

Etude des mécanismes d'usure en oxygène liquide Satia Cautain

▶ To cite this version:

Satia Cautain. Etude des mécanismes d'usure en oxygène liquide. Autre. Ecole Centrale Paris, 2014. Français. NNT : 2014ECAP0012 . tel-01079777

HAL Id: tel-01079777 https://theses.hal.science/tel-01079777

Submitted on 3 Nov 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.





Thèse de doctorat

Présentée par

Satia CAUTAIN

Pour l'obtention du grade de Docteur de l'École Centrale Paris

Spécialité : Sciences pour l'ingénieur

Laboratoire d'accueil : LISMMA

Etude des mécanismes d'usure en oxygène liquide

Soutenue le 27 janvier 2014 devant un jury composé de :

M. Antoine CHAUTEAUMINOIS, Professeur des Universités, Président, ESPCI M. Najib LARAQI, Professeur des Universités, Rapporteur, Université Paris 10 Mme Caroline RICHARD, Professeur des Universités, Rapporteur, Polytech' Tours M. François ROBBE-VALLOIRE, Professeur des Universités, Directeur de thèse, Supméca M. Jean-Luc BOZET, Professeur des Universités, Co-directeur de thèse, Université de Liège M. Daniel CORNU, Invité, SNECMA M. Jérôme DEHOUVE, Invité, CNES

Année 2014 Numéro d'Ordre 2014ECAP0012 École Doctorale Sciences pour l'Ingénieur – ED287 École Centrale Paris

Remerciements

Ce travail a été réalisé au sein de l'équipe Tribologie - Matériaux du Laboratoire d'ingénierie des systèmes mécaniques et des matériaux (LISMMA) de Supméca en collaboration avec le département Chimie appliquée - Cryotribologie de l'Université de Liège.

Je tiens à remercier tout d'abord mon directeur de thèse, Monsieur Le Professeur Robbe-Valloire, pour son aide, ses conseils et sa présence tout au long de l'étude. Je remercie également mon co-directeur de thèse, Monsieur Le Professeur Jean-Luc Bozet pour son accueil et ses conseils lors des campagnes d'essais à l'Université de Liège.

J'adresse tous mes remerciements aux membres du jury, particulièrement à Monsieur Professeur Chateauminois qui m'a fait l'honneur de présider le jury et à Monsieur le Professeur Laraqi et Madame le Professeur Richard qui ont accepté d'être rapporteurs de cette thèse.

J'exprime aussi toute ma gratitude aux membres de l'équipe Tribologie-Matériaux du LISMMA pour leur accueil chaleureux, leurs conseils avisés et leur soutien tout au long de mon travail. Je remercie plus particulièrement Muriel Quillien, pour sa disponibilité, particulièrement pendant la préparation de la soutenance et Durata Katundi pour le temps qu'elle m'a consacré lors des différentes analyses.

Je remercie également les membres du département Chimie appliquée - Cryotribologie de l'Université de Liège pour l'aide qu'ils m'ont apportée lors des essais en oxygène.

J'ai également une pensée pour les doctorants que j'ai pu croiser au cours ma thèse. Pour leur soutien, leur bonne humeur et les longues discussions, je tiens à remercier particulièrement Philippe , Julien, Hugo et Hervé.

Je n'oublie pas ma famille : ma mère, ma sœur, mes grand-parents et mon père pour leur présence, leur patience et leur soutien tout au long de mes études.

Table des matières

Notations 9					
In	Introduction 11				
1	Bib	liograp	phie	13	
	1.1	Conta	ct tribologique	14	
		1.1.1	Les principaux effets du contact	14	
		1.1.2	Les paramètres influant sur le comportement du contact	15	
		1.1.3	Les différents types d'usure	17	
	1.2	Lubrif	fication	20	
		1.2.1	Le régime fluide	21	
		1.2.2	Le régime mixte	22	
		1.2.3	Le régime limite	23	
		1.2.4	L'apparition du frottement sec	24	
		1.2.5	Le cas des fluides cryogéniques	24	
	1.3	Tribol	ogie des polymères	25	
		1.3.1	Les polymères	25	
		1.3.2	Le contact polymère/métal	26	
	1.4	Tribol	ogie en environnement cryogénique	30	
		1.4.1	L'influence de la température sur les matériaux	30	
		1.4.2	La tribologie en environnement cryogénique	33	
	1.5	Thern	nique du contact	36	
		1.5.1	Les bases de la thermique	37	
		1.5.2	Température de surface en fonction du type de source de chaleur	38	
		1.5.3	L'évaluation de la température de contact	40	
		1.5.4	Le cas du contact en environnement cryogénique	45	
		1.5.5	Les moyens de mesure expérimentaux de la température	45	
	1.6	Synth	èse de la bibliographie	45	
2	Mét	thodol	ogie expérimentale	47	
	2.1	Métho	odologie d'approche expérimentale	48	
		2.1.1	L'approche de la problématique de l'environnement "oxygène liquide"	48	
		2.1.2	Le choix des conditions d'essais	48	
		2.1.3	Le choix des matériaux	49	
	2.2	Fluide	s cryogéniques	50	
		2.2.1	L'oxygène liquide	50	
		2.2.2	L'azote liquide	51	

	2.3	Description des matériaux	51			
		2.3.1 Le polychlorotrifluoroéthylène (PCTFE)	51			
		2.3.2 L'acier inoxydable X105CrMo17	52			
		2.3.3 L'inconel X-750	52			
		2.3.4 Le cuivre C1	53			
	2.4 Movens d'essais					
	2.5	Protocoles d'essais	54			
		2.5.1 Le protocole général	55			
		2.5.2 Le protocole particulier des essais en oxygène gazeux à basse température	55			
	2.6	Analyses	56			
	2.7	Comparaison et homogénéisation des deux tribomètres	57			
	2.8	Conclusion	59			
3	Rési	ultats d'essais	61			
	3.1	Analyse des résultats	62			
		3.1.1 Le coefficient de frottement	63			
		3.1.2 L'usure	65			
		3.1.3 L'endommagement des surfaces	67			
		3.1.4 L'évolution de la température dans le pion	73			
		3.1.5 Conclusion	75			
	3.2	Interprétation	76			
	-	3.2.1 L'effet de portance	76			
		3.2.2 L'influence de la rugosité des pistes	78			
		3.2.3 L'influence du film de transfert sur l'usure	83			
		3.2.4 La formation du film de transfert en azote liquide	84			
	3.3	Conclusion	88			
4	The	rmique du contact	91			
_	4.1	Température de surface théorique	93			
		4.1.1 Le nombre de Peclet	93			
		4.1.2 Le calcul de la température de surface movenne théorique	93			
	4.2	Température de surface expérimentale	96			
		4.2.1 L'oxygène gazeux à température ambiante	96			
		4.2.2 L'oxygène gazeux à basse température	97			
		4.2.3 L'oxygène liquide	98			
	4.3	Comparaison théorie/essais	99			
		4.3.1 L'oxygène gazeux à température ambiante	99			
		4.3.2 L'oxygène liquide	100			
	4.4	Calcul des températures de surface pour les trois couples de matériaux dans les				
		environnements gazeux	101			
	4.5	Conclusion	102			
Co	onclu	sion	103			
٨	Dla	a des áprouvettes d'essais	105			
A	riar	i des epiduvettes d'essais	109			
в	Rési	ultats d'essais	109			
Bi	Bibliographie générale 113					

Table des figures	120
Liste des tableaux	121

Notations

- f Coefficient de frottement
- F_T Force tangentielle (N)
- F_N Force normale (N)
- U Volume usé (mm³)
- K Taux d'usure adimensionné
- D Distance parcourue (m)
- *H* Dureté du corps étudié
- k Taux d'usure (mm³/Nm)
- d Distance de contact à une aspérité $(\mu {\rm m})$
- A_p Constante d'Arrhenius
- Q_p Énergie d'activation pour l'oxydation parabolique (J)
- R Constante molaire du gaz (J·mol⁻¹·K⁻¹)
- T_c Température d'oxydation des aspérités (K)
- ξ Épaisseur critique du film d'oxyde (μ m)
- ρ_0 Densité de l'oxyde formé à l'aire réelle de contact (kg·m⁻³)
- f_0 Fraction d'oxygène dans l'oxyde
- V Vitesse de glissement (m/s)
- T_S Température de surface (K)
- θ_m Température au niveau des points chaud du contact glissant (K)
- λ Paramètre des interactions des aspérités e glissement lubrifié
- h_{min} hauteur minimale (μ m)
- $\sigma*$ Rugosité composite RMS de deux surfaces (μ m)
- R_q Rugosité moyenne quadratique (ISO4287)(μ m)
- f_M Coefficient de frottement moyen du mode de lubrification en film mince
- f_L Coefficient de frottement moyen du mode de lubrification en film limite
- Φ Fraction de force transmise par les zones travaillant en film limite
- N_L Force normale des zones travaillant en film limite (N)
- *H** Paramètre d'Emmens
- η Viscosité dynamique (Pa·s)
- R_a Rugosité moyenne arithmétique (ISO4287)(μ m)
- T_g Température de transition vitreuse (K)
- T_f Température de fusion (K)
- f_d Composante mécanique du coefficient de frottement
- f_a Composante adhésive du coefficient de frottement
- T Température (K)
- λ_i Conductivité thermique (W·m⁻¹·K⁻¹)

- ρ Masse volumique (kg·m⁻³)
- c Capacité thermique $(J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1})$
- t Temps (s)
- a Diffusivité thermique $(m^2 \cdot s^{-1})$
- q Flux thermique (W·m⁻²)
- T_0 Température initiale (K)
- ΔT_M Échauffement moyen du composant lorsque l'équilibre thermique est atteint (K)
- ΔT_E Température éclair ou Flash temperature (Block) (K)
- E_d Énergie mécanique générée dans le contact (J)
- P Puissance dissipée dans le contact (W)
- P_S Puissance dissipée dans le contact ramenée à une unité d'aire (W/m m²)
- q Flux de chaleur générée dans le contact (W·m⁻²)
- α Coefficient de partage représentant la part de flux entrant dans le corps fixe par rapport au flux total généré dans le contact
- b Effusivité thermique $(J \cdot K^{-1} \cdot m^{-2} \cdot s^{-1/2})$
- A_C Aire de contact (m²)
- *l* Demi longueur de la source de chaleur (m)
- *Pe* Nombre de Peclet
- R_{TC} Résistance thermique du contact

Introduction

L'oxygène liquide est utilisé pour la propulsion dans le domaine spatial et notamment en Europe dans les moteurs des lanceurs Ariane 1 à 5. Actuellement, la propulsion liquide est utilisée pour les moteurs Vulcain, HM7 et Vinci. Depuis l'origine des lanceurs, l'utilisation de l'oxygène liquide pour la propulsion spatiale est très répandue car elle est très énergétique. Elle est basée sur la combustion d'oxygène et d'hydrogène. Les réacteurs ont fait l'objet d'études qui ont permis d'assurer leur bon fonctionnement et une fiabilité suffisante depuis le début de la propulsion liquide grâce à des essais réalisés directement sur les composants et les moteurs. L'utilisation de ces liquides cryogéniques étant presque restreinte à ce domaine, les essais réalisés étaient suffisants pour assurer un fonctionnement fiable des moteurs et peu de recherches fondamentales ont été réalisées en amont. De plus, les essais en oxygène liquide sont difficiles à mettre en œuvre à cause de l'inflammabilité de ce liquide cryogénique. Le comportement des pièces mécaniques mobiles immergées dans l'oxygène liquide comme les roulements ou les joints dynamiques est très spécifique comparé à celui observé dans des environnements plus classiques. Cela est fortement lié aux différentes particularités de l'oxygène liquide.

L'évolution du marché spatial ouvre divers axes de développement comme par exemple la réduction des coûts ou l'augmentation de la durée des voyages spatiaux. Le projet européen In Space Propulsion-1 (ISP-1) se place directement dans ces axes de recherche et se focalise sur les problématiques de propulsion. Ce projet n'est pas seulement focalisé sur la propulsion des premiers étages du lanceur permettant l'accès à l'espace, il porte également sur la propulsion dans le vide pour les phases suivantes des missions spatiales. Il faut donc améliorer les connaissances et les techniques nécessaires qui permettront d'implanter la propulsion cryogénique pour les missions dans l'espace. La propulsion cryogénique est en effet nettement moins coûteuse que les systèmes de propulsion actuels qui sont eux plus faciles à mettre en œuvre. Une des problématiques des missions spatiales vis-à-vis de la propulsion cryogénique est la durée. En effet, les missions sont nettement plus longues que le temps de propulsion des lanceurs et les moteurs peuvent subir plusieurs allumages. Cela implique des difficultés liées à la gestion thermique des liquides cryogéniques, à la compatibilité des matériaux, à leur fragilisation et à leur comportement tribologique.

Les trois grands axes de recherche du projet ISP-1 sont les suivants :

- La combustion oxygène liquide/méthane : ces deux liquides sont stockables dans l'espace (Température autour de $-180^\circ{\rm C})$
- La gestion thermique et l'écoulement des combustibles appliqués à deux composants : les accumulateurs de chaleur et les pompes électriques.
- La comportement des matériaux : la fragilisation par l'hydrogène, la compatibilité des matériaux avec l'oxygène liquide et le méthane liquide et les propriétés tribologiques. Cet axe de recherche peut s'appliquer à tous les systèmes de propulsion cryogénique.

L'étude des mécanismes du contact en oxygène liquide représente donc un des axes de recherche du projet européen ISP-1. Le but est d'approfondir les connaissances sur ces mécanismes afin d'augmenter non seulement les performances mais également la fiabilité. Cet objectif demande de renforcer les connaissances pour sélectionner des matériaux permettant de faire face aux pressions toujours plus importantes dans l'ensemble du moteur.

L'étude des mécanismes du contact en oxygène liquide, qui est la problématique que nous avons étudiée, a été menée en comparant différents environnements au cours d'une campagne expérimentale pour caractériser l'influence des différentes propriétés spécifiques identifiées de l'oxygène liquide. Ces trois propriétés sont les suivantes :

- l'état liquide,
- la nature oxydante,
- la température cryogénique.

Chacune de ces propriétés peut avoir une influence sur le comportement d'un contact. L'état liquide peut faire apparaître de la lubrification et augmente les échanges thermiques. La nature oxydante peut provoquer un changement chimique des surfaces frottantes. La température cryogénique influe sur les échanges thermiques et les propriétés des matériaux constituant le contact.

A Supméca, les essais en azote ont été réalisés, de la température ambiante à la température cryogénique sur un tribomètre pion-disque, adapté pour l'utilisation de cet environnement, notamment à température cryogénique. L'oxygène gazeux ou liquide demande une installation spécifique car c'est un environnement dangereux à manipuler. Beaucoup de métaux s'enflamment plus facilement lorsqu'ils sont immergés dans une atmosphère riche en oxygène. Des conditions sévères de frottement, par exemple, peuvent causer de violents feux. Les matériaux doivent donc passer plusieurs tests de compatibilité avant leur utilisation dans cet environnement particulier. L'Université de Liège dispose de moyens d'essais tribologiques adaptés à l'utilisation de de cet environnement. Les essais en oxygène y ont donc été réalisés. L'étude a été une collaboration entre l'équipe Tribologie-Matériaux du LISMMA de Supméca et le département Chimie appliqué - Cryotribologie de l'Université de Liège.

Chapitre 1 Bibliographie

Sommaire

1.1	Cont	tact tribologique	14
	1.1.1	Les principaux effets du contact	14
	1.1.2	Les paramètres influant sur le comportement du contact	15
	1.1.3	Les différents types d'usure	17
1.2	Lubr	rification	20
	1.2.1	Le régime fluide	21
	1.2.2	Le régime mixte	22
	1.2.3	Le régime limite	23
	1.2.4	L'apparition du frottement sec	24
	1.2.5	Le cas des fluides cryogéniques	24
1.3	Trib	ologie des polymères	25
	1.3.1	Les polymères	25
	1.3.2	Le contact polymère/métal	26
1.4	Trib	ologie en environnement cryogénique	30
	1.4.1	L'influence de la température sur les matériaux	30
	1.4.2	La tribologie en environnement cryogénique	33
1.5	Ther	mique du contact	36
	1.5.1	Les bases de la thermique	37
	1.5.2	Température de surface en fonction du type de source de chaleur	38
	1.5.3	L'évaluation de la température de contact	40
	1.5.4	Le cas du contact en environnement cryogénique	45
	1.5.5	Les moyens de mesure expérimentaux de la température	45
1.6	Synt	hèse de la bibliographie	45

L'étude d'un contact polymère/métal en oxygène liquide implique de s'appuyer sur plusieurs problématiques de la tribologie. Nous exposerons tout d'abord les grandes lignes de tribologie générale pour ensuite nous intéresser à des problématiques plus restreintes du contact en commençant par la lubrification. Nous allons ensuite limiter l'étude du contact à une famille particulière de matériaux : les polymères. L'oxygène liquide est un environnement cryogénique, il est donc naturel de s'intéresser à l'influence que peut avoir la température cryogénique sur un contact. Enfin, les possibles réactions de l'oxygène liquide, à cause d'une augmentation de température, nous amèneront à étudier la thermique du contact.

1.1 Contact tribologique

Quatre éléments constituent le contact (Figure 1.1) : deux solides correspondants aux corps en contact (S1 et S2), l'environnement (E) et l'interface (I) [1].



Figure 1.1 - Le contact tribologique

Un contact apparaît lorsqu'un effort est appliqué sur les solides. Le mouvement relatif est défini par un déplacement et une vitesse. La présence d'un contact entraîne une résistance aux déplacements, une dissipation d'énergie et, dans le cas d'un contact lubrifié, une portance.

1.1.1 Les principaux effets du contact

En présence d'un contact, plusieurs phénomènes peuvent être observés. Ces phénomènes seront étudiés au cours de l'étude expérimentale.

Les frottements

Le coefficient de frottement f représente la résistance au déplacement crée par le contact. Il s'oppose à la vitesse de glissement et varie en fonction des conditions et du temps. Il est définit par :

$$f = \frac{F_T}{F_N} \tag{1.1}$$

 F_T et F_N sont respectivement les forces tangentielle et normale au niveau du contact.

Ce paramètre sera calculé et analysé pour tous les essais réalisés au cours de l'étude expérimentale.

L'usure

L'usure correspond à la perte de masse des solides en contact. La perte de matière peut être déterminée par la mesure ponctuelle de la masse des solides en contact à des instants définis de l'essai ou par la détection d'un changement de dimensions des pièces pendant l'essai. Afin de quantifier l'usure, on peut utiliser plusieurs types de formulations. La première consiste à définir le taux d'usure K adimensionné défini par la loi d'Archard [2] :

$$U = K \frac{F_N D}{H} \tag{1.2}$$

U correspond au volume usé, F_N à la charge appliquée au contact, D à la distance parcourue et H à la dureté du corps étudié. Nous avons préféré retenir une seconde formulation, sans la dureté, qui définit une vitesse d'usure k en mm³/Nm [3] :

$$U = kF_N D \tag{1.3}$$

Cette seconde formulation est une loi plus générale qui correspond mieux à l'utilisation de deux matériaux de duretés différentes.

L'évolution de surface

L'évolution de la surface peut se présenter sous deux formes : l'évolution de la microgéométrie ou l'évolution des matériaux. L'apparition de rayures ou le polissage d'une surface sont des évolutions microgéométriques. Des phénomènes physiques (déformations, écrouissage,...) et des phénomènes chimiques amènent des évolutions des matériaux en surface. Dans le cas d'un environnement tel que l'oxygène liquide, on peut s'attendre à des évolutions de surface liées à l'oxydation et à l'influence de la très basse température sur les matériaux (une fragilisation par exemple lorsque la température diminue).

Les échauffements

Le frottement génère une dissipation d'énergie sous différentes formes. La dissipation thermique représente entre 95 et 98 % des pertes énergétiques [3]. La chaleur formée au contact est dissipé par conduction dans les solides en contact et par convection ou radiation dans l'environnement. L'aspect thermique est un aspect très important de l'étude du contact et en particulier en oxygène où l'augmentation de la température favorise l'oxydation des surfaces. L'augmentation de température peut, en effet, perturber les mécanismes d'usure et de frottement. Cet aspect est développé plus particulièrement dans la partie 1.5.

Les vibrations

Les vibrations sont une des formes sous lesquelles se dissipe l'énergie générée par le contact. Elles sont rarement utiles. Ce paramètre est lié au confort pour l'utilisation. Industriellement, le problème des vibrations est de plus en plus présent. Cet effet n'a pas été pris en compte dans le cadre de l'étude expérimentale.

1.1.2 Les paramètres influant sur le comportement du contact

Beaucoup de paramètres conditionnent les effets du contact. Suivant les auteurs, on peut identifier quinze à cinquante paramètres conditionnant les causes. Par la suite, un classement en six familles est proposé : la géométrie, les matériaux, la cinématique, la charge normale, l'environnement et la microgénométrie.

La géométrie

La géométrie détermine la nature du contact. Celui-ci peut être ponctuel, linéique ou surfacique (Figure 1.2). La géométrie dépend de nombreux paramètres tels que les longueurs, largeurs, rayons et courbures des surfaces en contact.



Figure 1.2 - Les différentes géométries du contact

Les matériaux

L'étude du contact implique deux solides et donc un couple de matériaux. Les deux matériaux choisis ont une influence très importante sur le comportement du contact. Le dimensionnement du contact interagit très fortement avec le choix des matériaux. Il existe cinq grandes familles de matériaux : les métaux et alliages, les polymères, les matériaux composites, les céramiques et les matériaux naturels. Les matériaux étudiés seront issus de la famille des métaux et alliages et de la famille des polymères. La tribologie des polymères et notamment les différents aspects du contact polymère/métal sont détaillés dans la partie 1.3.

La cinématique

La cinématique décrit le mouvement entre les deux surfaces en contact. Il existe quatre types de cinématiques : roulement, glissement, roulement/glissement et pivotement. Pour chacun de ces trois types, l'amplitude du mouvement peut différer en fonction du contact étudié. La cinématique différencie la grande surface cinématique et la petite surface cinématique (Figure 1.3). La grande surface cinématique est la surface pour laquelle les contacts sont intermittents. Tout point de la petite surface cinématique est toujours en contact avec la surface antagoniste.



Figure 1.3 - Définition des surfaces cinématiques

La charge normale

La charge normale (F_N) est appliquée perpendiculairement à la direction de la vitesse (Figure 1.4). Le comportement du contact dépend de son intensité et de son évolution au cours du temps. Dans les applications industrielles, la charge normale est difficile à évaluer et peut évoluer rapidement. Pour les études expérimentales, celle-ci est donc simplifiée.



Figure 1.4 - Charge normale

L'environnement

L'environnement regroupe plusieurs paramètres influençant le comportement du contact [1] :

- La nature gazeuse ou liquide : en ambiance gazeuse, le contact est dit sec. En ambiance liquide, on parle de contact lubrifié et dans ce cas, la viscosité du liquide a une grande influence sur le comportement du contact.
- La température : la structure des matériaux peut se modifier en fonction de la température.
- La pollution : elle peut apporter des particules dans le contact qui modifient son comportement.
- La réactivité : les réactions chimiques modifient les caractéristiques de la surface et donc le comportement du contact. Par exemple, une ambiance oxydante peut favoriser la formation d'un film d'oxyde protecteur ou destructeur en surface d'un matériau et ainsi modifier certaines de ces caractéristiques.

Dans le cadre de notre étude, les paramètres relatifs à l'environnement étudié sont sa nature, sa réactivité et sa température. Les environnements sélectionnés seront maîtrisés afin de n'avoir aucune pollution qui puisse apparaître pendant les différents essais.

La microgéométrie

Une surface ne peut pas être parfaitement lisse. Il existe toujours de microscopiques imperfections. L'état de surface a une grande importance dans le comportement du contact. Il existe plusieurs paramètres décrivant l'état de surface. Dans cette étude, on étudiera la microgéométrie à partir de profils réalisés sur les pistes. Le profil primaire permettra de voir la présence ou l'absence de film de transfert ou d'usure sur les pistes. Ce profil nous permettra également de déterminer la rugosité des disques et d'identifier si celle-ci a changé, au niveau de la surface frottante, au cours d'un essai.

1.1.3 Les différents types d'usure

Il n'existe pas de classement standard des différents types d'usure. Suivant les auteurs, les classements sont sensiblement différents [4]. Celui présenté ci-dessous n'est donc pas exhaustif.

L'adhésion

L'usure par adhésion se caractérise par le transfert du matériau d'une des deux pièces sur l'autre (Figure 1.5). Elle apparaît lorsque le frottement donne lieu à des liaisons entre les matériaux au niveau des aspérités. L'adhésion peut mener dans certains cas au grippage et à la soudure des pièces. Si les matériaux sont de natures différentes, le transfert s'effectue préférentiellement du corps le plus tendre vers le corps le plus dur. Ce type d'usure est observé lors d'un contact polymère/métal comme développé dans la partie 1.3.



Figure 1.5 - Usure par adhésion

L'abrasion

L'abrasion se manifeste par des sillons de profondeur variables parallèles au déplacement (Figure 1.6^{1}). Elle est due à la présence dans l'interface de protubérances ou de particules dures qui provoquent un déplacement de matière sur la surface la plus tendre.



Figure 1.6 - Usure par abrasion (Auteur : Jean-Jacques MILAN)

Un des paramètres les plus importants pour ce type d'usure est la dureté des corps présents à l'interface [5].

L'érosion

L'usure érosive apparaît lorsque des particules contenues dans un fluide en mouvement viennent heurter une surface solide et occasionnent ainsi une perte de matière. Le faciès des endommagements observés est définit par l'angle d'impact des particules. Un angle proche de 0 favorise l'effet de coupe et un angle d'incidence proche de la normale entraine des déformations.

La cavitation

La cavitation est un cas particulier de l'usure érosive. Elle apparait lorsqu'une surface est en mouvement relatif par rapport à un fluide dans une zone où se forment des bulles de vapeur.

^{1.} http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Usure_par_abrasion_02.jpg?uselang=fr#metadata

Contact tribologique

L'implosion des bulles provoque une onde de choc qui propulse le liquide contre la paroi. Ces impacts enlèvent de la matière et fatiguent les matériaux en surface. Ce type d'usure se manifeste par des trous se propageant sur toute la surface du solide.

La fatigue de contact

La fatigue de contact se manifeste par l'apparition de fissures et d'écailles en surface [4]. La fatigue de contact peut être mécanique ou thermique. La fatigue mécanique est due à des contraintes répétées au niveau du contact. La fatigue thermique est du à d'importantes variations de température cycliques dans le contact.

La réaction tribochimique

L'usure par réaction tribochimique apparait lorsque les surfaces en contact réagissent avec l'environnement [4]. Elle se caractérise le plus souvent par une coloration des surfaces frottantes et l'apparition d'une poudre colorée (Figure 1.7^{23}).



Figure 1.7 - Usure par corrosion de contact

L'oxydation est un des types d'usure attendu pour un contact plongé dans l'oxygène liquide. Des modèles d'usure oxydante ont été developpés par Quinn [6] [7] [8]. Il a principalement étudié l'usure oxydante à haute température et à température ambiante. En oxygène liquide, on se situe à une température où l'oxydation ne peut pas se produire en dehors des zones de contact réelles. Cette condition correspond à la théorie d'oxydation d'usure douce passée en revue et développée par Quinn, Sullivan et Rowson [8]. La plupart des études concernent l'usure non lubrifiée de métaux faiblement alliés. Le film d'oxyde peut permettre d'éviter le contact entre les métaux en jouant le rôle de lubrifiant ou peut être un abrasif. Quinn [6] a montré que le film d'oxyde est formé au niveau de l'aire réelle de contact. Il propose deux mécanismes de formation des particules d'usure :

- 1. L'oxyde est formé lorsque le métal vierge est exposé et ensuite, l'oxyde est enlevé à l'interface.
- 2. L'oxyde est formé à chaque contact. Quand la couche d'oxyde atteint une épaisseur critique, l'oxyde est enlevé.

Ces deux mécanismes peuvent être possibles mais le second est souvent favorisé. Quinn [7] donne

^{2.} http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Poudre_rouge_02.jpg?uselang=fr

^{3.} http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Corrosion_de_contact_sur_un_bout_dárbre_01.jpg? uselang=fr

une expression du taux d'usure sous des conditions d'usure modérée :

$$w = \left(\frac{dA_p e^{(-Q_p/RT_c)}}{\xi^2 \rho_0^2 f_0^2 V}\right) A$$
(1.4)

avec d la distance de contact à une aspérité, A_p la constante d'Arrhenius, Q_p l'énergie d'activation pour l'oxydation parabolique, R la constante molaire du gaz, T_c la température d'oxydation des aspérités, ξ l'épaisseur critique du film d'oxyde, ρ_0 la densité de l'oxyde formé à l'aire réelle de contact, f_0 la fraction d'oxygène dans l'oxyde et V la vitesse de glissement. T_c est reliée à la température de surface par l'équation suivante :

$$T_c = T_S + \theta_m \tag{1.5}$$

avec T_S , la température de surface générale et θ_m , la température au niveau des points chauds du contact glissant. Les températures en surface et la répartition du flux de chaleur sont primordiaux pour la compréhension de l'usure oxydante. La formule décrivant l'usure oxydante utilise un grand nombre de paramètres difficiles à déterminer dans le cadre de notre étude.

1.2 Lubrification

En oxygène liquide, le contact est plongé dans un environnement liquide. Or celui-ci peut complètement modifier le comportement d'un contact en le lubrifiant. L'étude de la lubrification est principalement axée sur les huiles. Dans le cas des huiles, le comportement du lubrifiant a été souvent étudié et est donc connu. Dans notre cas, le comportement de l'oxygène liquide vis-à-vis des surfaces n'est pas connu, les interprétations des résultats seront donc uniquement basées sur le comportement en frottement et usure des contacts. L'évolution du coefficient de frottement est directement reliée à l'épaisseur du lubrifiant. Si l'épaisseur du film est faible, le frottement est élevé et augmente jusqu'à la valeur du coefficient de frottement sec quand l'épaisseur atteint zéro. Un film plus épais (comparé à la taille d'une molécule) est nécessaire pour réduire significativement le frottement (épaisseur environ 10 fois plus grande qu'une molécule d'huile : 0,1 μ m est nécessaire pour une réduction du coefficient de frottement de 0,1 à 0,01).

La microgéométrie de la surface pouvant modifier l'épaisseur du film, il est très compliqué de définir son épaisseur (Figure 1.8). Généralement, l'épaisseur de film considérée est la valeur moyenne dans le contact.



Figure 1.8 - Microgéométrie des surfaces

La figure 1.9 montre l'évolution classique, pour un contact lubrifié avec de l'huile, du coefficient de frottement en fonction de l'épaisseur du film lubrifiant.

Du film le plus épais au plus mince, cette évolution fait apparaître quatre domaines principaux :

- Le régime fluide : effet de lubrification maximum
- Le régime mixte : à cause de la rugosité, l'épaisseur du film lubrifiant varie de quelques molécules à un très grand nombre de molécules
- Le régime limite : le contact travaille avec peu de molécules de lubrifiant
- L'apparition du frottement sec

Le premier classement des différents régimes de lubrification a été établi par Stribeck [9]. La courbe la plus utilisée pour le classement des régimes de lubrification est la courbe de Stribeck qui représente l'évolution du coefficient de frottement en fonction du paramètre de Sommerfeld $S = \eta V/p$.

 η correspond à la viscosité dynamique du lubrifiant, V à la vitesse de glissement et p à la pression de contact. Ce paramètre représente l'épaisseur du film lubrifiant et est relié au coefficient de frottement de la même manière que l'épaisseur du film lubrifiant, comme présenté à la figure 1.9.



Figure 1.9 - Coefficient de frottement en fonction de l'épaisseur du film lubrifiant [10]

1.2.1 Le régime fluide

Le régime fluide correspond à la présence d'un film continu entre les deux surfaces. Il peut être obtenu avec l'un des trois mécanismes de lubrification suivant : hydrodynamique, élastohydrodynamique et hydrostatique.

Le mécanisme de lubrification hydrostatique a lieu lorsque le lubrifiant est injecté dans le contact à une pression permettant de séparer les surfaces.

Le mécanisme de lubrification hydrodynamique apparaît principalement dans le cas de deux surfaces non parallèles. Le fluide exerce alors une force de portance permettant la séparation des surfaces. L'équation de Reynolds [11] est la base de la théorie sur la lubrification hydrodynamique. Les aspérités et les défauts de forme des surfaces doivent avoir des dimensions inférieures à l'épaisseur du film de lubrifiant [12]. Les butées et les paliers hydrodynamiques sont les applications les plus courantes de ce régime de lubrification [13].

Le mécanisme de lubrification élastohydrodynamique apparaît dans le cas de contacts ponc-

tuels ou linéiques. Les surfaces sont séparées et déformées élastiquement par la pression importante exercée par le fluide.

Le coefficient de frottement associé à ce régime fluide est très faible, de l'ordre de 0,01 (Figure 1.9) et l'usure qui peut apparaître est uniquement générée par des réactions chimiques entre les surfaces et le lubrifiant. Plusieurs paramètres influent sur l'épaisseur du film de lubrifiant : la charge, la vitesse de glissement, la viscosité du lubrifiant et l'élasticité des solides. En dessous d'une valeur critique du film de lubrifiant, le régime de lubrification change et le contact se situe alors dans le régime mixte. L'équation suivante permet de déterminer à partir de quelle épaisseur le film devient discontinu :

$$\lambda = \frac{h_{min}}{\sigma^*} \tag{1.6}$$

 $\sigma*,$ la rugosité composite RMS des deux surfaces, est défini par :

$$\sigma * = \sqrt{R_{q1}^2 + R_{q2}^2} \tag{1.7}$$

 λ est le paramètre des interactions des aspérités en glissement lubrifié. Le film est considéré comme épais lorsque λ est strictement supérieur à 3 [14] cité par [15].

1.2.2 Le régime mixte

Le régime de lubrification mixte correspond à la zone de transition entre la lubrification en film continu et la lubrification limite. On considère généralement que ce régime apparaît lorsque λ est inférieur à 0,5 [16].

La charge normale appliquée sur le contact est supportée d'une part par un film mince dans les creux et d'autre part par un film limite au niveau des aspérités les plus hautes des surfaces [17] [10].

La plage des coefficients de frottement observés est large et se situe entre 0,01 et 0,1 (Figure 1.9). Le coefficient de frottement peut se décomposer en deux composantes, une décrivant la zone travaillant en film mince et l'autre décrivant la zone travaillant en film limite [10] [18] :

$$f = (1 - \Phi)f_M + \Phi f_L \tag{1.8}$$

 f_M et f_L sont les coefficients de frottement moyens des modes de lubrifications respectivement en film mince continu et en film limite. Le paramètre $\Phi = \frac{N_L}{N}$ représente la fraction de force transmise par les zones travaillant en film limite avec N_L la force normale des zones travaillant en film limite. Lorsque Φ tend vers 1, le régime de lubrification est proche du régime limite et lorsque Φ tend vers 0, le régime de lubrification se rapproche du régime en film mince continu.

Le paramètre qui influence le plus l'usure est la répartition des zones travaillant en film mince et en film limite (Φ) [19]. La relation décrivant l'usure à l'aide du coefficient d'Archard kest similaire à celle du frottement :

$$k = k_M (1 - \Phi) + k_L \Phi \tag{1.9}$$

 k_M et k_L sont les taux d'usure moyens des modes de lubrifications respectivement en film mince continu et en film limite. Le taux d'usure lié au régime en film mince (k_M) est souvent négligeable par rapport à celui lié au régime limite (k_L) [10]. La relation devient donc :

$$k = k_L \Phi \tag{1.10}$$



Figure 1.10 - Evolution de l'usure et du frottement en lubrification mixte [10]

On retrouve expérimentalement une évolution similaire du coefficient de frottement et du taux d'usure en fonction du paramètre de Sommerfeld (Figure 1.10).

L'usure et le frottement dépendent de l'état de surface, du lubrifiant et des débris d'usure.

La rugosité des surfaces est un paramètre très important du régime de lubrification mixte. En effet, celle ci détermine le taux de partage entre les zones fonctionnant en film mince et les zones fonctionnant en régime limite. Une rugosité forte favorisera le fonctionnement en régime limite alors qu'une rugosité faible favorisera la formation d'un film mince continu [10]. Il est donc important de prendre en compte la microgéométrie des surfaces dans l'étude du coefficient de frottement et de l'usure.

Dans le cas de faibles pressions de contact (contact plan/plan), Emmens [20] a développé le paramètre suivant prenant en compte la rugosité des surfaces :

$$H^* = \frac{\eta V}{R_{pm}^2 p} \tag{1.11}$$

 R_{pm} se rapporte à la surface la plus rugueuse. Ce paramètre est une fonction linéaire du coefficient de frottement. En traçant la courbe du coefficient de frottement en fonction de H^* , on ne voit aucune différence entre le régime mixte et le régime limite.

Samper et Felder [21] ont développé un paramètre sans dimension :

$$3\frac{\eta V l}{R_a^2 p} \tag{1.12}$$

Ces deux paramètres ne prennent pas en compte la répartition des sommets des aspérités du contact mais seulement la rugosité sur l'ensemble du profil. Une autre méthode s'appuie sur un paramètre permettant d'identifier la distribution des sommet des aspérités [22].

1.2.3 Le régime limite

Ce régime apparaît dans le cas de charges élevées, de vitesses faibles, de viscosité du lubrifiant faible, ou de rugosité élevée. Dans les applications industrielles, on rencontre ce régime dans trois cas principaux : le démarrage d'une machine, la période de rodage ou une surcharge occasionnelle.

Le coefficient de frottement associé à ce régime dans le cas de l'huile est autour de 0,1 (Figure 1.9). Il est plus élevé qu'en régime mixte mais plus faible qu'en contact sec.

En régime limite, le frottement et l'usure dépendent des propriétés des surfaces et du lubrifiant. Le film de lubrification est très mince et compris entre 1 et 10 nanomètres. Ce film limite les contacts, prévient le grippage et limite l'usure des surfaces en contact. Des réactions chimiques ont lieu entre le lubrifiant et les surfaces [23]. Le choix du lubrifiant a une grande influence sur le régime de lubrification limite. En effet, le lubrifiant doit former une couche adhérente aux surfaces qui permet de limiter les contacts entre les deux surfaces. Des additifs sont utilisés pour favoriser la formation d'un film protecteur sur les surfaces. Le film peut être une couche organique chimisorbée, des composés inorganiques obtenus par décomposition ou par réaction avec la surface [24].

Les aspérités des deux surfaces peuvent cependant se toucher. Ces collisions peuvent provoquer localement des déformations élastiques ou plastiques suivant la nature des matériaux et la charge appliquée [23].

La rugosité des surfaces en contact a une influence encore mal connue sur le coefficient de frottement en régime limite. Cependant, ampleur et orientation de la rugosité semblent être des paramètres influents [23]. L'évolution du coefficient de frottement en fonction de la vitesse en régime limite dépend fortement du lubrifiant utilisé [23].

1.2.4 L'apparition du frottement sec

Lorsque le film de lubrifiant devient trop faible, il se casse et le frottement sec apparait au niveau des aspérités du contact.

Le coefficient de frottement (Figure 1.9) et l'usure sont nettement supérieurs à ceux observés en contact lubrifié. Ils dépendent alors fortement des matériaux en contact.

1.2.5 Le cas des fluides cryogéniques

La viscosité des fluides cryogéniques à pression atmosphérique est très faible. Elle vaut en effet pour l'oxygène liquide $0, 20 \cdot 10^{-3} Pa \cdot s$ et $0, 16 \cdot 10^{-3} Pa \cdot s$ pour l'azote liquide [25]. L'apparition d'une lubrification fluide est donc peu probable. Une lubrification limite pourrait apparaître si le fluide cryogénique réagissait avec la surface. Cependant, aucune réactivité favorisant la formation de films superficiels bons pour le contact n'a été observée dans les environnements liquides suivants à température cryogénique : N₂, H₂ ou He [26].

Au contraire, lors d'un contact métal/métal en présence de liquide cryogénique, on observe du grippage dû à l'absence de lubrification. En atmosphère neutre ou réductrice, il n'y a pas de formation de film permettant de lubrifier le contact. Les fluides cryogéniques ont cependant quelques propriétés intéressantes pour le fonctionnement d'un contact. On peut citer leur grande capacité de refroidissement qui permet d'éviter les effets indésirables de trop grandes générations de chaleur dues au frottement [27].

Les lubrifiants classiques tels que les huiles ne peuvent pas être utilisés à température cryogénique. En présence de liquides cryogéniques, des lubrifiants solides sont utilisés afin de diminuer les risques de grippage. Les deux lubrifiants solides les plus utilisés dans ces applications sont le polytrétrafluoroéthylène (PTFE) et le bisulfure de molybdène (MoS_2) [27]. Une attention particulière est également apportée sur les traitements de surface permettant une réduction des frottements et des risques de grippage [28].

1.3 Tribologie des polymères

Les polymères sont souvent utilisés en tribologie comme lubrifiants solides et plus particulièrement dans les environnements cryogéniques. Dans un premier temps, nous nous intéresserons au matériau lui-même : sa structure, ses propriétés et à la famille particulière des polymères fluorés. Dans un second temps, nous décrirons les particularités du contact entre un matériau polymère et un matériau métallique.

1.3.1 Les polymères

Avant d'aborder la question du contact entre les polymères et les métaux, cette partie présente dans un premier temps la structure et les propriétés générales des polymères et dans un deuxième temps la catégorie des polymères fluorés

Structure et propriétés

Les polymères sont des macromolécules composées d'un grand nombre de monomères dont la cohésion est assurée par des liaisons covalentes et des liaisons plus faibles assurant la cohésion entre les différentes chaînes.

On peut compter deux grandes catégories de polymères [29]. La première catégorie correspond aux polymères qui ont une structure linéaire (thermoplastiques) (Figure 1.11) et la seconde catégorie à ceux dont les monomères forment un réseau tridimensionnel (thermodurcissables) (Figure 1.12).

$$-\langle CH_2 - CH - \rangle_n$$

 \downarrow
 A

Figure 1.11 - Exemple de polymère linéaire [29]



Figure 1.12 - Exemple de polymère tridimensionnel [29]

La catégorie intermédiaire est celle des polymères ramifiés (Figure 1.13).

Les polymères existent sous quatre états physiques [30], l'état cristallin et trois états amorphes : l'état vitreux, l'état caoutchouteux et l'état visqueux.



Figure 1.13 - Polymère ramifié

La température de transition vitreuse (T_g) correspond à la température de transition entre l'état vitreux et l'état caoutchouteux. Il n'existe cependant pas de rupture nette entre l'état vitreux et l'état caoutchouteux mais il y a une zone de transition. La température de fusion (T_f) correspond à la température de passage entre l'état caoutchouteux et l'état visqueux.

L'état cristallin est l'état solide des polymères. Tous les polymères ne se prêtent pas à la cristallisation, seules certaines chaînes peuvent former des zones cristallisées.

Les polymères fluorés

Les polymères fluorés sont des polymères pour lesquels les atomes d'hydrogène ont été substitués par des atomes de fluor. Cette substitution permet d'observer une amélioration de la tenue thermique et de la résistance chimique. Elle retarde ou inhibe la propagation des flammes, abaisse la tension superficielle critique et exalte les caractéristiques diélectriques [31].

Les polymères fluorés sont utilisés dans certaines applications où les autres polymères sont dégradés ou détruits ou pour une de leurs propriétés particulières.

Les polymères fluorés les plus utilisés dans les environnements cryogéniques sont le polytétrafluoroéthylène (PTFE)et le polychlorotrifluoroéthylène (PCTFE).

1.3.2 Le contact polymère/métal

Le contact le plus populaire dans le cas d'un contact polymère sur non-polymère est le contact polymère sur métal [32]. En effet, dans le cas du contact polymère sur métal, le coefficient de frottement est relativement faible et la résistance à l'usure est plutôt bonne quelque soient les matériaux sélectionnés (acier et polymère) [33].

Deux composantes sont importantes au niveau du contact non-polymère sur polymère : les propriétés adhésives et mécaniques. Elle se manifestent par exemple sur le coefficient de frottement.

Coefficient de frottement

La force de frottement d'un contact polymère sur acier comporte deux composantes qu'il est possible d'additionner : la composante mécanique (f_d) et la composante adhésive (f_a) : $f = f_d + f_a$ [34] [25].

 f_d représente les déformations induites dans le matériau polymère par les aspérités de la surface métallique. Les aspérités de la surface la plus dure (métal) pénètrent et rayent la surface du matériau le plus mou (polymère). Ce phénomène est la cause de cisaillement, de déplacements plastiques et de déformations élastiques qui provoquent en partie le frottement. La composante f_a est relative aux liens adhésifs se formant entre les deux surfaces.

Le ratio entre la composante mécanique et la composante adhésive dépend en partie de la rugosité de la surface métallique. En effet, le coefficient de frottement est élevé pour des rugosités faibles du fait de la forte adhésion puis diminue lorsque la rugosité augmente pour atteindre un minimum et ensuite s'accroit avec la rugosité lorsque la composante mécanique devient élevée (Figure 1.14). La charge et la vitesse de glissement ont également une forte influence sur le coefficient de frottement. Dans le cas d'un contact élastique, le coefficient de frottement décroît lorsque la charge augmente. Lorsque les premières déformations plastiques apparaissent, le coefficient de frottement est faible et augmente lorsque la charge augmente. La vitesse de glissement et la température ont des effets sur cette relation.



Figure 1.14 - Évolution du coefficient de frottement en fonction de la rugosité pour un contact PTFE/Acier [35] [36]

La relation entre le coefficient de frottement et la vitesse de glissement est plus compliquée. Habituellement, un maximum de frottement est observé.

La température de l'environnement influence le frottement et notamment la répartition entre la composante mécanique et la composante adhésive. Pour un couple polymère/acier à température ambiante, le phénomène de déformation est prépondérant par rapport à celui d'adhésion. A température cryogénique, la dureté des matériaux augmente. Cette augmentation est importante pour les polymères. La profondeur de pénétration des aspérités de la surface la plus dure et les phénomènes de déformations seront donc nettement diminués par rapport à ceux observés à température ambiante. La composante f_d diminue donc avec la température. De plus, la composante adhésive augmente lorsque la température diminue [34]. A très basse température, la composante adhésive devient donc prédominante par rapport à la composante mécanique [37].

Usure

La formulation la plus citée pour l'usure adhésive est celle formulée par Archard : $U = k \frac{F_N D}{H}$ [2] [38]. Cette relation se rapproche non seulement de l'usure adhésive mais aussi de l'usure abrasive [39]. Les valeurs du coefficient k pour les différentes formes d'usure sont très différentes. Dans le cas des contacts polymère/non-polymère, on peut identifier deux formes d'usure principales : l'usure abrasive et l'usure par fatigue.

L'usure se comporte de la même manière que le coefficient de frottement vis-à-vis de la rugosité (Figure 1.15). Lorsque la rugosité est faible, l'usure est élevée. Puis, quand la rugosité augmente, l'usure diminue pour atteindre un minimum et ensuite augmenter avec l'augmentation de la rugosité.

La vitesse d'usure du polymère est fortement liée au transfert, celui-ci dépendant de la ductilité du polymère (Figure 1.16). Les particules transférées dans le cas d'un polymère avec une ductilité élevée diminuent la rugosité de la pièce antagoniste et ainsi la vitesse d'usure du polymère. Dans le cas d'un polymère plus fragile, les particules transférées augmentent la rugosité de l'antagoniste et ainsi le taux d'usure.



Figure 1.15 - Évolution de l'usure en fonction de la rugosité pour un contact PTFE/Acier [35] [36]



Figure 1.16 - Rapport des vitesses d'usure en contact permanent $k_c p$ et en contact transitoire $k_c t$ en fonction de l'allongement à la rupture A_R des polymères [40]

La charge et la vitesse de glissement ont également une forte influence sur le taux d'usure et notamment à travers les variations de température. En effet, la puissance mécanique dissipée par le frottement, dont dépendent les variations de température, est proportionnelle à la charge et à la vitesse de glissement. Une variation de température va avoir une influence sur la ductilité des polymères et donc sur leur taux d'usure comme développé ci-dessus (Figure 1.16).

Tribologie des polymères

L'évolution du taux d'usure en fonction de la température pour plusieurs polymères est présentée par la figure 1.17. Le taux d'usure commence par diminuer lorsque la température augmente pour atteindre un minimum. Lorsque la température est supérieure à ce point de transition, la taux d'usure augmente fortement avec la température. Cette forte augmentation est dûe à de fortes déformations plastiques subies par le polymère [41].



Figure 1.17 - Taux d'usure en fonction de la température pour plusieurs polymères frottant à sec sur de l'acier doux poli ($Ra \approx 0, 15 \mu m$), T représente la température contrôlée de la pièce en acier, la puissance dissipée étant faible [41]



Figure 1.18 - Évolution de l'usure en fonction de la rugosité pour différents polymères [40]

Cas particulier du PTFE : L'évolution du taux d'usure du PTFE en fonction de la rugosité du solide antagoniste est différente de celle des autres polymères (Figure 1.18). Pour une rugosité faible, le taux d'usure du PTFE est supérieur à celui des autres polymères et pour une rugosité plus élevée, il est inférieur. Le taux d'usure évolue comme \sqrt{Ra} . Cette évolution est comparable à celle des métaux [40]. Ce comportement n'est pas encore totalement expliqué. Certaines particularités du PTFE peuvent expliquer ce comportement particulier [42][43]. Pour des rugosités du solide antagoniste faibles ($Ra < 0, 05\mu m$), un film de transfert continu et très fin se forme sur l'antagoniste ce qui génère un coefficient de frottement faible ($f \approx 0, 06$ à 20°C) et ce qui pourrait générer une usure assez élevée. Pour des rugosités de l'antagoniste plus élevées ($Ra > 0, 05\mu m$), le frottement augmente ($f \approx 0, 2$ à 20°C) et le transfert est sous forme de lamelles d'épaisseurs variables.

Film de transfert

Dans le cas de contacts non lubrifiés, le film de transfert formé par le polymère sur la surface antagoniste est très important. Le film de transfert dépend des conditions de glissement ainsi que du matériaux et de la rugosité de la surface antagoniste [32]. En général, le film de transfert formé est bénéfique au contact polymère/non polymère. Celui-ci peut en effet diminuer à la fois le coefficient de frottement et l'usure.

Réaction entre polymère et métal

Le PTFE peut réagir chimiquement avec différents métaux [44]. Pour un certain nombre de métaux, la présence de réaction chimique à l'interface polymère/métal produit des fluorures métalliques.

1.4 Tribologie en environnement cryogénique

Les températures cryogéniques sont de très basses températures, en général inférieures à 123K [26]. Ces conditions extrêmes sont très influentes sur les caractéristiques des matériaux et plus globalement sur le comportement du contact.

1.4.1 L'influence de la température sur les matériaux

La température a une grande influence sur les propriétés mécaniques des matériaux. Nous étudierons dans cette partie l'influence de la température sur les matériaux métalliques et les polymères.

Les matériaux métalliques

Les principaux effets d'une diminution de température sur les métaux sont une augmentation de la dureté, de la limite à la rupture, de la limite d'élasticité et de la résistance en fatigue.

La figure 1.19 présente les propriétés en traction de deux aciers. On observe dans les deux cas une diminution de la résistance à la traction et de la limite d'élasticité lorsque la température augmente. La température a moins d'effet sur la limite d'élasticité de l'acier inoxydable que sur celle de l'acier à basse teneur en carbone. Pour les deux aciers, l'allongement commence par augmenter avec la température pour atteindre un maximum puis diminuer lorsque la température augmente.

L'énergie de rupture ductile est supérieure à l'énergie de rupture fragile (Figure 1.20).

On peut identifier trois zones sur la figure 1.20 présentant l'influence de la température sur l'énergie absorbée à la rupture :

- Zone 1 : A basse température, l'énergie absorbée à la rupture est faible. La rupture est fragile.
- Zone 2 : C'est une zone de transition, l'énergie absorbée à la rupture augmente significativement avec la température. La rupture dans cette gamme de températures est un mélange de ruptures fragile et ductile.
- Zone 3 : A haute température, l'énergie absorbée à la rupture est élevée. La rupture est ductile.



Figure 1.19 - Propriétés en traction de deux aciers en fonction de la température d'après Corruccini cité par [27]
(a) Acier à basse teneur en carbone (C 0.15, Mn 1.48, Si 0.25)
(b) Acier inoxydable AISI 347 (Cr 18, Ni 11)



Figure 1.20 - Courbe de transition - Influence de la température sur l'énergie absorbée à la rupture

La température de transition entre ruptures ductile et fragile (Zone 2) dépend du maté-

riau étudié. La figure 1.21 montre par exemple l'évolution de la résilience en fonction de la température pour l'acier X105CrMo17.



Figure 1.21 - Évolution de la résilience du X105CrMo17 en fonction de la température [26]

Les polymères

Les propriétés des polymères dépendent de deux températures importantes. La température de transition vitreuse T_g et le point de fusion. Le tableau 1.1 présente ces deux températures pour deux polymères, le PTFE et le PCTFE. La transition vitreuse correspond à la transition entre l'état visqueux et l'état caoutchouteux d'un polymère. Lorsque la température est inférieure à la température de transition vitreuse T_g , les polymères sont à l'état rigide. Les macromolécules sont peu déformables. Lorsque la température est supérieure à la température de transition vitreuse T_g , les déformations sont plus importantes et plus faciles.

Polymère	Température de transition vitreuse (°C)	Point de fusion (°C)
PTFE	126	327
PCTFE	Pas d'information	220

Table 1.1 - Températures de transition vitreuse et point de fusion des polymères[27]

Pour les températures inférieures à la température de transition vitreuse, la résistance en traction des polymères augmente lorsque la température diminue [27] (Figure 1.22). Aux températures cryogéniques, les polymères tendent à devenir plus fragiles. Le PTFE et le PCTFE sont deux polymères qui gardent une certaine ductilité aux températures cryogéniques. A basse température, la dureté des polymères augmente d'autant plus que celle-ci est faible à température ambiante [37]. Leur conductivité thermique est faible à température ambiante et le devient encore plus à basse température.



Figure 1.22 - Effet de la température sur la résistance des polymères d'après Tantam cité par [27]

1.4.2 La tribologie en environnement cryogénique

La tribologie en environnement cryogénique peut être abordée sous plusieurs angles. Nous étudierons d'abord la problématique du contact métal/métal puis celle du contact polymère/métal et enfin la lubrification par film de transfert indirect.

Le contact métal/métal en environnement cryogénique

Lors d'un contact métal-métal [38] en environnement cryogénique, le coefficient de frottement et l'usure sont élevés. L'utilisation de lubrifiants conventionnels tels que les huiles est impossible car ceux-ci gèlent. Les fluides cryogéniques n'ont pas de propriétés lubrifiantes.

Lors d'essais acier/acier, Hubner [45] ne remarque pas d'effet lorsque la température est descendue à 77K. L'usure adhésive est très marquée sur les deux surfaces.

Des essais réalisés à l'ISMCM (Laboratoire de tribologie) [28] comparent différents revêtements et traitements de surface pour le frottement des aciers en azote liquide (77 K). Ce rapport envisage plusieurs solutions pour améliorer le comportement des contacts dans les roulements étudiés.

La tribologie des polymères en environnement cryogénique

Plusieurs auteurs ont étudié l'influence du milieu cryogénique sur le comportement du contact polymère/métal.

D'après Iwasa [38], les théories de frottement et d'usure des contacts polymère/métal à sec à température ambiante peuvent être étendus à l'environnement cryogénique. Il s'appuie sur des essais réalisés avec plusieurs couples de matériaux : polymères/OFHC (Oxygen-free high thermal conductivity copper) et polymères/acier inoxydable AISI 304. Les essais ne montrent pas de différence entre les résultats obtenus avec les deux métaux. Le coefficient de frottement obtenu pour le PCTFE à 4,2 K est 0,21, à 77 K il est égal à 0,19 et à 293 K il vaut 0,36. Iwasa [38] trouve une relation de proportionnalité entre le coefficient de frottement et l'usure comme le montre la figure 1.23. Cette étude montre que la théorie adhésive d'usure et de frottement des polymères reste directement applicable à température cryogénique et la réduction du taux d'usure est due à l'augmentation de la dureté des polymères à très basse température (Dureté Brinell en MPa du PCTFE à 77K : 640, à 293K : 120).

On observe une influence distincte de la température sur le comportement tribologique du contact polymère / acier [45]. Pour la plupart des polymères, le coefficient de frottement ainsi que l'usure diminuent lorsque la température diminue à 77K. Dans certains cas, ils remontent à 4,2K. Les mécanismes d'usure sont visiblement différents suivant les polymères et l'environnement.



Figure 1.23 - Coefficients d'usure moyens en fonction des coefficients de frottement pour des polymères [38]

Lors de l'étude d'un contact PCTFE/Ti6Al4V en air et azote liquide, Bozet [46] observe deux comportements différents suivant l'environnement. Après les essais en air, un composé noir (essentiellement du carbone) correspondant à des zones "fondues" est identifié sur le pion. Cela correspond à une usure tribochimique. Des traces d'abrasion sont observées sur le disque. Après les essais en azote liquide, le disque est dégradé. Les débris ne sont pas incrustés dans le pion étant donné que celui ci est plus dur à basse température.

Lors d'une autre campagne d'essais, Bozet [25] observe également des taux d'usure des pions différents en air et en azote liquide. Le taux d'usure du pion en air vaut $3,37 \times 10^{-5}$ mm³ N⁻¹ m⁻¹ et celui en azote liquide est de $1,79 \times 10^{-4}$ mm³ N⁻¹ m⁻¹.

La lubrification par film de transfert indirect

Ce type de lubrification a été développé pour des utilisations dans des conditions sévères (comme les très basses et très hautes températures) qui ne permettent pas une lubrification plus classique (comme l'huile).

Le principe du transfert indirect est présenté dans le cas d'un roulement par la figure 1.24 [47] : la bille se recouvre d'un film du matériau de cage en 1 et en 1' lors du contact avec la cage. Une partie du matériau se transfère ensuite sur la bague intérieure en 2 et sur la bague extérieure en 3. Le matériaux de cage est en contact avec la bille : le film de transfert sur la bille est direct. Les bagues intérieure et extérieure ne sont pas en contact direct avec le matériau de cage. La cage du roulement est constituée d'un matériau auto-lubrifiant. Ce matériau est nécessaire pour la lubrification mais il ne supporterait pas les contraintes dans les roulements.



Figure 1.24 - Principe du transfert indirect dans un roulement [47]

De nombreux essais ont été réalisés directement sur des roulements comme par exemple ceux présentés par D.E. Brewe et al. [48]. Leurs essais réalisés sur plusieurs matériaux de cage ont montré que le principal mode d'usure sur les bagues et les billes est l'usure adhésive [47] [48]. Les matériaux testés les plus adaptés sont les matériaux composés de fibres de verre ou de poudre de bronze avec une matrice PTFE.



Figure 1.25 - Bidisque du Battelle Columbus Laboratories [47] [49]

Peu d'études du transfert indirect ont été réalisées dans le domaine cryogénique sur des


tribomètres bidisque. Nous pouvons par exemple citer les essais réalisés par J.W. Kannel [49] cités par [47] sur le tribomètre bidisque présenté à la figure 1.25.

Figure 1.26 - Résumé des courbes de traction-glissement pour les différentes combinaisons de contact glissant en azote liquide [47] [49]

Ces essais ont été réalisés en deux étapes. En premier, le pion en composite frotte contre un disque en acier sous jet d'azote liquide pour former un film de transfert. En deuxième, un contact est établi entre les deux disques en acier sous jet d'azote liquide. Les résultats obtenus sont présentés par la figure 1.26. Une faible pente lorsque le taux de glissement est proche de 0 caractérise un film épais dont la résistance au cisaillement est faible. Cela indique donc la présence d'un film lubrifiant qui tant qu'il est maintenu assure le bon fonctionnement du roulement. Lors de cette étude, les contacts étaient placés sous un jet d'azote liquide ce qui ne garantit pas la température des disques. Or, L.D. Wedeven [50] note l'importance de la génération de chaleur dans les contacts pour la durée de vie des roulements HPOTP (high pressure oxygen turbopump).

1.5 Thermique du contact

Le frottement génère une dissipation d'énergie sous différentes formes : dissipation mécanique par déformation, usure, énergie vibratoire, dissipation thermique, phénomènes physicochimiques et phénomènes lumineux. La dissipation thermique représente entre 95 et 98 %. La chaleur formée au contact est dissipé par conduction dans les solides en contact et par convection ou radiation dans l'environnement (Figure 1.27). La thermique du contact est un problème complexe qui est toujours très étudié.

Les premières méthodes de calcul ont été développées sous le nom de théorie des sources de chaleur par Block [51] et Jaeger [52]. Les études suivant cette première théorie sont de plus en plus complexes afin de prendre en compte les multiples aspects de la thermique du contact.



Figure 1.27 - Distribution de la chaleur formée au contact

1.5.1 Les bases de la thermique

Cette partie rappelle les bases de la thermique dont nous aurons besoin par la suite.

Équation de la chaleur

La relation générale du transfert de chaleur dans un solide présentant une conductivité thermique (λ) constante est la suivante :

$$\lambda \nabla^2 T + \phi = \rho c \frac{\partial T}{\partial t} \tag{1.13}$$

T représente la température, ρ la masse volumique, c la capacité thermique et t le temps.

Dans le cas d'un flux unidirectionnel sans source de chaleur interne, l'équation de conduction de chaleur devient :

$$\frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \right) = \rho c \frac{\partial T}{\partial t} \tag{1.14}$$

 soit

$$a\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{\partial T}{\partial t} \tag{1.15}$$

où a est la diffusivité thermique définie par $a = \frac{\lambda}{\rho c}$.

Loi de Fourier

La loi de Fourier définit la densité de flux thermique q dans la direction $\mathbf x$ par l'équation suivante :

$$q = -\lambda \frac{dT}{dx} \tag{1.16}$$

Variation de température dans un solide semi-infini

Pour définir la variation de température dans un solide semi-infini, on pose comme condition initiale $T(x, y, z, 0) = T_0(x, y, z)$. Le calcul de cette variation de température peut se faire avec deux types de conditions aux limites :

- Conditions de Neumann : on impose la densité de flux en surface. Dans ce cas, les conditions aux limites sont : q(0,t) = q, q(x,0) = 0, $q(\infty,t) = 0$, $T_S(x,0) = T_0$, $T(\infty,t) = T_0$.
- Conditions de Dirichlet : on impose la température en surface. Les conditions aux limites sont alors : $T_S = T(M_S, t)$, avec M_S , un point de la surface du système. Dans le cas particulier d'une surface isotherme, on a $T_S = constante$.

En régime transitoire, la variation de température à la surface d'un solide est définie par l'équation :

$$T(0,t) = T_0 + 1,13q \frac{\sqrt{at}}{\lambda}$$
 (1.17)

En régime permanent, la variation de température pour un solide semi-infini soumis à un flux de chaleur uniforme (Figure 1.28) suit la formule suivante :

$$T(x) = T_{surface} - q\frac{x}{\lambda} \tag{1.18}$$



Figure 1.28 - Solide semi-infini soumis à un flux de chaleur uniforme en régime permanent

1.5.2 Température de surface en fonction du type de source de chaleur

La température atteinte en surface d'un solide dépend de plusieurs paramètres liés à la source de chaleur. Elle dépend d'une part de la vitesse de déplacement de la source et d'autre part de sa géométrie.

Le nombre de Peclet

Dans le cas d'une source de chaleur mobile (Figure 1.31), on utilise le nombre de Peclet (Pe) définit par :

$$\begin{cases}
Pe = \frac{Vl}{2a} \\
a = \frac{\lambda}{\rho c}
\end{cases}$$
(1.19)

Si Pe < 0.1, la source de chaleur peut être considérée comme stationnaire (Figure 1.29a). Cela correspond à une très faible vitesse de glissement. La chaleur se répartie donc comme dans un contact statique parfait suivant l'effusivité des corps en contact. Si 0.1 < Pe < 5, le mouvement relatif des surfaces est lent (Figure 1.29b). Dans ce cas, la température de surface est proportionnelle à la racine carrée du nombre de Peclet [53]. Si Pe > 5, le mouvement de la source de chaleur est rapide (Figure 1.29c) et la chaleur n'a pas le temps de se diffuser sur une grande profondeur. Dans ce cas, le coefficient de partage thermique est $\alpha = \frac{0.87}{\sqrt{Pe}}$ [53].



Température moyenne de surface

Des formules (Tableau 1.2) définissent la température moyenne de surface suivant la géométrie de la source de chaleur et la valeur du nombre de Peclet.

Source de chaleur	Circulaire uniforme	Circulaire parabolique	Linéique uniforme
Quasi statique	$T_{moy} = T_0 + 0,85\frac{qr}{\lambda}$	$T_{moy} = T_0 + 0,88\frac{qr}{\lambda}$	$T_{moy} = T_0 + 0,95 \frac{ql}{\lambda}$
Pe < 0,1			
Rapide	$T_{moy} = T_0 + \frac{0.69qr}{\lambda\sqrt{Pe}}$	$T_{moy} = T_0 + \frac{0.72qr}{\lambda\sqrt{Pe}}$	$T_{moy} = T_0 + \frac{0.75ql}{\lambda\sqrt{Pe}}$
Pe > 10			
Relation générale	$T_{moy} = T_0 + \frac{0.69qr}{\lambda \sqrt{0.66 + Pe}}$	$T_{moy} = T_0 + \frac{0.83qr}{\lambda \sqrt{0.87 + Pe}}$	
(interpolation)	···· • • ··· •	···· • • · · · · · · · · · · · · · · ·	

Table 1.2 - Températures moyennes dans le contact ¹

^{1.} J. Denape, Cours "Introduction à la tribologie" à l'ENIT Tarbes, année scolaire 2006-2007

D'autres formules, définissant également la température moyenne de surface en fonction de la géométrie de la source de chaleur et du nombre de Peclet, sont présentées dans le tableau 1.3.

Source de chaleur	Contact carré	Contact circulaire	contact linéique
Pe < 0,1	$T_{moy} = 0,946 \frac{qa}{\lambda}$	$T_{moy} = \frac{\pi q a}{4\lambda}$	
Pe > 5	$\Delta T_{moy} = 1,064 \frac{q}{\lambda} (\frac{la}{V})^{\frac{1}{2}}$	$\Delta T_{moy} = \frac{\pi}{3,251} \frac{q}{\lambda} \left(\frac{ar}{V}\right)^{0,5}$	$\Delta t_{moy} = 1,064 \frac{q}{E_F} (\frac{l}{V})^{\frac{1}{2}}$

Table 1.3 - Températures moyennes dans le contact [3]

Température maximale de surface

L'existence d'un gradient de température dans la zone de contact induit des pics de température significatifs dont l'intensité est donnée par le tableau 1.4.

Source de chaleur	Circulaire uniforme	Circulaire parabolique	Linéique uniforme
Quasi statique	$T_{max} = T_0 + \frac{qr}{\lambda}$	$T_{max} = T_0 + 1, 17 \frac{qr}{\lambda}$	$T_{max} = T_0 + 1, 13 \frac{ql}{\lambda}$
Pe < 0,1			
Rapide	$T_{max} = T_0 + \frac{1.13qr}{\lambda\sqrt{Pe}}$	$T_{max} = T_0 + \frac{1,31qr}{\lambda\sqrt{Pe}}$	$T_{max} = T_0 + \frac{1,13ql}{\lambda\sqrt{Pe}}$
Pe > 10			
Relation générale	$T_{max} = T_0 + \frac{1,13qr}{\lambda\sqrt{1.27 + Pe}}$	$T_{max} = T_0 + \frac{1,31qr}{\lambda\sqrt{1,23+Pe}}$	$T_{max} = T_0 + \frac{1,13ql}{\lambda\sqrt{1+Pe}}$
(interpolation)			

Table 1.4 - Températures maximales dans le contact ¹

1.5.3 L'évaluation de la température de contact

L'évaluation de la température de contact a été établie suivant différentes hypothèses. Cette section présente différents cas, du plus simple au plus complexe : d'abord les cas de contact parfait statique puis dynamique, ensuite le cas d'un contact imparfait c'est à dire en prenant en compte les défauts des surfaces et enfin un contact de type pion-disque.

Température de surface

La température de surface atteinte durant le glissement est définie par [3] :

$$T_S = T_0 + \Delta T_M + \Delta T_E \tag{1.20}$$

Avec T_0 , la température initiale correspondant à la température de l'environnement du contact, ΔT_M , l'échauffement moyen du composant lorsque l'équilibre thermique est atteint et ΔT_E , la température éclair qui correspond à un échauffement local instantané ayant lieu au niveau des aspérités (Température éclair de Block)

Flux de chaleur généré au contact

L'énergie mécanique générée dans le contact correspond au travail effectué par la force de frottement :

$$E_d = F_t d \tag{1.21}$$

^{1.} J. Denape, Cours "Introduction à la tribologie" à l'ENIT Tarbes, année scolaire 2006-2007

$$E_d = \mu F_N V t \tag{1.22}$$

La puissance dissipée est définie par $P = F_t V$ ou $P = \mu F_N V$. En tribologie, la puissance dissipée est ramenée à une unité d'aire et s'écrit donc $P_S = \mu p V$.

Dans cette étude, on considérera que la puissance dissipée correspond à la dissipation de chaleur. Par conséquent, la chaleur générée dans le contact est décrite par $q = \mu pV$.

Partage du flux

La puissance générée au contact est répartie entre les deux éléments en contact. On a supposé qu'on avait $Q = Q_1 + Q_2$ soit $q = q_1 + q_2$. Le coefficient de partage α représente la part de flux entrant dans le corps fixe par rapport au flux total généré dans le contact : $q_1 = \alpha q$ et $q_2 = (1 - \alpha)q$ on a donc :

$$\frac{q_1}{q_2} = \frac{\alpha}{1 - \alpha} \tag{1.23}$$

d'où

$$\alpha = \frac{q_1}{q_1 + q_2} \tag{1.24}$$

Contact statique parfait

L'hypothèse du contact parfait ou postulat de Blok [51], établit l'égalité des températures des deux solides à l'interface $T_1 = T_2$. Cette hypothèse ne prenant pas en compte les rugosités des surfaces, elle est vérifiée dans les cas de solides de grandes dimensions ou de pressions élevées.

Température moyenne entre deux solides en contact - Lorsque deux solides $(S_1 \text{ et } S_2)$ à deux températures initiales différentes, $T_1 \text{ et } T_2$, sont mis en contact, la surface entre les deux corps se met immédiatement à une température T_S comprise entre T_1 et T_2 . La température moyenne de surface T_S du contact statique entre le solide 1 et le solide 2 est définie par [54]

$$T_S = \frac{b_1 T_1 + b_2 T_2}{b_1 + b_2} \tag{1.25}$$

avec $b_i = \sqrt{\rho_i c_i \lambda_i}$, effusivité thermique du solide i. Le corps qui a le plus grand coefficient b impose donc sa température.

Température de surface avec source de chaleur à l'interface - Dans des conditions de régime établi, les flux de chaleur se dissipant dans les solides 1 et 2 avec une source de chaleur à l'interface sont définis par : $q_1 = \pi R \lambda_1 (T_{S1} - T_0)$ et $q_2 = \pi R \lambda_2 (T_{S2} - T_0)$ [55].

Le contact étant considéré comme parfait, les températures interfaciales sont égales. On a donc :

$$T_S = T_0 + \frac{\mu F_N V}{\pi R(\lambda_1 + \lambda_2)} \tag{1.26}$$

 et

$$\alpha = \frac{\lambda_1}{\lambda_1 + \lambda_2} \tag{1.27}$$

Contact dynamique parfait dissymétrique

Dans un contact dynamique (Figure 1.30), le frottement entre les deux solides génère une température à l'interface. Le pion est alors considéré comme un source chaude et le disque comme une source froide. Dans le pion, la température augmente en régime transitoire et se stabilise en régime permanent. Dans le disque, la température augmente et sa variation dépend de la rotation du disque.



Figure 1.30 - Contact glissant parfait dissymétrique

Considérons l'hypothèse du contact parfait (postulat de Blok [51]) qui établit que les températures des deux solides à l'interface sont égales : $T_1 = T_2$. Cette hypothèse est vérifiée pour des solides de grandes dimensions ou des pressions élevées. Elle ne prend pas en compte les rugosités des surfaces.

Hypothèses - Le calcul de la température moyenne de surface est basé sur les hypothèses suivantes :

- La puissance dissipée dans le contact est totalement et uniformément dissipée sous forme de chaleur.
- La puissance dissipée est définie par $Q = \mu F_N V$ avec $V = |V_1 V_2|$ vitesse relative. La puissance spécifique est $q = \frac{Q}{A_C}$ avec A_C aire de contact. - L'énergie est conservée (il n'y a pas d'échange avec l'environnement au niveau du contact) :
- $Q = Q_1 + Q_2$ ou $q = q_1 + q_2$.
- Le coefficient de frottement et l'aire de contact sont constants au cours du temps.
- La source de chaleur est fixe pour le corps 1 et mobile (Figure 1.31) pour le corps 2.



Figure 1.31 - Source de chaleur mobile

 $Répartition \ des \ flux$ - En contact dynamique, le flux est transitoire pour le corps 2. On a donc [55] :

$$\begin{cases} q_1 = \pi R \lambda_1 (T_{S1} - T_0) \\ q_2 = \frac{\pi R^2 \lambda_2 (T_{S2} - T_0)}{1,13\sqrt{a_2 t}} \end{cases}$$
(1.28)

Température moyenne de surface - Il existe plusieurs définitions de la température de surface.

En reprenant les équations de répartition du flux (1.28) et en considérant que le temps de contact est défini par t = 2R/V, on obtient la température de surface suivante [55] :

$$T_{S} = T_{0} + \frac{\mu F_{N} V}{\pi R(\lambda_{1} + 0, 89\lambda_{2}\sqrt{Pe})}$$
(1.29)

et le coefficient de répartition de flux α est défini par :

$$\alpha = \frac{\lambda_1}{\lambda_1 + 0,89\lambda_2\sqrt{Pe}} \tag{1.30}$$

Pour trouver la température de surface, il est également aussi possible d'utiliser les formules présentées dans les tableaux 1.2 et 1.3. En choisissant pour chaque solide la source de chaleur appropriée et en égalisant les températures de surface, on trouve le coefficient α de répartition du flux et ainsi la température de surface.

Contact imparfait

Les modèles précédents ne prenaient pas en compte les défauts des surface. Or, en réalité, les surfaces ont des rugosités et le contact ne se fait pas sur la totalité de l'aire apparente mais uniquement en un nombre fini de points. La prise en compte de la rugosité des surfaces est très complexe. Un phénomène de constriction (Figure 1.32) est observé au niveau des contacts solide/solide.



Figure 1.32 - Phénomène de constriction [56]

A l'échelle microscopique, le transfert de chaleur se fait donc par ces points de contacts solide/solide mais également par les contacts solide-milieu ambiant-solide. Ce phénomène perturbe la zone de contact et les températures de surface des solides en contact ne sont pas égales (Figure 1.33). **Résistance de contact** - A l'échelle macroscopique, la notion de résistance thermique du contact R_{TC} est introduite [57]. Elle est définie par l'équation suivante :

$$R_{TC} = \frac{T_{s2} - T_{s1}}{\phi} \tag{1.31}$$

Températures éclairs (ou flash temperature) - Les températures éclairs dans les contacts glissants ont été révélées par Block [51]. Ces théories ont été étudiées par Archard [2], Carslaw [58] et améliorées par Ling [59]. Les températures éclairs sont atteintes au niveau des aspérités en contact. Leur amplitude et leur durée dépendent de la charge normale, de la vitesse relative de glissement et de la rugosité des surfaces en contact. Elles peuvent transformer la surface (transformation de phase, oxydation par exemple). Leur durée de vie est très brève (quelques micro-secondes) et leur amplitude peut être des centaines de fois supérieure à la température moyenne du contact, elles peuvent atteindre jusqu'à 1200°C [53]. Le volume de matière affecté par la température flash est du même ordre de grandeur que les débris d'usure du contact concerné [53].



Figure 1.33 - Perturbation locale du transfert de chaleur au niveau du contact dû au phénomène de constriction [55]

Configuration pion-disque

La configuration pion-disque peut être décrite par la "théorie de l'ailette" qui est basée sur le principe de la conservation de l'énergie. C'est une approche analytique globale prenant en compte les pertes par convection sur le périphérie du pion [18].

La géométrie correspondant au tribomètre pion-disque s'adapte aussi à la notion de "longueur équivalente de conduction" qui est la distance de conduction correspondant à un problème linéaire équivalent [60]. Cela permet de simplifier le problème tridimensionnel en un problème unidimensionnel (axisymétrique).

Une étude récente appliquée au système pion-disque permet de prendre en compte les échanges de chaleur [61]. Cette étude développe une solution analytique qui donne les températures dans le disque et le pion et le coefficient de répartition du flux de chaleur. L'application de cette méthode nécessite de quantifier les échanges qui dépendent du matériau et de l'environnement. Ces théories ne prennent pas en compte la résistance thermique du contact.

1.5.4 Le cas du contact en environnement cryogénique

Les études de thermique du contact présentées jusque là concernent le frottement sec. La présence de liquide cryogénique dans les contacts favorise les échanges thermiques avec l'environnement de par son état liquide et sa très basse température. Ces échanges sont donc plus importants que dans les études précédemment exposées. Cependant, aucun article sur la thermique du contact en environnement cryogénique n'a été trouvé.

1.5.5 Les moyens de mesure expérimentaux de la température

Mesurer directement la température au contact au cours d'un essai est impossible. En effet, la présence d'un appareil de mesure perturbe fortement le comportement du contact. Deux techniques de mesure permettant d'estimer la température de surface dans un contact sont généralement utilisées : les couples thermoélectriques et la pyrométrie infrarouge. La mesure par photomultiplicateur est également utilisée pour réaliser des mesures de température flash [53].

Les thermocouples

Les thermocouples sont implantés dans le solide fixe (pion) à quelques millimètres de la surface de contact. Ils permettent de réaliser la mesure d'une température moyenne. Le thermocouple ne détecte pas les températures flash. En effet, celles ci n'affectent pas une surface assez grande et leur durée de vie est inférieure au temps de réponse du thermocouple. Plusieurs thermocouples à différentes distances du contact permettent d'obtenir un gradient de température à partir de la surface.

La pyrométrie infrarouge

La pyrométrie infrarouge est un système de mesure d'une température à distance. La caméra mesure les radiations infrarouges d'une surface. Cette technique permet d'obtenir une température moyenne du contact. La caméra est limitée par une résolution spatiale et temporelle ne lui permettant pas de détecter les températures éclairs dans le contact.

Le photomultiplicateur

Ce système de mesure collecte les photons à partir des aspérités de contact chaudes. A l'aide de cette technique, Suzuki et al. [62] ont pu détecter des températures flash d'une durée inférieure à $2\mu s$ et dépassant 1100°C.

1.6 Synthèse de la bibliographie

Cette partie a montré que des études poussées ont été menées sur les modèles de lubrification, sur le contact polymère/métal et sur la thermique. Les différents régimes de lubrification sont largement décrits notamment à l'aide de la courbe de Stribeck. Différents paramètres influant sur le contact polymère métal sont étudiés à travers leur effet sur le coefficient de frottement ou l'usure par exemple. Les modèles thermiques sont de plus en plus complexes afin de prendre en compte la multitude des contraintes imposées par le contact. Cependant, peu de ces études portent sur les environnements cryogéniques. Les fluides cryogéniques sont très peu visqueux et les lubrifiants habituels tels que les huiles ne peuvent être utilisés à température cryogénique. La lubrification solide est la solution la plus couramment adoptée en environnement cryogénique afin d'éviter le grippage. La diminution de la température a une influence importante sur les matériaux polymères et donc sur le contact polymère/métal. Les modèles thermiques ont été élaborés pour des contacts secs dont la température initiale est la température ambiante.

Les applications industrielles impliquant de la tribologie dans des environnements cryogéniques sont nombreuses mais les environnements cryogéniques demandent des installations spécifiques pour leur utilisation. La plupart des études réalisées ne sont donc pas des études de fond mais plutôt des études appliquées, directement effectuées sur les composants industriels. Cela permet d'assurer un bon fonctionnement et une bonne fiabilité des pièces.

L'oxygène liquide étant un environnement complexe pour lequel nous avons relevé plusieurs caractéristiques pouvant influer sur le comportement du contact. L'étude expérimentale menée fera intervenir plusieurs environnement cryogéniques afin de mettre en évidence les particularités de l'oxygène liquide.

Chapitre 2

Méthodologie expérimentale

Sommaire

2.1 Méthodologie d'approche expérimentale	48
2.1.1 L'approche de la problématique de l'environnement "oxygène liquide	e" 48
2.1.2 Le choix des conditions d'essais	48
2.1.3 Le choix des matériaux	49
2.2 Fluides cryogéniques	50
2.2.1 L'oxygène liquide	50
2.2.2 L'azote liquide	51
2.3 Description des matériaux	51
2.3.1 Le polychlorotrifluoroéthylène (PCTFE)	51
2.3.2 L'acier inoxydable X105CrMo17	52
2.3.3 L'inconel X-750	52
2.3.4 Le cuivre C1	53
2.4 Moyens d'essais	
2.5 Protocoles d'essais	54
2.5.1 Le protocole général	55
2.5.2 Le protocole particulier des essais en oxygène gazeux à basse tempér	ature 55
2.6 Analyses	
2.7 Comparaison et homogénéisation des deux tribomètres	57
2.8 Conclusion	

L'étude bibliographique apporte beaucoup d'informations sur les différents sujets abordés tels que la lubrification et la thermique du contact. Cependant, ces informations ne concernent, pour la majorité, que des milieux à température ambiante ou à hautes températures. Les environnements cryogéniques ne sont étudiés que pour quelques cas pratiques car travailler en oxygène liquide demande des mesures de sécurité particulières et très spécifiques à cet environnement explosif.

Afin d'appréhender l'environnement particulier qu'est l'oxygène liquide, une campagne d'essais a été réalisée. Son principal objectif était d'identifier l'influence de chacune des propriétés spécifiques de l'oxygène liquide en réalisant les essais dans différents environnements. Ce chapitre présente dans un premier temps la méthodologie qui a été la nôtre au cours de ce projet en se focalisant sur l'oxygène liquide puis décrit les différentes conditions d'essais choisies et enfin explicite le choix des matériaux. Dans un deuxième temps, nous décrirons les moyens d'essais à notre disposition puis les différents protocoles d'essais et les analyses réalisées sur les surfaces. Enfin, l'utilisation de deux tribomètres nous a contraint à réaliser des essais de comparaison et d'homogénéisation afin de pouvoir obtenir des résultats comparables. Les résultats obtenus au cours de ces essais seront présentés à la fin de ce chapitre.

2.1 Méthodologie d'approche expérimentale

Cette partie explicite dans un premier temps l'approche choisie face à la problématique de l'environnement qu'est l'oxygène liquide. Elle explique ensuite le choix des conditions d'essais et enfin celui des matériaux constituant le contact.

2.1.1 L'approche de la problématique de l'environnement "oxygène liquide"

Trois propriétés spécifiques de l'oxygène liquide pouvant influencer les mécanismes du contact ont été identifiées : l'état liquide, la nature oxydante et la température cryogénique. Chacune des trois propriétés spécifiques de l'oxygène liquide peut avoir une influence sur le comportement du contact. L'état liquide peut avoir un effet lubrifiant, la nature oxydante peut faire réagir les matériaux en contact et la température cryogénique peut avoir une influence sur les propriétés des matériaux.

En plus de l'influence de chaque propriété, il peut aussi y avoir des interactions. Afin de pouvoir déterminer l'influence de chacune des propriétés et de leurs éventuelles interactions, les essais réalisés auront pour seule variable l'environnement. Les environnements choisis doivent faire apparaître l'influence des différentes spécificités. Afin de faire apparaître l'influence de l'état liquide, nous travaillerons en gaz à température cryogénique. Un liquide cryogénique neutre est nécessaire pour faire apparaître l'influence de la nature oxydante et un milieu à une température significativement plus élevée permet d'identifier l'influence de la température cryogénique.

2.1.2 Le choix des conditions d'essais

Afin d'identifier l'influence de chaque propriété spécifique de l'oxygène liquide et leurs combinaisons, six environnements différents ont été choisis (Tableau 2.1).

Ce tableau présente également les propriétés (état, réactivité et température) de chacun des environnements choisis. Les cases bleues correspondent aux propriétés identiques à celles de l'oxygène liquide.

L'azote liquide et l'oxygène gazeux à basse température ont chacun une seule spécificité différente de l'oxygène liquide. L'azote gazeux à basse température et l'oxygène gazeux à tem-

Propriété spécifique Environnement	Etat	Réactivité	Température
Oxygène liquide	Liquide	Oxydant	Cryogénique
Azote liquide	Liquide	Neutre	Cryogénique
Oxygène gazeux à basse température	Gazeux	Oxydant	Cryogénique
Azote gazeux à basse température	Gazeux	Neutre	Cryogénique
Oxygène gazeux à température ambiante	Gazeux	Oxydant	Ambiante
Azote gazeux à température ambiante	Gazeux	Neutre	Ambiante

Table 2.1 - Caractéristiques des environnements sélectionnés

pérature ambiante possèdent deux spécificités différentes de l'oxygène liquide. L'azote gazeux à température ambiante n'a aucune propriété spécifique de l'oxygène liquide. Il n'existe pas d'environnement qui combine l'état liquide et la température ambiante parmi ceux choisis. L'oxygène et l'azote n'existent pas avec ces deux propriétés (état liquide et température ambiante). Cependant, l'influence de la température peut être étudiée en oxygène et azote gazeux à température ambiante. En effet, ces deux environnements ont une seule spécificité différente avec respectivement l'oxygène et l'azote gazeux à basse température. Le tableau 2.2 présente les propriétés de l'oxygène liquide et de l'azote liquide.

Liquide cryogénique	Oxygène liquide	Azote liquide
Point d'ébullition (K)	90	77
Chaleur spécifique (J/g/K)	1,7	2,1
Chaleur de vaporisation (J/g)	213	199
Conductivité thermique (mW/cm/K)	1,52	$1,\!63$
Masse volumique (kg/m^3)	1140	810
Viscosité à pression atmosphérique (Pa s)	$0, 2 \cdot 10^{-3}$	$0, 16 \cdot 10^{-3}$

Table 2.2 - Propriétés des deux liquides cryogéniques

Les autres paramètres sont identiques pour tous les essais de la campagne initiale. Ils sont présentés dans le tableau 2.3. Des essais complémentaires ont été effectués afin d'approfondir certains résultats et leurs conditions seront présentées dans les différentes parties concernées.

Vitesse	$0,2 \mathrm{~m/s}$
Pression de contact	4 MPa
Distance de glissement	$350 \mathrm{m}$

Table 2.3 - Paramètres fixés de la campagne d'essais

2.1.3 Le choix des matériaux

Le choix des matériaux concerne les pions et les disques. Deux types de matériaux ont été sélectionnés : les matériaux industriels qui sont utilisés dans un environnement oxygène liquide et les matériaux académiques qui devraient nous permettre de mettre en valeur certains comportements.

Les pions

Le matériau sélectionné pour les pions est le polychlorotrifluoroéthylène (PCTFE). Ce matériau est utilisé par exemple dans les vannes en environnement cryogénique. Il est donc compatible avec les températures cryogéniques. Par ailleurs, ce matériaux, compatible avec l'oxygène, permet d'obtenir des contacts avec des métaux moins sévères que le contact métal/métal. Le contact moins sévère et la transparence du matériau permettent d'avoir une analyse de la piste en métal plus aisée. De plus, le PCTFE est un matériau ayant une conductibilité thermique très faible. L'étude porte sur un environnement oxydant et l'augmentation de la température favorise l'oxydation. L'utilisation d'un matériau isolant pour le pion devrait donc orienter la grande majorité du flux thermique généré dans le contact vers le disque métallique et favoriser ainsi une éventuelle oxydation de la piste.

Les disques

Pour les disques, les matériaux choisis sont répartis en deux catégories, deux matériaux industriels et un matériau académique :

- Matériaux industriels :
 - · Acier martensitique inoxydable X105 Cr
Mo17 (16-18 % Cr) : utilisé par exemple dans les turb
opompes de Vulcain.
 - \cdot Inconel 750 (acier nickel chrome : 72,5 % Ni, 15,5 % Cr).
- Matériau académique
 - Cuivre c1 (>99,95 % Cu)

Les principaux oxydes pouvant se former à la surface des disques sont les oxydes de chrome, de nickel, de fer et de cuivre. Le principal oxyde formé en surface des matériaux industriel est le Cr_2O_3 . Cet oxyde forme une couche de protection sur les alliages. Le cuivre pur a été choisi pour la croissance plus rapide de ses oxydes.

2.2 Fluides cryogéniques

L'approche expérimentale repose sur les variations d'environnement. Deux environnements sous différents états et à différentes températures ont été choisis : l'azote et l'oxygène. Le tableau 2.4 donne les principales propriétés de ces deux fluides.

2.2.1 L'oxygène liquide

L'oxygène existe sous forme liquide entre 54,4 K et 154,4 K. Sa viscosité varie alors entre $30 \cdot 10^{-6}$ Pa·s et $800 \cdot 10^{-6}$ Pa·s. A pression atmosphérique, son point d'ébullition est à 90,2 K. Dans ces conditions, sa viscosité est de $190 \cdot 10^{-6}$ Pa·s. L'oxygène liquide est le plus visqueux des fluides cryogéniques [27].

Le problème majeur lié à l'utilisation de l'oxygène liquide est l'oxydation violente de certains matériaux en sa présence. Les matériaux fonctionnant en oxygène liquide doivent passer un test de compatibilité (bomb test).

2.2.2 L'azote liquide

L'azote existe sous forme liquide entre 126,1 K et 63,14 K. Sa viscosité varie alors entre $15 \cdot 10^{-6}$ Pa·s et $300 \cdot 10^{-6}$ Pa·s. A pression atmosphérique, son point d'ébullition est à 77,3 K et dans ces conditions, sa viscosité est de $160 \cdot 10^{-6}$ Pa·s.

L'azote est chimiquement inerte. Il est donc surtout utilisé pour le refroidissement et pour les études de développement des systèmes à basse température [27].

	Azote	Oxygène
Masse moléculaire (g)	28.02	32
Température d'ébullition à pression atmosphérique (K)	77,3	90,2
Température du point triple (K)	63,14	54,4
Température du point critique (K)	126,1	154,4
Chaleur latente à la température d'ébullition $(kJ\cdot kg^{-1})$	199	213
Conductivité thermique du gaz à la température d'ébullition + $\epsilon~(\rm mW{\cdot}K^{-1}{\cdot}m^{-1})$	9,4	7
Conductivité thermique du gaz à 300 K (mW·K ⁻¹ ·m ⁻¹)	26	2,7
Masse volumique du liquide à pression normale $(kg \cdot m^{-3})$	807,31	1141,12
Masse volumique du liquide à pression atmosphérique et 273 K $\rm (kg \cdot m^{-3})$	1,25	1,43
Viscosité du liquide $(10^{-6} \text{ Pa} \cdot \text{s})$	160	190
Viscosité du gaz à température ambiante $(10^{-6} \text{ Pa} \cdot \text{s})$	17	20

Table	2.4	4 -	- Principales	propriétés	de	l'azote	et	de	l'oxygène
		-		rr					,0

2.3 Description des matériaux

Cette partie décrit en détail les matériaux utilisés pour les essais tribologiques.

2.3.1 Le polychlorotrifluoroéthylène (PCTFE)

Le PCTFE appartient à la famille des polymères fluorés [31]. Par rapport au PTFE (Polytétrafluoroéthylène), un atome de fluor a été substitué par un atome de chlore. Sa composition est de la forme -(CFCl-CF₂-)n, n représentant le nombre de monomère dans la molécule de polymère. C'est un thermoplastique semi-cristallin dont le cristallinité dépend de la masse molaire et des conditions de mise en œuvre. Les principales propriétés du PCTFE sont détaillées dans le tableau 2.5.

Propriétés thermiques	Températures limites d'emploi	$-250 \text{ à} + 150^{\circ}\text{C}$
	Température de fusion	$214^{\circ}\mathrm{C}$
	Conductivité thermique	$0,21 \mathrm{ W/m.°C}$
	Capacité thermique massique	0.9 J/kg.°C
Propriétés mécaniques	Densité	$2,12 \text{ g/cm}^3$

Table 2.5 - Principales prop	priétés d	du	PCTFE
------------------------------	-----------	----	-------

Le PCTFE est utilisé dans plusieurs industries telles que l'industrie chimique, l'électronique ou le médical.

2.3.2 L'acier inoxydable X105CrMo17

L'acier X105CrMo17 est un acier martensitique inoxydable fortement allié. Sa composition est présentée dans le tableau 2.6.

Composants	С	Si	Mn	S	Р	Ni	Cr	Mo	Fe
%	0,95 - 1,2	0 - 1	0 - 1	0 - 0,03	0 - 0,04	0,35	16 - 18	0,75	78 - 82.3

Table 2.6 - Composition de l'acier X105CrMo17

La microstructure de cet acier est présentée par la figure 2.1. Sa structure martensitique est renforcée par deux types de carbures [47] : des carbures primaires de type M_7C_3 et un réseau de fins carbures secondaires de type $M_{23}C_6$, ce qui lui confère une dureté importante dépassant les 55 HRc.



Figure 2.1 - Microstructure de l'acier X105CrMo17

2.3.3 L'inconel X-750

L'Inconel X-750 est un alliage Nickel-Chrome dont la désignation selon la norme européenne est NiCr15Fe7TiAl. Sa composition est détaillée dans le tableau 2.7 et sa microstructure est présentée par la photo de la figure 2.2.

Al	С	Cr	Fe	Mn	Nb	Ni	Si	Ti	Co	Р	S	Cu
0,4-1	< 0,08	14-17	5-9	<1	0,7-1,2	>70	< 0,5	$2,\!25\text{-}2,\!75$	<1	< 0,02	< 0,015	< 0,05

Table 2.7 - Composition du NiCr15Fe7TiAl en %



Figure 2.2 - Microstructure de l'Inconel 750

2.3.4 Le cuivre C1

Le cuivre c1, dont la désignation ISO est Cu-OF (Oxygen Free), a une teneur minimale en cuivre de 99,95%. Les concentrations en impuretés sont présentées par le tableau 2.8. Sa microstructure est présentée dans la figure 2.3.

Composants	Ag	S, Fe, Ni	As, Se, Sn, Pb	Te, Au, Bi
ppm	5 à 20	5 à 15	1 à 5	< 1





Figure 2.3 - Microstructure du cuivre c1

2.4 Moyens d'essais

Les essais ont été effectués sur deux tribomètres pion-disque (Figure 2.4). Le principe de fonctionnement de ces deux tribomètres (Figure 2.4(a)) est de mettre en contact deux surfaces :

un pion fixe et un disque mis en rotation uniforme. Le pion, fixé sur un bras pivotant est appuyé sur le disque. Le disque est monté sur une broche connectée à un moto-variateur par un système de poulie. La vitesse de rotation du disque est mesurée par un tachymètre au niveau de la broche. La force normale est appliquée par des masses marquée au bout du bras pivotant. La force tangentielle de frottement est mesurée par un capteur de force choisi en fonction de la force appliquée. La cuve permet, grâce à son étanchéité le balayage de gaz à température ambiante et également le remplissage de liquides cryogéniques.



Figure 2.4 - Tribomètre pion-disque

Pour effectuer toute la campagne d'essais, deux tribomètres pion-disque similaires ont été utilisés. Le premier, situé à Supméca (Figure 2.4(b)), est adapté pour l'utilisation en azote (gazeux et liquide). Le deuxième, situé à l'Université de Liège, est adapté non seulement pour l'utilisation en azote (gazeux et liquide) mais également pour l'utilisation en oxygène (gazeux et liquide) grâce à la compatibilité des matériaux le constituant avec l'oxygène. Les deux tribomètres peuvent atteindre une vitesse de 3,2 m/s. La charge normale appliquée doit être entre 20 et 1000 N, ce qui donne une pression de contact entre 0,5 et 100 MPa suivant la surface apparente de contact. Les plans des pions et des disques utilisés pour les essais sont présentés en annexe A.

2.5 Protocoles d'essais

Afin d'assurer la compatibilité des essais réalisés sur le tribomètre à Supméca et ceux réalisés sur le tribomètre à l'Université de Liège, presque tous les essais ont été réalisés suivant le même protocole. Les essais dont l'environnement était l'oxygène gazeux à basse température ont fait l'objet d'un protocole particulier.

2.5.1 Le protocole général

A l'exception des essais réalisés en oxygène gazeux à basse température dont le protocole est détaillé dans la partie suivante, tous les essais ont suivi le protocole suivant :

- 1. Dégraissage du pion et du disque pour enlever toute trace de graisse ou de poussière
- 2. Pesée du pion pour pouvoir évaluer le taux d'usure en fin d'essai
- 3. Installation du pion et du disque sur le tribomètre
- 4. Installation de la cuve nécessaire pour l'utilisation d'un environnement différent de l'air à température ambiante
- 5. Remplissage de la cuve avec le gaz ou le liquide afin d'être assuré de commencer l'essai dans l'environnement choisi :
 - Gaz à température ambiante : une bouteille du gaz est connectée avec la cuve pendant toute la durée de l'essai.
 - Gaz à basse température : le fond de la cuve est rempli de liquide qui, en s'évaporant, remplit la cuve de gaz à basse température.
 - Liquide : la cuve est remplie de liquide pendant tout l'essai.
- 6. Installation des masses marquées à l'extrémité du bras pivotant, ce qui établit la charge normale
- 7. Début de l'enregistrement de la force tangentielle
- 8. Début de l'essai : mise en route du moteur qui assure la rotation du disque à la vitesse choisie
- 9. Fin de l'essai : arrêt du moteur et donc arrêt du glissement
- 10. Fin de l'enregistrement de la force tangentielle
- 11. Enlèvement des masses, du pion et du disque
- 12. Pesée du pion afin d'établir le taux d'usure en utilisant la différence de masse du pion entre le début et la fin de l'essai
- 13. Analyses

2.5.2 Le protocole particulier des essais en oxygène gazeux à basse température

Les essais réalisés en oxygène gazeux à basse température ont suivi un protocole particulier. En effet, la cuve du tribomètre adaptée à l'utilisation de l'oxygène est trop petite pour qu'un seul remplissage du fond suffise à réaliser l'essai complet en oxygène gazeux à basse température. Chaque essai a donc été interrompu afin de permettre le remplissage du fond de la cuve quand celle-ci était vide. Ces coupures apparaissent sur les courbes de frottement (Figure 2.5(a)) et de température (Figure 2.5(b)). A cause des coupures, ces essais durent plus longtemps que les autres et ne peuvent donc pas être comparés. Les parties où la vitesse de rotation du disque est nulle ont été coupées afin que le temps total coïncide avec les essais dans les autres environnements. Les figures 2.5(c) et 2.5(d) représentent le coefficient de frottement et la variation de température modifiés et correspondent au même essai que les figures 2.5(a) et 2.5(b). Sur ces courbes, seul le niveau stabilisé de chaque étape est à prendre en compte. Cependant, l'arrêt répétitif de l'essai a sûrement une influence sur le contact. Les résultats obtenus en oxygène gazeux à basse température seront donc analysés avec une certaine réserve.



(a) Coefficient de frottement réel en fonction (b) Variation de température réelle en fonction du temps du temps





(c) Coefficient de frottement modifié en fonc- (d) Variation de température modifiée en fonction du temps tion du temps

Figure 2.5 - Exemple de résultats avant et après modification pour un essai en oxygène gazeux à basse température

2.6 Analyses

Les paramètres mesurés pendant et après chaque essais sont identiques que ce soit pour les essais réalisés sur le tribomètre de Supméca ou ceux réalisés sur le tribomètre de l'Université de Liège.

Le force tangentielle, dont est déduit **le coefficient de frottement** (Figure 2.6), est mesurée en temps réel afin d'identifier les changements dans le comportement du contact.



Figure 2.6 - Exemple d'évolution du coefficient de frottement en fonction du temps

La température dans le pion est mesurée avec un thermocouple trois points placé à quelques

millimètres du contact (Figure 2.7(a)). Par extrapolation, on peut en déduire la **température de surface** au niveau du contact. La figure 2.7(b) montre l'évolution de la température à quelques millimètres du contact au cours d'un essai.



(a) Position des points de mesure de la (b) Exemple d'évolution de la température en fonctempérature dans le pion tion du temps

Figure 2.7 - Mesure de la température

La masse du pion est mesurée avant et après essai. On en déduit la masse perdue pendant l'essai et donc **l'usure globale du pion**. La trace sur le disque est analysée par **profilométrie par contact** (Surfascan 3S Somicronic) (Figure 2.8) pour identifier l'usure ou le transfert.



Figure 2.8 - Exemple de profil d'une piste après essais

L'évolution de la rugosité des surfaces met en valeur la très faible usure. L'apparence des surfaces de frottement est analysée par des photographies optiques ou des images au microscope électronique par balayage.

2.7 Comparaison et homogénéisation des deux tribomètres

Les essais sont réalisés sur deux tribomètres suivant l'environnement choisi. Les essais en oxygène sont réalisés sur un tribomètre à l'Université de Liège et ceux en azote, sur un tribomètre à Supméca. Nous devons donc nous assurer que les résultats obtenus sur les deux machines sont comparables. Afin de s'assurer que le tribomètre n'a pas d'influence sur les essais, les résultats de plusieurs essais similaires réalisés sur les deux tribomètres ont été comparés. Les conditions d'essais sont présentées dans le tableau 2.9.

L'évolution du coefficient de frottement en fonction du temps (Figure 2.9(a)) montre des résultats similaires pour les deux tribomètres. Les différences entre les valeurs de coefficient de frottement sont inférieures à 10%; Le tribomètre utilisé n'aura donc pas d'influence sur le coefficient de frottement obtenu.

Pion	PCTFE
Disque	Acier X105CrMo17
Vitesse	$0,2 \mathrm{~m/s}$
Pression de contact	4 MPa
Environnement	Air
Distance de glissement	$350 \mathrm{~m}$

Table 2.9 - Conditions des essais de comparaison des deux tribomètres



(a) Coefficient de frottement en fonction du temps

(b) Variations de température en fonction du temps



(c) Taux d'usure des pions

Figure 2.9 - Résultats obtenus avec les deux tribomètres pour des conditions d'essais similaires

Les variations de température (Figure 2.9(b)) montrent des résultats légèrement différents. Cela peut être expliqué par un environnement qui n'est pas totalement contrôlé. En effet, l'environnement n'est pas confiné. De plus, la température initiale, l'humidité et les courants d'air ne sont pas identiques pour tous les essais.

Le taux d'usure des pions (Figure 2.9(c)) est très différent pour chaque essai. Les résultats sont dispersés. Cette dispersion est probablement due à l'environnement non contrôlé comme pour les variations de température. En effet, les températures d'essais sont très différentes. La différence entre les deux tribomètres reste à l'échelle de la dispersion.

Les différences observées dans les résultats sont facilement expliquées et les résultats sont assez similaires pour négliger l'influence du tribomètre. Les résultats obtenus avec les deux tribomètres lors de la campagne d'essais pourront être comparés.

2.8 Conclusion

L'oxygène liquide a trois propriétés spécifiques pouvant influencer le contact. Il est donc nécessaire de trouver des environnements permettant de faire varier une seule de ces spécificités à la fois. La méthodologie est basée sur les changements d'environnement : oxygène et azote sous différents états, à différentes températures. Chaque condition d'essai est reproduite trois fois afin de vérifier la dispersion des résultats. Le tableau 2.10 récapitule les différentes conditions d'essais ainsi que leur nombre.

Deux tribomètres de type pion-disque ont été utilisés. Un pour chaque ambiance : oxygène à l'Université de Liège et azote à Supméca. Nous avons vu que les résultats obtenus avec les deux tribomètres étaient semblables. Le tribomètre utilisé n'aura donc aucune influence sur les résultats et ceux-ci pourront être comparés.

Le chapitre suivant présente d'une part les résultats obtenus suite aux essais systématiques réalisés et d'autre part les interprétations déduites des résultats ainsi que d'éventuels essais complémentaires de compréhension.

					Pression	
Nombre	Matériau	Matérian diagna	Environnement	Vitesse	de	Distance
d'essais	pion	Materiau disque	Environmement	(m/s)	contact	(m)
					(MPa)	
3			Oxygène liquide			
3			Azote liquide	_		
2		Acior X105CrMo17	Oxygène gazeux à			
0			basse température			
2			Azote gazeux à	-		
0			basse température			
			Oxygène gazeux à			
3			température	0.2	4	350
	PCTFF		ambiante			
			Azote gazeux à	0.2	4	000
3			température			
			ambiante			
2			Oxygène liquide			
2			Azote liquide			
0		Inconel X-750	Oxygène gazeux à			
			basse température			
9			Azote gazeux à			
2			basse température			
	-		Oxygène gazeux à			
2			température			
			ambiante			
			Azote gazeux à			
2			température			
			ambiante			
3			Oxygène liquide	-		
3			Azote liquide			
3		Cuivre c1	Oxygène gazeux à			
5			basse température			
3			Azote gazeux à			
0			basse température			
3			Oxygène gazeux à			
			température			
			ambiante			
			Azote gazeux à			
3			température			
			ambiante			

Table 2.10 - Récapitulatif des essais systématiques réalisés

Chapitre 3

Résultats d'essais

Sommaire

3.1	Ana	lyse des résultats	62
	3.1.1	Le coefficient de frottement \ldots	63
	3.1.2	L'usure	65
	3.1.3	L'endommagement des surfaces	67
	3.1.4	L'évolution de la température dans le pion	73
	3.1.5	$Conclusion . \ . \ . \ . \ . \ . \ . \ . \ . \ .$	75
3.2	Inter	rprétation	7 6
	3.2.1	L'effet de portance	76
	3.2.2	L'influence de la rugosité des pistes	78
	3.2.3	L'influence du film de transfert sur l'usure	83
	3.2.4	La formation du film de transfert en azote liquide \hfilm	84
3.3	Cone	clusion	88

Ce chapitre est divisé en deux grandes parties. La première partie est dédiée à l'analyse des résultats de la campagne d'essais. La seconde partie revient sur les différents comportements observés en les interprétant avec l'aide éventuelle d'essais complémentaires de compréhension.

3.1 Analyse des résultats

L'analyse des résultats est divisée en quatre parties étudiant chacune un effet du contact : coefficient de frottement, usure, endommagement des surfaces frottantes et température. Au travers de ces effets, le but est de mettre en valeur le rôle des matériaux dans le comportement du contact et d'étudier l'influence de chaque propriété spécifique de l'oxygène liquide pour les trois couples de matériaux. Pour chaque effet, l'influence des matériaux en contact, la réactivité de l'environnement, l'état de l'environnement, la température de l'environnement sont successivement étudiés. La figure 3.1 présente les relations entre ces six environnements.



Figure 3.1 - Relations entre les environnements en fonction des propriétés spécifiques de l'oxygène liquide

Chaque environnement est relié à un autre par au moins une des trois propriétés tribologiques spécifiques identifiées pour l'oxygène liquide (réactivité, état, température). La figure 3.1 permet de mettre en valeur les environnements à étudier pour analyser l'influence de chaque propriété spécifique de l'oxygène liquide.

Pour étudier l'influence de l'état de l'environnement, on compare les essais en gaz à basse température et ceux en liquide. Cela concerne deux couples : oxygène liquide/oxygène gazeux à basse température et azote liquide/azote gazeux à basse température.

Pour étudier l'influence de la réactivité, on compare les essais en azote avec les essais en oxygène. On observe donc les résultats entre trois couples d'environnements : oxygène liquide/azote liquide, oxygène gazeux à basse température/ azote gazeux à basse température, oxygène gazeux à température ambiante/azote gazeux à température ambiante.

Pour étudier l'influence de la température de l'environnement, on compare les essais en gaz à température ambiante avec ceux en gaz à basse température. Pour cela, on observe les différences entre deux couples d'environnements : oxygène gazeux à basse température/oxygène gazeux à température ambiante et azote gazeux à basse température/azote gazeux à température ambiante.

En outre, pour étudier l'influence des matériaux en contact, on compare les trois couples de matériaux testés dans chaque environnement étudié. Au cours de la campagne d'essais, nous avons testé trois couples de matériaux : PCTFE/Acier X105CrMo17, PCTFE/Inconel et PCTFE/Cuivre. Dans ces trois cas, le matériau constituant le pion est toujours le même, le PCTFE. Seul le matériau du disque change.

3.1.1 Le coefficient de frottement

Cette partie présente les résultats obtenus pour le coefficient de frottement. Nous y aborderons la méthode d'analyse des résultats puis les résultats proprement dits. Les résultats seront analysés afin d'identifier l'influence des matériaux en contact et de chaque propriété spécifique de l'oxygène liquide : l'état liquide, la réactivité et la température.

La méthode d'analyse des résultats

Après chaque essai, les données récupérées permettent de représenter l'évolution du coefficient de frottement en fonction du temps (Figure 3.2). Nous avons donc, pour chaque condition d'essais, deux ou trois courbes. Cet exemple montre que le coefficient de frottement est stabilisé en fin d'essai. Pour l'analyse, seul ce coefficient de frottement stabilisé nous intéresse.



Figure 3.2 - Exemple de coefficient de frottement en fonction du temps pour les trois essais du couple PCTFE/acier X105CrMo17 réalisés en azote gazeux à température ambiante

A partir des valeurs stabilisées de chaque essai, une moyenne est calculée sur les deux ou trois

essais réalisés dans les mêmes conditions et les valeurs minimales et maximales sont relevées pour évaluer la dispersion des résultats.

Les résultats

La figure 3.3 présente les coefficients de frottement moyens en fin d'essais et la dispersion des résultats pour les trois couples de matériaux dans chacun des environnements étudiés. Les valeurs sont précisées dans l'annexe B (Tableau B.1).



Figure 3.3 - Coefficients de frottement moyens et dispersion en fin d'essais pour les trois couples de matériaux dans tous les environnements étudiés

La dispersion des résultats est globalement correcte sauf pour les essais réalisés en oxygène gazeux à basse température. L'étude de cette dispersion du coefficient de frottement a été approfondie pour le contact PCTFE/Acier X105CrMo17 mais aucune corrélation n'a été trouvée entre la dispersion et un autre paramètre [63]. Les coefficients moyens pour chaque couple de matériaux en fonction du temps sont présentés à la figure 3.4. Comme indiqué au paragraphe 2.5.2, le protocole d'essais concernant cet environnement est spécifique et les résultats n'ont pas pu être améliorés. Une réserve sur ces résultats est donc émise et ceux-ci sont conservés et donnés à titre indicatif.

Influence des matériaux en contact - Dans la majorité des environnements, compte tenu de la dispersion des résultats, le coefficient de frottement est similaire pour les trois couples de matériaux. Ces similitudes sont surtout observées pour les deux couples PCTFE/X105CrMo17 et PCTFE/Inconel750. A l'exception des résultats obtenus en oxygène gazeux à basse température, on n'observe aucune différence dans le comportement du contact en frottement pour ces deux couples de matériaux. En ce qui concerne le couple PCTFE/Cuivre c1, les résultats en frottement sont différents des autres couples uniquement pour les essais réalisés en oxygène gazeux à température ambiante. Cette différence peut être due à la réactivité de l'environnement vis-à-vis de la piste en cuivre. En oxygène gazeux à basse température, si on observe la valeur des coefficients de frottement juste avant la première coupure (Figure 3.4), on remarque qu'ils sont classés comme pour l'oxygène gazeux à température ambiante. Le coefficient de frottement du couple PCTFE/Cuivre est le plus bas et les coefficients de frottement des contacts PCTFE/Acier X105CrMo17 et PCTFE/Inconel750 sont très proches.



Figure 3.4 - Coefficient de frottement en oxygène gazeux à basse température

Influence de l'état de l'environnement - On observe clairement sur la figure 3.3 que pour l'oxygène comme pour l'azote, le coefficient de frottement en liquide est plus faible que celui en gaz à basse température quels que soient les matériaux en contact. Ce comportement est cohérent avec les attentes. Cela concorde avec la baisse du coefficient de frottement généralement observée en présence de liquide qui lubrifie le contact. Les coefficients de frottement sont généralement plus faibles en liquide que en gaz. Cette différence est due soit à un effet de portance qui apparaît en présence d'un fluide soit à la création d'un film limité adsorbé à la surface (Section 1.2). Afin d'étudier plus précisément cet effet, des essais complémentaires ont été effectués dont les résultats sont analysés dans la section 3.2.1.

Influence de la réactivité de l'environnement - De manière générale, les différences observées sur le frottement entre les environnements azote et oxygène sont étonnamment très faibles. On observe que, en oxygène et azote liquides, les coefficients de frottement sont similaires. En gaz à basse température, les résultats en oxygène ne sont pas assez fiables pour faire une observation correcte. En gaz à température ambiante, dans les cas des couples PCTFE/X105CrMo17 et PCTFE/Inconel750, les coefficients de frottement sont identiques. En revanche, pour le couple PCTFE/Cuivre c1 le coefficient en oxygène est plus faible que celui en azote.

Influence de la température de l'environnement - En azote (Figure 3.3), le coefficient de frottement est légèrement plus faible à basse température qu'à température ambiante. Cette faible différence est un résultat attendu en raison de l'absence de réactivité de l'environnement et de la faible évolution des matériaux dûe à la baisse de température. De plus grandes variations étaient attendues en oxygène mais la dispersion des résultats en oxygène gazeux à basse température ne permet pas de faire de conclusion fiable sur ce phénomène.

3.1.2 L'usure

La figure 3.5 présente les taux moyens et la dispersion de l'usure des pions en fin d'essais pour les trois couples de matériaux dans tous les environnements étudiés. Les valeurs sont précisées dans l'annexe B (Tableau B.2).

Contrairement aux coefficients de frottement, on peut observer que les dispersions en oxygène gazeux à basse température sont usuelles. Par contre, certaines dispersions observées sont nettement plus importantes que la majorité et notamment celles observées dans le cas du couple PCTFE/X105CrMo17 après les essais en oxygène gazeux à température ambiante.



Figure 3.5 - Taux d'usure des pions pour les trois couples de matériaux dans tous les environnements étudiés

Influence des matériaux en contact - Quel que soit l'environnement, le taux d'usure diffère suivant les matériaux en contact. Les taux d'usure les plus faibles en oxygène liquide et en oxygène gazeux à basse température sont observés dans le cas du couple PCTFE/Inconel750. Les taux d'usure les plus élevés sont observés dans le cas du contact PCTFE/Cuivre. En azote liquide, azote gazeux à basse température et oxygène gazeux à température ambiante, les taux d'usure les plus élevés sont observés dans le cas du couple PCTFE/Acier X105CrMo17 et les taux d'usure les plus faibles dans le cas du couple PCTFE/Inconel750. En plus d'un effet du matériau, cela peut s'expliquer par des différences de rugosité (Tableau 3.1). En effet, la rugosité des disques en Inconel 750 est plus faible que celle des disques en acier X105CrMo17. La rugosité des disques en cuivre est la plus élevée des trois. L'influence de la rugosité sera étudiée dans la partie 3.2.2.

Matériau du disque	Rugosité (Ra en μ m)
Acier X105CrMo17	entre $0,05$ et $0,09$
Inconel 750	entre $0,01$ et $0,09$
Cuivre C1	entre $0,3$ et $0,4$

Table 3.1 - Plages de valeurs des rugosités des disques

Influence de l'état de l'environnement - L'usure (Figure 3.5) est plus élevée en liquide qu'en gaz pour l'azote et l'oxygène et pour les trois couples de matériaux. Ce comportement est l'opposé de ce qui était attendu. En présence d'huile, le taux d'usure est plus faible que dans le cas d'un contact sec. Les films de transfert observés sur les disques après les essais peuvent expliquer ces comportements inattendus. Cette hypothèse sera développée dans la section 3.2.3.

Influence de la réactivité de l'environnement - La figure montre que dans les environnements liquides, le taux d'usure est plus important en oxygène qu'en azote pour les trois couples de matériaux. Pour le couple PCTFE/Acier X105CrMo17, le taux d'usure du pion est inférieur en oxygène gazeux à basse température qu'en azote gazeux à basse température alors que c'est l'inverse pour les couples PCTFE/Inconel750 et PCTFE/Cuivre. Pour le coupe PCTFE/Inconel750, l'usure est équivalente en oxygène et azote gazeux à température ambiante. Pour les couples PCTFE/Acier X105CrMo17 et PCTFE/Cuivre, l'usure est nettement plus élevée en oxygène à température ambiante qu'en azote à température ambiante.

Influence de la température de l'environnement - En oxygène, l'augmentation de température conduit à une augmentation significative du taux d'usure pour les couples PCTFE/Acier X105CrMo17 et PCTFE/Cuivre. En ce qui concerne le couple PCTFE/Inconel750, les taux d'usure sont similaires en oxygène gazeux à basse température et en oxygène gazeux à température ambiante. En azote, l'augmentation de la température conduit à une augmentation du taux d'usure pour les couples PCTFE/Inconel750 et PCTFE/Cuivre. En ce qui concerne le couple PCTFE/Acier X105CrMo17, le taux d'usure est inférieur en azote gazeux à température ambiante.

3.1.3 L'endommagement des surfaces

A la fin de chaque essai, les surfaces frottantes sont observées afin d'analyser l'endommagement. Les photographies permettent de voir si un film de transfert est présent. Les profils permettent de voir l'évolution de la surface entre la piste de frottement et le reste du disque.

Influence des matériaux en contact - Pour étudier l'influence des matériaux, nous prenons comme exemple les résultats obtenus en azote gazeux à température ambiante. Les conclusions sont les mêmes pour les autres environnements qui seront présentés pour les autres analyses. Quels que soient les matériaux, les photographies des pistes (Figure 3.6) montrent que les surfaces de contacts sont seulement caractérisées par une différence de couleur. On observe également des débris à l'extérieur des traces de frottement mais aucune adhésion de PCTFE n'apparaît sur les pistes. En comparant les profilométries des pistes (Figure 3.7), la première



(a) Acier X105CrMo17

(b) Inconel 750



(c) Cuivre c1

Figure 3.6 - Photographies de pistes de chaque matériau après des essais en azote gazeux à température ambiante



Figure 3.7 - Profils de pistes de chaque matériau après des essais en azote gazeux à température ambiante

constatation concerne la différence de rugosité existant entre les trois matériaux. En effet, les pistes les plus lisses sont celles en Inconel 750 (Figure 3.7(b)) et les plus rugueuses sont celles en cuivre c1 (Figure 3.7(c)). Les pistes en cuivre présentent également des défauts de forme. Cela est dû au fait que le cuivre est un matériau mou. Il est donc difficile d'obtenir un bon état de surface, à la fois au niveau de la rugosité et de l'ondulation. La possibilité que la rugosité soit un nouveau paramètre de notre étude est étudiée dans la partie 3.2.2. Ce nouveau paramètre impose une limite importante à la comparaison des résultats entre les matériaux.

Les profils des pistes ne laissent apparaître aucun transfert de PCTFE sur les pistes quel que soit le matériau du disque. Par contre, l'aspect des disques montre une démarcation visuelle entre la surface de contact et le reste du disque. Des analyses plus approfondies ont donc été réalisées au microscope électronique à balayage. Tout d'abord, des photographies avec un fort grossissement ont été prises (Figure 3.8).

On voit nettement sur les figures 3.8(a) et 3.8(b) la démarcation entre la trace de frottement à gauche et le reste du disque à droite. La photographie 3.8(c), prise au niveau de la zone de contact montre l'existence d'amas qui ne sont pas présents hors de cette zone, comme observés sur la photographie 3.8(d). Pour connaître la composition de ces amas de matières, une analyse des composants a été réalisée avec le microscope électronique à balayage (Figure 3.9). Les figures 3.9(a) et 3.9(b) présentent les photographies des parties du disque sur lesquelles ont été réalisées les analyses. Sur la figure 3.9(c), on voit apparaître en blanc les zones sur lesquelles la présence de chlore a été détectée. Le chlore étant un composant présent uniquement dans le PCTFE, on peut en déduire que la présence de chlore caractérise la présence de PCTFE sur le disque. L'analyse montre clairement que du PCTFE est présent au niveau de la piste. Ce transfert de matière, qui n'était pas détectable par profilométrie, est situé au niveau des creux de la surface du disque.



Figure 3.8 - Photographies réalisées au microscope électronique à balayage d'une piste en acier X105CrMo17 après un essai en azote gazeux à température ambiante [64]



Figure 3.9 - Analyse des composants de surface réalisée au microscope électronique à balayage d'une piste en acier X105CrMo17 après un essai en azote gazeux à température ambiante [64]

Influence de l'état de l'environnement - Nous étudierons l'influence de l'état de l'environnement dans un premier temps pour les essais réalisés en azote et dans un second temps pour ceux réalisés en oxygène.

Les photographies des pistes (Figure 3.10) après essais en azote montrent clairement une influence de l'état de l'environnement. La piste après l'essai en azote gazeux à basse température (Figure 3.10(a)) présente un film de transfert blanc et continu alors que le film de transfert est blanc et discontinu après l'essai en azote liquide (Figure 3.10(b)).

Les profils (Figure 3.11) des pistes après essais en azote confirment ces observations visuelles et montrent également une influence de l'environnement. Le film correspondant à l'essai en azote liquide (Figure 3.11(b)) est discontinu (son épaisseur peut atteindre 2 μ m) et celui correspondant à l'essai en azote gazeux à basse température (Figure 3.11(a)) est continu (son épaisseur est de l'ordre de 1 μ m).



(a) Azote gazeux à basse température

(b) Azote liquide

Figure 3.10 - Photographies de pistes en acier X105CrMo17 après essais en azote gazeux à basse température et azote liquide



Figure 3.11 - Profils de pistes en acier X105CrMo17 après essais en azote gazeux à basse température et azote liquide

Les photographies prises après les essais en oxygène (Figure 3.12) montrent des films de transfert différents suivant l'état de l'environnement.

En oxygène gazeux à basse température (Figure 3.12(a)), on observe des amas de PCTFE sur la piste. Le film est irrégulier. En oxygène liquide (Figure 3.12(b)), on observe un film continu au niveau de la piste qui semble très fin.

Les profils correspondants (Figure 3.13) confirment la dépendance à l'état de l'environnement. On observe des discontinuités dans le transfert sur la piste après l'essai en oxygène gazeux à basse température (Figure 3.13(a)) et un film continu très fin qui modifie la rugosité de la surface de la piste après l'essai en oxygène liquide (Figure 3.13(b)).



(a) Oxygène gazeux à basse température

(b) Oxygène liquide

Figure 3.12 - Photographies de pistes en acier X105CrMo17 après essais en oxygène gazeux à basse température et oxygène liquide



Figure 3.13 - Profils de pistes en acier X105CrMo17 après essais en oxygène gazeux à basse température et oxygène liquide

Influence de la réactivité de l'environnement - Le cuivre est, parmi les matériaux sélectionnés pour notre étude, celui dont les oxydes se forment le plus facilement. De plus, les oxydes formés ont une couleur différente du matériau initial contrairement à ceux qui peuvent se former avec l'acier X105CrMo17 et l'Inconel X750. Pour étudier l'influence de la réactivité sur l'endommagement des surfaces, les disques en cuivre semblent les plus adaptés. De plus, l'augmentation de la température favorise l'oxydation; nous allons donc nous intéresser aux gaz à température ambiante.

Les photographies des disques (Figure 3.14) montrent une légère différence de couleur entre les disques après essai suivant l'environnement oxygène (Figure 3.14(a)) ou azote (Figure 3.14(b)). Le disque après essai en oxygène semble plus "rouge". En revanche, l'aspect des pistes est le même pour les deux disques.



(a) Oxygène gazeux à température ambiante

(b) Azote gazeux à température ambiante

Figure 3.14 - Photographies de pistes en cuivre c1 après essais en oxygène et azote gazeux à température ambiante

Les deux profils (Figure 3.15) correspondant aux pistes photographiées sont différents.


Figure 3.15 - Profil de pistes en cuivre c1 après essais en oxygène et azote gazeux à température ambiante

Ils montrent que les pistes en cuivre c1 sont nettement plus rugueuses que celles en acier X105CrMo17 et en Inconel750 observées précédemment. Il apparaît de plus des défauts de forme, notamment sur la piste utilisée pour l'essai en azote gazeux à température ambiante (Figure 3.15(b)). Les défauts étant plutôt importants, aucune influence de la réactivité n'est clairement mise en valeur avec ces analyses.

Influence de la température de l'environnement - Les photographies de deux pistes, l'une après un essai en azote gazeux à basse température et l'autre après un essai en azote gazeux à température ambiante sont présentées dans la figure 3.16.



(a) Azote gazeux à basse température

(b) Azote gazeux à température ambiante

Figure 3.16 - Photographies de pistes en Inconel X750 après essais en azote gazeux à basse température et à température ambiante

Les deux pistes ont des apparences nettement différentes. En gaz à basse température (Figure 3.16(a)), on voit un film de transfert blanc et continu au niveau de la piste. En gaz à température ambiante (Figure 3.16(b)), seuls les débris accumulés sur le bord de la piste permettent de la situer.

Les profils correspondants aux photographies des pistes étudiées précédemment (Figure 3.17) confirment la première analyse. En azote gazeux à basse température (Figure 3.17(a)), on observe une surépaisseur au niveau de la piste. En revanche, en azote gazeux à température ambiante (Figure 3.17(b)), aucune différence n'apparaît entre la piste et le reste du disque.

Le tableau 3.2 récapitule les différents aspects des films de transfert observés pour chaque environnement.



Figure 3.17 - Profils de pistes en Inconel X750 après essais en azote gazeux à basse température et à température ambiante

Environnement	Aspect du film	Épaisseur
Oxygène liquide	Continu, très fin	environ $0,5\mu m$
Azote liquide	Discontinu	jusqu'à $2\mu m$
Oxygène gazeux à basse tem-	Discontinu	juggu'à 1 um
pérature	Discontinu	Jusqu a 1μ m
Azote gazeux à basse tempé-	Continu	$0.5 \ge 1 \mu m$
rature	Continu	$0,0$ a 1μ m
Oxygène gazeux à tempéra-	Transfert visible sur les photogra-	
ture ambiante	phies mais pas sur les profils	/
Azote gazeux à température	Transfert visible sur les photogra-	/
ambiante	phies mais pas sur les profils	/

Table 3.2 - Aspects des films de transfert pour chaque environnement

3.1.4 L'évolution de la température dans le pion

Cette partie présente les résultats obtenus concernant l'évolution de la température mesurée dans le pion. Nous y aborderons la méthode d'analyse des résultats puis les résultats proprement dits.

La méthode d'analyse des résultats

Comme pour le coefficient de frottement, après chaque essai, les données enregistrées permettent de représenter l'évolution de la température en fonction du temps (Figure 3.18).

Nous avons donc pour chaque condition d'essais deux ou trois courbes. Cet exemple montre que la température n'est pas complètement stabilisée en fin d'essai mais les trois courbes sont très proches les unes des autres. Pour l'analyse, on s'intéresse à la différence entre les températures en début et en fin d'essai.

On calcule donc la différence entre la moyenne des températures finales et la moyenne des températures initiales. Dans cet exemple, la moyenne des températures initiales est 290K et la moyenne des températures finales est 294,5 K. L'augmentation de température dans le pion est égale à 4,5 K, ce qui correspond à la valeur que nous retiendrons pour l'analyse de l'évolution de la température.



Figure 3.18 - Exemple de température mesurée dans le pion en fonction du temps pour les trois essais du couple PCTFE/acier X105CrMo17 réalisés en oxygène gazeux à température ambiante

Les résultats

La figure 3.19 présente la variation de température moyenne observée entre le début de l'essai et la fin de l'essai pour les trois couples de matériaux dans chaque environnement étudié. Les valeurs sont précisées dans l'annexe B (Tableau B.3).



Figure 3.19 - Variation de température moyenne entre le début et la fin de l'essai pour les trois couples de matériaux dans tous les environnements étudiés

Influence des matériaux en contact - En oxygène liquide et en azote liquide, la température ne varie pas ou peu pendant l'essai quel que soit le couple de matériaux. Dans les quatre autres environnements, la plus grande variation de température est toujours observée pour le contact PCTFE/Inconel750. En azote et oxygène gazeux à basse température, la plus faible variation de température correspond au couple PCTFE/Acier X105CrMo17. En oxygène gazeux à température ambiante, les variations de température dans les contacts PCTFE/Acier X105CrMo17 et PCTFE/Cuivre sont assez proches. En azote gazeux à température ambiante, la plus faible variation de température est observée dans le cas du couple PCTFE/Cuivre.

Le cuivre étant le matériaux le plus conducteur des trois matériaux de disque, le résultat attendu était que l'augmentation de température dans le pion soit plus faible pour le couple PCTFE/Cuivre c1 que pour les deux autres couples quel que soit l'environnement considéré. Cette observation n'a cependant été faite que pour l'azote gazeux à température ambiante.

Influence de l'état - La température (Figure 3.19), dans le pion à quelques millimètres du contact, ne varie ni en oxygène ni azote liquide et elle augmente pendant les essais en gaz à basse température. Ce comportement correspond aux attentes. En effet, l'état liquide favorise plus les échanges thermiques que l'état gazeux.

L'augmentation de température dans le pion en environnement gazeux indique une augmentation de la température au niveau du contact. L'environnement au niveau du contact doit être à une température plus élevée que la température cryogénique initiale. On voit encore ici des interactions entre les différents paramètres étudiés. On a donc ici un effet de la température qui se couple avec l'influence de l'état de l'environnement.

L'état de l'environnement a plusieurs influences sur les différents effets du contact. L'utilisation d'un environnement gazeux change l'évolution de température pendant les essais. L'aspect des films de transfert de PCTFE sur les disques dépend de l'environnement et influe sur l'usure.

Influence de la réactivité - Dans les deux environnements liquides, la température ne varie pas. En gaz à basse température, les variations de températures sont similaires en azote et en oxygène. La température varie entre 10 et 80 K. En gaz à température ambiante, la température varie moins en oxygène qu'en azote.

Les différences observées entre les coefficients de frottement apparaissent lorsque la température augmente. Cela montre qu'il existe des interactions entre les propriétés spécifiques de l'oxygène liquide identifiées pour cette étude.

Influence de la température - En oxygène, les variations de température sont plus marquées en gaz à basse température qu'en gaz à température ambiante. En azote, les variations de température sont similaires en gaz à basse température et en gaz à température ambiante.

3.1.5 Conclusion

La propriété de l'environnement ayant l'effet le plus remarquable sur le frottement est l'état liquide de l'environnement. Une nette diminution du coefficient de frottement a, en effet, été observée à la fois en oxygène liquide et en azote liquide. Ce comportement sera expliqué dans l'interprétation par un effet lubrifiant dû à la présence du liquide à l'interface.

Les résultats obtenus avec les trois couples de matériaux sont différents. Les analyses ont en effet montré que la rugosité des pistes n'était pas la même pour les trois matériaux et que les disques en cuivre présentaient des défauts de forme. Ces défauts sont naturellement liés au caractère particulièrement mou du cuivre qui ne permet pas un usinage aisé des surfaces. Les différences relevées lors de l'analyse des résultats montrent une influence couplée du matériau constituant le disque et de la rugosité de la piste. Le partie suivante mettra en avant l'effet propre de la rugosité sur les mécanismes du contact. Cette analyse plus approfondie permet de montrer que la rugosité influence bien le contact mais également que le matériau constituant le disque a son propre effet. La dernière observation importante suite à cette campagne d'essai est l'aspect des films de transfert formés à la surface des disques. Ceux-ci ont en effet une influence importante sur le comportement du contact. Leur épaisseur et leur régularité sont liées à plusieurs facteurs : d'une part à l'environnement et d'autre part à la surface de la piste (matériaux, rugosité).

Il est donc nécessaire d'approfondir ces trois analyses dans la partie suivante.

3.2 Interprétation

Cette section s'intéresse aux phénomènes particuliers observés dans l'analyse des résultats. Nous étudierons d'abord l'effet de l'état liquide de l'environnement observé sur le coefficient de frottement puis nous analyserons l'influence de la rugosité des pistes sur l'usure et le frottement. Nous approfondirons ensuite l'influence des films de transfert sur l'usure du pion pour enfin comparer le transfert suivant la distance de glissement.

3.2.1 L'effet de portance

Résultats

On a observé précédemment une diminution nette du coefficient de frottement en liquide par rapport au coefficient de frottement en gaz. Les coefficients de frottement observés en liquide se situent entre 0,10 et 0,15 alors que ceux en gaz sont toujours supérieurs à 0,20 quels que soient les couples de matériaux en contact. Ceci est probablement dû à un effet de lubrification limite lié à la présence du fluide.

Bibliographie

Le régime de lubrification peut être identifié avec la valeur du coefficient de frottement et également en faisant varier le paramètre de Sommerfeld $S = \eta V/p$. Si le coefficient de frottement reste constant lorsque le paramètre de Sommerfeld augmente, cela confirme la présence d'un effet de lubrification limite (Section 1.2).

Essais complémentaires

Des essais complémentaires ont été réalisés afin d'approfondir cette hypothèse. Les conditions d'essais sont présentées dans le tableau 3.3. Le but de ces essais est d'observer l'effet de la vitesse de glissement et de la charge sur le coefficient de frottement.

Matériaux	Matériaux	Environnomont	Charge nor-	Vitesse de glis-		
du pion	du disque	Environnement	male	sement		
DOTEE	Acier	Azote liquide ou	ontro 1 of 8 MPs	entre $0,2$ et $3,2$		
ICITE	X105CrMo17	Oxygène liquide		m/s		

Table 3.3 - Conditions des essais complémentaires pour mettre en valeur un effetde portance

La figure 3.20 montre les paliers de vitesse et de pression en fonction du temps qui ont été réalisés au cours d'un essai complémentaire. Pour chaque pression de contact, il y a plusieurs vitesses de glissement. Pour chaque palier de vitesse et de pression, seul le frottement moyen stabilisé est relevé.



Figure 3.20 - Exemple de variations de vitesse et de pression en fonction du temps pour les essais par palier

Résultats complémentaires

Les résultats des différents essais sont présentés dans la figure 3.21.



Figure 3.21 - Coefficient de frottement en fonction de la vitesse pour différentes charges normales en azote et oxygène liquide

En azote liquide (Figure 3.21(a)), deux plages de vitesse sont identifiées. A faible vitesse (<1 m/s), le coefficient de frottement augmente globalement avec la vitesse quelle que soit la charge normale appliquée. A ces vitesses, les résultats sont très dispersés. A vitesse plus élevée (>1 m/s), le coefficient de frottement diminue quand la vitesse augmente quelle que soit la charge normale appliquée. En oxygène liquide (Figure 3.21(b)), les résultats obtenus sont trop dispersés pour permettre d'identifier une relation entre le coefficient de frottement et la vitesse de glissement.

En ne conservant que les résultats obtenus avec les plus hautes vitesses ($\geq 1 \text{ m/s}$), l'observation de la courbe du coefficient de frottement en fonction de v/p pour l'azote liquide (Figure 3.22) montre une très légère diminution du coefficient de frottement quand le paramètre v/p augmente. Selon la courbe de Stribeck, cela correspond à la lubrification limite.

Lors de la campagne d'essais, les essais ont été réalisés à une vitesse de 0,2 m/s et à une pression de 4 MPa. Le paramètre v/p valait donc 0,05, ce qui est nettement inférieur aux valeurs correspondant à la lubrification mixte. Par conséquent, le régime de lubrification rencontré



Figure 3.22 - Coefficient de frottement en fonction du paramètre v/p en azote liquide

pendant la campagne en azote liquide était le régime limite.

- Les résultats principaux pouvant être déduits de ces résultats expérimentaux sont les suivants : – L'évolution du coefficient de frottement montre que le principal régime de lubrification observé peut être assimilé au régime limite (le coefficient de frottement ne varie pas significativement malgré des variations du paramètre v/p). Ce régime est associé à de faibles valeurs de $\eta v/p$ et cela est totalement cohérent avec les faibles valeurs de viscosité des fluides cryogéniques (au moins dix fois plus faible que la viscosité de l'eau).
 - Le régime limite génère un coefficient de frottement proche de 0,15. Cette valeur est différente de celle attendue dans l'huile ($\approx 0,10$). Les origines de ces valeurs ne sont pas totalement connues pour l'instant (même pour l'huile). Cependant, la plupart des résultats pratiques montrent que, comme pour un environnement huileux, les matériaux semblent induire un écart très faible vis-à-vis du coefficient de frottement d'un contact travaillant en régime limite.

3.2.2 L'influence de la rugosité des pistes

Trois matériaux ont été testés pour les disques. On a vu dans les résultats que le matériau constituant le disque avait une influence sur le coefficient de frottement et l'usure. Cependant, on a pu également observer des états de surface différents selon les matériaux. Il faut donc différencier le matériau de la rugosité pour identifier l'influence de chacun. Cette partie vise à déterminer si la rugosité des disques est un nouveau paramètre à prendre en compte dans le comportement du contact PCTFE/Acier X105CrMo17 en environnement cryogénique.

Résultats

La rugosité des disques des différents matériaux utilisés lors de la campagne d'essais a été présentée dans le tableau 3.1: la rugosité des disques en acier X105CrMo17 est comprise entre 0,05 et 0,09 μ m, celle des disques en Inconel X750 est comprise entre 0,01 et 0,09 μ m et celle des disques en cuivre c1 est comprise entre 0,3 et 0,4 μ m. Afin d'identifier si la rugosité a une influence sur le frottement et l'usure, des courbes du coefficient de frottement et du taux d'usure en fonction de la rugosité ont été tracées à partir des résultats obtenus au cours de la campagne d'essais (3.23). Dans ces courbes, les coefficients de frottement et les taux d'usure sont des moyennes effectuées sur l'ensemble des environnements pour un couple de matériaux donné.



(a) Coefficient de frottement en fonction de la rugosité



(b) Taux d'usure en fonction de la rugosité

Figure 3.23 - Coefficient de frottement moyen et usure moyenne en fonction de la rugosité des pistes

La rugosité se corrèle correctement avec le coefficient de frottement (Figure 3.23(a)). En effet, celui-ci diminue lorsque la rugosité augmente. Par contre, on ne voit aucune corrélation nette entre la rugosité et le taux d'usure (Figure 3.23(b)). La rugosité de nos pistes est toujours inférieure à 0,5. D'après les courbes présentées dans l'état de l'art (Figures 1.14 et 1.15), pour des valeurs de rugosités inférieures à 0,5, on devrait constater une diminution de coefficient de frottement et de l'usure lorsque la rugosité augmente. Or d'après les résultats d'essais obtenus, ce comportement n'est observé que dans le cas du coefficient de frottement. Dans notre cas, la rugosité ne semble pas être un paramètre prépondérant et le matériau constituant le disque semble avoir plus d'influence que la rugosité. Pour le vérifier, nous avons besoin de résultats complémentaires qui permettent de séparer l'influence de la rugosité et l'influence du matériau de la piste. Il est très difficile d'obtenir des rugosités identiques avec les trois matériaux précédemment choisis, nous allons donc choisir d'étudier l'influence de la rugosité pour un même matériau.

Bibliographie

Nous avons vu dans la partie 1.3 que l'évolution du coefficient de frottement, du taux d'usure et de la température de contact en fonction de la rugosité des surfaces frottantes peut être décrite par des courbes en forme de V [35]. Les courbes présentées en figures 1.14 et 1.23 dans la partie 1.3 présentent l'évolution du coefficient de frottement et du taux d'usure en fonction de la rugosité d'une surface en acier. Ces résultats correspondent à un contact PTFE/acier pour une distance de glissement de 200 mètres. Dans ce cas, le coefficient de frottement et l'usure ont

le même comportement vis à vis de la rugosité. On voit apparaître un domaine de rugosité (Ra autour de 0,5 μ m) pour lequel le frottement et l'usure sont minimales. Pour une rugosité inférieure à 0,5 μ m, le coefficient de frottement et l'usure augmentent lorsque la rugosité diminue, en raison de la part prépondérante des mécanismes d'adhésion. Pour une rugosité supérieure à 0,5 μ m, le coefficient de frottement et l'usure augmentent lorsque la rugosité augmente en raison de la manifestation de l'usure abrasive.

Essais complémentaires

Afin, d'identifier l'influence de la rugosité seule, sans l'influence du matériau, des essais complémentaires ont été réalisés avec des pistes en acier X105CrMo17 de différentes rugosités. Les conditions d'essais ainsi que leur nombre sont présentés dans le tableau 3.4.

Matériau du pion	PCTFE
Matériau du disque	Acier X105CrMo17
Environnement	Azote liquide
Charge normale	4 MPa
Vitesse de glissement	0.2 m/s
Distance de glissement	350 m
Rugosité	entre 0,04 $\mu {\rm m}$ et 0,12 $\mu {\rm m}$

Table 3.4 - Conditions des essais complémentaires pour mettre en valeur l'influence de la rugosité des pistes

La rugosité réelle des pistes a été mesurée afin d'obtenir une analyse plus précise des résultats (Tableau 3.5). Pour l'analyse des différents effets en fonction de la rugosité, nous utiliserons les

Numéro de la piste	Rugosité (μ m)
13A	0,064
13B	0,097
23A	0,044
37A	0,049
14A	0,041
32A	0,114
36A	0,121
15A	0,117

Table	3.5	-	Rugosité	mesurée	de	chaque	piste	utilisée	pour	les	essais
				CC	ompl	lémenta:	ires				

rugosités mesurées des pistes.

Résultats complémentaires

Les coefficients de frottement moyens en fin d'essai et les taux d'usure des pions en fonction de la rugosité mesurée de la piste sont présentés dans la figure 3.24.

On observe une légère augmentation du coefficient de frottement avec la rugosité (Figure 3.24(a)). Le taux d'usure est représenté avec l'incertitude liée à la mesure de masse des pions

(Figure 3.24(b)). Pour les rugosités les plus faibles, l'usure est trop faible pour être détectée par la balance utilisée. Celle-ci a en effet une précision de 0,1 mg, représentée par les barres d'erreurs sur le graphique. On observe globalement une augmentation de l'usure lorsque la rugosité augmente.



(a) Coefficient de frottement en fonction de la rugosité



(b) Taux d'usure et erreur liée à la mesure en fonction de la rugosité

Figure 3.24 - Coefficient de frottement et taux d'usure en fonction de la rugosité des pistes

L'influence de la rugosité sur le coefficient de frottement et l'usure en azote liquide est représentée par la figure 3.24. Afin de savoir si le matériau de la piste a également une influence, ces résultats sont comparés à ceux obtenus lors de la campagne d'essai avec les disques de trois matériaux différents.

La figure 3.25 présente les coefficients de frottement et taux d'usure obtenus lors de la campagne d'essai avec les disques de matériaux différents en azote liquide et lors des essais complémentaires avec les disque en acier X105CrMo17. Le coefficient de frottement dépend à la fois de la rugosité de la piste mais également du matériau (Figure 3.25(a)). En effet, pour les faibles rugosités, le frottement obtenu lors de la campagne d'essai avec les pistes en Inconel X-750 est nettement supérieur à celui obtenu lors des essais complémentaires avec les pistes en acier X105CrMo17. En ce qui concerne les rugosités plus élevées des disques en cuivre, elles n'ont pas été testées lors des essais complémentaires. Cependant, le coefficient de frottement atteint correspond à celui obtenu avec des rugosités plus faibles lors des essais complémentaires. Les taux d'usure obtenus avec les mêmes conditions d'essais entre la campagne initiale et les essais complémentaires (piste en acier X105CrMo17 et rugosité autour de 0,1) sont différents (Figure 3.25(b)). Nous ne pouvons donc pas conclure sur l'influence du matériau de la piste.

Les images des pistes après essais sont présentées dans la figure 3.26. D'après les photographies, les films de transfert formés sur les pistes de plus faible rugosité (Figure 3.26(a)) sont assez similaires avec ceux formés sur les pistes de rugosité moyenne (Figure 3.26(b)). En re-



(a) Coefficient de frottement en fonction de la rugosité



(b) Taux d'usure en fonction de la rugosité

Figure 3.25 - Comparaison entre les coefficients de frottement moyen et usure moyenne en fonction de la rugosité des pistes en azote liquide obtenus lors de la campagne d'essai et ceux obtenus lors des essais complémentaires

vanche, le transfert de PCTFE sur les pistes dont le rugosité est la plus élevée (Figure 3.26(c)) semble plus important que pour les deux rugosités plus faibles.



(a) Ra 0,041 $\mu \mathrm{m}$ - Piste 14A

(b) Ra 0,097 μ m - Piste 13B

(c) Ra 0,121 μ m - Piste 36A

Figure 3.26 - photographies de pistes après des essais réalisés avec des pistes de trois rugosités différentes pour la contact PCTFE/X105CrMo17 en azote liquide

Des profils ont été réalisés après les essais pour les différentes pistes. Un exemple de profil pour chaque rugosité est exposé dans la figure 3.27.

Pour des rugosités les plus faibles (Figure 3.27(a)) et les rugosités moyennes (Figure 3.27(b)), on observe le même type de transfert sur la piste d'une épaisseur maximum de l'ordre de 2μ m. Le film de transfert sur la piste dont la rugosité est la plus élevée (Figure 3.27(c)) est nettement plus épais, de l'ordre de 6μ m au niveau du pic le plus grand.



Figure 3.27 - Profils de pistes après des essais réalisés avec des pistes de trois rugosités différentes pour la contact PCTFE/X105CrMo17 en azote liquide

On a donc observé que l'augmentation de la rugosité entraîne des discontinuités plus marquées au niveau du transfert de PCTFE sur les pistes. On observe de plus une augmentation de l'usure alors que l'effet sur le coefficient de frottement est plutôt faible. Le transfert (épaisseur et aspect) de PCTFE sur les pistes a donc une influence directe sur le taux d'usure des pions. Cette influence est donc étudiée plus précisément dans la section suivante.

3.2.3 L'influence du film de transfert sur l'usure

Les différents essais montrent une usure toujours plus importante en liquide qu'en gaz que ce soit en azote ou en oxygène et quel que soit le couple de matériaux en contact. Ces résultats ne correspondent pas à ce qui était attendu. Ce comportement contradictoire a été relié avec l'aspect des films de transfert de PCTFE sur les pistes métalliques. Ceux-ci sont en effet différents en liquide et en gaz. Cela a été mis en valeur dans l'étude de l'endommagement des surfaces au cours de l'analyse des résultats.

Les figures 3.10 et 3.11 montrent très clairement la différence entre les films de transfert formés en gaz à basse température et en liquide. Le film de transfert sur la piste après essai en azote gazeux à basse température est continu. Cela apparait à la fois sur la photographie (Figure 3.10(a)) et sur le profil (Figure 3.11(a)). Sur la photographie (Figure 3.10(b)) et le profil (Figure 3.11(b)) de la piste après l'essai en azote liquide apparaissent clairement des discontinuités dans le film de transfert. Le transfert observé en azote liquide est également plus épais que celui observé en azote gazeux à basse température.

Afin de savoir si il y a bien une correspondance entre le taux d'usure et l'épaisseur du film de transfert, on a tracé des graphiques représentant le taux d'usure et sa dispersion en fonction de l'épaisseur du film de transfert pour chaque matériau étudié (Figures 3.28, 3.29 et 3.30).

Dans le cas du contact PCTFE/acier X105CrMo17 (Figure 3.28), on voit clairement que lorsque l'épaisseur du film de transfert augmente, le taux moyen d'usure augmente [63]. L'augmentation du taux moyen d'usure conduit également à l'augmentation de la dispersion des



Figure 3.28 - Taux d'usure moyen et dispersion en fonction de l'épaisseur du film de transfert pour le couple PCTFE / acier X105CrMo17

valeur du taux d'usure pour des essais dans les mêmes conditions.

Dans le cas du contact PCTFE/Inconel X750 (Figure 3.29), en faisant abstraction du résultat obtenu en azote gazeux à température ambiante, on retrouve le même phénomène que dans le cas du couple PCTFE/acier X105CrMo17. En effet, plus le film de transfert est épais, plus le taux d'usure est élevé. De même, la dispersion des résultats est plus importante pour les films de transfert épais que pour les films de transfert minces.



Figure 3.29 - Taux d'usure moyen et dispersion en fonction de l'épaisseur du film de transfert pour le couple PCTFE / Inconel X750

Dans le cas du contact PCTFE/Cuivre c1 (Figure 3.30), il n'y a aucune relation entre le taux d'usure et l'épaisseur du film de transfert. Il faut rappeler que ce matériau présente une rugosité et des défauts d'ondulation bien plus élevés que les deux autres matériaux testés.

3.2.4 La formation du film de transfert en azote liquide

On a vu précédemment la nette influence du film de transfert sur le taux d'usure. L'épaisseur ainsi que la régularité du transfert de PCTFE sur la piste a une influence très marquée sur le comportement du contact. Il est donc important d'étudier la formation de ce transfert.



Figure 3.30 - Taux d'usure moyen et dispersion en fonction de l'épaisseur du film de transfert pour le couple PCTFE / Cuivre c1

Résultats

En azote liquide, on a observé la formation d'un film de transfert irrégulier de PCTFE sur les pistes en acier X105CrMo17. L'existence de ce film a été observée pour une distance de glissement fixée à 350 m. Il est donc important de savoir si l'existence et l'épaisseur de ce film dépendent de la distance de glissement.

Essais complémentaires

Des essais complémentaires ont été réalisés afin d'observer le film de transfert pour trois distances de glissement différentes : 200, 350 et 700 m. Les conditions d'essais sont réunies dans le tableau 3.6.

Matériaux du pion	PCTFE
Matériaux du disque	Acier X105CrMo17
Environnement	Azote liquide
Charge normale	4 MPa
Vitesse de glissement	0,2 m/s
Distance de glissement	200, 350 et 700 m

Table 3.6 - Conditions des essais complémentaires pour mettre en valeur laformation du film de transfert en azote liquide

Résultats complémentaires

Pour ces essais, comme pour tous les autres, nous pouvons étudier l'évolution du coefficient de frottement, le taux d'usure des pions, l'aspect des pistes et les profils après essai. Les coefficients de frottement en fonction du temps pour les trois distances de glissement sont présentés par la figure 3.31.

Quelle que soit la distance de glissement parcourue lors de l'essai, l'évolution du coefficient de frottement est similaire. De plus, en fin d'essai, les valeurs des coefficients de frottement sont proches.



Figure 3.31 - Coefficient de frottement en fonction du temps pour différentes distances de glissement dans le cas d'un contact PCTFE/Acier X105CrMo17 en azote liquide

En ce qui concerne l'usure, la distance de 200 mètres pose le problème de la période d'adaptation des surfaces. Cette distance est en effet assez courte. On considère que le rodage est terminé si l'épaisseur usée est supérieure à la hauteur des rugosités, soit Rt, ce qui correspond à une usure moyenne de Rt/2. Pour les pions en PCTFE utilisés lors de nos essais, on a Rt = 2,9 μ m. Les épaisseurs moyennes des pions usées pour chaque essai sont présentées dans la tableau 3.7.

Numéro de l'essai	Distance de glissement	Épaisseur usée (μm)
1	350	6,6
2	300	5,7
3	200	6,6
4	200	4,7
5	700	9,5
6	100	12,3

Table 3.7 - Épaisseur de pion usée pour chaque essai

Dans chaque cas, l'épaisseur usée est nettement supérieure à la rugosité du pion. La fin de l'essai ne se situe donc pas dans la période de rodage des pions.

On peut également le vérifier en traçant la courbe représentant la masse perdue par les pions pendant un essai en fonction de la distance de glissement. Théoriquement, cette évolution a l'allure de la courbe présentée par la figure 3.32.

L'augmentation de perte de masse est rapide pendant la période de rodage. Après la période de rodage, la courbe de la perte de masse en fonction de la distance de glissement est linéaire. Cette linéarité est celle décrite par la loi d'Archard.

Lors des essais complémentaires, la différence de masse des pions pour un contact PCTFE/Acier X105CrMo17 en azote liquide a été mesurée pour trois distances de glissement (Figure 3.33).

La pente entre 200 et 350 m est plus faible que celle entre 350 et 700 m. On peut donc



Figure 3.32 - Évolution théorique de la différence de masse en fonction de la distance de glissement

dire que après 200 m, le contact n'est plus en période de rodage. Si le mécanisme d'usure suivait la loi d'Archard, la pente entre 200 et 350 m et celle entre 350 et 700 m devraient être identiques. L'usure du contact PCTFE/Acier X105CrMo17 en azote liquide ne suit donc pas la loi d'Archard.



Figure 3.33 - Différence de masse mesurée lors des essais complémentaires en fonction de la distance de glissement

Des images des pistes ainsi que des profils ont été réalisés après chaque essai afin de comparer les différents films de transfert formés. Les différentes photographies des disques sont présentées par la figure 3.34.

On observe tout d'abord qu'un film de transfert de PCTFE est présent après les deux essais avec une distance de glissement de 200 m (Figure 3.34(a)). Le film de transfert observé lors de la campagne d'essais se forme donc assez rapidement. Sur les images, on n'observe pas de différence marquée entre les films de transfert formés après une distance de glissement de 200 m (Figure 3.34(a)) et ceux formés après une distance de glissement de 350 m (Figure 3.34(b)). Après 700 m de glissement, le film de transfert est toujours présent sur les pistes (Figure 3.34(c)). Sur les images, il est plus visible que ceux observés après 200 et 350 m.

Afin d'approfondir ces observations, des profils ont été réalisés (Figure 3.35). Les transferts sur les pistes après une distance parcourue de 200 m (Figure 3.35(a)) et 350 m (Figure 3.35(b) sont similaires. L'épaisseur maximum est d'environ 2 μ m. Après une distance de glissement de 700 m (Figure 3.35(c)), le transfert est légèrement plus épais et atteint un maximum d'environ 2,5 μ m. Cela correspond bien aux observations faites visuellement.



(a) 200 m

(b) 350 m

(c) 700 m

Figure 3.34 - Photographies de pistes après des essais réalisés sur trois distances de glissement différentes



Figure 3.35 - Profils de pistes après des essais réalisés sur trois distances de glissement différentes

3.3 Conclusion

Les résultats de la campagne d'essais ont révélé plusieurs phénomènes dont l'étude a été approfondie en réalisant des essais complémentaires.

Tout d'abord, les essais ont montré une diminution nette du coefficient de frottement en liquide. En variant la vitesse lors d'essais complémentaires, nous avons pu montrer que l'effet du liquide sur le contact correspondait à un régime de lubrification limite.

Ensuite, les résultats des essais sont différents suivant le matériau du disque. La différence de matériau des disques est couplée avec des différences de rugosité, il était donc impossible de différencier l'influence du matériau de l'influence de la rugosité de la piste. La variation de rugosité pour un unique matériau (Acier X105CrMo17) constituant le disque a permis de montrer que la rugosité a une influence sur les mécanismes du contact. On a relevé notamment des transferts différents suivant les différentes rugosités étudiées. La variation de rugosité ayant une influence plus marquée sur l'usure que sur le coefficient de frottement, nous avons donc relié l'usure à l'épaisseur du transfert de PCTFE sur le disque.

On a mis en valeur l'augmentation de l'usure et de sa dispersion lorsque le film de transfert s'épaissit pour les pistes acier X105CrMo17 et pour celles en Inconel750 mais pas pour celles en cuivre c1. L'absence de relation nette entre l'usure et l'épaisseur du film de transfert pour les pistes en cuivre c1 s'explique par l'état de surface moins bon de ces pistes. Ces résultats montrent cependant une influence majeure du transfert sur le taux d'usure du pion.

Nous avons enfin étudié la formation du transfert sur la piste en azote liquide. Les essais complémentaires avec trois distances de glissement ont montré la formation rapide d'un film de transfert et l'augmentation progressive de ce transfert avec la distance de glissement ainsi que le changement du comportement du contact vis à vis de l'usure. En effet, on a observé une augmentation de la vitesse d'usure avec la distance de glissement qui montre un changement de comportement du contact sûrement lié à la formation du film de transfert.

Chapitre 3 : Résultats d'essais

Chapitre 4

Thermique du contact

Sommaire

4.1	Tem	pérature de surface théorique
	4.1.1	Le nombre de Peclet
	4.1.2	Le calcul de la température de surface moyenne théorique 93
4.2	Tem	pérature de surface expérimentale
	4.2.1	L'oxygène gazeux à température ambiante
	4.2.2	L'oxygène gazeux à basse température
	4.2.3	L'oxygène liquide
4.3	Con	paraison théorie/essais
	4.3.1	L'oxygène gazeux à température ambiante
	4.3.2	L'oxygène liquide
4.4	Calc	ul des températures de surface pour les trois couples de ma-
	téria	aux dans les environnements gazeux
4.5	Con	clusion

La thermique du contact est un paramètre important mais néanmoins difficile à évaluer. En effet, la température au contact ne correspond pas à la température de l'environnement et est en outre difficile à mesurer. Cette température, dans le cas notamment de réactions chimiques activées thermiquement, devient un paramètre important du comportement du contact. Dans cette étude, l'évaluation de la température au contact est un paramètre incontournable. En effet, l'environnement oxygène étant très réactif à haute température, une grande variation de celle-ci à la surface modifierait les mécanismes de contact.

Dans cette étude, la géométrie étudiée est celle correspondant à un pion frottant sur un disque (Figure 4.1). La figure 4.2 présente la répartition de la chaleur générée dans le contact.



Figure 4.1 - Système étudié, le pion-disque



Figure 4.2 - Distribution de la chaleur dans le contact

La chaleur générée dans le contact est divisée entre le pion et le disque par conduction. La situation thermique est obtenue pour le pion avec une source de chaleur fixe, de la conduction principalement dans la direction normale et des échanges latéraux avec l'environnement. Dans le disque, la source de chaleur est mobile et il y a de la conduction dans les directions normales et tangentielles avec des échanges entre la surface du disque et l'environnement en dehors du contact.

En raison de tous ces échanges, la solution exacte est compliquée. La solution des équations de chaleur et leurs paramètres sont difficiles à trouver. Dans cette étude, nous avons retenu deux

méthodes analytiques avec différentes hypothèses pour calculer la température à la surface et le flux thermique dans le pion. Toutes ces méthodes seront comparées par la suite avec les températures mesurées dans les pions pendant les essais afin de déterminer quelle méthode donne un résultat acceptable.

4.1 Température de surface théorique

4.1.1 Le nombre de Peclet

Le calcul du nombre de Peclet, défini par $Pe = \frac{Vl}{2a}$ (Équation 1.19), permet de définir si la source de chaleur est statique ou mobile. Dans le cas du pion, la vitesse de déplacement de la source de chaleur par rapport à la surface est nulle donc le nombre de Peclet également. Dans le cas des disques, le nombre de Peclet associé dépend du matériau constituant le disque. Les différents paramètres nécessaires au calcul ainsi que les valeurs du nombre de Peclet pour chaque matériau sont présentés dans le tableau 4.1.

Matériau	Vitesse de la source de chaleur (m/s)	Rayon de la source de chaleur (m)	$\begin{array}{c} {\rm Masse} \\ {\rm volumique} \\ ({\rm Kg/m^3}) \end{array}$	Capacité thermique (J/Kg °C)	Conductivité thermique (W/m °C)	Pe
Acier X105CrMo17			7800	475	25	59
Inconel 750	0,2	0,004	8250	470,5	11,9	130
Cuivre c1			8945	385	294	5
PCTFE	0		2140	860	0,21	0

Table 4.1 - Calcul du nombre de Peclet pour différents matériaux

Dans les cas de l'acier X105CrMo17 et de l'Inconel 750, le nombre de Peclet est nettement supérieur à cinq qui représente la limite entre un mouvement relatif des surfaces lent et un mouvement rapide. Dans le cas du cuivre, le nombre de Peclet est égal à cinq, il est donc juste à la limite des deux zones. Les formules présentées ne concernent que le cas où le nombre de Peclet est inférieur à 0,1 (quasi-statique) et celui où il est supérieur à 5 (rapide). Avec un nombre de Peclet égal à 5, nous considérerons que la source de chaleur se déplace rapidement. Quelque soit le matériau du disque considéré, la source de chaleur se déplace rapidement.

4.1.2 Le calcul de la température de surface moyenne théorique

La source de chaleur pour le calcul de la température de surface du pion est stationnaire. On utilise donc la formule présentée dans le tableau 1.2 pour une source de chaleur circulaire uniforme et stationnaire (Figure 4.3) :

$$\Delta T_p = 0.85 \frac{q_p r_p}{\lambda_p} \tag{4.1}$$

En ce qui concerne le disque, ce n'est pas aussi clair, nous avons donc testé plusieurs configurations. Les nombres de Peclet calculés pour les disques en acier X105crMo17 et en Inconel 750 (Tableau 4.1) sont nettement supérieurs à 10. La source de chaleur dans ces deux cas est donc



Figure 4.3 - Source de chaleur stationnaire pour le pion

mobile. Dans le cas du cuivre c1, le nombre de Peclet est 5. Le couple PCTFE/cuivre c1 est donc dans un cas particulier, qui ne correspond, d'après les formules présentées dans le tableau 1.2, ni à une source quasi-statique (Pe < 0,1) ni à une source mobile (Pe > 10). Cependant, certaines sources bibliographiques placent la limite de la source mobile à Pe > 5 [3]. Nous allons donc tester les deux possibilités pour le disque, la source de chaleur mobile (Méthode 1) et la source de chaleur quasi-statique (Méthode 2).

Dans tous les cas, pour le calcul théorique, on ne prend pas en compte les échanges avec l'environnement au niveau du contact. On a donc :

$$q = q_p + q_d \tag{4.2}$$

Le coefficient α représentant la part de flux thermique qui part dans le pion, on a donc :

$$\begin{cases} q_p = \alpha q\\ q_d = (1 - \alpha)q \end{cases}$$
(4.3)

Afin de trouver le coefficient α , on suppose que la variation de température est la même pour les deux surfaces et on pose donc :

$$\Delta T_p = \Delta T_d \tag{4.4}$$

Méthode 1 : Source de chaleur circulaire uniforme et mobile pour le disque

On considère que la source de chaleur du disque est une source circulaire uniforme et mobile (Figure 4.4). On utilise l'équation correspondante du tableau 1.2 :

$$\Delta T_d = 0,69 \frac{q_d r_p}{\lambda_d \sqrt{Pe_d}} \tag{4.5}$$

Les variations de température de surface étant identiques pour le pion et le disque, on obtient :

$$0,85\frac{q_p r_p}{\lambda_p} = 0,69\frac{q_d r_p}{\lambda_d \sqrt{Pe_d}}$$

$$\tag{4.6}$$

Soit en remplaçant q_p et q_d par respectivement αq et $(1 - \alpha)q$:

$$0,85\frac{\alpha qr_p}{\lambda_p} = 0,69\frac{(1-\alpha)r_p}{\lambda_d\sqrt{Pe_d}}$$

$$\tag{4.7}$$



Figure 4.4 - Source de chaleur mobile pour le disque

Ce qui nous donne pour α :

$$\alpha = \frac{0,69\frac{r_p}{\lambda_d\sqrt{Pe_d}}}{0,85\frac{r_p}{\lambda_p} + 0,69\frac{r_p}{\lambda_d\sqrt{Pe_d}}}$$
(4.8)

On peut maintenant en déduire la température à l'interface définie par :

$$T_{interface} = T_{initiale} + \Delta T_p = T_{initiale} + \Delta T_d \tag{4.9}$$

On a donc :

$$T_{interface} = T_{initiale} + 0.85 \frac{\alpha q r_p}{\lambda_p} = T_{initiale} + 0.69 \frac{(1-\alpha)q r_p}{\lambda_d \sqrt{Pe_d}}$$
(4.10)

Méthode 2 : Source de chaleur du disque circulaire uniforme quasi-statique

On considère que la source de chaleur du disque est une source circulaire uniforme quasistatique. Dans ce cas, on suppose qu'il n'y a pas de refroidissement du disque. Le flux généré au contact, sur la surface correspondant à celle du pion (S_p) , est répartie sur toute la surface de la piste de frottement du disque (S_d) (Figure 4.5). Le part de flux thermique allant dans le disque est donc répartie sur toute la surface de frottement. Le flux q_d devient donc $q_d \frac{S_p}{S_d}$. On utilise l'équation correspondante du tableau 1.2 :

$$\Delta T_d = 0,85 \frac{q_d S_p r_p}{S_d \lambda_d} \tag{4.11}$$

En considérant l'égalité des variations de température de surface pour le pion et le disque, on a donc :

$$0,85\frac{q_p r_p}{\lambda_p} = 0,85\frac{q_d S_p r_p}{S_d \lambda_d}$$

$$(4.12)$$

Soit en remplaçant q_p et q_d par respectivement αq et $(1 - \alpha)q$:

$$0,85\frac{\alpha qr_p}{\lambda_p} = 0,85\frac{(1-\alpha)qS_pr_p}{S_d\lambda_d}$$

$$(4.13)$$

Ce qui nous donne pour α :

$$\alpha = \frac{0,85\frac{S_p r_p}{S_d \lambda_d}}{0,85\frac{r_p}{\lambda_p} + 0,85\frac{S_p r_p}{S_d \lambda_d}}$$
(4.14)



Figure 4.5 - Source de chaleur fixe pour le disque

On peut maintenant en déduire la température à l'interface définie par :

$$T_{interface} = T_{initiale} + \Delta T_p = T_{initiale} + \Delta T_d \tag{4.15}$$

On a donc :

$$T_{interface} = T_{initiale} + 0.85 \frac{\alpha q r_p}{\lambda_p} = T_{initiale} + 0.85 \frac{(1-\alpha)q S_p r_p}{S_d \lambda_d}$$
(4.16)

4.2 Température de surface expérimentale

La température a été mesurée dans le pion au cours de certains essais par un thermocouple trois points inséré dans le pion. Ce système de mesure a été présenté à la section 2.6 (Figure 2.7(a)). En considérant l'établissement d'un régime stationnaire au cours de l'essai, ces trois mesures nous permettent d'en déduire la température à la surface du pion. Les températures considérées dans les parties suivantes correspondent aux températures en fin d'essai.

4.2.1 L'oxygène gazeux à température ambiante

La figure 4.6 présente les températures mesurées lors des essais réalisés en oxygène gazeux à température ambiante pour les couples PCTFE/Inconel 750 et PCTFE/Cuivre c1.



Figure 4.6 - Températures mesurées dans le pion pour les essais en oxygène gazeux à température ambiante

La régression linéaire réalisée à partir des trois points nous permet de déterminer la température à la surface du pion en fin d'essai (température correspondant à la température de l'interface définie dans la partie précédente). A partir de la température à l'interface et de la température initiale du pion, on peut donc en déduire la variation de température au cours de l'essai. Les températures initiales et finales ainsi que les variations de température associées sont présentées dans le tableau 4.2. Cette variation de température expérimentale sera comparée avec la variation de température théorique déterminée à partir des calcul de la partie précédente.

Couples de matériaux	Numéro de l'essai	Température initiale (K)	Température de surface finale (K)	Variation de température (K)
PCTFE/Inconel 750	1	280	305	25
	2	282	308	26
	1	279	291	12
PCTFE/Cuivre	2	279	291	12
	3	279	292	13

Table 4.2 - Variation de température expérimentale en oxygène gazeux à température ambiante

On observe des résultats très répétables tant sur l'estimation des températures de surface (Tableau 4.2) que sur sur les températures mesurées (Figure 4.6). La différence de température de surface entre les pistes en Inconel 750 et celles en Cuivre c1 est nette. La température de surface plus basse du Cuivre c1 est probablement expliquée par sa bonne conductivité thermique.

4.2.2 L'oxygène gazeux à basse température

La figure 4.7 présente les températures mesurées lors des essais réalisés en oxygène gazeux à basse température pour les trois couples de matériaux.

Le tableau 4.3 présente la température extrapolée à partir des trois mesures.

Couples de matériaux	Numéro de l'essai	Température initiale (K)	Température de surface finale (K)	Variation de température (K)
	1	91	112	21
PCTFE/X105CrMo17	2	91	109	18
	3	91	119	28
DCTFF /Incomol 750	1	91	146	55
1 C I I E/ Inconer 750	2	91	134	43
	1	91	128	37
PCTFE/Cuivre	2	91	125	34
	3	91	134	43

Table 4.3 -	Variation de	température	expérimentale	en	oxygène	gazeux	à	basse
		temp	érature					

La répétabilité des mesures (Figure 4.7) est nettement moins bonne que pour l'oxygène gazeux. De plus, les températures de surface des disques en Cuivre c1 sont surprenantes. On



Figure 4.7 - Températures mesurées dans le pion pour les essais en oxygène gazeux à basse température

s'attend en effet à ce qu'elles soient plus basses que celles de l'acier X105CrMo17, en raison de la meilleure conductivité thermique du cuivre c1, or elles sont légèrement supérieures.

Ces différences sont dues au protocole particulier des essais en oxygène gazeux à basse température (Partie 2.5.2). Les essais ont en effet été stoppés à plusieurs reprises pour remplir le fond de la cuve d'oxygène liquide, ce qui entraîné le retour de la température de surface à la température initiale pour chaque arrêt. Le régime permanent n'a pas le temps de s'établir pour chaque partie de l'essai. De plus, la cuve d'oxygène liquide se vidant progressivement, la température de l'environnement change durant l'essai, ce qui tend à perturber les variations de température au niveau du contact. Ces résultats ne peuvent donc pas être utilisés pour la suite de cette étude.

4.2.3 L'oxygène liquide

La figure 4.8 présente les températures mesurées lors des essais réalisés en oxygène liquide pour les couples PCTFE/Inconel 750 et PCTFE/Cuivre c1. Les températures de surface sont données en tableau 4.4.

Les échauffements sont très faibles et insuffisants pour distinguer les matériaux. Ces variations de température minimes sont dues aux frottements faibles et aux dissipations d'énergie au niveau du pion et du disque favorisées par l'environnement, celui-ci étant liquide et à température cryogénique.



Figure 4.8 - Températures mesurées dans le pion pour les essais en oxygène liquide

Couples de matériaux	Numéro de l'essai	Température initiale (K)	Température de surface finale (K)	Variation de température (K)
PCTFE/Inconel 750	1	91	92	1
	2	90	92	2
PCTFE/Cuivre	1	91	93	2
	2	91	92	1
	3	91	92	1

Table 4.4 - Variation de température expérimentale en oxygène liquide

4.3 Comparaison théorie/essais

Les résultats obtenus avec les deux méthodes de calcul analytique décrites précédemment vont être comparés avec les résultats calculés à partir des données d'essais. Ils sont présentés séparément pour les deux environnements : oxygène gazeux à température ambiante et oxygène liquide.

4.3.1 L'oxygène gazeux à température ambiante

La figure 4.9 présente les résultats obtenus expérimentalement et théoriquement pour les variations de température en surface en oxygène gazeux à température ambiante.

Résultats expérimentaux

Expérimentalement, les variations de températures sont environ deux fois plus élevées pour les essais avec les disques en Inconel 750 que pour ceux avec les disques en cuivre c1. La variation de température pour les disques en Inconel 750 est autour de 25 K et celle pour les disques en cuivre c1 est autour de 12 K.



Figure 4.9 - Comparaison des températures de surface expérimentales et théoriques pour les essais réalisés en oxygène gazeux à température ambiante

Comparaison des deux méthodes de calcul théorique

Les deux méthodes de calcul donnes des résultats proches pour les disques en Inconel 750. L'écart entre les résultats théoriques est plus important pour les disques en cuivre c1 mais il reste faible, inférieur à 5 K. La variation de température calculée est toujours supérieure pour la méthode 1 par rapport à la méthode 2. Ce résultat correspond à ce qui était attendu étant donné le déplacement de la source de chaleur par rapport au disque.

Comparaison entre les résultats expérimentaux et théoriques

Expérimentalement, la température de surface du contact est nettement plus élevée que les prévisions théoriques pour les deux matériaux. La différence est plus marquée avec les disques en Inconel 750 (de l'ordre de 20 K) qu'avec ceux en cuivre c1 (de l'ordre de 10 K). La méthode 1 est globalement plus proche des résultats expérimentaux.

Les modèles théoriques utilisés sont simples. On observe donc une erreur liée aux échanges avec l'environnement. De plus, les échauffements moyens au niveau du contact restent plutôt faibles.

4.3.2 L'oxygène liquide

La figure 4.10 présente les résultats obtenus expérimentalement et théoriquement pour les variations de température en surface en oxygène liquide.

On retrouve ici une variation de température calculée avec la méthode 1 supérieure à celle calculée avec la méthode 2. Dans le cas des disques en Inconel 750, les températures calculées théoriquement sont plus élevées que celles observées expérimentalement. Cela peut être dû aux échanges thermiques avec l'environnement, favorisés par le présence du liquide. Dans le cas des disques en cuivre c1, les variations de température expérimentales sont encadrées par celles calculées. La méthode 1 donne une température supérieure à celle calculée alors que la méthode 2 donne une température inférieure.

Les variations de température, tant expérimentales que théoriques, sont de l'ordre de 1 à 2 K. Il est donc difficile dans ce cas, de valider une méthode de calcul, les échauffement étant

Calcul des températures de surface pour les trois couples de matériaux dans les environnements gazeux



Figure 4.10 - Comparaison des températures de surface expérimentales et théoriques pour les essais réalisés en oxygène liquide

trop faibles. Nous laisserons donc de côté les essais réalisés en liquide cryogénique pour la partie suivante dont le but est de calculer les températures théoriques de surface pour les essais n'ayant pas bénéficié de mesure de température.

4.4 Calcul des températures de surface pour les trois couples de matériaux dans les environnements gazeux

Lors de la comparaison des résultats expérimentaux et théoriques en oxygène gazeux à température ambiante, la méthode de calcul théorique 1 donnait des résultats plus proches que la méthode 2. La méthode 1 sera donc celle utilisée pour calculer les températures moyennes de surface pour les essais réalisés en environnement gazeux.

Pour effectuer ces calculs, le coefficient de frottement considéré est le coefficient moyen présenté dans les résultats par la figure 3.3. Les résultats des calculs de température moyenne de surface obtenus sont présentés par la figure 4.11.

Quelque soit l'environnement, la variation de température la plus importante est observée dans le cas du couple PCTFE/Inconel 750 et la variation la plus faible dans le cas du couple PCTFE/Cuivre c1. Ces résultats ne dépendent de l'environnement que par le coefficient de frottement mesuré pendant les essais. Pour chaque couple de matériau, l'influence de l'environnement sur le résultat théorique de variation de température au contact est faible. L'influence la plus marquée est celle du couple de matériaux considéré.

Dans la partie précédente, on a vu que la variation de température théorique était inférieure à la variation de température mesurée. La différence n'est cependant que de l'ordre de 20 K. Les variations calculées ici sont toutes inférieures à 10 K. Les échauffements liés au contact sont relativement faibles. Ces faibles variations de température au contact ne provoqueront pas d'oxydation supplémentaire par rapport à l'oxydation due à l'environnement. Dans les conditions étudiées, les augmentations de température dues au contact ne provoquent pas d'oxydation supplémentaire. Nous n'avons d'ailleurs observé aucune oxydation sur les différentes pistes utilisées.



Figure 4.11 - Températures moyennes au contact théoriques pour les trois couples de matériaux dans les environnements gazeux à température ambiante et à basse température

4.5 Conclusion

Deux types de sources de chaleur pour le disque ont été utilisés pour calculer théoriquement les variations de température au niveau du contact. La première méthode était basée sur une source de chaleur circulaire mobile et la deuxième méthode sur une source de chaleur quasistatique.

Les deux méthodes ont donné des résultats assez proches. La première méthode a toujours donné une variation de température supérieure à celle donnée par la deuxième méthode.

Les résultats obtenus théoriquement ont été comparés avec ceux obtenus expérimentalement. En oxygène liquide, les variations de température théoriques et expérimentales sont très proches. Cependant, les variations de températures étant très faible, la méthode de calcul n'a pas pu être validé avec certitude. En oxygène gazeux à température ambiante, la différence de variation de température entre les résultats théoriques et expérimentaux est au maximum de 20 K. Cette différence est plutôt importante. Les échauffements au contact restent cependant assez faibles (de l'ordre de 25 K). La première méthode semble cependant plus adaptée pour le calcul de la température de surface moyenne au contact.

Enfin, les variations de température théoriques ont été calculées avec la première méthode pour les trois couples de matériaux et les environnements gazeux correspondants à la campagne d'essais. Les variations de température moyenne de contact calculées sont inférieurs à 10 K. Ces faibles variations expliquent que nous n'ayons pas observé d'oxydation sur les pistes lors des différents essais.

Conclusion

Cette étude des mécanismes du contact en oxygène liquide a été réalisée tout d'abord à travers une campagne d'essais faisant intervenir six environnements différents et trois couples de matériaux. L'utilisation de ces différents environnements a permis de mettre en valeur l'influence de chacune des trois propriétés spécifique de l'oxygène liquide : son état liquide, sa réactivité et sa température cryogénique.

Les essais ont permis de mettre en évidence la propriété ayant l'effet le plus remarquable sur le frottement : l'état liquide. Des essais complémentaires faisant varier la vitesse de glissement ont montrés la présence de lubrification limite au niveau du contact en présence d'azote liquide.

Les résultats obtenus avec les trois matériaux des pistes montrent des différences autant au niveau de l'usure que du frottement. Cependant, les états de surfaces très différents selon les matériaux ne permettent pas de différencier l'influence du matériau de l'influence de la rugosité. Les essais complémentaires ont permis de mettre en évidence uniquement l'influence de la rugosité. Celle-ci influence effectivement les mécanismes du contact à travers la formation du film de transfert de PCTFE sur la piste. L'influence de la rugosité est plus marquée sur l'usure que sur le frottement.

On a observé dans tous les environnements et pour les trois couples de matériaux la formation de films de transfert de PCTFE sur les disques. Leur épaisseur et leur régularité, différentes suivant les environnements, ont une influence sur le contact. Cette influence est marquée en ce qui concerne l'usure et sa dispersion pour 2 couples de matériaux : PCTFE/Acier X105CrMo17 et PCTFE/Inconel 750. Pour le couples PCTFE/Cuivre c1, l'épaisseur et la régularité du film de transfert a de l'influence uniquement sur le taux d'usure.

On a vu que le film de transfert de PCTFE sur la piste avait une influence sur le contact, nous avons donc étudié sa formation. Des essais complémentaires ont été réalisés sur trois distances de glissement différentes. Ces essais complémentaires ont montré que la formation du film de transfert est rapide et que l'épaisseur du transfert augmente progressivement avec la distance. Ces trois distances de glissement ont également permis de montrer une augmentation de la vitesse d'usure avec la distance de glissement. Ce changement de comportement du contact est directement lié à la formation du film de transfert.

Les propriétés des matériaux et notamment celles liées à la réactivité de l'oxygène sont liées à la température de contact. Le contact génère de la chaleur qui pourrait accélérer les réactions d'oxydation des matériaux en présence d'oxygène. La température de surface au niveau du contact est donc un paramètre important. Lors de la campagne d'essais, la température a été mesurée dans le pion et les mesures ont été extrapolées afin d'obtenir la température moyenne de surface. Un modèle simple a été utilisé pour représenter la variation de température au niveau du contact. Les températures calculées et mesurées ont été comparées et les résultats sont assez proches. Cette méthode donne donc une bonne approximation de la température de surface atteinte pendant les essais.

L'augmentation de température atteinte pendant les essais en oxygène liquide est cependant

négligeable. Une augmentation significative de la température au niveau du contact pourrait favoriser une oxydation des surfaces métalliques pendant le fonctionnement et cela changerait fortement les mécanismes du contact. Nous n'avons pas observé d'oxydation pendant les différents essais.

Cette étude ouvre plusieurs perspectives. Il serait, d'abord, intéressant d'augmenter la température de surface au niveau du contact en choisissant des conditions plus sévères pour le contact par exemple. Cet échauffement plus important pourra ainsi favoriser l'oxydation. En effet, ces phénomènes de tribo-oxydation sont seulement étudiés à haute température (notamment par Quinn [65] [6] [66]). Cependant, le choix de conditions plus sévères ne doit pas provoquer de grippage car son apparition empêche de voir la présence ou non d'oxydation.

Ensuite, l'utilisation du polymère permet de ne pas avoir de phénomène de grippage au niveau du contact. C'est donc un matériaux qui semble adapté pour observer une oxydation sur les pistes métalliques. On a pu cependant observer la formation de films de transfert sur les pistes métalliques. Ces films peuvent protéger les matériaux métalliques des pistes de l'oxydation. Il faudrait donc trouver un matériaux pour les pions ne formant pas de film de transfert protecteur sur les pistes.

Enfin, il est possible que les oxydes formés se détachent de la piste pendant l'essai ce qui ne permettrait pas de les observer en fin d'essai. Des essais avec des pistes pré-oxydées permettrait de savoir si les oxydes présents sur les pistes se détachent ou non. Annexe A

Plan des éprouvettes d'essais



Figure A.1 - Plan des pion



Figure A.2 - Plan des disques
Annexe B

Résultats d'essais

Environnement	Couple de matériaux	Coefficient de frottement moyen	Dispersion
	PCTFE / Acier X105CrMo17	0.11	+ 0.06 - 0.04
Oxygène liquide	PCTFE / Inconel 750	0.14	+ 0.01
	PCTFE / Cuivre c1	0.09	+ 0.03
	PCTFE / Acier X105CrMo17	0.14	+ 0.02 + 0.02
Azote liquide	PCTFE / Inconel 750	0.21	+ 0.00 $+ 0.00$
	PCTFE / Cuivre c1	0.17	-0.01 + 0.03
		0.05	-0.01 + 0.04
Oxygène gazeux à	PUTFE / Acter X105UrMol7	0.35	-0.06 + 0.15
basse température	PCTFE / Inconel 750	0.56	- 0.14
	PCTFE / Cuivre c1	0.45	+ 0.17 - 0.02
	PCTFE / Acier X105CrMo17	0.31	+ 0.01 - 0.01
Azote gazeux à basse température	PCTFE / Inconel 750	0.31	+ 0.00 - 0.01
	PCTFE / Cuivre c1	0.27	+ 0.02 - 0.02
	PCTFE / Acier X105CrMo17	0.39	+ 0.01
Oxygène gazeux à	PCTFE / Inconel 750	0.40	+ 0.02
temperature ambiante	PCTFE / Cuivre c1	0.26	+ 0.02 + 0.03
	PCTFE / Acier X105CrMo17	0.41	+ 0.01 + 0.07
Azote gazeux à	PCTEE / Inconcl 750	0.42	-0.05 + 0.00
température ambiante		0.43	-0.01 + 0.00
	PCTFE / Cuivre c1	0.37	- 0.01

Table B.1 - Valeurs des coefficients de frottement moyens et de leurs dispersions en fin d'essais

Environnement	$\begin{array}{c c} \text{Definition} \\ \text{Definition} \\ \text{Couple de matériaux} \\ \end{array} \begin{array}{c} \text{Taux d'usure} \\ \text{moyen } (\text{mm}^3/\text{Nm}) \end{array}$		Dispersion
	PCTFE / Acier X105CrMo17	$2,98 \cdot 10^{-5}$	$+ 1,94 \cdot 10^{-5} \\ - 1,21 \cdot 10^{-5}$
Oxygène liquide	PCTFE / Inconel 750	$1,19 \cdot 10^{-5}$	$+ 2,10 \cdot 10^{-6} \\- 2,10 \cdot 10^{-6}$
	PCTFE / Cuivre c1	$4,69 \cdot 10^{-5}$	$+3,65 \cdot 10^{-6}$ - 5,41 \cdot 10^{-6}
	PCTFE / Acier X105CrMo17	$2,39 \cdot 10^{-5}$	+ 2,28 $\cdot 10^{-5}$ - 1,65 $\cdot 10^{-5}$
Azote liquide	PCTFE / Inconel 750	$9,14 \cdot 10^{-6}$	$+ 2,37 \cdot 10^{-6}$ - 2,37 \cdot 10^{-6}
	PCTFE / Cuivre c1	$1,42 \cdot 10^{-5}$	$+ 2,03 \cdot 10^{-6}$ - 2,03 \cdot 10^{-6}
	PCTFE / Acier X105CrMo17	$7,08 \cdot 10^{-6}$	$+ 3,74 \cdot 10^{-6}$ - 4,38 \cdot 10^{-6}
Oxygène gazeux à basse température	PCTFE / Inconel 750	$6,33 \cdot 10^{-6}$	+ 4,40 $\cdot 10^{-7}$ - 4,40 $\cdot 10^{-7}$
	PCTFE / Cuivre c1	$1,13 \cdot 10^{-5}$	$+ 3,09 \cdot 10^{-6}$ - 4,42 \cdot 10^{-6}
	PCTFE / Acier X105CrMo17	$1,40 \cdot 10^{-5}$	+ 9,02 $\cdot 10^{-7}$ - 4,51 $\cdot 10^{-7}$
Azote gazeux à basse température	PCTFE / Inconel 750	$2,03 \cdot 10^{-6}$	+ 0,00 - 0,00
	PCTFE / Cuivre c1	$2,93 \cdot 10^{-6}$	$+ 1,13 \cdot 10^{-6}$ - 1,58 \cdot 10^{-6}
	PCTFE / Acier X105CrMo17	$6,56 \cdot 10^{-5}$	$+ 5,07 \cdot 10^{-5} \\ - 6,05 \cdot 10^{-5}$
Oxygène gazeux à température ambiante	PCTFE / Inconel 750	$5,82 \cdot 10^{-6}$	$+ 3,39 \cdot 10^{-6}$ - 3,38 \cdot 10^{-6}
	PCTFE / Cuivre c1	$4,06 \cdot 10^{-5}$	+ 1,55 $\cdot 10^{-5}$ - 7,80 $\cdot 10^{-6}$
	PCTFE / Acier X105CrMo17	$6,26 \cdot 10^{-6}$	+ 1,86 $\cdot 10^{-6}$ - 8,46 $\cdot 10^{-7}$
Azote gazeux à température ambiante	PCTFE / Inconel 750	$7,78 \cdot 10^{-6}$	$+ 3,05 \cdot 10^{-6} \\ - 3,05 \cdot 10^{-6}$
	PCTFE / Cuivre c1	$1,65 \cdot 10^{-5}$	+ 1,80 $\cdot 10^{-6}$ - 1,58 $\cdot 10^{-6}$

Table	B.2 -	Valeurs	des	taux	d'usure	moyens	et	de	leurs	dispersions	en	fin
					d'e	ssais						

Environnement	Couple de matériaux	Variation de température moyenne (K)	Dispersion
	PCTFE / Acier X105CrMo17	0,4	+1,0 - 0,4
Oxygène liquide	PCTFE / Inconel 750	0,0	+0,0
	PCTFE / Cuivre c1	0,1	+ 0,1
	PCTFE / Acier X105CrMo17	0,0	+0,0 +0,0
Azote liquide	PCTFE / Inconel 750	7.5	-0,0 + 2,5
1	PCTFE / Cuivre cl	4.5	-2,5 + 0,5
		10.5	-0,5 + 2,5
Ovygène gazeux à	PCTFE / Acter X105CrMo17	19,5	-3,1 +09
basse température	PCTFE / Inconel 750	36,5	- 3,0
	PCTFE / Cuivre c1	31,2	+ 0.3 - 5.0
	PCTFE / Acier X105CrMo17	8,6	+ 6,4 - 4,6
Azote gazeux à basse température	PCTFE / Inconel 750	51,8	+ 15,8 - 19,8
	PCTFE / Cuivre c1	52,9	+ 9,8 - 11,7
	PCTFE / Acier X105CrMo17	4,0	+2,3 -15
Oxygène gazeux à	PCTFE / Inconel 750	14,7	+0,3
temperature ambiante	PCTFE / Cuivre c1	6,9	+0,5
	PCTFE / Acier X105CrMo17	40	-0.3 + 8.6
Azote gazeux à	PCTFE / Inconel 750	54.9	-4,2 + 5,4
température ambiante		04.0	-5,4 + 4,5
	PUTFE / Cuivre cl	24,9	- 5,5

Table B.3 - Valeurs des variations de température moyennes et de leurs dispersions en fin d'essais

Bibliographie générale

- M. Cartier and P. Kapsa. Usure des contacts mécaniques Eléments de tribologie. Techniques de l'ingénieur, BM 5 066.
- [2] J.F. Archard. Contact and rubbing of flat surfaces. J. Appl. Phys., 24:981–988, 1953.
- [3] R. Gras. Tribologie : Principes et solutions industrielles. Dunod, 2008.
- [4] Chapter 4 classification of wear processes. In Karl-Heinz Zum Gahr, editor, Microstructure and Wear of Materials, volume 10 of Tribology Series, pages 80 – 131. Elsevier, 1987.
- [5] P. Kapsa and M. Cartier. Usure des contacts mécaniques manifestation de l'usure. Techniques de l'ingénieur, BM 5 067.
- [6] T.F.J. Quinn. Role of oxidation in the mild wear of steel. Appl. Phys., 13:33–37, 1962.
- [7] T.F.J. Quinn. The effect of hot-spot temperatures on the unlubricated wear of steel. ASLE Trans., 10:158–167, 1967.
- [8] T.F.J. Quinn, J.L. Sullivan, and D.M. Rowson. Origins and development of oxidational wear at low ambient temperatures. Wear, 94(2):175 – 191, 1984.
- [9] R. Stribeck. Die wesentlichen Eigenschaften der Gleit und Rollenlarger. Zeitschrift, 46:1341–1348, 1902.
- [10] R. Progri and F. Robbe-Valloire. Régime de lubrification mixte. Techniques de l'ingénieur, TRI 1 520.
- [11] O. Reynolds. On the theory of lubrication and its application to Mr. Beauchamp tower's experiments, including an experimental determination of the viscosity of olive oil. *Philo-sophical Transactions of the Royal Society of London*, 177 :157–234, 1886.
- [12] J. Frêne. Butées et paliers hydrodynamiques. Techniques de l'ingénieur Guidage mécanique, TIB183DUO.
- [13] D. Frêne, J.and Nicolas, B. Degueurce, D. Berthe, and M. Godet. Lubrification hydrodynamique - Paliers et butées. Eyrolles, 1990.
- [14] I.M. Hutchings. Tribology : Friction and Wear of Engineering Materials. Edward Arnold, 1992.
- [15] I. Nogueira. Transformations des couches superficielles des matériaux induites par la phase de rodage lors des régimes de lubrification mixte et limite. PhD thesis, Ecole nationale supérieure des arts et métiers, 2004.
- [16] J.M. Georges. Frottement, Usure et Lubrification. Editions Eyrolles, 2000.
- [17] J.F. Archard. Elastohydrodynamic lubrication of real surfaces. Tribology, 6(1) :8 14, 1973.
- [18] F.P. Bowden and D. Tabor. The friction and lubrication of solids. Oxford University Press, 1950.

- [19] B. Paffoni, F. Robbe-Valloire, R. Progri, and R. Gras. An asperity based model for wear rate in mixed lubrication. In G. Dalmaz D. Dowson, M. Priest and A.A. Lubrecht, editors, *Life Cycle Tribology Proceedings of the 31st Leeds-Lyon Symposium on Tribology Held at Trinity and All Saints College, Horsforth, Leeds, UK 7th - 10th September 2004*, volume 48 of *Tribology and Interface Engineering Series*, pages 555 – 561. Elsevier, 2005.
- [20] W.C. Emmens. The influence of surface roughness on friction. In Proc. 15th Bienn. Congress IDDRG, pages 63–70, 1988.
- [21] V. Samper and E. Felder. Paper xi (ii) frictional mechanism in uncoated and zinc-coated steel sheet forming - theoretical and experimental results. In C.M. Taylor D. Dowson and M. Godet, editors, *Mechanics of Coatings Proceedings of the 16th Leeds-Lyon Symposium* on Tribology held at The Institut National des Sciences Appliquées, volume 17 of Tribology Series, pages 271 – 279. Elsevier, 1990.
- [22] F. Robbe-Valloire, B. Paffoni, R. Progri, and R. Gras. An asperity based model for friction in mixed lubrication. *International Journal of Applied Mechanics and Engineering*, 7(3):973-992, 2002.
- [23] S.M. Hsu and R.S. Gates. Boundary lubricating films : formation and lubrication mechanism. *Tribology International*, 38(3) :305 – 312, 2005.
- [24] M. Masuko, M. Shibatsuji, M. Yokomizo, S. Aoki, and A Suzuki. On the effort to discriminate the principal function of tribofilm on friction under the boundary lubrication condition. *Tribology International*, 44(6):702 – 710, 2011.
- [25] J.-L. Bozet. Modelling of friction and wear for designing cryogenic valves. Tribology International, 34(4) :207 – 215, 2001.
- [26] P. Adjadj. Influence du milieu cryotechnique sur le comportement tribologique des matériaux hétérogènes - Etude en glissement sec dans l'azote liquide. PhD thesis, Université Paris 6, 1988.
- [27] A. R. Lansdown. Low temperature lubrication. Technical report, Swansea Tribology Centre (for the European Space Agency), 1978.
- [28] R. Gras. Etude de traitements de surface applicables sur les roulements cryotechniques. Technical report, Convention S.E.P./I.S.M.C.M., n°523036, 1986.
- [29] M. Fontanille and Y. Gnanou. Structure moléculaire et morphologie des polymères. Techniques de l'ingénieur, A 3 042 :1–28, 1994.
- [30] G.M. Bartenev and V.V. Lavrentev. Chapter 1 : Structure and physical properties of polymers. In Lieng-Huang Lee and K.C. Ludema, editors, *Friction and Wear of Polymers*, volume 6 of *Tribology Series*, pages 1 – 29. Elsevier, 1981.
- [31] J.-F. Bonnet. Polymères fluorés. Techniques de l'ingénieur, AM 3 390 :1–20.
- [32] Z. Rymuza. Tribology of polymers. Archives of Civil and Mechanical Engineering, 7(4):177 - 184, 2007.
- [33] R.L. Tobler. A review of antifriction materials and design for cryogenic environments. Advances in Cryogenic Engineering, 26:66–77, 1980.

- [34] G.M. Bartenev and V.V. Lavrentev. Friction and Wear of Polymers, volume 6 of Tribology series. Elsevier, 1981.
- [35] I.V. Kragelsky, M.N. Dobychin, and V.S. Kombalov. Friction and wear : calculation methods. Pergamon Press, 1982.
- [36] H. Uetz and H. Breckel. Reibungs- und Verschleissversuche mit P.T.F.E. Wear, 10(3) :185 - 198, 1967.
- [37] P.C. Michael, E. Rabinowicz, and Y. Iwasa. Friction and wear of polymeric materials at 293, 77 and 4.2 k. *Cryogenics*, 31(8) :695 704, 1991.
- [38] Y. Iwasa, E. Rabinowicz, and P. Michael. Cryotribology : Development of cryotribological theories and application to cryogenic devices. Technical report, Massachusett Institute of Technology, 1992.
- [39] E. Rabinowicz. Wear Control Handbook Wear coefficient Metals. American Society of Mechanical Engineers, 1980.
- [40] E. Felder. Usure des polymères etude expérimentale mécanique du contact. Techniques de l'ingénieur, AM 3 135.
- [41] E. Felder. Usure des polymères aspects thermiques et applications. Techniques de l'ingénieur, AM 3 136.
- [42] C.M. Pooley and D. Tabor. Friction and molecular structure : The behaviour of some thermoplastics. Proceedings of the Royal Society of London. A. Mathematical and Physical Sciences, 329(1578) :251–274, 1972.
- [43] T.A. Blanchet and F.E. Kennedy. Sliding wear mechanism of polytetrafluoroethylene (PTFE) and PTFE composites. *Wear*, 153(1):229 243, 1992.
- [44] P. Cadman and G.M. Gossedge. The chemical interaction of metals with polytetrafluoroethylene. Journal of Materials Science, 14(11) :2672–2678, 1979.
- [45] W. Hübner, T. Gradt, T. Schneider, and H. Börner. Tribological behaviour of materials at cryogenic temperatures. Wear, 216 :150–159, 1998.
- [46] J.-L. Bozet. Type of wear for the pair Ti6A14V/ PCTFE in ambient air and in liquid nitrogen. Wear, 162-164, Part B(0) :1025 - 1028, 1993.
- [47] M. Le Moigne-Quillien. Lubrification des roulements cryotechniques par film transférés. PhD thesis, Université d'Orléans, 2002.
- [48] D.E. Brewe, H.W. Scibbe, and W.J. Anderson. Film-transfer studies of seven ball-bearing retainer materials in 60° r (33k) hydrogen gas at 0,8 million dn value. Technical report, NASA TN D-3730, 1966. p.1-25.
- [49] J.W. Kannel and T.L. Merriman. The effect of solid film lubricants on the stability of rolling element bearings. *Journal of Tribology*, 109:351–355, 1987.
- [50] L.D. Wedeven. Material and tribological considerations for turbopump bearings. Lubrication Engineering, 47 n°12 :1009–1017, 1991.

- [51] H. Blok. Les températures de surface dans les conditions de graissage sous extrême pression. Proc. Second World Petrol., pages 471–486, 1937.
- [52] J.C. Jaeger. Moving sources of heat and the temperature at sliding contacts. Proc. Royal Soc. New South Wales, 56 :203–224, 1942.
- [53] H. Zaidi and J. Frêne. Température de l'interface des contacts glissants à sec. In 19ème Congrès Français de Mécanique, 2009.
- [54] R. Brun. Manuel du mécanicien et du thermicien, volume 7 of Collection Pratique du pétrole. Technip, 1977.
- [55] J. Denape and N. Laraqi. Aspect thermique du frottement : mise en évidence expérimentale et éléments de modélisation. *Mécanique et Industries*, 1(6) :563 579, 2000.
- [56] J. Riout. Les états de surface : Caractérisation géométrique, fonctions mécaniques. Technical report, CETIM (Centre Technique des Industries Mécaniques), 1979.
- [57] J-P Bardon. Introduction à l'étude des résistances thermiques de contact. Revue générale de Thermique, pages 429–446, 1972.
- [58] H.S. Carslaw and J.C. Jaeger. Conduction of heat in solids. Oxford at the Clarendon Press, 2nd edition, 1959.
- [59] F.F. Ling. On temperature transients at sliding interface. Journal of Lubrication Technology, 91 :397–405, 1969.
- [60] S.C. Lim and M.F. Ashby. Overview no. 55 wear-mechanism maps. Acta Metallurgica, 35(1):1-24, 1987.
- [61] N. Laraqi, N. Alilat, J.M. Garcia de Maria, and A. Baïri. Temperature and division of heat in a pin-on-disc frictional device - exact analytical solution. Wear, 266 :765–770, 2009.
- [62] S. Suzuki and F.E. Kennedy. The detection of flash temperatures in sliding contact by the method of tribo-induced thermoluminescence. *Journal of Tribology*, 113:120–127, 1991.
- [63] S. Cautain, M. Duquenne, F. Robbe-Valloire, and J.-L. Bozet. Influence of liquid oxygen environment on the tribological behaviour of PCTFE/440C steel contact. In *In Space Propusion*, 2012.
- [64] S. Cautain, F. Robbe-Valloire, and J.-L. Bozet. Comportement tribologique du contact PCTFE/Acier 440C en azote de la température cryogénique à l'ambiante. JIFT - Aspects Nanométriques et Micrométriques dans la Tribologie.
- [65] T.F.J. Quinn. Oxidational wear modelling part iii. the effect of speed and elevated temperatures. Wear, 216 :262–275, 1998.
- [66] T.F.J. Quinn. The oxidational wear of low alloy steels. Tribology International, 35:691–715, 2002.

Table des figures

1.1	Le contact tribologique	14
1.2	Les différentes géométries du contact	16
1.3	Définition des surfaces cinématiques	16
1.4	Charge normale	17
1.5	Usure par adhésion	18
1.6	Usure par abrasion (Auteur : Jean-Jacques MILAN)	18
1.7	Usure par corrosion de contact	19
1.8	Microgéométrie des surfaces	20
1.9	Coefficient de frottement en fonction de l'épaisseur du film lubrifiant [10]	21
1.10	Evolution de l'usure et du frottement en lubrification mixte [10]	23
1.11	Exemple de polymère linéaire [29]	25
1.12	Exemple de polymère tridimensionnel [29]	25
1.13	Polymère ramifié	26
1.14	Évolution du coefficient de frottement en fonction de la rugosité pour un contact	
	PTFE/Acier [35] [36]	27
1.15	Évolution de l'usure en fonction de la rugosité pour un contact PTFE/Acier [35]	
	[36]	28
1.16	Rapport des vitesses d'usure en contact permanent $k_c p$ et en contact transitoire	
	$k_c t$ en fonction de l'allongement à la rupture A_R des polymères [40]	28
1.17	Taux d'usure en fonction de la température pour plusieurs polymères frottant à	
	sec sur de l'acier doux poli ($Ra \approx 0, 15 \mu m$), T représente la température contrôlée	
	de la pièce en acier, la puissance dissipée étant faible [41]	29
1.18	Évolution de l'usure en fonction de la rugosité pour différents polymères [40]	29
1.19	Propriétés en traction de deux aciers en fonction de la température d'après Cor-	
	ruccini cité par $[27]$ (a) Acier à basse teneur en carbone (C 0.15, Mn 1.48, Si	
	0.25) (b) Acier inoxydable AISI 347 (Cr 18, Ni 11) $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots$	31
1.20	Courbe de transition - Influence de la température sur l'énergie absorbée à la	
	rupture	31
1.21	Évolution de la résilience du X105CrMo17 en fonction de la température [26]	32
1.22	Effet de la température sur la résistance des polymères d'après Tantam cité par	
	$[27] \ldots \ldots$	33
1.23	Coefficients d'usure moyens en fonction des coefficients de frottement pour des	
	polymères [38]	34
1.24	Principe du transfert indirect dans un roulement [47]	35
1.25	Bidisque du Battelle Columbus Laboratories [47] [49]	35
1.26	Résumé des courbes de traction-glissement pour les différentes combinaisons de	
	contact glissant en azote liquide $[47]$ $[49]$	36

1.27	Distribution de la chaleur formée au contact	37
1.28	Solide semi-infini soumis à un flux de chaleur uniforme en régime permanent	38
1.29	Évolution de la température dans le contact en fonction de la vitesse de glissement	
	- a: Contact statique ou quasi-statique, b: Vitesse lente, c: Vitesse élevée [3]	39
1.30	Contact glissant parfait dissymétrique	42
1.31	Source de chaleur mobile	42
1.32	Phénomène de constriction [56]	43
1.33	Perturbation locale du transfert de chaleur au niveau du contact dû au phénomène	
	de constriction [55] \ldots	44
2.1	Microstructure de l'acier X105CrMo17	52
2.2	Microstructure de l'Inconel 750	53
2.3	Microstructure du cuivre c1	53
2.4	Tribomètre pion-disque	54
2.5	Exemple de résultats avant et après modification pour un essai en oxygène gazeux	
	à basse température	56
2.6	Exemple d'évolution du coefficient de frottement en fonction du temps	56
2.7	Mesure de la température	57
2.8	Exemple de profil d'une piste après essais	57
2.9	Résultats obtenus avec les deux tribomètres pour des conditions d'essais similaires	58
3.1	Relations entre les environnements en fonction des propriétés spécifiques de l'oxy-	
	gène liquide	62
3.2	Exemple de coefficient de frottement en fonction du temps pour les trois essais	
	du couple PCTFE/acier X105CrMo17 réalisés en azote gazeux à température	0.0
0.0	ambiante	63
3.3	Coefficients de frottement moyens et dispersion en fin d'essais pour les trois	C 4
0.4	couples de materiaux dans tous les environnements etudies	64 67
3.4	Coefficient de frottement en oxygene gazeux a basse temperature	65
3.5	laux d'usure des pions pour les trois couples de materiaux dans tous les envi-	cc
9.6	Photoments etudies	00
3.0	Photographies de pistes de chaque materiau apres des essais en azote gazeux a	67
97	Des fla de sister de she sus matéricas en la des services en services de servi	07
3.7	Pronis de pistes de chaque materiau apres des essais en azote gazeux a tempera-	60
१ 0	ture amplante \dots	00
3.8	Photographies realisees au microscope electronique à balayage d'une piste en acier X_{105} CrMo17 appès un agasi en agata raggeur à température applicate [64]	c0
2.0	Anosorivion apres un essai en azote gazeux a temperature ambiante [04]	09
5.9	Analyse des composants de surface reansée au microscope electronique à balayage	
	a une piste en acier x10501M017 apres un essar en azote gazeux a temperature	60
9 10	$\begin{array}{c} \text{ambiance } [04] \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots $	09
5.10	Filotographies de pistes en acier Aloborivior7 après essais en azote gazeux a	70
2 11	Profile de nistes en acier X105CrMo17 après essais en azote razoux à basse tem	10
0.11	nérature et azote liquide	70
3 19	Photographies de pistes en acier X105CrMo17 après essais en ovygène gazour à	10
0.14	hasse température et ovugène liquide	71
3 1 2	Profils de nistes en acier X105CrMo17 anrès essais en ovugène gazour à basse	11
0.10	température et ovygène liquide	71
		11

3.15 Profil de pistes en cuivre c1 après essais en oxygène et azote gazeux à temp ambiante	pérature 72
3.16 Photographies de pistes en Inconel X750 après essais en azote gazeux	à basse
3.17 Profils de pistes en Inconel X750 après essais en azote gazeux à basse temp	72 pérature
et à température ambiante	pour les
trois essais du couple PCTFE/acier X105CrMo17 réalisés en oxygène g	gazeux à
3.19 Variation de température moyenne entre le début et la fin de l'essai pour	\cdot les trois
couples de matériaux dans tous les environnements étudiés 3.20 Exemple de variations de vitesse et de pression en fonction du temps	pour les
essais par palier	
males en azote et oxygène liquide	
3.22 Coefficient de frottement en fonction du paramètre v/p en azote liquide 3.23 Coefficient de frottement moyen et usure moyenne en fonction de la ruge	e 78 osité des
pistes	
3.25 Comparaison entre les coefficients de frottement moyen et usure moy	venne en
d'essai et ceux obtenus lors des essais complémentaires	ampagne 82
3.26 photographies de pistes après des essais réalisés avec des pistes de trois r différentes pour la contact PCTFE/X105CrMo17 en azote liquide	rugosités 82
3.27 Profils de pistes après des essais réalisés avec des pistes de trois rugosit rentes pour la contact PCTFE/X105CrMo17 en azote liquide	tés diffé- 83
3.28 Taux d'usure moyen et dispersion en fonction de l'épaisseur du film de t	transfert
3.29 Taux d'usure moyen et dispersion en fonction de l'épaisseur du film de t	transfert
pour le couple PCTFE / Inconel X750	
pour le couple PCTFE / Cuivre c1	
sement dans le cas d'un contact PCTFE/Acier X105CrMo17 en azote li	iquide 86
3.32 Evolution théorique de la différence de masse en fonction de la distance sement	e de glis-
3.33 Différence de masse mesurée lors des essais complémentaires en fonction distance de glissement	on de la
3.34 Photographies de pistes après des essais réalisés sur trois distances de gli	issement
3.35 Profils de pistes après des essais réalisés sur trois distances de glissement	différentes 88
4.1 Système étudié, le pion-disque	
4.2 Distribution de la chaleur dans le contact	
4.3 Source de chaleur stationnaire pour le pion	· · · · · · 94

4.5	Source de chaleur fixe pour le disque	96
4.6	Températures mesurées dans le pion pour les essais en oxygène gazeux à tempé-	
	rature ambiante	96
4.7	Températures mesurées dans le pion pour les essais en oxygène gazeux à basse	
	température	98
4.8	Températures mesurées dans le pion pour les essais en oxygène liquide	99
4.9	Comparaison des températures de surface expérimentales et théoriques pour les	
	essais réalisés en oxygène gazeux à température ambiante	100
4.10	Comparaison des températures de surface expérimentales et théoriques pour les	
	essais réalisés en oxygène liquide	101
4.11	Températures moyennes au contact théoriques pour les trois couples de matériaux	
	dans les environnements gazeux à température ambiante et à basse température	102
A 1	Dian dag nian	106
A.I		100
A.2	Plan des disques	107

Liste des tableaux

1.1	Températures de transition vitreuse et point de fusion des polymères [27] 32
1.2	Températures moyennes dans le contact
1.3	Températures moyennes dans le contact [3] 40
1.4	Températures maximales dans le contact
2.1	Caractéristiques des environnements sélectionnés 49
2.2	Propriétés des deux liquides cryogéniques 49
2.3	Paramètres fixés de la campagne d'essais
2.4	Principales propriétés de l'azote et de l'oxygène
2.5	Principales propriétés du PCTFE
2.6	Composition de l'acier X105CrMo17 52
2.7	Composition du NiCr15Fe7TiAl en $\%$
2.8	Concentrations en impuretés dans le Cuivre c1
2.9	Conditions des essais de comparaison des deux tribomètres 58
2.10	Récapitulatif des essais systématiques réalisés
3.1	Plages de valeurs des rugosités des disques
3.2	Aspects des films de transfert pour chaque environnement
3.3	Conditions des essais complémentaires pour mettre en valeur un effet de portance 76
3.4	Conditions des essais complémentaires pour mettre en valeur l'influence de la
	rugosité des pistes
3.5	Rugosité mesurée de chaque piste utilisée pour les essais complémentaires 80
3.6	Conditions des essais complémentaires pour mettre en valeur la formation du film
	de transfert en azote liquide
3.7	Épaisseur de pion usée pour chaque essai
4.1	Calcul du nombre de Peclet pour différents matériaux
4.2	Variation de température expérimentale en oxygène gazeux à température ambiante 97
4.3	Variation de température expérimentale en oxygène gazeux à basse température 97
4.4	Variation de température expérimentale en oxygène liquide
B.1 B.2 B.3	Valeurs des coefficients de frottement moyens et de leurs dispersions en fin d'essais110 Valeurs des taux d'usure moyens et de leurs dispersions en fin d'essais 111 Valeurs des variations de température moyennes et de leurs dispersions en fin d'essais

Résumé

L'oxygène liquide est utilisé principalement dans le domaine de la propulsion spatiale et la connaissance des mécanismes d'usure dans cet environnement est donc indispensable pour le développement des différents moteurs. Ce domaine est mal connu car l'oxygène liquide est un des rares fluides à associer trois propriétés spécifiques pouvant influencer les mécanismes du contact. Ces trois propriétés tribologiques spécifiques sont l'état liquide, la réactivité et la température cryogénique. Une campagne d'essais a été réalisée dans le cadre du projet européen In Space Propulsion-1 (ISP-1) afin d'identifier l'influence de chacune de ces propriétés sur un contact PCTFE/métal. Plusieurs comportements ont ainsi été explicités. D'abord, la présence de lubrification limite a été mise en évidence dans le cas d'un contact en azote liquide. Ensuite, la rugosité de la piste s'est révélé un paramètre fortement influent sur l'usure, les frottements ainsi que sur la formation d'un film de transfert de PCTFE sur le disque. Ce transfert de PCTFE a une grande influence sur le contact. Son épaisseur ainsi que sa régularité influencent directement les mécanismes du contact et plus particulièrement l'usure. Enfin, ces films de transfert se forment rapidement et leur épaisseur augmente avec la distance de glissement, changeant ainsi la vitesse d'usure. Tous ces mécanismes sont très dépendants de la température de surface au niveau du contact qui peut modifier les paramètres des matériaux. L'étude a donc été complétée en comparant une évaluation théorique de la température de surface avec une extrapolation de cette même température à partir des données mesurées dans le pion pendant la réalisation des essais.

Mots clés : Tribologie, Oxygène liquide, PCTFE

Abstract

Liquid oxygen is mainly used for space propulsion. The knowledge of the wear mechanisms in this environment is therefore essential for the development of the engines. Wear mechanisms in liquid oxygen are not well known because liquid oxygen is one of the few fluids combining three tribological properties that can influence contact mechanisms. These three specific tribological properties are the liquid state, the reactivity and the cryogenic temperature. A test campaign was performed in the frame of the European project In Space Propulsion-1 (ISP-1) to identify the influence of each one of these properties on the PCTFE/metal contact. Several behaviors have been explained. First, boundary lubrication has been demonstrated for contact in liquid nitrogen. Then, we confirmed that disk roughness was greatly affecting wear, friction and PCTFE transfer film formation on the disk. This PCTFE transfer film has a great influence on the contact properties. Its thickness and its regularity directly influence contact mechanisms, especially wear. Finally, the transfer film is easily formed and the thickness increases with the sliding distance, thereby changing the wear rate. All these mechanisms are highly dependent on the surface temperature at the contact interface, which can modify the materials parameters. The study was completed by comparing a theoretical evaluation of the surface temperature with an extrapolation of this same temperature from the measured data in the pin during the experiments.

Keywords: Tribology, Liquid oxygen, PCTFE