cette tendance, aucun effet température n'est visible et il a donc été convenu d'établir une seule cinétique d'usure pour le domaine [20°C, 450°C]. Pour l'identification des paramètres de la régression linéaire, afin de faciliter la comparaison entre les couples, le choix a été fait d'imposer une ordonnée à l'origine nulle. Comme il a été rappelé page 31, un décalage en y est généralement lié à une dégradation volumique initiale ( $\Delta V_{ini}$ ), pris en compte ici avec la définition du volume d'endommagement. De la même façon, le décalage en x qui est observé sur les tracés en formulation conventionnelle correspond à l'énergie d'activation des phénomènes d'écrouissage et de transformation structurale ( $\Delta E_{d_{TTS}}$ ). La prise en compte des volumes de transfert dans le calcul de  $V_{tot\_endom}$  permet de corriger ce décalage.



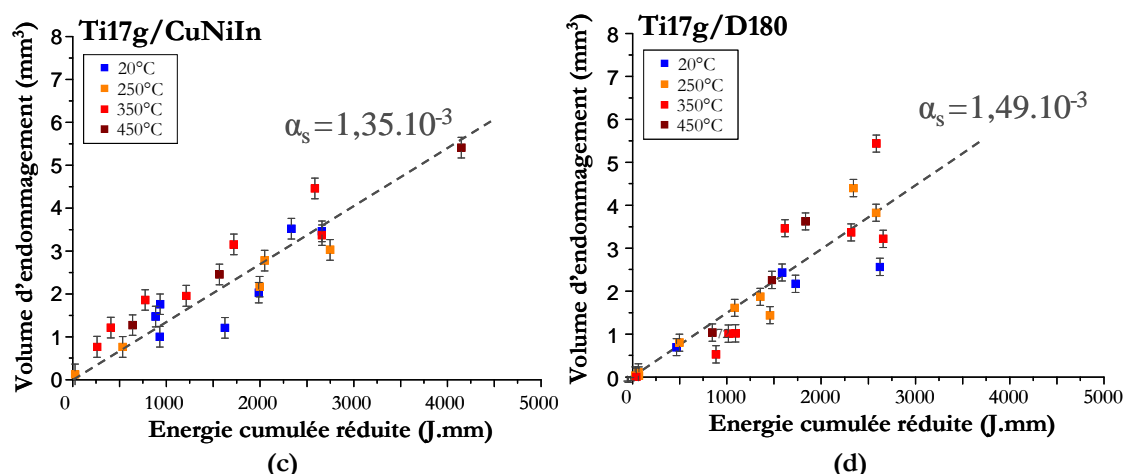


Figure 3-51 : Cinétiques d'usure du couple Ti17g/CuNiIn (a) et du couple Ti17g/D180 (b) (Tracé en volume d'endommagement, approche énergétique réduite).

Le Tableau 3-3 rassemble les coefficients d'usure calculés pour les trois couples avec les trois approches (énergie dissipée, énergie dissipée réduite et Archard) et les deux définitions des volumes d'usure et d'endommagement. La comparaison des coefficients de détermination  $R^2$  confirme la pertinence de l'approche énergétique réduite pour ce système. Ce résultat s'explique par l'importance des phénomènes d'adhésion, mis en évidence lors de l'identification des processus de dégradation. Ainsi, si l'énergie dissipée par le frottement est bien responsable de la dégradation des surfaces et de la création du troisième corps ; l'amplitude de glissement, en conditionnant le flux d'éjection des débris, joue également un rôle essentiel. D'autre part, la prise en compte du volume d'endommagement permet une meilleure description des cinétiques, en particulier dans le cas du contact Ti17g/D180. La dispersion des valeurs est toutefois toujours importante et liée à la difficulté à estimer précisément les volumes d'usure et de transfert. Dans le cas des plans recouverts de D180, une dispersion supplémentaire est attribuée à l'hétérogénéité de l'épaisseur du lubrifiant au sein du même lot (déjà évoqué page 78). Au niveau des coefficients d'usure, la prise en compte du volume d'endommagement se traduit par une augmentation d'environ 20%.

Tableau 3-3: Coefficients d'usure calculés pour les trois couples dans le domaine des fortes charges normales [3000N, 4000N]

	Volume d'usure conventionnel			Volume d'endommagement		
	$\alpha$ (mm <sup>3</sup> .J <sup>-1</sup> )	$\alpha_s$ (mm <sup>3</sup> .(J.mm) <sup>-1</sup> )	K (mm <sup>3</sup> .(N.m) <sup>-1</sup> )	$\alpha$ (mm <sup>3</sup> .J <sup>-1</sup> )	$\alpha_s$ (mm <sup>3</sup> .(J.mm) <sup>-1</sup> )	K (mm <sup>3</sup> .(N.m) <sup>-1</sup> )
Ti17g/Ti6242g	1,60.10 <sup>-4</sup>	1,66.10 <sup>-3</sup>	1,03.10 <sup>-4</sup>	1,82.10 <sup>-4</sup>	<b>1,80.10<sup>-3</sup></b>	1,16.10 <sup>-4</sup>
	±0.28.10 <sup>-4</sup>	±0.09.10 <sup>-3</sup>	±0.15.10 <sup>-4</sup>	±0.27.10 <sup>-4</sup>	<b>±0.09.10<sup>-3</sup></b>	±0.14.10 <sup>-4</sup>
	R <sup>2</sup> =0.34	R <sup>2</sup> =0.92	R <sup>2</sup> =0.51	R <sup>2</sup> =0.43	<b>R<sup>2</sup>=0.93</b>	R <sup>2</sup> =0.61
Ti17g/CuNiIn	0,98.10 <sup>-4</sup>	1,10.10 <sup>-3</sup>	0,59.10 <sup>-4</sup>	1,21.10 <sup>-4</sup>	<b>1,35.10<sup>-3</sup></b>	0,73.10 <sup>-4</sup>
	±0.05.10 <sup>-4</sup>	±0.01.10 <sup>-3</sup>	±0.03.10 <sup>-4</sup>	±0.06.10 <sup>-4</sup>	<b>±0.06.10<sup>-3</sup></b>	±0.04.10 <sup>-4</sup>
	R <sup>2</sup> =0.84	R <sup>2</sup> =0.88	R <sup>2</sup> =0.84	R <sup>2</sup> =0.82	<b>R<sup>2</sup>=0.86</b>	R <sup>2</sup> =0.79
Ti17g/D180	1,13.10 <sup>-4</sup>	1,48.10 <sup>-3</sup>	0,66.10 <sup>-4</sup>	1,21.10 <sup>-4</sup>	<b>1,49.10<sup>-3</sup></b>	0,62.10 <sup>-4</sup>
	±0.29.10 <sup>-4</sup>	±0.29.10 <sup>-3</sup>	±0.14.10 <sup>-4</sup>	±0.08.10 <sup>-4</sup>	<b>±0.08.10<sup>-3</sup></b>	±0.04.10 <sup>-4</sup>
	R <sup>2</sup> =0.50	R <sup>2</sup> =0.63	R <sup>2</sup> =0.60	R <sup>2</sup> =0.77	<b>R<sup>2</sup>=0.83</b>	R <sup>2</sup> =0.77

Dans tous les cas, il est intéressant de noter que les cinétiques d'endommagement pour les trois couples sont du même ordre de grandeur (légèrement supérieur dans le cas du contact Ti17g/Ti6242g) :  $\alpha_s = 1,4.10^{-3} \pm 0,1.10^{-3} \text{ mm}^3.(\text{J}.\text{mm})^{-1}$ . Cette valeur est à comparer aux résultats des études précédentes effectuées en glissement total sur des systèmes proches, pour des pressions de contact similaires (pression maximale de 500MPa environ) :

- TA6V/TA6V, cylindre diamètre 40mm, 80mm ou poinçon taille réduite, T=20°C :  $\alpha_s = 0,9.10^{-3} \text{ mm}^3.(\text{J}.\text{mm})^{-1}$  [Paulin '06],
- TA6V/CuNiIn, cylindre diamètre 20, 40mm ou 80mm, T=20°C :  $\alpha_s = 0,4.10^{-3} \text{ mm}^3.(\text{J}.\text{mm})^{-1}$  [Paulin '06],
- Ti17g/Ti6242g, poinçon taille réduite, T=350°C :  $\alpha_s = 0,7.10^{-3} \text{ mm}^3.(\text{J}.\text{mm})^{-1}$  [Grandguillaume '05],
- Ti17g/CuAl, poinçon réduit, T=350°C :  $\alpha_s = 4.10^{-3} \text{ mm}^3.(\text{J}.\text{mm})^{-1}$  [Grandguillaume '05].

Afin d'avoir une vision plus précise de la répartition de l'endommagement entre les deux pièces, on distingue les cinétiques respectives du plan et du poinçon (Figure 3-52). Les résultats obtenus sont cohérents avec les mécanismes proposés précédemment :

- Une **répartition « 50-50 » pour le couple Ti17/Ti6242**, attribuée à la séparation aléatoire du volume de TTS lors de l'ouverture de contact,
- Un **rapport « 2/3 poinçon - 1/3 plan » pour le système revêtu (lubrifié ou non)**, lié à la forte adhésion entre le CuNiIn et la TTS qui déséquilibre la répartition entre les deux pièces.

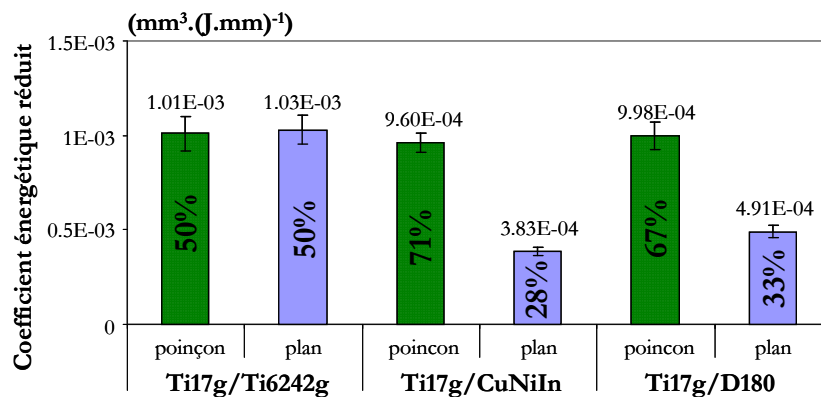


Figure 3-52 : Comparaison des coefficients énergétiques réduits associés au plan et au poinçon.

Dans tous les cas, il faut retenir que, à fortes charges, **l'usure se fait majoritairement par transformation tribologique du titane** (correspondant au poinçon et donc au disque dans le système industriel). Les cinétiques d'usure des trois tribocouples sont semblables, ce qui est cohérent avec le fait que les mécanismes stabilisés sont identiques. Ainsi, les cycles initiaux (période de lubrification, mise en place et accommodation du contact...) influent peu.

### 3.2.4 Synthèse sur le comportement sous fortes charges

Pour conclure cette étude sur le comportement en fretting sous fortes charges, il convient de rappeler les principaux résultats :

- **La température a un effet négligeable dans la plage [20°C, 450°C].**

Cette non-influence se retrouve au niveau des valeurs stabilisées du COF (synthétisées Figure 3-53), des tendances des cinétiques d'usure et des mécanismes d'endommagement.

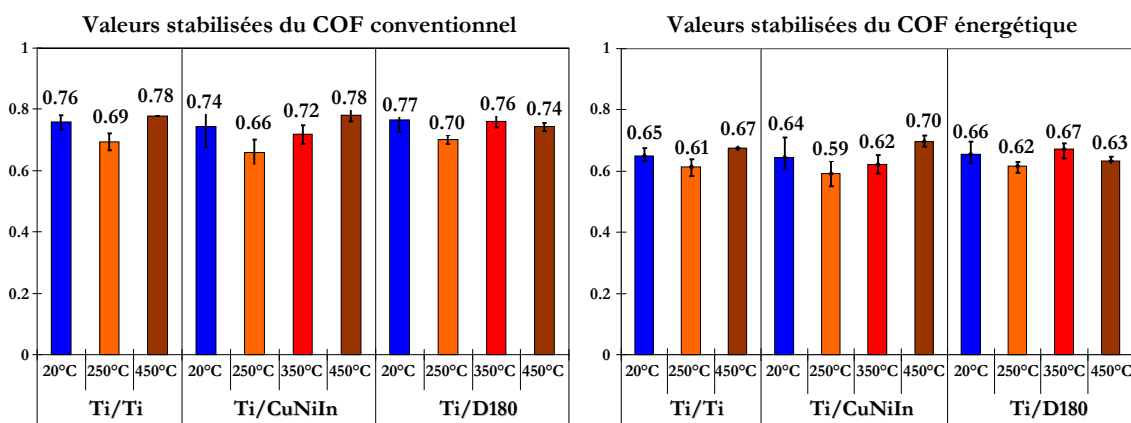


Figure 3-53 : Comparaison des valeurs stabilisées des COF conventionnel et énergétique pour les trois couples testés à toutes les températures.

- **Le mécanisme d'endommagement principal est la Transformation Tribologique du titane au centre du contact et l'oxydation sous forme d'une couronne latérale**

Le Chapitre 4 est dédié à l'analyse de la nature exacte de la TTS formée mais il est intéressant de constater que le poinçon en titane semble s'endommager de la même manière quel que soit l'antagoniste. La différence provient ensuite des forces d'adhésion entre le CuNiIn et le volume de TTS au moment de l'ouverture de contact qui orientent le transfert. Les phénomènes d'oxydation interviennent finalement peu dans les mécanismes, ce qui peut expliquer la non-influence de la température sur le comportement. Le principal effet température consiste en l'adoucissement des propriétés mécaniques des matériaux qui accommodent de plus en plus les sollicitations par déformation plastique. La Figure 3-54 synthétise les mécanismes d'endommagement proposés pour les trois couples.

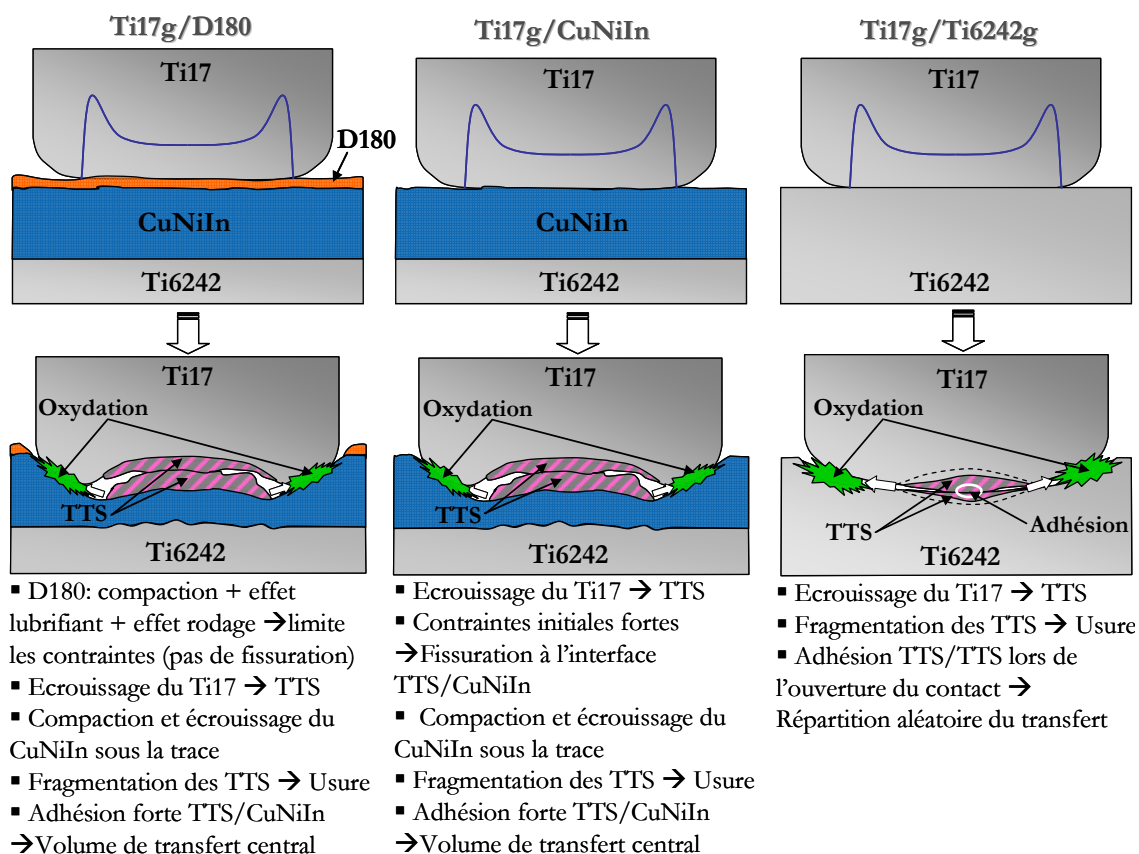


Figure 3-54 : Synthèse des mécanismes d'endommagement proposés pour les trois couples en température [20°C, 450°C] et sous forte charge normale statique [3000N, 4000N].

- **Le vernis lubrifiant graphitique induit un « effet rodage ».**

En diminuant le COF pendant un certain nombre de cycles, il agit d'une part comme un retard de l'endommagement et permet d'autre part aux surfaces de s'accommoder, limitant ainsi la sévérité des contraintes initiales. Une formalisation du nombre de cycles minimum de lubrification  $N_{Lc}$  est proposée.

- **L'endommagement du système peut être décrit par un volume qui évolue proportionnellement à l'énergie dissipée réduite.**

Ce volume d'endommagement intègre à la fois l'usure visible par enlèvement de débris et la dégradation de la matière par transformation tribologique. L'énergie dissipée réduite correspond au travail de la force de frottement, pondérée par l'amplitude du glissement à l'interface. Le coefficient énergétique d'usure dans le domaine [20°C ; 450°C] est :

$$\alpha_s = 1,8 \cdot 10^{-3} \pm 0,1 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^3 \cdot (\text{J} \cdot \text{mm})^{-1} \text{ pour le contact Ti17g/Ti6242g et}$$

$$\alpha_s = 1,4 \cdot 10^{-3} \pm 0,1 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^3 \cdot (\text{J} \cdot \text{mm})^{-1} \text{ pour les contacts Ti17g/CuNiIn et Ti17g/D180.}$$

### 3.3 Comportement du système sous faibles charges

L'analyse des conditions de fonctionnement du moteur (Chapitre 2) a permis de mettre en évidence la complexité du chargement des contacts aube/disque. La force centrifuge maximale, atteinte à la fin de la mise en rotation du moteur et maintenue pendant le vol, correspond au domaine des fortes charges testé précédemment. Cependant, puisque le glissement s'effectue à force normale croissante, il semble pertinent de s'intéresser également aux mécanismes d'endommagement à faible charge normale.

#### 3.3.1 Influence de la force normale sur la réponse en fretting

Au début de ce chapitre, nous avons pu mettre en évidence l'existence d'une différence de comportement entre les faibles et fortes charges normales, se traduisant en termes de coefficient de frottement et de forme de cycles (§3.1.2). Pour comprendre cette influence, plusieurs essais ont été effectués dans des conditions identiques mais à différentes valeurs de force normale. La Figure 3-55 représente les vues macroscopiques des traces de fretting obtenues pour des valeurs croissantes de force normale pour le couple Ti17g/Ti6242g à 20°C. Il est intéressant de constater, à partir de  $F_n=1500\text{N}$ , qu'une zone brillante apparaît au centre des traces. Cette zone est caractéristique de la Transformation Tribologique Superficielle (TTS) observée pour les essais à forte charge. Pour  $F_n < 1500\text{N}$ , les faciès sont très différents et une zone blanchâtre, typique des oxydes de titane est visible au centre. Les analyses DRX et XPS (présentées au Chapitre 4) conduites sur ces surfaces confirment la présence de  $\text{TiO}_2$ .

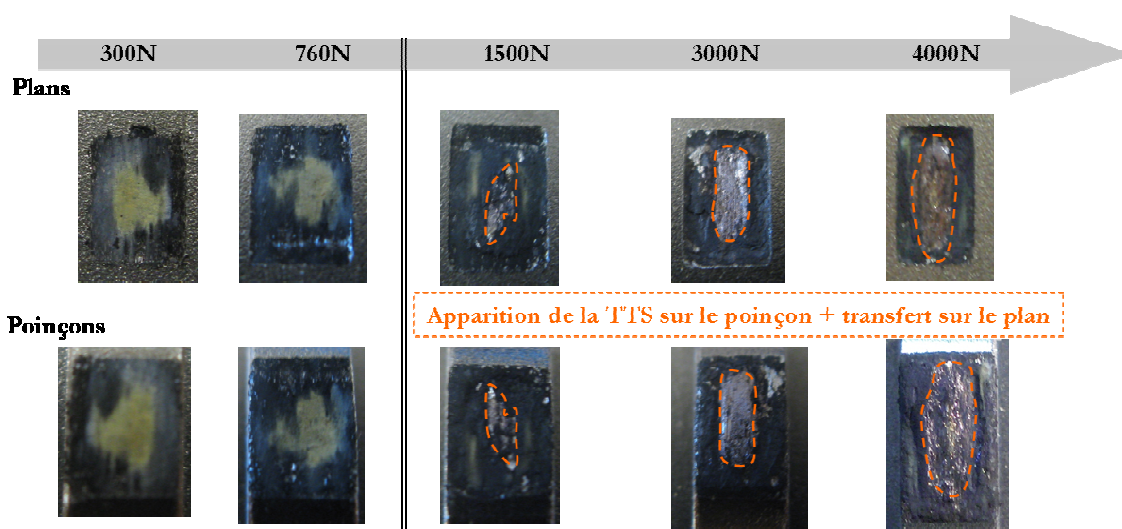


Figure 3-55: Influence de la force normale sur la morphologie des traces (Ti17g/Ti6242g,  $T=20^\circ\text{C}$ ,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ ,  $N=50\,000$  cycles).

Pour le couple Ti17g/CuNiIn à 20°C, la même transition entre comportement faible charge/forte charge peut être distinguée entre 1000N et 1500N et la Figure 3-56 illustre l'apparition, à partir d'un seuil de force normale, d'un volume de transfert au centre du plan. Une évolution similaire a été observée à 450°C et la différence de mécanisme semble provenir de la

transformation tribologique du poinçon en Ti17g qui ne se produit pas à faible charge et ne gouverne donc pas le processus d'endommagement.

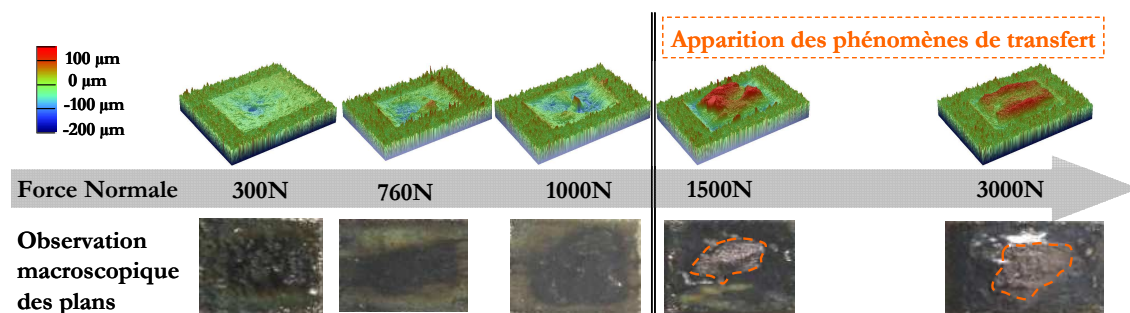


Figure 3-56 : Influence de la force normale sur la morphologie des traces (Ti17g/CuNiIn, T=20°C,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ , N=50 000 cycles).

L'influence de la température a également été évaluée et la Figure 3-57 présente une comparaison des évolutions des coefficients de frottement pour le couple Ti17g/CuNiIn. De la même façon que pour les fortes charges normales, la température ne semble pas avoir d'influence sur le COF. Pour tous les essais, la stabilisation se fait autour de  $\mu_{\text{stab}}=1,0\pm 0,1$ . A titre de comparaison, une évolution type du COF pour le couple Ti17g/D180 est tracée sur le même graphique. Après une période de lubrification, puis une phase mixte (proche de ce qui a été observé dans le domaine des fortes charges), le contact stabilise à un niveau de COF identique à celui du contact non lubrifié.

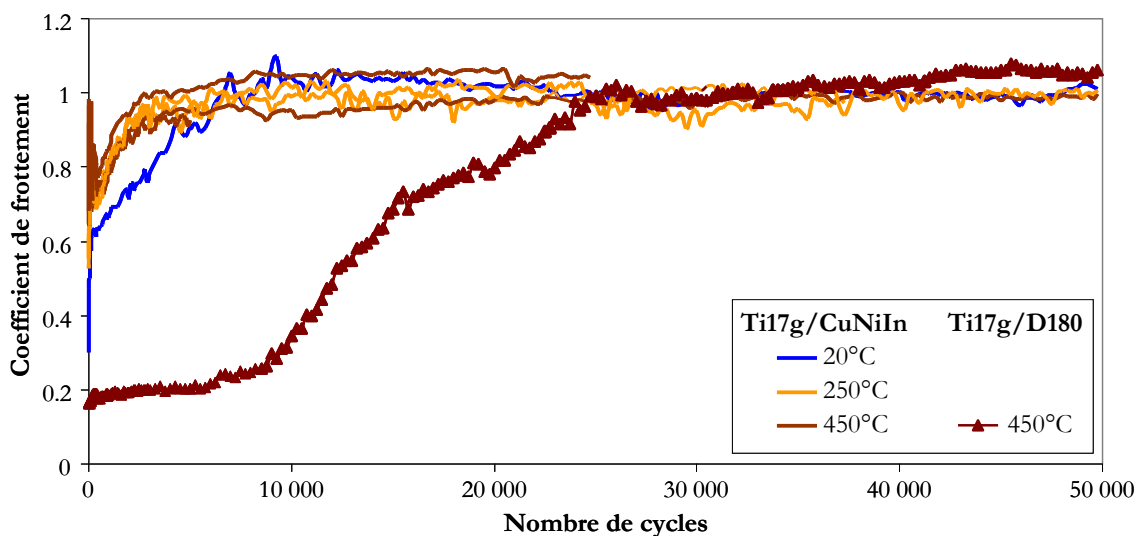


Figure 3-57: Influence de la température sur l'évolution du COF à faible charge normale pour le couple Ti17g/CuNiIn ( $F_n=300\text{N}$ ,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ ). A titre indicatif, une courbe de COF du couple Ti17g/D180 est superposée ( $F_n=300\text{N}$ ,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ , T=450°C).

### 3.3.2 Identification des mécanismes d'endommagement

Etant donné que les essais présentent tous des évolutions similaires en termes de COF et de faciès d'usure, seule l'analyse d'un cas de chargement (Ti17g/CuNiIn, T=450°C,  $F_n=300\text{N}$ ,



$\delta^* = \pm 150 \mu\text{m}$ ) sera détaillée dans ce paragraphe. La Figure 3-58 présente ainsi des essais réalisés dans des conditions identiques et correspondants à des nombres de cycles différents. L'évolution de l'endommagement paraît alors graduelle et de type abrasive. La trace, initialement sombre, se couvre progressivement d'une couche blanc/vert pâle, qui s'apparente aux oxydes de titane et de cuivre. L'usure moyenne après 50000 cycles ne dépasse pas  $15 \mu\text{m}$  de profondeur sur le plan, ce qui est nettement inférieur aux profondeurs d'usure mesurées pour les fortes charges normales. Pour avancer dans l'identification des mécanismes, les échantillons sont observés au MEB avant et après coupes transverses dans le sens du frottement. La Figure 3-59 présente une vue de dessus d'un échantillon testé pendant 50000 cycles de fretting. La trace s'avère fortement oxydée sur toute la surface et l'interface apparaît pulvérulente et composée de débris compactés. Les coupes transverses effectuées révèlent la présence d'une couche de transfert, pouvant atteindre  $50 \mu\text{m}$  à la surface du plan (Figure 3-61). La matière transférée est composée essentiellement de titane oxydé avec une faible teneur en Cu et Ni (inférieur à 10 %). Sur le poinçon, un écrouissage de la structure en aiguilles du Ti17 est visible sur les premiers  $\mu\text{m}$  mais aucune structure de type TTS n'a pu être observée (Figure 3-61). Une couche de titane fortement oxydée et contenant une faible proportion de Cu, recouvre la surface de la trace et atteint jusqu'à  $20 \mu\text{m}$  d'épaisseur.

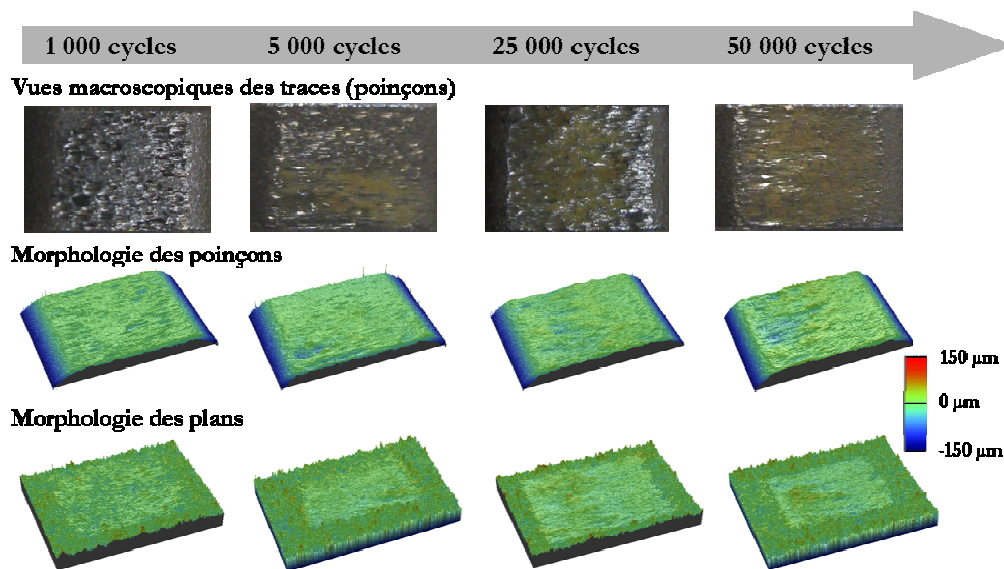


Figure 3-58 : Evolution de l'allure des traces de fretting pour le couple Ti17g/CuNiIn à  $450^\circ\text{C}$  pour  $F_n=300\text{N}$ ,  $\delta^* = \pm 150 \mu\text{m}$ .

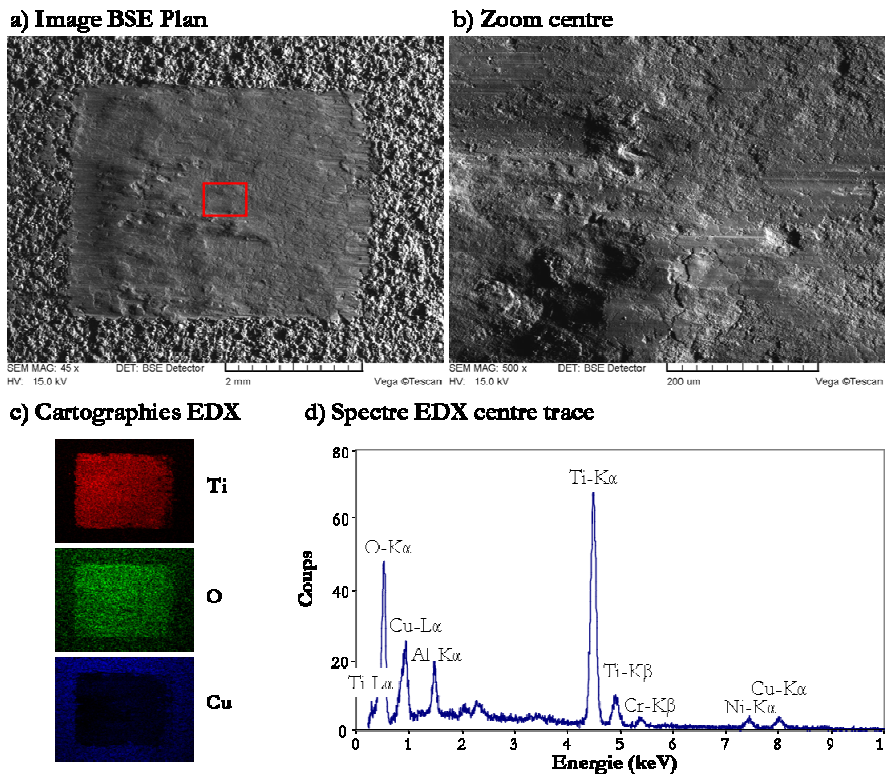


Figure 3-59: Observation au MEB d'une trace après 50000 cycles de fretting à 300N (Ti17g/CuNiIn, 450°C,  $\delta^* = \pm 150\mu\text{m}$ ).

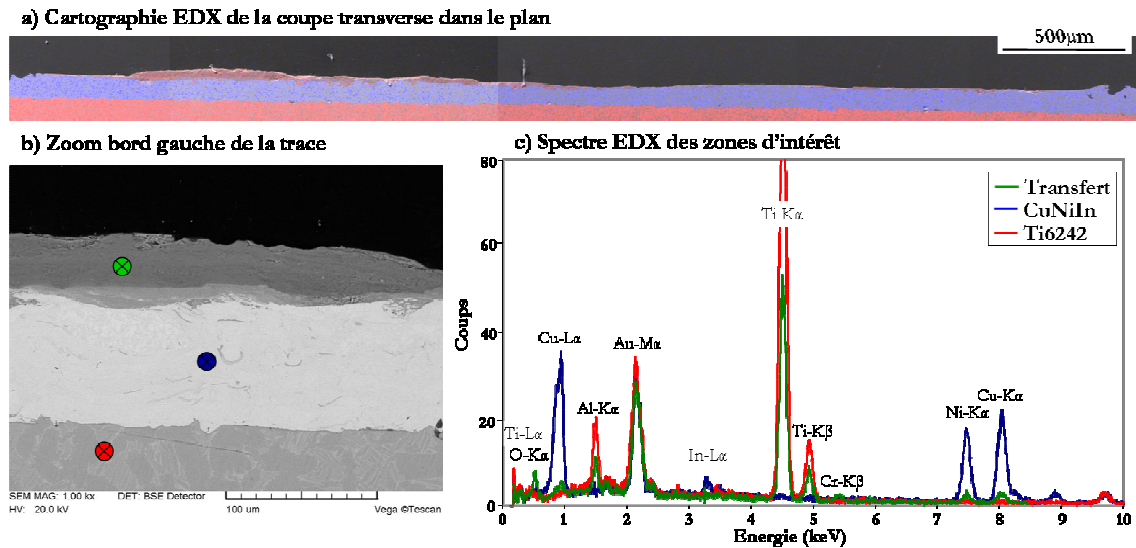


Figure 3-60 : Observation au MEB d'une coupe transverse dans le plan testé à 300N pour 50000 cycles de fretting (Ti17g/CuNiIn, 450°C,  $\delta^* = \pm 150\mu\text{m}$ ).

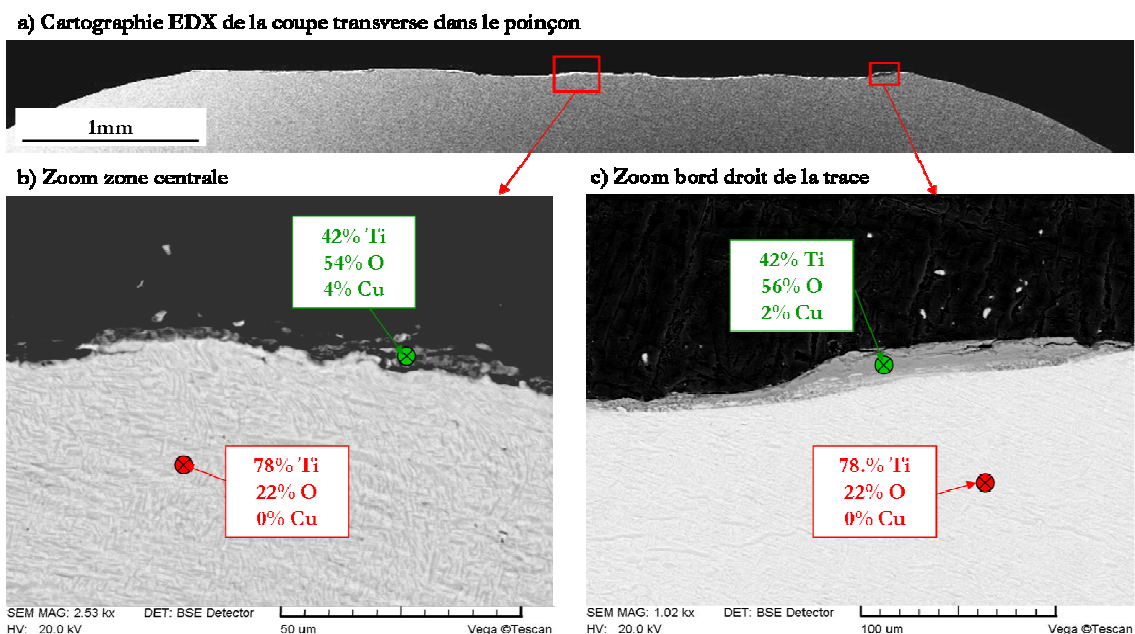


Figure 3-61 : Observation au MEB d'une coupe transverse dans le poinçon testé à 300N pour 50000 cycles de fretting (Ti17g/CuNiIn, 450°C,  $\delta^* = \pm 150\mu\text{m}$ ).

Pour conclure, sur la base des différentes observations effectuées, un scénario d'endommagement peut être proposé pour les couples Ti17g/CuNiIn et Ti17/D180 dans le domaine des faibles charges normales. Illustré à la Figure 3-62, celui-ci repose essentiellement sur **l'oxydation de l'interface de contact et la formation puis l'éjection de débris oxydés**. Le lit de débris ainsi formé est fortement ductile et explique la pente observée dans la partie glissante des cycles de fretting. Une différence de couleur d'oxydes entre le centre et les bords de la trace est présente sur certains échantillons et peut être attribuée à des taux d'oxydation différents liés à une pénétration plus ou moins facilitée de l'oxygène dans le contact. Dans tous les cas, la principale différence avec les mécanismes de dégradation à fortes charges repose sur **l'absence de transformation tribologique du titane** qui modifie complètement la rhéologie du troisième corps et les mécanismes d'accommodation du glissement. Les essais à faibles charges sont caractérisés par l'oxydation de l'ensemble de la surface de la trace.

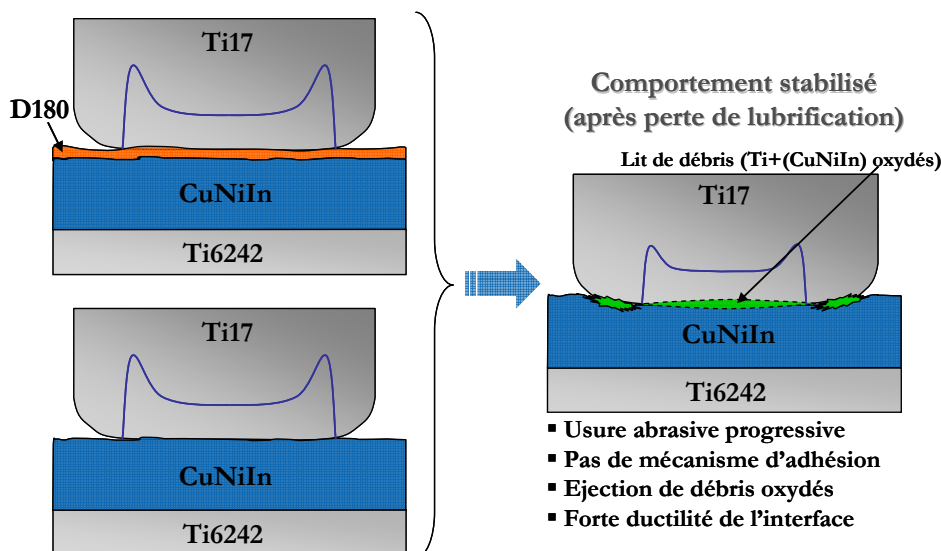


Figure 3-62: Scénario d'endommagement des couples Ti17g/D180 et Ti17g/CuNiIn pour  $T \in [20^\circ\text{C}, 450^\circ\text{C}]$  et  $F_n \in [300\text{N}, 1000\text{N}]$ .

### 3.3.3 Quantification des endommagements

De la même façon que pour les essais à fortes charges, les endommagements sont quantifiés et tracés en fonction des énergies dissipées et dissipées réduites. Pour cette partie, l'attention a été portée sur le couple Ti17g/CuNiIn. Etant donné que les échantillons ne présentent pas de transformation structurale de type TTS, les volumes d'usure et d'endommagement sont identiques. La Figure 3-63 montre les cinétiques obtenues pour les trois températures. Les données présentent une bonne linéarité pour les trois approches et les pentes des cinétiques à fortes charges sont rappelées à titre indicatif. Les essais à faibles charges correspondent à une réduction de cinétique d'un facteur 2 (-43% en formulation énergétique classique et -59% en formulation énergie réduite). Le Tableau 3-4 rassemble les valeurs des cinétiques obtenues.

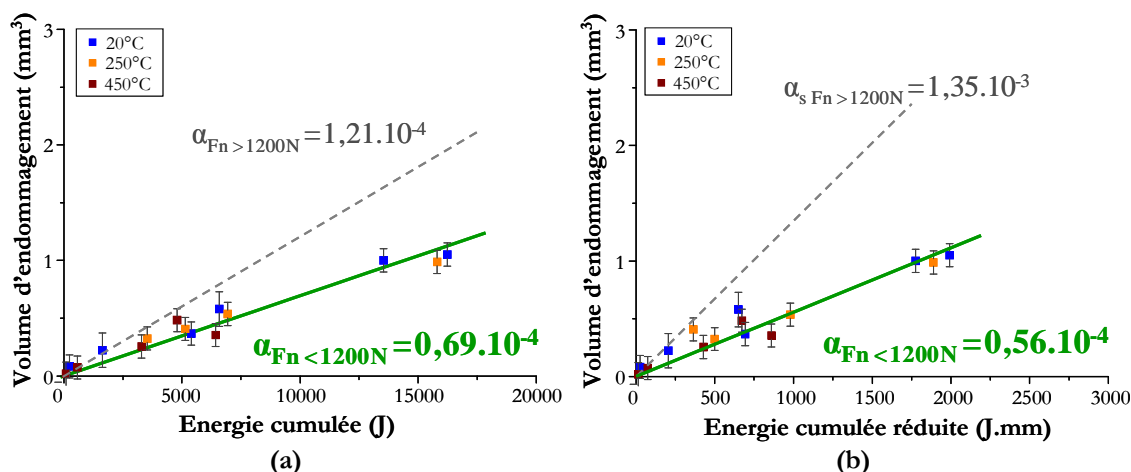
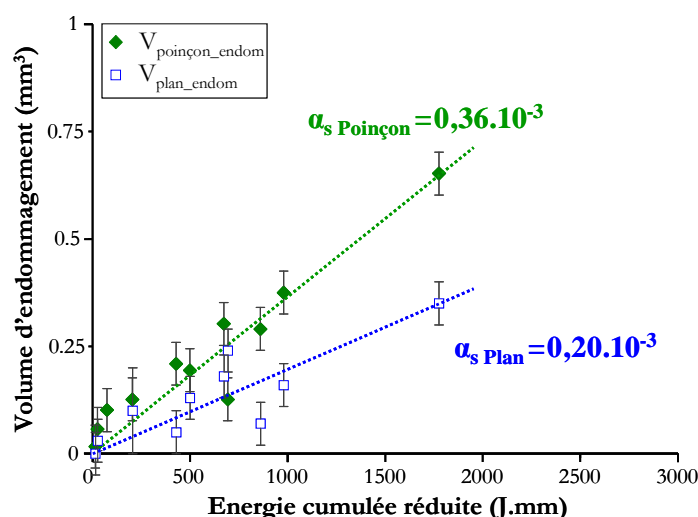


Figure 3-63 : Cinétiques d'usure du couple Ti17g/CuNiIn comparées à faibles ( $F_n < 1200\text{N}$ ) et fortes charges ( $F_n > 1200\text{N}$ ). a) En volume d'endommagement, approche énergétique, b) En volume d'endommagement, approche énergétique réduite.

**Tableau 3-4: Coefficients d'usure du couple Ti17g/CuNiIn dans le domaine des faibles forces normales [300N, 1200N]**

	Volume d'endommagement		
	$\alpha$ (mm <sup>3</sup> .J <sup>-1</sup> )	$\alpha_s$ (mm <sup>3</sup> .(J.mm) <sup>-1</sup> )	K (mm <sup>3</sup> .(N.m) <sup>-1</sup> )
Ti17g/CuNiIn	0,69.10 <sup>-4</sup>	0,56.10 <sup>-3</sup>	0,48.10 <sup>-4</sup>
	±0.03.10 <sup>-4</sup>	±0.03.10 <sup>-3</sup>	±0.02.10 <sup>-4</sup>
	R <sup>2</sup> =0.96	R <sup>2</sup> =0.94	R <sup>2</sup> =0.94

L'étude de la répartition d'endommagement entre le poinçon et le plan à faible charge, illustrée à la Figure 3-64, indique une **répartition proche de ce qui a été rapporté pour Fn e [3000N, 4000N], soit « 35% plan – 65% poinçon »**. Le CuNiIn ne joue alors pas son rôle de revêtement sacrificiel. Le poinçon, pièce représentant le disque, c'est-à-dire la pièce à protéger en priorité, supporte les deux tiers de l'endommagement total du système.



**Figure 3-64 : Comparaison des cinétiques respectives du plan et du poinçon pour les essais Ti17g/CuNiIn à Fn e [300N, 1000N] à toutes les températures.**

### 3.3.4 Synthèse sur le comportement sous faibles charges

Les principaux résultats concernant le comportement tribologique du système sous faibles charges peuvent être résumés par les points suivants :

- **Les mécanismes d'endommagement reposent sur une oxydation forte et une usure abrasive et homogène.**

Des phénomènes de transferts sont observés sur chacun des deux antagonistes et la matière transférée est constituée essentiellement d'oxydes de titane. La pièce en titane non revêtue subit un léger écrouissage mais aucune transformation tribologique de structure n'est observée.

- **Le coefficient de frottement est plus élevé qu'à fortes charges :  $\mu=1.0\pm 0.1$ , pour une température comprise entre 20°C et 450°C.**

Aucun effet température n'est visible tant au niveau du COF qu'au niveau des cinétiques d'usure.

- **Les cinétiques d'endommagement sont 2 fois plus faibles qu'à fortes charges.**



Les cinétiques peuvent être décrites aussi bien par une approche énergétique classique que par une approche énergétique réduite par le glissement et les taux d'usure sont :  $\alpha = 0,69.10^{-4} \pm 0,3.10^{-4} \text{ mm}^3.\text{J}^{-1}$  et  $\alpha_s = 0,56.10^{-3} \pm 0,3.10^{-3} \text{ mm}^3.(\text{J}.\text{mm})^{-1}$  pour le couple Ti17g/CuNiIn indépendamment de la température.

### 3.4 Conclusions

Ce chapitre présente une analyse mécanique et matériaux des endommagements induits par fretting dans toute la gamme de sollicitation définie ( $F_n$ ,  $\delta$ ,  $T$ ,  $N$ ). En fonction de la force normale imposée, deux comportements tribologiques ont pu être distingués et étudiés de façon indépendante.

- **A forte charge normale ( $F_n > 1200\text{N}$ )**, le titane subit une transformation tribologique superficielle et la couche de matière transformée adhère au revêtement de CuNiIn, engendrant un contact Ti/Ti au centre du contact. Sur les bords, le contact est fortement usé et oxydé.

- **A faible charge normale ( $F_n < 1200\text{N}$ )**, aucune transformation tribologique n'est observée et le contact de type Ti/CuNiIn présente une usure essentiellement abrasive avec une forte oxydation.

Pour conclure, la Figure 3-65 schématise les mécanismes identifiés pour les deux sous-domaines.

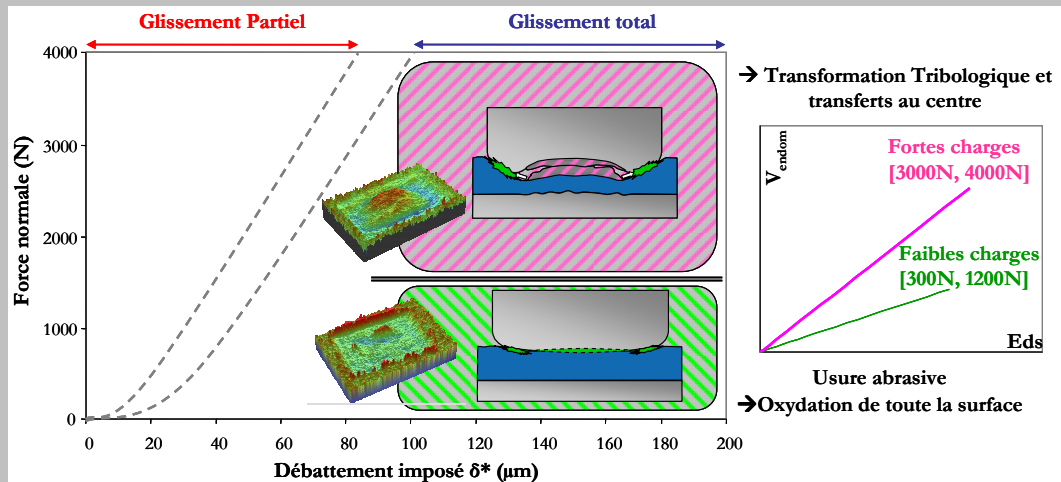


Figure 3-65 : Cartographie des comportements tribologiques du système dans le domaine d'étude.





## Chapitre 4

# Etude physico-chimique des endommagements

Ce chapitre s'intéresse aux transformations tribologiques subies par l'alliage de titane du disque (Ti17) sollicité en fretting à l'air dans la gamme de température [20°C, 450°C].

Des analyses physico-chimiques ont été conduites afin d'identifier la nature de la structure formée pour les chargements normaux les plus élevés. Elles révèlent le rôle essentiel joué par l'environnement gazeux et permettent d'identifier les mécanismes tribochimiques mis en jeu.

D'autre part, l'influence des différents paramètres expérimentaux est évaluée et permet de discriminer les différents phénomènes intervenant dans la transformation tribologique des alliages de titane en fretting.

Pour finir, une campagne d'essais en environnement contrôlé a été conduite afin de simuler les conditions de sollicitation et d'environnement rencontrées au centre de la trace de fretting. La nature tribochimique des transformations structurales apparaît alors clairement et des hypothèses sont proposées pour expliquer les mécanismes mis en jeu.

## Plan du Chapitre 4

---

<b>4.1</b>	<b>Analyses de la transformation tribologique du titane .....</b>	<b>125</b>
4.1.1	Observations microscopiques .....	125
4.1.2	Analyses structurales .....	127
4.1.3	Analyses de surface.....	129
4.1.4	Analyses en profondeur.....	135
4.1.5	Analyses des débris d'usure .....	139
4.1.6	Synthèse des observations et analyses effectuées .....	140
<b>4.2</b>	<b>Mécanismes et conditions de formation de la TTS .....</b>	<b>141</b>
4.2.1	Influence du revêtement .....	141
4.2.2	Influence de la température .....	142
4.2.3	Influence de la force normale.....	142
4.2.4	Influence de l'amplitude de débattement.....	147
4.2.5	Synthèse et discussion sur les conditions de formation .....	148
<b>4.3</b>	<b>Essais de frottement en environnement contrôlé.....</b>	<b>150</b>
4.3.1	Protocole expérimental.....	151
4.3.2	Etudes successives de l'influence des différents paramètres .....	153
4.3.2.1	<i>Réactivité du titane activé ioniquement .....</i>	<i>153</i>
4.3.2.2	<i>Réactivité du titane activé mécaniquement.....</i>	<i>154</i>
4.3.2.3	<i>Réactivité du titane sous le frottement .....</i>	<i>155</i>
4.3.2.4	<i>Comparaison des profils des traces.....</i>	<i>158</i>
4.3.3	Synthèse de la campagne d'essais.....	159
<b>4.4</b>	<b>Conclusion sur la physico-chimie des endommagements .....</b>	<b>160</b>

---

## 4.1 Analyses de la transformation tribologique du titane

Dans le domaine des fortes charges normales, les expertises des échantillons ont mis en évidence la formation d'une structure transformée à la surface du poinçon en Ti17. Retrouvée également au centre du plan, sous la forme d'un épais transfert très adhérent au CuNiIn, cette matière présente des caractéristiques proches de ce qui a été rapporté sur la TTS des alliages de titane [Blanchard '91a, Fayeulle '93, Sauger '97].

Afin de comprendre les mécanismes qui engendrent la formation d'une telle structure, il est nécessaire d'identifier sa nature. Les paragraphes qui suivent décrivent les analyses physico-chimiques conduites sur plusieurs échantillons testés à forte charge normale pour les couples Ti17g/CuNiIn et Ti17g/D180 dans le domaine stabilisé en température. L'essentiel de ces résultats a été synthétisé dans un article porté en Annexe C [Mary '09].

### 4.1.1 Observations microscopiques

Les traces de frottement des couples Ti17g/CuNiIn et Ti17g/D180 en régime stabilisé présentent un faciès caractéristique avec une zone elliptique centrale (pouvant atteindre 60% de la surface totale de la trace) et une couronne latérale oxydée et pulvérulente. Les observations au MEB et les analyses EDX présentées au Chapitre 3 ont permis d'identifier ces zones et d'estimer leur composition. Pour aller plus loin dans l'analyse de ces structures, l'intérêt est porté notamment sur le rôle joué par les éléments légers présents dans l'air atmosphérique : l'hydrogène, le carbone, l'oxygène et l'azote. Le seuil de détection du système EDX utilisé lors des analyses étant de 0,3keV ; le carbone (C-K $\alpha$ =0,277keV) ne peut pas être étudié avec ce dispositif. Les pics de l'azote et de l'oxygène étant situés respectivement à N-K $\alpha$ =0,392keV et O-K $\alpha$ =0,525keV, leur présence pourra être évaluée en première approximation. Pour ce faire, et en raison de la présence dans l'intervalle [0.3keV, 1keV] des pics de faible énergie d'autres éléments tels que le Ti (Ti-L $\alpha$ =0,452keV), le Cr (Cr-L $\alpha$ =0,573keV), le Fe (Fe-L $\alpha$ =0,705keV), le Ni (Ni-L $\alpha$ =0,851keV) et le Cu (Cu-L $\alpha$ =0,930keV), une décomposition est appliquée aux spectres EDX. Basé sur l'identification des raies K $\alpha$  de ces éléments, elle permet d'identifier la présence de pics d'azote et d'oxygène dans le domaine des faibles énergies. La Figure 4-1 présente l'application de cette méthode à un poinçon en Ti17g testé pendant 50000 cycles à 450°C contre un plan revêtu de CuNiIn. Afin de pouvoir comparer les résultats entre eux, les paramètres d'acquisition des spectres ont été fixés et soigneusement contrôlés : tension d'accélération (20kV), distance de travail (23mm), taille de zone d'analyse (0,5mm<sup>2</sup>), taille de spot (4 $\mu$ m) et d'acquisition (5min). Les identifications effectuées traduisent :

- Hors trace (zone 3) : l'oxydation native de l'alliage de titane exposé durant 3h à 450°C, ainsi que la pollution au Fe lié au grenailage par billes d'acier.
- Sur les bords de la trace (zone 2) : une oxydation forte et la présence d'éléments provenant du plan antagoniste, revêtu de CuNiIn.

- Au centre (zone 1) : une structure riche en Ti et pauvre en O, en Cu et en Ni. Le pic à 0,41keV qui est observé ne peut pas être expliqué uniquement par la raie  $L\alpha$  du Ti et les déconvolutions tendent à indiquer une forte contribution du pic d'azote

Le Tableau 4-1 montre les résultats des analyses semi-quantitatives effectuées à partir des spectres EDX. Afin de simplifier la comparaison, seuls les éléments les plus importants sont considérés : Ti, O, N et Cu. Il ressort de cette analyse que la structure centrale pourrait contenir jusqu'à 41 at.% d'azote pour une teneur quasi nulle en oxygène. Ces premiers résultats mettent en évidence l'intérêt de rechercher plus précisément le rôle joué par les éléments légers dans la transformation tribologique en fretting. Cependant, la dispersion d'énergie aux rayons X n'est pas une technique d'analyse très adaptée pour cela et les paragraphes suivants détaillent les analyses complémentaires qui ont été effectuées (DRX, XPS, MET...).

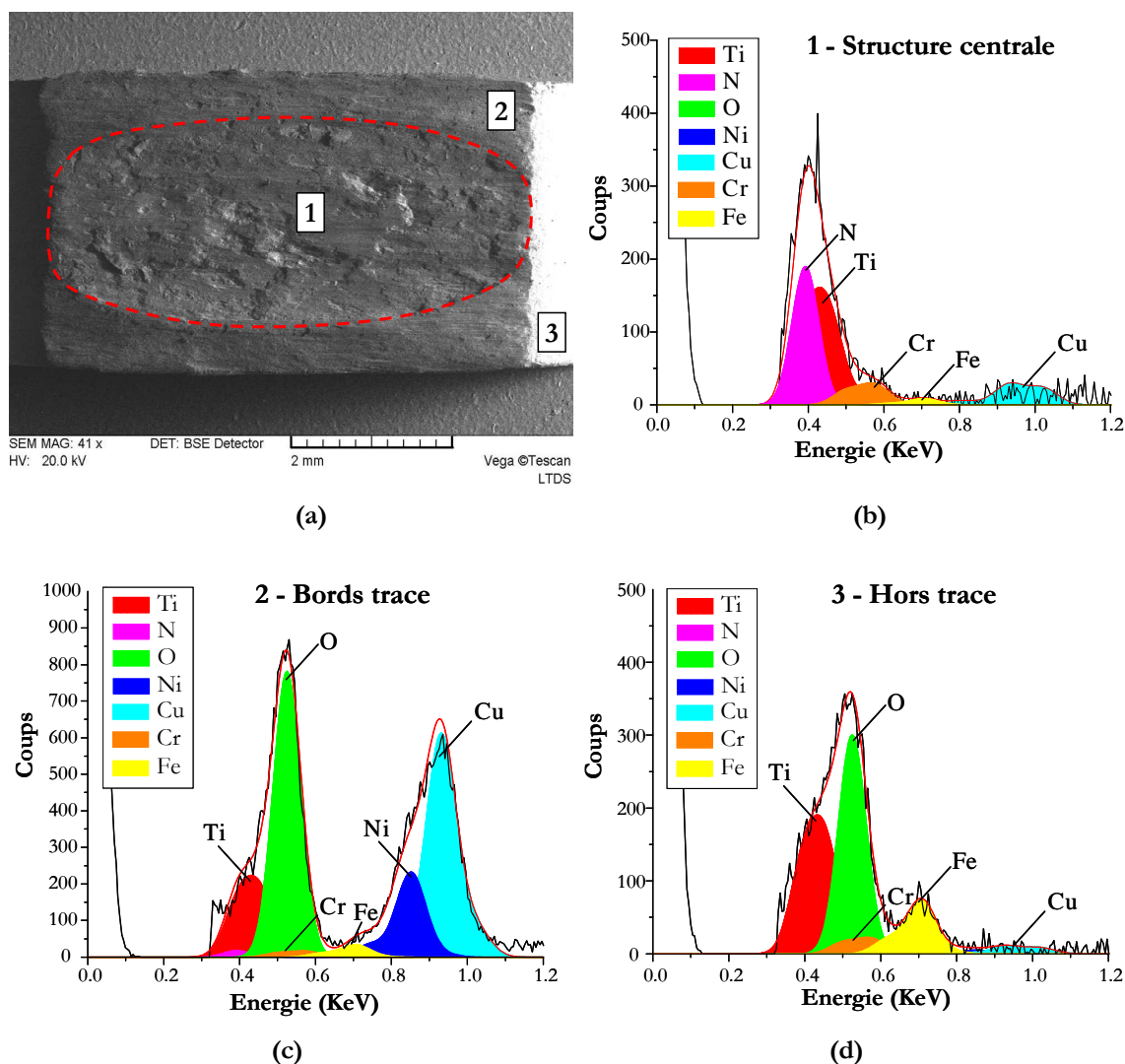


Figure 4-1 : Analyses EDX des zones caractéristiques d'un poinçon en Ti17 après 50000 cycles de fretting : a) Image BSE. b, c et d) Décomposition des spectres des zones 1, 2 et 3 (Ti17g/CuNiIn, 450°C, Fn=3000N,  $\delta^*=\pm 162,5\mu\text{m}$ ).

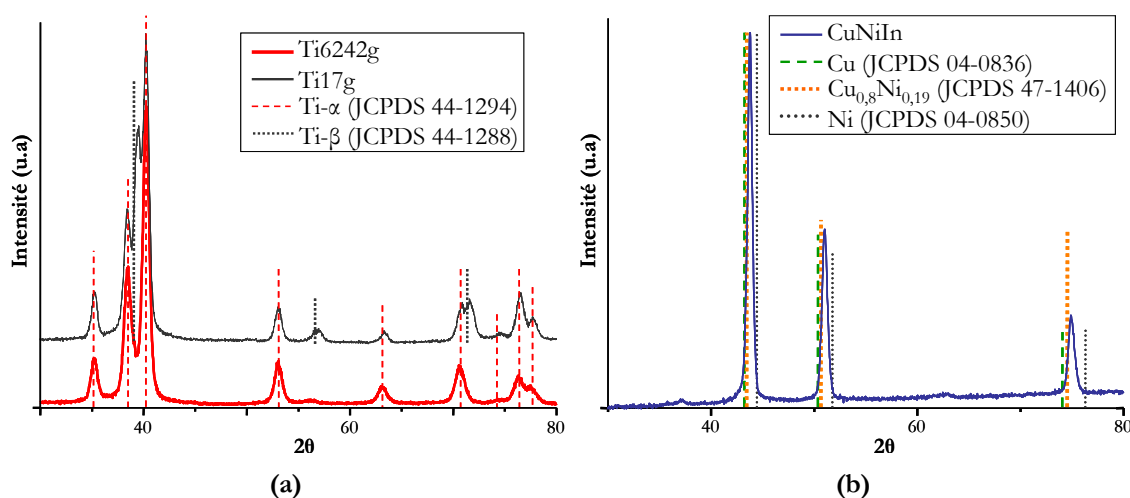
**Tableau 4-1: Analyse semi-quantitative (% at.) des spectres EDX présentés Figure 4-1. La quantification est établie à partir des raies K $\alpha$  des éléments, en s'appuyant sur la décomposition effectuée.**

	Ti	O	N	Cu
1 – Structure centrale	59%	0%	41%	0%
2 – Bords trace	25%	68%	2%	5%
3 – Hors trace	46%	54%	0%	0%

#### 4.1.2 Analyses structurales

L'étude des structures présentes sur les échantillons a été conduite par DRX (conditions d'utilisation décrites en Annexe A). L'objectif est de caractériser les phases cristallographiques initialement en présence et de suivre leur évolution après frottement. Pour ce faire, les échantillons vierges ont tout d'abord été analysés en incidence normale puis rasante (pour évaluer l'influence du protocole de mesure), puis un poinçon usé issu d'un test Ti17g/CuNiIn à 250°C (4000N, 25000 cycles) a été analysé en incidence rasante. L'angle d'incidence a été fixé à 3° afin de limiter l'influence du substrat en Ti17, avec cette valeur la profondeur d'analyse est estimée à 1.2 $\mu$ m environ. D'autre part, les débris d'usure collectés au cours de plusieurs essais répétés dans des conditions identiques ont été rassemblés puis analysés en incidence normale, afin d'optimiser la qualité du signal.

Dans un premier temps, les matériaux initiaux ont été analysés pour servir de référence dans la suite de l'étude (Figure 4-2).



**Figure 4-2 : Spectres de diffraction des matériaux initiaux en incidence normale. a) Ti17g et Ti6242g, b) CuNiIn.**

Les spectres des deux alliages de titane peuvent être indexés respectivement à partir de la fiche JCPDS\* de la phase  $\alpha$  du titane pur (cristallographie hexagonale) pour le Ti6242 et d'une combinaison des phases  $\alpha$  et  $\beta$  (cubique centré) pour le Ti17. Un léger décalage de 1° à 3° est constaté au niveau des pics  $\beta$  du Ti17 et peut être attribué soit à la présence des éléments d'alliage en solution solide, soit à des contraintes résiduelles liées au grenage. Concernant le revêtement

\* JCPDS – International Centre for Diffraction Data



de CuNiIn, l'échantillon est préalablement exposé à 250°C pendant 3h (durée d'un essai de 50000 cycles) pour tenir compte d'une éventuelle oxydation liée à la température pendant l'essai. Aucune fiche JCPDS n'étant disponible pour ce type de revêtement, les fiches du Ni, du Cu et d'un alliage cupro-nickel sont superposées sur le spectre (Figure 4-2b). Le cuivre et le nickel cristallisant dans des structures cubiques présentant des tailles de maille proches, la structure du CuNiIn se situe vraisemblablement entre celles-ci. Pour la suite de l'étude, les positions des pics de ces trois matériaux (Ti17g, Ti6242g et CuNiIn) seront utilisées comme référence des structures avant essai.

L'analyse des spectres relatifs au couple Ti17/Ti6242+CuNiIn est délicate en raison de la superposition de plusieurs influences. Sur la Figure 4-3, trois contributions différentes peuvent ainsi être identifiées pour le spectre du poinçon usé :

- les phases  $\alpha$  et  $\beta$  de l'alliage de titane Ti17g du poinçon,
- la structure caractéristique du CuNiIn avant frottement,
- une nouvelle phase diffractant pour des valeurs de  $2\theta = 37.0^\circ, 43.5^\circ, 63.9^\circ, 76.2^\circ$  et  $78.6^\circ$ .

La première contribution provient notamment du substrat du poinçon et de la périphérie de la trace. Cependant, il est intéressant de constater que la phase  $\beta$  semble moins présente dans le spectre, certains pics ayant même totalement disparus. Ce phénomène reflète un phénomène qui a déjà été rapporté dans la littérature, notamment par Blanchard [Blanchard '91a] et Sauger [Sauger '97], dans l'étude de la transformation tribologique superficielle des alliages de titane. Les auteurs ont rapporté notamment une texturation du TA6V et du TV15CA( $\beta$ ) sous le frottement avec un changement de phase  $\beta$  vers  $\alpha$ .

La deuxième contribution correspond quant à elle aux transferts de CuNiIn observées précédemment au MEB sous la forme d'une couronne latérale et oxydée. Il est surprenant de constater ici qu'aucune phase de type CuO, CuO<sub>2</sub>, NiO ou Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ne semble visible à cette échelle. Les analyses devront donc être approfondies pour déterminer l'état d'oxydation du cuivre et du nickel.

Finalement, la dernière contribution correspond à l'apparition d'une nouvelle phase dans le contact. Les pics mesurés semblent correspondre aux fiches JCPDS du TiO (77-2170) ou du TiN (87-0632). Ces deux composés ont la particularité d'avoir la même structure cristalline cubique à face centrée, de type osbornite (groupe d'espace Fm-3m), et des paramètres de maille voisins. De plus, l'oxygène et l'azote sont très proches au niveau de leur nuage électronique et il est difficile de différencier ces deux structures en DRX. Nous proposons de qualifier cette phase d'oxy-nitride de titane, de formule TiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>. Pour respecter la stœchiométrie du composé, il faudrait avoir  $y=1-x$  et  $x$  compris entre 0 et 1. Cependant, la diffraction aux rayons X ne permet pas de déterminer plus précisément les valeurs de  $x$  et  $y$ .

Le spectre des débris d'usure peut être indexé quasi intégralement avec les positions identifiées pour la structure TiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> et celles du CuNiIn avant frottement. Un pic large et peu intense est également observé à  $2\theta=55^\circ$ . Il pourrait être attribué à la phase rutile de l'oxyde de titane, TiO<sub>2</sub> (21-1276) (en raison d'un deuxième pic à  $2\theta=27^\circ$ , non visible sur la représentation de la Figure

4-3), liée à l'oxydation sur les bords de la trace. L'occurrence d'une telle phase a déjà été rapportée dans la littérature [Hager '04]. Le spectre des débris collectés pour le couple Ti17g/D180 est superposé sur le même graphe et paraît similaire au couple non lubrifié. Ce résultat est cohérent avec le mécanisme identifié au §3.2.1.1, qui stipule qu'après perte de lubrification, le couple Ti17g/D180 stabilise et se comporte comme le couple Ti17g/CuNiIn. Il est intéressant de constater que les pics de diffraction observés pour les trois types de débris sont larges, ce qui indique une structure cristalline fine. A partir de l'équation de Scherrer, la taille des cristallites peut être estimée à 10nm [Patterson '39].

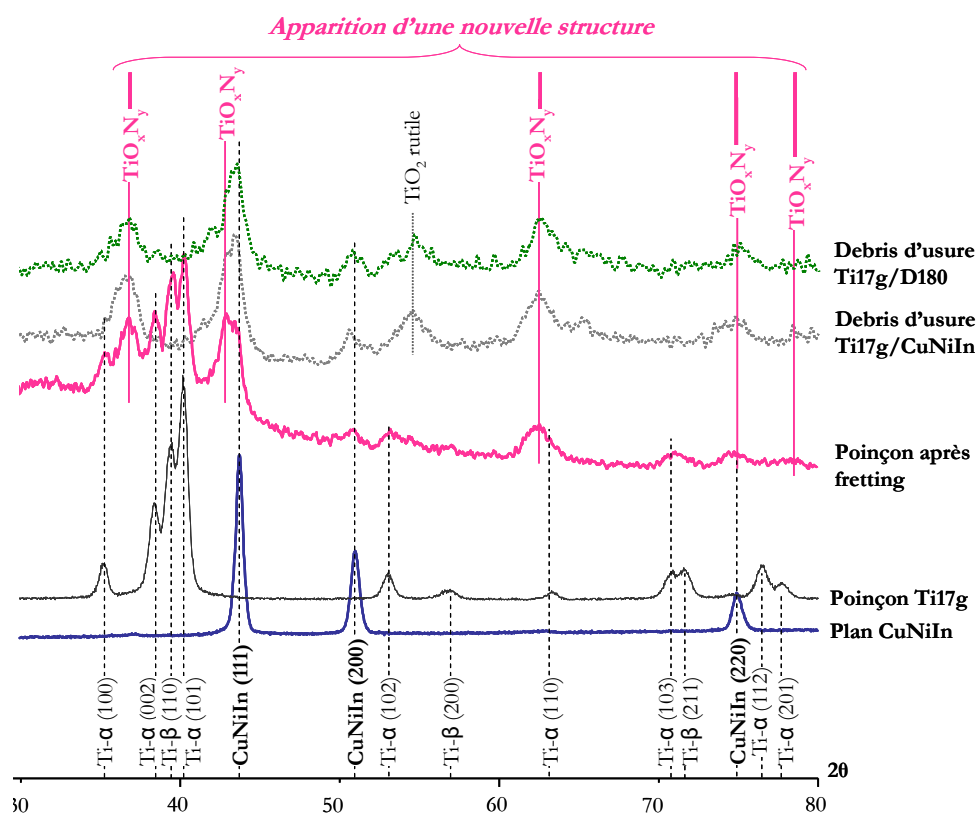
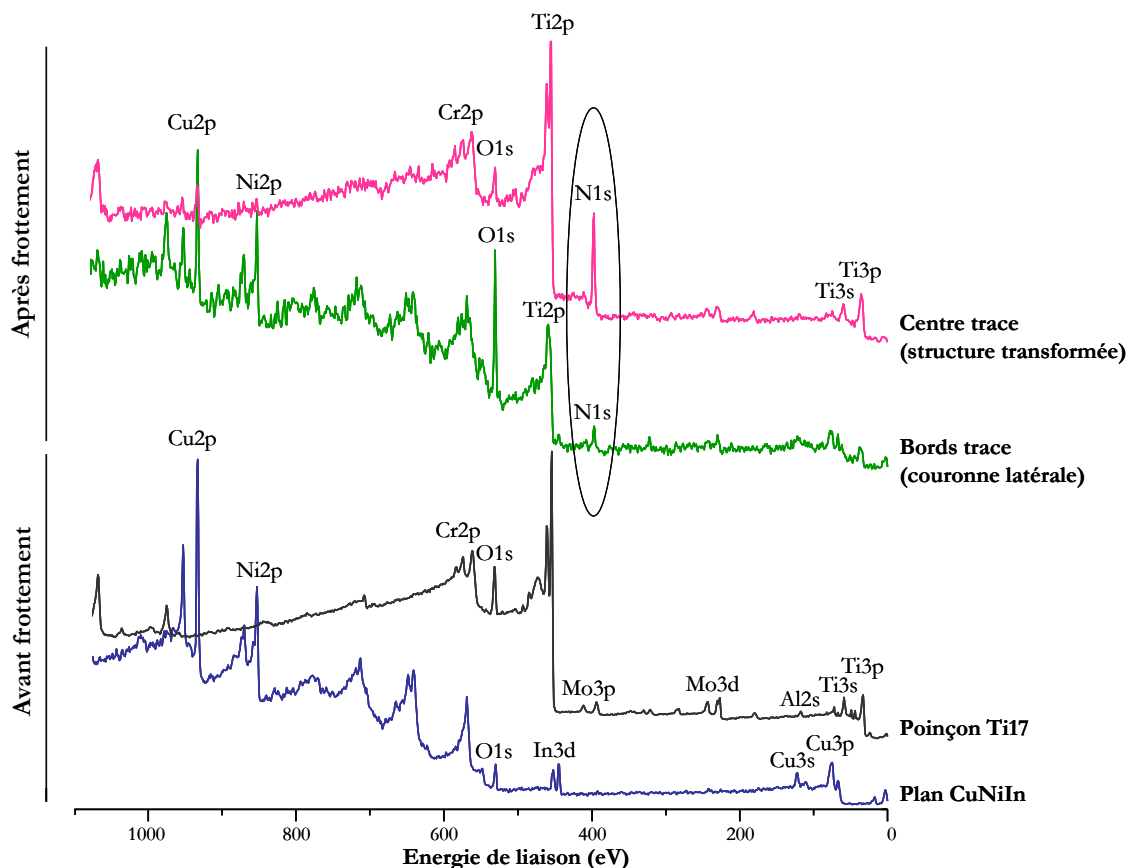


Figure 4-3 : Comparaison des spectres de diffraction mesurés avant et après un essai de fretting (Ti17g/CuNiIn,  $T=250^{\circ}\text{C}$ ,  $N=25000$  cycles,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ ,  $F_n=4000\text{N}$ ). Le spectre de débris collectés à partir d'un essai lubrifié est ajouté à titre de comparaison (Ti17g/D180,  $T=250^{\circ}\text{C}$ ,  $N=25000$  cycles,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ ,  $F_n=4000\text{N}$ ).

### 4.1.3 Analyses de surface

Pour avancer davantage dans l'identification de la nature de la couche transformée tribologiquement, plusieurs échantillons ont été analysés en spectroscopie photoélectronique X (XPS). Cette technique a été choisie pour sa sensibilité aux éléments légers tels que l'oxygène et l'azote, pour la taille de la zone d'analyse (adaptée aux dimensions des échantillons) et pour la possibilité de réaliser des profils en profondeur grâce au couplage avec l'abrasion ionique. Elle fournit des informations sur l'état chimique des matériaux à partir des premières monocouches atomiques de la surface et peut être utilisée en quantification relative avec toutefois une précision de l'ordre de 10%. Le paragraphe suivant présente les résultats obtenus sur des échantillons des

couples Ti17g/CuNiIn et Ti17g/D180, testés à 250°C et à 450°C après stabilisation du comportement. La Figure 4-4 montre une comparaison entre les scans généraux des échantillons avant et après essai.



**Figure 4-4 : Comparaison des scans généraux XPS des échantillons avant et après frottement dans les zones caractéristiques de la trace du poinçon. (Ti17g/CuNiIn, T=450°C, N=50000 cycles,  $\delta^* = \pm 162,5\mu\text{m}$ ,  $F_n = 3000\text{N}$ ).**

La taille de la sonde ( $r=650\mu\text{m}$ ) permet une localisation précise au niveau de la structure transformée au centre, ou bien au niveau de la couronne latérale ( $r=320\mu\text{m}$ ). Les spectres comparés ici correspondent à ceux mesurés sur le poinçon mais des résultats semblables ont été obtenus du côté du plan antagoniste. Une phase d'abrasion de 1000s sur toute la surface du poinçon a été effectuée afin de s'affranchir de la pollution des surfaces et de la couche d'oxydation native. Avant frottement, les compositions des matériaux initiaux sont retrouvées : Cu, Ni et In pour le plan et Ti et ses éléments d'alliage pour le poinçon. Après frottement, le centre de la trace est caractérisé par un pic d'azote très intense, couplé à un niveau d'oxydation aussi faible que celui du poinçon avant essai. Sur les bords, les éléments du revêtement de CuNiIn sont retrouvés et le spectre révèle une oxydation forte. Ces résultats confirment les analyses précédentes (MEB-EDX) et mettent en évidence la forte teneur en azote de la couche transformée. Le Tableau 4-2 compare les quantifications obtenues à partir des facteurs de sensibilité de Wagner avant et après la phase d'abrasion ionique. A titre de comparaison, un échantillon de TiN obtenu par compaction de poudres [Russias '05] a pu être analysé dans les

mêmes conditions. Ces analyses semi-quantitatives prouvent que la présence d'azote au centre de la trace est induite par le frottement. Il est également intéressant de constater que la proportion d'oxygène y est très faible. Cet aspect avait déjà été mis en évidence par Sauger [Sauger '00b] qui s'était penché sur le rôle joué par l'oxygène dans les mécanismes de formation de la TTS. En analysant en spectroscopie par perte d'énergie des lames minces prélevées dans des structures TTS formées en fretting sur du TA6V, Sauger avait ainsi prouvé que l'oxygène n'intervenait pas dans la structure. Il est important de rappeler qu'il ne s'était cependant pas penché sur le rôle de l'azote.

**Tableau 4-2: Quantification relative effectuée à partir des scans généraux XPS avant et après frottement (Ti17g/CuNiIn, T=450°C, N=50000 cycles,  $\delta^* = \pm 162,5\mu\text{m}$ ,  $F_n = 3000\text{N}$ ).**

Echantillon		Temps d'abrasion	Ti2p	O1s	N1s	Cu2p3	Ni2p3	In3d5
Avant frottement	Plan CuNiIn	0s	1%	64%	0%	23%	9%	4%
		1000s	1%	25%	0%	38%	31%	4%
	Poinçon Ti17g	0s	16%	83%	0%	0%	1%	0%
		1000s	<b>64%</b>	<b>36%</b>	<b>0%</b>	0%	0%	0%
	Référence TiN	0s	23%	51%	25%	0%	0%	0%
		1000s	41%	20%	39%	0%	0%	0%
Après frottement	Centre trace	0s	24%	61%	12%	3%	1%	0%
		1000s	<b>36%</b>	<b>21%</b>	<b>42%</b>	1%	0%	0%
	Bords trace	0s	8%	63%	9%	16%	3%	1%
		1000s	<b>21%</b>	<b>48%</b>	<b>10%</b>	9%	12%	1%

Afin d'identifier la nature des structures présentes, des acquisitions de spectres sont effectuées au centre et aux bords de la trace sur les fenêtres : Ti2p, O1s, N1s et Cu2p3, avant et après abrasion ionique. Avant abrasion, les spectres mesurés au centre de la trace et sur les bords présentent tous deux des pics caractéristiques d'une structure de type TiO<sub>2</sub>, oxyde naturellement présent à la surface des alliages de titane. Sur les bords, le satellite du pic du Cu autour de 945eV indique une oxydation du revêtement en une structure CuO. Après 1000s d'abrasion aux ions Ar<sup>+</sup>, l'oxydation superficielle des échantillons laisse place aux véritables structures formées pendant le frottement :

- Au centre de la trace (Figure 4-5), le titane est présent sous sa forme nitrurée (454.9eV), ce qui est cohérent avec le pic intense d'azote à 397eV. Le pic de l'oxygène diminue d'intensité et présente un léger décalage qui traduit une variation dans la nature des oxydes métalliques présents.

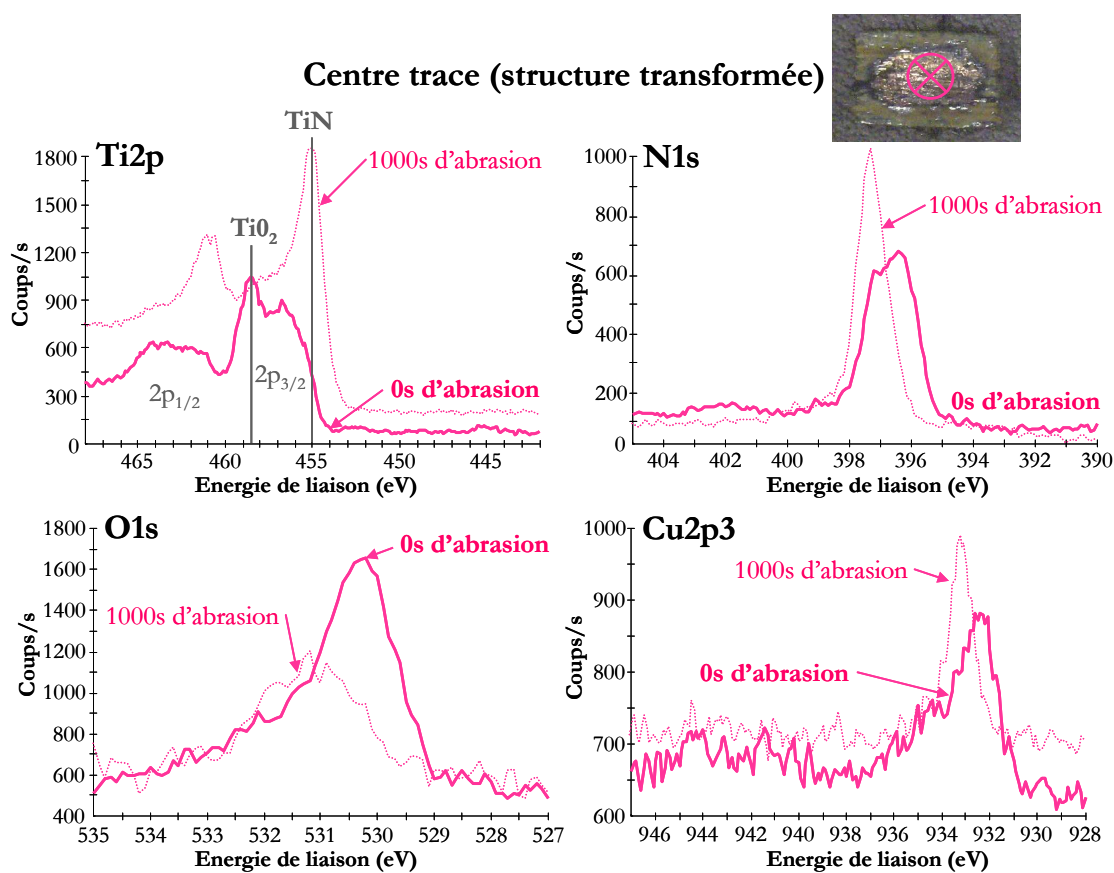


Figure 4-5 : Analyses XPS avant et après abrasion ionique au centre de la trace de fretting (Ti17g/CuNiIn, T=450°C, N=50000 cycles,  $\delta^* = \pm 162,5\mu\text{m}$ ,  $F_n = 3000\text{N}$ ).

- Aux bords de la trace (Figure 4-6), le titane présente un pic complexe qui indique la présence de plusieurs structures. Le pic principal est celui de l'oxyde de titane  $\text{TiO}_2$  et un léger pic  $\text{TiN}$  peut également être décelé. La présence d'un faible pic d'azote va également dans ce sens et il est important de préciser que la zone d'analyse sur les bords de la trace étant très petite (diamètre  $640\mu\text{m}$ ), la possibilité d'un léger débordement sur la zone centrale est à prendre en compte et pourrait expliquer la présence de nitrure de titane. Concernant le cuivre, le pic observé à  $932.8\text{eV}$  ne permet pas de discriminer l'état métallique de l'oxyde  $\text{CuO}_2$ .

Pour ne pas alourdir les figures, les fenêtres C1s du carbone ne sont pas représentées mais il est essentiel de préciser qu'aucun pic n'a pu être observé autour de la position de référence des carbures ( $282\text{eV}$ ).

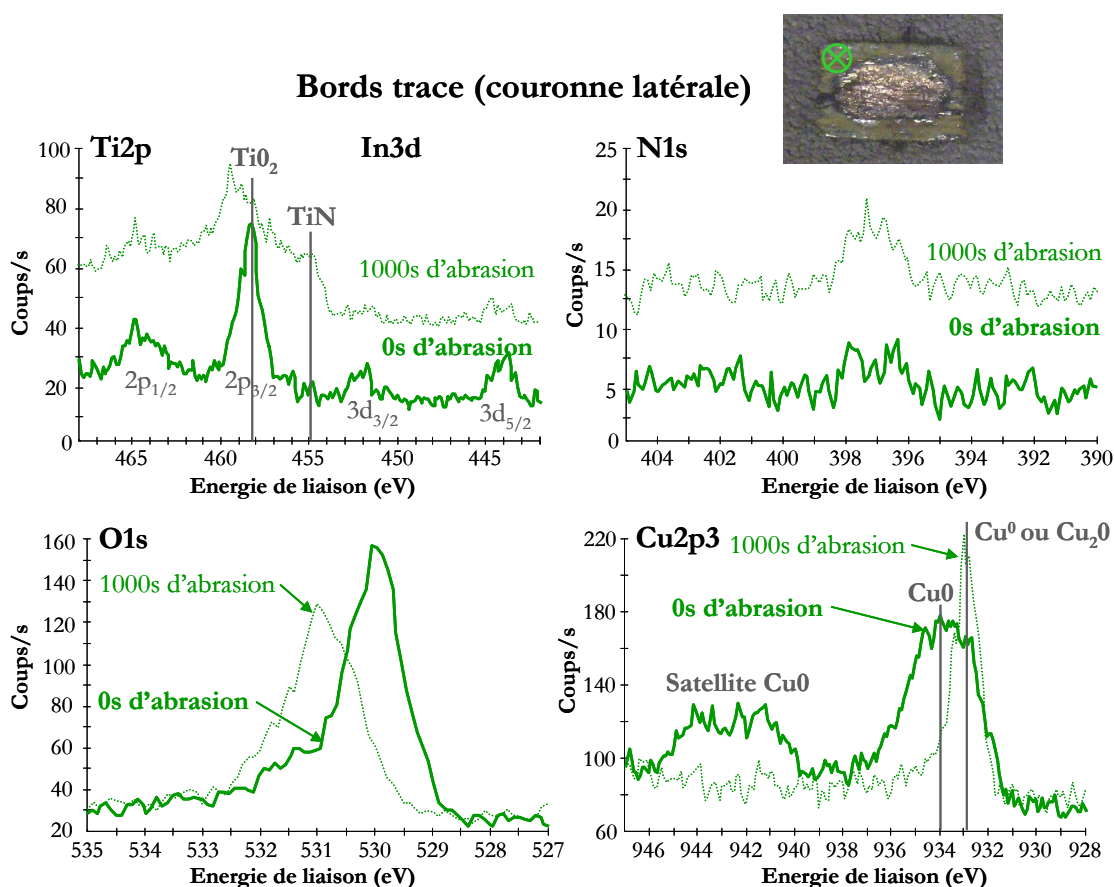


Figure 4-6 : Analyses XPS avant et après abrasion ionique aux bords de la trace de fretting (Ti17g/CuNiIn,  $T=450^{\circ}C$ ,  $N=50000$  cycles,  $\delta^*=\pm 162,5\mu m$ ,  $F_n=3000N$ ).

Pour mettre en évidence plus clairement la modification d'environnement chimique du titane dans la trace, les spectres sont décomposés en pics de Gauss pour chacune des structures identifiées. Sur la Figure 4-7 sont ainsi représentées dans la fenêtre Ti2p, les décompositions obtenues pour les analyses dans la trace et pour les échantillons de référence. Il ressort de cette analyse que la couche transformée au centre du poinçon présente une structure très proche de celle du TiN pur. La décomposition fait également apparaître différents types d'oxynitrides de titane, notés  $TiO_xN_y$  sans distinction étant donné la diversité des composés possibles existants. L'absence de pic à la position de référence du  $TiO_2$  confirme les résultats précédents. Sur les bords de la trace, la structure apparaît complexe et composé d'un mélange de  $TiO_2$ , de TiN et d'oxynitrides de titane.



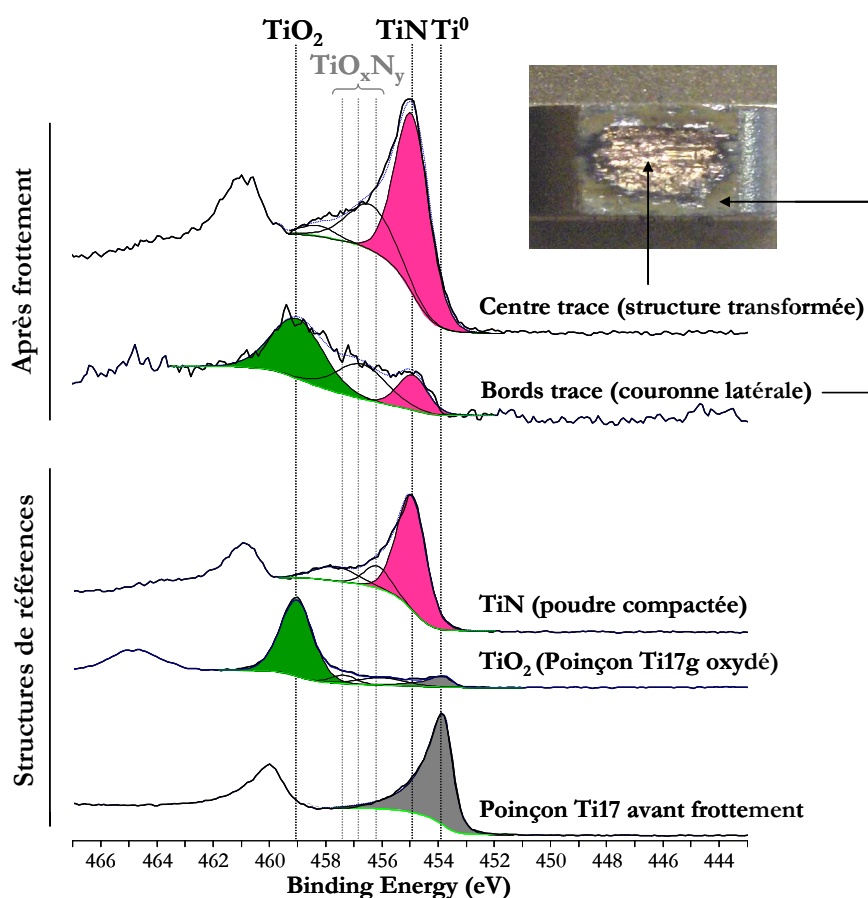


Figure 4-7 : Comparaison des déconvolutions des spectres XPS dans la fenêtre  $Ti2p$ .  
(Ti17g/CuNiIn,  $T=450^{\circ}C$ ,  $N=50000$  cycles,  $\delta^*=\pm 162,5\mu m$ ,  $F_n=3000N$ ).

Finalement, afin de caractériser l'évolution de la structure sous la surface, un profil XPS est réalisé en couplant des phases d'abrasion ionique et des phases d'acquisition de spectres (Figure 4-8). L'absence de données sur la vitesse d'abrasion de la structure empêche l'estimation de la profondeur analysée. En se basant sur l'acier 100C6 dont la vitesse d'abrasion dans les mêmes conditions est de  $1\text{\AA}\cdot s^{-1}$ , la profondeur atteinte après 3600s est estimé à  $0,4\mu m$ . Les quantifications relatives effectuées à chaque étape permettent de tracer l'évolution de la composition de la couche de transfert dans l'épaisseur. Le rapport Ti/N paraît alors proche de 1 pendant les premières 500s d'abrasion puis semble diminuer légèrement. Ce résultat confirme ainsi la présence d'une structure de type  $TiO_xN_y$ , très riche en azote et pauvre en oxygène dans les premiers 500nm sous la surface. La précision des analyses semi-quantitatives à l'XPS n'est cependant pas suffisante pour conclure sur l'existence d'un éventuel gradient de concentration en azote.

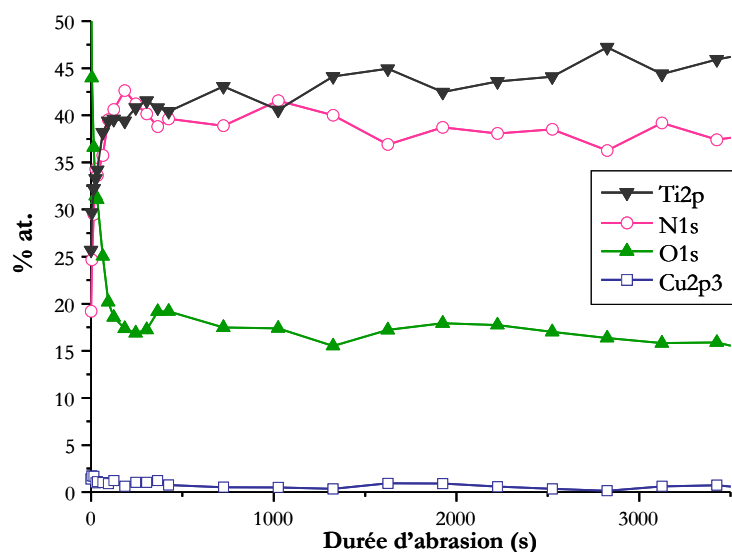
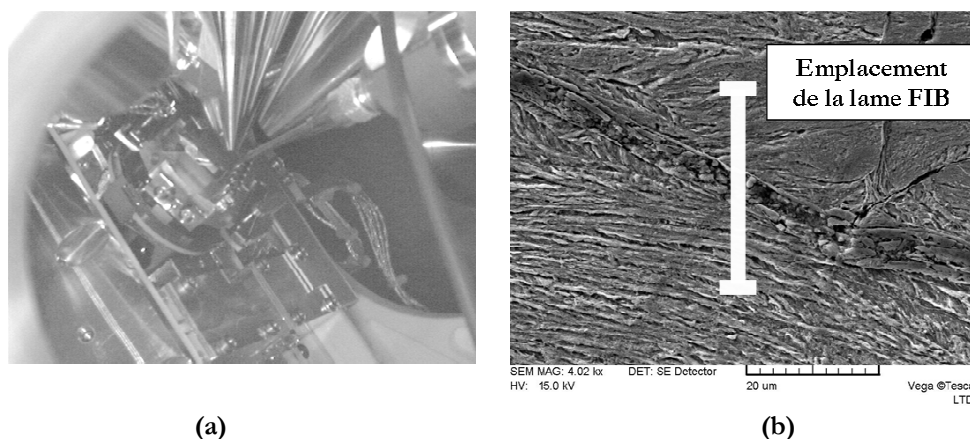
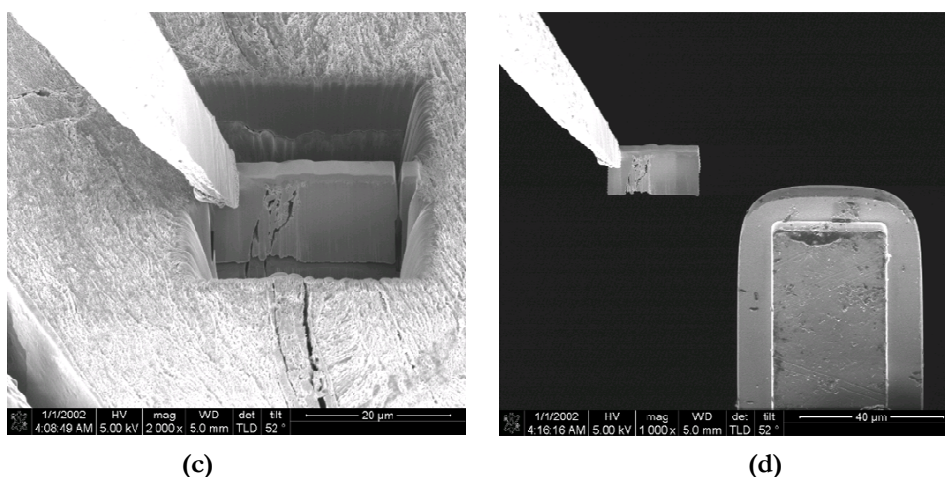


Figure 4-8 : Profil XPS réalisé au centre du poinçon dans la structure transformée.

#### 4.1.4 Analyses en profondeur

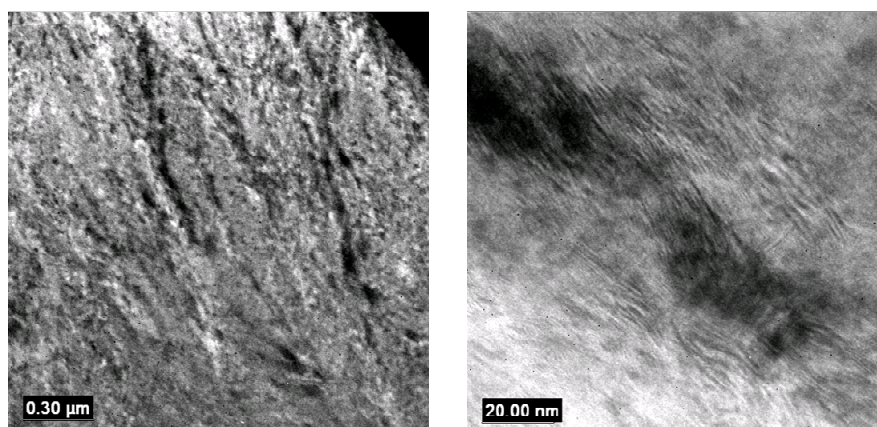
Afin d'observer et d'analyser la TTS en profondeur sous la surface de contact, une lame mince a été prélevée par **usinage de précision par faisceau ionique (*Focused Ion Beam, FIB*)** dans un poinçon usé. Cette technique a pu être réalisée à Grenoble avec l'aide de la société SERMA Technology. Une coupe transverse métallographique classique a tout d'abord été effectuée au centre de l'échantillon choisi pour le prélèvement (Ti17/D180,  $T=250^{\circ}\text{C}$ ,  $F_n=4000\text{N}$ ,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ ,  $N=25000$  cycles, déjà présentée Figure 3-25). L'emplacement choisi pour le prélèvement de la lame se situe  $50\mu\text{m}$  sous la surface du poinçon, sur une fissure visible dans la TTS (Figure 4-9). Cette localisation est stratégique puisqu'elle permet de visualiser des débris issus d'une fracturation interne de la TTS et qui n'ont donc jamais été en contact avec le reste du système, et notamment l'environnement. La lame obtenue mesure  $20\mu\text{m} \times 12\mu\text{m}$  et est amincie ioniquement pour être observable en Microscopie Electronique à Transmission (MET).





**Figure 4-9 : Procédé de prélèvement de la lame FIB. a) Vue de la chambre du MEB-FIB instrumenté, b) Choix de l'emplacement (cf. Figure 3-25 pour une vue plus globale), c) Usinage FIB et extraction de la lame, d) Dépôt de la lame sur une grille MET. (Ti17g/D180, T=250°C, Fn=4000N,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ , N=25000cycles).**

Les observations effectuées en imagerie MET classique (Figure 4-10) traduisent une structure cristalline très perturbée, présentant beaucoup de traces de déformation, et proche de ce qui avait été rapporté par Sauger dans sa thèse dans le cas de la TTS du TA6V formée en fretting à 20°C. L'imagerie Haute Résolution (HRTEM) permet de distinguer les plans cristallographiques et d'estimer la taille des grains. La Figure 4-11 présente quelques micrographes obtenus où les plans atomiques sont visibles. A partir de leur observation, le diamètre des grains est estimé inférieur à 10nm. Des transformées de Fourier sont effectuées sur les zones d'apparence homogène et les figures obtenues évoquent des structures hexagonales ou cubiques, caractéristiques du  $\text{TiO}_2$  et du TiN respectivement. Ces méthodes ne sont toutefois pas suffisamment fiables pour identifier une structure, notamment lorsqu'il n'est pas possible de connaître le nombre de grains empilés dans l'épaisseur de la lame et donc traversés par le faisceau. Les analyses sont donc poursuivies sur un MET équipé d'un système de spectroscopie de perte d'énergie des électrons transmis (*Electron Energy Loss Spectroscopy*, EELS). Cette technique offre une grande sensibilité aux éléments légers tels que l'oxygène ou l'azote et présente une bonne résolution analytique.



**Figure 4-10 : Images MET de la lame FIB prélevée dans la TTS du poinçon en Ti17.**



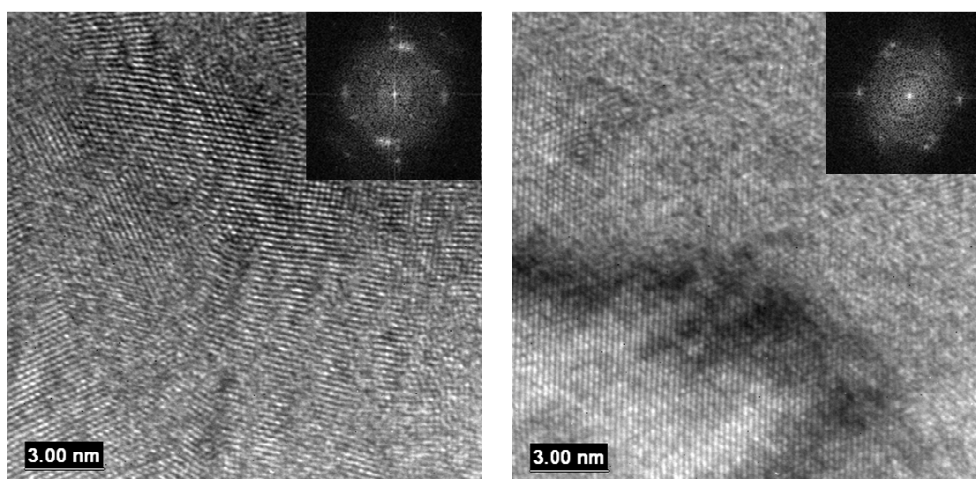


Figure 4-11 : Images MET en Haute Résolution (HRTEM) de la lame FIB prélevée dans la TTS du poinçon en Ti17. Dans le coin supérieur droit apparaissent les transformées de Fourier des zones observées.

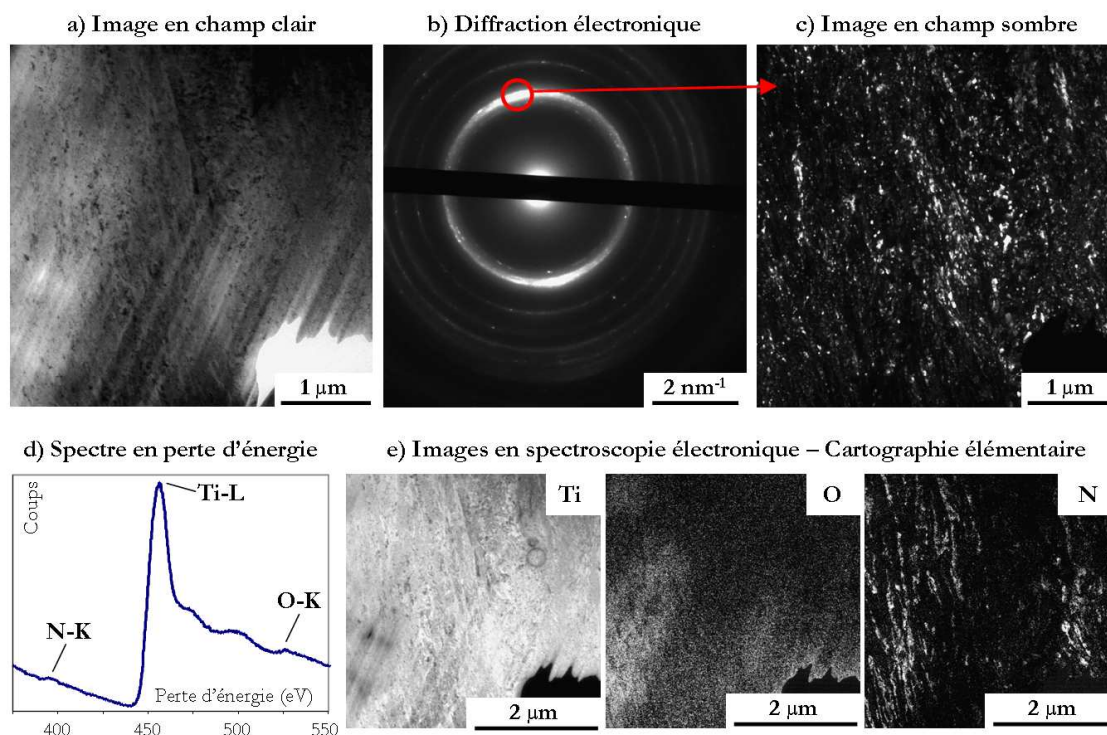


Figure 4-12 : Observation au MET filtré en énergie de la lame prélevée dans le poinçon en Ti17. (Nota : Sur les cartographies, le blanc indique une détection de l'élément, le noir une absence de détection).

La Figure 4-12 présente une analyse complète en perte d'énergie conduite dans une zone représentative au centre de la lame. L'image en champ clair (a) illustre la structure de la TTS, le trou visible en bas à droite de l'image est dû à l'amincissement ionique. Le cliché de diffraction électronique (b) révèle une structure nanocristalline présentant une légère orientation préférentielle, visible sur l'image en champ sombre (c) réalisée à partir du point le plus intense de l'anneau. La taille des nano-cristaux ainsi mis en évidence ne dépasse pas quelques dizaines de

$\mu\text{m}$ . Le spectre en perte d'énergie (d) enregistré sur l'intervalle [375eV, 550eV] permet de distinguer la présence de titane, d'oxygène et d'azote. Le MET filtré en énergie (EFTEM) peut également être utilisé pour générer des images illustrant la répartition d'un élément (*Electron Spectroscopic Images*, ESI). Pour un pic donné du spectre de perte d'énergie, ce mode d'imagerie chimique consiste à acquérir de deux images filtrées en énergie avant le pic (pour la soustraction du fond) et une à l'énergie considérée. Les cartographies spectroscopiques obtenues (e) sont particulièrement adaptées à notre étude puisqu'elles permettent de distinguer les emplacements de l'azote de l'oxygène. Sur cette zone d'analyse, des lamelles riches en azote apparaissent clairement alors que le titane semble réparti de façon homogène. L'oxygène ne présente pas de concentration particulière et sa présence semble davantage liée aux zones les plus fines de la lame pour lesquelles l'oxydation est plus importante.

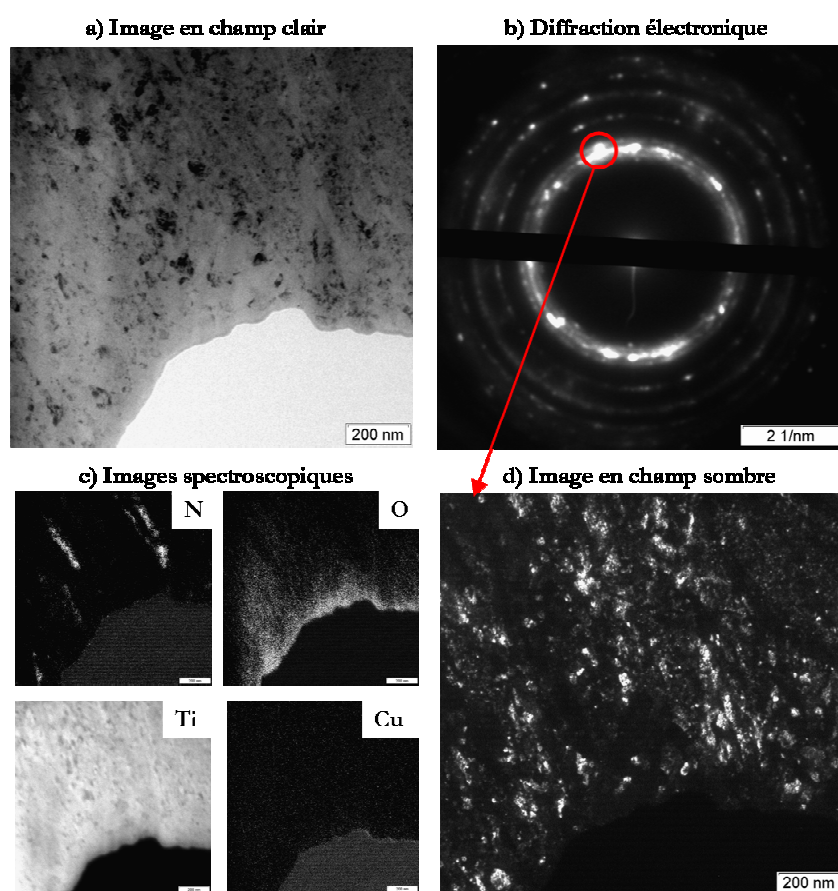


Figure 4-13 : Observation au MET filtré en énergie de la lame prélevée dans le poinçon en Ti17.

Ce même type d'analyse est réitéré sur différentes zones de la lame où l'on retrouve les mêmes résultats (Figure 4-13) : mise en évidence d'une structure nanocristalline orientée, distribution homogène de titane, absence d'oxygène et de cuivre, présence de lamelles riches en azote et qui semblent toujours parallèles à la direction principale. La lame FIB ayant été prélevée dans une coupe transverse, il n'est pas possible de comparer cette direction à celle du fretting. La Figure 4-14 présente les résultats d'une analyse similaire menée dans la zone de fissure située au centre

de la lame. Cette zone comprend de nombreux débris issus de la fragmentation de la TTS. Les cartographies ESI indiquent une très forte présence d'azote dans les débris qui ne semblent pas oxydés. Nous pouvons alors proposer l'hypothèse que les débris seraient issus d'une fracturation de la TTS au niveau des lamelles riches en azote, et donc fortement nitrurés.

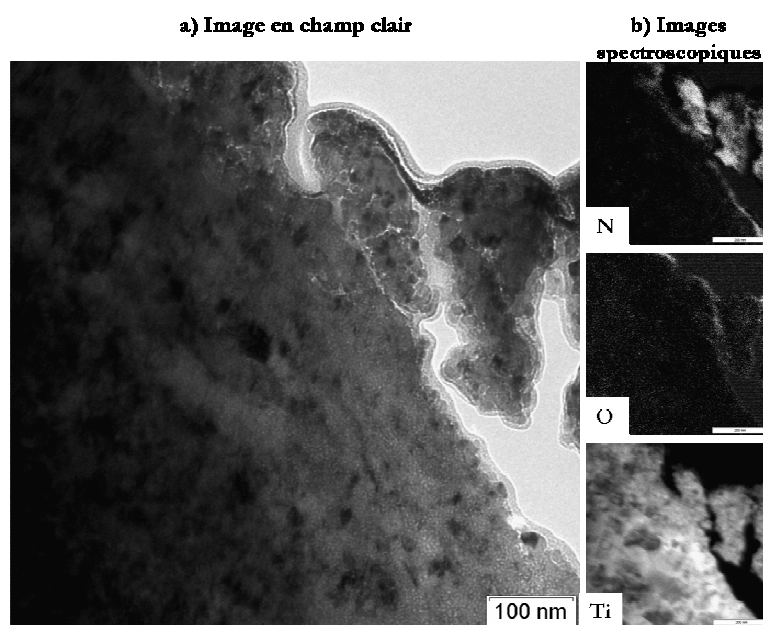


Figure 4-14 : Observation au MET filtré en énergie de la zone de fracturation interne de la TTS (lame FIB).

#### 4.1.5 Analyses des débris d'usure

Pour être analysés également en Microscopie Electronique à Transmission, les débris d'usure sont dispersés dans de l'éthanol et déposés sur une grille de microscopie. L'observation des débris collectés durant un essai à 250°C (Ti17g/CuNiIn, N=25000 cycles) indique que ceux-ci sont constitués d'agglomérats de particules de 100 à 800nm de diamètre. Chaque agglomérat semble se composer de nombreuses petites entités sphériques d'une dizaine de nm. Les clichés de diffraction présentent des anneaux diffus, indiquant une structure polycristalline constituée de grains de faible taille. Des analyses EDX réalisées sur différents agglomérats permettent de dissocier deux types de débris, plus ou moins concentrés en Cu, et qui pourraient provenir des deux zones caractéristiques de l'interface. L'EDX n'étant pas adapté à la détection de l'oxygène et de l'azote, les débris sont analysés en perte d'énergie. Cette technique confirme la coexistence de débris nitrurés et oxydés. Sur la Figure 4-15, ces deux types de débris sont présents au sein du même agglomérat. Même si le cuivre et le nickel ne semblent pas intervenir dans la structure, il est intéressant de remarquer l'existence d'une petite zone au centre de l'agglomérat, d'environ 10nm de diamètre, pour laquelle une concentration plus importante de cuivre ainsi qu'une diminution de la présence de titane peuvent être détectées. Ceci pourrait constituer un troisième type de débris.



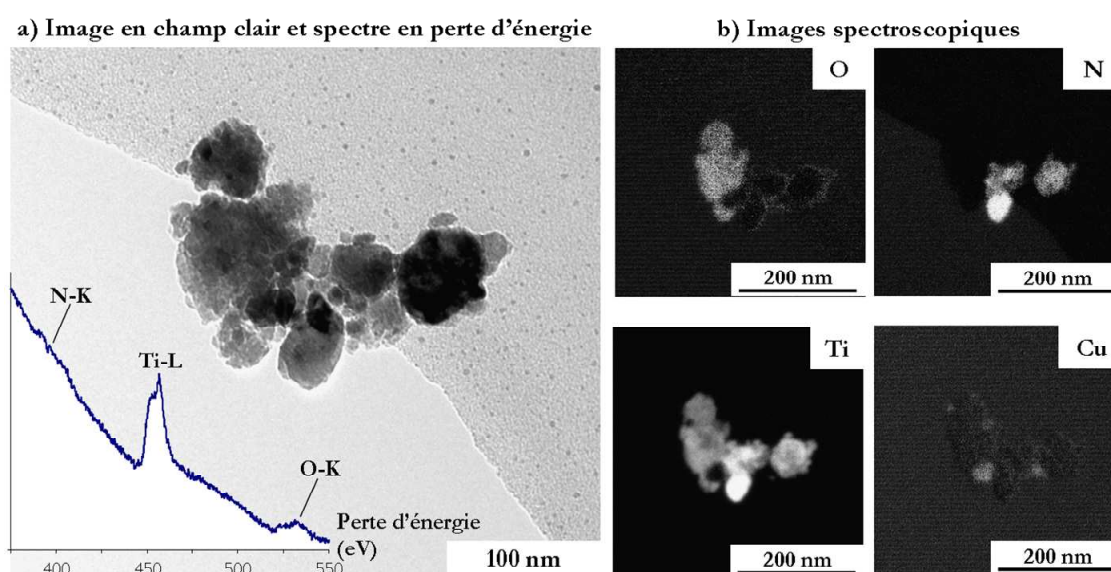


Figure 4-15 : Observation au MET filtré en énergie de débris d'usure collectés pendant un essai de fretting. La figure illustre la coexistence de trois types de débris : nitrurés (à droite), oxydés (à gauche) et riches en cuivre (petite zone centrale) (Ti17g/CuNiIn, T=250°C, F<sub>n</sub>=4000N, δ\*=±150μm, N=25000cycles).

#### 4.1.6 Synthèse des observations et analyses effectuées

Les nombreuses analyses effectuées (MEB+EDX, DRX, XPS et MET+EELS) sur les couples Ti17g/CuNiIn et Ti17g/D180 testés en fretting sous forte charge normale ont permis de mettre en évidence l'importance du rôle joué par les gaz atmosphériques, et notamment l'azote, dans la transformation tribologique superficielle des alliages de titane. En accord avec l'ensemble des analyses effectuées, il semble que le centre du contact réagisse sous le frottement avec l'azote de l'air pour former une structure transformée et nitrurée, dont les caractéristiques principales ont pu être mises en évidence :

- **Structure nanocristalline** et présentant une **légère orientation préférentielle**,
- Apparition d'une **nouvelle phase**, de cristallographie **cubique à face centrée**, et de formule générale **TiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>**,
- En surface, structure de type **nitride de titane (TiN)** quasi pur, stable sur les premiers 0.5μm,
- A 50μm sous la surface, présence de lamelles riches en azote dans une matrice qui s'apparente à la phase α du titane (hexagonal),
- **Débris nanocristallins** sous forme de particules sphériques très fines (dizaine de nm) regroupées en agglomérats. L'analyse globale révèle une **structure cristallographique identique à la TTS (TiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>, cubique face centrés)**. Coexistence également de deux autres types de débris : oxydes de titane et particules de CuNiIn.
- **Dureté 2 à 3 fois plus élevée que le matériau initial**, sans gradient apparent (d'après les mesures de micro et nanodureté présentées au §3.2.2.3)

Ainsi, nos analyses ont permis de mettre en évidence deux mécanismes surprenants et rarement rapportés en fretting :

- la pénétration de l'azote au centre de l'interface de contact,
- la nitruration du titane sous le frottement.

L'occurrence de ces phénomènes repose sur la particularité des conditions des sollicitations et de la géométrie du contact étudié.

## 4.2 Mécanismes et conditions de formation de la TTS

Après avoir identifié les structures formées tribologiquement dans un cas particulier de chargement, il s'agit dans un deuxième temps d'évaluer leurs conditions de formation, et en particulier à l'influence des différents paramètres expérimentaux.

### 4.2.1 Influence du revêtement

Afin d'évaluer l'influence du revêtement de CuNiIn sur la transformation tribologique du Ti17, des échantillons usés issus d'essais non revêtus Ti17g/Ti6242g ont été testés dans des conditions identiques aux précédentes (domaine stabilisé, forte charge normale, température élevée...).

La Figure 4-16 présente la synthèse de l'analyse en DRX. Trois phénomènes majeurs sont retrouvés :

- l'apparition de la nouvelle phase, notée  $TiO_xN_y$ , aux mêmes angles de diffraction,
- la présence d'un pic large et peu intense à  $54^\circ$ , semblable à celui observé pour le couple revêtu, et attribué à une structure de type rutile  $TiO_2$  nanocristalline ou amorphe,
- la disparition, ou l'atténuation des pics associés à la phase  $\beta$  de l'alliage de titane.

L'apparition de la nouvelle phase, notée  $TiO_xN_y$ , indique que **le mécanisme de transformation tribologique superficielle du Ti17 ne dépend pas de l'antagoniste**. La nature de la TTS est la même pour les trois couples : Ti17g/Ti6242g, Ti17g/CuNiIn ou Ti17g/D180.

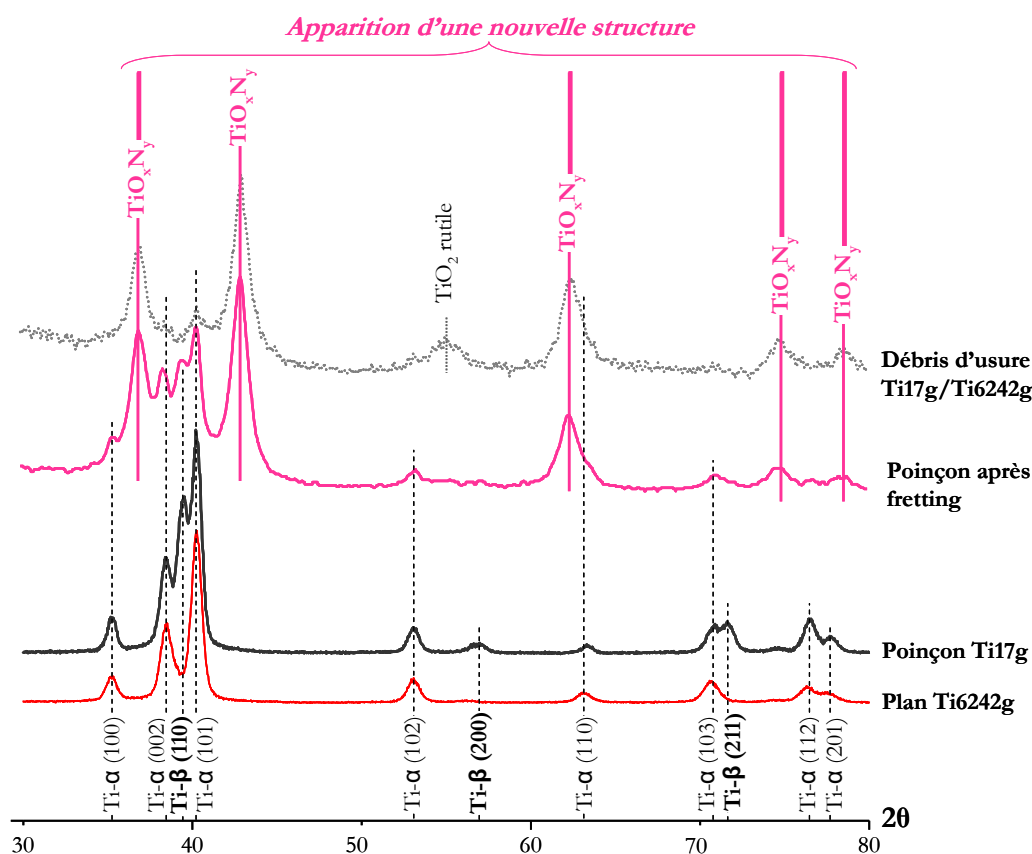


Figure 4-16 : Comparaison des spectres de diffraction mesurés avant et après un essai de fretting pour un couple non revêtu (Ti17g/Ti6242g, T=250°C, N=25000 cycles,  $\delta^* = \pm 150\mu\text{m}$ ,  $F_n = 4000\text{N}$ ).

### 4.2.2 Influence de la température

La similarité des comportements à 250°C et 450°C a déjà été mise en évidence précédemment. Pour évaluer l'influence de la température sur la nature de la TTS, un échantillon testé à 20°C a été analysé par XPS. Les spectres obtenus, à 0s et 1000s d'abrasion, indiquent une forte teneur en azote dans la TTS. Le Tableau 4-3 compare les analyses semi-quantitatives effectuées à partir des scans généraux après 1000s d'abrasion. Nous pouvons ainsi en déduire que **la transformation tribologique du Ti17 est indépendante de la température dans la gamme [20°C, 450°C]**.

Tableau 4-3: Comparaison des quantifications relatives effectuées à partir des scans généraux XPS dans la TTS pour deux échantillons Ti17g/CuNiIn testés à des températures différentes.

Température	Fn (N)	$\delta$ ( $\mu\text{m}$ )	N (cycles)	Temps d'abrasion	Ti2p	O1s	N1s	Cu2p3
20°C	3000	$\pm 150$	50000	1000s	31%	32%	36%	1%
450°C	3000	$\pm 162.5$	50000	1000s	34%	20%	45%	1%

### 4.2.3 Influence de la force normale

L'étude des paramètres de fretting, couplée à l'observation des traces, a permis de mettre en évidence au Chapitre 3 l'influence du chargement normal sur les mécanismes d'endommagement.

Pour une force normale inférieure à 1200N, les observations microscopiques indiquent notamment une oxydation globale des traces et l'absence de transformation tribologique visible. Pour avancer dans la compréhension des mécanismes à faibles charges et pour évaluer le rôle de l'azote, des échantillons testés à 300N ont été analysés en DRX et XPS.

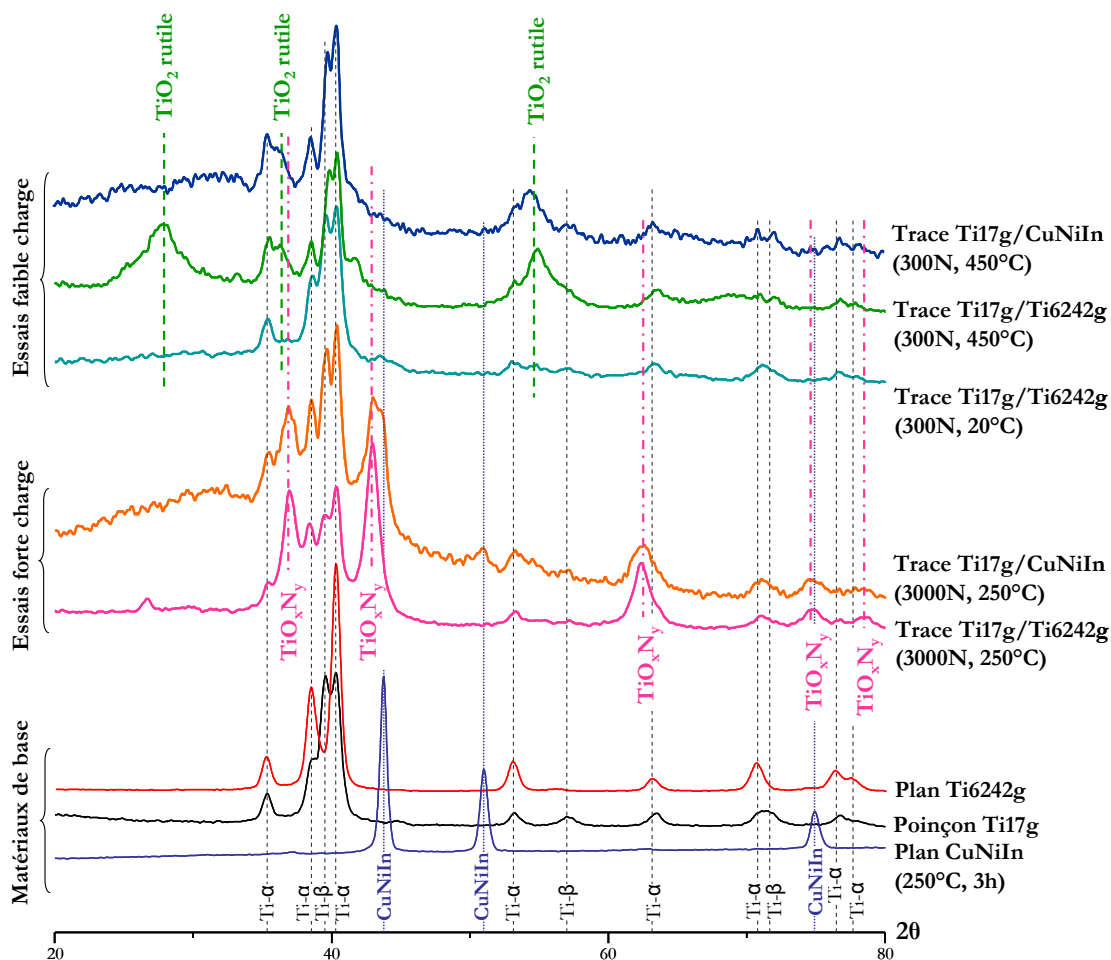


Figure 4-17 : Comparaison des spectres DRX des matériaux initiaux et de la TTS selon les paramètres des essais.

Sur la Figure 4-17 sont rassemblés les spectres DRX obtenus pour les matériaux vierges avant essai, pour des poinçons usés sous forte charge et pour des poinçons usés sous faible charge. Il est alors intéressant de constater l'absence de pics de la structure  $TiO_xN_y$  dans les spectres à 300N. Le cas du couple Ti17g/Ti6242g à 20°C semble pouvoir être totalement indexé à partir des structures des matériaux de base. On précise cependant que la trace d'usure produite présentait une importante couche de débris, de couleur blanc/jaune, faiblement cohésive et qui n'a pas pu être conservée pendant la mesure de diffraction. Malgré le faible angle d'incidence, la contribution de la trace est donc sans doute trop faible pour être dissociée de la structure du substrat. A 450°C, le troisième corps, plus épais et compact, a pu être analysé et des pics situés à  $2\theta=27.8^\circ$ ,  $36.4^\circ$  et  $54.9^\circ$  apparaissent. Leur position correspond à la structure de la rutile (structure tétragonale), de formule  $TiO_2$ , oxyde stable naturellement formé par le titane à l'air.

Pour le couple Ti17g/CuNiIn à 450°C, les pics identifiés correspondent aux matériaux de base. Seul un pic supplémentaire est observé à  $2\theta=54,8^\circ$ , ce qui concorderait avec la présence de rutile. Cependant, le pic théoriquement le plus intense (110) situé entre  $27$  et  $28^\circ$ , n'est pas détecté.

Pour poursuivre l'identification des structures, une analyse superficielle a été conduite en XPS sur un échantillon testé à 300N pendant 50000 cycles à 250°C (Ti17g/CuNiIn). La Figure 4-18 présente les fenêtres XPS Ti2p, N1s, O1s, C1s, Cu2p et Ni2p mesurées avant et après abrasion ionique.

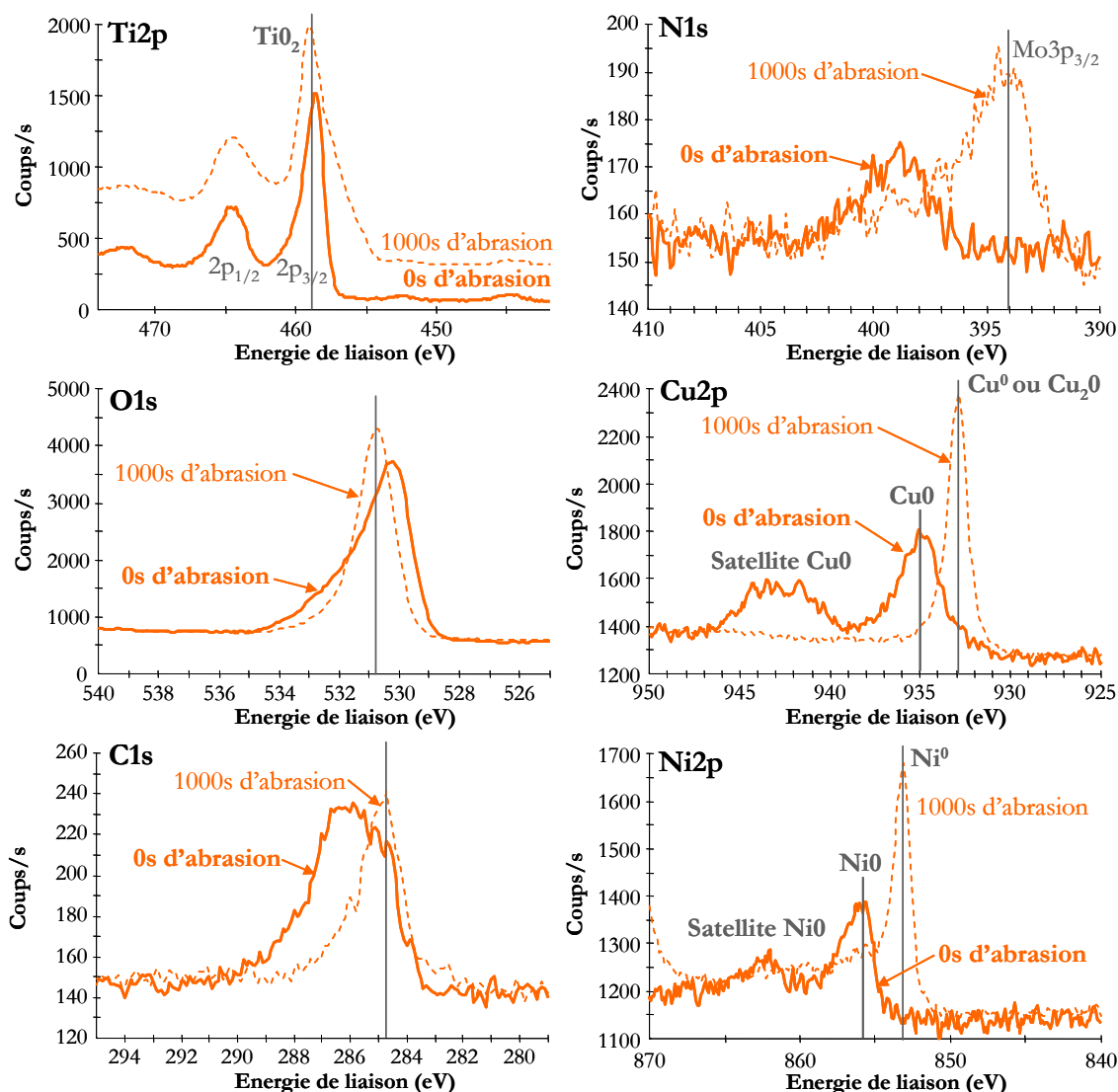
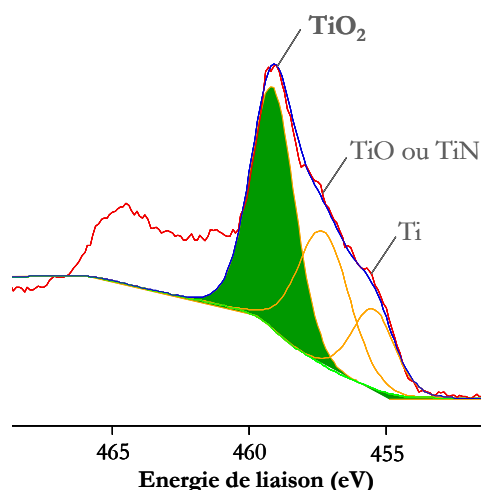


Figure 4-18 : Analyses XPS avant et après abrasion ionique au centre de la trace de fretting pour un essai à faible charge normale (Ti17g/CuNiIn,  $T=250^\circ C$ ,  $N=50000$  cycles,  $\delta^*=\pm 150\mu m$ ,  $F_n=300N$ ).

Avant abrasion, la surface de la trace paraît fortement oxydée et on note la présence des spectres caractéristiques des oxydes  $TiO_2$ ,  $CuO$  et  $NiO$ . Après 1000s d'abrasion, la couche native d'oxyde est éliminée et la couche formée pendant le frottement peut être analysée : pic d'oxygène fin et

très intense, pic de N1s très faible dévoilant un léger pic de Mo à 394eV\*. La présence de C est liée à la contamination et aucun pic de carbure (292eV) ne peut être détecté. Le nickel et le cuivre semblent se trouver sous forme métallique, non oxydés (sauf peut-être la structure CuO<sub>2</sub> qu'il n'est pas possible de différencier de Cu<sup>0</sup> à l'XPS) et le titane présente un spectre à forte dominance TiO<sub>2</sub> avec un léger épaulement visible vers 455-454eV (TiN, TiO ou Ti<sup>0</sup>). De la même façon que pour le cas des fortes charges normales, le spectre est décomposé dans la fenêtre Ti2p et fait apparaître une structure essentiellement oxydée avec une faible proportion d'oxynitrides et de titane métallique (Figure 4-19).



**Figure 4-19 : Décomposition de la fenêtre Ti2p (1000s d'abrasion) pour un essai à faible charge normale, mettant en évidence la présence de TiO<sub>2</sub> dans la structure. (Ti17g/Ti6242g, T=20°C, N=50000 cycles,  $\delta^* = \pm 150\mu\text{m}$ , F<sub>n</sub>=760N).**

A partir de cette identification de la structure formée tribologiquement à faibles charges, la présence d'azote est recherchée dans les traces pour des valeurs croissantes de force normale. La Figure 4-20 présente la superposition des scans généraux obtenus dans le cas du couple Ti17g/CuNiIn à 20°C. A partir de ces spectres, une analyse semi-quantitative après 1000s d'abrasion est effectuée et synthétisée dans le Tableau 4-4. Il est très intéressant de constater que la présence d'azote et l'absence de Cu sont corrélées. En effet, le résultat est cohérent avec les mécanismes identifiés au Chapitre 3 : à forte charge normale, lorsque la TTS se forme et se nitrure au centre du contact, la trace devient fortement inhomogène avec une couronne latérale oxydée et riche en cuivre et des contacts métalliques au centre. Il n'y a donc jamais de Cu là où le TiN se forme.

\* Le molybdène (Mo) est un élément d'alliage du Ti17 à 4%. Le pic Mo3p<sub>3/2</sub> visible sur ce spectre car aucun pic lié à l'azote ne vient le masquer.



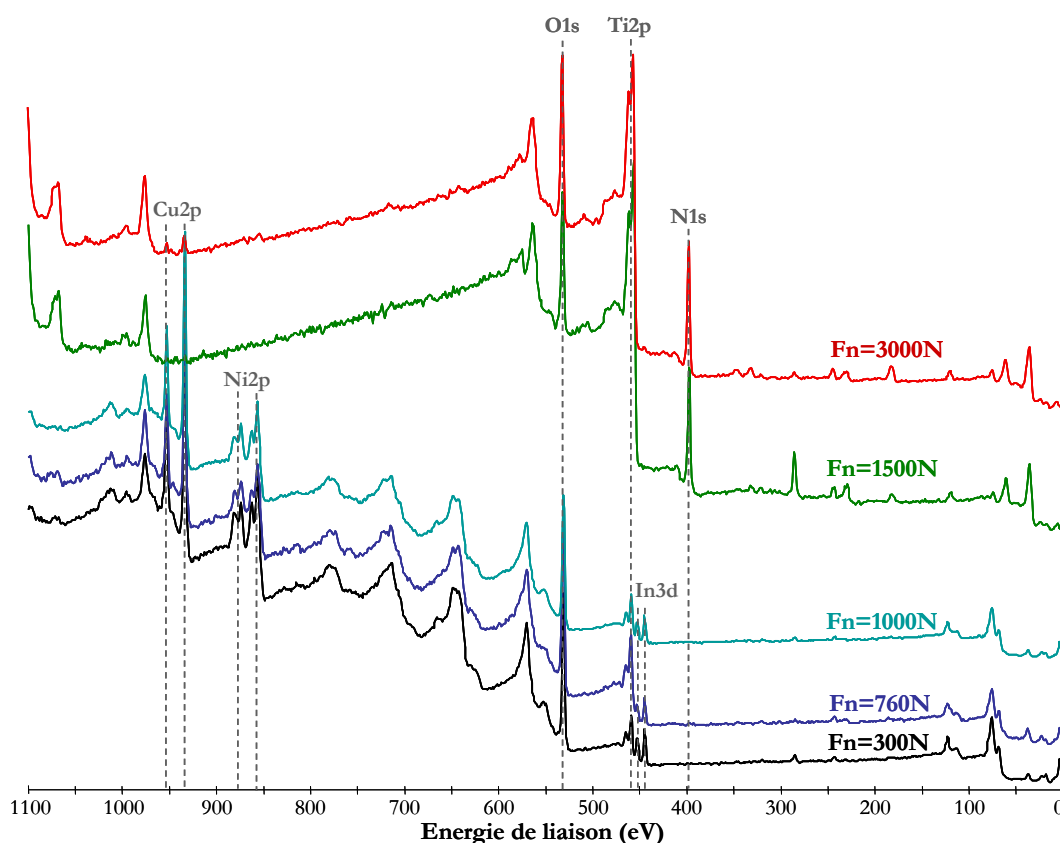


Figure 4-20 : Comparaison des scans généraux XPS (1000s d'abrasion) pour des valeurs croissantes de force normale. (Ti17g/CuNiIn, T=20°C, N=50000 cycles,  $\delta^* = \pm 150\mu\text{m}$ ).

Tableau 4-4 : Comparaison des proportions relatives des essais à différentes valeurs de force normale.

Température	Fn (N)	$\delta$ ( $\mu\text{m}$ )	N (cycles)	Temps d'abrasion	Ti2p	O1s	N1s	Cu2p3
20°C	300	$\pm 150$	50000	1000s	8%	65%	1%	26%
20°C	760	$\pm 150$	50000	1000s	14%	65%	3%	18%
20°C	1000	$\pm 150$	50000	1000s	9%	64%	1%	26%
20°C	1500	$\pm 150$	50000	1000s	33%	31%	35%	0%
20°C	3000	$\pm 150$	50000	1000s	31%	32%	36%	1%

La Figure 4-21 présente un tracé simplifié rapporté aux éléments Ti, N et Cu afin de mettre en évidence le changement brutal de comportement tribologique du système. Les pressions moyennes dans le contact (calculées par éléments finis au §2.2.3) sont précisées en abscisses. Ce graphique est essentiel car il met en évidence l'existence d'un seuil en pression de contact entre deux mécanismes tribologiques.

Une étude similaire a été conduite dans le cas du contact non revêtu (Ti17g/Ti6242) et pour deux températures d'essais (20°C et à 450°C). Dans les deux cas, des graphes identiques ont pu être tracés et ont présenté une inversion brutale du comportement pour la même valeur de force normale (1200N). Ce résultat est très important puisqu'il prouve que la **transformation tribologique du Ti17 (TTS) ne se produit qu'à partir d'une valeur seuil de chargement normal** (environ 80MPa de pression moyenne, ce qui correspond à 60MPa de pression centrale

et 335MPa de pression maximale au niveau des pics latéraux). La question se pose maintenant de savoir si ce seuil ne dépend que de la pression de contact ou s'il dépend de variables plus globales telles que l'énergie dissipée totale, l'énergie dissipée par cycle, le taux de cisaillement local... Pour avancer dans cette discussion, l'influence du débattement tangentiel est également étudiée.

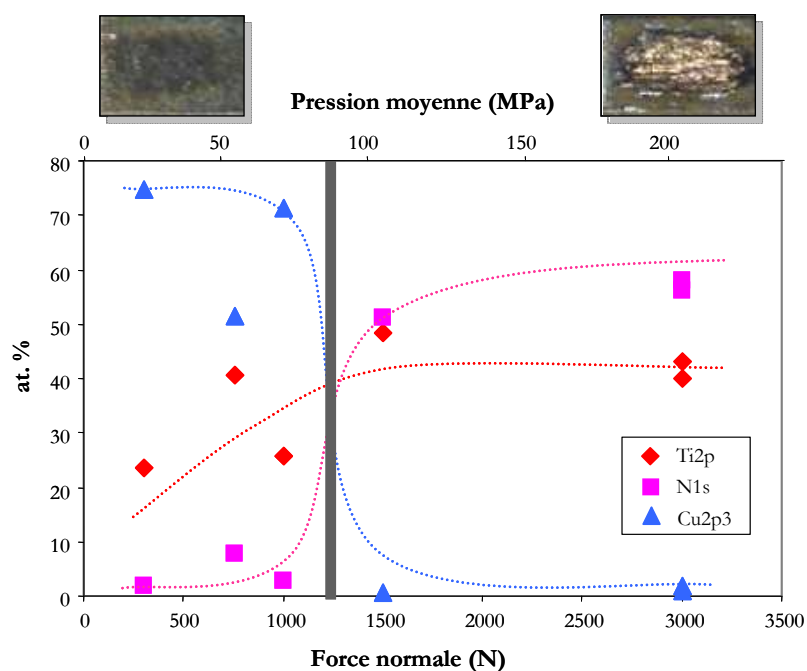
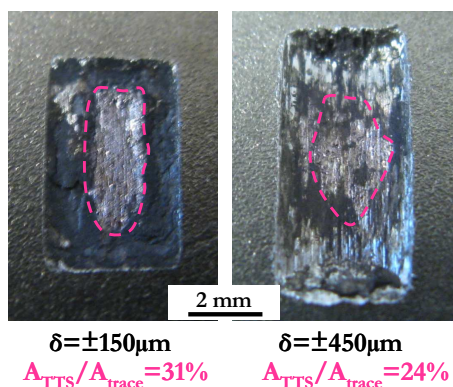


Figure 4-21 : Effet de la force normale sur les proportions relatives Ti/Cu/N mesurées par XPS au centre de la trace après 1000S d'abrasion (Ti17g/CuNiIn, T=20°C, N=50000 cycles,  $\delta^* = \pm 150\mu\text{m}$ ).

#### 4.2.4 Influence de l'amplitude de débattement

L'étude de l'influence du débattement est plus délicate en raison de la sensibilité à l'écaillage du revêtement qui augmente avec le cisaillement. Cependant, un essai à  $\delta^* = \pm 450\mu\text{m}$  a été effectué à forte charge normale pour le couple non revêtu. La trace obtenue est très profonde (jusqu'à  $600\mu\text{m}$  de profondeur d'usure cumulée sur les deux pièces) et présente en son centre une zone jaune et brillante caractéristique de la TTS nitrurée. Les analyses XPS effectuées sur cette région indiquent une forte teneur en azote (34% Ti2p, 25% O1s, 41% N1s). A priori, l'augmentation du débattement de fretting n'influerait donc pas sur la nitruration de la TTS. Cependant, des mesures des zones au Microscope Optique permettent de réaliser que la dimension de la zone nitrurée semble plus faible. Sur la Figure 4-22, deux traces testées dans des conditions similaires mais pour deux valeurs différentes de débattement sont photographiées. Outre la présence de débris oxydés sombres en couronne latérale qui semblent avoir été éjectés plus facilement pour l'essai à  $450\mu\text{m}$ , il apparaît que la surface relative de la zone de TTS nitrurée est plus faible qu'à  $\delta^* = \pm 150\mu\text{m}$  (rapport de l'aire de la TTS sur l'aire totale de la trace de 24% à  $\delta^* = \pm 450\mu\text{m}$  contre 31% à  $\pm 150\mu\text{m}$ ). Ainsi, nous pouvons émettre l'hypothèse qu'une **augmentation du débattement de fretting permet une meilleure pénétration de l'air ambiant au niveau de la couronne latérale, dont la surface est proportionnellement augmentée**. Notre dispositif expérimental

ne nous permet pas de tester des échantillons similaires à de plus grands débattements, cependant nous pouvons raisonnablement supposer qu'à partir d'une certaine valeur de débattement, l'aire de la zone centrale qui n'est jamais en contact direct avec l'air deviendra tellement faible que la réaction avec l'azote de l'air ne pourra plus se produire.



**Figure 4-22 : Comparaison des surfaces apparentes de TTS en fonction de l'amplitude de débattement imposé. (Ti17g/CuNiIn, T=20°C, N=50000 cycles, Fn=3000N).**

Pour une compréhension encore plus fine de l'influence des différents paramètres expérimentaux, il apparaît alors essentiel de pouvoir cartographier la présence de la structure TiN et ainsi quantifier l'évolution du rapport surfacique  $A_{\text{transfert}}/A_{\text{trace}}$ . Dans le cadre de cette thèse, une telle approche n'a cependant pas pu être mise en œuvre en raison de la difficulté à se procurer un moyen d'analyse rapide et fiable permettant la détection de la structure TiN et présentant une bonne résolution latérale. Une première tentative a cependant pu être réalisée à l'aide d'un microscope équipé d'un système d'analyse Raman et a laissé entrevoir des résultats prometteurs.

#### 4.2.5 Synthèse et discussion sur les conditions de formation

La synthèse de l'ensemble des résultats obtenus fait apparaître que la formation de la TTS nitrurée :

- ne dépend pas de l'antagoniste (plan revêtu ou non),
- ne dépend pas de la température (dans l'intervalle [20°C, 450°C]),
- ne se produit qu'à partir d'une certaine valeur seuil de chargement normal (Fn=1200N),
- est influencée par l'amplitude du débattement de fretting (tendance à la diminution de la surface de TTS lorsque  $\delta^*$  augmente).

Les influences du débattement et de la force normale avaient déjà été étudiées par Sauger [Sauger '97] qui avait rapporté d'une part, que l'augmentation du débattement induisait une augmentation de la profondeur de TTS jusqu'à ce que celle-ci se fissure et s'écaille, et d'autre part, qu'en augmentant la force normale, les conditions d'essais se rapprochaient de la transition Glissement Partiel/Glissement Total et modifiaient de façon significative le type de sollicitations. Bien que travaillant toujours en Glissement Total, Sauger avait ainsi noté une modification brutale du

comportement tribologique pour une valeur de force normale ( $F_n=250\text{N}$ , soit  $P_{\text{moy}}=1\text{GPa}$  pour un rayon de sphère de  $11.5\text{mm}$  sur un contact acier/acier), au-delà de laquelle une couche conséquente de TTS (6 fois plus épaisse qu'à faible force normale) se formait sous l'intensité du champ de contraintes. Dans sa thèse, Sauger n'avance pas d'interprétation pour cet effet pression.

Dans le cas particulier de notre étude, outre la formation d'une Transformation Tribologique Superficielle qui est prévisible et relativement bien appréhendée pour les alliages de titane, c'est sa nature physico-chimique et en particulier la réaction avec l'azote de l'air qui est étonnante.

Dans la littérature, l'occurrence d'une telle nitruration des alliages de titane sous le frottement n'a quasiment jamais été rapportée. En 1972, dans son livre « Fretting corrosion » [Waterhouse '72], Waterhouse évoque plusieurs études où le rôle de l'azote a pu être mis en évidence en fretting. Dans le cas des aciers doux par exemple, il précise que les importantes déformations plastiques locales induites par le frottement favorisent la pénétration et la diffusion de l'azote sous la surface. Cependant, nous n'avons eu connaissance d'aucune étude rapportant une réaction avec l'azote des alliages de titane en fretting. Deux éléments peuvent expliquer ce manque de communication scientifique sur le sujet : tout d'abord, le phénomène est sans doute rare et associé à des paramètres de sollicitations spécifiques (contact large échelle notamment) ; d'autre part, il faut rappeler qu'une telle démarche couplée mécanique/matériaux/physicochimique est originale et permet d'aborder les questions sous un angle différent.

D'un point de vue thermodynamique, l'enthalpie de formation du nitrure de titane ( $\Delta_f H^\circ_{298\text{K}}(\text{TiN})=-338\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ ) indique une réaction fortement exothermique, mais cependant nettement moins favorable que la réaction du titane avec l'oxygène ( $\Delta_f H^\circ_{298\text{K}}(\text{TiO}_2)=-941\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ ). Le titane peut donc théoriquement réagir avec l'azote sans apport d'énergie, à condition cependant qu'il ne réagisse pas auparavant avec l'oxygène. Ce principe est connu depuis de nombreuses années et est notamment utilisé dans les procédés de nitruration destinés à durcir les surfaces des pièces. Les différents procédés existants s'effectuent toujours dans un environnement dépourvu d'oxygène (vide, bains de sels, ammoniacque...) et s'appuient généralement sur la bonne solubilité de l'azote dans la phase  $\alpha$  du Ti. Pour favoriser la réaction, une énergie extérieure est généralement apportée (plasma, laser, température très élevée pouvant atteindre les  $1000^\circ\text{C}$ ...).

Munis de ces éléments, nous pouvons commencer à formuler des hypothèses pour expliquer la pénétration de l'azote dans le contact:

- Le fretting est un type de sollicitation très particulier en raison de la taille des débattements imposés par rapport à la taille du contact. La région centrale de la trace n'est donc jamais exposée à l'environnement extérieur. Le contact étant très « fermé », on peut supposer que l'air pénètre difficilement et en faible quantité dans l'interface. Le titane étant très réactif avec l'oxygène, une couronne externe très fortement oxydée se forme rapidement sur les bords du contact. Cette oxydation conduirait alors à un **appauvrissement de l'air en oxygène**. L'air pénétrant plus loin dans le contact serait

alors appauvri et seules les molécules d'azote pourraient finalement s'infiltrer dans le centre du contact et réagir avec le titane dans un environnement dépourvu d'oxygène.

- D'autre part, Waterhouse suppose que les fortes déformations plastiques imposées dans le contact pourraient augmenter la solubilité de l'azote dans la phase  $\alpha$  du titane [Waterhouse '72]. Il peut alors être supposé que la structure fortement écrouie présenterait des canaux de diffusion qui favoriseraient la **diffusion de l'azote** par rapport à celle de l'oxygène. Cependant, dans cette hypothèse, la température devrait jouer un rôle prépondérant et un gradient de concentration en azote devrait être observé au sein de la TTS.
- Finalement, une analogie peut être faite avec les processus de broyage ou mécanosynthèse (« mechanical alloying »). Ces procédés consistent, sous l'effet de la succession de chocs mécaniques, à broyer des poudres métalliques jusqu'à l'obtention d'un alliage homogène. Des solutions solides avec des limites de solubilité supérieures à celles indiquées par les diagrammes d'équilibre peuvent alors être obtenues. Plusieurs auteurs ayant travaillé sur les TTS [Blanchard '91a, Sauger '97, Sekkal '00] [Rigney '92] ont déjà mis en avant cette ressemblance notamment au niveau du **mécanisme d'attrition** du matériau initial et de sa forte réactivité après broyage [Koch '07].

Ces différents aspects apportent des pistes de réflexion pour expliquer comment l'azote, plutôt que l'oxygène, pourrait pénétrer à l'intérieur du contact et réagir avec le titane. Dans tous les cas, une des conclusions à retenir est que l'air pénètre jusqu'au centre du contact, même pour des échantillons de grande dimension comme ceux-ci (14mm<sup>2</sup>). Ensuite, pour identifier les mécanismes physiques, chimiques et mécaniques qui permettent une telle réaction du titane avec l'azote au centre des traces de fretting, des analyses complémentaires ont été effectuées.

### 4.3 Essais de frottement en environnement contrôlé

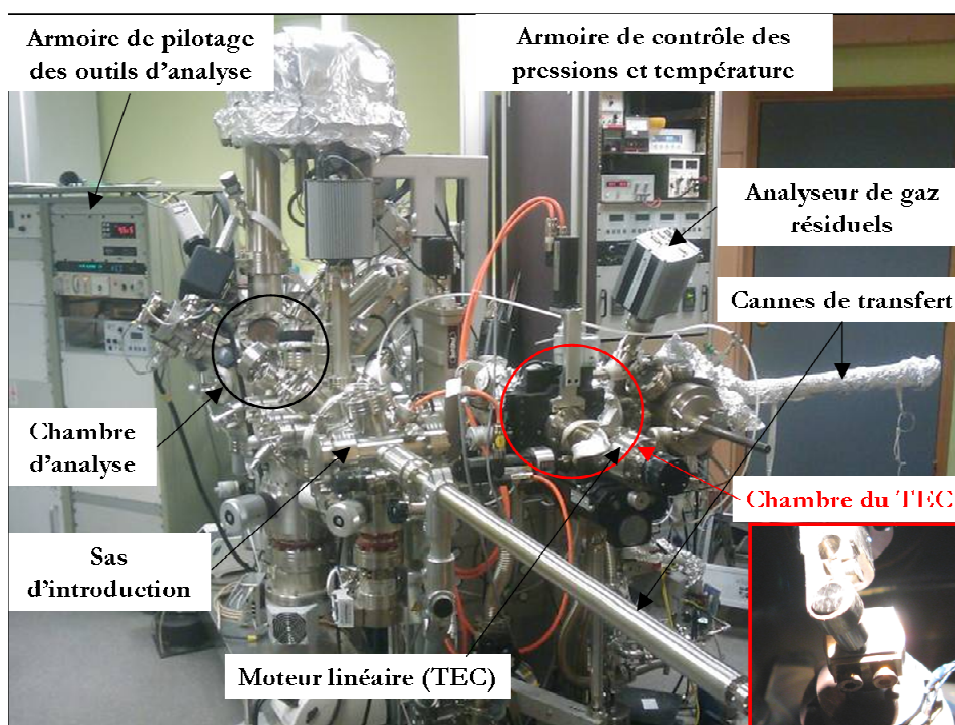
Pour tester la validité des hypothèses avancées précédemment, une campagne d'essais de frottement en environnement contrôlé a donc été menée. A travers l'utilisation d'un contact simplifié, cette approche consiste à simuler expérimentalement les conditions rencontrées au centre de la trace de fretting. L'objectif est alors de déterminer, de façon indépendante, les conditions nécessaires à la nitruration. Suite à la discussion précédente, les différents effets que nous avons cherché à discriminer sont :

- **Effet environnemental** : tests sous vide, sous air atmosphérique, ou sous azote (de qualité plus ou moins bonne),
- **Effet thermique** : tests à température ambiante (20°C) ou à chaud (350°C),
- **Effet du cisaillement** : tests avec ou sans frottement,
- **Effet chimique** : tests sur une surface naturellement passivée (oxydes natifs) ou réactivée (surface neuve) par abrasion ionique.

Les paragraphes qui suivent décrivent le protocole expérimental et les résultats obtenus. L'ensemble de cette étude a fait l'objet d'un article pour « World Tribology Congress » (WTC) Satellite Forum en Septembre 2009 (Annexe C).

### 4.3.1 Protocole expérimental

Cette campagne d'essais de compréhension a été conduite sur le « Tribomètre sous Environnement Contrôlé » (TEC) développé au LTDS depuis de nombreuses années par T. Le Mogne. Le TEC est un tribomètre alternatif, utilisé ici en mode pion (sphère)/plan. La Figure 4-23 présente une vue d'ensemble du dispositif annoté.



**Figure 4-23 : Photo de l'ensemble du dispositif expérimental avec la partie « Tribomètre sous Environnement Contrôlé » (TEC) à droite et le système d'analyse d'extrême surface (XPS, Auger...) à gauche.**

Le pion est fixé au bout d'une canne horizontale qui décrit un mouvement alternatif linéaire tandis que le plan est fixé sur une canne verticale, ajustable en z. Le chargement normal (de 0.5 à 5N) est appliqué par l'intermédiaire d'un moteur linéaire et des capteurs optiques assurent la mesure des efforts normaux et tangentiels. La présence de résistances chauffantes dans le support du plan permet d'atteindre des températures de tests de 20°C à 800°C, contrôlées par un thermocouple placé au niveau de l'échantillon. Le principal intérêt du TEC repose sur la possibilité d'effectuer des tests de frottement dans des environnements variables (ultravide jusqu'à 10<sup>-8</sup>hPa, différentes pressions partielles de gaz, température...) et d'analyser directement les échantillons *in-situ*, sans passage à l'air. Les produits formés tribologiquement peuvent alors être identifiés directement (par XPS ou Auger) sans risque de contamination extérieure. Pour cela, la chambre du TEC est raccordée à une chambre d'analyse et le transfert des échantillons, du



TEC vers l'analyseur ou inversement, se fait entièrement sous vide grâce à des systèmes de cannes et de manipulateurs.

L'objectif de cette campagne d'essais est de simuler les conditions expérimentales ayant conduit à la nitruration en fretting afin de valider les mécanismes de formation proposés. Par conséquent, les paramètres de tests sont choisis pour reproduire les sollicitations calculées au centre du contact poinçon/plan pendant un essai de fretting, tout en respectant les limitations liées au TEC :

- **Contact Ti17/Ti17** en configuration pion sphérique de rayon 4.2mm contre plan,
- **Force normale de 3N**, choisie pour reproduire le niveau de chargement supposé au centre de la trace de fretting, tout en assurant une surface de contact suffisamment grande pour permettre des analyses XPS rapides. Les pressions de contact sont estimées d'après la théorie de l'élasticité linéaire de Hertz [Hertz '82]: demi-largeur de contact  $a=53.24\mu\text{m}$ , pression moyenne  $P_{\text{moy}}=337\text{MPa}$  et pression maximale  $P_{\text{max}}=506\text{MPa}$ ,
- **Glissement alternatif d'amplitude  $\pm 1\text{mm}$  et de vitesse  $3\text{mm.s}^{-1}$** , identique à la vitesse des essais de fretting ( $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$  à  $f=5\text{Hz}$ ),
- **Durée de 1350 cycles**, soit une longueur cinématique de 5400mm, ce qui correspond à 9000 cycles de fretting (durée suffisante pour observer une stabilisation du comportement du système),
- **Température:** 20°C ou 350°C,
- **Environnement :** ultra vide ( $10^{-8}\text{hPa}$ ), air atmosphérique (1bar), différents environnements azotés ( $5.10^{-5}\text{mbar}$  ou 800mbar de  $\text{N}_2$  de pureté plus ou moins bonne),
- **Humidité :** hygrométrie mesurée mais non contrôlée (environ 50%).

Pour tous les essais, le protocole opératoire consiste en une étape préliminaire de polissage miroir des pions et plans en Ti17 pour s'affranchir de toute contamination préalable et limiter la rugosité ( $R_a$  avant essais =  $0.2\mu\text{m}$ ), suivi d'un nettoyage aux ultrasons dans des bains successifs d'heptane puis de propan-2-ol. Après introduction dans le dispositif (vide =  $10^{-9}\text{hPa}$ ), les échantillons sont tout d'abord décapés par abrasion ionique (jet d'Ar<sup>+</sup>, paramètres du décapage :  $1\mu\text{A}$ , 2keV) pendant 8000s pour éliminer la couche native d'oxydation du titane et la pollution de surface puis analysés à l'XPS pour contrôler la disparition du pic de carbone et l'apparition de la composante métallique du titane. Par la suite, les échantillons sont transférés sous vide vers la chambre du TEC où les conditions expérimentales sont mises en place (température, environnement gazeux...). Au cours des phases d'introduction des gaz, la composition du mélange gazeux est vérifiée à l'aide d'un spectromètre de masse (système d'analyse de gaz résiduels, RGA). L'essai de frottement alternatif ( $F_n=3\text{N}$ ,  $\delta^*=\pm 1\text{mm}$ ,  $N=1350$  cycles,  $v=3\text{mm.s}^{-1}$ ) est piloté en débattement. En raison d'une défaillance du capteur de force tangentielle, aucune mesure de coefficient de frottement n'a pu être réalisée. A la fin de l'essai, les échantillons sont déplacés sous vide jusqu'à la chambre d'analyse (XPS). Pour finir, des expertises des traces sont effectuées par microscopie optique et profilométrie 3D.

### 4.3.2 Etudes successives de l'influence des différents paramètres

Une vingtaine d'essais ont pu être réalisés pour différentes conditions environnementales. Pour plus de clarté dans la présentation, ceux-ci ont été regroupés en fonction des différents effets évalués. Sur toutes les figures, les unités en nombre de coups par secondes ont été supprimées pour simplifier les figures ; cependant, les proportions entre les spectres ont été respectées et les résultats des analyses semi-quantitatives sont donnés à titre indicatif.

#### 4.3.2.1 Réactivité du titane activé ioniquement

La première étape de notre démarche expérimentale a consisté à vérifier la réactivité d'une surface neuve de titane (c'est-à-dire non passivée par la couche native d'oxyde) placée dans un environnement azoté pendant 30 minutes. Cette durée correspond aux essais de frottement qui seront effectués par la suite. Pour ce faire, un plan de Ti17 est décapé ioniquement pendant 8000s, puis analysé avant et après une exposition à 800mbar de N<sub>2</sub> à 20°C. La même opération est ensuite répétée à 350°C. La Figure 4-24 présente les spectres XPS obtenus dans les fenêtres Ti2p, N1s, O1s et C1s et le Tableau 4-5 compare les quantifications effectuées sur ces quatre éléments à partir des coefficients de sensibilité de Wagner.

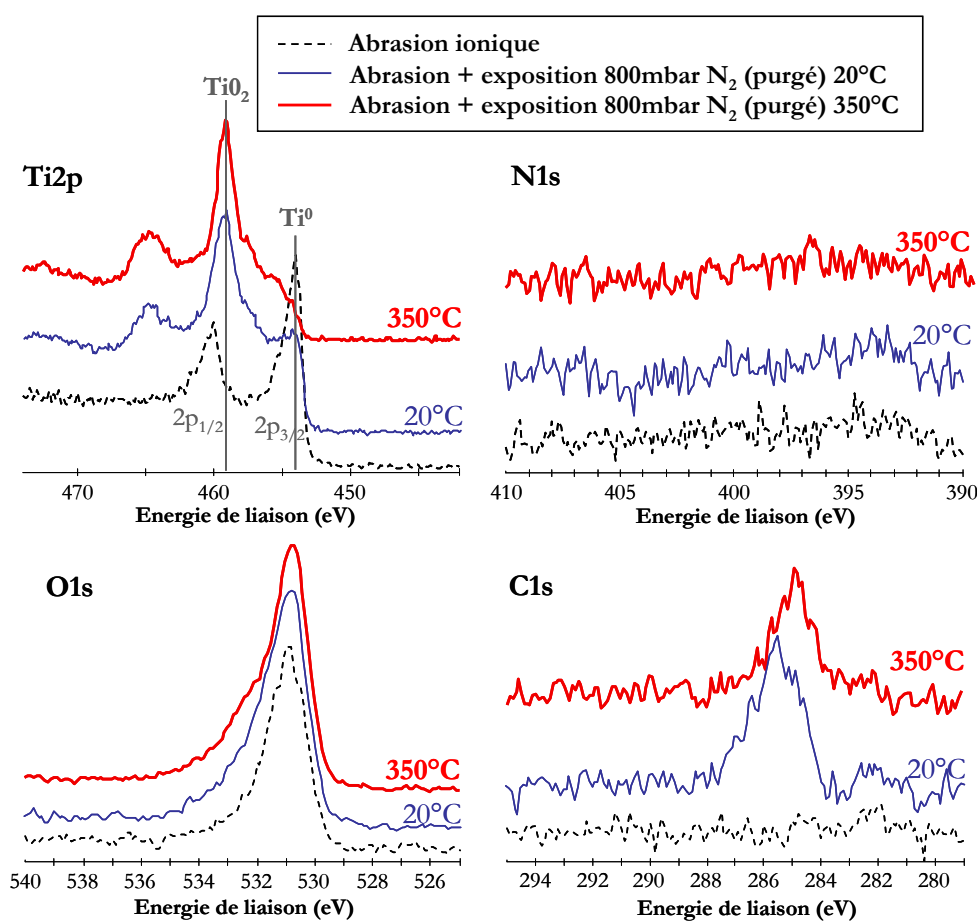


Figure 4-24 : Comparaison des spectres XPS d'une surface décapée ioniquement puis exposée à 800mbar de N<sub>2</sub> pendant 30min.

**Tableau 4-5 : Comparaison des proportions relatives de Ti, O et N pour une surface décapée ioniquement puis exposée en environnement azoté.**

Conditions de test	Ti2p	O1s	N1s
Décapage ionique (8000s, 5mm <sup>2</sup> )	25%	75%	0%
Décapage ionique (8000s, 5mm <sup>2</sup> ) suivi d'une exposition à 800mbar de N <sub>2</sub> à 20°C	24%	76%	0%
Décapage ionique (8000s, 5mm <sup>2</sup> ) suivi d'une exposition à 800mbar de N <sub>2</sub> à 350°C	28%	72%	0%

L'analyse des spectres du Ti2p indique que le titane, à l'état métallique après décapage ionique, réagit avec la faible quantité d'oxygène présent en tant qu'impuretés dans les 800mbar d'azote introduit. La présence de carbone sur la surface initialement décapée provient également de ces impuretés. Nous verrons cependant par la suite que l'introduction de l'azote a été effectuée avec beaucoup de soin (purges successives du circuit) et les essais présentés ici correspondent aux meilleures conditions de pureté d'azote réalisables avec notre dispositif.

Ces expériences prouvent que **le titane, activé chimiquement, ne réagit pas spontanément avec l'azote dans un environnement quasiment pur en N<sub>2</sub> à 20°C ou à 350C pendant 30min. Dès qu'une faible quantité d'oxygène est présente dans le système, le titane a tendance à former une couche de TiO<sub>2</sub>.**

#### 4.3.2.2 Réactivité du titane activé mécaniquement

Puisque l'élimination de la couche de passivation ne semble pas être suffisante pour engendrer une réaction du titane avec l'azote, la deuxième étape de notre démarche consiste à étudier l'influence d'une activation mécanique de la surface. Des essais de frottement alterné sont réalisés sous vide ( $F_n=3N$ ,  $\delta^*=\pm 1mm$ ,  $N=1350$  cycles,  $v=3mm.s^{-1}$ ) afin d'engendrer un cisaillement important et une accumulation de déformation plastique à la surface de l'échantillon. Les traces sont ensuite placées dans différents environnements azotés pour évaluer la réactivité de la surface activée tribologiquement.

Pour ne pas alourdir la représentation, seuls les résultats à 20°C sont présentés sur la Figure 4-25; les essais effectués à 350°C présentent cependant la même tendance : une faible réaction avec l'oxygène (selon la quantité de molécules d'O<sub>2</sub> disponible) et l'absence de réaction avec l'azote. Une fois encore, la pureté en azote de l'environnement imposé paraît essentielle. L'utilisation du système d'analyse de gaz résiduel (RGA) permet d'estimer celle-ci. Ainsi, la comparaison des rapports des intensités des pics associés aux masses moléculaires du dioxygène ( $N=32$ ) et du diazote ( $N=28$ ) indique une teneur relative en O<sub>2</sub> 10 fois plus faible dans le cas des 5.10<sup>-5</sup>mbar de N<sub>2</sub> que dans le cas des 800mbar de N<sub>2</sub>. Ceci explique pourquoi le titane reste métallique dans le premier cas alors qu'il réagit avec les quelques molécules d'O<sub>2</sub> disponibles dans le deuxième. Ces résultats rappellent une fois encore l'avidité du titane pour l'oxygène. Cependant, l'absence de réaction avec l'azote dans les deux cas prouve que **l'activation mécanique de la surface de la trace par frottement ne suffit pas à permettre la réaction du titane avec l'azote.**

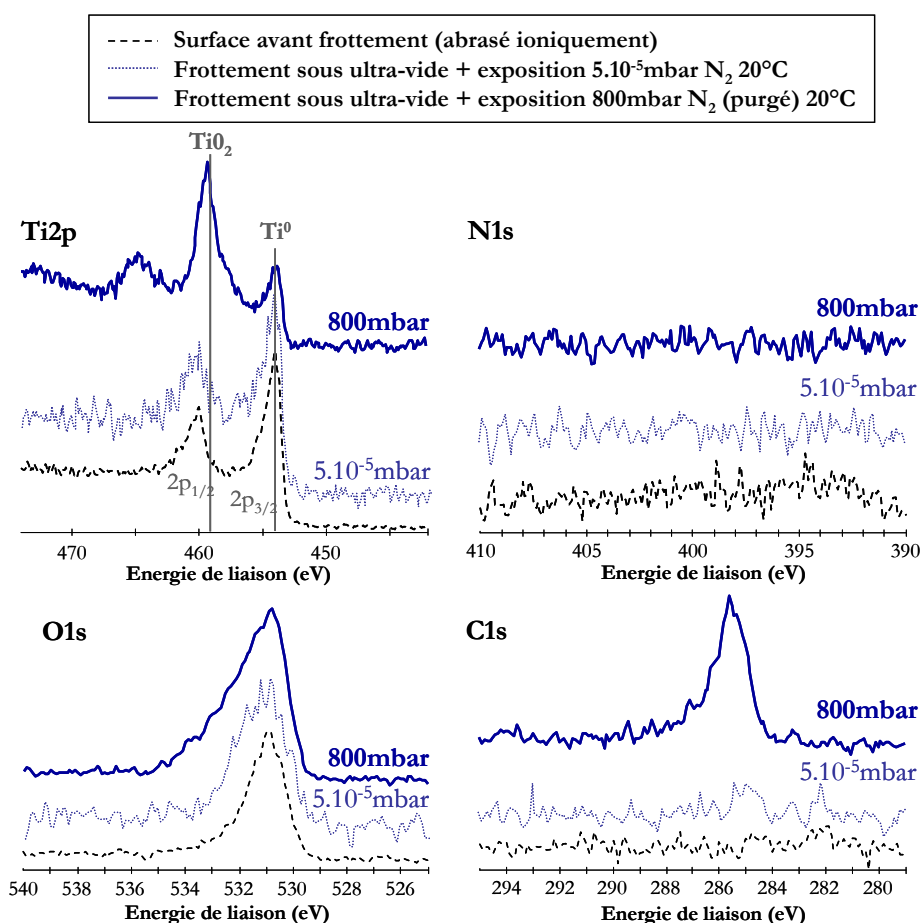


Figure 4-25 : Comparaison des spectres XPS d'une surface décapée mécaniquement puis exposée à 800mbar de N<sub>2</sub> pendant 30min.

Tableau 4-6 : Comparaison des proportions relatives de Ti, O et N pour une surface décapée mécaniquement puis exposée en environnement azoté.

Conditions de test	Ti2p	O1s	N1s
Frottement ultra-vide (10 <sup>-9</sup> mbar) suivi d'une exposition à 5.10 <sup>-5</sup> mbar de N <sub>2</sub> à 20°C	43%	57%	0%
Frottement ultra-vide (10 <sup>-9</sup> mbar) suivi d'une exposition à 800mbar de N <sub>2</sub> à 20°C	21%	79%	0%

#### 4.3.2.3 Réactivité du titane sous le frottement

La dernière étape consiste alors à évaluer l'influence des effets simultanés du frottement et de l'exposition à l'azote. Des essais de frottement sont donc réalisés sous différents environnements gazeux. Les essais notés « 800mbar N<sub>2</sub> brut » correspondent à une introduction d'azote sans purge préalable du système. La Figure 4-26 et le Tableau 4-7 présentent les résultats d'une étude comparative effectuée à 350°C. La réaction du titane avec l'azote apparaît alors clairement pour les deux essais effectués à 800mbar de N<sub>2</sub>. Dans ces deux cas, un pic d'azote est observé à 397eV (position des nitrures) et le titane présente également un pic caractéristique à 455eV. Les analyses semi-quantitatives indiquent une teneur en azote pouvant atteindre 11% dans le cas des 800mbar de N<sub>2</sub> purgé. Ce résultat nous permet d'affirmer que **le titane peut réagir avec l'azote sous le frottement et former une structure de type nitrure**. Cependant, l'influence de la concentration en oxygène paraît une nouvelle fois déterminante. D'après les analyses RGA, le rapport N<sub>2</sub>/O<sub>2</sub>

serait 40 fois plus élevé après la réalisation de purges successives. Ceci expliquerait pourquoi la trace réalisée sous N<sub>2</sub> brut a pu s'oxyder et ne présente qu'une faible quantité de nitrure de titane. Toutefois, la trace réalisée à 5.10<sup>-5</sup>mbar de N<sub>2</sub> et qui ne s'est pas oxydée (en raison de la très faible quantité de molécules d'O<sub>2</sub> introduite), ne s'est quasiment pas nitrurée non plus. **Il semblerait donc qu'il y ait une quantité minimale de molécules de N<sub>2</sub> à introduire pour rendre possible la nitruration.**

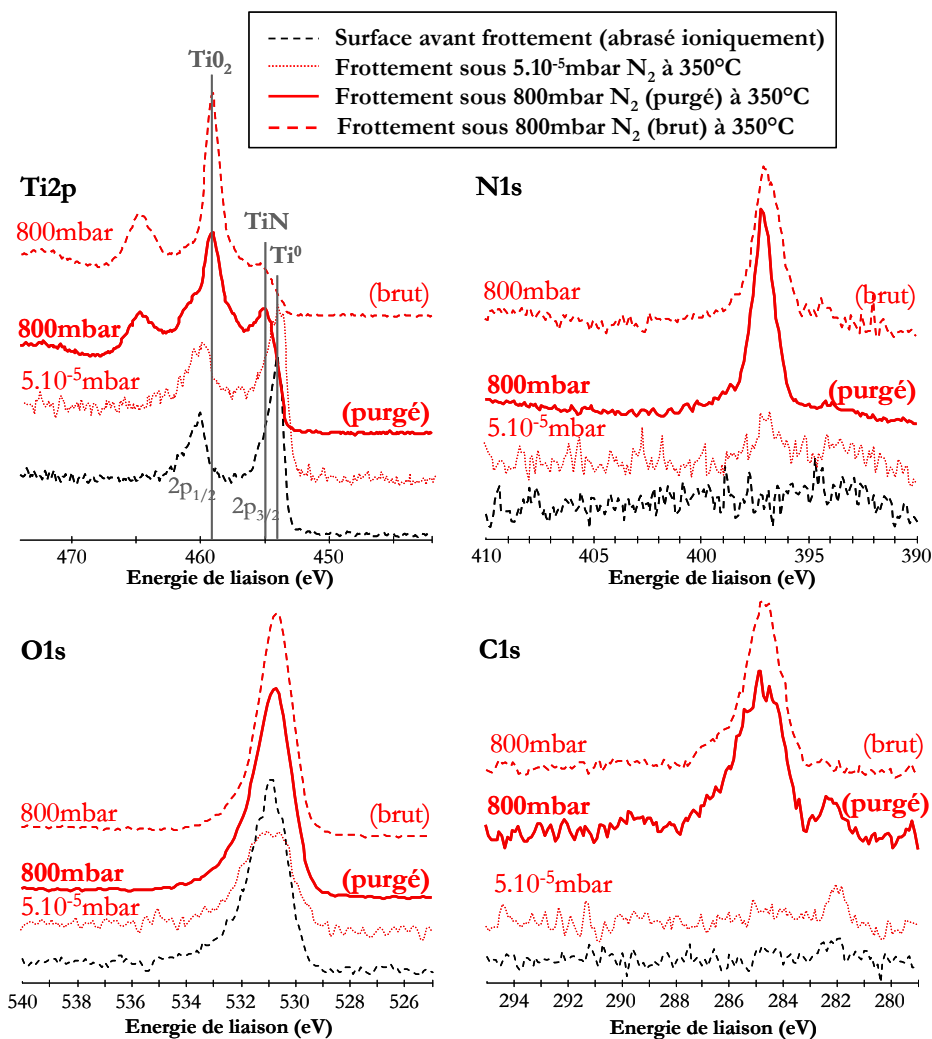


Figure 4-26 : Comparaison des spectres XPS d'une surface frottée sous différents environnements azotés pendant 30min.

Tableau 4-7 : Comparaison des proportions relatives de Ti, O et N pour une surface frottée en environnement azoté à 350°C.

Conditions de test	Ti2p	O1s	N1s
Frottement sous 5.10 <sup>-5</sup> mbar de N <sub>2</sub> à 350°C	40%	58%	2%
Frottement sous 800mbar de N <sub>2</sub> purgé à 350°C	29%	60%	11%
Frottement sous 800mbar de N <sub>2</sub> brut à 350°C	28%	67%	5%

Dans le cas où la réaction avec l'azote a lieu, des étapes d'abrasion ionique ont été effectuées afin d'évaluer l'épaisseur de la couche de nitrure de titane formé (Figure 4-27 et Tableau 4-8). Il peut

alors être observé que, dans un environnement a priori similaire quant à la « pureté » en N<sub>2</sub>, la tendance à la nitruration semble être nettement plus faible à 20°C qu'à 350°C.

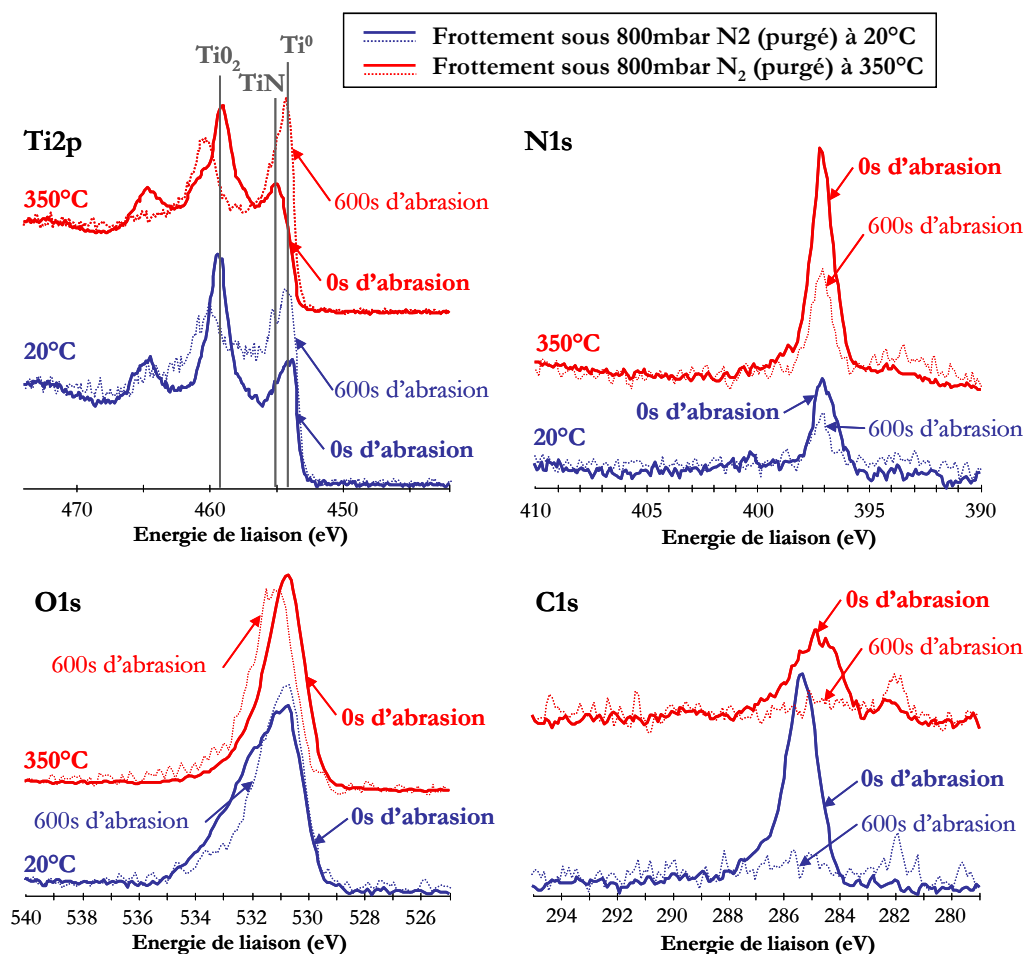


Figure 4-27 : Comparaison des spectres XPS d'une surface frottée sous 800mbar de N<sub>2</sub> (purgé) à 20°C et à 350°C, avant et après abrasion ionique.

Tableau 4-8 : Comparaison des proportions relatives de Ti, O et N avant et après abrasion ionique pour une surface frottée en environnement azoté à 20°C et 350°C.

Conditions de test	Ti2p	O1s	N1s
Frottement sous 800mbar de N <sub>2</sub> purgé à 20°C – 0s d'abrasion Ar+	24%	71%	5%
Frottement sous 800mbar de N <sub>2</sub> purgé à 20°C – 600s d'abrasion Ar+	39%	57%	4%
Frottement sous 800mbar de N <sub>2</sub> purgé à 350°C – 0s d'abrasion Ar+	29%	60%	11%
Frottement sous 800mbar de N <sub>2</sub> purgé à 350°C – 600s d'abrasion Ar+	40%	55%	5%

Pour l'essai de frottement effectué à 350°C, un profil XPS est réalisé sur les 400 premières secondes d'abrasion (Figure 4-28). Une diminution progressive de la teneur en azote et en oxygène peut alors être observée et la disparition quasi totale de la structure TiN est estimée à 1000s d'abrasion, ce qui correspondrait à une épaisseur de transformation d'une centaine de nm.



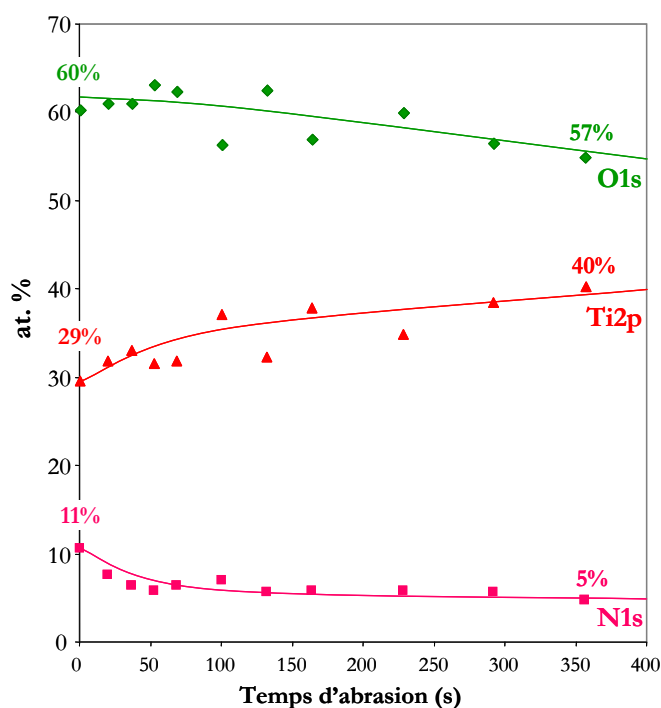


Figure 4-28 : Profil XPS réalisé sur la trace de frottement effectuée à 800mbar de N<sub>2</sub> purgé à 350°C.

#### 4.3.2.4 Comparaison des profils des traces

A la suite des essais de frottement, les traces sont expertisées et les volumes d'usure comparés (Figure 4-29). La différence entre les traces obtenues sous vide ou sous  $5.10^{-5}$ mbar de N<sub>2</sub> et celles obtenues sous air atmosphérique ou sous 800mbar de N<sub>2</sub> est très marquée. L'environnement agit donc de façon négative sur l'usure. Les traces de frottement sous air ou sous azote présentent des morphologies similaires en termes de largeur de trace et de volume d'usure. Une différence peut toutefois être notée au niveau de la couleur des débris qui paraissent nettement plus sombres dans le cas du frottement sous air. Sous vide, les traces ne présentent aucun débris et semblent être le résultat d'une déformation plastique. Sous air ou sous azote, un troisième corps se forme et est éjecté sous forme de débris. L'usure est abrasive et le volume d'usure est 10 à 15 fois plus élevé que sous vide.

Il est intéressant de rappeler qu'en 1997, Sauger [Sauger '97] avait également entrepris une comparaison du frottement sous vide et sous air atmosphérique à l'aide d'un dispositif proche. Les traces qu'il avait obtenues étaient macroscopiquement comparables aux nôtres et Sauger avait remarqué que les traces formées sous vide paraissaient de nature adhésive, avec des signes visibles d'arrachement et d'étalement de matière, sans formation de débris. Il n'avait alors pas pu mettre en évidence de couche de TTS à la surface de ces traces. Nos observations complètent ainsi ces conclusions.

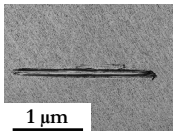
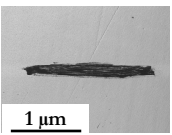
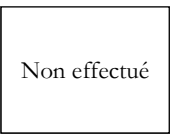
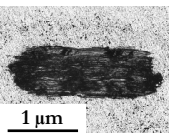
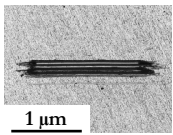
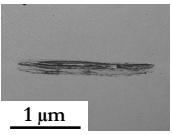
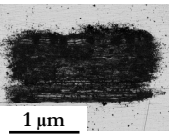
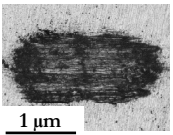
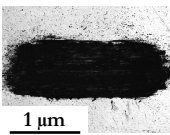
	Vide + exposition 800mbar N <sub>2</sub>	5.10 <sup>-5</sup> mbar N <sub>2</sub>	N <sub>2</sub> 800mbar N <sub>2</sub> brut	800mbar N <sub>2</sub> purgé	Air P=1atm
20°C	 1 µm largeur=90µm prof=5µm V=0,4.10 <sup>-3</sup> mm <sup>3</sup>	 1 µm largeur=175µm prof=5µm V=0,5.10 <sup>-3</sup> mm <sup>3</sup>	Non effectué	 1 µm largeur=663µm prof=17µm V=6,9.10 <sup>-3</sup> mm <sup>3</sup>	 1 µm largeur=791µm prof=9µm V=7,3.10 <sup>-3</sup> mm <sup>3</sup>
350°C	 1 µm largeur=190µm prof=13µm V=1,5.10 <sup>-3</sup> mm <sup>3</sup>	 1 µm largeur=123µm prof=3µm V=0,1.10 <sup>-3</sup> mm <sup>3</sup>	 1 µm largeur=942µm prof=13µm V=10,8.10 <sup>-3</sup> mm <sup>3</sup>	 1 µm largeur=879µm prof=25µm V=17,4.10 <sup>-3</sup> mm <sup>3</sup>	 1 µm largeur=762µm prof=17µm V=12,8.10 <sup>-3</sup> mm <sup>3</sup>

Figure 4-29 : Comparaison de l'allure des traces de frottement effectuées en environnement contrôlé (Fn=3N, δ\*=±1mm, N=1350 cycles, v=3mm.s<sup>-1</sup>).

### 4.3.3 Synthèse de la campagne d'essais

Pour conclure cette campagne d'essais modèles en environnement contrôlé, nous pouvons identifier quelques-unes des conditions nécessaires à la nitruration du titane :

- **Action tribologique** (la nitruration n'a été observée qu'après frottement),
- **Environnement le plus pur possible en azote** (le titane réagit avec l'oxygène dès qu'une faible quantité est présente),
- **Quantité minimale de N<sub>2</sub>**,
- **Température** élevée de préférence (réaction favorisée à 350°C plutôt qu'à 20°C).

Ces éléments nous permettent d'une part d'estimer les conditions environnementales rencontrées au centre du contact de fretting, et d'autre part d'avancer dans la compréhension des mécanismes élémentaires de nitruration du titane.

Concernant le premier aspect, il semble effectivement nécessaire, pour rendre possible la nitruration, que l'environnement soit quasiment « pur » en azote. Comme nous avons pu le mettre en évidence, dès qu'une faible concentration d'oxygène est présente, le titane réagit immédiatement avec celui-ci et s'oxyde. La nitruration ne peut alors plus avoir lieu. Par conséquent, nous pouvons raisonnablement supposer que **l'environnement présent au centre de la trace de fretting est extrêmement pur en azote.**

D'autre part, à partir des différents résultats précédents, si nous pouvons affirmer que **le titane se niture effectivement, à froid comme à chaud, lorsqu'il est frotté dans un environnement riche et pur en azote** ; il est en revanche difficile de se positionner avec certitude quant au rôle joué par le frottement. En effet, deux aspects différents peuvent être considérés dans l'action du « frottement sous azote » :

- le cisaillement qui est engendré dans le matériau, avec accumulation de déformation plastique et éventuellement écrouissage,
- la mise sous pression du gaz dans le contact qui devient alors beaucoup plus réactif (l'ordre de grandeur de la pression subie par le gaz est de 3000atm).

Les expériences réalisées sous vide puis exposées à l'azote (à 0.8atm) étaient destinées à discriminer ces deux aspects (Figure 4-25). L'absence de réaction avec l'azote tend à faire penser que le cisaillement ne suffit pas et que le frottement doit se faire en présence du gaz sous pression pour permettre la réaction. Cependant, les traces se sont oxydées, ce qui indique que notre environnement n'était pas totalement pur en N<sub>2</sub>. Le titane présentant une avidité très forte pour l'oxygène, la surface mise à nu par frottement a immédiatement réagi avec la très faible quantité d'oxygène présente dans la chambre, s'est passivée et ne pouvait donc plus se nitrurer. Ce résultat ne nous permet donc pas de conclure avec certitude sur la nécessité d'une mise sous pression du gaz. Pour l'essai de frottement sous 800mbar de N<sub>2</sub> purgé pour lequel le titane s'est nitruré (Figure 4-26), il est raisonnable de considérer que, de la même façon que sous vide, le titane a tout d'abord réagi avec l'oxygène présent en tant qu'impuretés, s'est passivé, mais que les passages successifs du pion ont permis d'éliminer rapidement cette couche et ainsi de consommer progressivement tout l'O<sub>2</sub> présent dans la chambre. Une fois l'environnement complètement purifié, la nitruration a pu avoir lieu. On souligne ici qu'**au sein de la trace de fretting, la nitruration peut être facilitée par une consommation continue de l'oxygène par le titane au centre du contact.**

Pour finir, nous pouvons imaginer de répéter l'expérience du frottement sous vide suivi d'une exposition à 800mbar de N<sub>2</sub> purgé en disposant, au plus près de la trace un « doigt froid » qui agirait comme une pompe à O<sub>2</sub> et limiterait ainsi la tendance à l'oxydation de la trace. Egalement, plusieurs expériences pourraient être effectuées successivement sur le même échantillon et pour les mêmes paramètres expérimentaux à 800mbar de N<sub>2</sub>. Si l'hypothèse d'une consommation de l'O<sub>2</sub> par le titane est vraie, l'environnement devrait devenir progressivement de plus en plus pur en N<sub>2</sub> et les traces devraient avoir une tendance de plus en plus forte à la nitruration.

## 4.4 Conclusion sur la physico-chimie des endommagements

Pour conclure ce chapitre sur l'étude physico-chimique des endommagements, trois phénomènes distincts semblent se superposer dans le système étudié:

- **la transformation tribologique superficielle du titane**, qui paraît très proche de ce qui a été observé précédemment sur les alliages de titane en fretting [Blanchard '91b, Fayeulle '93, Sauger '00a, Sekkal '00, Sekkal '05] [Hager '04].
- **La pénétration de l'azote de l'air** au sein du contact,
- **la réaction avec l'azote** activée ou non par le frottement.

Concernant le processus de transformation tribologique superficielle, les principales théories existantes ont été présentées au Chapitre 1 (page 24) et nos observations vont dans le sens du

modèle de recristallisation dynamique en trois phases proposé par Blanchard : 1) apparition de germes  $\alpha$  par accumulation de dislocations très localisées, 2) croissance de ces germes avec ségrégation des éléments d'alliage aux dislocations, 3) stabilisation du grain lorsque « suffisamment » d'éléments d'alliage sont présents dans le joint. L'aspect lamellaire que prennent les TTS en microscopie à balayage pourrait ainsi à être interprété comme la succession des fronts de transformation et l'interface très nette entre TTS et massif, comme la limite en-dessous de laquelle la recristallisation devient impossible. D'autre part, nos observations sont également en cohérence avec les travaux de Rigney [Rigney '00] qui fait l'analogie entre la formation d'une couche de transfert (qu'il nomme « Mechanically Mixed Layer », MML) et les procédés de mécanosynthèse (broyage). En effet, la structure très travaillée que nous observons au centre des traces présente toutes les caractéristiques d'un processus de flux de matière et de mixage mécanique, et la taille nanométrique des grains est similaire. Les procédés de mécanosynthèse s'appuient sur une première étape de nanocrystallisation sous vide, qui s'apparente aux phénomènes d'attrition décrits par Koch [Koch '07]. Finalement, quelle que soit la théorie utilisée pour formaliser le processus, les structures décrites sont semblables : structure nanocristalline avec changement de phase  $\beta \rightarrow \alpha$ , dureté augmentée, aspect lamellaire, interface nette TTS/substrat... Un des points communs de tous ces modèles réside dans l'existence d'un seuil d'accumulation de déformations plastiques, ce qui est cohérent avec l'observation dans les essais d'un seuil en force normale.

D'autre part, la pénétration de l'azote dans le contact est un phénomène rare qui semble lié aux conditions particulières de l'essai réalisé. Si l'on compare ces conditions expérimentales à celles des études précédentes publiées dans la littérature, la principale différence semble être un effet d'échelle de la forme et de la taille du contact. Sauger et Blanchard, qui travaillaient sur des contacts sphère/plan de petite taille, n'ont jamais rapporté de traces de nitruration du titane sous le frottement. Ainsi, il semble qu'un contact de plus petite taille (poinçon de plus petite dimension [Paulin '06]), plus perméable à l'air atmosphérique (contact sphère/plan avec un pic de pression central plutôt que deux pics latéraux), ou fréquemment ouvert à l'air (cas des impacts répétés [Sekkal '05]) n'est pas sujet à la réaction avec l'azote de l'air. Dans ces différents cas, les auteurs observent la formation d'une TTS mais ne rapportent pas de nitruration. Dans notre cas, le contact est très large et une couronne fortement oxydée est observée sur les bords de la trace. **La pénétration de l'azote peut alors s'expliquer par l'appauvrissement en oxygène de l'air accédant au cœur de l'interface.** D'après les résultats de la campagne d'essais en environnement contrôlé, l'environnement présent au centre de la trace de fretting doit alors être extrêmement pur en azote car la structure observée est essentiellement nitrurée et très peu oxydée. La couronne latérale agirait alors comme un filtre à oxygène.

Finalement, pour expliquer **la réaction du titane avec l'azote**, plusieurs hypothèses sont envisageables :

- La présence de titane exposé dans un environnement riche et pur en  $N_2$  sous pression pourrait être suffisante **thermodynamiquement** pour générer une réaction,

- Le frottement, en créant une accumulation de défauts à la surface pourrait activer cette réaction et agir comme un catalyseur. Le processus pourrait alors être qualifié de **tribochimique**, i.e. la réaction serait activée par le frottement,
- La structure lamellaire et fortement déformée de la TTS pourrait constituer des **canaux de diffusion préférentiels** qui activeraient la diffusion de l'azote dans la structure et favoriseraient la réaction,
- Les phénomènes de **flux de matière** par déformation plastique pourraient favoriser un **mixage mécanique** au centre de la trace,
- La génération d'une structure nanocristalline par **phénomène d'attrition** pourrait augmenter la réactivité du titane.

La liste de ces processus pouvant induire la réaction du titane avec l'azote n'est sans doute pas exhaustive et il est vraisemblable que plusieurs d'entre-deux agissent de façon synergique. Avec les résultats dont nous disposons, il est difficile d'aller plus loin dans la détermination du ou des mécanismes de nitruration du titane en fretting. On peut cependant rappeler que si la diffusion était le processus prépondérant dans la nitruration du titane, un gradient de dureté devrait être observé à l'intérieur de celles-ci, ce qui n'est pas le cas. De plus, même en considérant des chemins de diffusion rapide, il est difficile d'expliquer la présence de lamelles de nitrure de titane à 50µm sous la surface. Les processus de flux de matière par déformation plastique pourraient quant à eux expliquer cette réaction et il est intéressant de citer une autre approche qui consiste à étudier les processus de transformation de phase dans les alliages forcés [Chaffron '01]. Pour finir, l'influence de l'attrition sur la nitruration a déjà été mise en évidence par Secondi qui a produit des nanocristaux de nitrure de titane par broyage de poudre de titane sous atmosphère d'azote [Secondi '94]. La Figure 4-30 résume le modèle d'endommagement proposé.

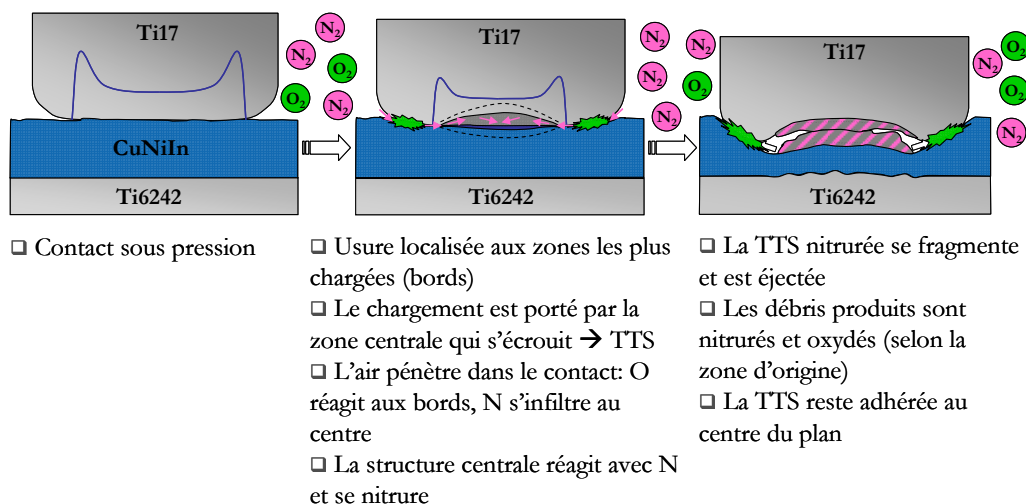


Figure 4-30 : Mécanisme de transformation tribologique superficielle du titane avec réaction avec l'azote de l'air.

### Résumé du Chapitre 4

Ce chapitre propose une approche physico-chimique des endommagements induits par fretting. Les nombreuses analyses effectuées ont permis d'identifier la nature de la transformation tribologique superficielle du titane apparaissant lors des essais sous forte charge normale.

Cette couche présente toutes les caractéristiques des TTS décrites dans la littérature (structure nanocristalline à base titane  $\alpha$ , de dureté augmentée, non oxydée) et comporte de plus la particularité d'avoir réagi avec l'azote de l'air pour former une structure oxy-nitride de titane,  $TiO_xN_y$  (de couleur jaune brillant au centre des traces).

La formation de cette couche ne se produit qu'à partir d'une force normale seuil et dépend également du débattement imposé.

La réalisation d'essais en environnement contrôlé a permis d'expliquer la présence de l'azote au centre de la trace par un appauvrissement en oxygène de l'air pénétrant dans le contact. Le mécanisme même de réaction du titane avec l'azote, sans doute tribo-chimiquement activé, reste difficile à identifier et des interprétations possibles ont été proposées.





## Chapitre 5

# Réponse au problème industriel et perspectives

Ce dernier chapitre propose une réflexion sur la représentativité des essais de fretting par rapport au système industriel et ouvre des perspectives quant à la prise en compte de la complexité du chargement moteur.

Dans un premier temps, notre approche a consisté à appliquer les outils d'analyse physico-chimique aux pièces industrielles endommagées, puis à comparer les résultats par rapport aux observations faites sur les échantillons testés avec le dispositif expérimental.

Pour améliorer la représentativité des essais, une réflexion est menée sur les différences de sollicitations et d'échelle entre dispositif expérimental et système industriel. En reprenant l'analyse du cycle de fonctionnement moteur, une équivalence en énergie dissipée est proposée.

Finalement, l'impact de la prise en compte de la dynamique de chargement moteur est étudié à travers les influences respectives des sollicitations polycycliques (phases de vibrations en vol) et des phases de décollement du contact à chaque décharge (lors de l'arrêt du moteur). Pour étudier la dynamique du chargement normal, un nouveau montage est développé et testé.

## Plan du Chapitre 5

---

<b>5.1</b>	<b>Retour au cas industriel</b> .....	<b>166</b>
5.1.1	Analyse physico-chimique des pièces moteur.....	166
5.1.2	Comparaison des endommagements moteur/essais.....	169
5.1.3	Discussion sur l'origine des différences de comportement.....	170
<b>5.2</b>	<b>Amélioration de la représentativité des essais</b> .....	<b>172</b>
5.2.1	Modification des paramètres expérimentaux.....	172
5.2.2	Modification du type de sollicitations imposées.....	175
5.2.2.1	<i>Influence des sollicitations polycycliques</i> .....	175
5.2.2.2	<i>Influence des phases d'ouverture de contact</i> .....	179
<b>5.3</b>	<b>Proposition de nouveaux protocoles d'essais</b> .....	<b>180</b>
5.3.1	En conservant le même dispositif expérimental.....	180
5.3.2	Développement d'un nouveau dispositif expérimental.....	181

---

## 5.1 Retour au cas industriel

A l'issue de cette étude expérimentale du comportement tribologique du contact à l'échelle laboratoire, il convient de résumer les principaux résultats précédents et de revenir au cas industriel qui a motivé le lancement de cette thèse.

L'analyse des conditions de fonctionnement du moteur, présentée au Chapitre 2, a permis d'identifier les niveaux de chargement du contact aube/disque. En accord avec les capacités techniques des dispositifs de fretting existants, le choix a été fait d'imposer dans nos essais un chargement normal constant et équivalent au chargement maximal atteint à la fin de la mise en rotation du moteur. Ces niveaux de pression correspondent à ce qui a été étudié au §3.2 (Domaine des fortes charges normales,  $F_n \in [1200\text{N}, 4000\text{N}]$ ). De plus, afin d'avoir une vision globale du comportement tribologique du système, le domaine d'étude a été étendu aux faibles charges normales ( $F_n \in [300\text{N}, 1200\text{N}]$ , §3.3) et une transition de mécanisme, de nature tribochimique et mécanique, a pu être mise en évidence au Chapitre 4. Désormais, pour conclure cette étude, les processus d'endommagement identifiés pour les fortes charges normales doivent être comparés aux observations faites sur pièces industrielles.

### 5.1.1 Analyse physico-chimique des pièces moteur

Pour compléter l'expertise des endommagements des pièces industrielles présentée au §2.1.2, des analyses (XPS) ont été conduites sur deux alvéoles de disques caractéristiques des usures de type « fretting » et « scratch » (définies page 14). Les Figure 5-1 et Figure 5-2, présentent les fenêtres Ti2p, N1s, O1s, Cu2p, C1s et Ni2p, avant et après abrasion ionique.

Il ressort de ces analyses que dans les deux cas les surfaces paraissent naturellement oxydées et que le titane se présente sous sa forme oxyde  $\text{TiO}_2$ . Les phases d'abrasion ionique révèlent progressivement une couche de transfert de Cu et de Ni et la structure oxydée du titane disparaît progressivement (après 1000 à 2000s d'abrasion) pour laisser apparaître le Ti métallique. Une légère différence peut être constatée entre les endommagements de type « fretting » et « scratches » concernant l'état d'oxydation du nickel. En effet, dans le premier cas celui-ci se présente sous sa forme métallique alors que pour le second la structure semble de type  $\text{Ni}_2\text{O}_3$ . Cette différence d'oxyde pourrait expliquer la couleur jaune sombre des portées présentant des endommagements de type « scratch ». Dans les deux cas, un léger pic d'azote apparaît autour de 400eV et correspond à une contamination de type ammonium [Wagner] provenant de l'utilisation de produits de nettoyage des portées, avant que les pièces n'aient été mise à disposition au laboratoire. Aucun pic d'azote n'est observé autour de 397eV (structure nitrure), et dans la fenêtre Ti2p aucun pic n'est visible à 455eV (TiN).

Les portées endommagées de type « scratches » présentent un faciès hétérogène avec des rayures très creusées. Pour compléter l'analyse et rechercher les traces éventuelles du troisième corps ayant provoqué ces abrasions profondes, des analyses XPS sont également réalisées dans le fond des scratches. Elles révèlent une teneur plus élevée en Si qui apparaît sous la forme  $\text{SiO}_2$ ,

provenant sans doute du sable polluant le moteur. Le reste de l'analyse indique une composition similaire à celle observée en surface de portée, avec cependant une présence plus faible de Cu et de Ni. Aucune structure de type nitrure n'est observée.

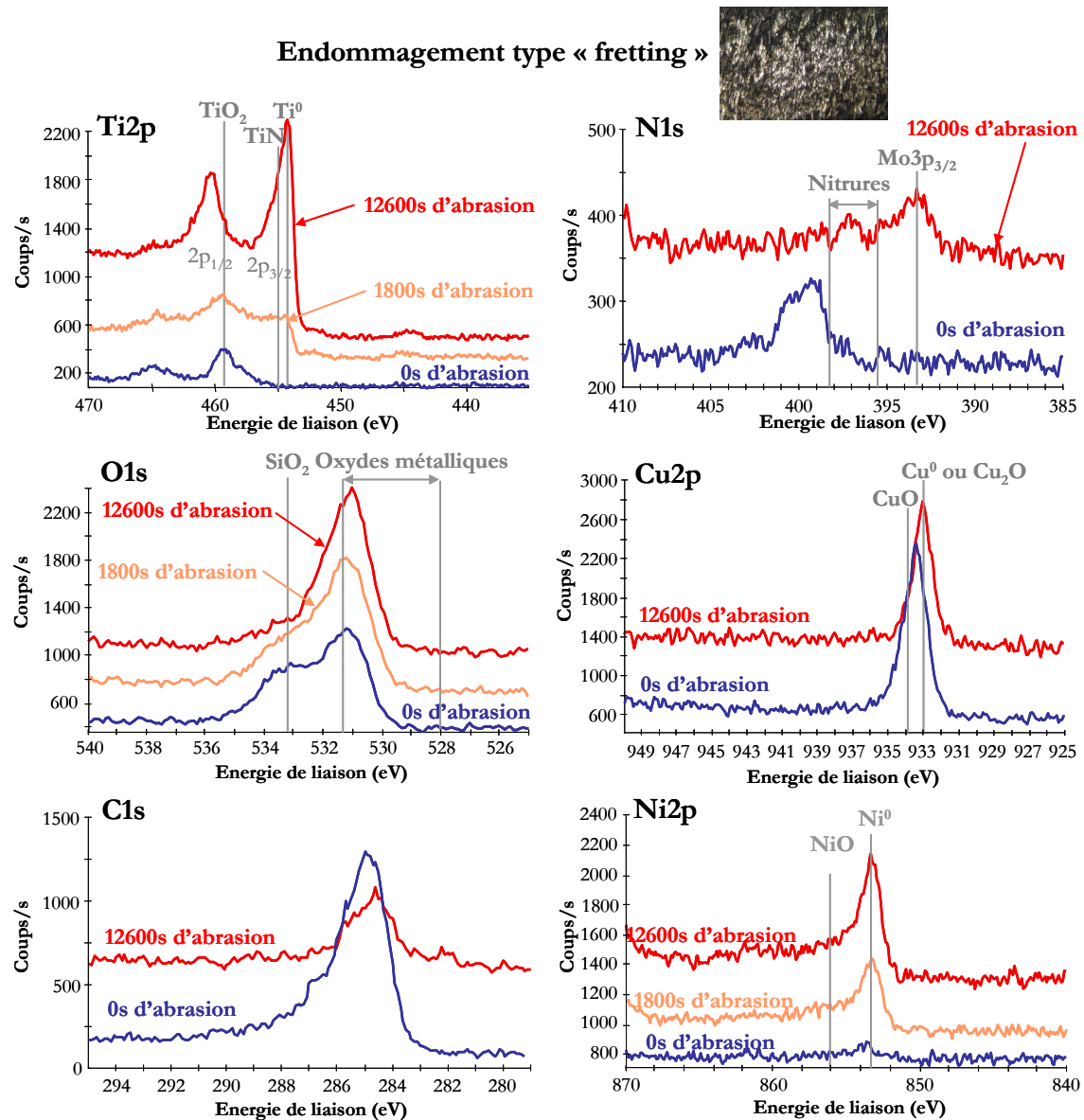


Figure 5-1 : Analyses XPS de la portée d'une alvéole de disque présentant une usure de type « fretting ».

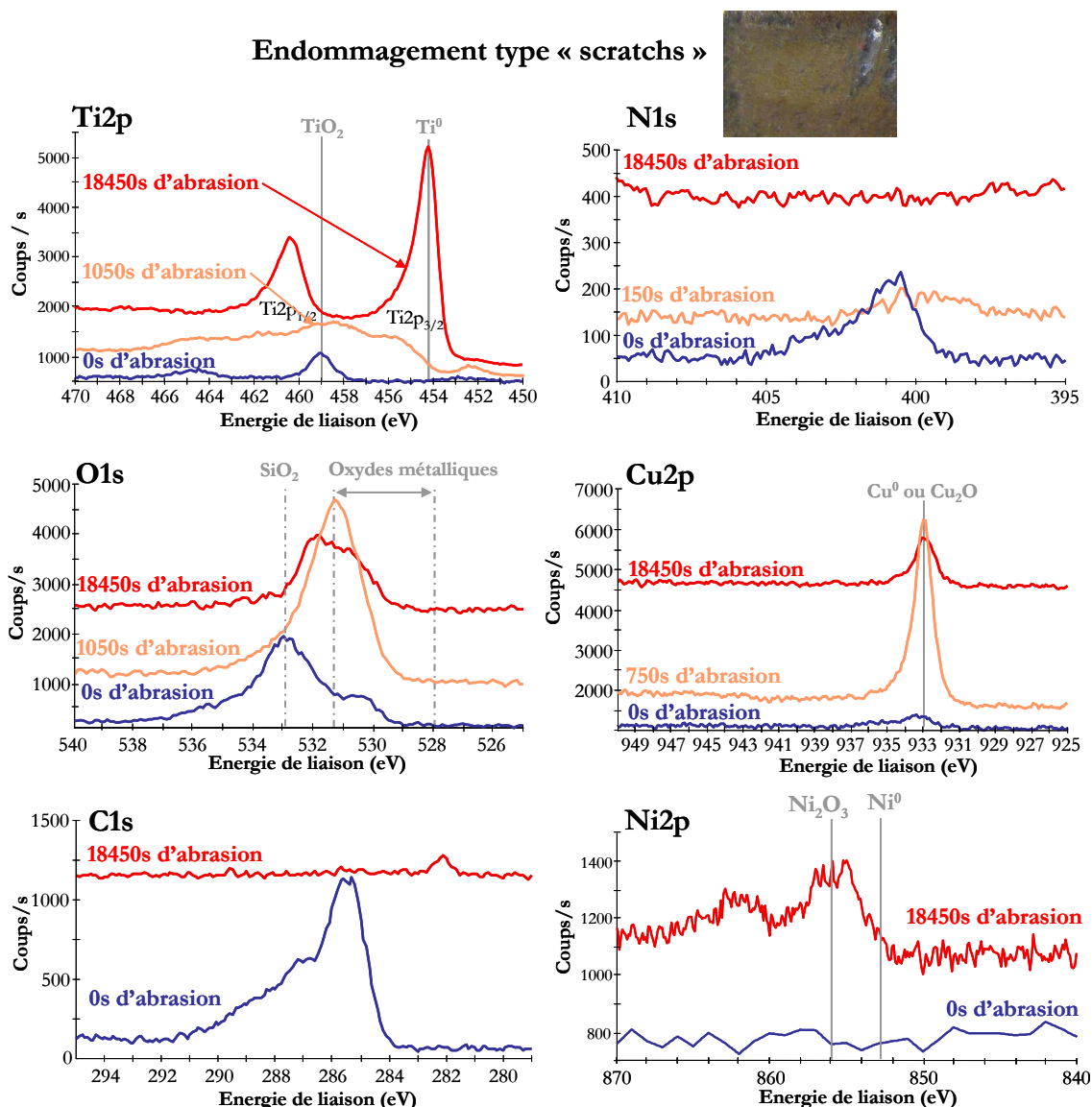


Figure 5-2 : Analyses XPS de la portée d'une alvéole de disque présentant une usure de type « scratches ».

Dans les trois cas, les proportions relatives des éléments principaux après 1000s d'abrasion sont comparées (Tableau 5-1) et les profils XPS sont tracés sur des temps d'abrasion suffisamment longs pour faire apparaître la structure métallique du titane (Figure 5-3).

Tableau 5-1 : Comparaison semi-quantitative XPS pour trois zones caractéristiques des endommagements moteur après 1000s d'abrasion.

Type d'endommagement	Ti2p	O1s	N1s	Cu2p3	Ni2p3	Si2p
Endommagement de type « fretting »	19%	59%	6%	12%	4%	0%
Endommagement de type « scratch » :						
<i>en surface de portée</i>	19%	62%	1%	10%	9%	0%
<i>en fond de scratch</i>	23%	69%	0%	4%	2%	2%



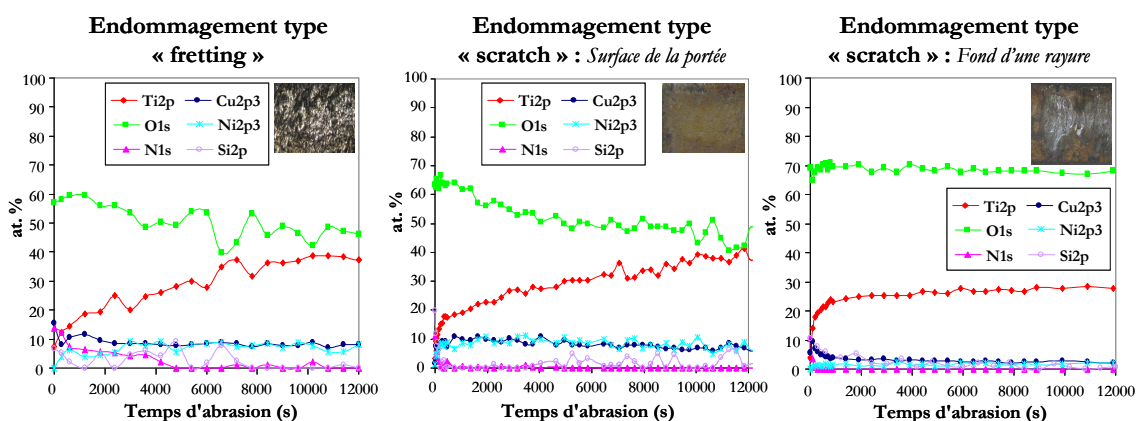


Figure 5-3: Comparaison des profils XPS pour les trois types d'endommagement moteur.

### 5.1.2 Comparaison des endommagements moteur/essais

La comparaison de ces résultats par rapport aux analyses physico-chimiques des échantillons expérimentaux met en évidence la **non-représentativité des essais réalisés à forte charge normale**. En effet, nous avons démontré au Chapitre 4 que pour  $F_n > 1200\text{N}$ , une transformation tribologique superficielle du titane avait lieu et qu'un important volume de transfert adhérait au centre du contact sur le revêtement de CuNiIn. De plus, en raison de la géométrie particulière des échantillons et de la formation d'une couronne latérale fortement oxydée, l'azote pénètre dans le contact et la structure TTS se niture et se fragilise. Dans le moteur, ce mode d'endommagement n'est retrouvé dans aucun des trois types étudiés. Non seulement aucune trace de nitrure de titane n'est observée, mais de plus, les coupes transverses présentées au §2.1.2 ne révèlent aucune couche de TTS à la surface des échantillons.

Pour illustrer cet effet, les résultats de l'étude semi-quantitative XPS sur pièces moteur sont placés sur le diagramme d'influence de la force normale précédemment présenté page 147 (Figure 5-4). Comme nous l'avons rappelé précédemment, le chargement appliqué à la fin de mise en charge du moteur correspond au domaine des fortes charges normales sur le dispositif expérimental. Les endommagements moteur devraient donc se situer dans la partie la plus chargée du diagramme (a), pour laquelle une structure transformée tribologiquement se forme et se niture au centre du contact. Les analyses XPS des deux types d'endommagement moteur vont à l'encontre de cette attente et indiquent des surfaces oxydées, non nitrurées, présentant des transferts de CuNiIn. Ce type d'endommagement est plus proche de ce qui est observé pour les essais de fretting à faible force normale ( $F_n < 1200\text{N}$ ) et si les proportions relatives de Ti/Cu/N devaient être placées sur le diagramme d'après les tendances d'évolution, les conditions moteur se situeraient davantage autour d'une pression moyenne de 70MPa (b).

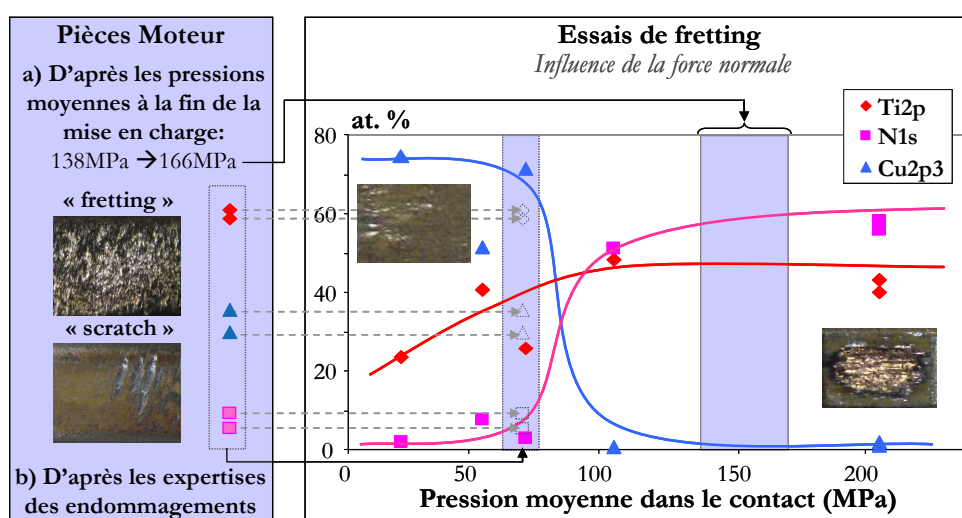


Figure 5-4 : Comparaison des proportions relatives de Ti/Cu/N pour les pièces moteur et pour les essais de fretting en fonction de la charge normale (Quantifications effectuées à partir des scans généraux XPS après 1000s d'abrasion).

Pour conclure, il semble que les endommagements observés sur pièces industrielles\* soient très proches du comportement tribologique identifié pour les faibles charges normales ( $F_n < 1200N$ ). Ainsi, les essais réalisés pour des forces normales élevées, choisies pour être représentatives du chargement maximal atteint à la fin de la mise en charge du moteur, paraissent trop sévères. On cherche alors à identifier l'origine de cette différence.

### 5.1.3 Discussion sur l'origine des différences de comportement

L'écart entre les endommagements obtenus avec le dispositif expérimental, pour des charges sensées représenter les sollicitations du contact aube/disque ( $F_n = 3000N$ ), et les observations effectuées sur pièces moteur, peut avoir différentes origines.

#### Au niveau des paramètres d'essais

- **Force normale :** Les paramètres « forte charge » ont été calculés pour reproduire les niveaux de chargement appliqués à la fin de la mise en charge du moteur. Le fait que les essais réalisés à forte charge normale induisent des endommagements trop sévères mécaniquement alors que ceux à faible charge normale paraissent représentatifs du moteur, indique que les sollicitations normales ont peut-être été surestimées.
- **Nombre de cycles :** Peu de données sont disponibles à Snecma concernant la correspondance cycles moteur/cycles de fretting. Lors du démarrage de cette étude, il a été choisi de se focaliser sur des durées de tests de 25000 à 50000 cycles de fretting, représentant a priori des fonctionnements de 10000 à 20000 cycles moteur†. Si on considère que la durée des essais est à l'origine des différences de comportement, on peut supposer : soit que le cas moteur expertisé (6000 cycles moteur) n'a pas fonctionné assez longtemps et qu'une modification de comportement tribologique aurait pu avoir lieu à

\* En considérant les endommagements moteur du type « fretting » représentant 80% des portées.

† On rappelle qu'un « cycle moteur » représente a priori un ensemble décollage – vol – atterrissage.

plus grand nombre de cycles ; soit que les mécanismes d'endommagement des échantillons expérimentaux devraient être caractérisés à plus faible nombre de cycles de fretting. Dans le premier cas, on précise qu'aucune donnée en flotte n'est disponible pour des moteurs ayant subi 25000 à 50000 cycles moteur mais qu'une modification de comportement est peu probable ; et dans le deuxième cas, on rappelle qu'à 5000 ou 10000 cycles de fretting, si les comportements ne sont pas encore stabilisés, les observations présentent déjà des signes annonçant le mécanisme final (apparition d'une couronne d'oxydation, écrouissage au centre du poinçon et amorçage de la TTS...). La durée des essais ne semble donc pas être le paramètre déterminant ici.

- **Fréquence de sollicitation :** La période réelle des cycles moteur est de l'ordre de quelques heures, ce qui correspond à des fréquences du millième d'hertz. La fréquence choisie pour les essais est de 5Hz, ce qui correspond à une vitesse maximale de 1 à 3mm.s<sup>-1</sup> selon l'amplitude du débattement imposé. En comparaison, dans le moteur, si on omet les phases de vol qui constituent la majeure partie d'un cycle moteur, on constate que la montée en charge se fait en quelques secondes, ce qui correspond à des vitesses de glissement estimées au maximum à 0.2mm.s<sup>-1</sup>. Ainsi, la vitesse de glissement a été légèrement surestimée dans les essais. Sur la base d'une étude précédente rapportant l'influence négligeable de la fréquence sur le comportement des aciers en fretting [Söderberg '86], le paramètre fréquence n'a pas été étudié dans cette thèse. Cependant, il semble intéressant à l'avenir, de vérifier cette influence dans le cas des alliages de titane.

#### Au niveau du dispositif expérimental :

- **Conditions de glissement et complaisance de montage :** Les valeurs du débattement imposé  $\delta^*$  et de la force normale  $F_n$  ont été déterminées sur la base des modélisations EF 3D du contact aube/disque (§2.1.1). D'après la carte de fretting tracée pour le contact expérimental (dépendant de la complaisance du montage et de la géométrie des échantillons) au début du Chapitre 3 (page 70), ces paramètres correspondent à un régime de glissement total, quoique proche de la transition GP/GT. Il peut alors être considéré que le fait d'être proche de la transition, modifie les mécanismes d'endommagement [Hannel '00]. Cependant, il a été vérifié à chaque essai que les buches de fretting présentaient bien une allure quadratique, caractéristique d'un régime de glissement total. Par conséquent, la complaisance du dispositif expérimental ne semble pas en cause. Toutefois, il faut rappeler qu'une plus grande raideur de montage permettrait de s'éloigner de la frontière GP/GT, tout en appliquant les mêmes paramètres expérimentaux ( $\delta^*$  et  $F_n$ ).

#### Au niveau du type de sollicitations imposées :

- **Chargement dynamique :** Dans le moteur, lors de la mise en charge du système, la force normale augmente progressivement en même temps que le glissement. Cette dynamique de sollicitation a été explicitée au §2.1.1. Cependant, puisque le dispositif de fretting wear ne permet pas de reproduire un tel chargement, nous avons posé l'hypothèse qu'un chargement statique, correspondant au point maximal de chargement,

permettrait de reproduire les endommagements et d'assurer le conservatisme. Au regard des résultats des comparaisons moteur/expérimental, cette hypothèse de départ est sans doute à revoir et l'influence d'un chargement dynamique de la force normale à considérer.

- **Ouverture du contact :** Le système aube/disque présente des phases d'ouverture du contact qui ne sont pas simulées expérimentalement. En effet, à la fin de chaque cycle, le moteur s'arrête et l'aube retombe libre dans son logement. Les portées sont alors exposées à l'air ambiant et les pièces encore chaudes peuvent s'oxyder. Cette phase ne peut pas être prise en compte dans la configuration actuelle du montage et il est vraisemblable, aux vues des conclusions du Chapitre 4, que ces expositions cycliques à l'air influencent grandement les mécanismes d'endommagement. Notamment, les phénomènes de nitruration mis en évidence pour le contact expérimental à forte charge, ne peuvent pas avoir lieu.
- **Sollicitations polycycliques :** Les phases de vibration en cours de vol représentent des phases de glissement partiel entre chaque décollage/atterrissage, c'est-à-dire au milieu de chaque cycle oligocyclique charge/décharge. Pour cette thèse, volonté a été faite de découpler les sollicitations oligocycliques et polycyclique pour n'étudier que les endommagements d'usure\*. Au terme de notre analyse, les effets synergiques des deux types de sollicitation sont à évaluer. Notamment, l'introduction de phases de glissement partiel pourrait induire une fissuration des volumes de transfert centraux et modifier les faciès des portées.

Cette discussion permet de faire émerger deux pistes générales de travail pour améliorer la représentativité des essais : **1. Agir sur les paramètres expérimentaux** en ajustant mieux leur valeur par rapport aux conditions du moteur, **2. Modifier le type de sollicitations** imposées pour se rapprocher du fonctionnement du moteur. L'exploration de ces deux pistes est présentée dans la suite de ce chapitre.

## 5.2 Amélioration de la représentativité des essais

### 5.2.1 Modification des paramètres expérimentaux

A l'issue de la comparaison des endommagements moteur/essais, il est apparu que les essais de fretting effectués à faible charge normale étaient plus représentatifs du moteur que les essais « forte charge ». Ainsi, si l'analyse étendue du domaine de sollicitation a permis la formalisation de mécanismes et de cinétiques représentatives ; se pose maintenant le problème de la transposition de ces résultats à d'autres configurations de systèmes. En effet, comment savoir par la suite quel niveau de chargement appliquer pour être représentatif sans avoir à ré-explore tout le domaine

---

\* Les phénomènes de fissuration font notamment l'objet d'une thèse au LTDS en partenariat avec la société Snecma (J. Meriaux).

d'étude ? Pour répondre à cette question, l'analyse du contact aube/disque est reprise avec une approche différente.

Lors de l'analyse du fonctionnement du contact aube/disque, nous avons vu que les sollicitations normales et tangentielles évoluaient simultanément lors de la mise en charge puis décharge du contact. Les dispositifs usuels de fretting ne nous permettant pas de reproduire cette dynamique de chargement, un choix a été fait de baser l'équivalence de chargement sur les niveaux atteints à l'issue de la mise en charge. Cette démarche correspond à ce qui est adopté usuellement dans la littérature sur les contacts aube/disque [Fridrici '02, Paulin '06] [Hager '08] et est cohérente avec le souci de conservatisme de Snecma.

Désormais, face au défaut de représentativité des essais « fortes charges », une nouvelle approche est proposée, basée sur une **équivalence en énergie dissipée**. L'idée est alors de calculer l'énergie dissipée pendant un cycle complet moteur (mise en charge/décharge) puis de choisir les efforts normaux à appliquer lors des essais afin de dissiper la même quantité d'énergie pendant un cycle de fretting. La Figure 5-5 illustre cette approche.

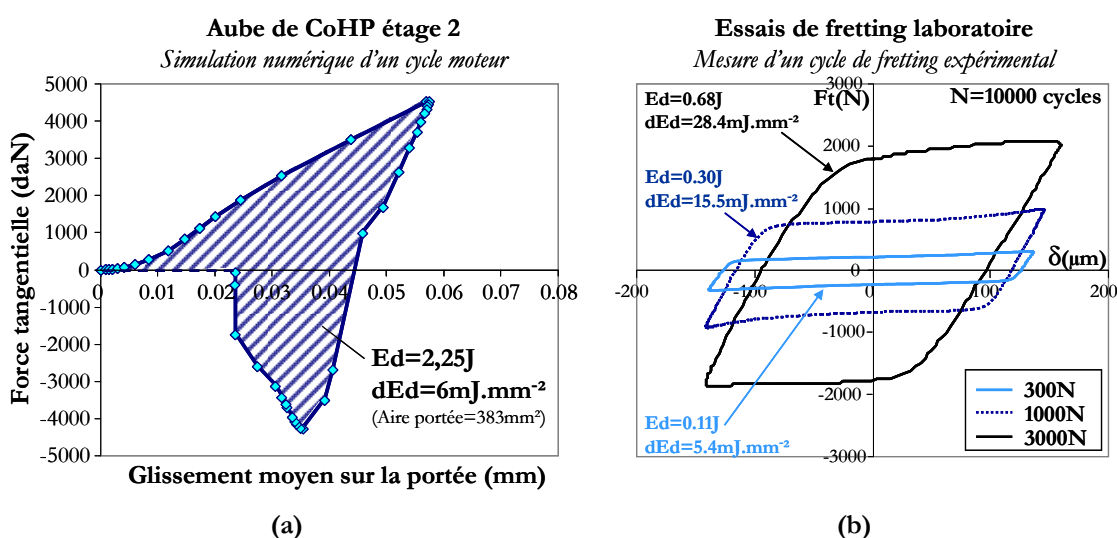


Figure 5-5 : Comparaison énergétique des cycles moteur et des cycles expérimentaux. a) Modélisation de l'énergie dissipée pendant un cycle moteur, b) Comparaison des énergies dissipées pendant un cycle de fretting stabilisé en fonction de la force normale.

A partir du cycle moteur complet modélisé par éléments finis (cf. §2.1.1), l'énergie dissipée est calculée puis divisée par l'aire totale de la portée afin d'évaluer la densité d'énergie dissipée ( $dE_d$ ) pendant un cycle moteur. Pour le cas présenté ici, celle-ci est de  $6\text{mJ}\cdot\text{mm}^{-2}$  environ. On notera qu'une incertitude demeure toutefois au niveau de la décharge puisque des difficultés de convergence empêchent de simuler un déchargement complet. Cette valeur est ensuite comparée aux densités d'énergie dissipées pendant un cycle de fretting expérimental. Il peut alors être constaté que les essais effectués à  $F_n = 3000\text{N}$  correspondent à une densité d'énergie dissipée 5 fois plus grande que dans le moteur, alors que les essais à  $F_n = 300\text{N}$  présentent un ordre de grandeur comparable.

Pour poursuivre cette analyse, l'énergie dissipée pendant la phase de mise en charge a été calculée pour toutes les configurations du moteur (Tableau 5-2).

**Tableau 5-2 : Estimation des densités d'énergie dissipée dans le moteur à partir de la modélisation de la montée en charge\*.**

	Conditions lubrifiées ( $\mu=0.3$ )				Conditions non lubrifiées ( $\mu=0.75$ )			
	Etage 2		Etage 4		Etage 2		Etage 4	
	Intra	Extra	Intra	Extra	Intra	Extra	Intra	Extra
<b>Ed (J)</b>	1.83	1.50	0.40	0.33	2.82	1.41	0.61	0.31
<b>dEd (mJ.mm<sup>-2</sup>)</b>	4.8	3.9	2.8	2.3	7.4	3.7	4.3	2.0

La densité moyenne d'énergie dissipée pendant la première partie du cycle est évaluée à 3.5mJ.mm<sup>-2</sup> en conditions lubrifiées et à 4.4mJ.mm<sup>-2</sup> en conditions non lubrifiées. En supposant que la phase de décharge dissipe autant d'énergie, **la densité totale d'énergie dissipée pendant un cycle moteur est estimée à 10mJ.mm<sup>-2</sup>.**

Au niveau des essais de fretting, il suffit de déterminer quelle valeur de force normale permet de dissiper la même quantité d'énergie. Pour ce faire, deux méthodes peuvent être utilisées :

- **Par simulation numérique du contact :** A l'aide du modèle numérique et du programme Wear Box présentés au §2.2.2, la densité d'énergie dissipée pendant un cycle de fretting est calculée pour différentes valeurs de chargement normal. Pour traduire l'évolution du COF avec la force normale, la tendance linéaire décroissante observée Figure 3-8 est intégrée dans le modèle. Les calculs sont effectués pour  $\delta^*=\pm 40\mu\text{m}$  (ce qui correspond aux sollicitations du moteur) et pour  $\delta^*=\pm 100\mu\text{m}$  (ce qui correspond à l'amplitude appliquée lors des essais) (Figure 5-6).
- **Par calcul analytique empirique :** Pour s'affranchir de la modélisation numérique, la densité d'énergie dissipée peut également être estimée à partir de la formule (5-1):

$$dEd = \frac{4 \cdot \mu \cdot F_n \cdot \delta^*}{A} \quad (5-1)$$

Dans ce cas, en plus de la prise en compte de l'évolution linéaire décroissante de  $\mu$ , la variation de l'aire de contact, A, doit également être considérée. Pour ce faire, une loi logarithmique est déterminée empiriquement à partir des valeurs expérimentales.

La Figure 5-6a présente les évolutions de dEd en fonction de F<sub>n</sub> pour trois valeurs de débattement imposé. Les écarts entre déterminations numérique et analytique proviennent de la sous-estimation numérique de l'aire de contact à  $\pm 100\mu\text{m}$  et du manque de données expérimentales à  $\pm 40\mu\text{m}$ . Dans l'ensemble, ces deux approches présentent des tendances similaires et permettent de déterminer que, pour une ouverture de contact de  $\pm 40$  à  $\pm 100\mu\text{m}$ , **la force normale ne doit pas dépasser 1500N pour que dEd < 10mJ.mm<sup>-2</sup>.**

\* Les notations « intra » et « extra » font référence aux deux faces du pied de l'aube, appelées intrados et extrados.



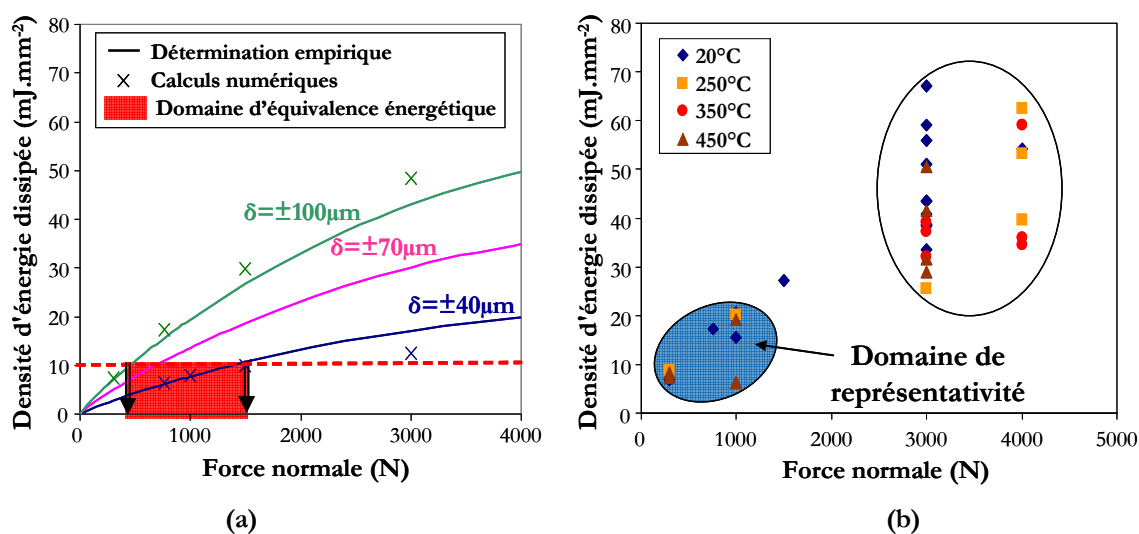


Figure 5-6 : Calcul de la densité d'énergie dissipée pendant les essais de fretting en fonction de la force normale. a) Détermination pour trois amplitudes de glissement, b) Représentation des essais Ti17g/CuNiIn effectués dans le domaine ( $dEd$ ,  $F_n$ ).

La Figure 5-6b représente les différents essais Ti17g/CuNiIn effectués au cours de cette étude en fonction de leur densité d'énergie dissipée. La disparité des essais à fortes charges vient du fait que de nombreux paramètres ont été étudiés (influence du débattement, du nombre de cycles...). Au final, il apparaît clairement que le domaine de représentativité des essais se situe pour  $dEd < 20 \text{ mJ}\cdot\text{mm}^{-2}$ , soit  $F_n < 1200 \text{ N}$ . Cette équivalence valide la pertinence d'une approche en énergie dissipée pour déterminer les conditions de chargement normal. Pour améliorer la représentativité, nous suggérons que les essais de fretting soient réalisés à iso-densité d'énergie dissipée par rapport aux conditions industrielles.

## 5.2.2 Modification du type de sollicitations imposées

Une autre piste d'amélioration de la représentativité des essais consiste à se rapprocher davantage de la complexité des sollicitations du moteur.

### 5.2.2.1 Influence des sollicitations polycycliques

Dans le moteur, les vibrations aérodynamiques en vol génèrent des phases de glissement partiel entre chaque cycle de glissement total. La question est de savoir si ces sollicitations polycycliques modifient les mécanismes d'endommagement des pièces.

En 2006, Paulin avait déjà évalué l'impact d'une phase de glissement partiel entre deux phases de glissement total [Paulin '06]. Son étude, portant sur le cas d'un contact TA6V/TA6V de géométrie cylindre de diamètre 20mm/plan à 20°C, avait démontré que **l'introduction d'une phase de GP permettait de fissurer le volume de TTS** présent au centre du plan et ainsi de passer d'un profil en « W » à un profil en « U ». Pour le contact étudié, Paulin estime qu'à partir de 2000 cycles de GP, le volume de transfert est éliminé, et que le contact retrouve ensuite la même cinétique d'usure que lors de la première phase de GT [Fouvry '09].

Pour valider ce concept dans le cas particulier du contact Ti17g/CuNiIn de géométrie poinçon/plan en température, des essais sont menés à 25000 cycles de GT à  $F_n=3000\text{N}$  puis suivis de phases de GP de 1000 à 25000 cycles, de même fréquence mais de débattement imposé plus faible tel que  $\delta_0=\pm 5\mu\text{m}$  (Figure 5-7). L'analyse topographique permet d'étendre les conclusions de Paulin à notre configuration d'essais : l'ajout de phases de GP à l'issue d'un essai de GT engendre une fissuration du volume de transfert central, qui est éjecté sous forme de débris. **L'usure est alors causée par une fatigue de l'interface.** Afin de ne pas perturber le contact en interrompant l'essai, les quatre tests présentés Figure 5-7 sont effectués sur quatre échantillons différents, en imposant les cycles de GP directement à l'issue des cycles de GT sans démontage ni ouverture. Les légers écarts de volumes d'usure entre échantillons sont attribués à la variabilité des paramètres de fretting. Les mesures topographiques permettent de mettre en relation le volume éjecté lors des phases de GP avec le volume de transfert  $V_{\text{transfert}}$ , défini page 108. Ainsi, **la prise en compte du volume d'endommagement proposée au Chapitre 3 permet de compenser l'effet de cycles de GP post-essais.** L'influence de cette prise en compte sur la cinétique d'usure a été évaluée à +20% (§3.2.3.2).

Par ailleurs, il est intéressant de constater que ce type d'essai se rapproche des séquences imposées par les équipes américaines de Segall et Conway (évoquées page 37 [Freimanis '02]). Cependant, dans leur protocole, la deuxième phase d'amplitude plus réduite est effectuée à  $\delta=\pm 25\mu\text{m}$ , c'est-à-dire en condition de GT correspondant à un régime de glissement mixte.

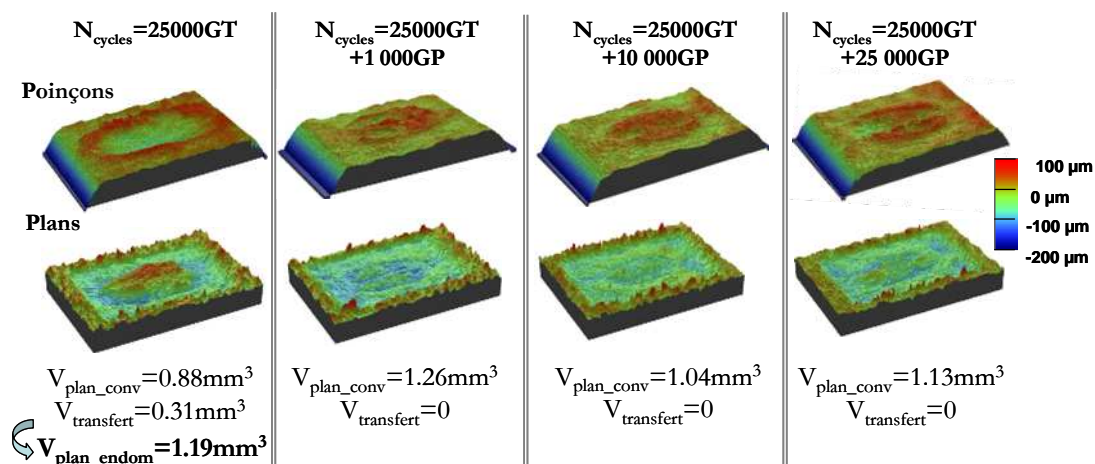


Figure 5-7 : Influence de l'ajout de phases de GP de durée variable à l'issue d'un essai en GT ( $T=250^\circ\text{C}$ ,  $F_n=3000\text{N}$ ,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ ,  $N_{\text{GT}}=25000\text{cycles}$ ).

Ainsi, cette approche permet de comprendre l'effet des cycles de GP sur le faciès des traces d'usure, cependant **la question demeure de savoir si la présence répétée de ces phases modifie, dans le temps, le mécanisme d'endommagement.**

Pour cela, des séquences complexes  $(N_{\text{GT}}=1000\text{ cycles}, N_{\text{GP}}=5000\text{ cycles})_{\times 10}$  ont été réalisées pour des couples Ti17g/CuNiIn, à  $F_n=3000\text{N}$  et  $F_n=1000\text{N}$ . A l'issue de chaque phase, le contact est démonté, photographié et mesuré par profilométrie 3D avant et après nettoyage aux ultrasons (US). Cette méthode présente l'inconvénient d'ouvrir le contact et de déplacer les

échantillons entre chaque phase, ce qui peut engendrer un léger décalage au niveau du repositionnement. Cependant, dans le moteur, le même type de mouvement est observé et il est supposé que l'aube ne se repositionne jamais exactement au même endroit, ce qui génère toujours une courte phase de ré-accommodation des interfaces. La Figure 5-8 illustre les traces d'usure observées sur le poinçon pour les 5 premières séquences à  $F_n=3000N$ . Le contact présente initialement un faciès homogène avec un aspect brillant au centre et des débris plus sombres accumulés sur les bords de la trace. A partir de 2000 cycles de GT, un volume de transfert apparaît au centre. La phase de GP suivante permet d'enlever la majeure partie du volume central, cependant une marque d'écaillage persiste à  $N_{cycles}=12000$  cycles. La suite de la séquence permet d'éliminer totalement le volume de transfert dès que celui-ci se forme. Cependant, à partir de  $N_{cycles}=30000$  cycles (soit 5000 cycles de GT et 25000 cycles de GP), la zone centrale de la trace apparaît dorée et brillante. Cet aspect rappelle les observations de la TTS nitrurée obtenue dans les essais en GT. Cette hypothèse est par la suite confirmée par des analyses XPS qui révèlent la forte teneur en azote du centre de la trace. Ainsi, il apparaît que malgré les phases répétées de GP, le mécanisme d'endommagement identifié en oligocyclique pour les fortes charges normales se produit également lors d'une sollicitation couplée GT/GP. **L'ajout des phases de GP ne fait donc qu'aider à l'élimination progressive du volume de matière central mais ne modifie pas en soit le processus d'endommagement.**

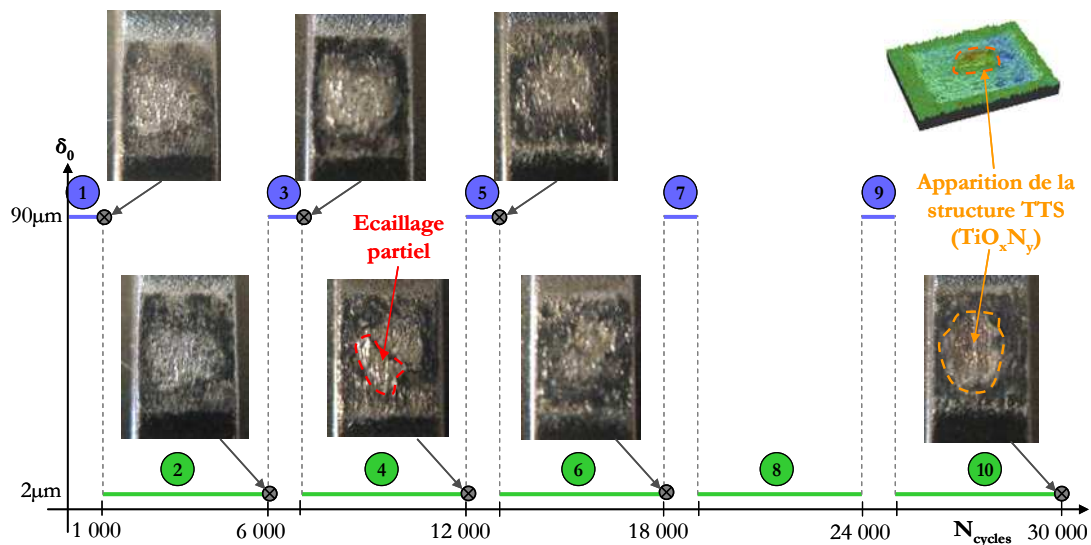


Figure 5-8 : Prise en compte d'une séquence de chargement complexe ( $N_{GT}=1000$  cycles,  $N_{GP}=5000$  cycles) $_{x5}$ . (Couple Ti17g/CuNiIn,  $T=20^{\circ}C$ ,  $F_n=3000N$ ).

Dans un deuxième temps, nous nous sommes intéressés à l'influence de l'introduction de phases de GP sur les cinétiques d'usure :

- **En termes de cinétique globale à l'issue de la séquence ( $N_{GT}=1000$  cycles,  $N_{GP}=5000$  cycles) $_{x10}$** : Le Tableau 5-3 présente les taux d'usure finaux pour les deux essais à séquence complexe et les augmentations relatives par rapport à ce qui a été déterminé en chargement oligocyclique au Chapitre 3. A forte charge normale ( $F_n=3000N$ ), l'introduction des phases de GP induit une augmentation de +30% à

+50% du taux d'usure ; celle-ci est attribuée à une meilleure éjection du volume de transfert central. A faible charge normale ( $F_n=1000\text{ N}$ ), les taux d'usure dans le cas d'un chargement polycyclique sont doublés voire triplés par rapport au cas du chargement oligocyclique. Ce résultat s'explique par l'élimination du lit lubrifiant de troisième corps, ce qui accélère l'usure. En effet, les échantillons étant nettoyés par ultrasons entre chaque phase, tous les débris sont systématiquement éliminés des traces.

**Tableau 5-3: Taux d'usure globale après 10000 cycles de GT obtenus en séquence complexe (GT/GP) et comparaison par rapport aux taux déterminés en chargement oligocyclique uniquement.**

	Taux d'usure après ( $N_{GT}=1000$ cycles, $N_{GP}=5000$ cycles) $\times 10$	
	$\alpha$ ( $\text{mm}^3\cdot\text{J}^{-1}$ )	$\alpha_s$ ( $\text{mm}^3\cdot(\text{J}\cdot\text{mm})^{-1}$ )
$F_n=3000\text{ N}$	$1,60\cdot 10^{-4}$ soit +32%	$2,10\cdot 10^{-3}$ soit +55%
$F_n=1000\text{ N}$	$2,17\cdot 10^{-4}$ soit +214%	$2,17\cdot 10^{-3}$ soit +288%

- **En termes de cinétique instantanée pendant les phases de GT :** Dans un deuxième temps, l'attention est portée sur l'évolution du taux d'usure au cours des essais à séquence complexe (Figure 5-9). Dans le cas des essais à forte charge, il est alors constaté que la cinétique d'usure est initialement faible puis augmente et se stabilise à partir de 5000 cycles de GT cumulés (soit  $N_{GT}=5000$  cycles et  $N_{GP}=25000$  cycles), ce qui correspond à l'apparition de la TTS et à l'activation des phénomènes de transfert. Ce résultat est cohérent avec les conclusions des études de Sauger [Sauger '00a] sur la TTS qui avançaient l'hypothèse d'une énergie seuil d'activation nécessaire à la formation de la structure écrouie. Dans le cas des faibles charges normales ( $F_n=1000\text{ N}$ ), aucune structure de type TTS n'est observée. Les cinétiques d'usure sont initialement très élevées car attribuées à l'oxydation des surfaces et à l'éjection systématique des débris. La stabilisation du taux d'usure à partir de 2000 cycles cumulés de GT peut être associée à l'accommodation des surfaces et à la diminution de la sévérité de sollicitations.

**Pour conclure, si l'introduction des phases polycycliques du chargement n'influence pas les mécanismes d'endommagement, il n'en est pas de même pour les cinétiques d'usure qui apparaissent fortement augmentées.** Aux vues de ces essais effectués en séquence complexe ( $N_{GT}=1000$  cycles,  $N_{GP}=5000$  cycles) $\times 10$ , le coefficient énergétique réduit est estimé à  $\alpha_s=2,14\cdot 10^{-3}\text{ mm}^3\cdot(\text{J}\cdot\text{mm})^{-1}$ , pour  $F_n$  e [300N, 3000N].

A titre indicatif, une analyse approfondie de quelques données de retour de flotte accessibles sur une vingtaine de moteur ayant fonctionné dans des conditions très diverses a récemment permis d'estimer les cinétiques d'usure à  $0,66\cdot 10^{-4}\text{ hbar}^{-1}\cdot\text{mm}^{-1}$  et à  $2,78\cdot 10^{-4}\text{ hbar}^{-1}\cdot\text{mm}^{-1}$  pour les étages 2 et 3 du CoHP, c'est-à-dire de\*  $0,66\cdot 10^{-3}\text{ mm}^3\cdot(\text{J}\cdot\text{mm})^{-1}$  à  $2,78\cdot 10^{-3}\text{ mm}^3\cdot(\text{J}\cdot\text{mm})^{-1}$ . Cet intervalle est très large mais permet de valider l'ordre de grandeur obtenu dans ces essais.

\* Valeurs exprimées en taux énergétique réduit,  $\alpha_s$ .

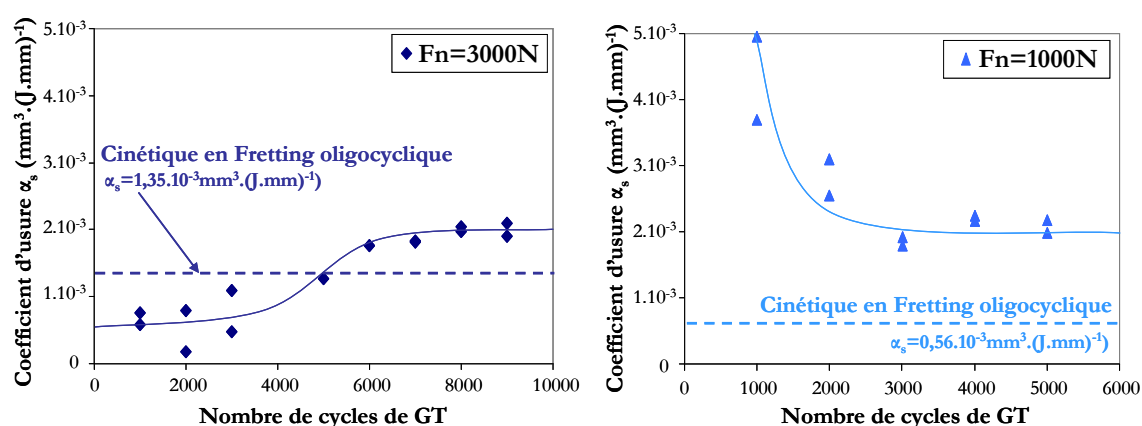


Figure 5-9 : Evolution de la cinétique d'usure pour des essais à séquence complexe GT/GP, en fonction du nombre de cycles de GT cumulés. Les essais à  $F_n=3000\text{N}$  et  $F_n=1000\text{N}$  stabilisent après 3000 à 5000 cycles à une valeur supérieure à celle obtenue en chargement oligocyclique.

### 5.2.2.2 Influence des phases d'ouverture de contact

Dans le moteur, le système aube/disque n'est pas en permanence fermé à l'air. A l'issue de chaque arrêt moteur (fin du cycle décollage/atterrissage), les aubes « retombent » dans le fond des alvéoles et les surfaces se séparent. Les pièces chaudes peuvent alors s'oxyder. Cette ouverture régulière du contact n'est pas prise en compte dans le dispositif expérimental actuel et on peut penser, d'après les conclusions du Chapitre 4, que ces phases d'oxydation jouent un rôle non négligeable sur la tribochimie du contact. L'essai séquencé GT/GP présenté précédemment comportait des phases d'ouverture du contact afin d'effectuer les mesures de volume d'usure. Cependant, afin d'évaluer de façon indépendante l'impact de ce phénomène, un essai de 25000 cycles de GT sous forte charge normale a été réalisé avec une phase d'ouverture de contact de 1 minute tous les 1000 cycles (soit 25 ouvertures de contact, sans nettoyage US). Afin de n'étudier que l'influence de l'ouverture du contact et non pas du repositionnement, les échantillons ne sont pas démontés. A chaque ouverture de contact, les échantillons sont observés et photographiés. Très rapidement, le poinçon présente un volume de matière central en surépaisseur (Figure 5-10). Celui-ci paraît brillant et entouré d'une couronne de débris plus sombre. A la fin de l'essai, l'échantillon est nettoyé aux ultrasons, observé en microscopie optique et analysé par XPS. L'observation révèle la présence de trois zones d'aspects distincts (visibles Figure 5-10):

- 1. Une couronne latérale oxydée et de couleur jaune/vert sombre, semblable à ce qui est observé classiquement dans les essais en GT,
- 2. La majeure partie du volume de matière central d'aspect brillant métallique mais qui ne présente pas l'aspect doré caractéristique de la structure TTS nitrurée,
- 3. Un spot central de  $1\text{mm}^2$  environ d'aspect jaune doré et rappelant fortement la structure TTS nitrurée.

Les analyses XPS effectuées indiquent une présence d'azote dans tout le volume central avec cependant une différence au niveau des proportions Ti/N. Ainsi, **il semble que l'ajout de phases d'ouverture de contact, sans modifier le comportement général du système (on**

observe toujours la formation d'un important volume de TTS central), **limite les phénomènes de nitruration**. Cependant, on peut se demander si des ouvertures de contact plus fréquentes, c'est-à-dire à chaque cycle de GT comme dans le moteur, influeraient davantage sur le comportement. De tels essais ne sont pas réalisables avec le dispositif expérimental actuel.

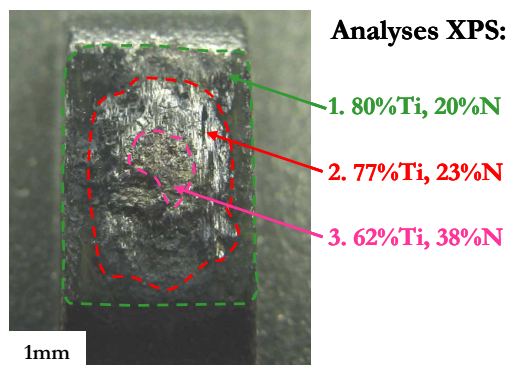


Figure 5-10 : Vue macroscopique d'un essai effectué avec ouverture de contact tous les 1000 cycles. (Ti17g/CuNiIn, T=20°C, Fn=3000N,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$ ,  $N_{GT}=25 \times 1000$  cycles).

Au final, ces études préliminaires d'influence permettent de mettre en évidence l'importance de la prise en compte de la dynamique de chargement. Des études plus poussées mériteraient d'être effectuées à l'avenir pour explorer l'influence de ces aspects. Notamment, il paraîtrait intéressant d'étudier l'impact de séquences GP/GT avec des proportions de GP de plus en plus importantes, ce qui permettrait de se rapprocher davantage des conditions industrielles. Cependant, avec la configuration actuelle du dispositif, la réalisation de tels essais est difficile voir impossible.

## 5.3 Proposition de nouveaux protocoles d'essais

### 5.3.1 En conservant le même dispositif expérimental

Aux vues des résultats de cette étude, nous proposons un nouveau protocole expérimental afin d'améliorer la représentativité des essais qui s'appuie sur:

- Le choix de la valeur de force normale à partir d'une équivalence en densité d'énergie dissipée, c'est-à-dire l'application d'une force normale constante intermédiaire (de 300N à 1200N pour la géométrie considérée ici),
- La mise en place de séquences complexes de chargement tangentiel avec alternance de phases de GT et de GP afin d'éjecter les volumes de transfert centraux et de se rapprocher de la cinétique constatée sur pièces moteur.

Ce protocole présente l'avantage d'utiliser le dispositif expérimental existant (force normale statique), avec des sollicitations simples et facilement comparables aux résultats de la littérature.



### 5.3.2 Développement d'un nouveau dispositif expérimental

D'autre part, afin d'explorer les nouvelles pistes d'études évoquées précédemment et tenter de se rapprocher davantage de la complexité des sollicitations du moteur, un nouveau montage a été développé au LTDS par S. Fouvry. Son principe repose sur l'asservissement de l'application de la force normale par l'intermédiaire d'un vérin hydraulique. Il devient alors possible d'appliquer un chargement normal cyclique, synchronisé ou non avec le chargement tangentiel. Présenté Figure 5-11, ce montage, permet d'imposer une force normale allant jusqu'à 30000N. De plus, grâce au système d'asservissement, il est possible de réaliser des ouvertures de contact à chaque cycle de fretting.

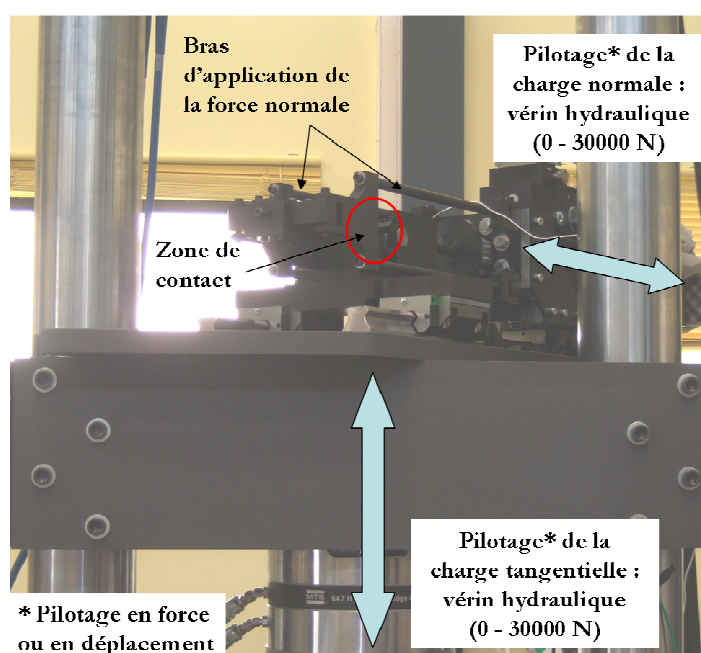


Figure 5-11 : Nouveau montage de fretting wear à chargement normal variable.

Ce nouveau dispositif, mis en place en juin 2009, devrait ainsi permettre de réaliser des séquences complexes avec pilotage complet indépendant des sollicitations normales et tangentielles. Afin de tester ce nouveau dispositif par rapport à notre application, un essai a été réalisé avec des échantillons identiques à ceux testés auparavant et avec les paramètres suivants :

- Contact Ti17g/CuNiIn
- $T=20^{\circ}\text{C}$ ,  $F=5\text{Hz}$
- $F_n$  variable entre 300N et 3000N en phase avec la variation de  $\delta$
- $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$

La Figure 5-12 précise la synchronisation qui a été imposée aux signaux afin de se rapprocher des sollicitations du moteur (cf. §2.1.1)

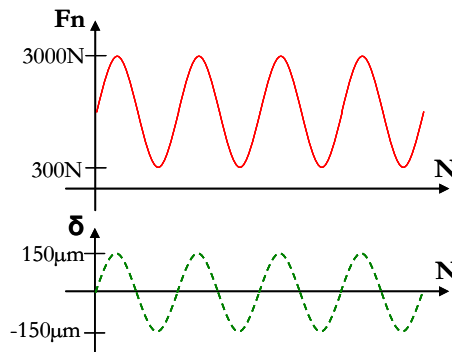


Figure 5-12 : Synchronisation du pilotage des chargements normaux et tangentiels pour l'essai sur le nouveau montage.

A l'issue de l'essai, l'allure des traces d'usure est observée (Figure 5-13). On remarque que la morphologie du plan usé est très différente de ce qui a été observé en chargement statique forte charge. Notamment, aucun phénomène de transfert central n'est visible. De plus, l'absence de couleur jaune/brillant au centre indique qu'il n'y a pas eu de nitruration du titane, ce qui est cohérent avec l'hypothèse d'une pénétration facilitée de l'air lors de la phase du cycle à faible force normale. La présence de surépaisseur sur le poinçon semble correspondre à des débris et du troisième corps compacté, cette phase disparaît au nettoyage par ultrasons. On note que les endommagements paraissent plus importants que lors des essais à faible charge statique et l'usure du plan atteint notamment 120 $\mu\text{m}$  de profondeur.

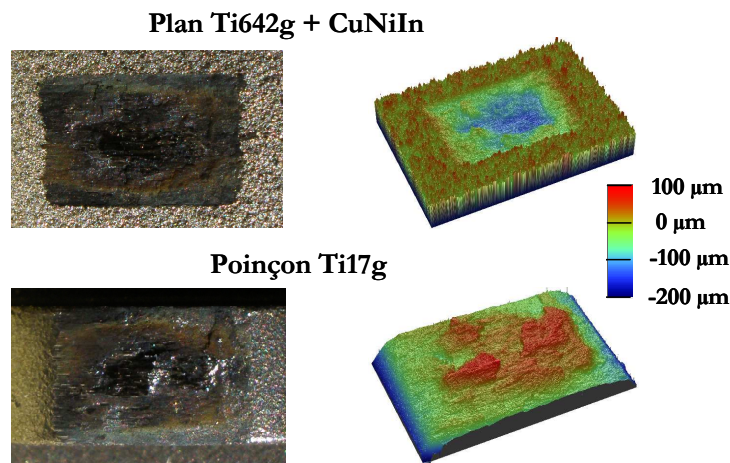


Figure 5-13 : Allure des traces observées pour l'essai à  $F_n$  variable.

Les évolutions des cycles de fretting et du coefficient de frottement sont également étudiées (Figure 5-14). Le cycle présente une forme ovoïde liée à la variation de la force normale au cours du cycle. Il n'est pas possible de définir une portion de glissement à coefficient de frottement constant car le glissement total ne se fait que sur la fin du cycle lorsque le débattement et la force normale atteignent leurs valeurs maximales. On remarque que l'on peut tout de même définir un coefficient de frottement maximal, associé à la pointe du cycle lorsque le contact est glissant. Ce coefficient est stable autour de 0.68, ce qui correspond à l'ordre de grandeur observé lors des essais en chargement normal statique. L'aire du cycle de fretting étant réduit, la **densité**

d'énergie dissipée moyenne par cycle est de  $13.4\text{mJ}\cdot\text{mm}^{-2}$ . Cette valeur se rapproche des dEd calculées pour le moteur (cf. §5.2.1). Si on la replace dans le diagramme de la Figure 5-6, on constate que l'on obtient un point à Fn variable 300N-3000N dont la densité d'énergie dissipée se situe dans le domaine des essais à charge normale constante faible (inférieure à  $20\text{mJ}\cdot\text{mm}^{-2}$ ).

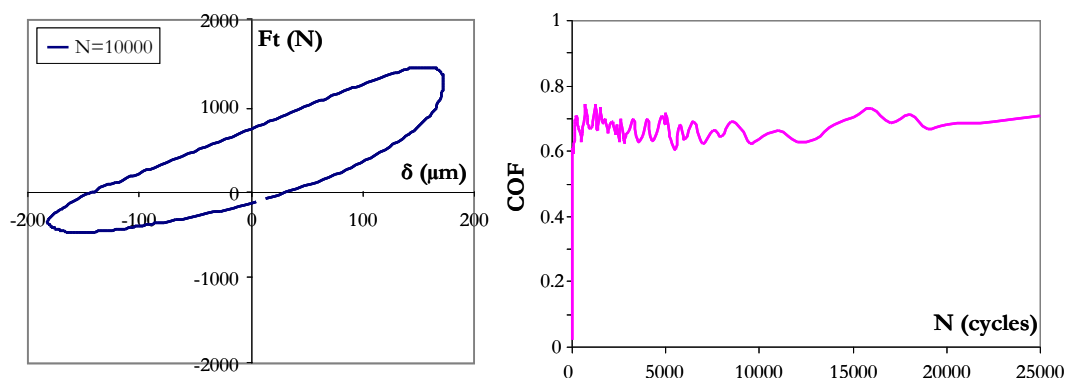


Figure 5-14: Cycle de fretting et évolution du COF pour l'essai à Fn variable.

D'un point de vue cinétiques d'usure, le volume d'endommagement total des échantillons est de  $1.36\text{mm}^3$ , ce qui permet d'estimer les taux d'usure suivants :

- $\alpha = 2,22 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^3 \cdot \text{J}^{-1}$
- $\alpha_s = 2,69 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^3 \cdot (\text{J} \cdot \text{mm})^{-1}$
- $K = 1,2 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^3 \cdot (\text{N} \cdot \text{m})^{-1}$

Si on considère le coefficient énergétique réduit, cela représente une **augmentation de +100% par rapport aux essais à forte charge normale (Fnc[3000N, 4000N])** et de **+380% par rapport aux essais à faible force normale (Fnc[300N, 1200N])**. On remarque que ces ordres de grandeur sont cohérents avec les retours sur flotte estimés par Snecma (de  $0,66 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^3 \cdot (\text{J} \cdot \text{mm})^{-1}$  à  $2,78 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^3 \cdot (\text{J} \cdot \text{mm})^{-1}$ ). La Figure 5-15 représente graphiquement les différents taux d'usure obtenus pour cette étude pour le couple Ti17g/CuNiIn.

Pour conclure sur cet essai, on retiendra que même si les conditions de chargement normal oscillent entre deux niveaux pour lesquels les comportements en chargement statique sont connus, les mécanismes d'usure et la cinétique semblent spécifiques. En particulier, la cinétique d'usure paraît deux fois plus élevée que celle estimée à forte charge normale constante. De même, le coefficient de frottement de l'essai à Fn variable est constant et stable à 0.7, ce qui prouve qu'il n'y a pas de corrélation directe avec les cinétiques d'usure. Au final, la différence entre les deux types d'essai semble résider davantage dans le rôle du troisième corps. En effet, lors des essais à forte charge normale constante, le troisième corps est compacté et piégé à l'intérieur du contact. Les barrières que représentent les pics de pression latérales limitent l'éjection des débris et de la TIS centrale. On peut alors considérer que le troisième corps consomme une partie de l'énergie fournie au système par écrouissage, réaction physico-chimique, compactage, malaxage... et que par conséquent la part d'énergie disponible nécessaire à la génération d'usure est limitée, ce qui se traduit par une diminution de la cinétique d'usure. A l'inverse, dans le cas de l'essai à Fn variable, la distribution de pression étant périodiquement relâchée, les débris peuvent aisément d'éjecter et

le troisième corps n'est pas bloqué à l'interface. La majeure partie de l'énergie dissipée est donc disponible pour générer l'usure des premiers corps.

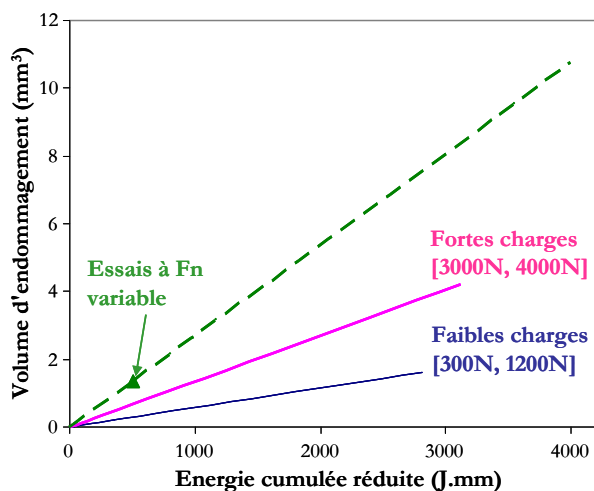


Figure 5-15 : Comparaison des cinétiques obtenues en chargement normal statique par rapport à l'essai en force normale variable. (Couple Ti17g/CuNiIn)

Finalement, ce premier essai semble très prometteur, tant d'un point de vue gain potentiel en représentativité par rapport à la problématique industrielle, que d'un point de vue scientifique. En effet, ce nouveau montage ouvre de nouvelles opportunités d'études sur le couplage des sollicitations normales et tangentielles, sur les phénomènes d'ouverture de contact, sur les questions d'éjection du troisième corps...

### Résumé du Chapitre 5

Les analyses physico-chimiques conduites sur pièces industrielles ont permis de positionner les endommagements du moteur par rapport aux réponses tribologiques identifiés sur le dispositif expérimental de fretting usure.

Il s'avère que les endommagements induits à fortes charges sont beaucoup trop sévères par rapport à ce qui est observé sur pièces moteur. Par contre, à faibles charges, les faciès et compositions chimiques des traces paraissent semblables.

Cette constatation amène à reconsidérer les hypothèses avancées pour établir le protocole expérimental : paramètres choisis, type de sollicitations, choix du dispositif... Finalement, deux voies d'amélioration possibles sont évaluées et proposées pour améliorer la représentativité :

- **en conservant le même dispositif expérimental à force normal constante** : il a été constaté d'une équivalence à iso-densité d'énergie dissipée permettait de mieux représenter les mécanismes d'endommagement que l'approche classique à iso-pression. De plus, l'ajout de séquences de Glissement Partiel (GP) facilite l'éjection du troisième corps et induit des cinétiques d'endommagement augmentée, plus proches de la réalité du contact industriel.

- **en développant un nouveau montage expérimental permettant un pilotage découplé des chargements normaux et tangentiel** : le chargement complexe du contact aube/disque peut alors être simulé complètement, y compris les phases d'ouverture du contact.

# CONCLUSION GENERALE

Ce travail de thèse a été motivé par un **enjeu industriel** : le désir de comprendre l'origine des phénomènes d'usure des contacts aube/disque de compresseur et le besoin de disposer d'un essai de fretting à l'échelle laboratoire, simple et représentatif, pour qualifier et quantifier les endommagements et la tenue des différents revêtements.

Un état de l'art des principales études expérimentales conduites en fretting et des théories développées pour décrire les endommagements, a souligné la **nécessité d'approfondir l'influence de certains paramètres** tels que la taille de contact, la force normale, la température, la présence de revêtements et lubrifiants... Ainsi, pour répondre au problème industriel posé, il s'est avéré essentiel d'étudier le comportement d'un contact de grandes dimensions, sollicité en température et pour une gamme vaste de chargement normal.

A partir d'une analyse fine des sollicitations mécaniques générées sein du contact aube/disque, un dispositif expérimental de fretting, développé au LTDS, a permis de simuler un contact poinçon/plan de grandes dimensions en température. Néanmoins, sans la possibilité de reproduire fidèlement un chargement normal cyclique, les essais ont été paramétrés par éléments finis sur la base d'une équivalence en distribution de pression maximale. Les forces normales calculées d'après cette équivalence sont élevées et le domaine d'étude a également été étendu aux faibles charges normales afin d'étudier l'influence de la pression de contact sur les comportements tribologiques. Cet effet s'est avéré majeur et l'existence d'un seuil en force normale a pu être mise en évidence. **En couplant les approches mécanique et physico-chimique, deux domaines de chargement, distingués par rapport à ce seuil, ont été étudiés.**

A **faibles charges normales**, l'identification des mécanismes d'endommagement a mis en évidence une usure de type abrasive douce avec des traces homogènes et oxydées sur toute la surface. Un troisième corps pulvérulent et composé de débris oxydés compactés a été observé sous la forme d'une couche de transfert à la surface des échantillons. Aucun effet de la température n'a pu être détecté dans cette gamme de chargement et les oxydes formés se sont révélés identiques de 20°C à 450°C. De la même façon, le coefficient de frottement s'est avéré stable et indépendant de la température. Les cinétiques d'usure, faibles, sont associées à un modèle de contact à trois corps dans lequel le lit de débris accommode les sollicitations et limite l'usure. Les taux de déformation étant faibles, aucun phénomène de transformation de structure de type TTS n'a pu être mis en évidence et les premiers corps ne présentent aucun écrouissage.

A **fortes charges normales**, les mécanismes d'endommagement paraissent plus complexes car liés aux forts taux de cisaillement et niveaux d'énergie dissipée dans le contact. Pour les trois couples étudiés, quelle que soit la température, les traces d'usure présentent systématiquement



une surface inhomogène avec une couronne latérale fortement oxydée et une zone centrale métallique d'aspect doré, siège d'une Transformation Tribologique de Surface. Cette structure paraît très proche des observations classiquement rapportées sur les TTS des alliages de titane et présente une structure nanocristalline, fortement écrouie et à dureté élevée, se fragmentant pour former les débris d'usure. Cependant, sa particularité réside dans le fait d'avoir réagi avec l'azote de l'air pénétrant le contact. L'occurrence d'une telle nitruration de la TTS est rare et peut être associée aux conditions particulières du tribo-système étudié : contact de grandes dimensions, pression et cisaillement élevés... Sur la base d'essais modèles, les conditions nécessaires à la nitruration au centre de la trace de fretting ont pu être identifiées : environnement quasiment pur en N<sub>2</sub>, action du frottement. La présence d'un environnement totalement dépourvu d'O<sub>2</sub> au centre de la trace de fretting peut être attribuée à une distillation de l'air entre les bords et le centre du contact, ou interprétée en considérant une consommation continue de l'O<sub>2</sub> par le titane. Dans tous les cas, ce phénomène est fortement lié au niveau de chargement imposé et à la perméabilité du contact en fretting. En considérant cette identification des mécanismes, les cinétiques d'endommagement ont pu être formalisées en tenant compte du volume des TTS. Cette étude quantitative met en évidence une cinétique doublée par rapport au cas des faibles forces normales, et indépendante de la température et de la présence ou non de revêtement. Dans tous les cas de contact, les mécanismes restent similaires et le coefficient de frottement n'est pas modifié et se stabilise à un niveau légèrement inférieur au cas faiblement chargé. Par ailleurs, il a été identifié que la présence du lubrifiant retarde la mise en place des endommagements et conduit à un rodage des surfaces pour permettre leur accommodation douce.

Enfin, ces résultats amènent à s'interroger sur l'**influence de la dynamique de chargement normal et tangentiel**. En effet, il a été constaté que l'introduction de séquences de glissement partiel en cours d'essai, sans modifier les mécanismes d'endommagement globaux, facilite l'éjection du troisième corps et donc l'élimination des volumes de transfert centraux. De la même façon, une oscillation de la force normale à chaque cycle entre les deux domaines de chargement précédemment définis induit une dynamique d'éjection du troisième corps, ce qui accélère l'usure. Ces essais ouvrent de nouvelles perspectives d'études de l'influence d'un chargement dynamique, notamment sur les phénomènes de genèse, de confinement et d'éjection du troisième corps.

# BIBLIOGRAPHIE

*Abaqus 6.5 Documentation.*

"National Institute of Standards and Technology (NIST)." <http://webbook.nist.gov>.

**ARCHARD J. F.**, *Contact and rubbing of flat surfaces*, Journal of Applied Physics 24 (1953) 981-988.

**ASHBY M. F., ABULAWI J. and KONG H. S.**, *Temperature maps for Frictional Heating in Dry Sliding*, Tribology Transactions 34 (4) (1991) 577-587.

**BERTHIER Y.**, *Mécanismes et tribologie*, INSA Lyon, Thèse de doctorat (1988).

**BHUSHAN B.**, Modern Tribology Handbook. *Principles of Tribology*. B. Raton, CRC Press. Vol. 1 (2001).

**BILL R. C.**, *Fretting of nickel-chromium-aluminium alloys at temperatures to 816°C*, NASA Tech. note. (1974)

**BLANCHARD P.**, *Usure induite en petits débattements: transformation tribologique superficielle d'alliages de titane*, Ecole Centrale de Lyon, Thèse de doctorat (1991a).

**BLANCHARD P., COLOMBIÉ C., PELLERIN V., FAYEULLE S. and VINCENT L.**, *Materials Effects in Fretting Wear: Application to Iron, Titanium, and Aluminum Alloys*, Metallurgical Transactions A 22A (1991b) 1535-1544.

**BOWDEN F., MOORE A. and TABOR D.**, *The ploughing and adhesion of sliding metals*, Journal of Applied Physics 14 (1943) 80-91.

**BOYER R., WELSCH G. and COLLINGS E. W.**, *Materials Properties handbook: Titanium alloys*, ASM (1994)

**CHAFFRON L., LE BOUAR Y. and MARTIN G.**, *Driven phase transformations: a useful concept for wear studies?*, Comptes-rendus de l'Académie des Sciences de Paris Tome 2 (Series IV) (2001) 749-759.

**COLOMBIE C.**, *Usure induite sous petits débattements*, Ecole Centrale de Lyon, Thèse de doctorat (1986).

**COLOMBIÉ C., BERTHIER Y., FLOQUET A., VINCENT L. and GODET M.**, *Fretting: Load carrying capacity of wear debris*, Journal of Tribology 106 (1984) 194-201.

**COMBRES Y.**, *Propriétés du titane et de ses alliages. Techniques de l'Ingénieur*. M557 (1999) 1-15.

**DELFOSE J.**, *Forgeage  $\beta$  du Ti17: Propriétés en fatigue*, Ecole Centrale Paris, Thèse de doctorat (2005).

**DESCARTES S.**, *Lubrification solide à partir d'un revêtement de MoS<sub>x</sub>: Conséquences de la rhéologie et des débits de troisième corps sur le frottement*, INSA Lyon, Thèse de doctorat (1997).

**DICK T.**, *Multiscale fretting modelling of a blade-disc contact*, Ecole des Mines de Paris, Thèse de doctorat (2006a).

**DICK T., PAULIN C., CAILLETAUD G. and FOUVRY S.**, *Experimental and numerical analysis of local and global plastic behaviour in fretting wear*, Tribology International 39 (2006b) 1036-1044.

**DONACHIE M. J.**, *Titanium: a technical guide*. Metals Park, ASM International (1988)

**DONNET C. and ERDEMIR A.**, *Historical development and new trends in tribological and solid lubricant coatings*, Surface and Coatings Technology 180-181 (2004) 76-84.

- FAYEULLE S., BLANCHARD P. and VINCENT L.**, *Fretting behaviour of Titanium alloys*, Tribology Transactions 36 (2) (1993) 267-275.
- FOUVRY S.**, *Etude quantitative des dégradations en fretting*, Ecole Centrale de Lyon, Thèse de doctorat (1997).
- FOUVRY S., DUÒ P. and PERRUCHAUD P.**, *A quantitative approach of Ti-6Al-4V*, Wear 257 (2004) 916-929.
- FOUVRY S., FRIDRICI V., LANGLADE C., KAPSA P. and VINCENT L.**, *Palliatives in fretting: A dynamical approach*, Tribology International 39 (2006a) 1005-1015.
- FOUVRY S., KAPSA P. and VINCENT L.**, *Analysis of sliding behaviour for fretting loadings: determination of transition criteria.*, Wear 185 (1995) 35-46.
- FOUVRY S., KAPSA P. and VINCENT L.**, *Quantification of fretting damage*, Wear 200 (1996) 186-205.
- FOUVRY S., PAULIN C. and DEYBER S.**, *Impact of contact size and complex gross-partial slip conditions on Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V fretting wear*, Tribology International 42 (3) (2009) 461-474.
- FOUVRY S., PAULIN C. and LISKIEWICZ T.**, *A global-local energy wear approach to quantifying the fretting contact durability: Introduction of a wear energy capacity concept*, Accepted in Wear (2006b).
- FREIMANIS A., SEGALL A., CONWAY J. and WHITTNEY E.**, *The influence of temperature on the wear mode and deterioration of coatings used for titanium aircraft engine components*, Trib. Trans. 45 (2) (2002) 193-198.
- FREIMANIS A., SEGALL A., CONWAY JR. J. and WHITTNEY E.**, *Elevated temperature evaluation of fretting and metal transfer between coated titanium components*, Trib. Trans. 43 (2000) 653-658.
- FRIDRICI V.**, *Fretting d'un alliage de titane revêtu et lubrifié: Application au contact aube/disque*, Ecole Centrale de Lyon, Thèse de doctorat (2002).
- FRIDRICI V., FOUVRY S. and KAPSA P.**, *Effect of shot-peening on the fretting wear of Ti-6Al-4V*, Wear 250 (2001) 642-649.
- FRIDRICI V., FOUVRY S. and KAPSA P.**, *Fretting wear behaviour of a Cu-Ni-In plasma*, Surface and Coatings Technology 163-164 (2003) 429-434.
- GALLEGRO L.**, *Modélisation du contact en stick / slip. Validation et analyse de cas pour des géométries simples... titre à vérifier...* INSA Lyon, Thèse de Doctorat (2008).
- GODET M.**, *The third body approach, a mechanical view of wear*, Wear 100 (1984) 437-325.
- GRANDGUILLAUME N.**, *Rapport d'étude de la cinétique d'usure de contact soumis à des sollicitations de fretting wear sous hautes température (350°C)*, (2005).
- HAGER J. C. H., SANDERS J. and SHARMA S.**, *Characterization of mixed and gross slip fretting wear regimes in Ti6Al4V interfaces at room temperature*, Wear 257 (2004) 167-180.
- HAGER J. C. H., SANDERS J. and SHARMA S.**, *Unlubricated gross slip fretting wear of metallic plasma-sprayed coatings for Ti6Al4V surfaces*, Wear 265 (3-4) (2008) 439-451.
- HAGER J. C. H., SANDERS J., SHARMA S. and VOEVODIN A.**, *Gross slip fretting wear of CrCN, TiAlN, Ni and CuNiIn coatings on Ti6Al4V interfaces*, Wear 263 (2007) 430-443.
- HAGER J. C. H., SANDERS J., SHARMA S., VOEVODIN A. and SEGALL A.**, *The effect of temperature on gross slip fretting wear of cold-sprayed nickel coatings on Ti6Al4V interfaces*, Tribology International 42 (3) (2009) 491-502.
- HAGER J. C. H., SANDERS J. H. and SHARMA S.**, *Effect of high temperature on the characterization of fretting wear regimes at Ti6Al4V interfaces*, Wear 260 (4-5) (2006) 493-508.

**HAMDY M. M. and WATERHOUSE R. B.**, *The fretting wear of Ti-6Al4V and aged inconel 718 at elevated temperatures*, *Wear* 71 (1981) 237-248.

**HANNEL S.**, *Sur l'importance de la transition de glissement en fretting pour la connectique*, Ecole Centrale de Lyon, Thèse de doctorat (2000).

**HASEEB A. S. M. A., CELIS J.-P. and ROOS J. R.**, *Fretting wear of metallic multilayer films*, *Thin Solid Films* 444 (2003) 199-207.

**HERTZ H.**, *Über die Berührung fester elastischer Körper*, *J. reine und angewandte Mathematik* 92 (1882) 156-171.

**HUQ M. Z. and CELIS J.-P.**, *Expressing wear rate in sliding contacts based on dissipated energy*, *Wear* 252 (2002) 375-383.

**IWABUCHI A.**, *The role of oxide particles in the fretting wear of mild steel* *Wear* 151 (2) (1991) 301-311.

**IWABUCHI A., KUBOSAWA H. and HORI H.**, *The dependence of the transition from severe to mild wear on load and surface roughness when the oxide particles are supplied before sliding*, *Wear* 139 (2) (1986) 319-333

**JIANG J., STOTT F. H. and STACK M. M.**, *A generic model for dry sliding wear of metals at elevated temperatures*, *Wear* 256 (2004) 973-985.

**JOHANSSON L.**, *Numerical Simulation of Contact Pressure Evolution in Fretting*, *Journal of Tribology* 116 (1994) 247-254.

**JOHNSON K. L.**, *Contact mechanics*, Cambridge University Press (1985)

**KALIN M. and VIZINTIN J.**, *Comparison of different theoretical models for flash temperature calculation under fretting conditions*, *Tribology International* 34 (2001a) 831-839.

**KALIN M., VIZINTIN, J.**, *A tentative explanation for the tribochemical effects in fretting wear*, *Wear* 250 (2001b) 681-689.

**KIM N. H., WON D., BURRIS D., HOLTkamp B., GESSEL G. R., SWANSON P. and SAWYER W. G.**, *Finite element analysis and experiments of metal/metal wear in oscillatory contacts*, *Wear* 258 (2005) 1787-1793.

**KOCH C. C.**, *Nanostructured Materials: processing, properties and applications*. W. Andrew, (2007).

**KUBIAK K.**, *Quantification de la fissuration d'un contact soumis à des sollicitations complexes en fretting wear et fretting fatigue*, Ecole Centrale de Lyon, Thèse de doctorat (2006).

**KUBIAK K., FOUVRY S. and MARECHAL A. M.**, *A practical methodology to select fretting palliatives: Application to shot peening, hard chromium and WC-Co coatings*, *Wear* 259 (2005) 367-376.

**LANGLADE C., VANNES B., TAILLANDIER M. and PIERANTONI M.**, *Fretting behavior of low-friction coating: contribution to industrial selection*, *Tribology International* 34 (2001) 49-56.

**LEE H., MALL S. and MURRAY K.**, *Fretting wear behavior of a Cu-Al Coating on Ti-6Al4V substrate under dry and wet (lubricated) contact condition*, *Tribology Letters* 28 (2007a) 19-25.

**LEE H., MALL S., SANDERS J., SHARMA S. and MAGAZINER R.**, *Characterization of fretting wear behavior of Cu-Al coating on Ti-6Al4V substrate*, *Tribology International* 40 (2007b) 1301-1310.

**LEE H., MALL S., SANDERS J. H. and SHARMA S. K.**, *Wear analysis of Cu-Al coating on Ti-6AL4V substrate under fretting condition*, *Tribology Letters* 19 (3) (2005) 239-248.

**LI X. Y. and TANDON K. N.**, *Microstructural characterization of mechanically mixed layer and wear debris in sliding wear of an Al alloy and an Al based composite*, *Wear* 245 (2000) 148-161.

- LISKIEWICZ T.**, *Hard coatings durability under variable fretting wear conditions*, Ecole Centrale de Lyon - Université Polytechnique de Lodz, Thèse de doctorat (2004).
- MARY C. and FOUVRY S.**, *Numerical prediction of fretting contact durability using energy wear approach: Optimisation of finite-element model*, Wear 263 (1-6) (2007) 444-450.
- MARY C., FOUVRY S., MARTIN J.-M. and BONNET B.**, *High temperature fretting wear of a Ti alloy/CuNiIn contact*, Surface and Coatings Technology 203 (5-7) (2008) 691-698.
- MARY C., LE MOGNE T., BEAUGIRAUD B., VACHER B., MARTIN J. M. and FOUVRY S.**, *Tribochemistry of a Ti alloy under fretting in air: Evidence of titanium nitride formation*, Tribology Letters 34 (3) (2009) 211-222.
- MCCOLL I. R., DING J. and LEEN S. B.**, *Finite element simulation and experimental validation of fretting wear*, Wear 256 (2004) 1114-1127.
- MCDOWELL O. J.**, *Fretting corrosion tendencies of several combinations of materials*. Symposium on fretting corrosion, ASTM, (1953). Philadelphia, USA.
- MENG H. C. and LUDEMA K. C.**, *Wear models and predictive equations: their form and content*, Wear 181-183 (1995) 443-457.
- MERHEJ R.**, *Impact de la taille de contact sur le comportement tribologique du contact 100Cr6/100Cr6 soumis à des sollicitations de fretting*, Ecole Centrale de Lyon, Thèse de doctorat (2008).
- MINDLIN R. D.**, *Compliance of elastic bodies in contact*, Journal of Applied Mechanics 16 (1949) 259-268.
- MOHRBACHER H., BLANPAIN, B., CELIS, J.-P., ROOS, J.R., STALS, L., VAN STAPPEN M.**, *Oxidational wear of TiN coatings on tool steel and nitrided tool steel in unlubricated fretting*, Wear 188 (1995a) 130-137.
- MOHRBACHER H., CELIS J.-P. and ROOS J. R.**, *Laboratory testing of displacement and load induced fretting*, Tribology International 28 (5) (1995b) 269-278.
- ÖQVIST M.**, *Numerical simulations of mild wear using updated geometry with different time step size approaches*, Wear 249 (2001) 6-11.
- PATTERSON A. L.**, *The Scherrer Formula for X-Ray Particle Size Determination*, Physical Review 56 (10) (1939) 978.
- PAULIN C.**, *Etude de l'endommagement du contact multicouche aube/disque sous chargement de fretting: Impact des sollicitations variables et de la dimension du contact.*, Ecole Centrale de Lyon, Thèse de doctorat (2006).
- PAULIN C., FOUVRY S. and MEUNIER C.**, *Finite element modelling of fretting wear surface evolution: Application to a Ti-6Al-4V contact*, Wear 264 (2008) 26-36.
- PAULIN C., FOUVRY S., DEYBER, S.**, *Wear kinetics of Ti-6Al-4V under constant and variable fretting sliding conditions*, Wear 259 (1-6) (2005) 292-299.
- PAVAN S. and LOUBET J.-L.**, *Indentification de la loi de comportement de couches CuNiIn par nanoindentation. Rapport final de contrat industriel Snecma, LTDS, Ecole Centrale de Lyon.*(2001)
- PODGORNIK B., KALIN M., VIZINTIN J. and VODOPIVEC F.**, *Microstructural changes and contact temperatures during fretting in steel-steel contact*, Journal of Tribology 123 (2001) 670-675.
- PÖDRA P. and ANDERSSON S.**, *Simulating sliding wear with finite element method*, Tribology International 32 (1999) 71-81.
- PROUDHON H.**, *Identification des mécanismes de fissuration dans un alliage d'aluminium sollicité en fretting et en fatigue*, INSA Lyon, Thèse de doctorat (2005).



- QUINN T. F. J.**, *Review of oxidational wear. Part I: The origins of oxidational wear*, Tribology International 16 (5) (1983a) 257-271.
- QUINN T. F. J.**, *Review of oxidational wear. Part II: recent developments and future trends in oxidational wear research*, Tribology International 16 (6) (1983b) 305-315.
- QUINN T. F. J.**, *Oxidational wear modelling. Part III: The effects of speed and elevated temperature*, Wear 216 (1998) 262-275.
- RAMESH C. S. and SESHADRI S. K.**, *Tribological characteristics of nickel based composite coatings*, Wear 255 (2003) 893-902.
- RIGNEY D. A.**, *Transfer, mixing and associated chemical and mechanical processes during the sliding of ductile materials*, Wear 245 (2000) 1-9.
- RIGNEY D. A., DIVAKAR R. and KUO S. M.**, *Deformation substructures associated with very large plastic strains*, Scripta Metallurgica et Materiala 27 (1992) 975-980.
- RUSSIAS J., CARDINAL S., FONTAINE J., FANTOZZI G., ESNOUF C. and BIENVENU K.**, *Bulk titanium nitride material obtained from SHS starting powder: Densification, mechanical characterization and tribological approach*, International Journal of Refractory Metals & Hard Materials 23 (2005) 344-349.
- RYBIAK R.**, *Fretting wear of the stainless steel/stainless steel contact under elevated temperature conditions*, Ecole Centrale de Lyon, Thèse de doctorat (2008).
- RYMUZA Z.**, Tribology of miniature systems. *Tribology Series, 13*. Elsevier (1989).
- SAUGER E.**, *Contribution à l'étude de la transformation tribologique superficielle en fretting*, Ecole Centrale de Lyon, Thèse de doctorat (1997).
- SAUGER E., FOUVRY S., PONSONNET L., KAPSA P., MARTIN J.-M. and VINCENT L.**, *Tribologically transformed structure in fretting*, Wear 245 (2000a) 39-52.
- SAUGER E., PONSONNET L., MARTIN J.-M. and VINCENT L.**, *Study of the tribologically transformed structure created during fretting tests*, Tribology International 33 (2000b) 743-750.
- SECONDI J.**, *Composites nanocristallins céramiques-métal préparés par broyage réactif d'alliages précurseurs*, Institut National Polytechnique de Grenoble, Thèse de doctorat (1994).
- SEGALL A., CONWAY JR. J. C., STIVER III D. H., MOOSE C. A. and HERSHMAN S.**, *Elevated temperature fretting evaluations using a flat-on-flat configuration*, Tribology Transactions 42 (3) (1999) 681-685.
- SEKKAL A. C.**, *Etude des transformations tribologiques de surfaces ou "TTS" induites par impacts à énergie contrôlée*, Ecole Centrale de Lyon, Thèse de doctorat (2000).
- SEKKAL A. C., LANGLADE C. and VANNES A. B.**, *Tribologically transformed structure of titanium alloy (TiAl6V4) in surface fatigue induced by repeated impacts*, Materials Science & Engineering 393 (A) (2005) 140-146.
- SLINEY H. E.**, *Solid Lubricants, Vol. 18: Friction, Lubrication and Wear technology. ASM Handbook* (1992) 113-122.
- SÖDERBERG S., BRYGGMAN U. and MCCULLOUGH T.**, *Frequency effects in fretting wear*, Wear 110 (1986) 19-34.
- SPROLES E. S. and DUQUETTE D. J.**, *interface temperature measurements in the fretting of a medium carbon steel*, Wear 47 (1978) 387-396.
- STOTT F. H.**, *High-temperature sliding wear of metals*, Tribology International 35 (2002) 489-495.



**STOTT F. H., LIN D. S. and WOOD G. C.**, *The structure and mechanisms of formation of the "glaze" oxide layers produced on nickel-based alloys during wear at high temperatures*, Corrosion Science 13 (1973).

**STOTT F. H., LIN D. S., WOOD G. C. and STEVENSON C. W.**, *The tribological behaviour of nickel and nickel-chromium alloys at temperatures from 29°C to 800°C*, Wear 36 (1976) 147-174.

**SUH N. P.**, *The delamination theory of wear*, Wear 25 (1) (1973) 111-124.

**TRISTANI L.**, *Fiabilisation des connecteurs électriques soumis à des vibrations*, Ecole Supérieure d'Electricité, Thèse de doctorat (2000).

**VARENBERG M., HALPERIN G. and ETSION I.**, *Different aspects of the role of wear debris in fretting wear*, Wear 252 (2002) 902-910.

**VINCENT L., BERTHIER Y., DUBOURG M. C. and GODET M.**, *Mechanics and materials in fretting*, Wear 153 (1992) 135-148.

**VINGSBO O. and SÖDERBERG S.**, *On fretting maps*, Wear 126 (2) (1988) 131-147.

**VOISIN J. M.**, (1992).

**WAGNER C. D., MOULDER J. F., DAVIS L. E. and RIGGS W. M.**, *Handbook of X-ray photoelectron spectroscopy*, Perkin-Elmer Corporation. Physical Electronics Division (1981).

**WATERHOUSE R. B.**, *Fretting Corrosion*. New-York, Pergamon (1972)

**WATERHOUSE R. B. and IWABUCHI A.**, *High temperature fretting wear of four titanium alloys*, Wear 106 (1985) 303-313.

**WU L., HOLLOWAY B. C., BEESABATINA D. P., KALIL C. and MANOS D. M.**, *Analysis of diamond-like carbon and Ti/MoS<sub>2</sub> coatings on Ti-6Al-4V substrates for applicability to turbine engine applications*, Surface and Coatings Technology 130 (2000) 207-217.

**YANTIO NJANKEU SABEYA G. R.**, *Comportement tribologique d'un alliage de titane traité et/ou revêtu en fretting à débattement libre*, ENIT, Thèse de doctorat (2007).

**YANTIO NJANKEU SABEYA G. R., PARIS J.-Y. and DENAPE J.**, *Fretting wear of a coated titanium alloy under free displacement*, Wear 264 (2008) 166-176.

## Annexe A

# Techniques d'analyse utilisées

À l'issue de l'essai de fretting, les échantillons sont mesurés, observés et analysés par de nombreuses techniques d'analyse disponibles au laboratoire. Des descriptions détaillées du principe de fonctionnement de chacune d'entre elles peuvent être trouvées dans la littérature. La liste suivante énumère les techniques utilisées et principales notations adoptées dans ce manuscrit.

### **Profilométrie optique 3D par interférométrie**

Cette technique permet une mesure précise de la topographie d'un échantillon. Basée sur le principe de la réflexion de la lumière et des interférences des ondes lumineuses, elle s'avère particulièrement efficace dans le cas des échantillons rugueux et métalliques tels que ceux utilisés dans cette thèse. Le matériel utilisé est un Veeco© NT9300 fonctionnant avec une source de lumière blanche ou verte et des objectifs de x5, x10 et x20. Un logiciel de post-traitement est ensuite utilisé pour traiter les matrices obtenues et permet notamment de compenser les planités, courbures ou formes singulières des échantillons afin de ne tenir compte que des endommagements et de calculer les volumes d'usure.

### **Microscopie optique (MO)**

Dans le cadre de cette étude, les échantillons testés ont tous été observés au MO en champ clair sans polarisation. Les coupes transverses effectuées ont été également observées au MO en champ clair et en champ sombre, avec et sans polarisation, afin de faire ressortir les éléments microstructuraux. Pour renforcer la microstructure, une attaque chimique au réactif de Keller (solution aqueuse contenant 1 % d'acide fluorhydrique, 1.5 % d'acide chlorhydrique et 2.5 % d'acide nitrique) a également été réalisée sur les coupes transverses.

### **Microscopie Electronique à Balayage (MEB)**

Le MEB a été intensément utilisé dans cette étude, à la fois pour de l'imagerie en électrons secondaires (**SE**) et en électrons rétrodiffusés (**BSE**). Dans le cas du détecteur BSE, deux positions ont pu être utilisées pour faire apparaître soit un contraste élémentaire (détecteur placé dans l'axe du canon à électrons), soit un contraste topographique (position décalée du détecteur).

L'analyse élémentaire à partir du détecteur à rayons X (X-Ray Energy Dispersive Spectroscopy ou **EDX**) a également été largement utilisée et une grande attention a été prise pour toujours noter et comparer les valeurs de la tension d'accélération utilisée, la taille de la zone d'analyse, la distance de travail, la taille de la sonde... D'une manière générale, pour toutes les analyses présentées dans ce manuscrit, la tension d'accélération a été fixée à 20keV pour les observations en vue de dessus et 15keV pour les coupes transverses.

### **Microscopie Electronique à Transmission (MET)**

Deux MET ont été utilisés au cours de cette thèse, pour deux types d'observations et d'analyses différentes. Le JEOL 2010 FEG opérant à 200keV, à l'INSA de Lyon, a permis d'effectuer les observations en mode Haute Résolution (**HRTEM**) et les analyses des rayons X (**EDX**). A l'Ecole Centrale de Lyon, le LEO 912AB à 120keV a été utilisé pour les observations classiques, des clichés de diffraction électronique et les images filtrées en énergie (**EFTEM**, Energy Filtered Transmission Electronic Microscopy). Des analyses de spectroscopie par perte d'énergie (**EELS**, Energy Electron Loss Spectroscopy) ont également pu être effectuées. Cette technique offre une grande sensibilité aux éléments légers tels que l'oxygène ou l'azote, présente une bonne résolution analytique et permet de donner des informations sur la structure électronique et atomique locale.

### **Diffraction aux Rayons X (DRX)**

Le dispositif utilisé est un diffractomètre à anticathode de cuivre équipé d'un générateur de rayons X travaillant à 30keV et 15mA (Bruker FR 590). La raie  $K\beta$  du cuivre est discriminée par le détecteur à diode silicium refroidi par effet Peltier pour ne conserver que le rayonnement  $Cu-K\alpha$ . Les mesures ont été effectuées soit en incidence normale, soit en incidence rasante et l'incrément angulaire a été fixé à  $0.03^\circ$  dans la gamme  $2\theta$  de  $10^\circ$  à  $80^\circ$ , avec des temps d'intégration de 3s.

### **Spectroscopie photoélectronique X (XPS)**

(ou ESCA, pour Electron Spectroscopy for Chemical Analysis)

Cette technique spectroscopique permet une caractérisation élémentaire de l'extrême surface, mais également la détermination de l'environnement chimique de ces éléments et une quantification relative. La spectroscopie photoélectronique est basée sur la mesure de l'énergie cinétique des photoélectrons éjectés de l'échantillon sous l'impact de rayons X d'énergie  $h\nu$  connue (de l'ordre du keV). Le spectre en énergie des photoélectrons comporte des raies dont l'interprétation permet une analyse chimique de l'échantillon. La mesure de l'énergie et de l'aire de ces pics permet d'effectuer l'analyse élémentaire et chimique semi-quantitative de la surface. Toutes les analyses XPS ont été menées sur un dispositif ThermoFisher 250i, avec une pression dans la chambre d'analyse de  $10^{-7}$ Pa et travaillant avec une source X (rayonnement  $Al-K\alpha$  à 1486.6eV). Sauf précision supplémentaire, les analyses ont toutes été menées avec une taille de sonde de  $650\mu m$  de rayon suffisant pour permettre une localisation précise dans la trace de frottement. Selon les cas, des étapes d'abrasion aux ions  $Ar^+$  ont été appliquées (2kV,  $1\mu A$ ) sur des zones de taille spécifiée. Le dépouillement des spectres a été effectué au laboratoire avec le

logiciel Advantage de ThermoFisher®. Chaque spectre a été fitté avec des pics de forme Gaussienne/Lorentzienne en utilisant un algorithme de fit aux moindres carrés, après correction d'un fond de Shirley. Pour toutes les analyses effectuées, le pic C1s a été mesuré afin de vérifier la contamination au carbone et la tendance des échantillons à la charge. Toutes les analyses quantitatives ont été effectuées à partir des coefficients de sensibilité de Wagner. Cette technique a été choisie pour sa sensibilité aux éléments légers tels que l'oxygène et l'azote, pour la taille de la zone d'analyse (adaptée aux dimensions des échantillons) et pour la possibilité de réaliser des profils en profondeur grâce au couplage avec l'abrasion ionique. Elle fournit des informations sur l'état chimique des matériaux à partir des premières monocouches atomiques de la surface et peut être utilisée en quantification relative avec toutefois une précision de l'ordre de 10%.



## Annexe B

# Notions de complaisance de montage

Tout travail expérimental sur un tribomètre passe par la caractérisation de sa réponse dans le domaine des sollicitations imposées. Les notions de raideur ou de complaisance sont alors particulièrement importantes et il est essentiel de pouvoir les quantifier pour connaître leur influence et éventuellement suivre leur évolution au cours du temps.

## 1 Définition de la complaisance

On définit pour toute configuration de dispositif expérimental, une complaisance du montage (ou son inverse la raideur du montage) qui correspond à la perte d'amplitude dans le contact due à l'accommodation élastique du système. On considère que le déplacement relatif mesuré par l'extensomètre est en réalité la somme du déplacement réellement absorbé par le contact  $\delta_c(t)$  et des déplacements tangentiels des différents composants du système  $\delta_s(t)$  dus aux déformations élastiques du montage (Figure B-1).

La connaissance du déplacement dans le contact passe donc par l'évaluation du déplacement absorbé par les parties A et B du montage et exprimé par la complaisance du système  $C_s$  (en  $\mu\text{m}.\text{N}^{-1}$ , c'est-à-dire l'inverse de la raideur  $R_s$  du système en  $\text{N}.\mu\text{m}^{-1}$ )

$$C_s (\mu\text{m}.\text{N}^{-1}) = 1/R_s (\text{N}.\mu\text{m}^{-1}) = \frac{\delta_s(t)}{Q(t)} \quad (\text{B-1})$$

On définit la raideur totale comme la pente du cycle  $Q(t)-\delta(t)$ , à l'extrémité juste après le changement de sens de déplacement [Fouvry '97, Fridrici '02]. L'inverse de cette raideur est la complaisance totale  $C_t$ , somme de la complaisance de contact  $C_c$  et de la complaisance du système  $C_s$ .

$$C_t = C_c + C_s \quad (\text{B-2})$$

$$1/R_t = 1/R_c + 1/R_s \quad (\text{B-3})$$



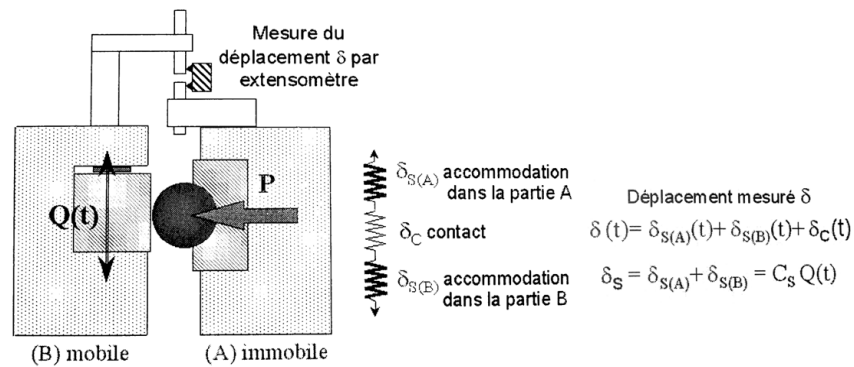


Figure B-1: Illustration de l'accommodation du déplacement total dans le montage [Fridrici '02].

## 2 Estimation expérimentale

En pratique, la complaisance totale  $C_t$  correspond, sur le cycle de fretting, à l'inverse de la pente de retour élastique. Elle se mesure dans l'un des trois régimes mais est facilitée en régime quasiment linéaire de glissement partiel.

Afin de tester la réponse d'un tribomètre pour différentes configurations de contact et forces normales, on utilise la méthode dite des « débattements variables » [Fouvry '97, Voisin '92]. Les résultats des essais de débattements variables peuvent ainsi être utilisés pour :

- déterminer la complaisance tangentielle du tribomètre ( $C_s$  en  $\mu\text{m}/\text{N}$ ) à partir de la pente de la courbe  $F_t(\delta)$  dans la phase de glissement partiel.
- évaluer la transition entre les conditions de glissement partiel/mixte et totale pour une force normale donnée.

## Annexe C

# Publications et conférences

### Articles

- **C. MARY AND S. FOUVRY**, *Numerical prediction of fretting contact durability using energy wear approach: Optimization of finite-element model*, *Wear*, Volume 263 (2007), Issues 1-6, pp. 444-450.
- **C. MARY, S. FOUVRY, J.-M. MARTIN, B. BONNET**, *High temperature fretting wear of a Ti alloy/CuNiIn contact*. *Surface and Coatings Technology*, Volume 203 (2008), Issues 5-7, pp. 691-698.
- **C. MARY, T. LE MOGNE, B. BEAUGIRAUD, B. VACHER, J.-M. MARTIN AND S. FOUVRY**, *Tribochemistry of a Ti alloy under fretting in air: Evidence of titanium nitride formation*, *Tribology Letters*, Volume 34 (2009), Number 3, pp. 211-222.
- **C. MARY, T. LE MOGNE, B. VACHER, J.-M. MARTIN AND S. FOUVRY**, *Evidence of Titanium nitride formation under fretting in air*, *Recueil de FEFDAES 2009*.
- **C. MARY, T. LE MOGNE, J.M. MARTIN, S. FOUVRY**, *Effect of normal force on fretting wear mechanisms of a Ti/CuNiIn Contact: a tribochemical approach*, *Recueil de STLE 2009*.

### Conférences

- “*Wear of Materials*” (WOM 2007), Montréal, Canada en Avril 2007. Présentation orale.
- “*International Conference of Metallurgical Coatings and Thin Films*” (ICMCTF 2008), San Diego, Etats-Unis en Mai 2008. Présentation orale.
- “*Frontier of Energy Flow Dynamics in Atomistic and Electronic Scales*” (FEFDAES), Tohoku University, Sendai, Japan en Février 2009. Présentation d’un poster. Obtention du “Outstanding Student Paper Award”.
- “*Society of Tribologists and Lubrication Engineers*”, (STLE Annual Meeting), Orlando, Etats-Unis en Mai 2009. Présentation orale effectuée par J.M. Martin.
- « *Leeds-Lyon* », INSA, Lyon en Septembre 2009. Présentation orale prévue
- « *Tribochemistry Kyoto 2009* » (WTC IV Satellite Forum), Kyoto, Japon en Septembre 2009. Présentation orale prévue.
- « *American Vacuum Society* » (ASV 2009), San Jose, Etats-Unis en Novembre 2009. Poster prévu.





## Numerical prediction of fretting contact durability using energy wear approach: Optimisation of finite-element model

C. Mary, S. Fouvry\*

*LTDS, Ecole Centrale Lyon, France*

Received 1 September 2006; received in revised form 4 January 2007; accepted 5 January 2007

Available online 23 May 2007

---

### Abstract

One of the major issues for industrials is to predict how the components are damaged in service and to establish when they need to be replaced or repaired to avoid a catastrophic failure. Fretting wear is a surface degradation process induced by small-amplitude oscillatory movements that is invariably observed in industrial contacts. To focus on this issue, a global energy wear law was experimentally determined for a given contact and locally implemented in a finite element modelling. This model gives efficient prediction of contact durability and geometrical changes of either one or two surfaces in contact. Optimization of computation time was dealt with and a criterion of the maximum wear depth per computation step is proposed. In addition, this numerical investigation allows us to validate and quantify the apparition of the stabilized wear regime.  
© 2007 Elsevier B.V. All rights reserved.

*Keywords:* Finite element model; Wear modelling; Contact durability; Fretting; Wear energy approach

---

### 1. Introduction

Degradation of contact surfaces due to wear is one of the principal industrial problems reducing service life of components. In almost all engineering assemblies subjected to vibrations, small oscillatory movements are invariably observed between contacting surfaces and defined as “fretting” phenomenon. For the last decades, important researches have been carried out in order to broaden our knowledge on fretting mechanisms. Effectively, an improved understanding of in-service wear damage evolution would induce a cost-effective reduction in components repairing and replacing. To investigate fretting wear behaviour of a given tribocouple, the most confident way is certainly to perform wear experiments. However, since a complete experimental strategy is usually long and expensive to carry out, necessity appears to complete the experimental approach by numerical modelling, so as to evaluate and predict contact durability, in particular for service life estimation of protecting layers.

The quantitative modelling of fretting wear is a difficult issue due to complex inter-relationships between mechanical and physical variables, surfaces geometry evolution and materi-

als properties. However, finite element method (FEM) appears to be a versatile tool to solve mechanical problems for various geometries. In 1994, Johansson [1] presented a finite element solution that incorporates a local implementation of Archard's equation to evaluate changes of contact geometry. Following his work, several researchers' teams [2–7] successively developed improved finite element modelling, in the fields of sliding and fretting wear. Beyond them an iterative simulation of wear surface evolution using updated geometry, developed by Pödra and Andersson [2] and further improved by Öqvist [4], McColl et al. [5] and Kim et al. [6], gave very promising results. Based on Archard's wear formula, the main interest of these methods consists in the update of the worn profile before each finite element analysis (FEA) step. However, precautions need to be taken regarding the maximum wear depth per computation increments, since a too fast alteration of contact surfaces was reported to generate instabilities [5]. Finally, another significant contribution to fretting contact durability prediction was recently presented by Peigney [8] with an asymptotical approach based on analytical computations of the stabilized state.

In this paper, a specific FEM “wear box” method combining Matlab and Abaqus codes has been designed, extending previous developments [7]. Based on a local implementation of global energy wear laws developed at LTDS, the present model gives

---

\* Corresponding author.

E-mail address: [siegfried.fouvry@ec-lyon.fr](mailto:siegfried.fouvry@ec-lyon.fr) (S. Fouvry).

the ability to represent unilateral wear on plane, on cylinder as well as bilateral wear.

## 2. Experimental procedure

Fretting wear experiments were performed at ambient temperature under prevailing atmospheric conditions using the experimental layout specially designed at LTDS and presented in Fig. 1. Various contact geometries can be adapted and the normal force  $P$  is kept constant while the tangential force  $Q$  and displacement  $\delta$  are recorded. More details about this equipment can be found in previous studies [9]. In the framework of this paper, experiments and modelling were focused on a 20-mm diameter cylinder-on-plane configuration. Homogeneous metal–metal (Ti–Al–4V/Ti–Al–4V) tribocouple was chosen and mechanical properties of the commercial alloy used were the following:  $E = 119$  GPa,  $\delta = 0.33$ ,  $\sigma_{Y02} = 970$  MPa and HRC = 41.

In order to obtain a precise formulation of the wear law, several tests were performed with various parameters ( $\delta$  ranging from 25  $\mu\text{m}$  to 150  $\mu\text{m}$ ,  $P = 133$  N/mm,  $f = 5$  Hz) and for numbers of cycles comprised between 10,000 and 40,000 cycles. It is noteworthy that in the framework of this paper, only gross slip regime is considered. After the test, specimens were ultrasonically cleaned in acetone and wear profiles measurements were performed on each contacting bodies. Finally, for each test, the equivalent wear profile was obtained by adding both cylinder and plane profiles and the total wear volume of the test  $W_V$  was computed. In the case of Ti–6Al–4V homogeneous tribocouple, adhesive wear mechanisms are activated and it has been shown that the wear kinetics is well captured by introducing a sliding reduced accumulated dissipated energy factor  $\Omega$  (expressed in J by weighting the energy dissipated during the  $i$ th fretting cycle,  $Ed_i$  (in J), with the corresponding sliding amplitude  $\delta g_i$  (in  $\mu\text{m}$ ) normalized by a reference sliding amplitude  $\delta g_{\text{ref}}$  (in  $\mu\text{m}$ )) [9]:

$$\Omega = \sum_{i=1}^N \frac{\delta g_i}{\delta g_{\text{ref}}} Ed_i \quad (1)$$

Then, the global energy wear formulation is expressed by relation (2) with  $W_V$  the total wear volume (in  $\mu\text{m}^3$ ) and  $\gamma$  is the

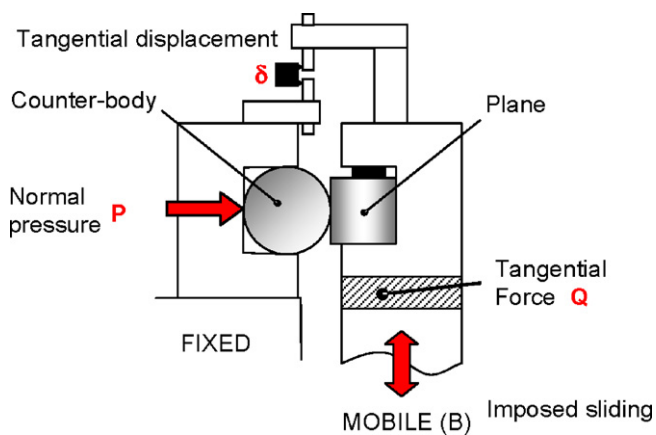


Fig. 1. Schematic of the LTDS fretting wear system for the cylinder on plane configuration.

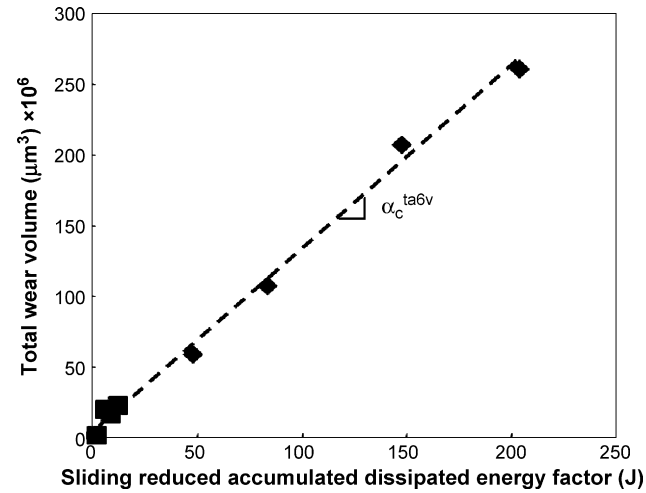


Fig. 2. Ti–Al–4V/Ti–Al–4V interface wear kinetics determined by experiments. (Cylinder radius  $R = 10$  mm,  $P = 133$  N mm $^{-1}$ ,  $f = 5$  Hz,  $N = 10,000$ –40,000 cycles,  $\delta = 25$ –150  $\mu\text{m}$ .)

sliding reduced energy wear coefficient (in  $\mu\text{m}^3 \text{J}^{-1}$ ):

$$W_V = \gamma \Omega \quad (2)$$

Fig. 2, presents a plot of the wear volume ( $W_V$ ) as a function of the sliding reduced accumulated dissipated energy factor  $\Omega$  and confirms the linear relation (2) with a very good correlation ( $R^2 = 0.95$ ). The obtained sliding reduced energy wear coefficient  $\gamma$  is then implemented in the numerical model.

## 3. Numerical model

A numerical program was developed to predict contact durability according to the experimental formulation previously determined. To do so, a finite element model was first created to represent the cylinder-on-plane configuration. A wear box was designed around each contact side, illustrated in Fig. 3, using two-dimensional plane strain elements with four nodes. Fine wear box elements were chosen: 10  $\mu\text{m}$  width and 40  $\mu\text{m}$  depth. Embedment was imposed on the bottom and side surfaces of the plane while cylinder top surface was subjected to both uniformly distributed normal pressure and tangential fretting oscillations. Frictional contact conditions were described according to the Lagrange multiplier approach using an isotropic coefficient of friction ( $\mu = 0.8$ , experimentally determined). Then, a numerical program was developed to extract FEA data, such as nodal values of contact stresses or slip. For instance, the tangential shear stress distribution and the relative slip between each contacting node were used to get the local value of the dissipated energy density  $Ed_i(x)$  at position  $x$  (in J  $\mu\text{m}^{-2}$ ). Then, the local sliding reduced accumulated dissipated energy factor  $\Omega(x)$  (in J  $\mu\text{m}^{-2}$ ) is expressed as follow:

$$\Omega(x) = \sum_{i=1}^N \frac{\delta g_i}{\delta g_{\text{ref}}} Ed_i(x) \quad (3)$$

According to the global–local equivalence of wear processes that had been ascertained in former article [7], a local description

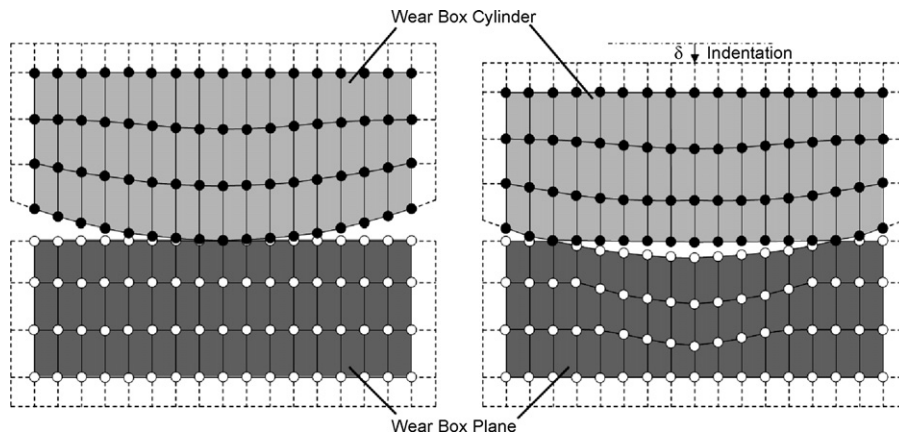


Fig. 3. Illustrations of contact wear boxes before and after bilateral wear.

of the global wear law (2) is introduced with relation (4), with  $h(x)$  the local wear depth and  $\gamma$  the sliding reduced energy wear coefficient (in  $\mu\text{m}^3 \text{J}^{-1}$ ) already defined in relation (2):

$$h(x) = \gamma \Omega(x) \quad (4)$$

Thus, with the implementation of relation (4) and the introduction of the experimentally determined value of  $\gamma$ , the program computed, for each node, the local wear depth associated with the extracted value of the dissipated energy and modified wear boxes'  $y$  coordinate.

It is noteworthy that the “wear box” model is a very convenient approach for the modification of surfaces geometry since initial coordinates are known and only the  $y$  value changes at each interaction. The program allows the ability to model unilateral wear either on plane or on cylinder, by activating respectively only the plane wear box or only the cylinder wear box. Bilateral wear, with similar or dissimilar wear rates, can also

be simulated by activating both plane and cylinder wear boxes. The total number of computation steps (called “iterations”) can be reduced introducing an acceleration factor:  $\beta$ . Each finite element analysis is assumed to be constant over the next  $\beta$  fretting cycles. The influence of  $\beta$  on the computation stability will be discussed in paragraph 5. Finally, it should be noted that the model is adaptable to various configurations: introduction of layers, plasticity, as well as complex geometries.

#### 4. Results

The program stops when a given number of cycles had been reached and relevant data such as the distribution of contact stresses, contact pressure, accumulated energy, surface evolution or relative slip are saved at each iteration. For instance, Fig. 4 shows some of the results obtained after a 10,000 cycles modelling of bilateral wear. The acceleration factor  $\beta$  is set to

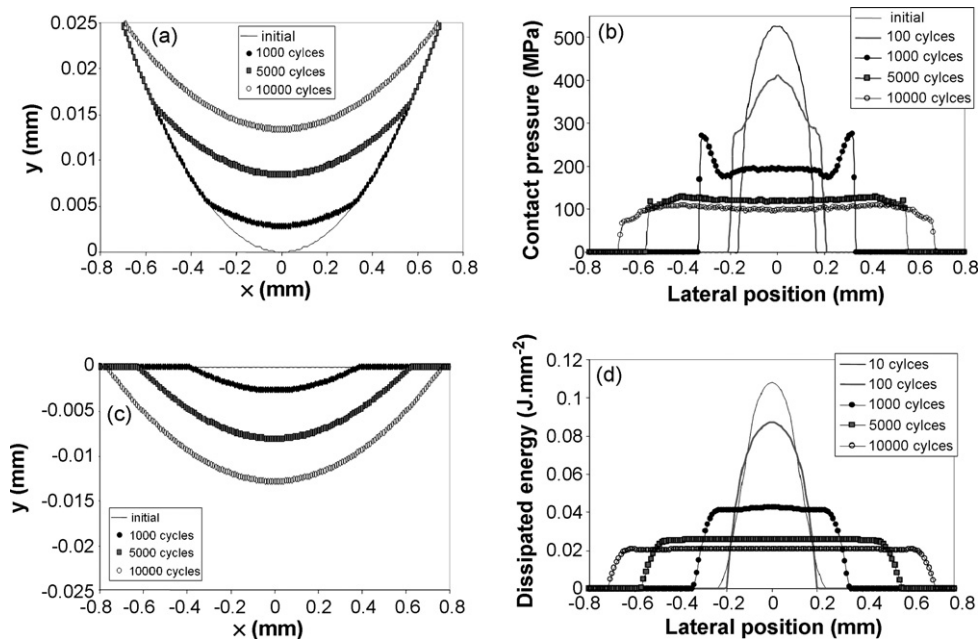


Fig. 4. Results of bilateral wear modelling until 10,000 cycles. Evolution of (a) cylinder surface, (c) plane surface, (b) contact pressure and (d) dissipated energy per increment.



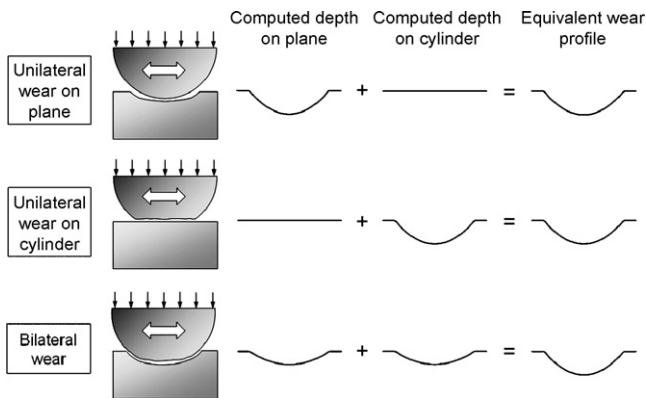


Fig. 5. Illustration of the three approaches that can be represented in the model: unilateral wear on plane and on cylinder or bilateral wear. In order to compare them, an equivalent wear profile is defined.

10 cycles per iterations, which corresponds to an initial wear depth at center  $\Delta h_{ini}$  of  $0.1 \mu\text{m}$ . The surface profile evolution is coherent with previous experimental and numerical results [7]. Pressure peaks can be observed at contact borders for  $N$  comprised between 1000 and 7500 cycles (Fig. 4(c)). These instabilities are attributed to the introduction of fresh surfaces in the contact and too high angles created by the surface alteration, especially for the cylinder. However, it should be noted that these peaks tend to decrease and attenuate with the number of cycles and do not seem to affect the global profile. Detailed analysis of the apparition and effects of these instabilities are dealt with in the discussion part. Fig. 4(d) presents the evolution of the dissipated energy  $Ed_i(x)$  distribution with the number of cycles. Note that this distribution, as well as the one of the contact pressure, converges toward a homogeneous profile.

### 5. Discussion

The issue of this paper is to present a simple and fast way to model fretting wear, taking advantage of the knowledge that had been acquired throughout the experiments. In order to optimize the program, the influence of model parameters such as the acceleration factor or the choice of unilateral or bilateral contact, has been compared so as to determine the more efficient and fast way to get results.

First of all, results obtained via three approaches (unilateral wear on plane, unilateral wear on cylinder and bilateral wear) were compared at a given number of cycles  $N=5000$  cycles and for the same acceleration factor  $\beta=10$ . For this comparison, the equivalent wear profile, described in Fig. 5, was considered. For the “unilateral wear on cylinder” approach, this equivalent wear profile corresponds to the computed depth at each point and for the “bilateral” approach, wear depth computed on plane and cylinder were added for each  $x$ -value.

It is found that, regarding the total wear depth, these three methods correlate closely (Fig. 6). Relative differences do not exceed 3% for the half contact width and 1% for the maximum wear depth. However, the contact pressure computed in the case of unilateral wear on plane exhibits a significantly different distribution. In this case, the contact pressure width is smaller than the wear profile width by 13%. This discrepancy is explained by the fact that, after a certain number of cycles, the plane profile is larger than the unworn cylinder contact width. Indeed, this extended profile width is due to the fretting oscillations that alter a surface larger than the counter-body width. Then, it is clear that the cylinder, during the pressure application step (where  $\delta=0$ ), do not touch the borders of the plane surface. This phenomenon is not observed in the two other approaches and this could be an argument to reject the unilateral modelling of wear on plane, since it induces errors in contact pressure computation.

Second, now that a numerical model had been designed and validated, another objective of this work was to evaluate the ability to increase calculation speed without generating errors on contact durability. Some researchers have already dealt with this issue by using larger time steps. Different techniques have been reported [4,5,7]. In the present study, the influence of the acceleration factor was investigated so as to optimize computing time. Fig. 7 shows how an increased acceleration factor generates instabilities on the contact borders. For this illustration, only unilateral wear on cylinder was considered since it is the approach that generates instabilities the earlier. Note that for a more general approach, the acceleration factor has been traduced in term of initial maximum wear depth for the first computation step  $\Delta h_{ini}$  normalized by the cylinder radius,  $R$ . For instance, for  $\beta=10$  cycles/increment,  $\Delta h_{ini}$  represents  $0.1 \mu\text{m}$  and then  $\Delta h_{ini}/R=10 \times 10^{-6}$ . In order to identify the origin of these pressure peaks, the profile at  $N=100$  cycles of the worn cylinder was plot for each  $\Delta h_{ini}/R$ . It can be noted that even if

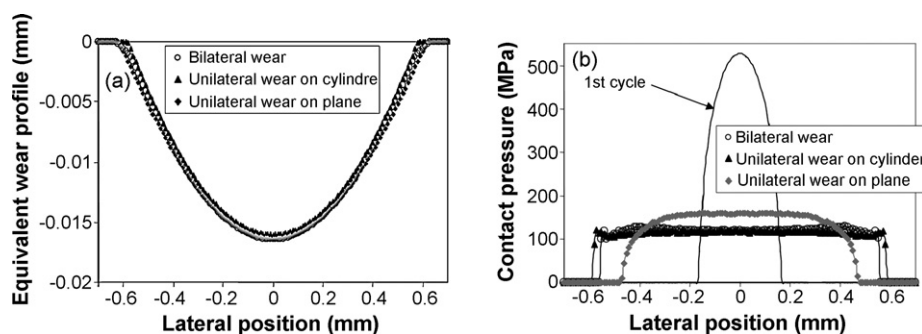


Fig. 6. Comparison of the results obtained by unilateral and bilateral wear modelling for  $N=5000$ cycles. (a) Equivalent wear profile and (b) contact pressure distribution.

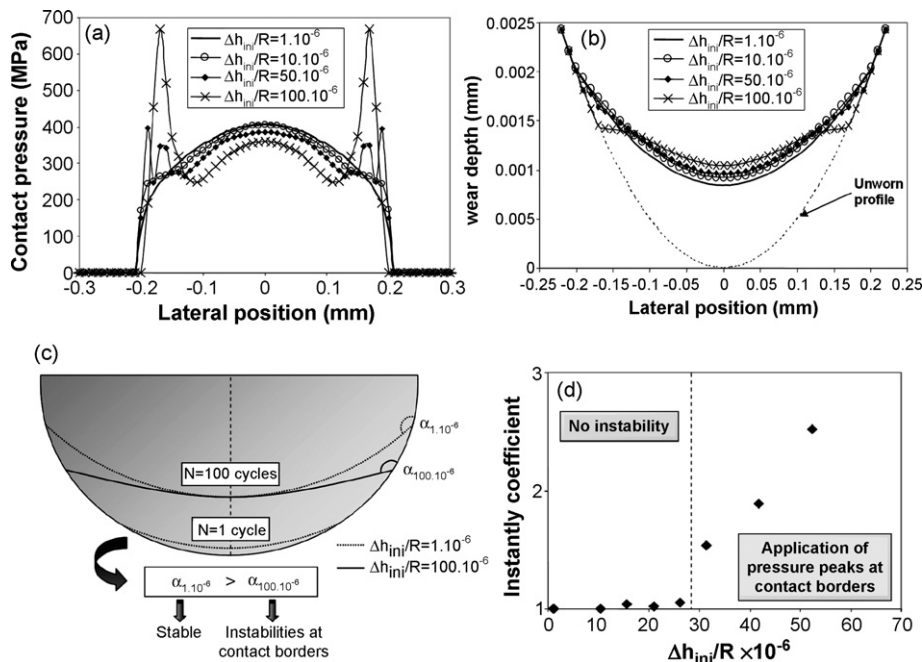


Fig. 7. (a) Comparison of contact pressure distribution after 100 cycles for various wear depth per initial increment  $\Delta h_{ini}$ . The apparition of the instabilities on the contact borders are attributed to excessive surface angles (b and c). (d) Criterion on the apparition of instability (peaks value divided by the reference pressure computed with  $\beta = 1$ ) with increasing  $\Delta h_{ini}/R$ .

central depth values are close in the four cases, angles formed by the surface at contact borders are quite different. It reveals that an increased acceleration factor generates salient angles, which induce significant pressure peaks at contact borders. For instance, surface angles were found to be  $179.8^\circ$  and  $179.1^\circ$  for  $\Delta h_{ini}/R = 1 \times 10^{-6}$  and  $\Delta h_{ini}/R = 100 \times 10^{-6}$ , respectively. Thus, it appears that one way to avoid these instabilities consists in choosing a low acceleration factor and thereby modifying the surface in a progressive manner, creating smooth profiles.

Nonetheless, to broaden this discussion, the existence of a critical threshold for the apparition of instabilities was investigated. According to previous studies [5], it was reported that if instability is to occur, it will always do so within the first 300 cycles. Thereby, a quantitative analysis of the pressure peak value, relatively to the reference pressure distribution, was carried out for several  $\Delta h_{ini}/R$  at  $N=300$  cycles. The obtained plot, presented in Fig. 7(d) ascertains the existence of a critical threshold,  $\Delta h_{ini}/R \approx 27 \times 10^{-6}$  in this specific case.

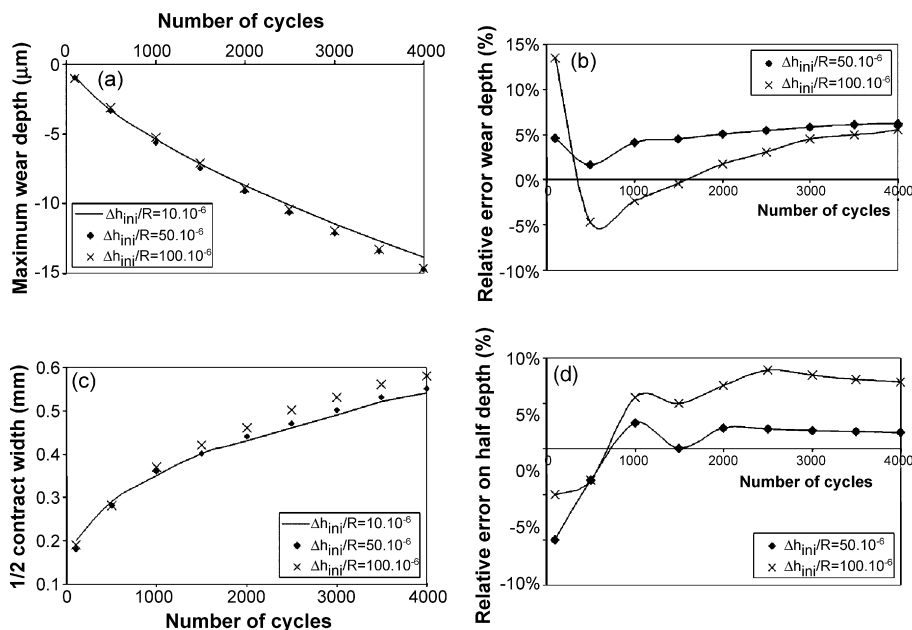


Fig. 8. Illustration of the effect of increased  $\Delta h_{ini}/R$  on the evolution of maximum wear depth (a) and the half contact width (b). Relative errors compared to the stable solution ( $\Delta h_{ini}/R = 10 \times 10^{-6}$ ) are also presented on plot (c) and (d).

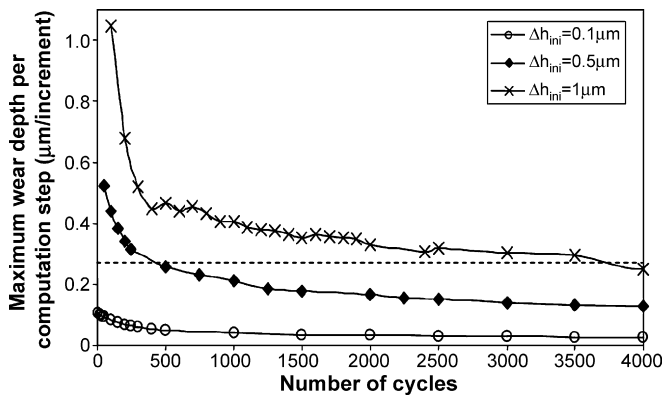


Fig. 9. Evolution of the maximum wear depth per increment with the number of cycles.

However, the limitation of the acceleration factor to avoid the apparition of instabilities is a real handicap for computing time reduction. Indeed, an imposed  $\beta = 25$  cycles/increments means 400 computation steps to reach 10,000 cycles. In order to further improve calculation speed, one idea was to evaluate the effect of these instabilities on the final result. Effectively, if the presence of small pressure contact peaks at the borders is negligible on the results of interest, the error may be accepted. For instance, for engineering applications and especially prediction of protecting layer service life, the desired values are above all the maximum wear depth,  $h_{max}$ , and the half contact width,  $a$ . Fig. 8 presents the influence of the acceleration factor (in term of  $\Delta h_{ini}/R$ ) on the computed values of the maximum wear depth and the half contact width. In each case, the evolution of relative error is plotted against the number of cycles. It is observed that errors induced by increased acceleration factors reaches from 5% to nearly 10%. However, relative errors appear to stabilize, especially in the case where  $\Delta h_{ini}/R = 50 \times 10^{-6}$ , inducing less than 6% and 2% of error on  $h_{max}$  and on  $a$ , respectively, for  $N = 4000$  cycles. Hence, focusing on these principal data which are the maximum wear depth  $h_{max}$  and the contact half width  $a$ , it can be concluded that an increase of the acceleration factor of 1000% (i.e. from  $\Delta h_{ini}/R = 1 \times 10^{-6} \mu\text{m}$  to  $\Delta h_{ini}/R = 100 \times 10^{-6} \mu\text{m}$ ) infers an error of prediction inferior to 10%. Moreover, this error is stabilizing with the progressive degradation of the interface. It therefore justifies the idea that high acceleration factors can be considered to capture in a first approximation the global

wear evolution of the interface. It may also be concluded that the lateral pressure instabilities, if they are still low enough to enable model convergence, have a little impact on the major wear damage parameters,  $h_{max}$  and  $a$ .

On the other hand, a solution to reduce computing time without allowing instabilities rests in the use of a variable acceleration factor,  $\beta$ . A similar strategy was introduced by Öqvist [4] with large time steps at the beginning of the tests and smaller at the end. However, the criteria chosen for increasing time step was only based on model convergence and not on apparition of instabilities peaks. The method dealt with in this paper is based on the evolution of the maximum wear depth per increment. Knowing the maximum admissible wear depth per increment ( $\Delta h_{ini} = 0.27 \mu\text{m}$ , in the case of unilateral wear on cylinder), the ability to progressively increase  $\beta$  is demonstrated in Fig. 9. For instance, a step by step increase of  $\beta$  from 20 to 50 and then 100, already reduced the computing time by 70% without inducing any instabilities. A more progressive and adjustable method can also be carried out and would represent very interesting time reduction.

Finally, considering the stabilization of the wear depth kinetics profile presented in Fig. 4(c) and (d), the finite element model seems to be a very powerful tool to validate the stabilization of contact pressure distribution. Fig. 10(a) shows computed contact pressure distribution illustrating three different regimes: first, an elliptical distribution, close to a Hertzian profile, followed by a transient distribution and finally the contact pressure converges toward a quasi homogeneous distribution. Defining the parameter  $b$  as the half width of the stabilized zone, the plot of the  $b/a$  ratio against the number of cycles (Fig. 10(b)), gives the evolution of the stabilization. It can be concluded that, knowing the evolution of the central value of the contact pressure and of the half contact width, pressure distribution can easily be predicted at any number of cycles corresponding to the stabilized regime, without further computation.

## 6. Conclusion

In this work, an efficient and adaptable numerical program was designed to model fretting wear for a wide range of parameters and configurations. Based on improved energetic formulation of wear laws, the model gives the ability to predict local contact durability on both cylinder and plane based

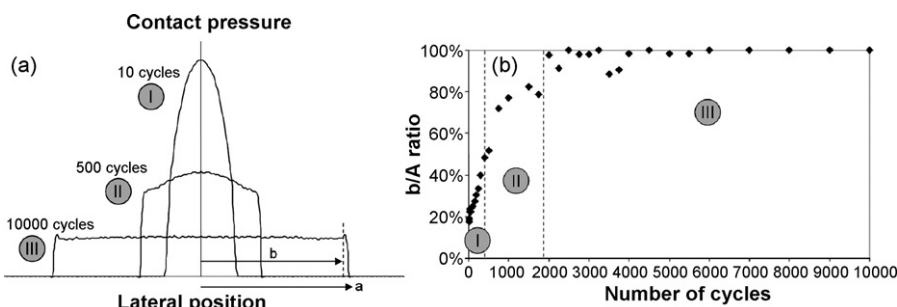


Fig. 10. (a) Evolution of contact pressure distribution from an elliptical profile I to an homogeneous profile III and (b) evolution of the stabilized zone proportion  $b/a$  with the number of cycles.

on an experimentally determined global wear law. According to the observations made, the following conclusions have been drawn:

- Three methods can be used to model fretting wear: unilateral wear on plane, on cylinder and bilateral wear both on plane and on cylinder surfaces. Results correlate very closely; however, it is noteworthy that in the first case, the model exhibits systematic error regarding the contact pressure width.
- The apparition of instabilities at contact borders was reported, especially when the cylinder is subjected to wear. This phenomenon is attributed to excessive acceleration factors, inducing abrupt surface transition and therefore generating significant pressure peaks at contact borders. The existence of a threshold value of the initial wear depth below which pressure distribution stays stable, was ascertained.
- It was also demonstrated that, from an engineering point of view, higher acceleration factors may be used to get fast approximations of relevant wear value (specifically the maximum wear depth and the contact width). The relative error induced by this approach was observed to stabilize below 10%.

- These numerical results represent a very powerful tool to validate the very fast evolution, in the interface, of an elliptical pressure distribution toward a homogeneous pressure profile.

## References

- [1] L. Johansson, Numerical simulation of contact pressure evolution in fretting, *J. Tribol.* 116 (1994) 247–254.
- [2] P. Pödra, S. Andersson, Simulating sliding wear with finite element method, *Tribol. Int.* 32 (1999) 71–81.
- [3] J.F. Molinari, M. Ortiz, R. Radovitzky, E.A. Repetto, Finite-element modelling of dry sliding wear in metals, *Eng. Comput.* 18 (2001) 592–609.
- [4] M. Öqvist, Numerical simulations of mild wear using updated geometry with different time step size approaches, *Wear* 249 (2001) 6–11.
- [5] I.R. McColl, J. Ding, S.B. Leen, Finite element simulation and experimental validation of fretting wear, *Wear* 256 (2004) 1114–1127.
- [6] N.H. Kim, D. Won, D. Burris, B. Holtkamp, G.R. Gessel, P. Swanson, W.G. Sawyer, Finite element analysis and experiments of metal/metal wear in oscillatory contacts, *Wear* 258 (2005) 1787–1793.
- [7] C. Paulin, S. Fouvry, C. Meunier, Finite element modelling of fretting wear surface evolution: application to a Ti–6Al–4V contact, *Wear*, 2007, doi:10.1016/j.wear.2007.01.037.
- [8] M. Peigney, Simulating wear under cyclic loading by a minimization approach, *Int. J. Solids Struct.* 41 (2004) 6783–6799.
- [9] C. Paulin, S. Fouvry, S. Deyber, Wear kinetics of Ti–6Al–4V under constant and variable fretting sliding conditions, *Wear* 259 (2005) 292–299.





## High temperature fretting wear of a Ti alloy/CuNiIn contact

C. Mary<sup>a,b</sup>, S. Fouvry<sup>a,\*</sup>, J.-M. Martin<sup>a</sup>, B. Bonnet<sup>b</sup>

<sup>a</sup> Laboratory of Tribology and Dynamics of Systems (LTDS), Ecole Centrale Lyon, Lyon, France

<sup>b</sup> SNECMA, Site de Villaroche, 77550 Moissy-Cramayel, France

### ARTICLE INFO

Available online 27 August 2008

#### Keywords:

Fretting wear  
CuNiIn  
Ti alloys  
Tribologically Transformed Structure (TTS)  
Mechanically Mixed Layer (MML)  
Tribochemistry

### ABSTRACT

Fretting wear is a surface degradation process invariably observed when two contacting bodies are subjected to small amplitude oscillatory movements. In the blade/disk contact of aero-engines especially, movements induced by the engine regime changes may lead to critical wear. In order to limit friction and protect components, motorists usually use a thick and soft CuNiIn layer (150 μm). This system is subjected to high contact pressure (up to 600 MPa) and high temperatures (up to 500 °C).

This paper focuses on the identification of the degradation mechanisms of such a system. An experimental layout was designed to perform fretting wear tests up to 500 °C. A punch (commercial Ti17) on plane (Ti6242 coated with CuNiIn) geometry was chosen and fretting tests were performed at several temperatures (20 °C, 250 °C, 350 °C and 450 °C). Surface damage evolution was followed by 3D profilometry and several analyses (SEM, EDS, μ-hardness) were conducted on the surface and on cross-sections. Based on the results, specific degradation mechanisms were identified for this Ti17/CuNiIn contact at high temperatures, suggesting that the tribochemical effects should be considered in the fretting wear models.

© 2008 Elsevier B.V. All rights reserved.

### 1. Introduction

Thanks to their high strength to weight ratio and good corrosion resistance, Ti alloys have been widely developed and studied for various industrial applications. In the aero-engine industry especially, Ti alloys are used for disks and blades from the fan to the high pressure compressor, for stages where temperature do not exceed 500 °C. In the engine, successions of startups, shutdowns and in-flight regime changes, induce sliding of blades in their slots and lead to fretting damages, such as wear and crack nucleation. Fretting is a surface degradation process invariably observed when two bodies in contact experience small amplitude oscillatory movements. In the blade/disk contact, due to the poor tribological properties of Ti alloys, surfaces are very susceptible to fretting and may experience wear damage. In order to protect components from fretting, blade contact surfaces are usually covered by a thick and soft CuNiIn coating, on top of which a solid lubricant is deposited. In this solution, the CuNiIn coating is chosen for its great capacity of accommodation by plastic deformation and acts as a sacrificial barrier to prevent titanium surfaces from coming into contact, while the solid lubricant promotes sliding and decreases the friction coefficient. However, it had been observed that the solid lubricant has a limited life and this multi-layer system rapidly led back to a Ti17/CuNiIn contact. The fast degradation of the solid lubricant has been reported in previous studies [1,2] and thus, this paper focuses on the Ti17/CuNiIn contact at high temperatures.

In the last decade, several studies have been published on the fretting behavior of such tribosystem (with various Ti alloys), generally at room temperature [3–8] and almost never at high temperatures [1]. The majority was dedicated to the comparison of the coated and uncoated systems in terms of wear volume, wear rate, fatigue resistance and partial slip/gross slip transition. If most papers focused on sphere on plane or cylinder on plane contacts, large scale punch on plane geometry had scarcely been studied. Recently, Hager et al. proposed a different approach based on the fundamental understanding of fretting wear mechanisms of the Ti6Al4V/CuNiIn ellipsoid contact at room temperature [6,7]. They revealed that CuNiIn can cause severe damage to the Ti alloy counterpart because of important adhesion mechanisms. This adhesion results in the occurrence of Ti transfers on the CuNiIn surface that accelerates wear by creating Ti/Ti contact.

All these results confirm the need for a more basic understanding of the fretting damage evolution of the coated system, especially since it is generally the uncoated Ti part (corresponding to the compressor disk) that must be protected against wear.

In the case of fretting, several authors have already proposed models to explain Ti alloys wear mechanisms. One generally accepted idea lies in the formation of a plastically deformed layer at the surface since the early stages of friction. Called Mechanically Mixed Layer (MML) by Rigney [9] and others [10,11], as well as Tribologically Transformed Structure (TTS) by Sauger et al. [12–14], this layer is invariably characterized by its fine grain size (in the nanometer range), its high hardness and its chemical composition close to the bulk material. If the authors generally agree on the layer's main characteristics, the mechanisms responsible for its initiation are still

\* Corresponding author. Tel.: +33 4 72 18 65 62.

E-mail address: [siegfried.fouvry@ec-lyon.fr](mailto:siegfried.fouvry@ec-lyon.fr) (S. Fouvry).



controversial. For the first ones, the main process implied is mechanical flow. Synthesizing several observations made on the sliding of ductile materials, Rigney [9] proposed the following sequence: local contacts cause plastic deformation under the surface; the accumulation of strains favors the formation of substructures in the near-surface material, which hence becomes susceptible to shear instabilities. This, in turn, encourages transfer and a complex mixing process takes place at the interface leading to the formation of a MML, from which debris particles are generated. In several studies [10,11], MMLs are reported to exhibit evidence of intimate mixing of the two contacting parts and of the environmentally active components such as oxygen or nitrogen. In his studies on several metallic alloys under fretting solicitations, Sauger [12,13] observed similar features but rejected the roles of oxygen and of the counterpart material in the formation of the TTS. His model, inspired by Blanchard [15] is based on dynamic recrystallization, enabled by plastic strain accumulation and high dislocation concentration.

Finally, the role of tribochemistry in these models is still largely unclear and the real objective of the present study is to understand the degradation mechanisms of the coated system, Ti alloy/CuNiIn, under high temperature fretting. The approach proposed here will focus on the examination and analysis of several samples tested at high temperatures so as to characterize transfer phenomena and transformed structures formation.

## 2. Experimental procedure

### 2.1. Materials

The specimens used in this study were two Ti alloys typically found in the high pressure compressor for blades and disk, respectively Ti6242 and Ti17. The contact geometry chosen was a punch on plane in order to reproduce the lateral pressure peaks generated by the blade/disk contact radii at the top and bottom of the slot. The plane, representative of the blade, is a  $10 \times 10 \times 10$  mm Ti6242 cube, shot peened on one face, and covered by a  $150 \mu\text{m}$  thick CuNiIn plasma sprayed coating. The punch is machined from a Ti17 block to a  $14 \text{ mm}^2$  flat surface with radii at the edges. The punch contact surface is shot peened as well. Table 1 summarizes the composition and properties of the materials used in this study.

### 2.2. Experimental layout

The high temperature fretting device developed at the “Ecole Centrale de Lyon – LTDS” is presented in Fig. 1. It is composed of a mobile part, in which displacement is controlled through a hydraulic system, sliding against a fixed part. Punch and plane are clamped respectively to fixed and mobile parts and their relative displacement is recorded during the fretting cycle through an extensometer. During the test, the normal force  $F_n$  is kept constant while the tangential force  $Q$  and displacement  $\delta$  are recorded, which enables live plot of the fretting loop  $Q-\delta$ . More details about the characteristics of this equipment at room temperature can be found in previous studies [2,5,16,17]. A recent optimisation of the device consisted of introducing several heating elements placed around the samples and which

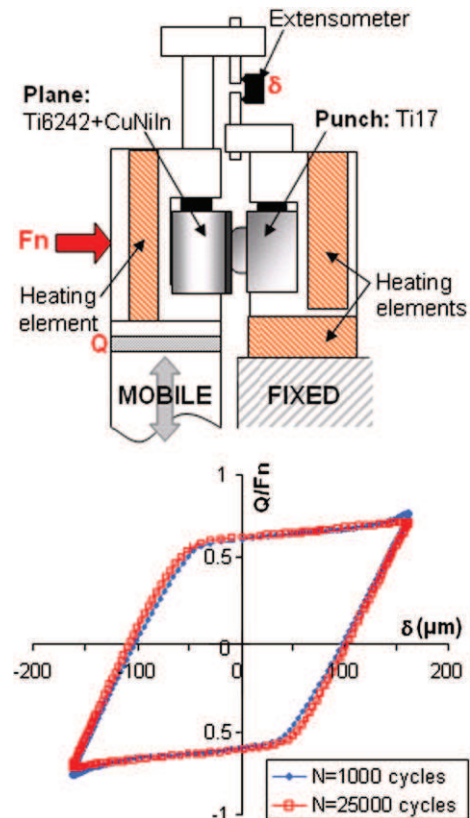


Fig. 1. High temperature fretting wear tribometer and associated fretting loop recorded at  $450^\circ\text{C}$ .

allowed testing up to  $450^\circ\text{C}$  (recorded at the contact by a thermocouple inserted in the punch side).

### 2.3. Experimental procedure

Fig. 1 shows an example of a fretting loop recorded during a test at  $450^\circ\text{C}$ . This quasi-rectangular and stable fretting loop reflects the gross slip fretting conditions with, in this case, a real sliding amplitude  $\delta_0 = \pm 110 \mu\text{m}$  for an imposed displacement  $\delta^* = \pm 162.5 \mu\text{m}$ . All fretting tests presented in this article (at all temperatures) presented a similar fretting loop and corresponded to gross slip conditions. Parameters used were the following:  $F_n = 3000 \text{ N}$  or  $4000 \text{ N}$  (corresponding to lateral peak pressure of  $464 \text{ MPa}$  and  $524 \text{ MPa}$  respectively),  $f = 5 \text{ Hz}$ , imposed displacement amplitude  $\delta^* = \pm 150 \mu\text{m}$  to  $\pm 200 \mu\text{m}$  (i.e. real sliding displacements  $\delta_0$  comprised between  $\pm 60 \mu\text{m}$  and  $\pm 120 \mu\text{m}$ ),  $T = 250^\circ\text{C}$ ,  $350^\circ\text{C}$  or  $450^\circ\text{C}$ , and numbers of fretting cycles,  $N$ , varying from 1000 to 50,000 cycles. Prior to testing, all specimens were ultrasonically cleaned in acetone. After the fretting test, each surface was observed at macro-scale, measured using a Veeco 3D surface profiler (by optical interferometry) before and after 15 min ultrasonic cleaning in acetone to remove all debris, and then examined with Scanning Electron Microscopy (SEM) and analyzed with Energy Dispersive Spectroscopy (EDS). All cross-sections were cut parallel to the fretting direction using a SiC saw, mounted in epoxy, ground and polished using standard metallographic preparation techniques. Then, specimens were immersion-etched in Keller reagent (0.5 mL HF, 0.5 mL  $\text{HNO}_3$  and 1.5 g HCl in 100 mL of  $\text{H}_2\text{O}$ ) for optical and SEM-EDS examinations.

## 3. Results

### 3.1. Fretting results

A comparison of the coefficient of friction (COF) evolution for each test temperature is presented in Fig. 2. Here, the COF is defined as the

Table 1  
Materials data

	Composition (% wt) <sup>a</sup>	$\mu$ Hardness (HV0.1) <sup>b</sup>	Young modulus (MPa) <sup>a</sup>
Ti17	Base Ti, 5%Al, 4%Mo, 4%Cr, 2%Sn, 1.9%Zr	321	102,000
Ti6242	Base Ti, 6%Al, 2%Sn, 4%Zr, 2%Mo	311	99,000
CuNiIn	$\approx 57\% \text{Cu}$ , $36\% \text{Ni}$ , $5\% \text{In}$ + impurities	150	66,000

<sup>a</sup> Commercial data.

<sup>b</sup> Measured by micro-hardness testing on specimens.

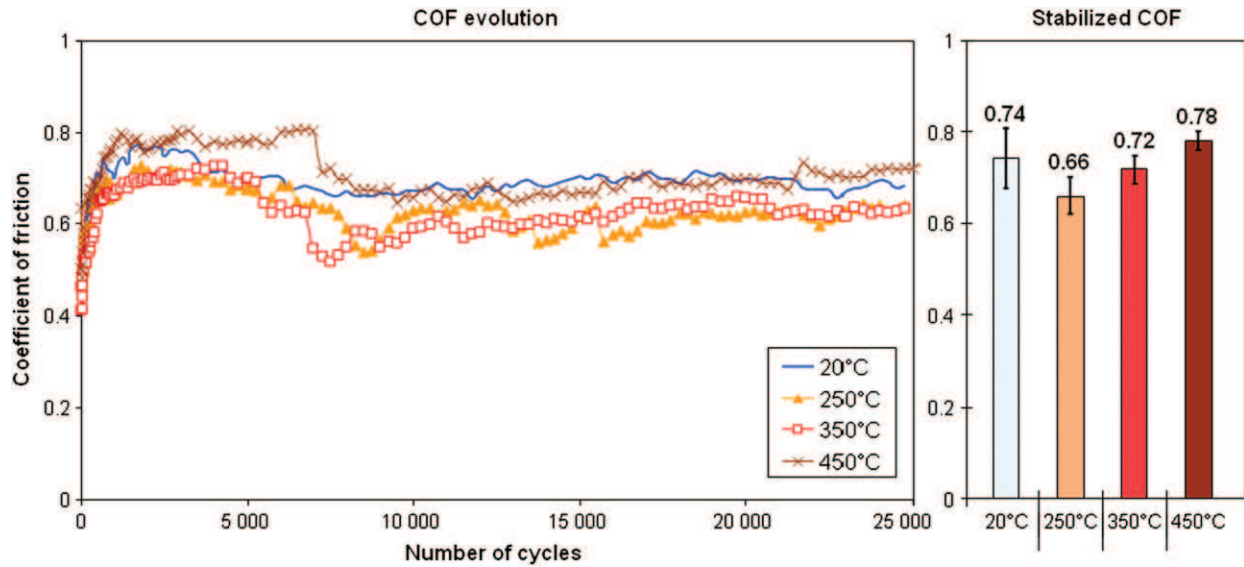


Fig. 2. Comparison of COF evolution and stabilized values for all tested temperatures (stabilized COF were obtained by averaging all values from tests performed at the given temperature).

ratio  $Q^*/P$ , with  $Q^*$  the maximum value of tangential force during the fretting cycle. It can be observed that for all conditions, the COF exhibits a fast transient stage (less than 5000 cycles) before stabilization. Stabilized values were determined by averaging COF on the  $N_e$  last cycles, with  $[N_e, N]$  defined as the interval for which standard deviation  $\varepsilon$  is less than 1.5%. Even though a slight increase of the stabilized COF can be discerned between 250 °C, 350 °C and 450 °C (Fig. 2), no temperature dependence became obvious on the 20 fretting tests performed.

In order to evaluate the influence of temperature on the wear kinetics, wear volumes (measured by 3D profilometry on both samples) were plotted with the accumulated dissipated energy,  $\Sigma Ed$ . This parameter represents the accumulated friction work dissipated through the interface, which corresponds to the sum of the fretting loop area [18].

$$\Sigma Ed = \sum_{i=1}^N Ed(i) \quad \text{with}$$

$$Ed(i) = \int_{t=1}^T Q_i(t) \cdot \delta_i(t), \quad \text{the dissipated energy of the } i\text{th cycle}$$

Fig. 3 plots the total wear volume versus the accumulated dissipated energy for all tests performed at ambient and high temperatures. Volumes were normalized by the same arbitrary value for all conditions,  $V_{ref}$ , defined as the maximum wear volume reported at 450 °C. As previously observed by Sauger et al. [13], the wear kinetics displays a discontinuous evolution, with an incubation energy required for the TTS transformation,  $\Sigma Ed_{th}$ . Above this energy threshold, a linear evolution of wear versus the accumulated dissipated energy is observed. The wear kinetics can therefore be expressed with the following formulation:

$$\text{for } \Sigma Ed > \Sigma Ed_{th}, \quad \bar{V} = \bar{\alpha} \cdot (\Sigma Ed - \Sigma Ed_{th})$$

A similar tendency appears for all temperatures, which suggests that similar wear mechanisms are activated for all conditions in this range of solicitations, whatever the applied temperature.

### 3.2. Observation and analysis of fretting scars

In order to understand the degradation mechanisms for all conditions, the first step of the study consisted in the careful

observation of the fretting scars for each temperature at a macro-scale. Fig. 4 presents a comparison of the scars morphology after 50,000 cycles at several temperatures. It can be noted that scar profiles seems very similar for the three temperatures. Optically, on all tested samples, two zones could be distinguished: a large area at the center displaying a yellow color on both mated surfaces and which is associated with a transfer of material from the punch to the plane; and a lateral region showing some green reflects.

3D profilometry is a very convenient tool to outline the occurrence of the transfer phenomenon. Fig. 5 presents the evolution of the surfaces' topography for three tests performed at 250 °C in the exact same conditions, for increased numbers of cycles. It is noteworthy that for a low number of cycles, only the print of the punch was visible on the plane due to the compaction of CuNiIn coating. Classical adhesion spots could be detected without any tendency on the side of adherence. Once the contact had stabilized (after approximately 3500 cycles in this case), deep wear was observed on the scar borders

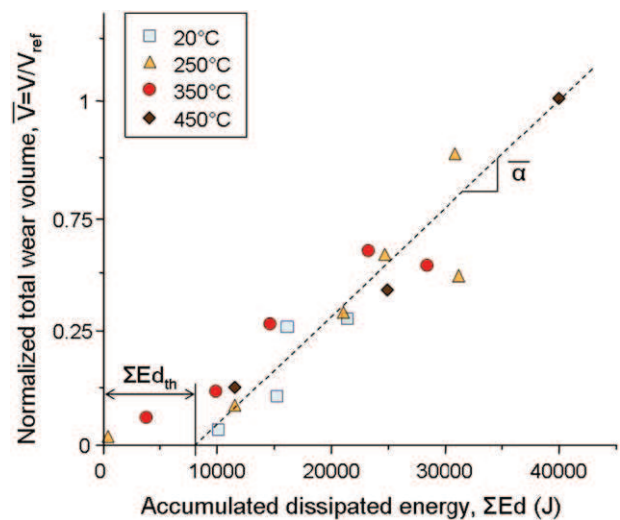


Fig. 3. Normalized wear versus accumulated dissipated energy for all temperatures tested.



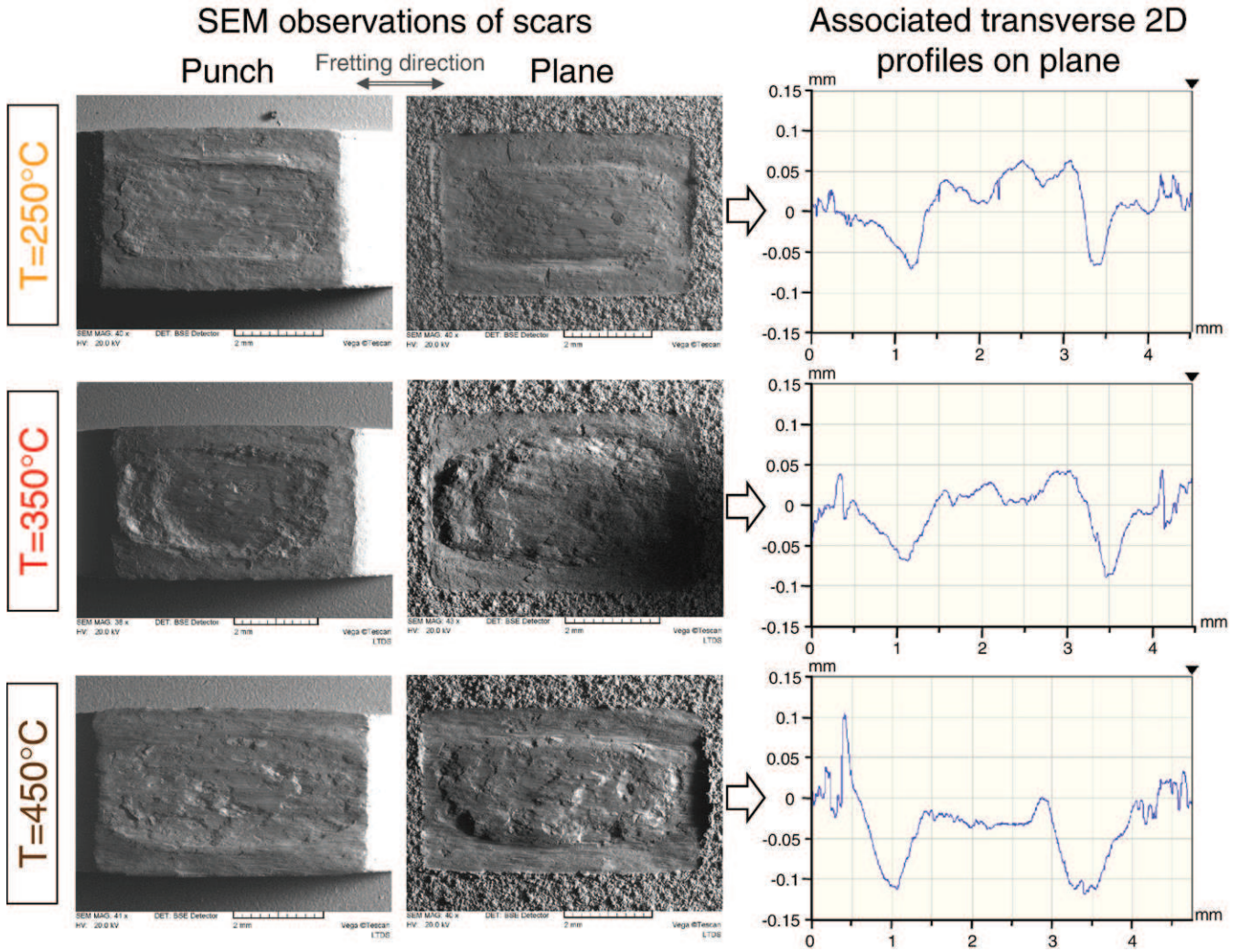


Fig. 4. SEM observations and 2D transverse profiles of fretting scar obtained at different temperatures after  $N=50,000$  cycles (conditions of tests:  $T=250^{\circ}\text{C}$ ,  $F_n=4000\text{ N}$ ,  $\delta^*=\pm 125\ \mu\text{m}$ ,  $T=350^{\circ}\text{C}$ ,  $F_n=4000\text{ N}$ ,  $\delta^*=\pm 162.5\ \mu\text{m}$ ,  $T=450^{\circ}\text{C}$ ,  $F_n=3000\text{ N}$ ,  $\delta^*=\pm 162.5\ \mu\text{m}$ ).

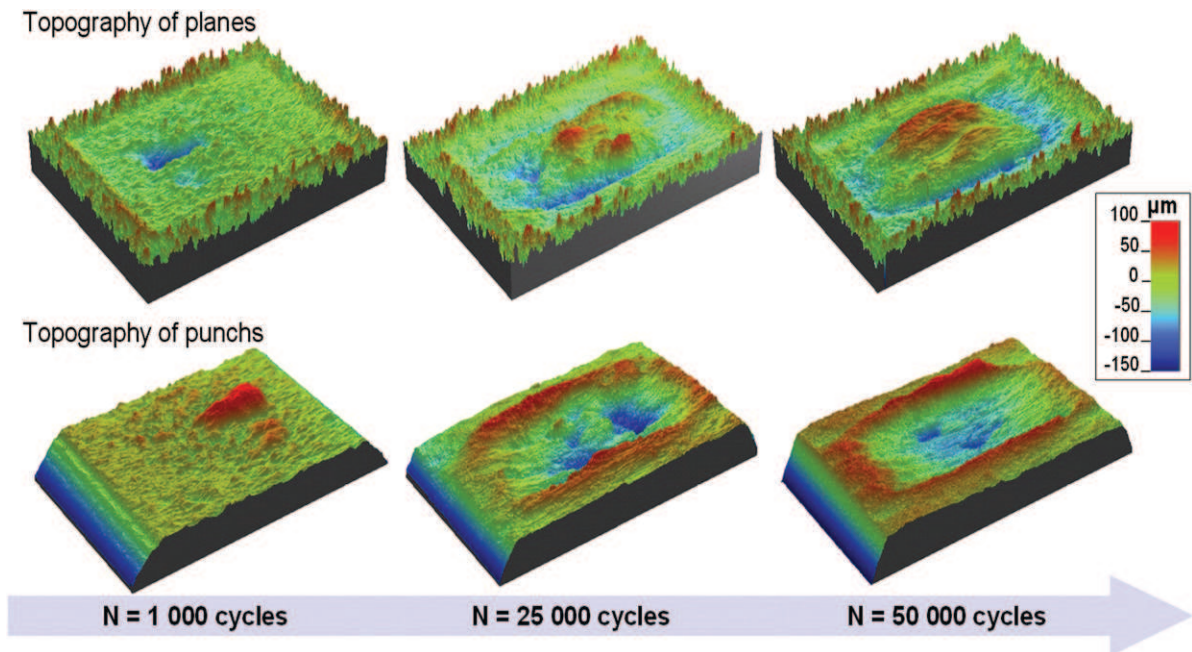
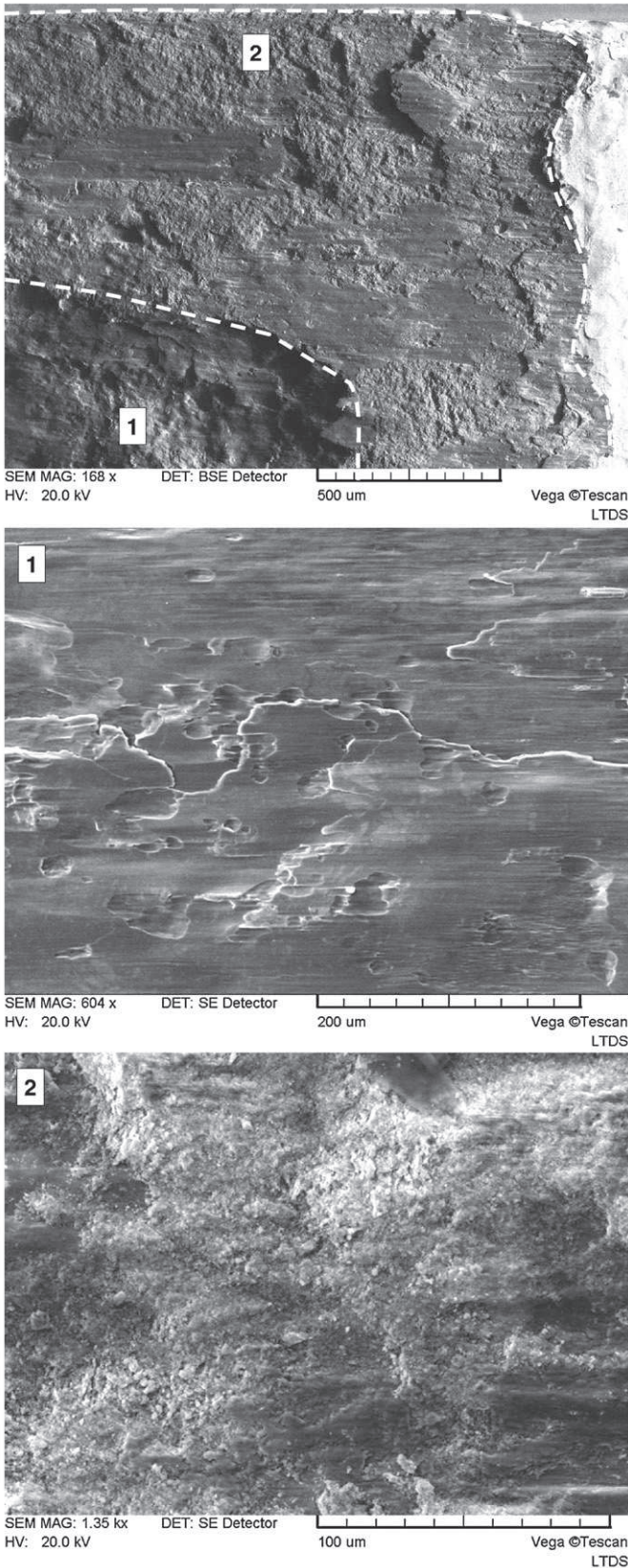


Fig. 5. Evolution of punch and plane topography during test (conditions of test:  $F_n=4000\text{ N}$ ,  $\delta^*=\pm 150\ \mu\text{m}$ ,  $f=5\text{ Hz}$ ,  $T=250^{\circ}\text{C}$ ).





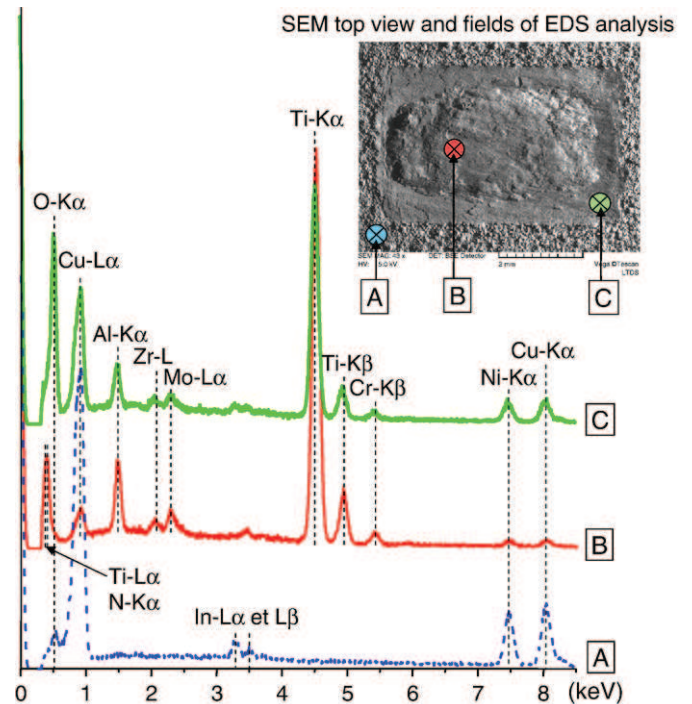
**Fig. 6.** SEM observation of the edge of a punch showing the two main degradation zones of the scar (noted 1 and 2) and respective magnified views (conditions of tests:  $T=350\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $F_n=4000\text{ N}$ ,  $\delta^*=\pm 162.5\text{ }\mu\text{m}$ ,  $N=50,000$  cycles).

while the center exhibited large transfer from the uncoated Ti punch to the plane.

The same kind of topography, with unilateral transfer, was invariably reported on all samples tested for more than 5000 cycles and for all temperatures. In order to deepen scar characterization, all samples were observed with SEM. The use of Back-Scattered Electron Images (BSEI) reinforces the topography difference between the center of the scar and the borders. The central transfer area was reported to represent up to 55% of the total scar area.

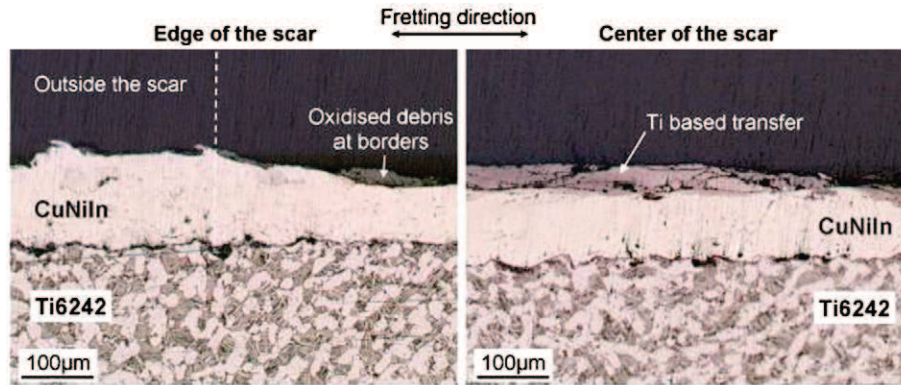
Fig. 6 presents a magnified SE view of the edge of a punch worn during 50,000 cycles at  $T=350\text{ }^{\circ}\text{C}$ . One will readily note the difference between the two zones: at the borders, the scar exhibits evidence of scoring parallel to the fretting direction and a very powdery morphology with fine debris. On the contrary, the center of the surface appears mated, like polished in the direction of fretting, with some foils ready to break apart.

In order to compare the composition of the two zones, EDS analyses were performed outside the scar on the CuNiIn coating and inside the scar in the zones 1 and 2. Special care was taken to record spectra in the exact same conditions of accelerating voltage (15 kV), working distance (23 mm), analysis window area ( $0.4\text{ mm}^2$ ), spot size ( $4\text{ }\mu\text{m}$ ) and acquisition time (5 min). Fig. 7 points out comparison results: outside the scar (spectrum A) only Cu, Ni and In peaks are visible, along with a small O-K $\alpha$  peak attributed to native oxidation of the sample (tested at  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$  for 3 h). Inside the scar, the major element is clearly Ti with strong Ti-K $\alpha$ , Ti-K $\beta$  and Ti-L $\alpha$  peaks. The presence of Cr (alloying element of Ti17) confirms that the titanium is indeed coming from a transfer from the punch and not from the Ti6242 below the coating. Peaks of other alloying elements of Ti17 are also reported. It is noteworthy that no oxygen peak can be detected in the transfer. In addition, it may be interesting to focus on the high peak located at 0.41 keV. Actually, in this energy range, two peaks may be superimposed: Ti-L $\alpha$  at 0.452 keV and N-K $\alpha$  at 0.392 keV. In these conditions, it is very hard to assess the presence of nitrogen in the transfer and therefore



**Fig. 7.** EDS analysis at 15 kV outside (A) and inside the scar (B and C). Spectrum B is measured in the transfer zone at the center and spectrum C is measured in the lateral area at the scar borders (conditions of tests:  $T=350\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $F_n=4000\text{ N}$ ,  $\delta^*=\pm 162.5\text{ }\mu\text{m}$ ,  $N=50,000$  cycles).





**Fig. 8.** Optical micrographs of a longitudinal cross-section of a CuNiIn coated plane. Micrographs clearly show the difference between scar borders and center (conditions of tests:  $T=250\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $F_n=4000\text{ N}$ ,  $\delta^*=\pm 125\text{ }\mu\text{m}$ ,  $N=50,000$  cycles).

the role of environmental elements on the structure of the central material. On the other hand, inside the scar, at the borders, spectrum C clearly indicates a strong oxidation associated with the presence of alloying elements of both Ti17 and CuNiIn. Since the intensities of the Ti-K $\alpha$  peaks are quite similar in spectra B and C, the possible presence of nitrogen in the low energy region of spectrum B (corresponding to the centre of the scar) is to be considered.

### 3.3. Cross-sections

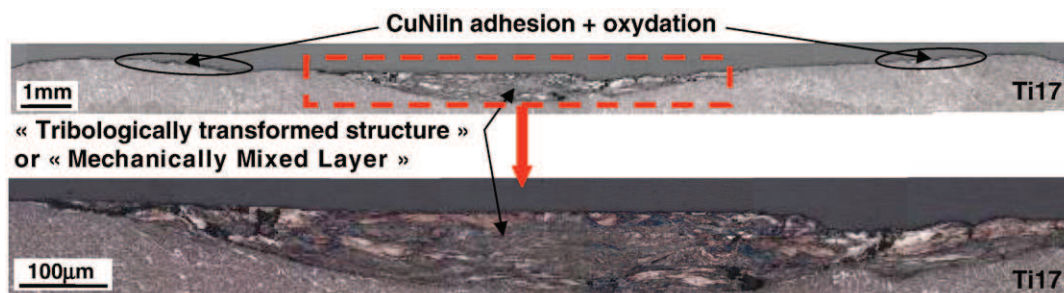
All samples were cross-sectioned parallel to the fretting direction at the center of the scar. Fig. 8 shows optical micrographs of a longitudinal cross-section of the CuNiIn coated plane at the borders and at the center of the scar. Chemical etching revealed the Ti6242  $\alpha/\beta$  microstructure under the thick CuNiIn coating. On the left edge of the scar, coating is worn and covered by compacted oxidized debris, made of a mixture of CuNiIn and Ti17 coming from the counterpart (EDS analyses on these debris gave spectra similar to Fig. 7C). Measured wear depths were always maximal at these locations. At the scar center, a thick transfer volume was observed. Presence of cracks parallel to the fretting direction in the subsurface reflects the brittleness of this material, which is coherent with the platelets structure observed from the top before cutting (Fig. 6).

The same examination was conducted on the mated Ti17 punch and Fig. 9 presents a mosaic micrograph of the scar exhibiting a thick transformed layer at center. For this sample, comparison of 3D profiles before and after wear indicated a mean value of 100  $\mu\text{m}$  wear depth at borders and up to 180  $\mu\text{m}$  maximum wear depth at center. Evidences of adhesion were reported on the scar edges as thin oxidized layers; their location was associated with the oxidized borders previously mentioned on the plane. At the center, the transformed layer exhibited a lamellar structure, close to what is classically reported in the

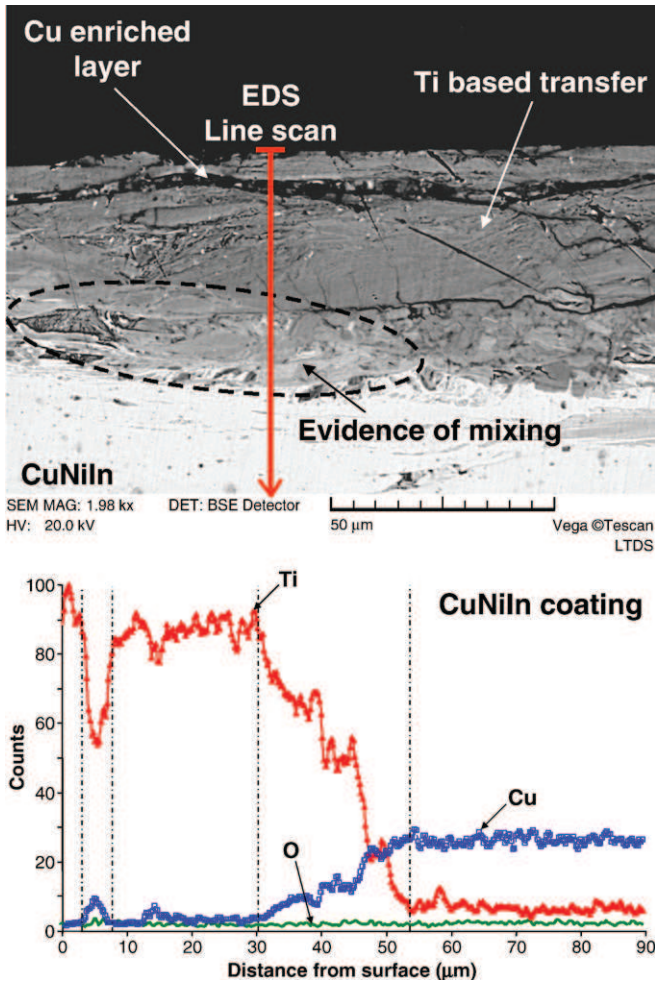
literature on Tribologically Transformed Structure (TTS) or Mechanically Mixed Layer (MML). Indeed, Sekkal [14] qualified the TTS he observed on TiAl6V4 as “filamentary”, and Li and Tandon [11] reported a “layered” structure on the MML created during sliding of an Al alloy against an Al based composite. In our case, the transition between the transformed layer and the bulk material is quite sharp and movements indicating mechanical flow can be discerned. According to Rigney [9], the sharpness of the boundary is an additional evidence that the transformation is driven by a flow process and not by a diffusion process. EDS analyses performed on the transformed layer indicated a composition similar to the one of the Ti17. Scarcely any peaks of Cu, Ni or O could be found in this material.

On the plane however, EDS line scan through the central transfer (Fig. 10) pointed out a variation in composition along the depth below the worn surface. The use of a back-scattered electron detector, displaying an atomic number contrast (Z-contrast), reflects this transition. On Fig. 10, a thin Cu-enriched subsurface layer can be discerned and supports the theory of mechanical mixing. It is noteworthy that the oxygen content is stable along the depth at a very low level. For all samples examined, the oxygen level was always reported to stay low, which tends to confirm Blanchard and Sauger conclusions on the non-influence of oxygen in the TTS formation [12,13,15]. However, as suggested before, the presence of nitrogen is probable at least on the top surface of the transformed layer insofar as the golden color of the central area would be consistent with the presence of titanium nitride. Here, no quantification has been made on nitrogen because of the interference between Ti-L $\alpha$  and N-K $\alpha$  peaks. More analyses need to be conducted to assert the presence of titanium nitride in the transformed layer.

To complete the study of the cross-sections, micro-hardness measurements were performed on the plane and punch so as to evaluate the mechanical properties of the transformed layer. It



**Fig. 9.** Longitudinal cross-section of a punch showing evidences of CuNiIn adhesion at the scar borders and of a deep transformed structure at the center (conditions of tests:  $T=250\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $F_n=4000\text{ N}$ ,  $\delta^*=\pm 125\text{ }\mu\text{m}$ ,  $N=50,000$  cycles).



**Fig. 10.** SEM examination and EDS line scan of a plane cross-section showing evidences of mechanical flow and the transition between CuNiIn and Ti-based transfer (conditions of tests:  $T=250\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $F_n=4000\text{ N}$ ,  $\delta^*=\pm 125\text{ }\mu\text{m}$ ,  $N=50,000$  cycles).

appeared that hardness values were found similar in the Ti-based transfer on the plane and in the transformed layer of the punch with a mean value of  $600\pm 50\text{HV}_{0.1}$ , compared to  $320\pm 10\text{HV}_{0.1}$  for bulkTi17. The high variations in the obtained values for layer hardness were attributed to non-homogeneities in the mixed material and to difficulty in placing the indent. This high increase in hardness is coherent with characteristics classically reported on titanium transformed layer, although Sauger found slightly higher values for TA6V and TV15CA ( $\alpha$  and  $\beta$ ) [13]. Furthermore, the high hardness values would also be consistent with the presence of titanium nitride which is harder than the alloy.

#### 4. Discussion and proposition of a damage scenario

In summary, various samples were tested at high temperatures to evaluate gross slip fretting degradations of a Ti17/CuNiIn contact with a punch on plane geometry. It had been observed that all samples exhibited the same tendency for large unilateral transfer from the Ti punch to the CuNiIn coated plane. This behavior may have been enhanced by the punch geometry chosen to reproduce the engine's lateral pressure peaks, which may have acted as barriers entrapping the debris inside the contact. These observations are coherent with what had been reported experimentally on Ti alloys/CuNiIn contacts at ambient [7] and high temperatures [1]; and even on engine components [7] where Ti transfers had been observed on the coated blades. In all cases, these transfer mechanisms are detrimental since

they create titanium on titanium contacts that promote wear of the uncoated Ti part.

The main objectives of this paper were to point out the occurrence of this unilateral transfer and to deepen our knowledge on its nature and mechanisms of initiation, so as to work on its prevention. It had been demonstrated that the punch and the plane exhibit similar material on their central area. EDS analyses indicated a chemical composition close to Ti17 (from the uncoated Ti punch) with evidences of light mixing with the coating elements (Cu, Ni and In) especially on the plane. The structure of the transformed layer is to be related to studies made by Rigney and others on Mechanically Mixed Layers. Therefore, the following scenario may be proposed with, under fretting solicitations, the accumulation of plastic strains in both parts leading to a hardening of the CuNiIn coating and an accumulation of plastic strains in the Ti alloy, which generates a fine structure in the punch subsurface. This transformed structure would then successively shear, break, fragment and then adhere on the coating generating Ti/Ti contacts that enhance this degradation mechanism.

This scheme seems to be an interesting way to describe the fretting damage evolution although the influence of tribochemistry shouldn't be occulted. Especially, the presence of an oxidized area at the borders of the contact whereas in the central transfer no oxygen, but possibly nitrogen, has been observed, is of high interest. More analyses are currently under considerations, notably to confirm or not the presence of nitrogen in the transformed layer and the possibility of titanium nitride (TiN) or titanium oxynitride formation ( $\text{TiN}_x\text{O}_y$ ) (by X-ray Photoelectron Spectrometry (XPS) measurements and by Transmission Electron Microscopy coupled with Electron Energy Loss Spectroscopy (TEM-EELS) on cross-sections). Should this be the case, then the models currently used wouldn't be sufficient to explain the mechanisms and the tribochemical reactions should be included in the model.

Besides, this investigation reveals that the contact interface is not homogeneous during fretting and local variations in nature, structure and topography should be considered. This suggests that the actual approaches of numerical simulation of fretting wear evolution by Finite Element modeling (FEM) [19,20] have to be improved in order to include such heterogeneities (i.e. transfer layer, local modification of material properties...).

#### 5. Conclusion

In overview, this study was conducted to examine the wear mechanisms of a Ti17/CuNiIn fretting contact, under gross slip at high temperatures. It was found that:

- After a fast transient stage, the coefficient of friction stabilized to a high value of  $0.75\pm 0.05$ , with no evidence of temperature dependence.
- For all temperatures tested, the wear mechanisms that governed the surfaces degradation were the same, and consisted in a subsurface transformation at the center of the uncoated Ti punch that adhered to the CuNiIn coating generating an important transfer of material from the punch to the coated plane. At the contact borders, no transfer was observed and the surface was deeply worn and highly oxidized.
- Examinations and analyses of cross-sections pointed out evidence of mechanical flow in the transferred material and at this point, uncertainty still prevails on the role played by environment active components on the transformed structure.
- Preliminary chemical analyses showed the possibility of tribochemical reactions with the environmentally active elements.

#### References

- [1] A. Freimanis, A. Segall, J. Conway Jr., E. Whittney, Trib. Trans. 43 (2000) 653.
- [2] V. Fridrici, S. Fouvry, P. Kapsa, P. Perruchaud, Wear 255 (2003) 875.



- [3] Y. Fu, N.L. Loh, A.W. Batchelor, D. Liu, X. Zhu, J. He, K. Xu, *Surf. Coat. Technol.* 106 (1998) 193.
- [4] D. Liu, B. Tang, X. Zhu, H. Chen, J. He, J.-P. Celis, *Surf. Coat. Technol.* 116–119 (1999) 234.
- [5] V. Fridrici, S. Fouvry, P. Kapsa, *Surf. Coat. Technol.* 163–164 (2003) 429.
- [6] C.H. Hager Jr., J. Sanders, S. Sharma, A. Voevodin, *Wear* 263 (2006) 430.
- [7] C.H. Hager Jr., J. Sanders, S. Sharma, *Wear* 265 (2008) 439.
- [8] G.R. Yantio Njankeu Sabeya, J.-Y. Paris, J. Denape, *Wear* 264 (2008) 166.
- [9] D.A. Rigney, *Wear* 245 (2000) 1.
- [10] Q. Hu, I.R. McColl, S.J. Harris, R.B. Waterhouse, *Wear* 245 (2000) 10.
- [11] X.Y. Li, K.N. Tandon, *Wear* 245 (2000) 148.
- [12] E. Sauger, L. Ponsonnet, J.-M. Martin, L. Vincent, *Tribol. Int.* 33 (2000) 743.
- [13] E. Sauger, S. Fouvry, L. Ponsonnet, P. Kapsa, J.-M. Martin, L. Vincent, *Wear* 245 (2000) 39.
- [14] A.C. Sekkal, C. Langlade, A.B. Vannes, *Mater. Sci. Eng.* 393 (2005) 140.
- [15] P. Blanchard, C. Colombié, V. Pellerin, S. Fayeulle, L. Vincent, *Metall. Trans. A* 22A (1991) 1535.
- [16] S. Fouvry, T. Liskiewicz, P. Kapsa, S. Hannel, E. Sauger, *Wear* 255 (2003) 287.
- [17] C. Paulin, S. Fouvry, S. Deyber, *Wear* 259 (2005) 292.
- [18] S. Fouvry, P. Duò, P. Perruchaud, *Wear* 257 (2004) 916.
- [19] C. Mary, S. Fouvry, *Wear* 263 (2007) 444.
- [20] C. Paulin, S. Fouvry, C. Meunier, *Wear* 264 (2008) 26.

# Tribochemistry of a Ti Alloy Under Fretting in Air: Evidence of Titanium Nitride Formation

C. Mary · T. Le Mogne · B. Beaugiraud ·  
B. Vacher · J.-M. Martin · S. Fouvry

Received: 3 December 2008 / Accepted: 26 February 2009 / Published online: 12 March 2009  
© Springer Science+Business Media, LLC 2009

**Abstract** The present investigation focuses on the tribological transformation occurring on a Ti alloy (Ti17) under fretting in air. Several fretting wear tests were performed on a large scale punch on plane configuration (two types of planes tested: bare Ti6242 and CuNiIn-coated Ti6242) at several temperatures from ambient up to 450 °C. In all the cases, two zones were identified on the scars: a lateral oxidized rim and a highly deformed region at centre. Metallurgical observations revealed similarities with Tribologically Transformed Structure (TTS), previously observed on various Ti alloys. In the framework of this article, careful analyses were conducted (EDX, DRX, XPS, HRTEM and EFTEM) in order to identify the nature and chemistry of this transformed layer. Results demonstrated the formation of a new phase, nanocrystalline, identified as  $TiO_xN_y$ . The high content of nitrogen found in the TTS indicated its ability to penetrate inside the contact and react with titanium. At 50  $\mu\text{m}$  under the surface, a FIB preparation enabled the observation in TEM of N-rich lamellae ( $TiO_xN_y$ ) in the Ti ( $\alpha$ ) matrix. Two models were suggested to explain this tribochemical reaction under fretting.

**Keywords** Fretting · Titanium · Unlubricated wear · Wear mechanisms · XRD · XPS · TEM · EELS

## 1 Introduction

Fretting is a surface degradation process invariably observed when two contacting bodies are subjected to small amplitude oscillatory movements. Considered as a plague in many industrial fields, fretting generally induces wear, cracking and surface degradation, which can lead to reduction of component service life as well as catastrophic failures. Depending on the amplitude of displacement and on the normal load, the fretting regimes can be sticking, partial slip or gross slip, and the environmental atmosphere may play different parts. Expressions of transition criteria between these various fretting regimes have been proposed by Fouvry since 1996 [1].

In this present article, gross slip fretting tests were performed on two commercial Ti alloys, Ti17 and Ti6242, classically involved in fretting issues in the aerospace industry. In the last few decades, several authors have investigated the degradation mechanisms of Ti alloys under fretting. Early in the 1980s, Hamdy and Waterhouse reported the formation of a glaze layer at elevated temperature on Ti–6Al–4V [2]. Later, Blanchard et al. [3] and Fayeulle et al. [4], focussed their studies on the transformation of Ti alloys under fretting. They reported the presence, at the surface of the mated parts, of a nanocrystalline structure characterized by a composition corresponding to that of the bulk material and an increased hardness. Blanchard called this layer “Tribologically Transformed Structure” (TTS), and proposed the following damage scenario: first, the superficial screens are removed (the duration of this stage may depend on the surface cleaning), and then, metal-to-metal contact areas are progressively enlarged and high plastic deformation occurs in the bulk, leading to structural changes of some areas. Finally, the material becomes too brittle to accommodate

C. Mary · T. Le Mogne · B. Beaugiraud · B. Vacher ·  
J.-M. Martin (✉) · S. Fouvry  
Laboratoire de Tribologie et de Dynamique des Systèmes  
(LTDS), Ecole Centrale Lyon, France  
e-mail: Jean-Michel.Martin@ec-lyon.fr

C. Mary  
SNECMA, Site de Villaroche, 77550 Moissy-Cramayel, France

the imposed displacement; hard debris particles are detached from the transformed structure and progressively crushed to form a powder bed. With further study, Sauger et al. [5, 6] confirmed that the debris generated in Ti alloys originated from the TTS that had formed at the fretting interface. Sauger et al. believed that this layer was generated by deformation-induced recrystallization. Based on a dissipated energy approach developed for wear analysis [1, 7], they proposed an energetic threshold for its formation, later retrieved by Sekkal on his study on repeated impacts [8].

As of now, even if the occurrence of a transformed layer has been confirmed by several authors on various Ti grades [9–11], the mechanisms responsible for its initiation are still controversial. Synthesizing several observations made on the sliding of ductile materials, Rigney [12] reported the formation of a nanocrystalline structure of high hardness and proposed a model based on strain-induced phase transformation followed by a complex mixing process. Outlining the analogy with mechanical alloying, he called this structure “Mechanically Mixed Layer” (MML) and emphasized on the mechanical flow process and on the necessity of a second phase for generating very fine grains. In this model, the environment can interact and its chemical species (oxygen, carbon or nitrogen) can mix mechanically to form the nanocomposite structure. Other authors reported the presence of MMLs features and evidences of intimate mixing between the two contacting parts [13, 14], but the role of tribochemistry and of environmental elements has never been clearly demonstrated.

In this study, the objective was to identify the nature and the chemistry of the transformed layer appearing under fretting in air on a Ti17 alloy rubbed against two different types of planes: uncoated Ti6242 and CuNiIn-coated Ti6242. These types of tribocouples are classically found in the blade/disk contacts of aero-engines and have been extensively studied in the recent years [11, 15–20]. In the case of the coated system, they generally reported strong adhesion phenomena between the coating and the Ti part resulting in the occurrence of Ti transfers on the CuNiIn surface that accelerates wear by creating Ti/Ti contacts. In a previous article [21], they described the worn samples morphology in a given range of conditions and pointed out

evidences of large Ti transfers on the coated plane at ambient and high temperatures. The observed transformed layer exhibited a high degree of similarity with TTS features reported by Sauger et al. [5, 6]. In the framework of this article, an intensive investigation was conducted in order to describe its chemical composition and structure and to evaluate the part played by oxygen and nitrogen in the fretting contact. Analyses of the tribologically transformed layer were undertaken by X-ray diffractometry (XRD), X-ray photo-electron spectroscopy (XPS) and Transmission Electron Microscopy (TEM) coupled with Energy Electron Loss Spectroscopy (EELS) techniques. The objective was to identify the nature and properties of the transformed layer formed so as to assert the role played by nitrogen under fretting.

## 2 Experimental Procedure

### 2.1 Fretting Device

The specimens used in this study were two titanium alloys, Ti6242 and Ti17 (respectively, an  $\alpha/\beta$  alloy and a near- $\beta$  alloy), typically found in the compressor section of aero-engines. The contact geometry chosen was a large scale punch (14 mm<sup>2</sup> flat surface with radii at the edges) on plane to reproduce the blade/disk contact geometry. The punch was machined from a Ti17 block, shot-peened on the contact surface. Uncoated Ti6242 shot-peened planes, as well as 150- $\mu$ m thick CuNiIn plasma-sprayed coated planes were tested. Table 1 summarizes the composition and properties of the materials used in this study.

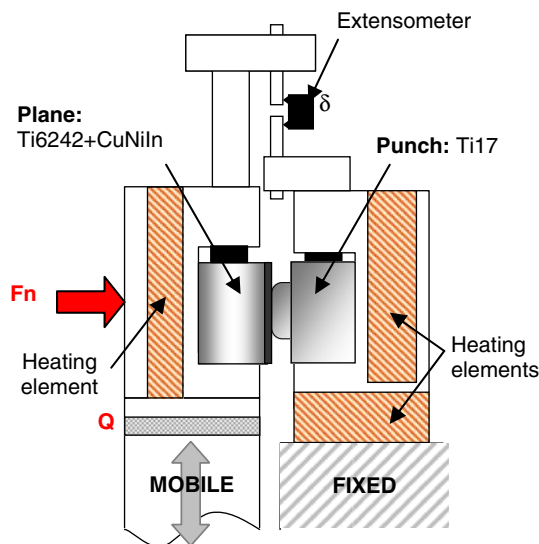
The high-temperature fretting device developed at the “Ecole Centrale de Lyon—LTDS” is presented in Fig. 1. It is composed of a mobile part, in which displacement is controlled through a hydraulic system, sliding against a fixed part. Punch and plane are clamped, respectively, to fixed and mobile parts and their relative displacement is recorded during the fretting cycle through an extensometer. During the test, the normal force  $F_n$  is kept constant while the tangential force  $Q$  and displacement  $\delta$  are recorded, which enables live plot of the fretting loop  $Q-\delta$ . More details about the characteristics of this equipment at

**Table 1** Materials data

	Composition (wt%) <sup>a</sup>	$\mu$ -hardness (HV <sub>0.1</sub> ) <sup>b</sup>	Young modulus (MPa) <sup>a</sup>
Ti17 (punch)	Base Ti, 5%Al, 4%Mo, 4%Cr, 2%Sn, 1.9%Zr	321	102,000
Ti6242 (plane)	Base Ti, 6%Al, 2%Sn, 4%Zr, 2%Mo	311	99,000
CuNiIn (coating)	≈57%Cu, 36% Ni, 5% In + impurities	150	66,000

<sup>a</sup> Commercial data

<sup>b</sup> Measured by micro-hardness testing on specimens



**Fig. 1** Fretting wear tribometer. (Test temperature can be adjusted from 20 °C to 450 °C)

ambient and high temperatures can be found in previous studies [17, 21–24].

Fretting tests presented in this article correspond to gross slip fretting conditions. Parameters used were the following:

- Normal force:  $F_n = 3,000$  N or 4,000 N (which corresponds to maximum peak pressure of 464 MPa and 524 MPa, respectively),
- Frequency:  $f = 5$  Hz,
- Imposed displacement:  $\delta^* = \pm 150$   $\mu\text{m}$  to  $\pm 200$   $\mu\text{m}$  (i.e. real sliding displacements  $\delta_0$  comprised between  $\pm 60$   $\mu\text{m}$  and  $\pm 120$   $\mu\text{m}$ ),
- Numbers of fretting cycles varying from 1,000 to 50,000 cycles,
- Test temperature:  $T = 20$  °C, 250 °C, 350 °C or 450 °C.

## 2.2 Analyses

During all the fretting tests, wear debris were carefully collected under the contact and kept for XRD and TEM analyses. After test, fretting scars were observed, before and after 15-min ultrasonic cleaning in acetone, by optical and Scanning Electron Microscopy (SEM). Worn samples topography was measured using a Veeco<sup>®</sup> optical interferometer (3D surface profilometry).

Grazing Incidence X-Ray Diffraction (GIXRD) was performed, before and after the fretting tests, on the punch surface using a conventional diffractometer utilizing Cu-K $\alpha$  radiation and operating at 30 kV and 15 mA. A  $2\theta$  scan ranging from 30° to 80°, in steps of 0.03° every 3 s was recorded. Grazing angle between X-Ray beam and the

sample was set to 3°. For debris analysis, wear particles, issued from several tests performed under the same conditions, were gathered and analysed under symmetrical configuration (Bragg-Brentano geometry) in order to collect more signals.

X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) was performed with a Thermo Fisher 250i. Before analysis, cleaning of the samples was completed in heptane and propanol-2. In our operating conditions, the pressure in the main chamber was about  $10^{-7}$  Pa and the sample was irradiated by an X-ray source (AlK $\alpha$  radiation at 1486.6 eV). The size of the X-ray probe was set to about 650  $\mu\text{m}$  which enabled a precise location of the beam inside the scar, at the centre or at the borders. Other samples were also analysed as references: unworn Ti17 punch, pure TiN coupon obtained by powder compaction [25]. For each area, a survey scan was recorded as well as several binding energy windows dedicated on the main chemical elements present in our system (Ti2p, O1s, N1s, C1s, Cu2p, Ni2p, In4d). The same type of analysis was conducted before and after argon etching steps (Ar<sup>+</sup>, 1  $\mu\text{A}$ , 2 keV) on a 3 mm<sup>2</sup> area. After etching, the interpretation of XPS spectra was conducted with special care, considering the fact that chemical species may have been reduced by the ion bombardment. The software used was “Aantage” from Thermo Fisher<sup>®</sup> and each spectrum was fit with Gaussian/Lorentzian peaks using a least-squares curve-fitting algorithm after subtracting Shirley background. Binding energies have been referenced to the C1s binding energy from carbon contamination (284.8 eV) to account for specimen charging. The Wagner sensitivity factors were used for quantitative analyses.

After surface analyses, specimens were cross-sectioned longitudinally using a SiC saw, mounted in epoxy, ground and polished using standard metallographic preparation techniques. Two-minutes Keller reagent etching (0.5 mL Hydrofluoric acid, 0.5 mL Nitric acid and 1.5 mL Hydrochloric acid in 97.5 mL of water) was used to reveal the Ti alloys microstructure. SEM observations and X-Ray Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) analyses of cross sections enabled the observation of adhered material and transformed structure.

In order to deepen the study, Focused Ion Beam (FIB) technique was used for the extraction of a TEM foil from the Ti-based transformed structure. The obtained grid was observed with a JEOL 2010 FEG (HRTEM, High Resolution Transmission Electronic Microscope) operating at 200 kV coupled with X-ray Energy Dispersive Spectroscopy (EDS), and a LEO 912AB (EFTEM, Energy Filtered Transmission Electronic Microscope) operating at 120 kV.

Wear particles collected during tests were also observed in analytical TEM. For the TEM preparation, debris were dispersed in ethanol and dropped on a copper grid covered by a lacey carbon film. The EELS analyses obtained on

TEM samples were achieved on a single particle with an electron beam diameter close to 2 nm.

### 3 Fretting Results

Several tests were conducted in the given range of conditions for the coated and uncoated contacts. The global fretting behaviour of the CuNiIn-coated contact at high temperatures has previously been reported [21]. It had been observed that, after a short transient stage (less than 5,000 cycles), all the samples exhibited a similar tendency for large unilateral transfer from the Ti punch to the CuNiIn-coated plane. SEM observations of cross sections revealed the presence of a thick transformed structure on the Ti part. Figure 2 illustrates the worn morphology of the Ti17 punch. EDS analyses demonstrated a clear distinction between the scar centre and borders: at the centre, where the thick transformed layer was observed, nearly no oxygen or copper could be detected; whereas on the borders, the surface appeared strongly oxidized and exhibited a strong adhesion with the CuNiIn coating [21].

One of the main conclusions of this study was the fact that whatever the temperature tested, the wear mechanisms that governed the surfaces appeared similar and consisted in a subsurface transformation of the uncoated Ti punch at the centre. At the contact borders, no transfer was observed and the surface was deeply worn and highly oxidized. Figure 3 illustrates the damage mechanism proposed for this Ti17/CuNiIn contact under gross slip fretting in the given range of conditions [21].

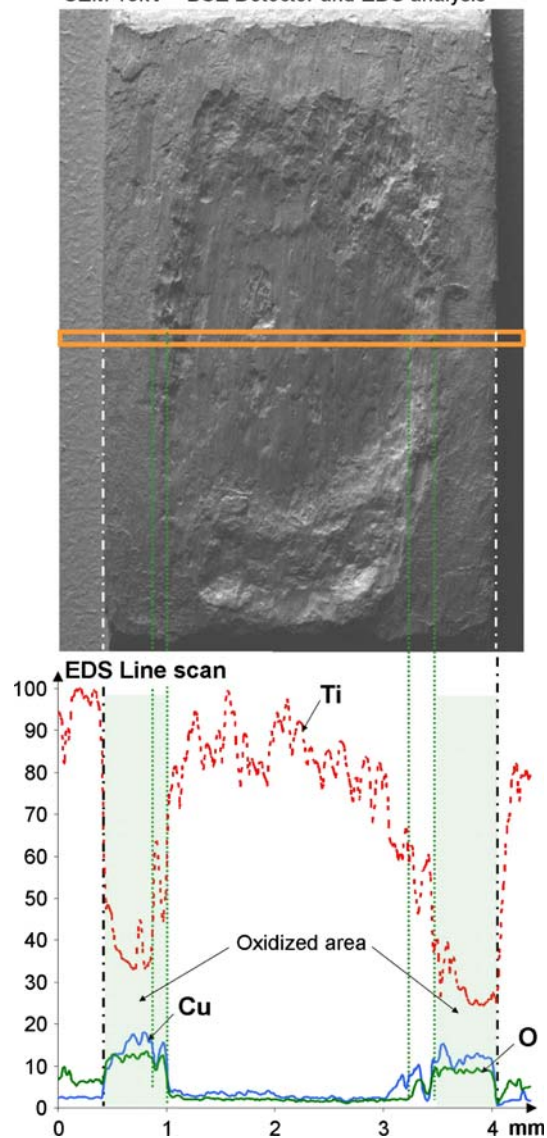
To complete the study and understand the damage mechanism of the Ti part, same tests were conducted at ambient and high temperatures for the uncoated system. The objective was to check whether the degradation of the Ti17 was similar whatever be the counterpart material. Observations performed were consistent with what had been reported for the coated system and the following investigation focuses on the physical and chemical characterization of the transformed layer formed under fretting on Ti17 alloy, for both contacts.

### 4 Study of the Tribologically Transformed Layer

#### 4.1 X-ray Diffraction (XRD)

Grazing Incidence X-Ray Diffraction (GIXRD) was performed, before and after fretting tests at 250 °C, on the punch surface for the coated and uncoated couples. Figure 4a and b illustrated the diffraction spectra recorded for the two couples. Wear debris spectra obtained with symmetrical configuration were also added for comparison.

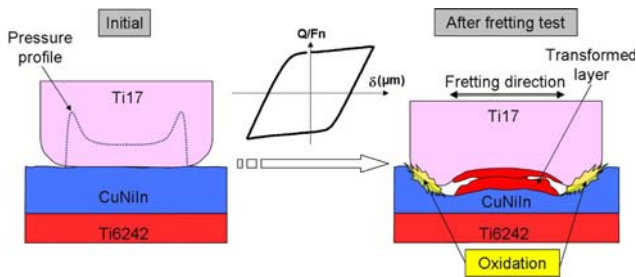
N=50 000 cycles – T=350°C – Punch  
SEM 15kV – BSE Detector and EDS analysis



**Fig. 2** SEM analysis of the punch scar (BSE image + EDS analysis). EDS line scan clearly shows the difference between the two zones of the scar: a Ti-based transformed structure at the centre and an oxidized region on the borders. (Conditions of test: Coated contact (Ti17/Ti6242 + CuNiIn),  $T = 350$  °C,  $N = 50,000$  cycles,  $F_n = 3,000$  N,  $\delta^* = \pm 162.5$   $\mu\text{m}$ )

For both couples, analyses of samples before tests were conducted in order to get reference structure peaks. Diffraction patterns obtained on the Ti parts were attributed, respectively, to the Ti- $\alpha$  phase (JCPDS 044-1294) for Ti6424 and a combination of  $\alpha$  and  $\beta$  phases (JCPDS 044-1294 and JCPDS 044-1288) for Ti17, which is in agreement with the alloys' metallurgy. For the CuNiIn coating before test, obtained pattern is very close to what is classically reported for pure Cu (JCPDS 04-0836), pure Ni (JCPDS 04-0850) or Cu–Ni alloys (JCPDS 47-1406).





**Fig. 3** Schematic representation of a damage mechanism for the Ti17/CuNiIn fretting contact in air at ambient and high temperatures (up to 450 °C). Based on previous observations [21]

Diffraction angles were noted and kept as reference for the rest of the interpretation.

After fretting test, for the uncoated couple (Fig. 4a), the punch-worn surface exhibited peaks attributed mainly to two different species: Ti- $\alpha$  phase and a new phase, diffracting for 37.0°, 43.5°, 63.9°, 76.2° and 78.6° (in  $2\theta$ ). First of all, it should be noted that according to the grazing angle chosen (3°), the thickness of Ti analysed was estimated around 1.2  $\mu\text{m}$ . However, nearly no Ti- $\beta$  phase peaks could be discerned on the punch surface after test. This observation is consistent with data previously reported by Sauger and Blanchard on TTS formation [3, 5]. Indeed, on their comparative study on the tribologically induced transformation of TA6V and TV15CA( $\beta$ ), those authors have pointed out evidences of Ti texturing under fretting and occurrences of phase transformation from  $\beta$  to  $\alpha$ . Secondly, the appearance of a new structure is of great interest. The indexed pattern can be attributed to TiO or TiN compounds (respectively, JCPDS 01-077-2170 and JCPDS 01-087-0632), which exhibit similar crystal structure (Fm-3m space group) and very close interplanar distance. Owing to the similarity between electronic environment of oxygen and nitrogen atoms, it is not easy to differentiate these two structures and a more generic formulation will be preferred:  $\text{TiO}_x\text{N}_y$ . At this time, no assumption can be made on the respective values of  $x$  and  $y$  since the state of residual strains is unknown. In the future, a strain analysis should be performed to further describe the structure.

In the case of the CuNiIn-coated couple, the obtained diffraction pattern is quite complex and can be interpreted as a superimposition between the Ti17 pattern coming from the bulk, the CuNiIn pattern coming from the coating (adhering on the punch) and the same pattern that the one observed for the uncoated system:  $\text{TiO}_x\text{N}_y$ . Diffraction peaks were found at the exact same location, which asserts the model of a transformation of the Ti17 under fretting independently of the counterpart material (in this case, coated or uncoated plane). Difference between the two tribosystems seems to be the only mechanism of adhesion

of the Ti transferred material on the CuNiIn, which enhance Ti/Ti contacts and generate more degradation.

The analysis of wear debris, for both couples, confirms the presence of this new structure,  $\text{TiO}_x\text{N}_y$ . The breadth of the peaks tends to indicate the presence of a nanostructure. Indeed, applying the Scherrer equation [26], the size of the crystallites within the debris was estimated to be approximately 10 nm. A small and very diffuse peak can also be discerned at  $2\theta = 55^\circ$  and may be attributed to  $\text{TiO}_2$  rutile, which is classically found in fretting [10].

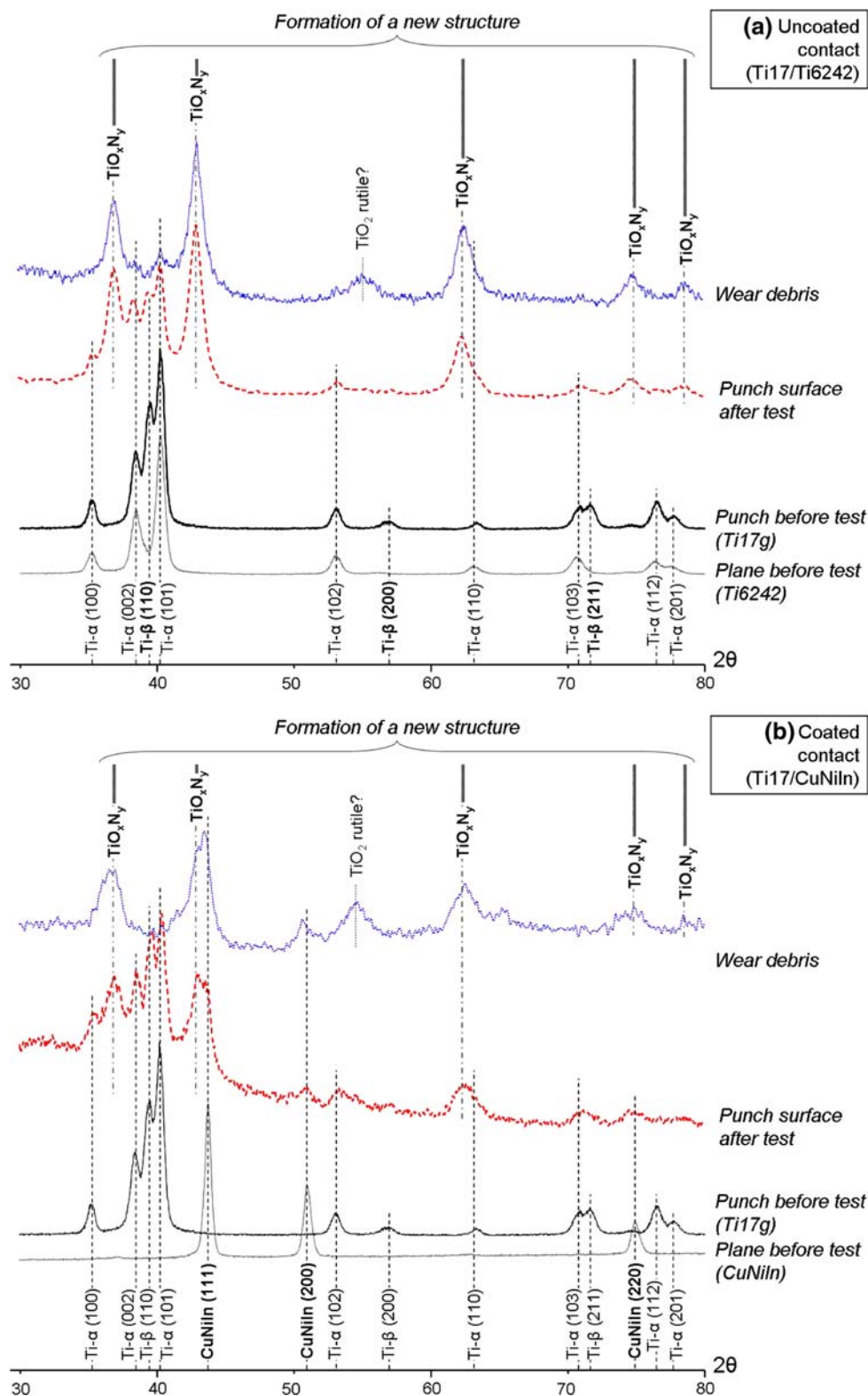
#### 4.2 X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS)

To deepen our investigation on the identification of the Tribologically Transformed Structure (particularly for light elements such as oxygen and nitrogen), XPS measurements were performed on several samples tested at 20 °C and 450 °C. Results presented in this article are issued from the analysis of a coated couple tested at 450 °C under the following conditions:  $f = 5$  Hz,  $N = 50,000$  cycles,  $F_n = 3,000$  N,  $\delta^* = \pm 162.5$   $\mu\text{m}$ . However, it is noteworthy that the same results were found for the uncoated system and for samples worn at 20 °C (it had been shown previously that the temperature does not play a leading part in the transformation, for the range studied [20 °C, 450 °C] [21]).

Figure 5 presents a comparison between XPS survey scans recorded on the surface of the samples before fretting (plane and punch), and on the worn punch surface after test (inside the scar on the TTS and at the scar borders). A 1,000 s argon-etching step was conducted on all the samples in order to ensure a complete removal of surface contamination. It can be checked that, before test, the CuNiIn-coated plane exhibits mostly peaks attributed to Cu, Ni and In; and that all alloying elements of Ti17 can be retrieved in the punch spectrum. Both samples displayed small O peaks due to native oxidation. Inside the scar, at the centre, the XPS spectrum is close to that of the unworn punch (intense Ti peaks, presence of Ti17 alloying elements) with nearly no traces of Cu, Ni or In. The high N1s photopeak suggests a strong nitridation of the TTS. This observation is consistent with previous XRD results that indicated the presence of a titanium oxo-nitride compound. On the other hand, a clear distinction can be made with the spectrum recorded at the scar borders. The latter exhibits a strong oxidation and mainly the presence of elements coming from the coating. This result confirms SEM-EDX conclusions on the occurrence of CuNiIn transfer on the borders of the sample coupled with an intense oxidation that did not reach the centre of the scar. Table 2 shows Wagner semi-quantitative XPS data obtained inside the scar, on the TTS and on the borders, and compared with several references samples. Results are indicated before and after 1,000 s argon etching.



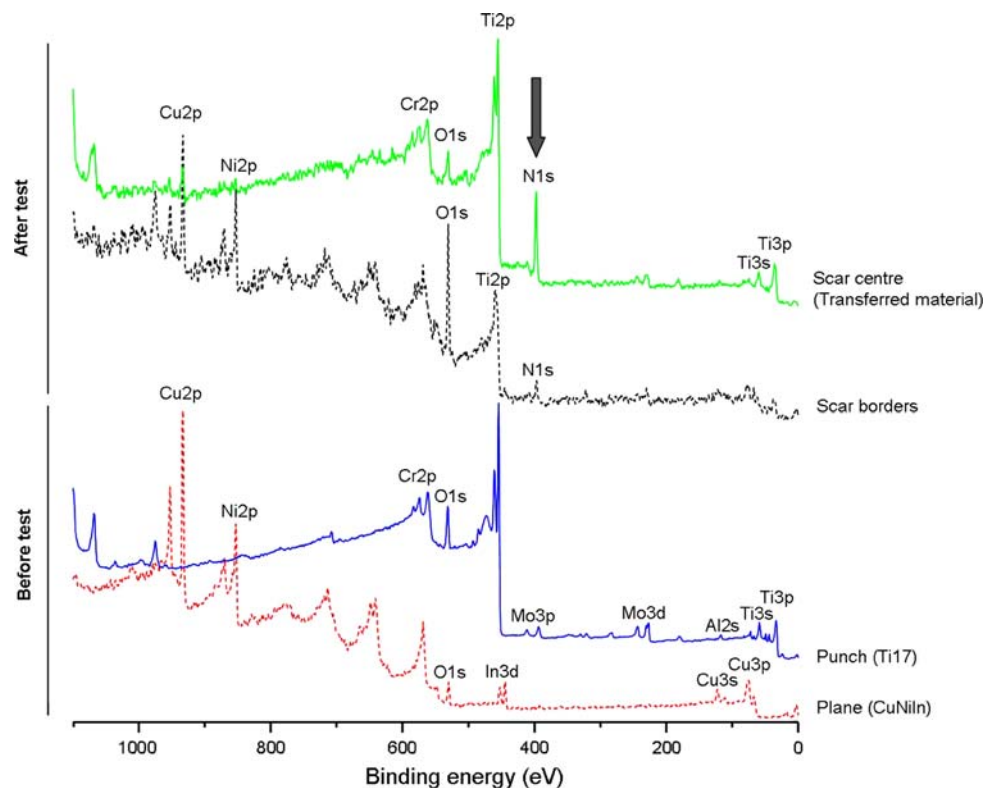
**Fig. 4** XRD analyses of the uncoated (a) and coated (b) tribosystems. (Conditions of test:  $T = 250\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $N = 50,000$  cycles,  $F_n = 3,000\text{ N}$ ,  $\delta^* = \pm 150\text{ }\mu\text{m}$ )



Comparing the variation of elemental composition between outside and inside the scar, at the centre, it clearly appears that the presence of nitrogen is induced by the friction (tribochemical process). It is also noteworthy that

the oxygen level is low in the TTS. This point had already been asserted by Sauger in 2000 [5] who focused on the part played by oxygen in the TTS. Through TEM-analysis of Ti6Al4V-TTS thin foils by EELS, he revealed that only

**Fig. 5** Comparison of XPS survey scans outside and inside the scar after 1,000 s etching



**Table 2** Elemental composition (at.%) inside the scar (centre and borders) before and after 1000 s etching compared with the reference samples

Sample	Etching (s)	Ti2p (%)	O1s (%)	N1s (%)	Cu2p3 (%)	Ni2p3 (%)	In3d5 (%)
<b>References</b>							
Ti17 punch <sup>a</sup> (outside the scar)	0	16	83	0	0	1	0
	1000	<b>64</b>	<b>36</b>	<b>0</b>	0	0	0
CuNiIn plane <sup>a</sup> (outside the scar)	0	1	64	0	23	9	4
	700	1	25	0	38	31	4
TiN reference <sup>a</sup>	0	23	51	25	0	0	0
	1000	41	20	39	0	0	0
<b>Inside scar</b>							
Scar centre <sup>a</sup> (transferred material)	0	24	61	12	3	1	0
	1000	<b>36</b>	<b>21</b>	<b>42</b>	1	0	0
Scar borders <sup>b</sup>	0	8	63	9	16	3	1
	1000	<b>21</b>	<b>48</b>	<b>10</b>	9	12	1

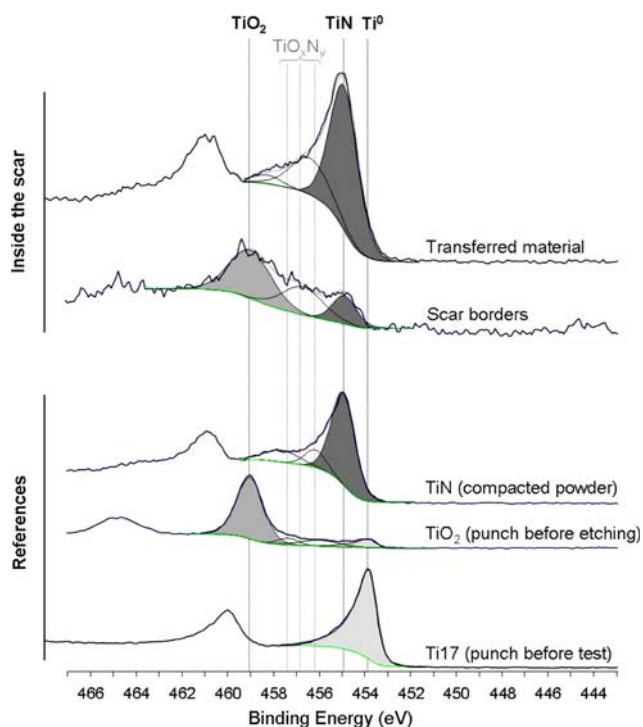
*Remark:* Size of the X-ray analytical area: <sup>a</sup>  $r = 650 \mu\text{m}$ , <sup>b</sup>  $r = 320 \mu\text{m}$

Bold characters are used to outline the main results

a small quantity of oxygen was present in the structure. Regrettably, Sauger did not look at the influence of other environmental elements, such as nitrogen.

In order to deepen this observation and to confirm that the nitrogen is indeed linked with titanium, it is particularly interesting to focus on Ti2p photopeak since it contains information on the chemical environment of titanium in the structure. Typical Ti2p spectra with their decompositions are displayed in Fig. 6.

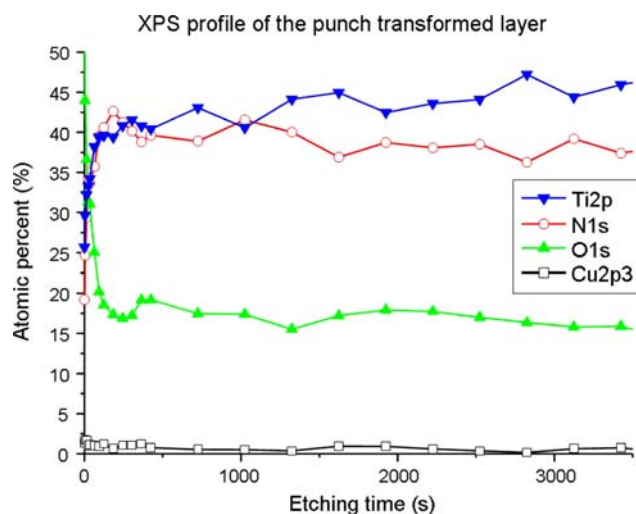
Several references were plotted on the same figure in order to locate precisely the position of the Ti2p photopeak in various chemical environments. It then appears very clearly that the Tribologically Transformed Structure exhibits a structure very close to that of pure TiN. The comparison of N1s, O1s and C1s photopeaks plotted for the transferred material and the TiN reference sample confirmed these results. In both cases, an intense N1s peak located at 397.3 eV was noticed. Moreover, the presence of



**Fig. 6** Comparison of Ti2p-deconvoluted spectra recorded after 1,000 s etching on the tested plane and on references samples

C1s peak was checked in order to evaluate the possibility of TiC component (which reference position is very close to TiN) and no evidence of carbides was found. The decomposition also show peaks attributed to several grades of Ti oxo-nitrides, but in a smaller quantity. At this stage of the study, it is not possible to identify precisely these structures and the formula  $\text{TiO}_x\text{N}_y$  should be preferred. On the top of that, it should be noted that no  $\text{TiO}_2$  peak can be discerned, which confirms previous observations. By contrast, on the scar borders, the structure appears complex with a mixture between  $\text{TiO}_2$ , TiN and various Ti oxo-nitrides.

In order to evaluate the occurrence of this structure in depth under the surface, an XPS profile was performed with successive steps of analysis and etching, up to a total duration of 3600 s. Without any data on the transformed structure abrasion kinetics, it is hard to associate the etching time and the depth of analysis. However, on AISI 52100 steel, for the same parameters, the etching rate was evaluated to be  $1 \text{ \AA/s}$ . In our case, it can be assumed that roughly, after 3600 s, the order of magnitude of the depth analysed is about  $0.4 \text{ }\mu\text{m}$ . For each step, semi-quantitative analysis is performed and reported as a function of the etching time (Fig. 7). The obtained percentages give a Ti/N ratio close to 1:1 for the first 500 s etching and possibly slightly increasing afterwards. This result confirms the high proportion of nitrogen in the transformed layer and its presence in the first 500 nm under the surface. However,



**Fig. 7** XPS depth profile in the centre of the scar

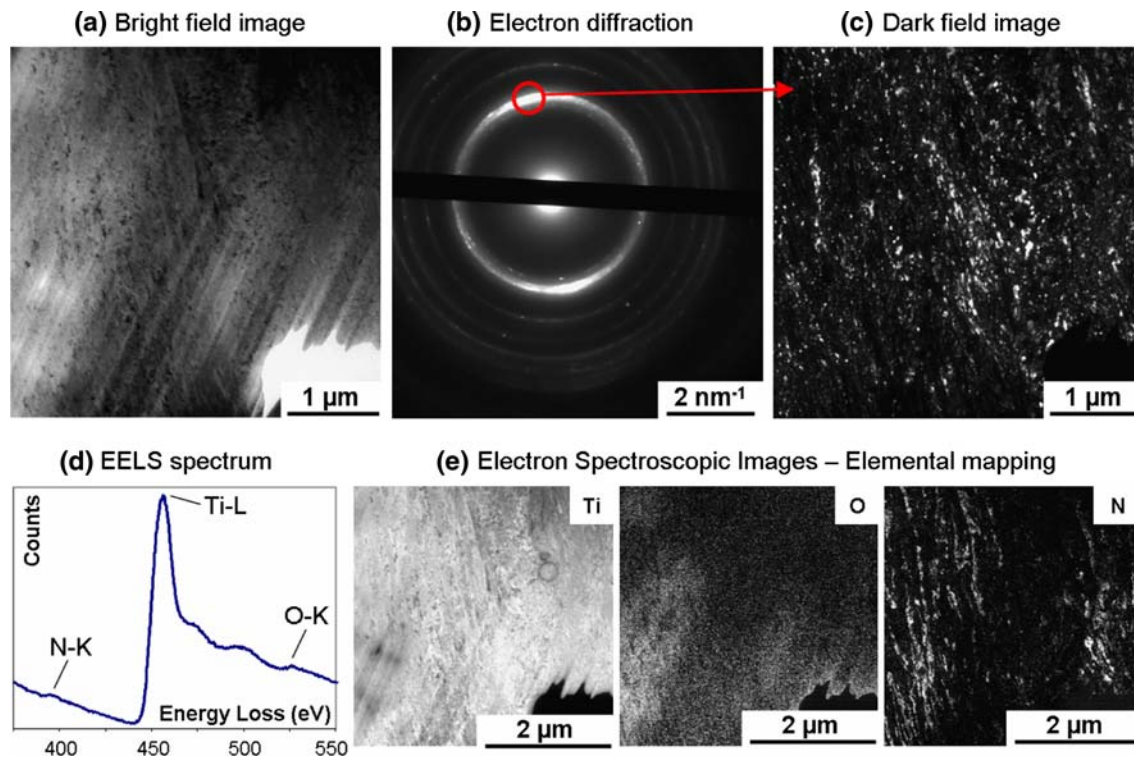
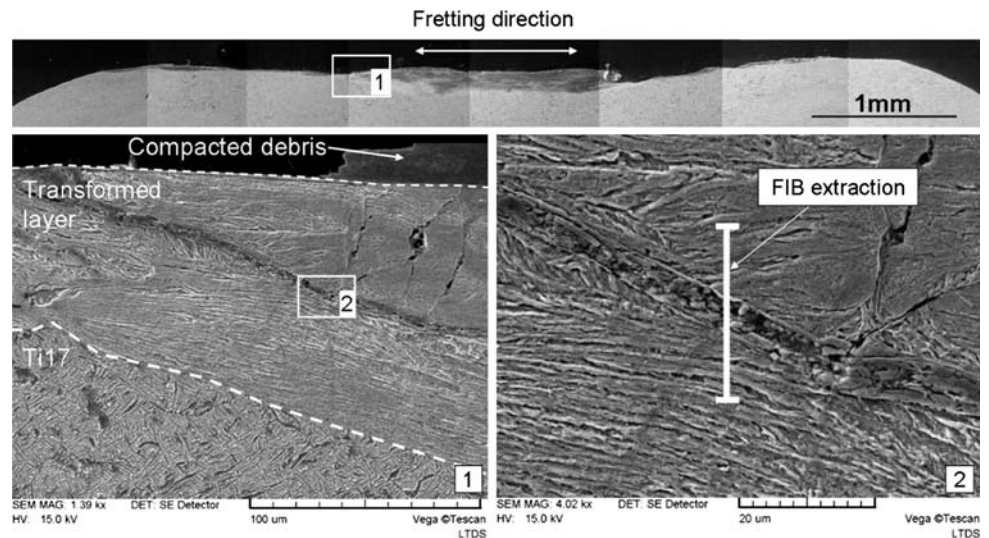
quantitative analyses based on XPS spectra are not precise enough to assess the existence of a gradient in the nitrogen concentration.

#### 4.3 Transmission Electron Microscopy (TEM) Study

XPS gives only data on the samples extreme surface (less than  $1 \text{ }\mu\text{m}$ ). To evaluate the presence of Ti nitride in the depth of the transformed structure, a TEM cross-section was nano-machined with FIB technology approximately  $50 \text{ }\mu\text{m}$  below the surface of the punch (Conditions of fretting test: Coated couple: Ti17/CuNiIn,  $T = 250 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $f = 5 \text{ Hz}$ ,  $N = 25,000$  cycles,  $F_n = 4,000 \text{ N}$ ,  $\delta^* = \pm 150 \text{ }\mu\text{m}$ ). Figure 8 illustrates the location chosen for FIB extraction.

The TEM foil obtained was observed at low magnification. The sample revealed to be quite homogeneous and mostly crystalline. The EELS was used to identify and locate elements, particularly light ones such as oxygen and nitrogen. Figure 9 presents an analysis conducted on a central area of the FIB–TEM grid. The bright field image displays the structure of the transformed layer. The hole visible in the right-hand corner is due to the ionic thinning. Diffraction pattern reveals a nanocrystalline structure with a preferred orientation. Dark field image performed from the more intense point of the diffraction pattern indicates the main orientation of the structure and the size of the nanocrystals. The EELS spectra recorded in the range  $[375\text{--}550 \text{ eV}]$  assert the presence of Ti, O and N. The energy filter of the EFTEM enables elemental mapping by using a three-image method: two images were recorded before the peak (for background computation using the Egerton method) and one at the specific energy threshold. The obtained Electron Spectroscopic Images (ESI) are very efficient tools to map the relative presence of elements (white indicates that the element is present). Elemental

**Fig. 8** SEM observation of a cross-section at the centre of the punch illustrating the TTS and the location chosen for the FIB–TEM foil preparation



**Fig. 9** TEM observation of the foil extracted from the TTS with FIB technology. **a** Bright field, **b** and **c** Electron diffraction and corresponding dark field image of the same area, **d** EELS spectrum of the area and **e** ESI elemental mapping, obtained with EFTEM

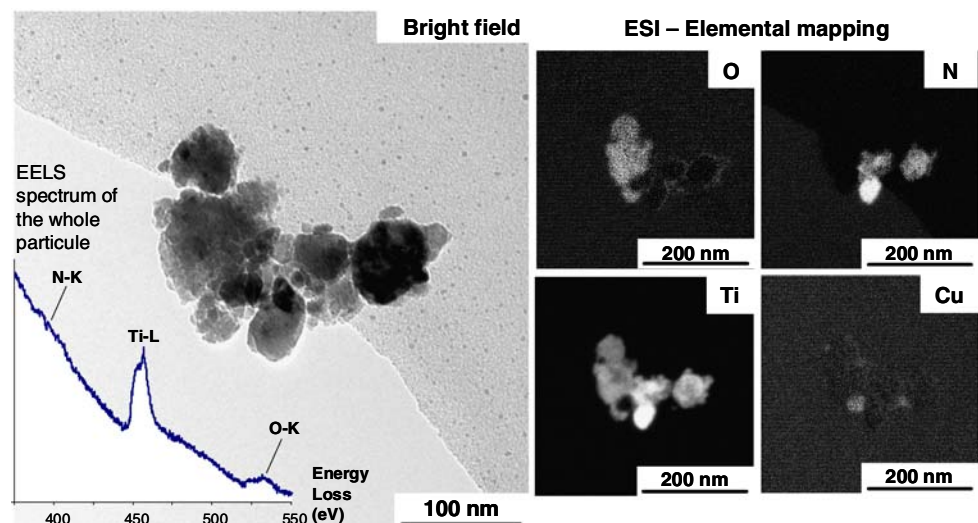
maps are presented in Fig. 9e, which clearly demonstrate that nitrogen is still highly present at 50  $\mu\text{m}$  under the surface. Several areas of the FIB–TEM foil had been studied with the same approach and the results were always similar: presence of nanocrystals with preferred orientation, evidence of nitrogen arranged as lamellae, no visible concentration of oxygen and homogeneous repartition of titanium. In all the cases, the orientation of nitrogen lamellae was always the same, i.e. parallel to the main

orientation of the base structure. Unfortunately, due to the location of the FIB–TEM, it is not possible to correlate the orientation of the structure with the direction of fretting.

Wear debris collected during fretting tests were also observed in analytical TEM. The observation revealed the presence of very fine debris generally agglomerating in aggregates size of few nanometers. The EELS analysis indicated two main types of debris: O-rich and N-rich. Figure 10 illustrates specific agglomerate on which both



**Fig. 10** TEM observation of wear debris. Elemental mapping with EFTEM enables the distinction between N-rich and O-rich areas in the agglomerates



types are stuck together. The EELS spectrum showed the presence of both N and O and ESI maps displayed their repartition, with a right side rich in nitrogen whereas the left side is clearly oxidized. Copper, coming from the CuNiIn coating, only appears in a small part at the centre of the agglomerate. This may represent a third type of debris.

## 5 Discussion

The numerous observations and analyses (SEM, EDX, XRD, XPS, TEM, EELS...) conducted on Ti17-worn samples under fretting in two configurations (against uncoated Ti6242 or against CuNiIn plasma-sprayed coating), clearly pointed out the part played by environmental gas, and particularly nitrogen, in the tribologically transformed structure. According to all the results gathered, it can be concluded that, under fretting, the centre of the Ti17 part is nitrided and, to a less extent, oxidized. The structure appears nanocrystalline and oriented; its composition is not homogeneous in the material but organized as N-rich lamellae in a matrix that should be  $\alpha$ -phase Ti, according to XRD spectra and diffraction patterns. Previous micro-hardness measurements [21] indicated an increased hardness ( $600 \pm 50\text{HV}_{0.1}$ ) compared to the bulk Ti17 ( $320 \pm 10\text{HV}_{0.1}$ ). Analyses conducted on samples tested at 20 °C and at 450 °C, for same test parameters, gave similar results and a ratio Ti/N around 1:1 in the scar central region.

Nitrogen, although not considered as chemically active, is the major component of air. However, the possibility of reaction with nitrogen under fretting has hardly been investigated. In 1972, Waterhouse referenced several studies where the role of nitrogen had been pointed out in fretting [27]. He reported, in the case of mild steel fretting, that local plastic deformations promote nitrogen penetration and diffusion into the surface. To our knowledge, no

clear evidence of reaction with nitrogen under fretting has been presented in the case of Ti alloys.

Nevertheless, it is well known that nitrogen has a tendency to react with titanium. Its high solubility in  $\alpha$ -Ti is often used to strengthen the surface of Ti parts. Indeed, this common process, called nitriding, is a very efficient protection against wear. However, nitriding is generally performed in an oxygen-free environment (such as vacuum, salt bath, ammonia...) to prevent the rapid formation of TiO<sub>2</sub> at the surface of the sample and with high energy provided (plasma, laser, high temperature up to 1,000 °C...) in order to overcome the low enthalpy of formation of titanium nitride.

In the case of our investigation, the reaction of titanium with nitrogen, coming from ambient air, has been observed in the tribologically transformed structure ranging from 20 °C to 450 °C. According to the observations made, two main non-exclusive mechanisms may be proposed to explain the penetration of nitrogen into the contact:

1. “*Oxygen depletion of air*”: Fretting is a very particular phenomenon characterized by the fact that the centre of the contact is never directly exposed to the environment. Under fretting, the contact is considered as “isolated” and it can be reasonably supposed that the penetration of air inside the contact is difficult and limited. Therefore, titanium being very reactive with oxygen, a lateral highly oxidized rim first forms all around the scar borders. Then, the small quantity of air further entering the contact should contain less and less oxygen as it penetrates towards the centre. In the end, the gas reaching the centre would be oxygen-depleted and nascent Ti would be able to react with nitrogen.
2. “*Mechanically favoured diffusion*”: as reported by Waterhouse [27], the high plastic deformations imposed at the interface, and which are known to

favour the formation of tribologically transformed structure, may increase the solubility of nitrogen in  $\alpha$ -Ti. It may then be supposed that the diffusion of nitrogen in the TTS would be higher than that of oxygen. In this scenario, the penetration of nitrogen would be driven by diffusion and a gradient of nitrogen concentration will reside in the tribologically transformed layer.

These two mechanisms give elements to understand the preferred penetration of nitrogen (compared to oxygen) inside the contact in fretting. The non-influence of the fretting test temperature on the formation of the nitrogen-rich TTS may be an argument for the first scenario, since diffusion is a thermally activated process; and the sharpness of the boundary between TTS and bulk Ti17 tends to indicate a flow process more than a diffusion process [12].

In any case, the most important conclusion lies in the fact that titanium nitride is observed only in the contact and that its formation seems to be activated by friction. At this point, the driving forces and mechanisms of this tribochemical processes are still unknown and more analyses need to be done to investigate the phenomenon. For instance, the reactivity of fresh titanium should be examined in a nitrogen-rich environment at several temperatures and for various conditions of normal and shear loads.

Apart from the singularity of this tribochemical phenomenon, it is interesting to evaluate its impact on the fretting wear behaviour of the system. Is the formation of this nitrated layer conducive to the material? Actually, even if TiN is known to be a very efficient wear-resistant coating, the formation of the tribologically transformed structure could be detrimental since it transforms the material in depth and turns it into a hard and brittle structure, prone to cracking and fragmentation. Indeed, in the case of the coated contact (Ti17/CuNiIn), the Ti part is damaged more than the coated part and the CuNiIn does not fulfil its sacrificial role. In the industrial contact, this behaviour is undesirable since the bare Ti part is usually a rotating component like a compressor disk, on which such defects cannot be accepted. In this study, test conditions were chosen in such a way as to reach extremely severe conditions that are not commonly encountered in the real engine. However, it seems essential to fully understand the mechanisms of Ti alloys tribological transformations under fretting and to check its conditions of formation.

## 6 Conclusion

In this study, a Ti17 punch was tested under fretting wear in air at various temperatures. According to the observations made, the following conclusions have been drawn:

- For both planes tested, uncoated Ti6242 alloy and CuNiIn plasma coating, the Ti17 punch damaged the same way and formed a Tribologically Transformed Structure (TTS) at its centre (whatever be the test temperature).
- This transformed layer observed at the centre exhibited characteristics close to what had been reported previously in the literature (TTS, MML...): high hardness, very fine grains (tens of nm)...
- The role of environmental elements, such as oxygen or nitrogen, had been investigated and it had been demonstrated that the phase formed is a  $\text{TiO}_x\text{N}_y$ , with a very high content of nitrogen.
- The reaction with nitrogen is tribologically induced during fretting and N-rich lamellae were found up to 50  $\mu\text{m}$  under the interface, in the mechanically mixed layer.
- Wear debris formed during fretting also contained high content of nitrogen.
- Two non-exclusive mechanisms had been proposed to explain such tribochemical reaction: “oxygen depletion of air” and “mechanically favoured diffusion”.

More experiments will be performed to explore the conditions of formation of this structure, especially regarding the aero-engine range of solicitations.

**Acknowledgements** The authors would like to thank, Snecma, SAFRAN Group, for financial support and especially Bénédicte BONNET and Nathalie SERRES, for providing with samples and fruitful discussions. Thanks are also due to Julien FONTAINE (LTDS, Ecole Centrale de Lyon) for providing the TiN reference samples, and to Stéphane VALETTE (LTDS, Ecole Centrale de Lyon) for precious help on the XRD data. The high quality FIB–TEM sample preparation performed by SERMA Technology, is gratefully acknowledged.

## References

1. Fouvry, S., Kapsa, P., Vincent, L.: Quantification of fretting damage. *Wear* **200**, 186–205 (1996). doi:[10.1016/S0043-1648\(96\)07306-1](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(96)07306-1)
2. Hamdy, M.M., Waterhouse, R.B.: The fretting wear of Ti-6Al-4V and aged inconel 718 at elevated temperatures. *Wear* **71**, 237–248 (1981). doi:[10.1016/0043-1648\(81\)90342-2](https://doi.org/10.1016/0043-1648(81)90342-2)
3. Blanchard, P., Colombié, C., Pellerin, V., Fayeulle, S., Vincent, L.: Materials effects in fretting wear: application to iron, titanium, and aluminum alloys. *Metall. Trans. A* **22A**, 1535–1544 (1991). doi:[10.1007/BF02667367](https://doi.org/10.1007/BF02667367)
4. Fayeulle, S., Blanchard, P., Vincent, L.: Fretting behaviour of Titanium alloys. *Tribol. Trans.* **36**, 267–275 (1993). doi:[10.1080/10402009308983158](https://doi.org/10.1080/10402009308983158)
5. Sauger, E., Ponsonnet, L., Martin, J.-M., Vincent, L.: Study of the tribologically transformed structure created during fretting tests. *Tribol. Int.* **33**, 743–750 (2000). doi:[10.1016/S0301-679X\(00\)00088-8](https://doi.org/10.1016/S0301-679X(00)00088-8)
6. Sauger, E., Fouvry, S., Ponsonnet, L., Kapsa, P., Martin, J.-M., Vincent, L.: Tribologically transformed structure in fretting. *Wear* **245**, 39–52 (2000). doi:[10.1016/S0043-1648\(00\)00464-6](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(00)00464-6)



7. Mohrbacher, H., Blanpain, B., Celis, J.-P., Roos, J.R., Stals, L., Van Stappen, M.: Oxidational wear of TiN coatings on tool steel and nitrided tool steel in unlubricated fretting. *Wear* **188**, 130–137 (1995). doi:[10.1016/0043-1648\(95\)06637-3](https://doi.org/10.1016/0043-1648(95)06637-3)
8. Sekkal, A.C., Langlade, C., Vannes, A.B.: Tribologically transformed structure of titanium alloy (TiAl6V4) in surface fatigue induced by repeated impacts. *Mater. Sci. Eng.* **393**, 140–146 (2005). doi:[10.1016/j.msea.2004.10.008](https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.10.008)
9. Zhou, Z.R., Sauger, E., Liu, J.J., Vincent, L.: Nucleation and early growth of tribologically transformed structure (TTS) induced by fretting. *Wear* **212**, 50–58 (1997). doi:[10.1016/S0043-1648\(97\)00141-5](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(97)00141-5)
10. Hager Jr., C.H., Sanders, J., Sharma, S.: Characterization of mixed and gross slip fretting wear regimes in Ti6Al4V interfaces at room temperature. *Wear* **257**, 167–180 (2004). doi:[10.1016/j.wear.2003.10.023](https://doi.org/10.1016/j.wear.2003.10.023)
11. Hager Jr, C.H., Sanders, J., Sharma, S., Voevodin, A.: Gross slip fretting wear of CrCN, TiAlN, Ni and CuNiIn coatings on Ti6Al4V interfaces. *Wear* **263**, 430–443 (2006). doi:[10.1016/j.wear.2006.12.085](https://doi.org/10.1016/j.wear.2006.12.085)
12. Rigney, D.A.: Transfer, mixing and associated chemical and mechanical processes during the sliding of ductile materials. *Wear* **245**, 1–9 (2000). doi:[10.1016/S0043-1648\(00\)00460-9](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(00)00460-9)
13. Hu, Q., McColl, I.R., Harris, S.J., Waterhouse, R.B.: The role of debris in the fretting wear of a SiC reinforced aluminium alloy matrix composite. *Wear* **245**, 10–21 (2000). doi:[10.1016/S0043-1648\(00\)00461-0](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(00)00461-0)
14. Li, X.Y., Tandon, K.N.: Microstructural characterization of mechanically mixed layer and wear debris in sliding wear of an Al alloy and an Al based composite. *Wear* **245**, 148–161 (2000). doi:[10.1016/S0043-1648\(00\)00475-0](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(00)00475-0)
15. Freimanis, A., Segall, A., Conway Jr., J., Whitney, E.: Elevated temperature evaluation of fretting and metal transfer between coated titanium components. *Tribol. Trans.* **43**, 653–658 (2000). doi:[10.1080/10402000008982391](https://doi.org/10.1080/10402000008982391)
16. Freimanis, A., Segall, A., Conway Jr., J., Whitney, E.: The influence of temperature on the wear mode and deterioration of coatings used for titanium aircraft engine components. *Tribol. Trans.* **45**, 193–198 (2002). doi:[10.1080/10402000208982539](https://doi.org/10.1080/10402000208982539)
17. Fridrici, V., Fouvry, S., Kapsa, P.: Fretting wear behaviour of a Cu-Ni-In plasma. *Surf. Coat. Tech.* **163–164**, 429–434 (2003). doi:[10.1016/S0257-8972\(02\)00639-4](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(02)00639-4)
18. Dick, T., Paulin, C., Cailletaud, G., Fouvry, S.: Experimental and numerical analysis of local and global plastic behaviour in fretting wear. *Tribol. Int.* **39**, 1036–1044 (2006). doi:[10.1016/j.triboint.2006.02.023](https://doi.org/10.1016/j.triboint.2006.02.023)
19. Fouvry, S., Paulin, C., Deyber, S.: Impact of contact size and complex gross-partial slip conditions on Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V fretting wear. *Tribol. Int.* **42**, 461–474 (2009). doi:[10.1016/j.triboint.2008.08.005](https://doi.org/10.1016/j.triboint.2008.08.005)
20. Hager Jr., C.H., Sanders, J., Sharma, S.: Unlubricated gross slip fretting wear of metallic plasma-sprayed coatings for Ti6Al4V surfaces. *Wear* **265**, 439–451 (2008). doi:[10.1016/j.wear.2007.11.026](https://doi.org/10.1016/j.wear.2007.11.026)
21. Mary, C., Fouvry, S., Martin, J.-M., Bonnet, B.: High temperature fretting wear of a Ti alloy/CuNiIn contact. *Surf. Coat. Tech.* **203**, 691–698 (2008). doi:[10.1016/j.surfcoat.2008.08.043](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2008.08.043)
22. Fouvry, S., Liskiewicz, T., Kapsa, P., Hannel, S., Sauger, E.: An energy description of wear mechanisms and its applications to oscillating sliding contacts. *Wear* **255**, 287–298 (2003). doi:[10.1016/S0043-1648\(03\)00117-0](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(03)00117-0)
23. Fridrici, V., Fouvry, S., Kapsa, P., Perruchaud, P.: Impact of contact size and geometry on the life time of a solid lubricant. *Wear* **255**, 875–882 (2003). doi:[10.1016/S0043-1648\(03\)00157-1](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(03)00157-1)
24. Paulin, C., Fouvry, S., Deyber, S.: Wear kinetics of Ti-6Al-4V under constant and variable fretting sliding conditions. *Wear* **259**, 292–299 (2005). doi:[10.1016/j.wear.2005.01.034](https://doi.org/10.1016/j.wear.2005.01.034)
25. Russias, J., Cardinal, S., Fontaine, J., Fantozzi, G., Esnouf, C., Bienvenu, K.: Bulk titanium nitride material obtained from SHS starting powder: densification, mechanical characterization and tribological approach. *Int. J. Refractory Met. Hard Mater.* **23**, 344–349 (2005). doi:[10.1016/j.ijrmhm.2005.05.013](https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2005.05.013)
26. Patterson, A.L.: The Scherrer formula for x-ray particle size determination. *Phys. Rev.* **56**, 978 (1939). doi:[10.1103/PhysRev.56.978](https://doi.org/10.1103/PhysRev.56.978)
27. Waterhouse, R.B.: *Fretting Corrosion*. Pergamon, New-York (1972)

2009 STLE Annual Meeting & Exhibition  
May 17-21, 2009  
Disney's Coronado Springs Resort  
Orlando, Florida, USA

## EFFECT OF NORMAL FORCE ON FRETTING WEAR MECHANISMS OF A Ti/CuNiIn CONTACT: A TRIBOCHEMICAL APPROACH

TRACK OR CATEGORY: Wear

### AUTHORS AND INSTITUTIONS

C. Mary<sup>(a),(b)</sup>, T. Le Mogne<sup>(a)</sup>, J.M. Martin<sup>(a)\*</sup>, S. Fouvry<sup>(a)</sup>

<sup>(a)</sup> Ecole Centrale de Lyon (ECL), UMR 5513, 69130 Ecully, France

<sup>(b)</sup> SNECMA Moteurs, Site de Villaroche, Rond-Point René Ravaud, 77550 Moissy Cramayel, France

### INTRODUCTION

Fretting wear is a surface degradation process invariably observed when two contacting bodies are subjected to small-amplitude oscillatory movements. In the blade/disk contact of aero-engines especially, successions of startups, shutdowns and in-flight regime changes induce sliding of blades in their slots and lead to fretting damage such as wear. In order to limit friction and protect components, motorists usually use a thick and soft CuNiIn coating (150 $\mu$ m) on the contact surface of the blades. This system is subjected to varying contact pressure (from 0 to 600MPa) and high temperatures (from 20°C to 450°C).

In previous papers, authors have pointed out the non-influence of the test temperature in the range [20°C; 450°C] for high contact pressures (between 464MPa and 524MPa at lateral peaks) [1] and a description of the degradation mechanism under high loads was proposed [2]. However, these tests where a gross slip sliding is imposed under high and constant normal load are extremely severe and real engine solicitations consist more in a load increasing with sliding. Thereby, it seems really interesting to focus now on the fretting behavior under lower loads. The objective of the present study is then to identify the effect of normal force on the degradation mechanisms activated on a Ti/CuNiIn contact under gross slip fretting.

### 1. EXPERIMENTS

The specimen used in this study were two titanium alloys classically found in the compressor section of aero-engines, Ti6242 and Ti17 (respectively  $\alpha/\beta$  alloy and a near  $\beta$  alloy). The contact geometry chosen was a large scale punch (14mm<sup>2</sup> flat surface with radii at the edges) on plane in order to reproduce the blade/disk contact geometry. Punches and planes were machined respectively from Ti17 and Ti6242 disks and were shot-peened on the contact face. A 150 $\mu$ m thick CuNiIn plasma sprayed coating was realized on planes.

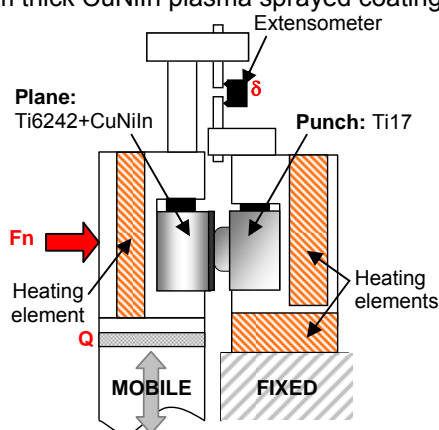


Figure 1 - Fretting wear tribometer. All tests presented here were done at ambient temperature but the heating elements can provide a temperature up to 450°C.

The high temperature fretting device developed at the "Ecole Centrale de Lyon - LTDS" (Figure 1) is composed of a mobile part (hydraulic actuator) sliding against a fixed part. Punch and plane are clamped respectively to

fixed and mobile parts and their relative displacement is recorded through an extensometer. During the test, the normal force  $F_n$  is kept constant while the tangential force  $Q$  and displacement  $\delta$  are recorded. Several heating elements placed around the samples enable testing up to 450°C but in the present paper, we will focus only on ambient temperature tests. More details about this equipment can be found in previous studies [3,1]. Parameters used were the following:  $F_n \in [300N; 4000N]$ ,  $f=5Hz$ ,  $T=20^\circ C$ , imposed displacement  $\delta^*=\pm 150\mu m$  (which mean real sliding displacement comprised between  $\pm 60\mu m$  and  $\pm 120\mu m$  depending on the normal force) and number of fretting cycles varying from 1,000 to 50,000 cycles.

A 2D finite elements model was built in order to estimate contact pressure distribution depending on the applied normal force. In the calculation, Ti parts were supposed elastic while CuNiIn coating elastic-plastic behavior was taken into account. Table 1 sum up the calculated values of central pressure, mean pressure and peak pressure.

Table 1 - Calculated contact pressure for several values of normal force.

Pressure (MPa)	Applied Normal force					
	300N	760N	1000N	1500N	3000N	4000N
$P_{x=0}$	15	39	51	77	153	204
$P_{mean}$	21	54	71	105	206	270
$P_{max}$	118	251	304	381	466	523

## 2. RESULTS AND DISCUSSION

Several tests were conducted in the given range of solicitations for the coated and uncoated contacts. Figure 2 presents CuNiIn-coated worn planes topography and optical observations for tests performed in the exact same conditions for increased values of normal force. It is noteworthy that for low loads, scar looked dark at center with yellowish lateral rim, whereas at higher loads a gold and shiny transfer appeared at center. Evidences of this large unilateral transfer from the titanium part to the coated plane had already been pointed out in previous articles [1,2] and careful analyses (EDX, XRD, XPS and TEM-EELS) had demonstrated that titanium was indeed reacting with nitrogen from air and that this transfer volume was mainly composed of a new hardened nanocrystalline structure, which composition was assumed to be  $TiO_xN_y$ .

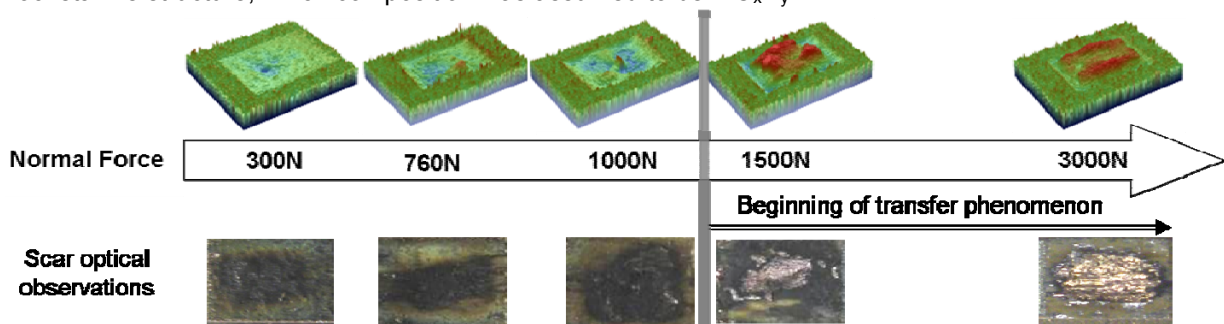


Figure 2 – Topography and optical observation of samples tested for increased normal force (Conditions: Coated contact Ti17/CuNiIn,  $T=20^\circ C$ ,  $N=50,000$  cycles,  $\delta^*=\pm 150\mu m$ ).

In order to evaluate the nature and composition of the scar, XPS measurements were performed on these samples. Figure 3a presents a comparison between XPS survey scans recorded at the center of the scars (on the punch side) after 1,000s argon-etching in order to ensure a complete removal of surface contamination. It can be seen that, for low normal loads the main peaks observed were attributed to Ti and O, whereas high load tested samples also exhibited strong N peaks. It should also be noted that all scans displayed Cu, Ni and In peaks, not visible here in the [0; 700eV] binding energy range but coming from a transfer from the coated plane.

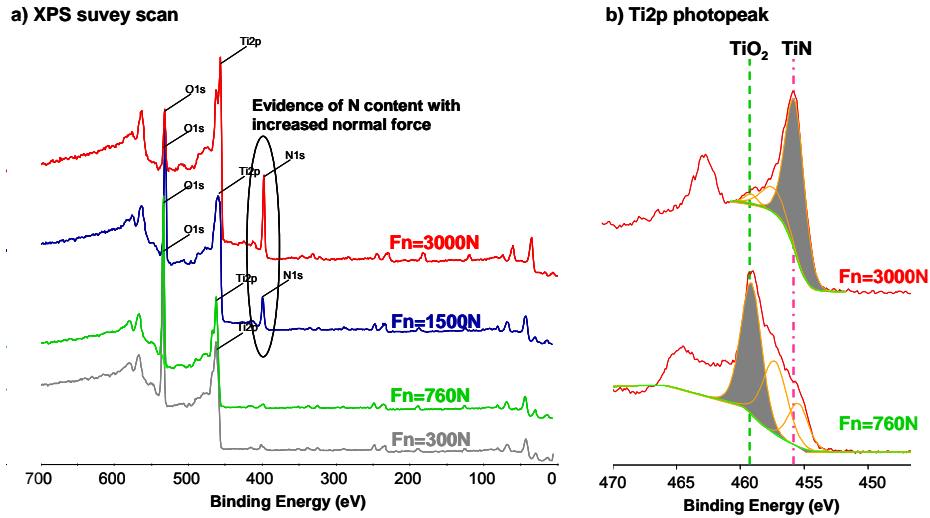


Figure 3 – XPS survey scans and Ti2p photopeak window of samples tested for increased normal force.

In order to deepen this observation, Ti2p photopeak windows were focused on (Figure 3b). It then appeared very clearly that the nitrated structure observed at high loads and described in previous work [2] wasn't forming at lower loads. Instead, low pressure scars exhibited an oxidized structure close to classical TiO<sub>2</sub>. In order to quantify this phenomenon, Wagner semi-quantitative analysis on Ti2p, O1s, N1s, C1s, Cu2p3 and Ni2p3 was performed on all samples survey scans after 1,000s argon-etching. It confirmed the existence of a load threshold beyond which transfer mechanisms and tribological transformation are activated. On Figure 4, it can be seen that this transition can be estimated for a normal load of 1250N, which corresponds to a mean contact pressure of 80MPa.

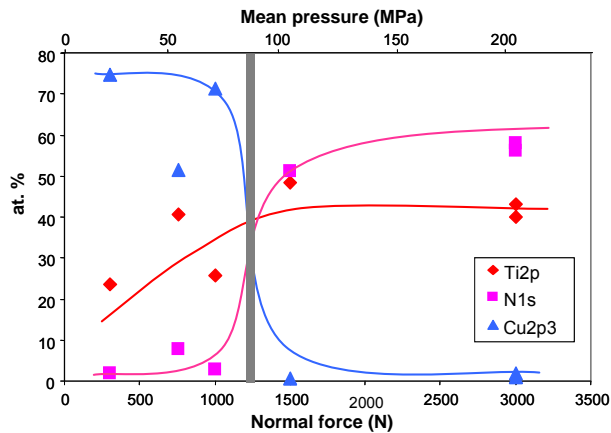


Figure 4 – Wagner semi-quantitative proportions obtained from XPS survey scans at scar centers. For a good readability of the figure, only Ti2p, N1s and Cu2p3 were plotted.

## CONCLUSION

In this study, a Ti17/CuNiIn contact was tested under gross slip fretting wear in air at various contact pressure. According to the observations made, it was found that the normal load has a strong influence on the fretting degradation mechanisms. For low contact pressures, wear seems mostly abrasive and scars appear largely oxidized; whereas for higher pressure, a nitrogen rich nanocrystalline transfer was observed.

## ACKNOWLEDGMENTS

The authors would like to thank, Snecma, SAFRAN Group, for financial support.

## REFERENCES

- [1] Fouvry, S., Liskiewicz, T., Kapsa, P., Hannel, S. and Sauger, E., 2003, "An energy description of wear mechanisms and its applications to oscillating sliding contacts." *Wear*, 255, (1-6), 287-298
- [2] Mary, C., Fouvry, S., Martin, J.-M. and Bonnet, B., 2008, "High temperature fretting wear of a Ti alloy/CuNiIn contact." *Surface and Coatings Technology*, 203, (5-7), 691-698.
- [3] Mary, C., Le Mogne, T., Beaugiraud, B., Vacher, B., Martin, J. M. and Fouvry, S., 2009, "Tribochemistry of a Ti alloy under fretting in air: Evidence of titanium nitride formation." *Tribology Letters*, Accepted, under revision.

## KEYWORDS

Coatings, Materials (in Tribology), XPS

# Evidence of titanium nitride formation under fretting in air

C. Mary<sup>1,2</sup>, T. Le Mogne<sup>1</sup>, B. Vacher<sup>1</sup>, J.-M. Martin<sup>1</sup>, S. Fouvry<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Laboratory of Tribology and Dynamics of Systems (LTDS), Ecole Centrale Lyon, France

<sup>2</sup> Snecma, SAFRAN Group, Villaroche, 77550 Moissy-Cramayel, France

Jean-Michel.Martin@ec-lyon.fr

## ABSTRACT

The present investigation focuses on the tribological transformation occurring on a Ti alloy (Ti17) under fretting in air. Several fretting wear tests were performed on a large scale punch on plane configuration at several temperatures from 20°C up to 450°C. In all cases, two zones were identified on the scars: a lateral oxidized rim and a highly deformed region at center. Metallurgical observations revealed similarities with Tribologically Transformed Structure (TTS), previously observed on various Ti alloys. EDX, XRD and EFTEM analyses were conducted in order to identify the nature and chemistry of this transformed layer. Results demonstrated the formation of a new phase, nanocrystalline, and identified as  $TiO_xN_y$ . The high content of nitrogen found in the TTS indicated its ability to penetrate inside the contact and react with titanium.

## 1. Introduction

Thanks to their high strength to weight ratio and good corrosion resistance, Ti alloys are widely used in aero-engines, especially for disks and blades for stages where temperature do not exceed 500°C. In the engine, successions of startups, shutdowns and in-flight regime changes, induce sliding of blades in their slots and lead to fretting damages, such as wear and crack nucleation.

Fretting is a surface degradation process invariably observed when two bodies in contact experience small amplitude oscillatory movements. Under fretting, Ti alloys are known to form a thick hardened Tribologically Transformed Structure (TTS) [1]. The objective of the present study is to identify the nature and the chemistry of this layer appearing under gross slip fretting in air on a Ti17 punch rubbed against 2 different types of planes: uncoated Ti6242 and CuNiIn coated Ti6242. These types of tribocouples are classically found in the blade/disk contacts of aero-engines.

## 2. Experiments, Method

The high temperature fretting device developed at the “Ecole Centrale de Lyon – LTDS” (Fig. 1) is composed of a mobile part (hydraulic actuator) sliding against a fixed part. Punch and plane are clamped respectively to fixed and mobile parts and their relative displacement is recorded through an extensometer. During the test, the normal force  $F_n$  is kept constant while the tangential force  $Q$  and displacement  $\delta$  are recorded. Several heating elements placed around the samples enable testing up to 450°C. More details about this equipment can be found in previous studies [2].

Parameters used were the following:  $F_n=3000N$  or  $4000N$  (corresponding to lateral peak pressure of  $464MPa$  and  $524MPa$  respectively),  $f=5Hz$ , imposed displacement amplitude  $\delta^*=\pm 150\mu m$  to  $\pm 200\mu m$  (i.e.

real sliding displacements  $\delta_0$  comprised between  $\pm 60\mu m$  and  $\pm 120\mu m$ ),  $T=20^\circ C$ ,  $250^\circ C$ ,  $350^\circ C$  or  $450^\circ C$ , and numbers of fretting cycles,  $N$ , varying from 1,000 to 50,000 cycles.

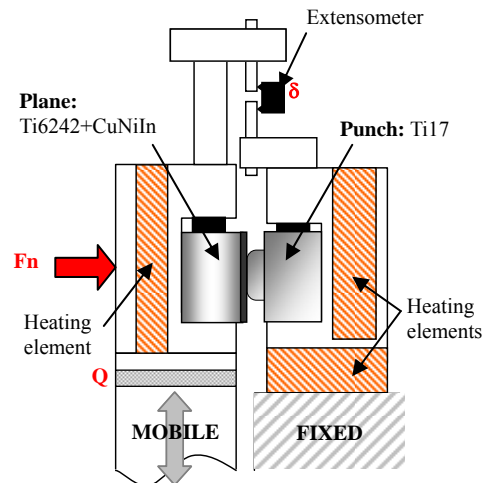


Fig. 1 Fretting wear tribometer ( $T \in [20^\circ C, 450^\circ C]$ ).

## 3. Results and Discussion

Several tests were conducted in the given range of solicitations for the coated and uncoated contacts. The global fretting behaviour of the CuNiIn coated contact at high temperatures has previously been studied [3]. It had been observed that, after a short transient stage (less than 5000 cycles), all samples exhibited a same tendency for large unilateral transfer from the Ti punch to the CuNiIn coated plane. SEM observations of cross-sections revealed the presence of a thick transformed structure on the Ti part. Fig. 2 illustrates the worn morphology of the Ti17 punch. EDS analyses demonstrated a clear distinction between the scar centre and borders: at the centre, where the thick transformed layer was observed, nearly no oxygen or copper could be detected; whereas on the borders, the



surface appeared strongly oxidized and exhibited a strong adhesion with the CuNiIn coating [3].

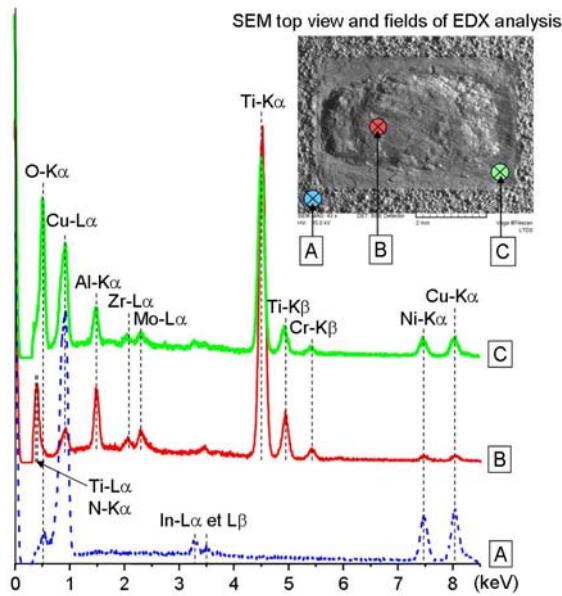


Fig. 2 EDX analysis outside the scar (A: CuNiIn plasma coating) and inside the scar at center (B: TTS) and on borders (C: oxidized rim).

In order to deepen the investigation on the identification of TTS nature, XPS measurements were performed. Survey scans of zones A, B and C (not shown here) revealed the presence of an intense N1s peak associated with a small O1s peak in the TTS. Ti2p window (Fig. 3) clearly pointed out the similarity between TTS and pure TiN. The decomposition also showed peaks attributed to several grades of Ti oxi-nitrides, but in a smaller quantity. On the scar borders, the structure appeared complex with a mixture between TiO<sub>2</sub>, TiN and various Ti oxo-nitrides.

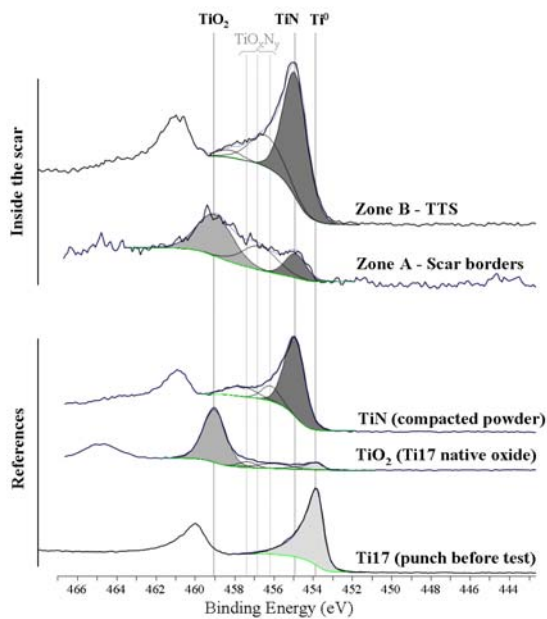


Fig. 3 Evidence of Ti17 nitridation inside the scar.

Wear debris collected during fretting tests were also observed in analytical TEM. The observation revealed the presence of very fine debris generally agglomerating in aggregates size of few nanometers. EELS analysis indicated two main types of debris: O-rich and N-rich. On Fig. 3, EELS spectrum showed the presence of both N and O in the whole particle while ESI maps displayed their repartition, with a right side rich in nitrogen whereas the left side is clearly oxidized. Copper, coming from the CuNiIn coating, doesn't seem much present, except for a small part at the centre of the agglomerate. This may represent a third type of debris.

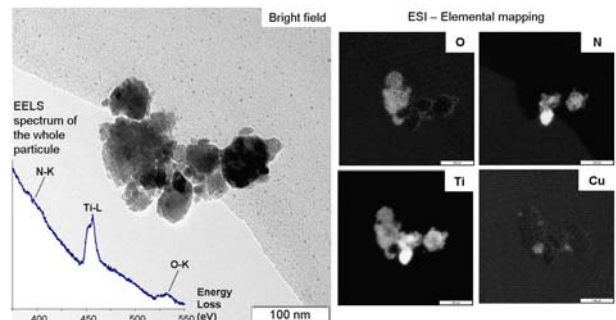


Fig. 4 TEM observation of a wear debris. Elemental mapping with EFTEM enables the distinction between N-rich and O-rich areas in the agglomerates.

#### 4. Conclusion

In this study, a Ti17 punch was tested under fretting wear in air at various temperatures. According to the observations made, the following conclusions have been drawn:

- In all conditions, the Ti17 punch damaged the same way and formed a Tribologically Transformed Structure (TTS) at its centre, characterized by a high hardness and very fine grains (tens of nm).
- The role of environmental elements, such as oxygen or nitrogen, had been investigated and it had been demonstrated that the phase formed is a TiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>, with a very high content of nitrogen.
- The reaction with nitrogen is tribologically induced during fretting and wear debris formed during fretting also contained high content of nitrogen.

#### Acknowledgements

The authors would like to thank, Snecma, SAFRAN Group, for financial support.

#### References

- [1] E. Sauger *et al.*, *Wear*, **245** (2000), 39
- [2] S. Fouvry *et al.*, *Wear*, **255** (2003), 287
- [3] C. Mary *et al.*, *Surf. Coat. Tech.*, **203** (2008), 691

C. Mary<sup>1,2</sup>, T. Le Mogne<sup>1</sup>, B. Vacher<sup>1</sup>, J.-M. Martin<sup>1</sup>, S. Fouvry<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Ecole Centrale de Lyon, LTDS (Laboratory of Tribology and Dynamics of Systems), CNRS UMR 5513, 69134 Ecully, France

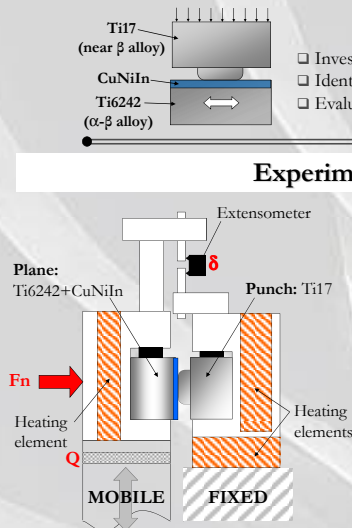
<sup>2</sup> Snecma, SAFRAN Group, Site de Villaroche, 77550 Moissy-Cramayel, France

(e-mail: [Caroline.Mary@ec-lyon.fr](mailto:Caroline.Mary@ec-lyon.fr), Corresponding authors: [Jean-Michel.Martin@ec-lyon.fr](mailto:Jean-Michel.Martin@ec-lyon.fr), [Siegfried.Fouvry@ec-lyon.fr](mailto:Siegfried.Fouvry@ec-lyon.fr))

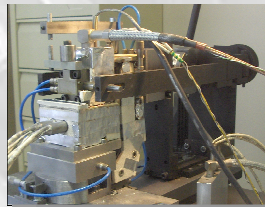
## Objectives of the study

- Investigation of the fretting behaviour of a Ti17/CuNiIn contact (classically found in the aerospace industry for blade/disk interface)
- Identification of nature and chemistry of the Tribologically Transformed Structure (TTS) appearing on Ti components under gross slip fretting in air
- Evaluation of the part played by oxygen and nitrogen from ambient air in fretting damage mechanisms

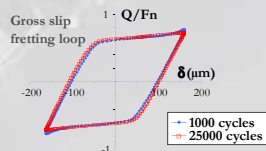
## Experimental setup



- Contact = Large scale punch/plane (14mm<sup>2</sup>)
- Plane: Ti6242 shot-peened +150µm CuNiIn
- Punch: Ti17 shot-peened



LTDS fretting wear rig [2]

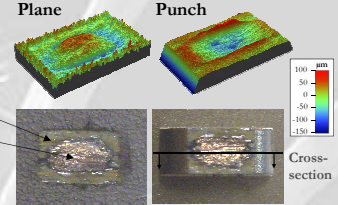


Norma l force	Mean pressure	Max pressure	Imposed displacement	Real sliding	Test temperature
3000N	206 MPa	464 MPa	±125 to ±200 µm	±60 to ±120 µm	20°C to 450°C

- Test duration = 1 000 to 50 000 cycles
- Frequency = 5Hz

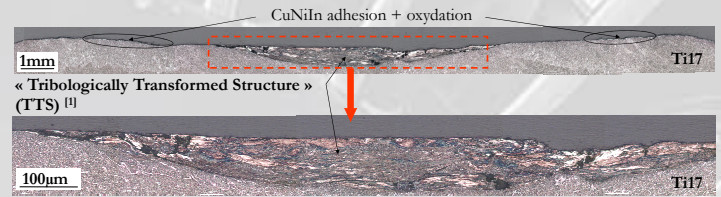
## Fretting results

- After short transient stage (5000 cycles), all samples exhibits same tendency for unilateral transfer from Ti punch to the CuNiIn coated plane



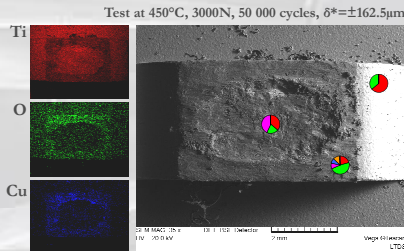
- Clear distinction between scar center and borders:
  - lateral oxidized rim (deep wear)
  - highly deformed center (=transfer volume)
- Similar features observed for uncoated contact
- No effect of temperature [3]

Cross-section of punch at center (+ Keller reagent etching for 2 minutes to reveal the microstructure)

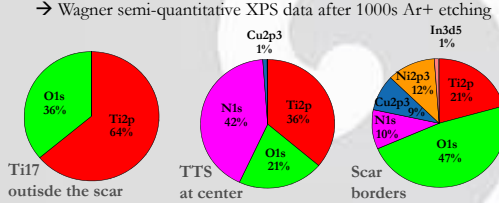


## Analysis of the Tribologically Transformed Structure (TTS)

- SEM observations and EDX analyses of the scars give composition of the transformed layer BUT → Need to perform XPS analysis to conclude on the presence of O, C and N.



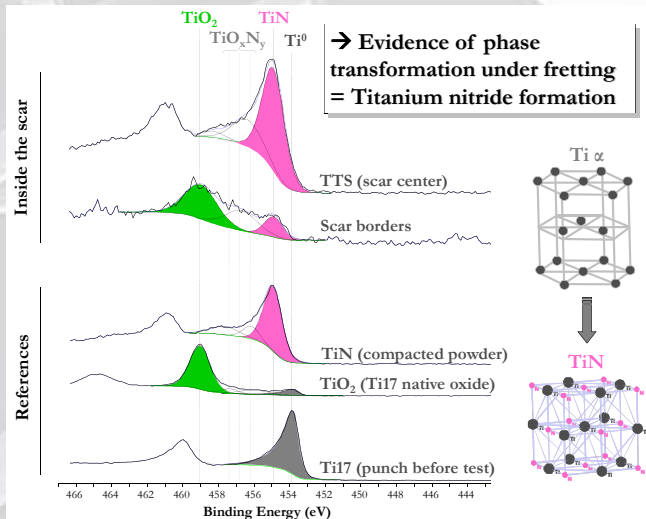
- XPS survey scans of specific areas: → Wagner semi-quantitative XPS data after 1000s Ar+ etching



- The presence of N is induced by friction
- O level is low in the TTS
- XPS profile → Stability of N content (min. 0.4µm)

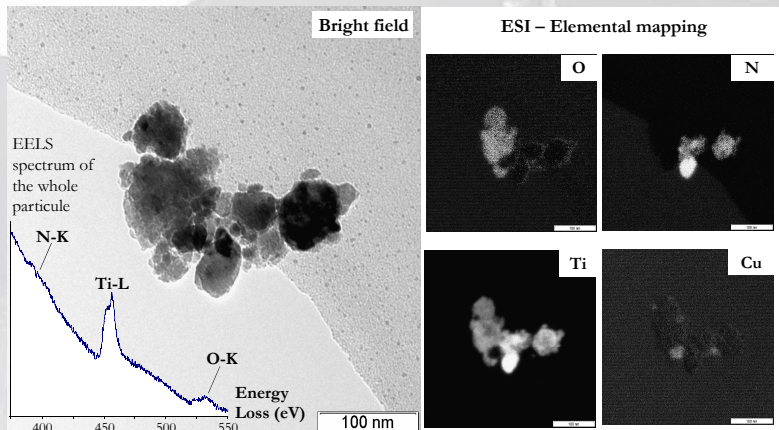
→ Proof that air is penetrating the contact, even in large scale fretting

- Focus on XPS Ti2p photopeak to prove that N is linked to Ti



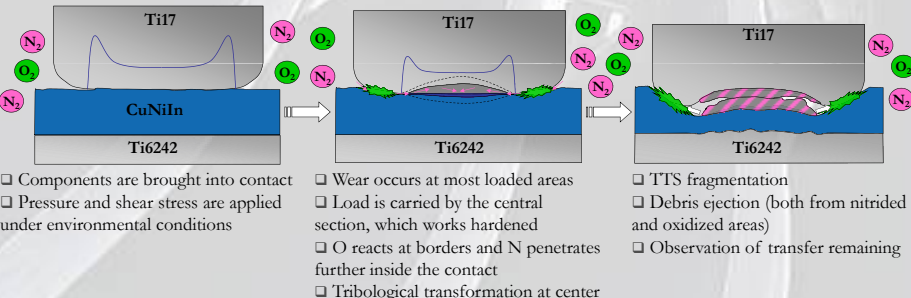
- Observation of wear debris with EFTEM

→ Debris dispersed in ethanol and dropped on a copper grid covered by a lacey carbon film



→ Coexistence of both nitrated and oxidized debris

## Proposition of damage mechanisms



## Conclusions

- Results demonstrate the formation of a new phase, nanocrystalline, hardened, oriented and identified as TiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>.
- The high content of N found in TTS indicates its ability to penetrate inside the contact and react with titanium.
- Two models are suggested to explain this tribochemical reaction under fretting:
  - "Oxygen depletion of air"
  - "Mechanically favoured diffusion"

→ Evidence of tribochemical reaction under fretting between nitrogen from air and titanium.







# Pressure and temperature effects on Fretting Wear damage of a Cu–Ni–In plasma coating versus Ti17 titanium alloy contact

C. Mary<sup>a,b</sup>, S. Fouvry<sup>a,\*</sup>, J.M. Martin<sup>a</sup>, B. Bonnet<sup>b</sup>

<sup>a</sup> Laboratoire de Tribologie et de Dynamique des Systèmes, UMR 5513, Ecole Centrale de Lyon, 36 avenue Guy de Collongue, 69134 Ecully cedex, France

<sup>b</sup> SNECMA Moteurs, Site de Villaroche, Rond Point René Ravaut – Réau, 77550 Moissy Cramayel, France

## ARTICLE INFO

### Article history:

Received 18 July 2010

Received in revised form 27 April 2011

Accepted 6 June 2011

Available online 17 June 2011

### Keywords:

CuNiIn plasma coating

Fretting wear

Ti17 Titanium alloy

Temperature

Contact pressure

## ABSTRACT

Fretting wear is a surface degradation process induced by small-amplitude oscillatory movements between contacting bodies. It may result in critical wear, especially in the blade/disk contact of aero-engines. To focus on this industrial issue, an experimental layout was designed to perform fretting wear tests up to 500 °C. A representative punch (Ti17)/plane (CuNiIn plasma coating) interface was investigated under air conditions. Wear regimes were identified regarding variations of parameters such as pressure, sliding amplitude and temperature. Chemical analyses (EDS, XRD, XPS) performed on fretting scars enabled the characterization of degradation mechanisms. A quantitative description based on an energy wear approach is introduced to predict the wear kinetics as a function of contact loading parameters. It is shown that temperature plays a minor role. By contrast, the mean pressure appears as a key factor, modifying the interface structure and consequently the wear kinetics: the higher the mean pressure, the higher the wear rate. Surface investigations show that above a threshold mean pressure ( $p_{th}$ ), Ti transfer from the punch toward the CuNiIn plasma coating is activated. The punch interface is then characterized by a composite structure displaying a central nitrided TTS layer, surrounded by an oxidized rim. The activation of the nitrided TTS structure is shown to be function of the mean contact pressure and the contact geometry. Indeed, the “nitriding process” which is induced by an over plastic strain accumulation, depends on the local concentration of oxygen within the interface. When most of the oxygen of the air is consumed in the lateral rim of the interface (oxidized third body), the “contact nitriding process” takes place. Hence the global wear kinetics is greatly modified depending on whether the pressure is below or above the pressure threshold. However it is shown that considering a local energy wear approach and taking into account the Ti transfer layer on the CuNiIn surface, the global wear rate obtained under high pressure conditions (i.e.  $p > p_{th}$ ) can be predicted using the energy wear rates identified under low pressure conditions ( $p < p_{th}$ ).

© 2011 Elsevier B.V. All rights reserved.

## 1. Introduction

Thanks to their high strength to weight ratio and good corrosion resistance, Ti alloys have been widely developed and studied for various industrial applications. In the aero-engine industry especially, Ti alloys are used for disks and blades from the fan to the high pressure compressor, for stages where temperatures do not exceed 500 °C. In the engine, successions of plane take-offs and landings combined with in-flight vibration, may generate fretting damage, such as wear and cracking (Fig. 1). Fretting is a surface degradation process invariably observed when two bodies in contact experience small amplitude oscillatory movements. In the blade/disk contact, due to the poor tribological properties of Ti alloys, surfaces are very

susceptible to fretting and may experience wear damage. In order to protect engine components from fretting, blade contact surfaces are usually covered by a thick soft CuNiIn coating on the top of which is deposited a solid lubricant. In this solution, the CuNiIn coating is chosen for its great capacity of accommodation by plastic deformation, whereas a solid graphite lubricant promotes sliding and decreases the friction coefficient. However, it had been observed that the solid lubricant has a limited life and this multi-layer system rapidly led back to a Ti17/CuNiIn contact. This fast degradation of the solid lubricant had already been reported in previous studies [1,2] and it was decided, for this paper, to focus on the CuNiIn/Ti17 contact subjected to variable temperature and pressure conditions.

In the last decade, several studies have been published on the fretting behaviour of such a tribosystem (with various Ti alloys), generally at room temperature [2–5]. Recently, Hager et al. revealed that CuNiIn can cause severe damage to the Ti alloy counterpart because of important adhesion mechanisms. This adhesion results

\* Corresponding author. Tel.: +33 4 72 18 65 62; fax: +33 4 78 43 33 83.  
E-mail address: [siegfried.fouvry@ec-lyon.fr](mailto:siegfried.fouvry@ec-lyon.fr) (S. Fouvry).

## Nomenclature

A	sliding energy ratio,
At	sliding energy ratio related to the PS/GS transition (At = 0.2),
Ed	dissipated energy (i.e. area of the fretting loop) during a given fretting cycle,
EELS	energy electron loss spectroscopy,
Edth	threshold incubation energy,
Ed <sub>trans</sub>	intrinsic energy related to the transfer including the TTS formation and the transfer process itself (i.e. energy per unit of transfer volume),
Ed <sub>TTS</sub>	intrinsic energy related to the TTS transformation of Ti17 (i.e. energy per unit of TTS volume),
Ed <sub>transfer process</sub>	intrinsic energy related to the transfer process itself,
FIB	focused ion beam,
GS	gross slip transition,
K <sub>α</sub>	ratio between the Ti17 and CuNiIn energy wear coefficients,
p <sub>th</sub>	threshold mean pressure marking a transition in the tribological response,
p	mean contact pressure,
p <sub>0</sub>	normal pressure at the centre of the contact,
p <sub>max</sub>	maximum normal pressure in the contact (peak value),
P	normal force,
PS	partial slip condition,
Q	tangential force,
Q*	tangential force amplitude,
SEM	scanning electron microscopy,
TTS	tribologically transformed structure,
V <sub>plane</sub>	wear volume of the plane,
V <sub>punch</sub>	wear volume of the punch,
V <sub>tot</sub>	total wear volume (V <sub>tot</sub> = V <sub>plane</sub> + V <sub>punch</sub> ),
V <sub>ref</sub>	reference wear volume,
V <sub>trans,t</sub>	transition transfer volume (related to the stabilisation of the transfer volume),
V <sub>eff</sub>	effective wear volume,
V <sub>damage</sub>	damage volume (V <sub>damage</sub> = V <sub>eff</sub> + V <sub>trans</sub> (on the counterface)),
V <sub>comp</sub>	volume related to the compaction of coating porosity below the contact,
V <sub>trans</sub>	transfer volume,
XPS	X-ray photoelectron spectroscopy,
XRD	X-ray diffraction,
α	energy wear factor,
α <sub>trans</sub>	energy transfer rate in the steady state regime (V <sub>trans</sub> > V <sub>trans,t</sub> ),
β	friction law's pressure dependence component,
β <sub>i</sub>	local energy wear rate related to material "i",
ΔEdth <sub>trans</sub>	energy related to the transfer volume activation,
δ	displacement (measured value outside the contact),
δ*	displacement amplitude,
δt	displacement amplitude related to the PS/GS transition,
φ <sub>i</sub>	friction energy flow toward material "i",
ψ	surface proportion of TTS transferred to the CuNiIn coating, (TTS transfer area/contact area),
μ	coefficient of friction (when GS: μ = Q*/P),
μt	coefficient of friction related to the PS/GS transition,
μ <sub>0</sub>	friction law's constant value (μ = μ <sub>0</sub> when 1/p = 0),
μ <sub>LPR</sub>	coefficient of friction in the low pressure domain (p < p <sub>th</sub> ),

μ <sub>HPR</sub>	coefficient of friction in the high pressure domain (p > p <sub>th</sub> ),
ΣEd	accumulated dissipated energy,

in the occurrence of Ti transfers on the CuNiIn surface that accelerates wear by creating a Ti/Ti contact. All these results confirm the need for more fundamental understanding of the fretting damage scenario of the coated system, especially since it is generally the uncoated Ti part (corresponding to the compressor disk) that should be protected against wear.

In fretting, several authors have already proposed theories to explain Ti alloy wear mechanisms. One idea generally accepted lies in the formation, from the early stages of friction, of a plastically deformed layer near the surface. Called the Mechanically Mixed Layer (MML) by Rigney and other authors [6,7], as well as Tribologically Transformed Structure (TTS) by Sauger et al. [8] and Sekkal [9], this layer is invariably characterized by its very fine grain size, its high hardness and its structure similar to that the wear debris. If the authors generally agree on the layer's main characteristics, the mechanisms responsible for its initiation are still controversial. For the first ones, the main process implicated is mechanical flow. Synthesizing several observations made on the sliding of ductile materials, Rigney proposed the following sequence: local contacts cause plastic deformation under the surface; the accumulation of strains favors the formation of substructures in the near-surface material, which hence becomes susceptible to shear instabilities. This, in turn, encourages transfer and a complex mixing process takes place at the interface leading to the formation of a MML, from which debris particles are generated. In several studies, MMLs are reported to exhibit evidence of intimate mixing of the two contacting parts and of the environmental active components such as oxygen or nitrogen. In his studies on several metallic alloys under fretting, Sauger et al. [8] observed similar features but reject the roles of oxygen and of the counterpart in the formation of the TTS. Their model, inspired by Blanchard et al. [10,11] is based on dynamic recrystallization, enabled by plastic strain accumulation and high dislocation concentration. Finally, these theories may be compatible and the real objective of the present study is to understand the degradation of each constituent of the interface including the transferred structure. Hence combining a complete

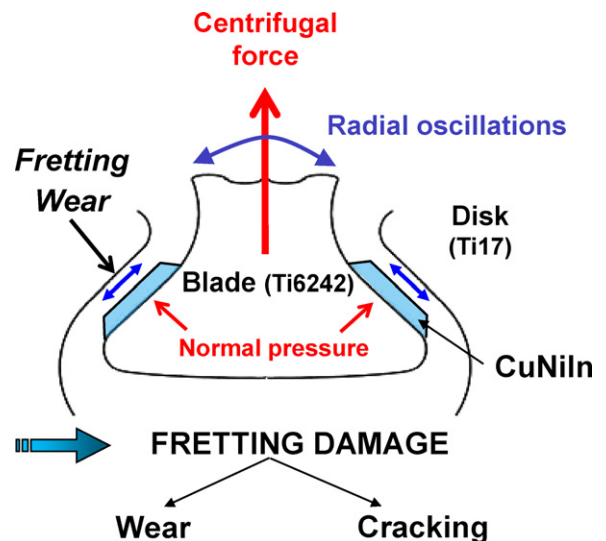


Fig. 1. Illustration of blade/disk fretting wear damage in high temperature stages of turbine engines.

**Table 1**  
Materials data.

	Composition (wt%) <sup>a</sup>	Micro hardness (HV <sub>0.1</sub> ) <sup>b</sup>	Young modulus (MPa) <sup>a</sup>
Ti17	Base Ti, 5%Al, 4%Mo, 4%Cr, 2%Sn, 1.9%Zr	321	102,000
Ti6242	Base Ti, 6%Al, 2%Sn, 4%Zr, 2%Mo	311	99,000
CuNiIn	≈57%Cu, 36% Ni, 5% In + impurities	150	66,000

<sup>a</sup> Commercial data.

<sup>b</sup> Measured by micro-hardness testing on specimens.

analytical investigation of fretting interfaces and introducing an original energy wear methodology to quantify transfer rates, different wear scenarios will be developed as a function of the loading conditions. Considering a representative tribo system, temperature and mean pressure effects will be investigated providing an exhaustive description of the Ti17/CuNiIn interface fretting wear processes.

## 2. Experimental procedure

### 2.1. Materials

The specimens used in this study were two Ti alloys typically found in the high pressure compressors for blades and disk, respectively Ti6242 and Ti17. The contact geometry chosen was a punch on plane in order to reproduce the lateral pressure peaks generated by the blade/disk contact radii at the top and bottom of the slot. The plane, representative of the blade, is a 10 mm × 10 mm × 10 mm Ti6242 cube, shot peened on one face, and covered by a 150 μm thick CuNiIn plasma sprayed coating. The punch is machined from a Ti17 block to a 14 mm<sup>2</sup> flat surface with radii at the edges. The punch contact surface is shot peened as well. Table 1 summarizes the composition and properties of the materials used in this study.

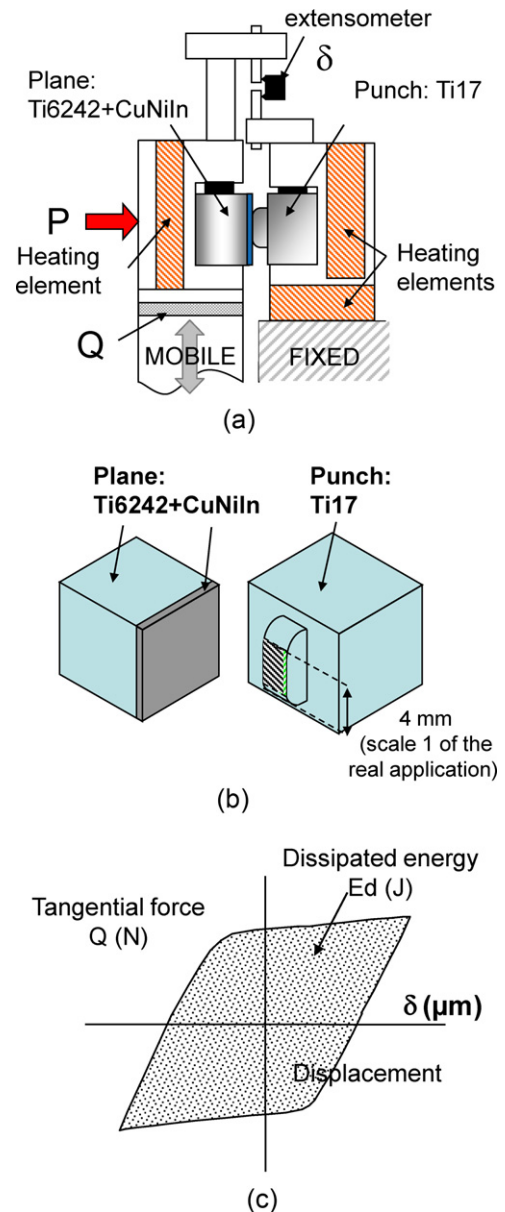
### 2.2. Experimental layout

The high temperature fretting device developed at the “Ecole Centrale de Lyon – LTDS” [12] is presented in Fig. 2. It is composed of a mobile part, in which displacement is controlled through a hydraulic system, sliding against a fixed part. Punch and plane are clamped respectively to fixed and moving parts and their relative displacement is recorded during the fretting cycle through an extensometer. During the test, the normal force  $P$  is kept constant while the tangential force  $Q$  and displacement  $\delta$  are recorded, which enables online plotting of the fretting loop  $Q$ – $\delta$ . More details about the characteristics of this equipment at room temperature can be found in previous studies [13,14]. A recent optimisation of the device consisted in introducing several heating elements placed around the samples and which allowed testing up to 450 °C (recorded at the contact by a thermocouple inserted in the punch side).

### 2.3. Contact condition

During a real flight, the blade/disk contact endures variable sliding conditions but also variable pressure conditions. Hence, to reproduce as closely as possible these various pressure situations, the normal load is investigated from 300 to 4000 N. To estimate the corresponding pressure profile, FEM simulations have been made assuming an elastic response of Ti substrates and an elastoplastic response of the coating (Fig. 3). The full details of the simulation procedures can be found in [15–17].

By contrast to a Hertzian configuration, the maximum peak pressure is not observed at the center of the fretting scar but located at the lateral borders [18]. Table 2 compiles the different pressure values extracted from the FEM computations like the pres-



**Fig. 2.** Contact configuration; (a) high temperature fretting setup; (b) illustration of the punch/plane contact geometry; (c) fretting loop.

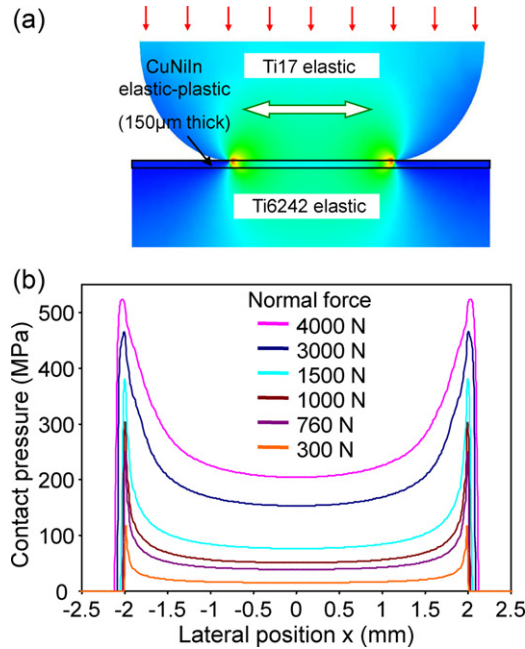
sure at the centre of the fretting scar ( $p_0$ ), the mean pressure ( $p$ ) and maximum peak pressure ( $p_{max}$ ).

However as shown, by experiments and various simulations, wear sharply modifies the contact interface, promoting a severe evolution of the real contact pressure condition. To capture this effect, an incremental FEM simulation of the interface wear has been implemented. It consists in the following procedure: at the end of each computed fretting cycle, the profile of the friction energy density is determined. The latter is multiplied by the energy



**Table 2**  
Calculated contact pressure for several values of normal force.

Pressure (MPa)	Applied normal force ( $P$ )					
	300 N	760 N	1000 N	1500 N	3000 N	4000 N
$p_0$	15	39	51	77	153	204
$p$	21	54	71	105	206	270
$p_{\max}$	118	251	304	381	466	523



**Fig. 3.** (a) Illustration of the FEM simulation of the studied contact for different normal forces; (b) pressure profiles extrapolated from the FEM simulations.

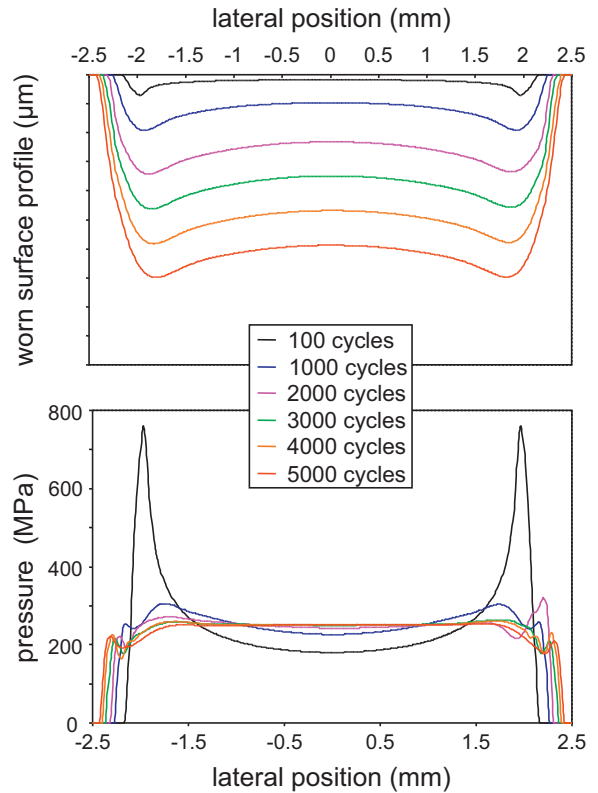
wear factor to obtain the local increment of wear depth. Using this incremental wear profile, new FEM meshing of punch and plane is established and implemented in the FEM simulation to compute the next fretting cycle. This fully automatic procedure is performed until the end of the “numerical test”. A direct correlation between local and global interface responses is assumed so that the coefficient of friction and the energy wear factor which are implemented in the local FEM modelling are related to the global experimental data: the energy wear factor defined from the wear volume analysis and the coefficient of friction defined from the fretting loop analysis. A full description of this approach initially developed for an uncoated cylinder/plane configuration is detailed in [15]. Fig. 4 compares the evolution of the surface and corresponding pressure profiles taking into account the surface wear damage.

This analysis suggests that wear, by smoothing the contact interface, reduces the peak pressure values. Hence, after a few hundred cycles, the pressure profile converges toward a homogenous (i.e. flat) pressure distribution, confirming previous results obtained on cylinder/plane configurations. This infers that the mean contact pressure ( $p$ ) is more representative than the maximum peak pressure to characterize the whole pressure condition imposed on the interface. Besides, the punch/plane configuration, which maintains a quasi-constant contact area whatever the wear extension, is particularly appropriate to adopt this hypothesis.

### 3. Friction and sliding condition responses

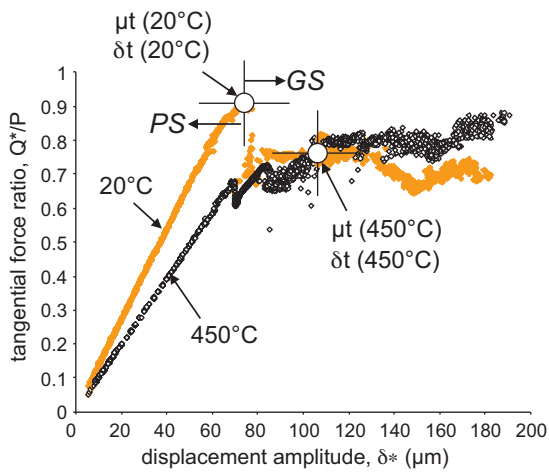
#### 3.1. Sliding regime condition

This investigation focuses on the gross slip wear response. Thus it implies that the different sliding regimes must be identified, and

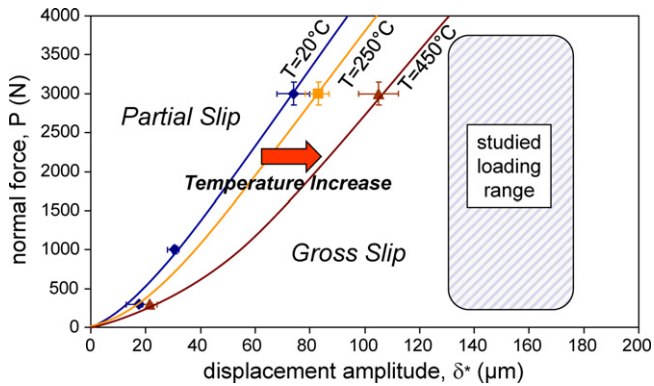


**Fig. 4.** Corresponding evolution of surface and pressure profiles with contact wear extension (simulation based on experimental wear rates).

more precisely the displacement amplitude marking the transition from partial to gross slip. To estimate the sliding transition, the variable displacement method is applied. Fixing the normal force, it consists in progressively increasing the displacement amplitude from the partial to the gross slip condition. Fretting cycles are continuously recorded and post treated to extract both displacement tangential force amplitudes and the dissipated energy ( $E_d$ ). This analysis allows us to compute the sliding energy ratio  $A = E_d / (4Q^* \cdot \delta^*)$ , to establish if the contact is running under partial or gross slip condition (i.e.  $A > A_t = 0.2 \Rightarrow$  gross slip condition) [19]. The sliding energy ratio  $A$  is systematically applied to determine the PS/GS sliding transition. Note that under ambient conditions, the transition displacement amplitude ( $\delta_t$ ), defined from the  $A$  ratio criterion, usually corresponds to the displacement amplitude related to the maximum tangential force amplitude. This correlation is no longer verified under high temperature conditions where the plastic deformation completely modifies the interface response. Fig. 5 plots the evolution of the tangential force amplitude versus the applied displacement amplitude. It underlines a significant influence of temperature. For ambient conditions, the evolution is characterized by a discontinuous sliding transition. A maximum tangential force ratio near 0.9 is reached then followed by a sharp decrease to a stabilized gross slip friction value around 0.75.



**Fig. 5.** Evolution of the tangential force ratio versus the applied displacement amplitude (data from variable tests,  $f=15$  Hz,  $P=3000$  N);  $\blacklozenge$ : 20 °C;  $\blacklozenge$ : 450 °C (PS: partial slip, GS: gross slip,  $\delta t$ : displacement amplitude related to the PS/GS transition ( $A=At=0.2$ ),  $\mu t$ : coefficient of friction related to the PS/GS transition).



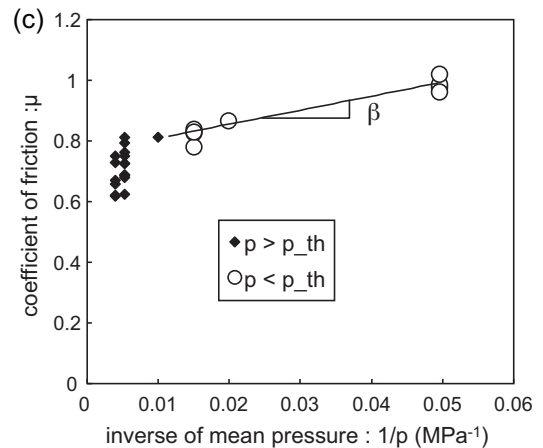
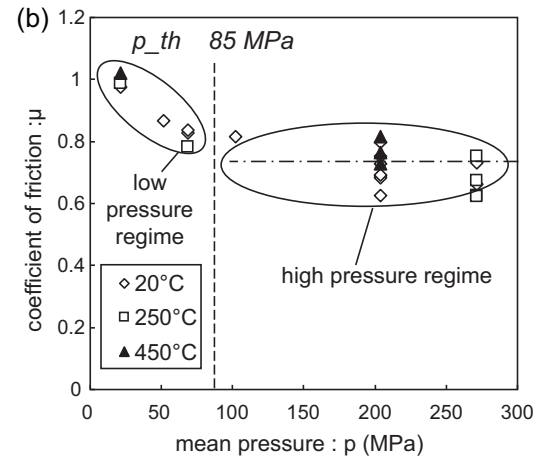
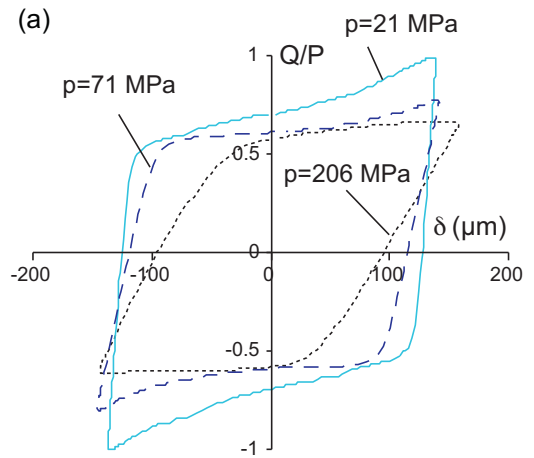
**Fig. 6.** Running condition fretting map as a function of temperature, definition of the investigated loading spectrum.

This typical behaviour is associated to the formation of severe adhesion interactions under partial slip which are suddenly broken when gross slip is activated. By contrast, at 450 °C the curve displays a smoother evolution. As previously mentioned in [20], adhesion processes are still activated but the interface deformation is partly accommodated by the plastic deformation. Although the friction coefficient at the sliding transition is higher at 20 °C than at 450 °C, the transition amplitude is significantly higher at 450 °C. This tendency contradicts the elastic Mindlin formulation suggesting that the transition amplitude is proportional to the friction value [21]. This deviation can only be explained by the occurrence of a mixed mechanism of accommodation involving Mindlin's interface compliance but also significant plastic deformation within the interface which is induced by a sharp decrease of coating and bulk plastic yields with temperature.

This analysis (i.e. sliding energy ratio  $A$ ) has been applied for various normal loads in order to establish the corresponding running condition fretting maps [22,23]. Fig. 6 confirms the former tendency, the higher the temperature, the greater the plastic accommodation and the larger the partial slip domain. To guarantee a gross slip condition whatever the studied pressure the displacement amplitudes were systematically imposed between  $\pm 130$  and  $\pm 175$   $\mu\text{m}$ .

### 3.2. Friction response under gross slip condition

It is noteworthy from Fig. 5 that the coefficient of friction operating under gross slip condition is not affected by temperature.



**Fig. 7.** Friction behaviour of the interface under gross slip condition, influence of the contact pressure ( $\pm 130$   $\mu\text{m} < \delta^* < \pm 175$   $\mu\text{m}$ ): (a) comparison between fretting cycles ( $N=10,000$  cycles); (b) evolution of the mean friction value versus the mean pressure; (c) evolution of the mean friction value versus the inverse of the mean pressure ( $p_{th} \approx 85$  MPa).

Similar values are observed at 20 and 450 °C. This tendency is confirmed in Fig. 7a where the mean coefficient of friction is plotted versus the mean contact pressure. All the experimental results follow a similar master curve which suggests that temperature does not modify the tribological properties of the interface. However, the friction behaviour appears highly affected by the mean pressure condition. Two friction regimes are observed, depending on a threshold pressure transition ( $p_{th} \approx 85$  MPa): high friction values decreasing with the applied pressure are observed for low pressure

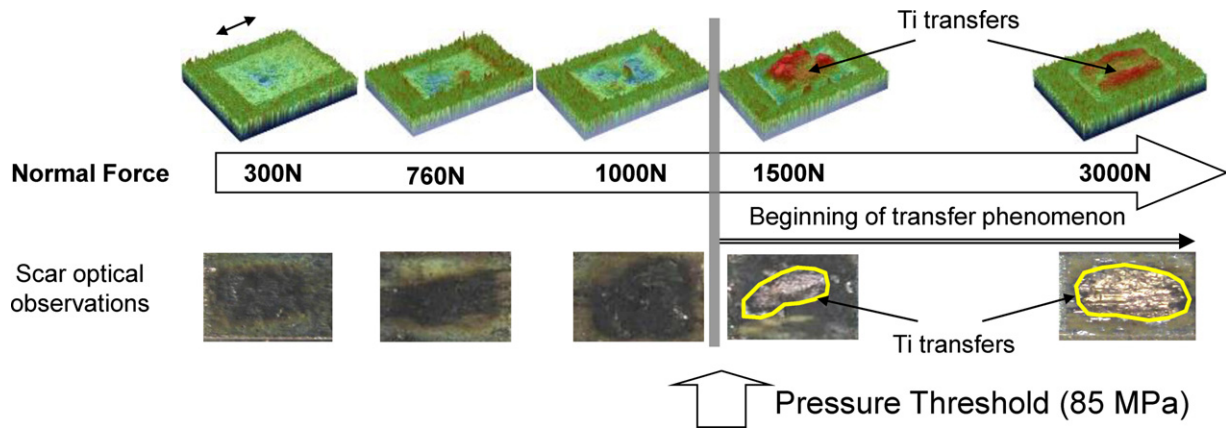


Fig. 8. Topography and optical observation of plane surface tested for increased normal force (Conditions: Ti17/CuNiIn,  $T=20^{\circ}\text{C}$ ,  $N=50,000$  cycles,  $\delta^* = \pm 150\ \mu\text{m}$ ).

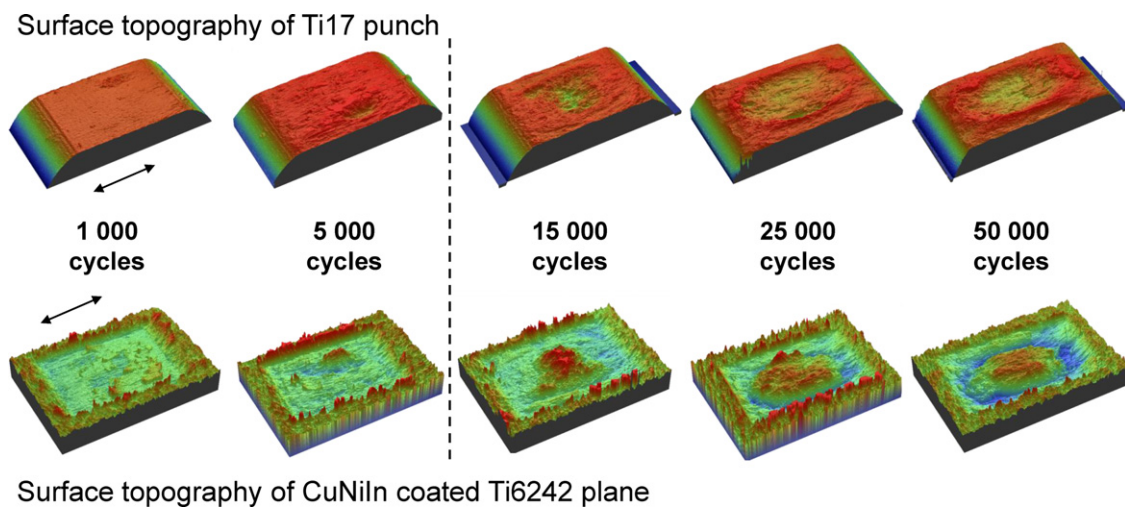


Fig. 9. Dynamical evolution of the interface morphology under high pressure conditions ( $P=4000\ \text{N}$ ;  $\delta^* = \pm 150\ \mu\text{m}$ ;  $T=250^{\circ}\text{C}$ ).

conditions ( $p < p_{\text{th}}$ ) whereas low quasi constant friction values are identified under high pressure regime ( $p > p_{\text{th}}$ ). This tendency is better illustrated in Fig. 7b where the coefficients of friction identified for the low pressure condition are plotted versus the inverse of the mean pressure. A composite friction law including a pressure dependence component ( $\beta = 4.63\ \text{MPa}^{-1}$ ) and a constant value ( $\mu_0 = 0.76$ ) can be considered to rationalize the friction response [24,25]:

$$\mu_{\text{LPR}} = \mu_0 + \frac{\beta}{p} \quad \text{with } (p < p_{\text{th}}) \quad (1)$$

By contrast the high pressure regime displays a dispersive but quasi constant response so that

$$\mu_{\text{HPR}} \approx 0.75 \pm 0.1 \quad (p > p_{\text{th}}) \quad (2)$$

It transpires that if temperature does not modify the tribological response of the interface, the latter appears highly affected by the contact pressure. Additional investigations are required to better characterize the transition domain  $p_{\text{th}}$ . However, confirming previous results [26,27], the given results suggest a smooth evolution rather than a discontinuous transition.

## 4. Wear behaviour

### 4.1. Pressure effect on wear behaviour

Fig. 8 presents the CuNiIn-coated worn planes topography and optical observations for tests performed in the exact same conditions for increased values of normal force. It is noteworthy that for low loads, the scar looked dark at the centre with a yellowish lateral rim, whereas at higher loads a shiny gold coloured transfer appeared at the centre. Evidence of considerable unilateral transfer from the titanium part to the coated plane are here demonstrated. The activation of the Ti transfer is observed above a threshold pressure around 85 MPa.

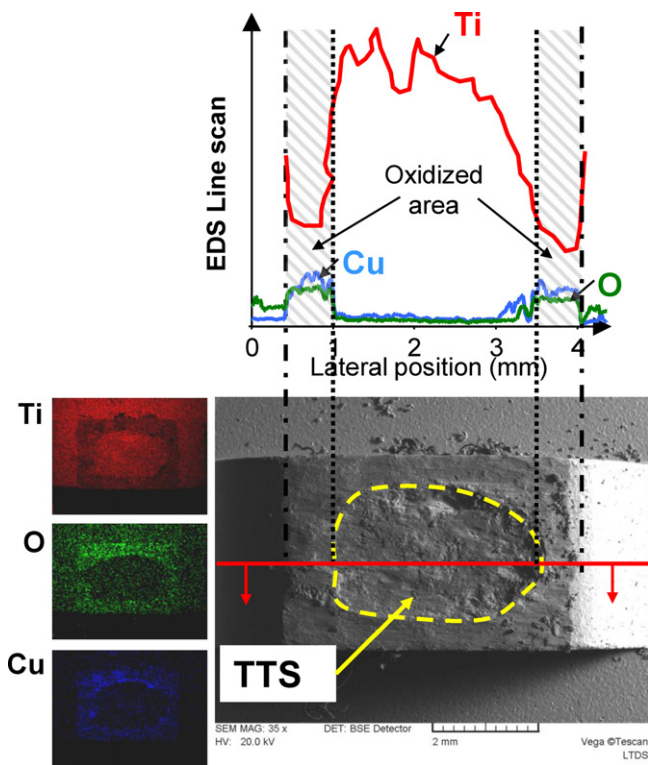
Confirming the previous friction analysis, this investigation suggests that the Ti/CuNiIn wear process is pressure dependent. Below a pressure threshold ( $p_{\text{th}} \approx 85\ \text{MPa}$ ), conventional abrasive wear processes are activated whereas above it, severe adhesive wear phenomena operates.

### 4.2. Wear behaviour under high pressure condition

#### 4.2.1. Analytical description of wear process

Fig. 9 illustrates the interface evolution versus test duration under high pressure condition. A progressive extension of Ti17





**Fig. 10.** SEM image and EDS analysis of the Ti17 punch surface after fretting test ( $P=4000\text{ N}$ ;  $\delta^* = \pm 150\ \mu\text{m}$ ;  $T=250\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $N=25,000$  cycles).

transfers on the CuNiIn coating can be observed. Transfers are considerable after 5000 cycles and stabilize after 25,000 cycles.

To better interpret the damage processes activated under high pressure condition, top surface (Fig. 10) and cross section assessments (Fig. 11) of the steady state interface ( $N=25,000$  cycles) have been performed. The analysis of the Ti17 pad fretting scar concludes that the structure of the interface is composite. An inner domain, mainly consisting of Ti element, very poor in oxygen is surrounded by a corona of the oxidized debris layer. The third body characterizing the corona structure is quite conventional in fretting wear. It consists of an agglomeration of oxidized sub-micronic debris of copper and titanium element detached from the first bodies. More surprising is the inner metallic domain which remains quasi-non oxidized although significant sliding has been imposed in the interface. Cross section assessments show that it corresponds to the tribologically transformed structure (TTS) displaying a micro hardness around  $600 \pm 50\text{ Hv}_{0.1}$  at least two times higher than the original bulk Ti17 alloy (Table 1) [8].

It is noteworthy that the transfer layer on the CuNiIn layer is located at the symmetrical position than the TTS layer observed on the punch. SEM and micro hardness suggests that the transfer layer also displays a TTS structure. This suggests that subjected to significant strain deformation the Ti17 top surface is transformed to a thick TTS layer. Part of this layer remains stuck on the CuNiIn coating so that the actual sliding interface is located at the middle of this TTS structure. Hence, when the interface is open, an equi-partition of the TTS layer is generated between the two Ti17 punch and the CuNiIn coating surface (Fig. 11).

A complete investigation involving FIB extraction combined with TEM, XRD and XPS (Fig. 11) analyses has been carried out to better characterize the TTS structure [28]. The following conclusions ensue:

1. The TTS structure is composed of nano grains of titanium displaying a pure  $\alpha$ -structure. Note that the original Ti17 alloy is a quasi  $\beta$ -alloy.
2. The TTS structure is very poor in oxygen which suggests that oxygen does not play any part in the TTS transformation,
3. Energy electron loss spectroscopy (EELS) underlines the presence of localized nitrogen concentrations in the TTS structure (Fig. 12a) which do not originate from the native composition of the Ti17 alloy (i.e. the original concentration of nitrogen of Ti17 alloy is too poor) but are rather connected to contact penetration by nitrogen from the air.
4. XPS but also XRD analysis [28] confirm the presence of nitrogen mainly as nitride in the TTS layer. Moreover, the presence of some oxinitride ( $\text{TiO}_x\text{N}_y$ ) is also probable, as shown in Fig. 12b, this is visible by comparing the XPS spectra obtained in the inner part of TTS and in the external oxidized zone of the interface versus the spectra obtained on Ti17,  $\text{TiO}_2$  and TiN as references. Note that before processing XPS titanium photopeaks, the C 1s peak, mainly attributed to adventitious carbon, has been shifted to 284.5 eV for all spectra, in order to eliminate any charge effects due to the presence of oxides and/or nitrides.

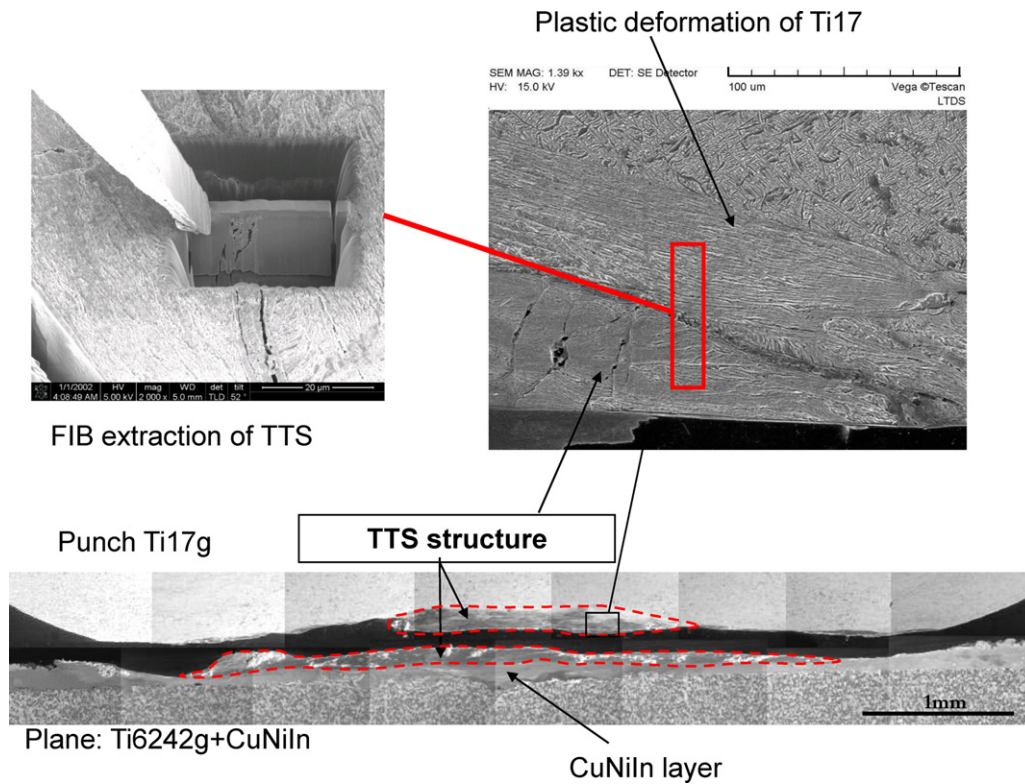
#### 4.2.2. Wear scenario

The former points 1 and 2 are consistent with previous investigations of TTS activation. This suggests that the TTS structure is generated through the accumulation of plastic strain [8,29]. The accumulation of dislocation promotes a recrystallization process, changing the initial micro  $\alpha$  grain structure to a nano  $\beta$ -grain structure [10]. TEM analysis shows that the final grain size of a TTS is no more than a few nanometers. It can be understood that the recrystallisation process transforms the meta-stable  $\beta$ -structure to the more stable  $\alpha$ -structure. However, it is somewhat difficult to understand why the TTS grain size remains so small and where the  $\beta$  alloying elements are located?

Blanchard et al. [10,11] hypothesised that during the recrystallisation process the ( $\beta$ ) elements diffused at the grain boundaries of the nano structure with the two following consequences: the inner nano grain is composed of pure Ti element which can explain the ( $\alpha$ ) structure activation, whereas the higher concentration of  $\beta$ -element at the grain boundary tends to block the coalescence of nano grains, stabilizing the nano structure.

Points 3 and 4 have been elucidated in [28], assuming a synergistic interaction between an oxygen air depletion phenomenon favoured by the very large contact configuration, and the plastic strain TTS transformation. Indeed, even if nitrogen has a tendency to react with titanium, the nitriding process is generally performed in an oxygen-free environment to prevent the rapid formation of  $\text{TiO}_2$  at the surface and with high energy provided (i.e. high temperature up to  $1000\text{ }^\circ\text{C}$ ) in order to overcome the low enthalpy of formation of titanium nitride. Therefore the activation of the nitriding process in ambient fretting conditions can only be effective for such "unusual" fretting conditions.

Fretting is a very particular phenomenon characterized by the fact that the centre of the contact is never directly exposed to the environment. Besides, high pressure conditions, by promoting extended metal interactions, significantly reduce the penetration of the air inside the contact through the roughness interstices. Therefore the following "Oxygen depletion air process" can be considered. Titanium being very reactive with oxygen, most of the air oxygen is consumed at the lateral border of the contact so that a lateral highly oxidised rim is formed all around the scar borders. Then, the small quantity of air further entering the contact should contain less and less oxygen as it penetrates toward the centre. In the end the gas reaching the centre would be oxygen-depleted and nascent Ti would be able to react with nitrogen. Finally, the intro-



**Fig. 11.** SEM observation of the Ti6242–CuNiIn/Ti17 interface ( $P=4000\text{ N}$ ;  $\delta^* = \pm 150\ \mu\text{m}$ ;  $T=250^\circ\text{C}$ ,  $N=25,000$  cycles), FIB extraction of TTS layer for TEM observations.

duction of very high plastic deformations, again favoured by the high pressure conditions, provides the required energy to activate the nitriding process.

Fig. 13 illustrates the wear scenario developed from this investigation. The inner Ti17 TTS layer is very hard and brittle, displaying very poor capacity to accommodate the shear deformation induced by the fretting sliding. Besides, in the absence of oxygen, CuNiIn displays substantial adhesive interaction with the Ti alloy. Therefore the effective sliding interface is no longer located between Ti17 and CuNiIn but, as suggested by the cross section assessments, moves within the brittle Ti17 TTS layer. The activation of Ti17 TTS transfers on the coating induces a composite interface structure consisting of an oxidized third body corona involving Ti17 and CuNiIn first bodies which surrounds an inner homogeneous TTS-Ti17/TTS-Ti17 interface.

#### 4.2.3. Quantification of wear kinetic's

For a conventional system without any transfer phenomena, determining of wear volumes is quite simple. It consists in computing the material removal volume by subtracting surface profiles obtained before and after wear (Fig. 14).

Using this conventional analysis, the wear volume of the plane ( $V_{\text{plane}}$ ) and the punch ( $V_{\text{punch}}$ ) can be estimated and the total wear volume of the system defined by the following expression:

$$V_{\text{tot}} = V_{\text{plane}} + V_{\text{punch}} \quad (3)$$

The wear volumes are computed by comparing 3D surface profiles obtained before and after the test. Hence, the discrepancy related to the wear measurement is rather small, less than 5%. For confidentiality aspects, all the wear volume values will be systematically normalised by a reference wear volume ( $V_{\text{ref}}$ ) representative of the threshold damage of the interface.

Fig. 15 plots the evolution of the total wear volume of the system versus the accumulated dissipated energy [13,30].

From this analysis the following points could be drawn:

1. A linear evolution is observed which implies that the energy wear approach is pertinent to quantify the wear rate. The following expression has been extrapolated:

$$V = \alpha \cdot \Sigma Ed + V_0 \quad (4)$$

With  $\alpha$  the energy wear rate and  $V_0$  the offset of wear.

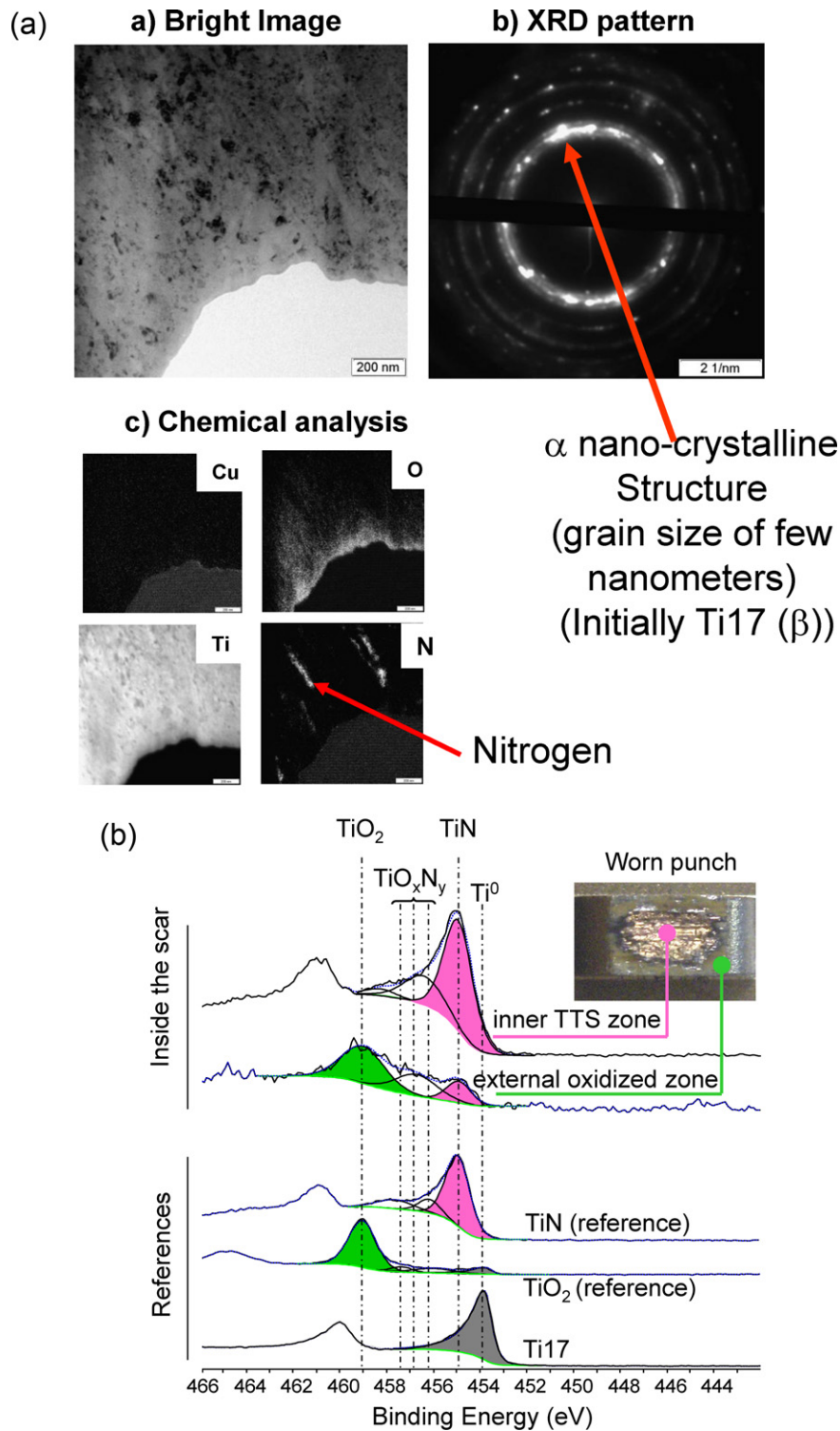
However, as demonstrated in previous works focusing on TTS activation [8], it appears more realistic to consider a threshold incubation energy ( $Ed_{th}$ ) first required to transform the materials before the incipient debris formation and actual wear activation. Therefore the following formulation is preferred:

$$\text{If } \Sigma Ed < Ed_{th} \text{ then } V=0$$

$$\text{If } \Sigma Ed > Ed_{th} \text{ then } V = \alpha \cdot (\Sigma Ed - Ed_{th}) \quad (5)$$

2. Temperature does not affect the wear process, indeed all the experimental results are equally dispersed around along a linear extrapolation. This suggests that, contrary to other systems like stainless steel contact, which shows a sharp transition with temperature due to the activation of a low friction glaze layer, temperature seems not to affect the tribological response of the studied Ti17/CuNiIn interface. A single wear process is here activated implying a single energy wear dependency. However this basic description remains incomplete. For instance, it does not include the transfer volume in its formulation. Besides, as suggested by Fig. 16, a direct correlation between the plane volume and the CuNiIn wear volumes will imply that CuNiIn wear damage remains constant. This conclusion contradicts the analytical investigations which demonstrate a constant concentration of Cu element in ejected debris, suggesting that the CuNiIn wear is progressive.

An alternative strategy must be developed to better capture the respective wear rates of CuNiIn and Ti17 counterbodies, taking into account various aspects like transfer phenomena and CuNiIn coating porosity compaction.



**Fig. 12.** (a) TEM investigation of TTS layer obtained from the FIB extraction (Fig. 11); (b) XPS spectra of the inner TTS domain and external oxidised zone (evidence of Ti17 nitridation inside the TTS structure).

#### 4.2.4. CuNiIn porosity compaction process

Fig. 16 underlines a significant apparent wear volume of the plane thus without any significant fretting cycles. This surprising behaviour was explained by cross observations of the coating. A significant reduction of porosity density was observed below the contact (Fig. 17).

Indeed, the CuNiIn coating displays a significant porosity concentration, around 10% depending on the projection process. The

combined application of high contact pressure and fretting shear induces a partial plastic collapse of this porosity. One consequence of this compaction process is a reduction of the actual coating thickness. A precise estimation of this so called volume of compacted porosity  $V_{comp}$  is not easy. In addition to pressure and temperature conditions, the amplitude of this compaction is affected by the initial porosity density which is quite dispersive due to the coating spraying process. It was shown from a dedicated compaction



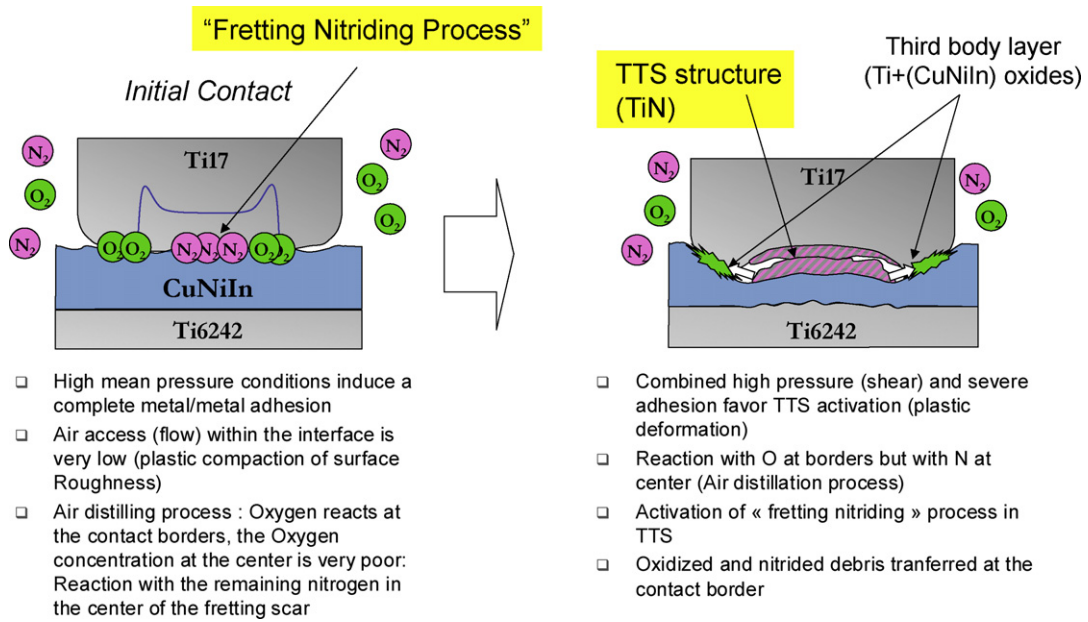


Fig. 13. Diagram of the wear scenario of the Ti17//CuNiIn-Ti6242 interface under high pressure condition.

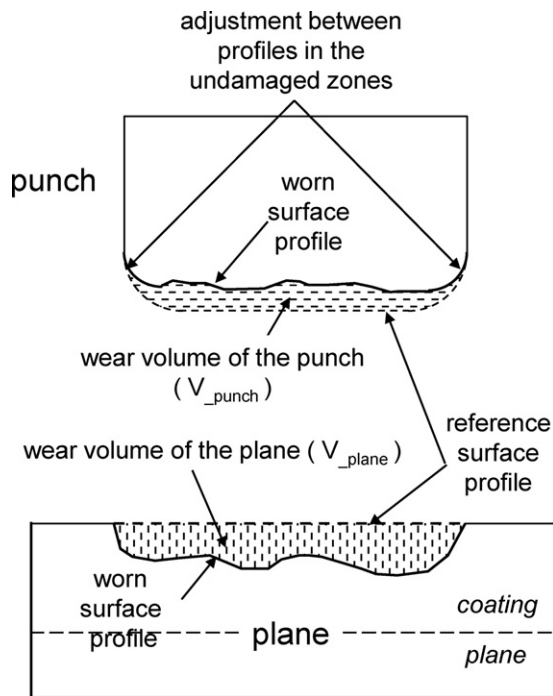


Fig. 14. Illustration of the methodology applied to determine plane and punch wear profiles.

analysis which consisted in imposing a constant normal force followed by a few fretting cycles (i.e. less than 20 cycles so as not to activate any wear phenomena), that the mean compaction volume generated for the studied high pressure domains is around  $V_{comp} = 0.044 V_{ref}$ . This value will be considered constant in the following analysis.

#### 4.2.5. Determination of the Ti17 TTS transfer volume on the plane

The former analysis concludes that estimating of the Ti17 transfer volume on the coating is a key factor in achieving a pertinent wear analysis. The following non destructive methodology has been developed (Fig. 18). Using a 3D surface profile, the deepest

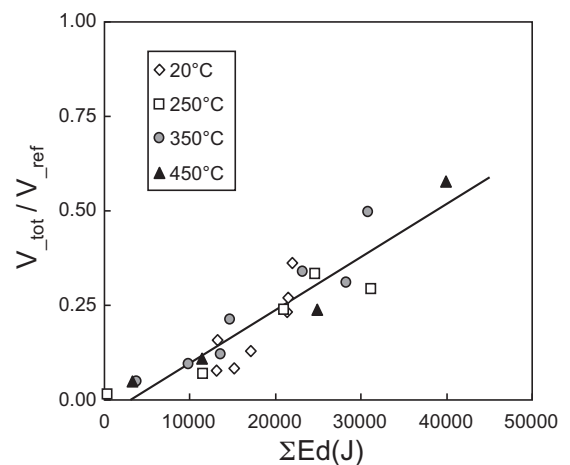


Fig. 15. Evolution of the total wear volume of the system versus the accumulated dissipated energy ( $V_{tot} = V_{plane} + V_{punch}$ ).

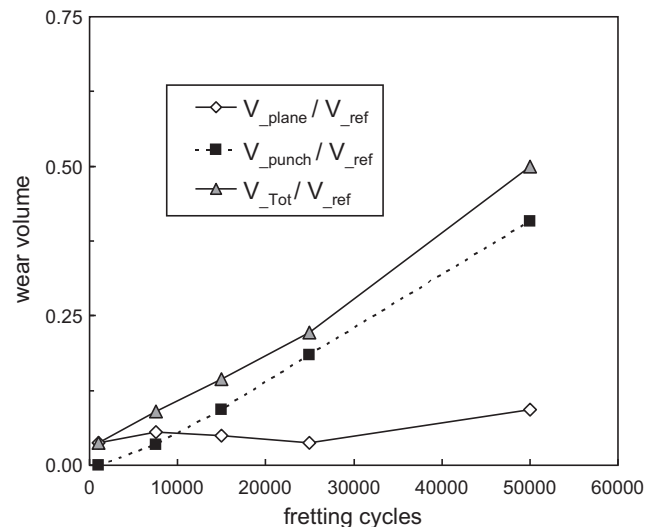
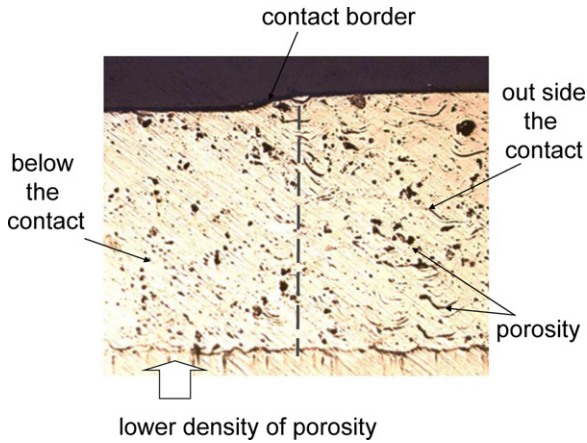
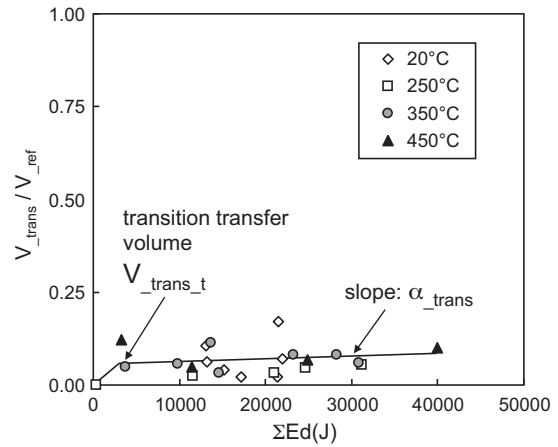


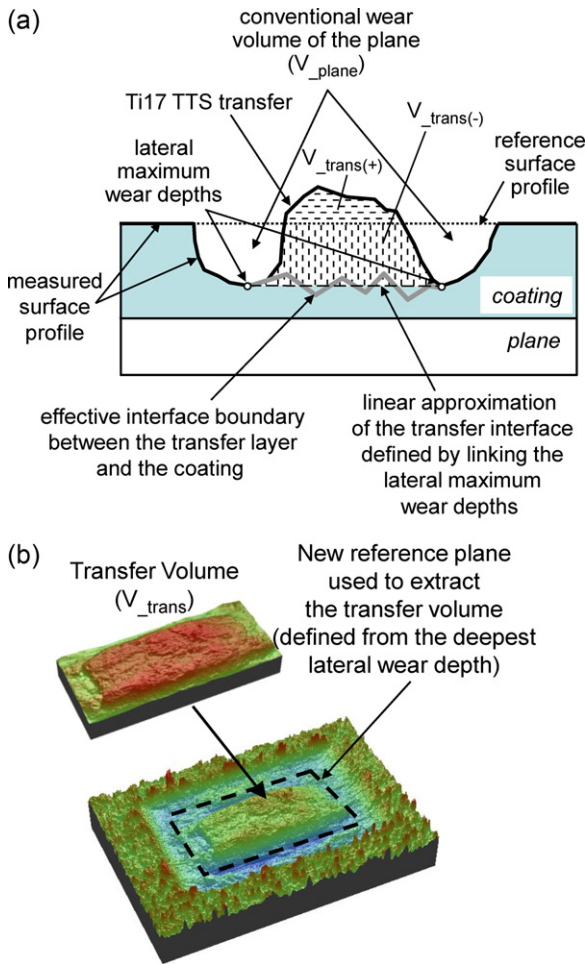
Fig. 16. Evolution of wear volume versus fretting cycles ( $P = 3000\text{N}$ ,  $T = 350^\circ\text{C}$ ,  $\delta^* = \pm 150\ \mu\text{m}$ ).



**Fig. 17.** Illustration of the porosity compaction process of plasma CuNiIn coating due to the fretting contact loading ( $P=4000\text{ N}$ ,  $T=250^\circ\text{C}$ ,  $\delta^*=\pm 150\ \mu\text{m}$ ,  $N=20$  cycles).



**Fig. 19.** Evolution of the Ti17 TTS transfer volume on the plane versus the accumulated dissipated energy ( $V_{\text{trans},t}/V_{\text{ref}}\approx 0.0625$ ,  $\alpha_{\text{trans}}=0.75\times 10^{-6} V_{\text{ref}}/J$ ).



**Fig. 18.** Schematic illustration of the determination of Ti17 TTS transfer volume on the coating: (a) 2D illustration of the methodology; (b) actual application of this approach using 3D surface analysis.

points located around the central transfer domain are determined to establish a new reference plane representative of the boundary between the Ti transfer layer and the CuNiIn coating. The transfer volume ( $V_{\text{trans}}$ ) is therefore estimated by computing the volume located above this reference surface in the central domain of the fretting scar. To optimize the analysis, the transfer volume located below the reference surface plane, called  $V_{\text{trans}(-)}$ , and the trans-

fer volume located above the reference surface plane,  $V_{\text{trans}(+)}$ , are each established:

$$V_{\text{trans}} = V_{\text{trans}(-)} + V_{\text{trans}(+)} \quad (6)$$

Correlation with destructive cross section expertises shows that the error induced by the linear approximation of the CuNiIn – Ti17 transfer boundary remains smaller than 15%, which justifies the given approach to determine the Ti17 transfer volume.

Fig. 19 displays the evolution of the transfer volume versus the accumulated dissipated energy. Again, temperature does not influence the transfer phenomena, all the results are aligned along a single master curve. A bilinear approximation is considered to describe the transfer evolution. After an initial sharp increase toward a transition transfer volume ( $V_{\text{trans},t}/V_{\text{ref}}\approx 0.0625$ ), the transfer rate stabilizes at a very small value ( $\alpha_{\text{trans}}=0.75\times 10^{-6} V_{\text{ref}}/J$ ). This implies that when the transfer layer is formed, the rate of transfer degradation inducing debris compensates for the rate of transfer formation from the Ti17 punch. We demonstrate here that the transfer phenomenon is a saturating process at least for the studied loading range. This conclusion is consistent with previous investigations showing that the TTS layer converges toward a constant thickness controlled by an equilibrium between TTS formation from the substrate and TTS destruction toward debris.

#### 4.2.6. Introduction of an “effective wear volume” analysis

By estimating the compaction and the transfer volume, a more sophisticated description of wear rates can be addressed. This formalisation is however a function of how the TTS transfer layer is considered.

- According to Berthier et al. [31], as long as the transfer layer is maintained in the interface, it can not be considered as wear volume. With this assumption, the Ti17 transfer on the plane still participates in the tribosystem. It is not considered as wear volume but remains as a full part of the Ti17 first body. The so called effective wear volume analysis ( $V_{\text{eff}}$ ) is here considered to address this wear description.
- Alternatively, Fouvry et al. [32] showed that transferred structure is very brittle. When submitted to cyclic partial cycle loading, it fractures and when a few gross slips are applied this volume of material is fully removed from the interface. Therefore, due to its very poor mechanical properties, the transfer layer cannot be considered as the native Ti17 alloy, but rather as related to the wear volume. An alternative “damage volume” approach (i.e.  $V_{\text{damage}}$ ), defined as the sum of the effective wear volume and the transfer volume, is here introduced.

Based on these two definitions the following variables are considered:

The effective wear volume of the CuNiIn is defined as the sum of the conventional wear volume of the plane and the Ti17 transfer volume located below the surface reference plane subtracting the porosity compaction volume:

$$V_{\_eff\_CuNiIn} = V_{\_plane} + V_{\_trans}(-) - V_{\_comp} \quad (7)$$

No significant transfer of CuNiIn has been observed on the punch, which infers that the damage volume of CuNiIn is equivalent to the effective wear volume:

$$V_{\_damage\_CuNiIn} = V_{\_eff\_CuNiIn} \quad (8)$$

The effective wear volume of the Ti17 is approximated by subtracting the total volume of Ti17 transferred to the plane from the conventional wear volume measured on the punch:

$$V_{\_eff\_Ti17} = V_{\_punch} - V_{\_trans} \quad (9)$$

Alternatively, the damage volume of Ti17 is directly related to the wear volume measured on the punch:

$$V_{\_damage\_Ti17} = V_{\_eff\_Ti17} + V_{\_trans} = V_{\_punch} \quad (10)$$

The total effective wear volume is obtained with the following expressions:

$$V_{\_eff\_tot} = V_{\_eff\_CuNiIn} + V_{\_eff\_Ti17} = V_{\_tot} - V_{\_comp} \quad (11)$$

Excluding the compaction volume, this suggests that the whole effective wear volume is well described by the conventional total wear volume. By contrast, the damage approach, which considers the Ti17 transfer volume as effective worn material, modifies this formulation so that:

$$V_{\_damage\_tot} = V_{\_damage\_CuNiIn} + V_{\_damage\_Ti17} = V_{\_tot} + V_{\_trans}(-) - V_{\_comp} \quad (12)$$

$$\approx V_{\_tot} + V_{\_trans} - V_{\_comp}$$

Fig. 20 plots the evolution of the effective wear volumes of CuNiIn and Ti17 versus the accumulated dissipated energy. Again, a single linear approximation can be considered to quantify the effective wear rates, suggesting that both CuNiIn and Ti17 display a progressive wear response proportional to the friction energy which is not much affected by temperature. By observing Fig. 20b more precisely, it can be noted, however, that the effective wear volumes of Ti17 obtained at 350 °C are systematically above the linear approximation, whereas the results obtained at 20 °C are below. This suggests that temperature gradually affects the Ti17 energy wear rate, probably due to the activation of oxidation processes. However, the difference remains rather small, and the quantity of data is not sufficient to establish representative tendencies. Therefore, to simplify the analysis, a single linear energy description compiling all the temperature results is still considered. To conclude, it can be underlined that introducing of the effective wear volume analysis provides us with a better and more realistic description of CuNiIn and Ti17 wear kinetics.

Fig. 21 compares the wear damage of the system considering either the effective or damage wear volumes. As expected, adding the contribution of both CuNiIn and Ti17 interfaces, a significant dispersion can be observed. The damage wear volume formulation which includes both effective wear and transfer volumes induces a reduction of the threshold incubation energy and a smooth increase of the energy wear factor.

The incubation energy shift is explained by the fact that the damage wear volume analysis does not consider the transfer volume as part of the tribosystem and consequently does not involve it in the energy balance related to the TTS transformation. Alternatively, the

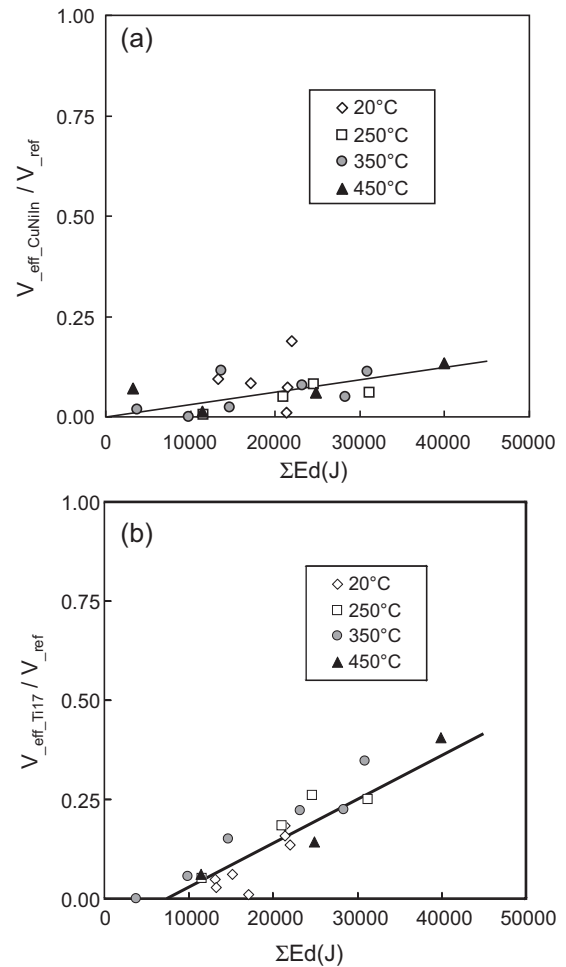


Fig. 20. Evolution of the effective wear volume of CuNiIn (a) and Ti17 (b) versus the accumulated dissipated energy.

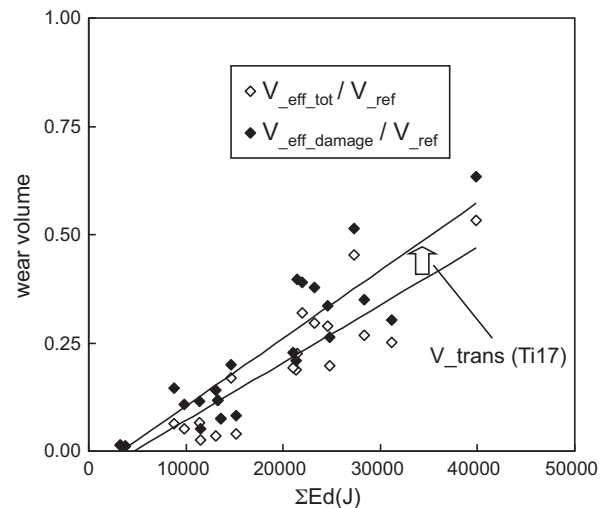


Fig. 21. Evolution of the whole interface damage versus the accumulated dissipated energy.

smooth increase of the damage energy wear factor compared to the effective wear value is related to the very low transfer rate ( $\alpha_{trans}$ ).

This analysis has been generalized and the various quantitative parameters extracted from the energy wear investigation are compiled in Table 3.

**Table 3**Energy wear coefficients and threshold incubation energies extracted from the energy wear analysis (high pressure domain ( $p > p_{th}$ ),  $T$  (°C): 20–450).

	$V_{plane}$	$V_{punch}$	$V_{eff,CuNiIn}$	$V_{eff,Ti17}$	$V_{damage,Ti17}$	$V_{eff,tot}$	$V_{damage,tot}$
$\alpha$ ( $\times 10^{-5} V_{ref}/J$ )	0.084	1.3	0.279	1.06	1.525	1.337	1.575
Edth (J)	–56,483	4275	207	6165	2962	4925	3554

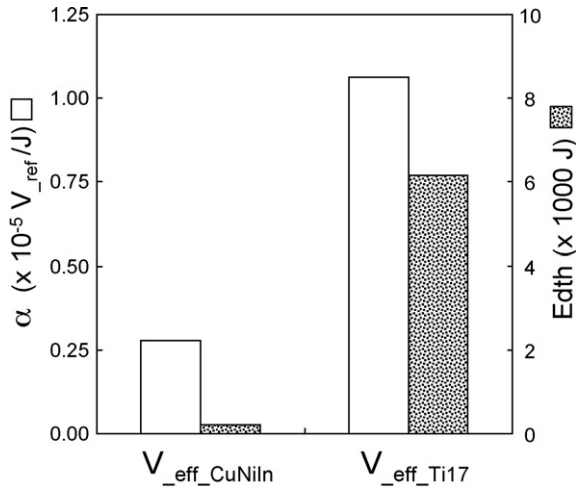
**Fig. 22.** Comparison between effective wear rate of the CuNiIn and Ti17 under high pressure regime ( $p > p_{th}$ ) ( $\alpha$ : energy wear coefficient, Edth: threshold incubation energy).

Fig. 22 compares the energy wear parameters extracted for Ti17 and CuNiIn surfaces.

The energy wear rate of the Ti17 interface is at least 3 times higher than the CuNiIn coating. Hence, more than 75% of the total wear volume of the system is provided by the Ti17 punch. The CuNiIn plasma coating displays relatively poor tribological properties. Its wear rate is low but unfortunately, by favouring Ti transfer phenomena, it considerably increases the wear rate of the Ti17 counterface. The threshold incubation energy of the plasma CuNiIn coating is quasi negligible, which is consistent with the fact that no CuNiIn TTS transformation has been identified. By contrast, the threshold incubation energy defined for the Ti17 interface is high, suggesting that a significant quantity of friction energy is required to activate the Ti17 TTS process. By subtracting the threshold incubation energy ( $Edth_{eff,Ti17}$ ) from the corresponding value related to the damage volume formation ( $Edth_{damage,Ti17}$ ), the energy related to the Ti17 TTS transfer volume on the CuNiIn layer can be estimated:

$$\Delta Edth_{trans} = Edth_{eff,Ti17} - Edth_{damage,Ti17} \approx 3203J. \quad (13)$$

By dividing this energy by the corresponding stabilised transfer volume ( $V_{trans,t}$ ), the intrinsic energy related to the transfer formation (i.e. including the TTS transformation of the Ti17 transferred material and the transfer process itself) can be approximated:

$$Ed_{trans} = \frac{\Delta Edth_{trans}}{V_{trans,t}} = 51200J/V_{ref}. \quad (14)$$

It is interesting to note that the energy related to the transfer volume is close to the incubation energy defined for the Ti17 damage analysis (i.e.  $\Delta Edth_{trans} \approx Edth_{damage,Ti17}$ ).

Besides, cross section analyses confirm an equi-partition of the TTS volume both on the Ti17 punch and on the CuNiIn layer as transferred material (Fig. 11).

These two conclusions suggest that a single energy of activation can be considered to describe the transfer and TTS formation:

$$Ed_{trans} \approx Ed_{TTS} \quad (15)$$

One interesting deduction from the previous relationship is the fact that the transfer process itself (i.e. excluding the TTS transformation) is a quasi non energy consuming phenomenon:

$$Ed_{trans} = Ed_{TTS} + Ed_{transfer\ process} \approx Ed_{TTS} \quad (16)$$

Which implies:

$$Ed_{transfer\ process} \approx 0J \quad (17)$$

One hypothesis to explain that transfer is a non-energy-consuming process compared to TTS activation is that transfer implies a surface process, whereas TTS transformation is related to a material volume transformation involving high-energy-consuming plastic phenomena.

The conjunction of this energy balance analysis suggests that a single intrinsic energy can be considered to formalise the TTS activation. Although a significant part of the friction energy is consumed by thermal dissipation, the good correlation which is observed supports the pertinence of the given energy approach. This can partly be explained by noting that the analysis focuses on the initial damage processes, before the first debris activation. On the other hand this energy analysis is exempt from disturbing third body dissipation processes. Hence, in addition to providing us with a more realistic quantification of wear damage, this analysis allows a better description of TTS and transfer processes.

#### 4.3. Wear behaviour under low pressure conditions ( $p < p_{th}$ )

##### 4.3.1. Analytical description of wear process

Fig. 23 confirms that wear damage under low pressure conditions is progressive, and corresponds to a conventional abrasive wear process. By contrast to high pressure conditions, no Ti17 transfers can be observed on the coated surface.

To better characterise the wear damage, SEM and EDX observations of steady state fretting scars (50,000 cycles) have been performed. SEM observations of the plane surface confirm the presence of a homogeneous third body layer consisting of compacted submicronic oxidized particles (Fig. 24). Indeed, by contrast to the high pressure conditions (Fig. 10), surface EDX chemical investigations show that the composition of this third body is constant over the whole fretted interface. It mainly consist of oxidized titanium debris with a rather low content of Copper and Nickel elements, less than 10%. Again, it transpires that the wear process is mainly activated on the titanium counterface rather than on the coating.

Cross section observations given in Fig. 25 outline that this third body layer is homogenous and relatively thin, generally less than 10  $\mu m$ . Very tiny Ti17 transfers are observed on the plane CuNiIn coating at the lateral borders where the maximum peak pressure is imposed (Fig. 3). However, most debris observed in these lateral inlet zones consist of Cu, Ti and Ni oxides, as previously underlined in Fig. 24. By contrast to the high pressure situation (Fig. 11), most of the CuNiIn coating interface remains undeformed, without any Ti17 TTS transfer. Cross section examinations of the Ti17 punch lead to similar conclusions. The worn interface is homogeneous and quasi-undeformed. A smooth plastic deformation of the Ti17 microstructure can be observed on the top few surface microns but no TTS structure has been detected. A thin third body layer, mainly consisting of Ti oxides including a small proportion of Cu, covers the whole surface. This analytical description of the interface suggests that at the global scale of the contact, the application of



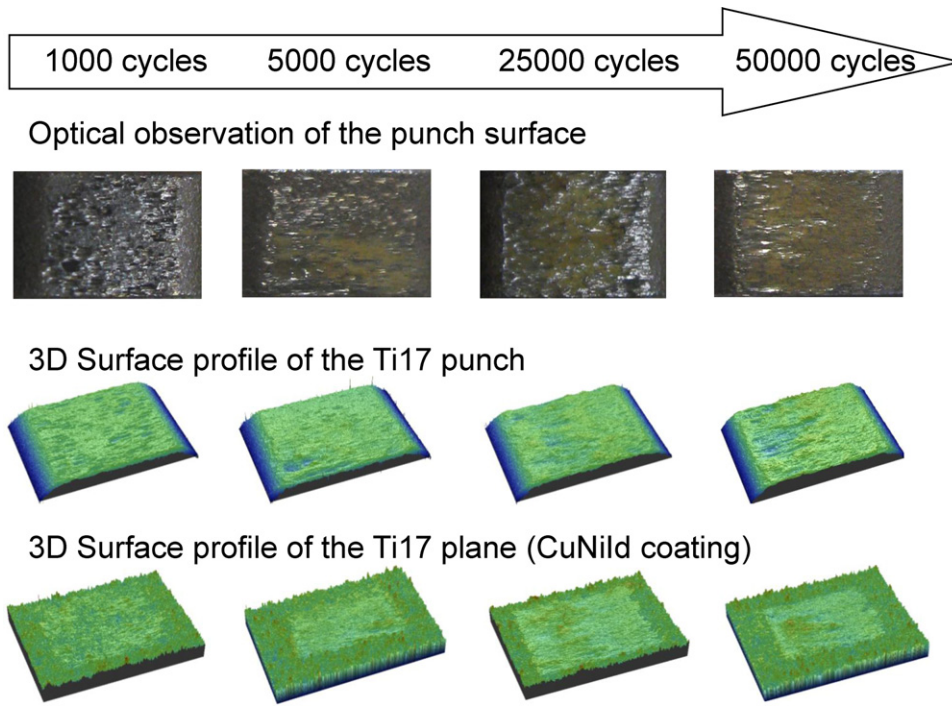
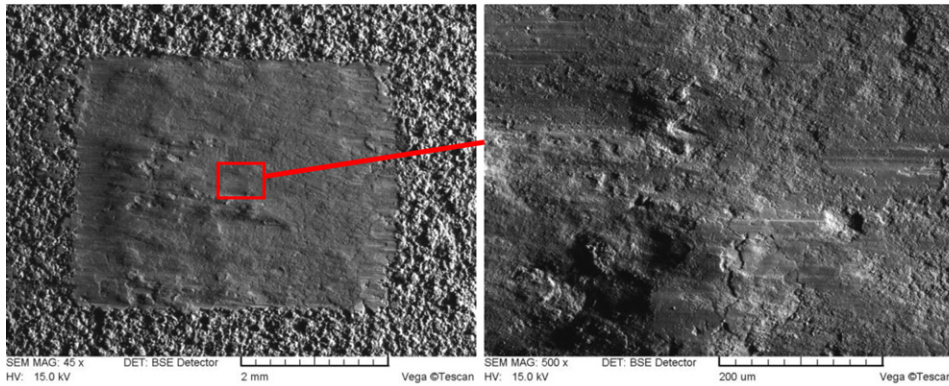
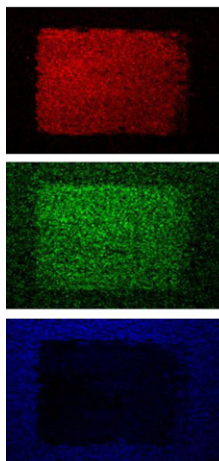


Fig. 23. Damage evolution as a function of the test duration under low pressure conditions: Ti17g/CuNiIn interface at 450 °C pour  $P=300\text{ N}$ ,  $\delta^* = \pm 150\ \mu\text{m}$ .

### SEM BSE image of the plane



### EDS element mapping



Ti

O

Cu

### EDS spectra analysis

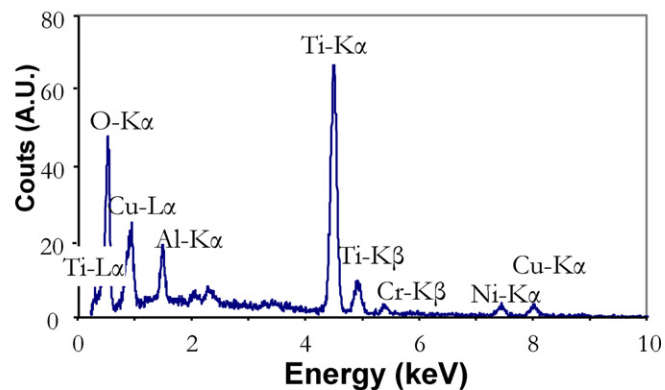


Fig. 24. SEM observation and EDS analysis of the fretting scar obtained after 50,000 cycles under low pressure conditions (450 °C,  $P=300\text{ N}$ ,  $\delta^* = \pm 150\ \mu\text{m}$ ).

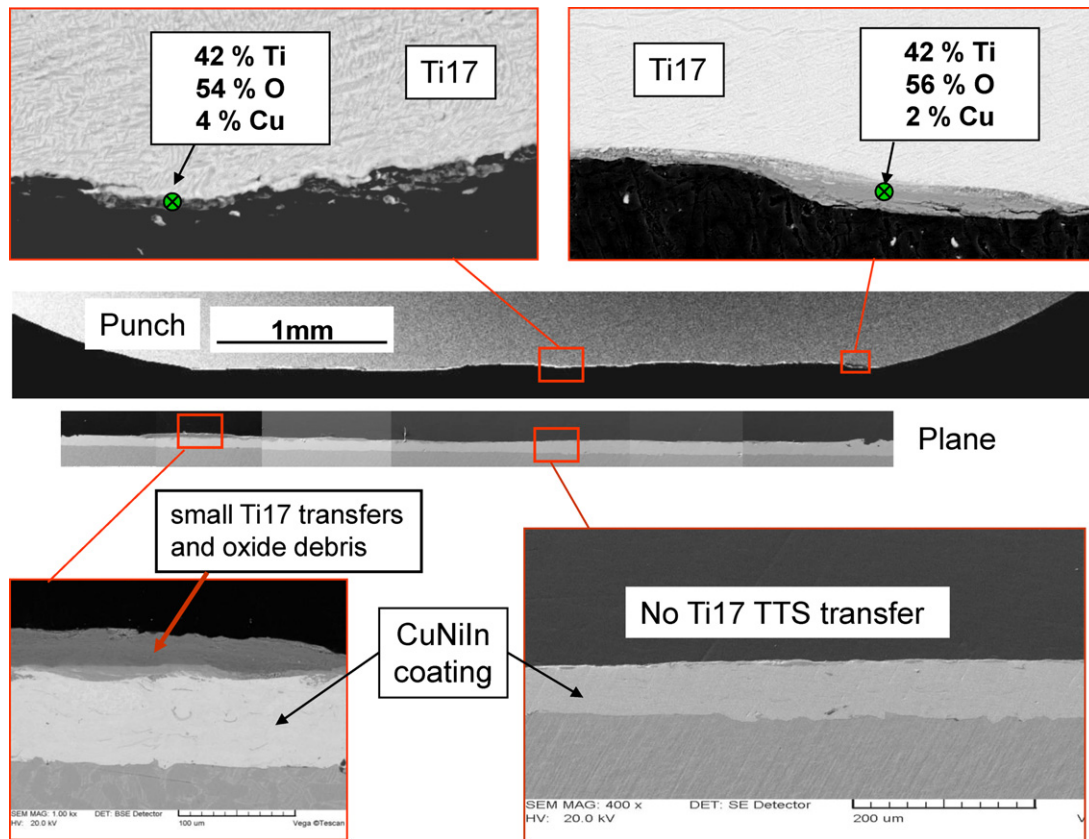


Fig. 25. Cross section of the Ti17/CuNiIn–Ti6242 interface subjected to fretting wear under low pressure conditions (50,000 cycles, 450 °C,  $P=300\text{ N}$ ,  $\delta^*=\pm 150\ \mu\text{m}$ ).

low pressure conditions prevents the TTS transformation and limits the metal transfers so that the wear process is mainly controlled by a three body abrasion process.

#### 4.3.2. Wear scenario

Fig. 26 synthesises the wear scenario deduced from the given observations. By contrast to high pressure conditions, the low pressure regime limits metal interaction and plastic strain. Hence no TTS structures are activated. Besides, the interface roughness is still rough allowing a significant gas exchange between the inner and the outer part of the interface. No air distilling process is activated

so that oxygen molecules penetrate as far as the inner part of the contact. A generalised abrasion – oxidation process is activated over the whole interface leading to a homogeneous Ti + (CuNiIn) oxide third body layer.

#### 4.3.3. Quantification of wear rates

The global wear response of the system was investigated varying the displacement amplitude from  $\pm 125$  to  $\pm 175\ \mu\text{m}$ , the test duration from 5000 to 50,000 cycles and the normal force from 300 to 1000 N (i.e. inducing mean pressure from 20 to 70 MPa). Three levels of temperature  $T=20, 250$  and  $450\ ^\circ\text{C}$  have been analysed.

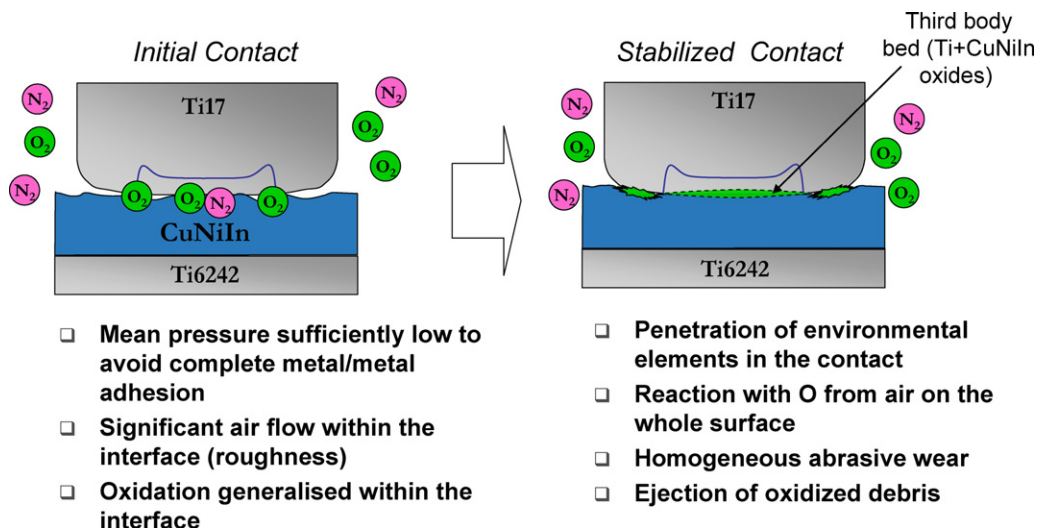


Fig. 26. Synthetic illustration of the fretting wear scenario of the Ti17/CuNiIn–Ti6242 under low pressure conditions.



The absence of transfer phenomena simplifies the wear volume analysis and leads to the following expressions:

$$V_{\text{eff\_Ti17}} = V_{\text{punch}}, \quad (18)$$

$$V_{\text{eff\_CuNiIn}} = V_{\text{plane}} - V_{\text{comp}}, \quad (19)$$

$$V_{\text{eff\_tot}} = V_{\text{eff\_CuNiIn}} + V_{\text{eff\_Ti17}} = V_{\text{tot}} - V_{\text{comp}} \quad (20)$$

$$V_{\text{damage\_tot}} = V_{\text{eff\_tot}} \quad (21)$$

Under low pressure conditions the compaction of coating porosities is reduced. An averaged compaction volume was estimated around  $V_{\text{comp}} \approx 4.375 \times 10^{-3} V_{\text{ref}}$ . Fig. 27 plots the evolutions of  $V_{\text{eff\_Ti17}}$  and  $V_{\text{eff\_CuNiIn}}$  versus the accumulated dissipated energy. Linear evolutions are observed, supporting the energy approach to quantify this abrasion wear process. Like for high pressure conditions, single master curves are identified, which suggests that temperature does not affect the wear process. All the corresponding energy variables extracted from the linear approximation are compiled in Table 4. Like for the high pressure regime, the wear rate of Ti17 is higher than that of CuNiIn. However the difference is smaller. Hence, the energy wear ratio under low pressure conditions given by:

$$K_{\alpha}(p < p_{\text{th}}) = \frac{\alpha_{\text{Ti17}}(p < p_{\text{th}})}{\alpha_{\text{CuNiIn}}(p < p_{\text{th}})} \approx 2.1, \quad (22)$$

is significantly reduced compared to the value defined under high pressure situation  $K_{\alpha}(p > p_{\text{th}}) = 3.8$ . The relative wear of the Ti17 interface appears to be smaller under low pressure conditions.

A second interesting aspect is the fact that all the linear approximations cross the origin. This tendency is consistent with the fact that no TTS transformation has been activated either on the CuNiIn or on the Ti17 surface. If no TTS are generated, no threshold incubation energy can be expected.

#### 4.4. Discussion

Fig. 28 synthesises the global wear response of the Ti17/CuNiIn under gross slip condition. This analysis shows that wear processes are not affected by temperature in the range 20–450 °C but are highly dependent on pressure. Below a threshold mean pressure ( $p_{\text{th}} \approx 85$  MPa), conventional three body abrasive wear processes are activated, leading to the formation of a homogeneous Ti(CuNiIn) oxide third body. The coefficient of friction decreases with the mean pressure, verifying a pressure dependent friction law.

Above this threshold, severe adhesive wear phenomena take place, including TTS transformation and transfers onto the CuNiIn coating. Besides, an unusual Ti nitriding process within the TTS structure was highlighted. Based on analytical investigations, it was suggested that this nitriding process results from a synergetic interaction between an “oxygen depletion air process” and high plastic strain deformation providing the required energy to activate the nitriding reaction. It is noteworthy that this assumption is supported by the following two statements:

- If the contact is too small, the oxygen depletion air process is not effective and no nitriding phenomena should be observed. This conclusion is confirmed by the Sauger et al. investigations which never observed any nitride structures in TTS layers obtained using small contacts.
- Below a threshold contact pressure the imputed plastic deformation (i.e. plastic energy) is not sufficient to activate the nitriding process. This conclusion is presently confirmed by the given investigation under low pressure conditions where no TTS or nitride structures have been localised.

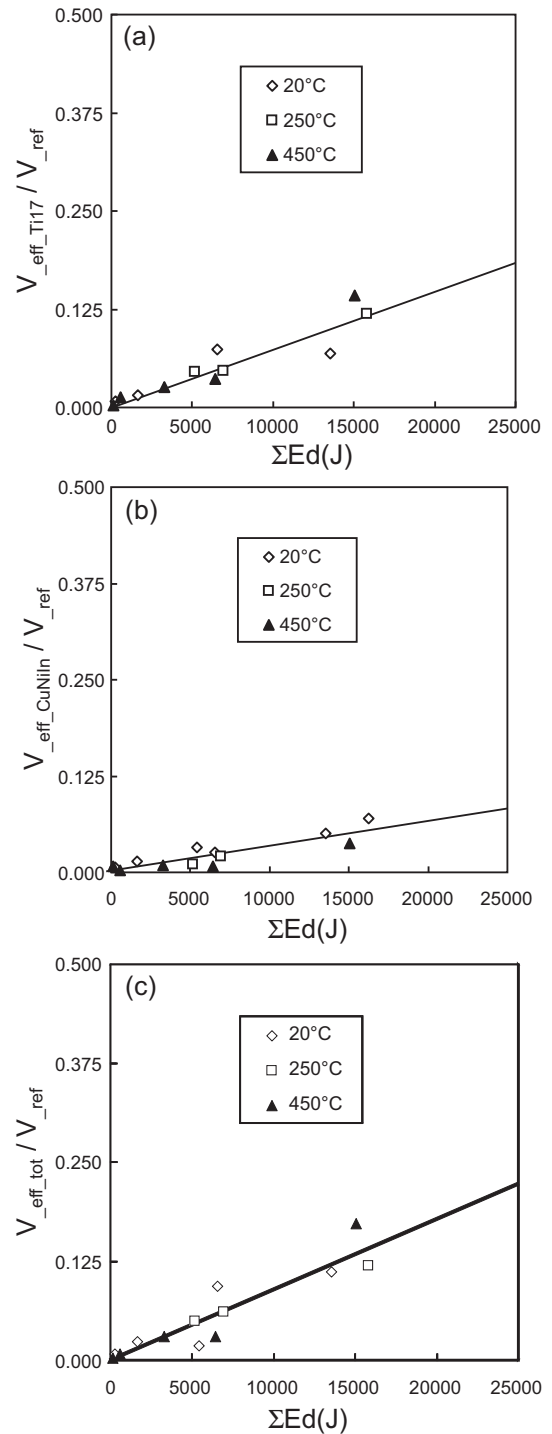


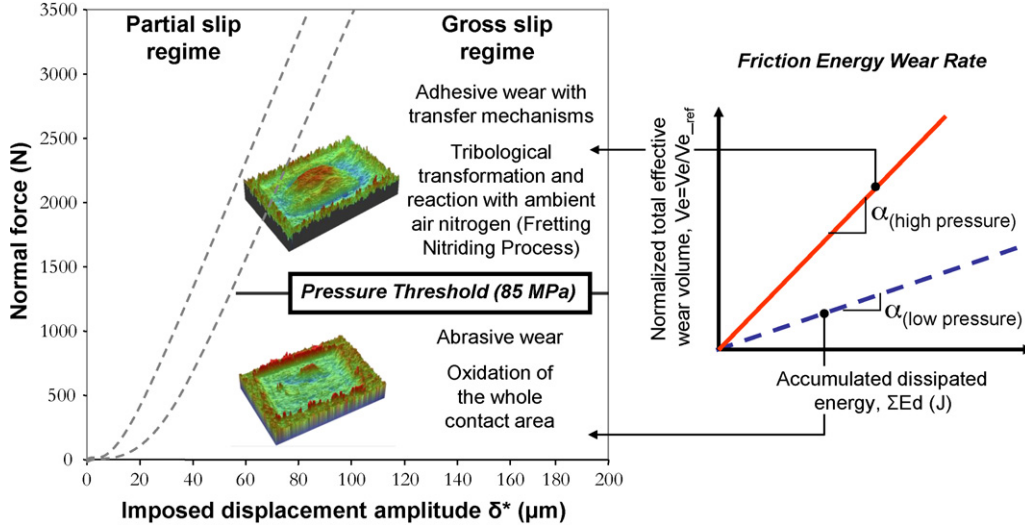
Fig. 27. Evolution of the effective wear volumes versus the accumulated dissipated energy for low pressure conditions: (a) Ti17; (b) CuNiIn; (c) total system.

One consequence of this discontinuous evolution of wear phenomena is a significant increase of the system wear rate between low and high pressure regimes. This increase is around 50%, assuming the effective wear volume approach, but can reach 80% if the damage volume description is considered (i.e. considering the Ti17-TTS transfer volume as worn material).

The introduction of the effective wear volume approach by quantifying the transfer volume provides us with a more realistic wear description of contact components. Fig. 29 shows that the effective energy wear rate of CuNiIn remains constant and even

**Table 4**  
Energy wear coefficient and threshold incubation energy extracted from the linear approximation of wear volume versus the accumulated dissipated energy (low pressure conditions ( $p < p_{th}$ ),  $T$  (°C): 20–450).

	$V_{plane}$	$V_{eff\_CuNiIn}$	$V_{eff\_Ti17}$	$V_{eff\_tot}$
$\alpha$ ( $\times 10^{-5} V_{ref}/J$ )	0.30	0.32	0.67	0.88
Edth (J)	–1013	403	–259	–39



**Fig. 28.** Synthetic illustration of the fretting Ti17/CuNiIn-wear process as a function of the pressure conditions under gross slip condition.

tends to decrease by nearly 15% under high pressure conditions. By contrast, the activation of TTS and transfers under high pressure conditions sharply increases the Ti17 wear rate. The latter increases by nearly 60% from low to high pressure regimes and up to 120% if a damage volume description is considered. The given energy approach is a global description. It is reliable for non adhesive wear conditions (i.e.  $p < p_{th}$ ) but cannot address the local wear processes when transfers are activated. Indeed, as illustrated in Fig. 30a, for a non-adhesive wear process, assuming a homogeneous energy flow is transferred toward Ti17 and CuNiIn materials. Considering the interface structure, when Ti17-TTS transfers are activated (i.e.  $p > p_{th}$ ), the energy balance is completely modified: in addition to the energy flow transferred toward the native Ti17 and CuNiIn surface, a major part of the friction energy is distributed toward Ti17 TTS structures either on the punch or transferred to the plasma coating. Therefore a local energy wear approach must be considered to better rationalize the interface degradation.

#### 4.4.1. Introduction of a local energy flow approach to rationalise the global energy wear rates

Considering that wear is proportional to the dissipated friction energy, it can be assumed that the respective wear rate of each interface component is proportional to its related imputed energy flow. It ensues that the wear volume of the component “i” will be proportional to the corresponding energy flow “ $\varphi_i$ ” following the given expression:

$$V_{eff\_i} = \beta_i \cdot \varphi_i \quad (23)$$

With  $\beta_i$ , the local energy wear rate related to the material “i”.

Let us examine conventional interfaces where no transfers take place, like the studied Ti17/CuNiIn interface under low pressure conditions (Fig. 30a), it transpires that:

$$V_{eff\_Ti17} = \beta_{eff\_Ti17} \cdot \varphi_{Ti17} \quad (24)$$

and

$$V_{eff\_CuNiIn} = \beta_{eff\_CuNiIn} \cdot \varphi_{CuNiIn} \quad (25)$$

Assuming that the total dissipated energy is equally divided between the two counterparts, it can be inferred that:

$$\varphi_{Ti17} = \varphi_{CuNiIn} = \frac{\Sigma Ed}{2} \quad (26)$$

which implies:

$$\beta_{eff\_Ti17} = 2 \cdot \alpha_{eff\_Ti17} (p < p_{th}) \quad (27)$$

and

$$\beta_{eff\_CuNiIn} = 2 \cdot \alpha_{eff\_CuNiIn} (p < p_{th}) \quad (28)$$

Focusing on high pressure regimes inducing Ti17-TTS transfer, a modified energy flow partition must be considered. A general energy flow distribution description could be considered to investigate respectively the local wear rates of the native Ti17 alloy, the Ti17-TTS maintained on the punch or transferred to the plane and finally the CuNiIn coating still involved in the tribosystem (Fig. 30b). The formulation of the energy flow partition is therefore a function of the relative Ti17-TTS transfer area (i.e.  $\psi$  = TTS transfer area/contact area):

$$\psi = \frac{S_{Ti17-TTS\_transfer}}{S_{contact}} \quad (29)$$

In a first approximation we abusively consider that the local energy wear rates remains unchanged whatever the applied pressure and the Ti17-TTS wear rate is identical to the native Ti17 value. This implies the following relationships:

$$\beta_{eff\_Ti17\_TTS} = \beta_{eff\_Ti17}(p > p_{th}) = \beta_{eff\_Ti17}(p < p_{th})$$

and

$$\beta_{eff\_CuNiIn}(p > p_{th}) = \beta_{eff\_CuNiIn}(p < p_{th}) \quad (30)$$

The analysis is consequently simplified (Fig. 30c) inferring the following Ti17 and CuNiIn energy flow expressions:

$$\varphi_{Ti17} = \frac{1}{2} (1 + \psi) \Sigma Ed \quad (31)$$

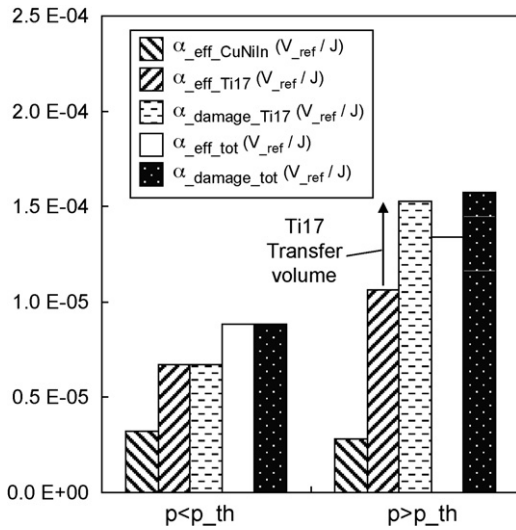


Fig. 29. Energy wear factors as a function of the applied mean pressure.

and

$$\varphi_{\text{CuNiIn}} = \frac{1}{2} (1 - \psi) \Sigma E d \quad (32)$$

Therefore the wear extension under high pressure regime might be approximated as follow:

$$V_{\text{eff-Ti17}} = \frac{1}{2} (1 + \psi) \beta_{\text{eff-Ti17}} \Sigma E d \quad (33)$$

and

$$V_{\text{eff-CuNiIn}} = \frac{1}{2} (1 - \psi) \beta_{\text{eff-CuNiIn}} \Sigma E d \quad (34)$$

Transposed to the conventional energy wear formalism, it becomes possible to extrapolate the global wear rate under high pressure conditions using the energy wear rate defined for low pressure conditions, by just taking into account the relative surface of the Ti17-TTS layer:

$$\alpha_{\text{eff-Ti17}} (p > p_{\text{th}}) = (1 + \psi) \alpha_{\text{eff-Ti17}} (p < p_{\text{th}}) \quad (35)$$

$$\alpha_{\text{eff-CuNiIn}} (p > p_{\text{th}}) = (1 - \psi) \alpha_{\text{eff-CuNiIn}} (p < p_{\text{th}}) \quad (36)$$

The surface examination shows that nearly 50% of the contact is covered by Ti17 transfers. According to this formulation, the energy wear rate of Ti17 under high pressure conditions should be increased by 50% and the corresponding CuNiIn wear rate reduced by an identical factor.

Fig. 31 compares the prediction (dashed lines) given by this model versus the experimental data obtained under high pressure conditions. Despite the very basic assumptions of this model, the correlation is surprisingly good. The model confirms the global tendencies, a decrease of the “apparent” global CuNiIn energy wear rate and an increase of the “apparent” global Ti17 wear rate. The discrepancy between the experimental and predicted Ti17 energy wear rates remains smaller than 10% and nearly 15% for the CuNiIn response. However some difference is existing suggesting that the model could be improved.

#### 4.4.2. Evolution of the intrinsic wear resistance of the transformed materials

One hypothesis to interpret the difference between the experimental and predicted energy wear rates in the high pressure domain and explain why the experimental energy wear rates are systematically higher than the predicted values, is to assume that the local energy wear rate is a function of the nature of the material.

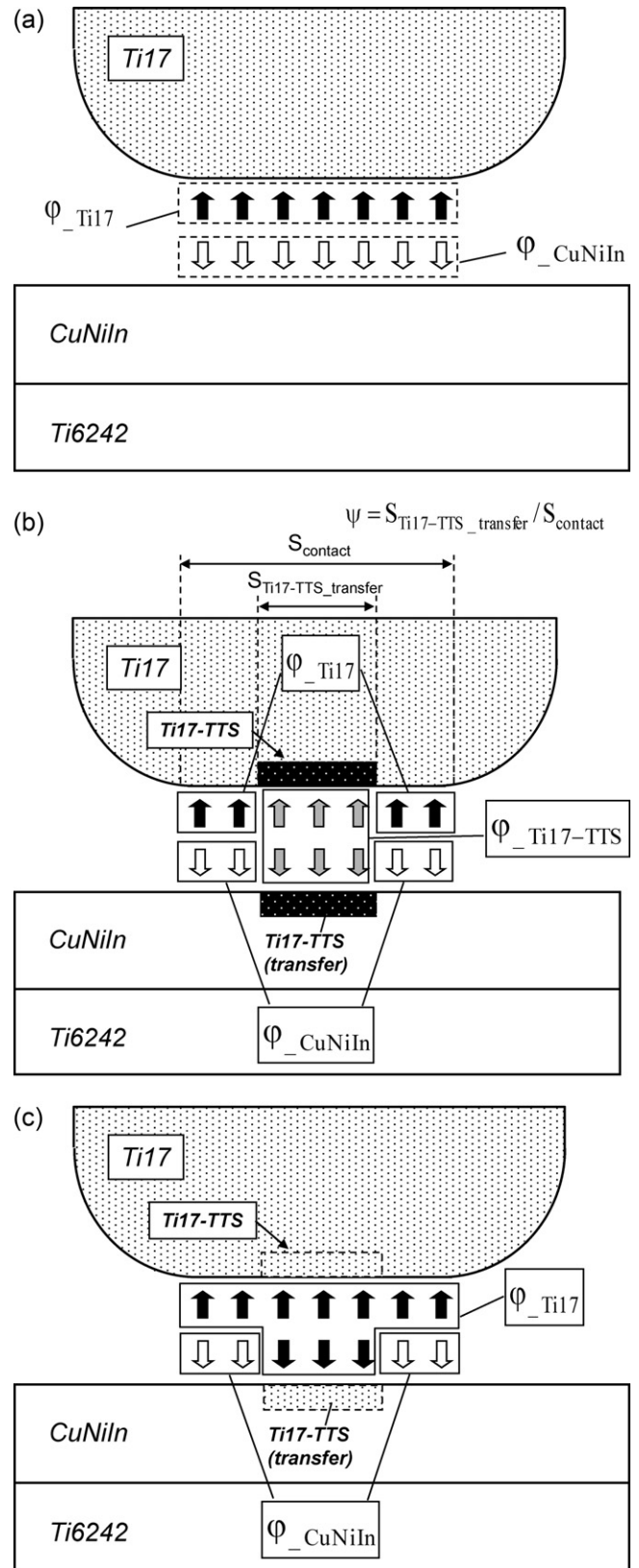
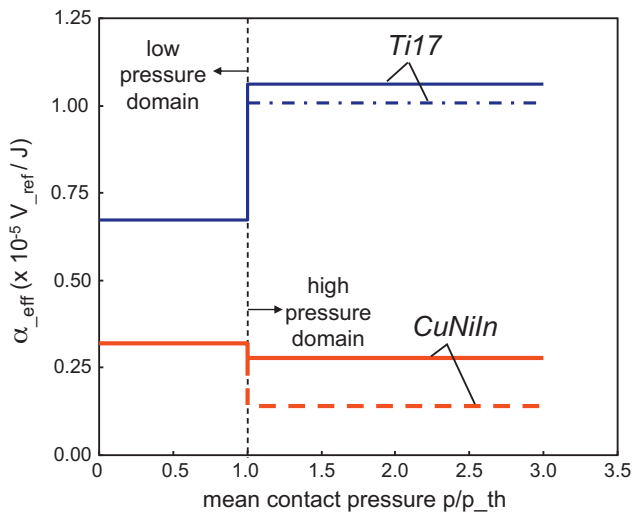


Fig. 30. Synthetic fiction energy flow analysis: (a) Low pressure condition without TTS and transfer phenomena; (b) high pressure condition inducing TTS and transfer phenomena (general description including the energy flow partition between CuNiIn, Ti17 and Ti17 TTS); (c) high pressure condition inducing TTS and transfer phenomena assuming an energy wear rate equivalence between Ti17 and Ti17 TTS (applied strategy) ( $\varphi_{\text{Ti17}}$ : friction energy flow toward Ti17;  $\varphi_{\text{Ti17-TTS}}$ : friction energy flow toward Ti17 TTS structure;  $\varphi_{\text{CuNiIn}}$ : friction energy flow toward CuNiIn plasma coating).



**Fig. 31.** Evolution of the effective energy wear rate versus the mean pressure, comparison between experimental results (Table):  $\alpha_{eff, Ti17}$  (blue solid line),  $\alpha_{eff, CuNiIn}$  (orange solid line) and theoretical predictions extrapolated from the low pressure wear rates taking into account the Ti17 transfer effects (Eqs. (35) and (36)):  $\alpha_{eff, Ti17}$  ( $p > p_{th}$ ) (blue dashed line),  $\alpha_{eff, CuNiIn}$  ( $p > p_{th}$ ) (orange dashed line).

This suggests that damage activation is not linear and will depend on the intrinsic properties of the material from which wear debris are extracted. As illustrated by the classical example of a tensile test, the energy related to failure will depend on the microstructure and hardening properties of the material. The energy required to reach the failure of a resilient material accommodating deformation through plastic deformations will be higher than for a harder and brittle material which does not accommodate any plastic deformation. A similar reasoning can be applied to interpret the variation in terms of energy wear rate efficiency. Below the threshold pressure, Ti17 keeps its resilient properties. Significant plastic deformation is absorbed by the material before debris formation and the energy required to activate wear debris will be relatively high. By contrast, above the threshold pressure, the TTS transformation induces non linearity in the wear process. TTS are very hard and brittle and do not accommodate any plastic deformation. Therefore, the additional energy required to generate wear debris from the TTS structure will be smaller than for the native Ti17 microstructure. On the other hand, when TTS is activated (i.e. taking into account the incubation energy for TTS transformation), the efficiency of Ti17 energy wear will be higher than without TTS transformation (i.e. under low pressure conditions). On the other hand, the  $\beta$  factors are not constant, but tend to increase with the imputed plastic strain so that the following relationships can be assumed:

$$\beta_{eff, Ti17-TTS} > \beta_{eff, Ti17(p > p_{th})} > \beta_{eff, Ti17(p < p_{th})} \quad (37)$$

and

$$\beta_{eff, CuNiIn(p > p_{th})} > \beta_{eff, CuNiIn(p < p_{th})} \quad (38)$$

This hypothesis is consistent with the comparison given in Fig. 31. It predicts that experimental energy wear rates will be systematically higher than the values predicted assuming the constant intrinsic energy wear rates identified under low pressure conditions. This tendency is obviously confirmed for Ti17 alloy but even more predominant for the CuNiIn coating although no TTS transformation has been identified. However, micro- and nano-indentations in the CuNiIn layer just below the interface confirm a severe increase of the coating hardness which is multiplied by a factor of 4 compared to the as deposited coating value. Hence CuNiIn coating displays a hardness increase proportionally higher than for

the Ti17 alloy. This can explain why the shift between experimental and predicted values in Fig. 29 is higher for CuNiIn than for Ti17.

Hence by combining the former two hypotheses, the wear rate variations induced by the pressure activation of TTS and transfer phenomena can be interpreted. Future developments are now required to provide a more quantitative description of this approach by imputing intrinsic wear rates of TTS, transfer and CuNiIn. This investigation will imply in situ local wear analysis, coupling macro and micro fretting investigations to provide more consistent identification of local  $\beta$  energy wear rates.

## 5. Conclusion

In this study the Ti17//CuNiIn interface was tested under fretting wear in air at various temperature and pressure conditions. According to the observations made, the following conclusion have been drawn:

- A threshold mean pressure  $p_{th} \approx 85$  MPa has been identified marking the transition from a low to a high wear regime,
- Below  $p_{th}$ , a conventional three body abrasion process take place, involving a Ti–Cu–Ni oxide third body,
- Above  $p_{th}$ , Ti17 tribologically transformed structures (i.e. TTS) are generated on the punch. Part of this TTS structure is transferred to the CuNiIn layer. Hence, an adhesive wear process is activated promoting higher wear rates,
- It was shown that temperatures in the range of 20–450 °C do not modify the respective wear processes and consequently do not affect the related wear rates.

Focusing on the high pressure regime ( $p > p_{th}$ ) the following conclusions have been extracted:

- The transformed layer observed at the centre of the interface, located either on the Ti17 punch or transferred to the CuNiIn plane, exhibits characteristics close to what has been reported previously in the literature (TTS, MML ...): great hardness and very fine grain structure,
- TEM, XPS and EDS analyses confirm the activation of  $TiO_xN_y$  structures within the TTS layer. The activation of this unusual nitriding process generated in ambient conditions, the so-called “fretting assisted nitriding process” was related to a synergetic interaction between an “oxygen depletion process” induced by the very large contact configuration and the severe plastic strains occurring in the inner part of the interface which provide the required energy to activate the nitriding phenomenon.

An energy wear approach has been transposed to rationalise the wear rate of the interface. Two representative linear approximations have been derived for each pressure regime suggesting that the energy wear approach is able to quantify both abrasive and adhesive wear mechanisms. It confirms that energy wear efficiency increases when adhesive mechanisms are activated (i.e.  $p > p_{th}$ ). However, the conventional wear volume strategy which does not differentiate between the transfer volume from the bulk materials, is not able to provide a reliable estimation of CuNiIn and Ti17 wear kinetics. An effective wear volume approach is introduced by estimating the Ti17-TTS transfer volume on the plane from dedicated 3D surface profiles. Using this new wear volume quantification the following conclusions have been derived.

- Both Ti17 and CuNiIn effective wear volume evolutions are proportional to the dissipated energy. However, the wear rate ratio  $\alpha_{eff, Ti17} / \alpha_{eff, CuNiIn}$  rises from a ratio of two under low pressure conditions, up to a ratio of 4 under high pressure regimes (Fig. 29).

This quantitative analysis confirms that the energy wear rate of CuNiIn remains constant whatever the applied pressure and therefore the increase of the system wear rate is mainly induced by a severe increase of the Ti17 wear rate,

- An energy balance of threshold incubation energy parameters (i.e. incubation energy first required to transform the material before the debris formation), demonstrates that the Ti17 transfer material and TTS structure remaining on the Ti17 punch are similar. An intrinsic energy of TTS activation has been extrapolated and finally it was deduced that the energy consumed by the transfer process itself (i.e. excluding the TTS transformation) is very low.

Combining both analytical and quantitative wear rate investigations it was shown that a reliable estimation of wear rates implies considering the structure of the interface and the proportion of material involved in the tribosystem (i.e. where the friction energy is dissipated). For instance, when Ti17 transfers are activated, the proportion of Ti17 involved in the friction dissipation processes increases considerably compared to the CuNiIn layer. A local energy flow approach is introduced to better integrate this aspect. The following two conclusions have been derived:

- By combining the proportion of Ti17-TTS transfer covering the interface and the energy wear rates identified under low pressure conditions (i.e. without transfer phenomena), surprisingly good estimations of high pressure wear rates can be obtained.
- However, these approximations appear not to be conservatives: the predicted energy wear rates are systematically lower than the experimental values. This discrepancy has been related to a modification of intrinsic mechanical properties due to accumulated plastic strain hardening under high pressure conditions. Indeed, both Ti17 and CuNiIn display a significant hardness increase under high pressure conditions suggesting that different (i.e. higher) local energy wear rates must be considered for such transformed materials compared to the low pressure values.

From this investigation it has been shown that optimized wear rate predictions require a local description which takes into account the proportion of material involved in the interface and considers local energy wear factors as a function of the material hardening evolution. Therefore in situ investigations including local wear analysis inside the macro contact appear to be a pertinent strategy to establish reliable predictions of global wear responses. Regarding the industrial application, it was demonstrated that the CuNiIn plasma coating is not optimized. Favouring Ti transfer phenomena, it emphasizes the Ti17 wear kinetics under high pressure conditions. This is very detrimental because a Ti17 disk surface cannot be repaired, unlike to the coated blade component. Hence, an alternative coating, improving its sacrificial role by wearing fast thus to reduce the Ti17 wear rate should be preferred.

## References

- [1] A. Freimanis, A. Segall Jr., E. Conway, Whittney, Elevated temperature evaluation of fretting and metal transfer between coated titanium components, *Tribol. Trans.* 43 (2000) 653–658.
- [2] V. Fridrici, S. Fouvry, P. Kapsa, Fretting wear behaviour of a Cu–Ni–In plasma, *Surf. Coat. Technol.* 163–164 (2003) 429–434.
- [3] C.H. Hager Jr., J. Sanders, S. Sharma, A. Voevodin, Gross slip fretting wear of CrCN, TiAlN, Ni and CuNiIn coatings on Ti6Al4V interfaces, *Wear* 263 (2006) 430–443.
- [4] C.H. Hager Jr., J. Sanders, S. Sharma, Unlubricated gross slip fretting wear of metallic plasmasprayed coatings for Ti6Al4V surfaces, *Wear* 265 (3–4) (2008) 439–451.
- [5] G.R. Yantio Njankeu Sabeya, J.Y. Paris, J. Denape, Fretting wear of a coated titanium alloy under free displacement, *Wear* 264 (2008) 166–176.
- [6] D.A. Rigney, R. Divakar, S.M. Kuo, Deformation substructures associated with very large plastic strains, *Scripta Metall. Mater.* 27 (1992) 975–980.
- [7] D.A. Rigney, Transfer, mixing and associated chemical and mechanical processes during the sliding of ductile materials, *Wear* 245 (2000) 1–9.
- [8] E. Sauger, S. Fouvry, L. Ponsonnet, P. Kapsa, J.-M. Martin, L. Vincent, Tribologically transformed structure in fretting, *Wear* 245 (2000) 39–52.
- [9] A.C. Sekkal, C. Langlade, A.B. Vannes, Tribologically transformed structure of titanium alloy (TiAl6V4) in surface fatigue induced by repeated impacts, *Mater. Sci. Eng.* 393 (A) (2005) 140–146.
- [10] P. Blanchard, C. Colombié, V. Pellerin, S. Fayeulle, L. Vincent, Materials effects in fretting wear: Application to iron, titanium, and aluminum alloys, *Metall. Trans. A* 22A (1991) 1535–1544.
- [11] S. Fayeulle, P. Blanchard, L. Vincent, Fretting behaviour of titanium alloys, *Tribol. Trans.* 36 (1993) 267–275.
- [12] C. Mary, S. Fouvry, J.-M. Martin, B. Bonnet, High temperature fretting wear of a Ti alloy/CuNiIn contact, *Surf. Coat. Technol.* 203 (5–7) (2008) 691–698.
- [13] S. Fouvry, P. Kapsa, L. Vincent, Quantification of fretting damage, *Wear* 200 (1996) 186–205.
- [14] S. Fouvry, C. Paulin, T. Liskiewicz, Application of an energy wear approach to quantify fretting contact durability: introduction of a wear energy capacity concept, *Tribol. Int.* 40 (10–12) (2007) 1428–1440.
- [15] C. Mary, S. Fouvry, Numerical prediction of fretting contact durability using energy wear approach: Optimisation of finite-element model, *Wear* 263 (1–6) (2007) 444–450.
- [16] I.R. McColl, J. Ding, S.B. Leen, Finite element simulation and experimental validation of fretting wear, *Wear* 256 (2004) 1114–1127.
- [17] T. Dick, C. Paulin, G. Cailletaud, S. Fouvry, Experimental and numerical analysis of local and global plastic behaviour in fretting wear, *Tribol. Int.* 39 (2006) 1036–1044.
- [18] M. Ciavarella, G. Demelio, A review of analytical aspects of fretting fatigue, with extension to damage parameters and application to dovetail joints, *Int. J. Solids Struct.* 38 (2001) 1791–1810.
- [19] S. Fouvry, Ph. Kapsa, L. Vincent, Analysis of sliding behaviour for fretting loadings: determination of transition criteria, *Wear* 185 (1995) 35–46.
- [20] C.H. Hager, J.H. Sanders, S. Sharma, Effect of high temperature on the characterization of fretting wear regimes at Ti6Al4V interfaces, *Wear* 260 (4–5) (2006) 493–508.
- [21] R.D. Mindlin, Compliance of elastic bodies in contact, *J. Appl. Mech.* 16 (1949) 259–268.
- [22] O. Vingsbo, S. Soderberg, On fretting maps, *Wear* 126 (2) (1988) 131–147.
- [23] L. Vincent, Y. Berthier, M.C. Dubourg, M. Godet, Mechanics and materials in fretting, *Wear* 153 (1992) 135–148.
- [24] B. Briscoe, Friction of polymers, *Plast. Rub. Compos. Process. Appl.* 17 (1) (1992) 1–4.
- [25] S. Fouvry, P. Duo, Ph. Perruchaut, A quantitative approach of Ti–6Al–4V fretting damage: Friction, wear and crack nucleation, *Wear* 257 (9–10) (2004) 916–929.
- [26] R.C. Bowers, Coefficient of friction of high polymers as a function of pressure, *J. Appl. Phys.* 42 (1971) 4961–4970.
- [27] I.L. Singer, R.N. Bolster, J. Wegand, S. Fayeulle, B.C. Stupp, Hertzian stress contribution to low friction behavior of thin MoS<sub>2</sub> coatings, *Appl. Phys. Lett.* 57 (995) (1990) 995–997.
- [28] C. Mary, T. Le Mogne, B. Beaugiraud, B. Vacher, J.-M. Martin, S. Fouvry, Tribochemistry of a Ti alloy under fretting in air: Evidence of titanium nitride formation, *Tribol. Lett.* 34 (2009) 211–222.
- [29] D. Rittel, P. Landau, A. Venkert, Dynamic recrystallization as a potential cause for adiabatic shear failure, *Phys. Rev. Lett.* PRL 101.165501 (2008), doi:10.1103/PhysRevLett.101.165501.
- [30] H. Mohrbacher, B. Blanpain, J.-P. Celis, J.R. Roos, L. Stals, M. Van Stappen, Oxidational wear of TiN coatings on tool steel and nitrided tool steel in unlubricated fretting, *Wear* 188 (1995) 130–137.
- [31] Y. Berthier, L. Vincent, M. Godet, Velocity accommodation in fretting, *Wear* 125 (1988) 25–38.
- [32] S. Fouvry, C. Paulin, S. Deyber, Impact of contact size and complex gross–partial slip conditions on Ti–6Al–4V/Ti–6Al–4V fretting wear, *Tribol. Int.* 42 (3) (2009) 461–474.



**ECOLE CENTRALE DE LYON**  
36, avenue Guy de Collongue  
69134 ECULLY Cedex

Le 25 septembre 2009

**PROCES VERBAL**  
**DE SOUTENANCE DE THESE**

pour l'obtention du grade de **DOCTEUR**

de

**Mademoiselle MARY Caroline**

**Rapporteurs :**

**J. DENAPE**      Laboratoire Génie de Production - ENI Tarbes - 47, av. d'Azereix - BP 1629 - 65016 TARBES cedex  
**S. MISCHLER**    Laboratory of Metallurgical Chemistry - EPFL, LMCH, MX-C319 Ecublens - CH-1015 LAUSANNE  
SWITZERLAND



PROCES-VERBAL DE SOUTENANCE DE THESE

Présentée le **25 septembre 2009**

par Mademoiselle **MARY Caroline**

né(e) le 18 janvier 1983 à Angers (49)

N° d'inscription : 11554

N° d'ordre : **2009-18**

en vue de l'obtention du grade de **DOCTEUR**

Ecole doctorale : **MATERIAUX**

devant le Jury composé de (1)

- J. DENAPE            Professeur - Laboratoire Génie de Production - ENI Tarbes - 47, av. d'Azereix - BP 1629  
65016 TARBES cedex
- S. MISCHLER        Docteur - Laboratory of Metallurgical Chemistry - EPFL, LMCH, MX-C319 Ecublens  
CH-1015 LAUSANNE - SWITZERLAND
- A. LOPES RAMALHO    Associate Professor - Departamento Engenharia Mecânica - Universidade de Coimbra - Polo II  
Rua Luis Reis Santos - 3030-788 COIMBRA - Portugal
- S. FOUVRY            Directeur de Recherche CNRS - Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes  
Ecole Centrale de Lyon
- J-M. MARTIN        Professeur - Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes - Ecole Centrale de Lyon
- J-A. RUIZ-SABARIEGO    Docteur-Ingénieur - SNECMA Villaroche - Rond-Point René Ravaud  
77550 MOISSY-CRAMAYEL
- L. VINCENT         Professeur - Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes - Ecole Centrale de Lyon

dont le Président nommé en séance : M.

sur le sujet de thèse suivant :

***Simulation expérimentale de l'usure du contact aube/disque de compresseur sous sollicitations de fretting.***

Thèse préparée dans le Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes de l'E.C.L.

dirigé par M. D. MAZUYER

sous la conduite de M. S. FOUVRY - J-M. MARTIN

-----

- (1) Le jury doit comprendre au moins trois membres, indiquer les noms et titres des membres du jury.
- (2) " La soutenance est publique sauf dérogation accordée par le Président ou le Directeur de l'Etablissement ... L'admission ou l'ajournement est prononcé après délibération du Jury, après avoir recueilli l'avis des autres membres, établit un rapport de soutenance, ce rapport est signé par l'ensemble des membres du jury " (Arrêté du 25 avril 2002).
- (3) L'admission peut donner lieu à l'attribution de l'une des mentions suivantes : Honorable, Très Honorable, Très Honorable avec Félicitations.

## RAPPORT DE SOUTENANCE :

Mademoiselle Caroline Mary a présenté un travail exemplaire, qualifié de haut de gamme pendant la délibération, de façon très claire et dynamique. Elle a présenté son travail de façon synthétique avec aisance et avec une construction de l'exposé remarquable qui a très bien mis en avant la méthodologie et les résultats essentiels. Au cours de ce travail, Mademoiselle Caroline Mary a su associer des domaines scientifiques très larges tenant à la mécanique, aux matériaux, à la chimie tout en gardant constante la préoccupation industrielle. Mademoiselle Caroline Mary a répondu avec aisance et enthousiasme aux nombreuses questions. Le jury à l'unanimité a félicité Mademoiselle Caroline Mary pour ce travail remarquable et les ouvertures qu'elle a proposées.

Décision :

**ADMISSION (3)**

~~AJOURNEMENT~~

Mention

HONORABLE

TRES HONORABLE

TRES HONORABLE AVEC FELICITATIONS \*

*\* Il est rappelé en préambule la recommandation unanime du Conseil Scientifique de l'Ecole Centrale de Lyon de ne pas procéder à l'attribution des félicitations du Jury. La délibération du Jury se fait donc dans ce contexte.*

Ecully, le

Les Examineurs :

Fait et signé en séance par les membres du Jury

J. DENAPE

VU

S. MISCHLER

P/Le Directeur de l'Ecole Centrale de Lyon  
La Directrice des Etudes,

A. LOPES RAMALHO

S. FOUVRY

M-A. GALLAND

J-M. MARTIN

J-A. RUIZ-SABARIEGO

L. VINCENT

ECOLE CENTRALE DE LYON  
36, avenue Guy de Collongue  
69134 ECULLY Cedex

## ANNEXE DU PROCES-VERBAL DE SOUTENANCE

### Avis du Jury sur la reproduction de la Thèse soutenue

-----

Titre de la thèse :

*Simulation expérimentale de l'usure du contact aube/disque de compresseur sous sollicitations de fretting.*

Nom et prénom de l'auteur : Mademoiselle **MARY Caroline**

Membres du Jury :

**J. DENAPE - S. MISCHLER - A. LOPES RAMALHO - S. FOUVRY - J-M. MARTIN -  
J-A. RUIZ-SABARIEGO - L. VINCENT -**

Président du Jury :

Date de la soutenance : **25 septembre 2009**

Reproduction de la thèse soutenue :

Thèse pouvant être reproduite en l'état

(classée CONFIDENTIEL - INDUSTRIE)  
10 ANS

~~Thèse ne pouvant pas être reproduite~~

~~Thèse pouvant être reproduite après corrections suggérées au cours de la soutenance~~

Signature du Président du Jury :



En conséquence de quoi, le Directeur de l'E.C.L. autorise la reproduction de la thèse.

P/Le Directeur de l'E.C.L.  
La Directrice des Etudes,

M-A. GALLAND

GST Tribologie - Association Française de Mécanique

# Prix HIRN

2010

décerné à

*Caroline MARY*



Jean FRENE  
Président du GST Tribologie

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Jean Frene', is positioned below the printed name.

Le Mai 2010





**ECOLE CENTRALE DE LYON**  
DIRECTION DE LA RECHERCHE

Liste des personnes Habilitées à Diriger des Recherches en poste à l'Ecole Centrale de Lyon

Nom-Prénom	Corps grade	Laboratoire ou à défaut département ECL	Etablissement
AURIOL Philippe	professeur	AMPERE	ECL
BEROUAL Abderrahmane	professeur	AMPERE	ECL
BURET François	maître de conférences	AMPERE	ECL
JAFFREZIC-RENAULT Nicole	directeur de recherche	AMPERE	CNRS/ECL
KRÄHENBÜHL Laurent	directeur de recherche	AMPERE	CNRS/ECL
MARTELET Claude	professeur	AMPERE	ECL
NICOLAS Alain	professeur	AMPERE	ECL
NICOLAS Laurent	directeur de recherche	AMPERE	CNRS/ECL
SIMONET Pascal	chargé de recherche	AMPERE	CNRS/ECL
THOMAS Gérard	professeur	AMPERE	ECL
VOLLAIRE Christian	maître de conférences	AMPERE	ECL

**Nbre Ampère 11**

HELLOUIN Yves	maître de conférences	DER EEA	ECL
LE HELLEY Michel	professeur	DER EEA	ECL

**Nbre DER EEA 2**

GUIRALDENQ Pierre	professeur émérite	DER STMS	ECL
VINCENT Léo	professeur	DER STMS	ECL

**Nbre DER STMS 2**

LOHEAC Jean-Pierre	maître de conférences	ICJ	ECL
MAITRE Jean-François	professeur émérite	ICJ	ECL
MARION Martine	professeur	ICJ	ECL
MOUSSAOUI Mohand	professeur	ICJ	ECL
MUSY François	maître de conférences	ICJ	ECL
ROUY MIRONESCU Elisabeth	professeur	ICJ	ECL
ZINE Abdel-Malek	maître de conférences	ICJ	ECL

**Nbre ICJ 7**

DAVID Bertrand	professeur	ICTT	ECL
----------------	------------	------	-----

**Nbre ICTT 1**

CALLARD Anne-Ségolène	maître de conférences	INL	ECL
CLOAREC Jean-Pierre	maître de conférences	INL	ECL
GAFFIOT Frédéric	professeur	INL	ECL
GAGNAIRE Alain	maître de conférences	INL	ECL
GARRIGUES Michel	directeur de recherche	INL	CNRS/ECL
GENDRY Michel	directeur de recherche	INL	CNRS/ECL
GRENET Geneviève	directeur de recherche	INL	CNRS/ECL
HOLLINGER Guy	directeur de recherche	INL	CNRS/ECL



JOSEPH Jacques	professeur	INL	ECL
KRAWCZYK Stanislas	directeur de recherche	INL	CNRS/ECL
LETARTRE Xavier	chargé de recherche	INL	CNRS/ECL
MARTIN Jean-René	professeur émérite	INL	ECL
O'CONNOR Ian	maître de conférences	INL	ECL
PHANER-GOUTORBE Magali	professeur	INL	ECL
ROBACH Yves	professeur	INL	ECL
SAINT-GIRONS Guillaume	chargé de recherche	INL	CNRS/ECL
SEASSAL Christian	chargé de recherche	INL	CNRS/ECL
SOUTEYRAND Eliane	directeur de recherche	INL	CNRS/ECL
TARDY Jacques	directeur de recherche	INL	CNRS/ECL
VIKTOROVITCH Pierre	directeur de recherche	INL	CNRS/ECL

Nbre INL 20

CHEN Liming	professeur	LIRIS	ECL
-------------	------------	-------	-----

Nbre LIRIS 1

BAILLY Christophe	professeur	LMFA	ECL
BERTOGLIO Jean-Pierre	directeur de recherche	LMFA	CNRS/ECL
BLANC-BENON Philippe	directeur de recherche	LMFA	CNRS/ECL
BOGEY Christophe	chargé de recherche	LMFA	CNRS/ECL
CAMBON Claude	directeur de recherche	LMFA	CNRS/ECL
CARRIERE Philippe	chargé de recherche	LMFA	CNRS/ECL
CHAMPOUSSIN J-Claude	professeur émérite	LMFA	ECL
COMTE-BELLOT genevièvre	professeur émérite	LMFA	ECL
FERRAND Pascal	directeur de recherche	LMFA	CNRS/ECL
GALLAND Marie-Annick	maître de conférences	LMFA	ECL
GODEFERD Fabien	chargé de recherche	LMFA	CNRS/ECL
GOROKHOVSKI Mikhail	professeur	LMFA	ECL
HENRY Daniel	directeur de recherche	LMFA	CNRS/ECL
JEANDEL Denis	professeur	LMFA	ECL
JUVE Daniel	professeur	LMFA	ECL
LE RIBAULT Catherine	chargée de recherche	LMFA	CNRS/ECL
LEBOEUF Francis	professeur	LMFA	ECL
PERKINS Richard	professeur	LMFA	ECL
ROGER Michel	professeur	LMFA	ECL
SCOTT Julian	professeur	LMFA	ECL
SHAO Liang	chargé de recherche	LMFA	CNRS/ECL
SIMOENS Serge	chargé de recherche	LMFA	CNRS/ECL
TREBINJAC Isabelle	maître de conférences	LMFA	ECL

Nbre LMFA 23

BENAYOUN Stéphane	professeur	LTDS	ECL
CAMBOU Bernard	professeur	LTDS	ECL
COQUILLET Bernard	maître de conférences	LTDS	ECL
DANESCU Alexandre	maître de conférences	LTDS	ECL
FOUVRY Siegfried	chargé de recherche	LTDS	CNRS/ECL
GEORGES Jean-Marie	professeur émérite	LTDS	ECL
GUERRET Chrystelle	chargé de recherche	LTDS	CNRS/ECL
HERTZ Dominique	past	LTDS	ECL
ICHCHOU Mohamed	maître de conférences	LTDS	ECL
JEZEQUEL Louis	professeur	LTDS	ECL
JUVE Denyse	ingénieur de recherche	LTDS	ECL
KAPSA Philippe	directeur de recherche	LTDS	CNRS/ECL
LE BOT Alain	chargé de recherche	LTDS	CNRS/ECL

<i>LOUBET Jean-Luc</i>	<i>directeur de recherche</i>	LTDS	CNRS/ECL
<i>MARTIN Jean-Michel</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ECL
<i>MATHIA Thomas</i>	<i>directeur de recherche</i>	LTDS	CNRS/ECL
<i>MAZUYER Denis</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ECL
<i>PERRET-LIAUDET Joël</i>	<i>maître de conférences</i>	LTDS	ECL
<i>SALVIA Michelle</i>	<i>maître de conférences</i>	LTDS	ECL
<i>SIDOROFF François</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ECL
<i>SINOUE Jean-Jacques</i>	<i>maître de conférences</i>	LTDS	ECL
<i>STREMSDOERFER Guy</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ECL
<i>THOUVEREZ Fabrice</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ECL
<i>TREHEUX Daniel</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ECL
<i>VANNES André-Bernard</i>	<i>professeur émérite</i>	LTDS	ECL

**Nbre LTDS 25**

Total HdR ECL

91