



**HAL**  
open science

# Étude de l'inter-compatibilité tribologique des différents revêtements dans le domaine de la connectique

Ana Torrealba Istillarte

► **To cite this version:**

Ana Torrealba Istillarte. Étude de l'inter-compatibilité tribologique des différents revêtements dans le domaine de la connectique. Electronique. Université Paris-Saclay, 2022. Français. NNT : 2022UP-AST060 . tel-03951732

**HAL Id: tel-03951732**

**<https://theses.hal.science/tel-03951732>**

Submitted on 23 Jan 2023

**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.

# Étude de l'inter-compatibilité tribologique des différents revêtements dans le domaine de la connectique

*Study of the tribological inter-compatibility of different plating in the field of  
connectivity*

## Thèse de doctorat de l'université Paris-Saclay

n°575 : electrical, optical, bio : physics and engineering (EOBE)

Spécialité de doctorat : Génie électrique

Graduate School : Sciences de l'ingénierie et des systèmes. Référent : CentraleSupélec

Thèse préparée dans l'unité de recherche Laboratoire de Génie Électrique et  
Électronique de Paris (Université Paris-Saclay, CentraleSupélec, CNRS) , sous la  
direction de **Sophie NOEL** directeur de recherche, et la co-supervision de  
**Damien COMTE** Dr à Amphenol FCI

Thèse soutenue à Paris-Saclay, le 02 juin 2022, par

**Ana TORREALBA ISTILLARTE**

## Composition du Jury

**Daniel LAURENT**

Professeur, CentraleSupélec, Univ. Paris-Saclay

Président

**Cécile LANGLADE**

Professeure, ICB-LERMPS, Univ. de Technologie Belfort-  
Montbéliard

Rapporteur & Examinatrice

**Jean-Baptiste SANCHEZ**

Maître de conférences HDR, Institut FEMTO-ST, Univ. de  
Bourgogne Franche-Comté

Rapporteur & Examineur

**Robert BOUZERAR**

Maître de conférences HDR, LPMC, Univ. de Picardie

Examineur

**Yves BIENVENU**

Professeur, Centre des Matériaux, Mines ParisTech

Examineur

**Sophie NOEL**

Directeur de recherche CNRS, GeePs, Univ. Paris-Saclay

Directrice de thèse



**Titre :** Étude de l'inter-compatibilité tribologique des différents revêtements dans le domaine de la connectique

**Mots clés :** connecteurs, tribologie, contacts électriques, fretting, frottement macroscopique, revêtements électrolytiques

**Résumé :** Le développement de nouvelles technologies ainsi que l'augmentation constante du nombre d'appareils électroniques engendrent une augmentation du nombre de connecteurs électriques dans les systèmes. Ces connecteurs peuvent être soumis à des vibrations qui génèrent des micro-frottements de l'interface de contact (fretting) et/ou à des cycles d'insertion-extraction qui génèrent des frottements macroscopiques. Ces deux sollicitations peuvent provoquer une usure mécanique et/ou chimique qui peut détériorer l'interface de contact et donc conduire à une dégradation de la résistance de contact. Le fonctionnement du connecteur sous ces sollicitations peut donc être perturbé et la durée de vie du contact peut ainsi être raccourcie. C'est pourquoi, afin de fiabiliser les connexions électriques, les substrats sont revêtus par une ou plusieurs couche(s) métallique(s). Historiquement, le métal le plus utilisé est l'or ; c'est en effet un métal noble donc très résistant à la corrosion et avec des bonnes propriétés tribologiques (résistance à l'usure).

Cependant, en raison de son coût, d'autres systèmes de revêtements ont vu le jour pour remplacer les finitions en or épais, tel que les dépôts de palladium-nickel recouverts d'une très fine couche d'or (flashAu) ou les dépôts d'argent avec ou sans cette finition dorée.

Mon travail de thèse a consisté à décrire, afin de mieux comprendre, les mécanismes d'usure des quatre revêtements cités précédemment (Au, flashAu/PdNi, Ag et flashAu/Ag) soumis à des frottements micro et macroscopiques et de connaître leur durée de vie sous ces sollicitations. Des configurations symétriques (les deux zones de contact ont le même revêtement) et dissymétriques (les deux zones de contact ont des revêtements différents) ont été étudiées. Suite aux tests de frottements, les contacts ont été analysés à l'aide d'un profilomètre optique afin d'observer et quantifier le déplacement de matière sur le contact usé. Ils ont également été analysés avec un microscope électronique à balayage muni d'une sonde EDS afin de déterminer l'évolution de la composition des traces d'usures. Les comportements des différentes configurations ont été analysés à partir du rapport entre les valeurs des modules de Young et des duretés mesurées par nano indentation. L'ensemble des résultats sur les mécanismes d'usure impliqués permet d'optimiser la durée de vie des connecteurs en adaptant leur conception aux leurs conditions d'utilisation. Ces résultats présentent un intérêt majeur pour l'industrie de la connectique.



**Title** : Study of the tribological inter-compatibility of different plating in the field of connectivity

**Keywords** : connectors, tribology, electrical contacts, fretting, macroscopic friction, plating.

**Abstract** : The development of new technologies as well as the constant increase in the number of electronic devices lead to the increase in the number of electrical connectors in the world. These connectors can be subjected to vibrations that generate micro-friction of the contact interface (fretting) and/or to insertion-extraction cycles that generate macroscopic friction. Both of these stresses cause mechanical and/or chemical wear that can deteriorate the contact interface and thus lead to a degradation of the contact resistance. The operation of connectors under these stresses can therefore be disrupted and the service life of the contact can be shortened. For this reason, in order to make electrical connections more reliable, the substrates are plated with one or several metal layer(s). Historically, the most used metal is gold; it is a noble metal and therefore very resistant to corrosion and with good tribological properties (wear resistance).

However, due to its cost, other coating systems have emerged to replace thick gold finishes, such as palladium-nickel deposits covered with a very thin layer of gold (Au flash) or silver deposits with or without this gold finish.

My thesis work has consisted in describing and better understanding the wear mechanisms of the four coatings mentioned above (Au, flashAu/PdNi, Ag and flashAu/Ag) subjected to micro and macroscopic friction and to know their life span under these solicitations. Symmetrical (both contact areas have the same coatings) and asymmetrical (both contact areas have different coatings) configurations have been studied. Following the friction tests, the contacts were analyzed using an optical profilometer in order to observe and quantify the displacement of materials on the worn contact. They were also analyzed with a scanning electron microscope equipped with an EDS probe allowing the identification of the composition of the wear tracks. The behaviours of the different configurations were analyzed in terms of the ratios of the Young modulus and the hardness measured by nano indentation. The results on the different wear mechanisms allow optimizing the lifetime of connectors by adapting their conception to the operating conditions. Such results are of major interest to the connector industry

*À ma famille*

*À Bastien*

*Le courage n'est pas l'absence de peur, mais la capacité de la vaincre.*

*Nelson Mandela*



# Remerciements

Cette thèse est le fruit d'une collaboration entre la société Amphenol FCI Besançon, au sein du service Global Plating Engineering, et le Laboratoire de Génie Électrique et Électronique de Paris au sein de l'équipe Contacts Électriques.

Je remercie Danny Morlion, Jeffrey Toran, d'avoir financé ces travaux de recherche et pour la confiance qu'ils m'ont accordée. Je remercie également le directeur du laboratoire GeePs, Claude Marchand et le responsable du service GPE, Antoine Fares-Karam, pour les bonnes conditions d'accueil dont j'ai bénéficié.

Je remercie Cécile Langlade et Jean Baptiste Sanchez pour avoir accepté d'évaluer ces travaux et avoir accepté d'être rapporteurs de cette thèse. À Daniel Laurent d'avoir accepté le rôle de président de jury, ainsi qu'à Robert Bouzerar, Yves Bienvenu, Sophie Noël, Damien Comte, d'avoir accepté d'être membres du jury.

Mener un travail de recherche en collaboration entre plusieurs univers n'est pas une tâche simple, et même si la réussite d'une thèse relève d'un travail personnel, celle-ci n'aurait pas pu voir le jour sans l'aide de nombreuses personnes.

Je remercie très particulièrement Magali - ma collègue de bureau à l'entreprise -. Elle était la personne vers laquelle je savais que je pouvais me tourner pour des échanges scientifiques mais aussi pour me confier lorsque j'avais des incertitudes. Sans aucun doute, c'est l'une des personnes qui a rendu ce manuscrit possible. Je remercie aussi Pierre pour son aide au laboratoire et ses conseils bienveillants qui m'ont permis de disposer de mes échantillons en temps et en heures pour les analyses souhaitées. Et à Anne Laure pour son écoute.

Cette collaboration m'a également amenée à évoluer durant une année et demie dans un cadre universitaire. J'ai ainsi pu côtoyer au laboratoire GeePs des personnes passionnées de sciences qui m'ont rappelé toute la beauté de la recherche. Je tiens donc à remercier Aurore qui m'a appris tous ce dont j'avais besoin pour mener à bien mes expériences, et qui n'a pas hésité à m'accorder de son temps malgré un planning bien chargé. Je remercie également tous les thésards, post-docs et personnel du laboratoire pour leur bonne humeur et les discussions autour d'un café, Sandra, Tanbir, Cyril, Leo, Guillaume, Paul, Nicolas, Sleiman, Mohamed, Thierry, Pascal pour n'en citer que quelques-uns.

Je remercie mes amis. Merci à Mélodie d'avoir lu et de m'avoir rassurée sur le contenu de ce manuscrit. Merci à Ana et Léa de m'avoir soutenue et écoutée pendant de nombreuses heures lorsque j'avais besoin de « vider mon sac », leur positivité et leur gentillesse m'ont permis de voir les choses d'un autre point de vue. Merci encore à de nombreux autres amis que je ne citerai pas individuellement de peur d'en oublier certains, merci pour les soirées, les weekends et les vacances qui m'ont fait penser à autre chose et reprendre des forces pour continuer.

Je remercie aussi très particulièrement mes familles - vénézuélienne et française -. Papa, Maman, vous savez très bien que sans vous ni la thèse ni aucun de mes projets ne seraient possibles. À mes frères Francisco et Simon, car malgré tout, notamment la distance, je sais que leur soutien et amour est inconditionnel. À Manu et Mariette et également Zoé, Virgil et Aristide - leurs enfants - qui m'ont accueillie dans leur maison, sans contrepartie et qui m'ont soutenue depuis ma première année de licence lorsque la langue française et toutes ses subtilités m'étaient encore inconnues. Merci à ma belle-famille, qui m'a soutenu et m'a également aidé dans l'accomplissement de cette thèse. Dans ma

culture on est « très famille », et sans doute c'est en grande partie grâce à elle - ma famille, dans le sens large du terme - que j'en suis là.

Finalement, mille mercis à mon compagnon de vie Bastien qui a vécu à mes côtés -et de près - les hauts et les bas de cette aventure parfois compliquée. Merci de me soutenir et de me rassurer, ainsi que de m'aider à grandir et à m'améliorer chaque jour.

*Gracias a todos. Al escribir estas palabras me doy cuenta de la infinita suerte que tengo de estar rodeada de personas maravillosas.*

# Sommaire général

<b>Sommaire général .....</b>	<b>1</b>
<b>Introduction .....</b>	<b>3</b>
<b>Chapitre 1 : Introduction sur les contacts électriques et état de l'art.....</b>	<b>5</b>
I. Introduction .....	6
II. Contacts électriques en conditions statiques .....	6
III. Dégradations électriques des contacts bas niveau .....	14
IV. Mécanismes d'usure .....	18
V. Matériaux utilisés pour les contacts électriques .....	22
VI. Conclusion .....	28
<b>Chapitre 2 : Élaboration des échantillons et techniques de caractérisations .....</b>	<b>29</b>
I. Introduction .....	30
II. Choix des échantillons étudiés .....	30
III. Caractérisations physico-chimiques – Analyses de surfaces .....	35
IV. Choix des essais tribologiques .....	49
V. Conclusion .....	54
<b>Chapitre 3 : Caractérisations des revêtements de l'étude.....</b>	<b>57</b>
I. Introduction .....	58
II. Caractérisations des substrats de cuivre et de la sous-couche de nickel .....	58
III. Caractérisations des revêtements vierges .....	66
IV. Évolution des revêtements étudiés dans le temps .....	82
V. Conclusion .....	89
<b>Chapitre 4 : Frottements microscopiques : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques .....</b>	<b>93</b>
I. Introduction .....	94
II. Mécanismes d'usure des configurations symétriques .....	94
III. Mécanismes d'usure des configurations dissymétriques .....	122
IV. Conclusion des essais de fretting .....	145
<b>Chapitre 5 : Frottements macroscopiques : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques .....</b>	<b>147</b>
I. Introduction .....	148
II. Mécanismes d'usure des configurations symétriques : .....	148
III. Mécanismes d'usure des configurations dissymétriques : .....	176
IV. Conclusion des essais de frottement .....	197
<b>Conclusion générale .....</b>	<b>199</b>
<b>Références.....</b>	<b>203</b>
<b>Annexes .....</b>	<b>209</b>



# Introduction

Le développement de nouvelles technologies, de l'IIoT (Internet of Things) ainsi que l'instrumentation de plus en plus poussée des systèmes mécaniques, ont pour conséquence une augmentation importante du nombre de connecteurs dans un marché de plus en plus mondialisé. Lorsque ces connecteurs sont soumis à des sollicitations chimiques et/ou mécaniques, ils peuvent se dégrader limitant ainsi le passage du courant.

Les sollicitations mécaniques auxquelles les connecteurs peuvent être soumis regroupent notamment les micro-frottements dus à des vibrations et les frottements macroscopiques dus à des cycles insertion-extraction. Ces deux sollicitations (frottements micro ou macroscopiques) peuvent provoquer une usure mécanique et/ou chimique qui peut détériorer l'interface de contact et donc conduire à une dégradation de la résistance de contact. Le fonctionnement du connecteur soumis à ces sollicitations peut donc être perturbé et la durée de vie fonctionnelle du contact peut ainsi être raccourcie. Ces sollicitations sont particulièrement nuisibles pour les connecteurs de « signal » où les faibles courants imposés ne permettent pas d'éliminer les couches d'oxydes isolantes. D'une façon générale, les performances d'un connecteur sont définies en fonction de sa durée d'utilisation sans dysfonctionnement.

Les connecteurs sont des pièces dont la fonction est de raccorder électriquement deux éléments d'un circuit mécaniquement dissociables. Ils sont classiquement constitués d'un substrat d'alliages cuivreux (laiton ou bronze) qui offrent une excellente conduction électrique. Cependant, ces alliages n'ont pas une grande résistance à la corrosion ainsi qu'aux sollicitations mécaniques citées ci-dessus. Dans le but de fiabiliser ces connexions électriques, les substrats sont revêtus par un ou plusieurs métaux. Historiquement, le métal le plus utilisé est l'or, car s'agissant d'un métal il dispose d'une très grande résistance à la corrosion couplée à de bonnes propriétés tribologiques et électriques. Ce revêtement d'or vient généralement recouvrir une première couche de nickel de 1 à 2  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Cette couche de nickel sert de barrière de diffusion entre l'alliage de cuivre et l'or. Dans l'industrie de la connectique, l'or est généralement allié avec du nickel ou du cobalt pour augmenter sa dureté.

Néanmoins en raison de son coût, pour certaines applications il est aujourd'hui possible de remplacer les revêtements dorés par d'autres revêtements, tels que les dépôts de palladium-nickel recouverts d'une très fine couche d'or (*flash* Au/PdNi) ou les dépôts d'argent avec ou sans cette finition dorée (*flash* Au/Ag ou Ag). Cependant, le développement de ces nouveaux revêtements engendre une nouvelle problématique : leurs compatibilités. En général, l'étude de la résistance à l'usure de ces revêtements se fait avec des configurations symétriques - définies comme des configurations où les deux zones de contact ont le même revêtement -, et plus rarement, avec des configurations dissymétriques - définies comme des configurations où les deux zones de contact ont des revêtements différents -. Ces configurations dissymétriques peuvent engendrer des phénomènes d'usure particuliers et ainsi améliorer ou dégrader les résistances à l'usure des revêtements. Augmenter les connaissances concernant ces configurations est un axe important pour nos applications, or peu d'études ont été menées de nos jours.

Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre d'une convention CIFRE<sup>1</sup> entre la société Amphenol FCI Besançon et le Laboratoire de génie électrique de Paris (GeePs). Cette thèse a pour objectif

---

<sup>1</sup> Convention industrielle de formation par la recherche



d'améliorer la compréhension des mécanismes d'usure des configurations symétriques et notamment dissymétriques des quatre revêtements cités précédemment (Au, *flash* Au/PdNi, Ag et *flash* Au/Ag) soumis à des frottements micro et macroscopiques et de déterminer leur durée de vie fonctionnelle face à ces sollicitations. Les évolutions des interfaces de contact ont été analysées et quantifiées à l'aide notamment d'un profilomètre optique et d'un microscope électronique à balayage muni d'une sonde EDS. Les informations obtenues au cours de cette thèse, telles que connaître la durée de vie fonctionnelle d'un connecteur, comprendre leurs mécanismes d'usure et être capable d'adapter la conception du connecteur en fonction de son utilisation sont des atouts majeurs pour cette industrie.

Ce manuscrit est composé de cinq chapitres distincts :

Le **chapitre 1** introduit les notions générales sur les contacts électriques en conditions statiques puis soumis à des sollicitations mécaniques. Les mécanismes d'usure sont également abordés. Enfin, sont présentés les matériaux utilisés pour les contacts électriques, le traitement de surfaces employé ainsi que certaines notions théoriques sur les revêtements électrolytiques.

Le **chapitre 2** décrit les éléments en lien avec l'élaboration des échantillons, c'est-à-dire le choix de la géométrie, le processus de fabrication, les revêtements étudiés et la description des lignes industrielles utilisées. Dans ce chapitre, les caractérisations physico-chimiques et les analyses de surfaces réalisées avant et après les tests tribologiques sont également décrites ainsi que la méthodologie employée pour obtenir des résultats fiables et répétables. Une présentation des deux dispositifs expérimentaux pour les tests tribologiques est également proposée dans ce chapitre.

Le **chapitre 3** regroupe les résultats des caractérisations des revêtements de l'étude. Les épaisseurs, la composition chimique, la rugosité, la dureté et le module de Young de chaque revêtement étudié ont été caractérisés.

Le **chapitre 4** a permis d'évaluer les performances électriques des quatre revêtements soumis à des sollicitations mécaniques pour des frottements microscopiques. À partir de ces quatre revêtements, 16 configurations ont été testées : 4 configurations symétriques et 12 configurations dissymétriques. L'intérêt ici est de comprendre et d'étudier les mécanismes d'usure de ces 16 configurations et ainsi, établir des généralités à partir des propriétés mécaniques des 4 revêtements.

Le **chapitre 5** présente les résultats concernant les sollicitations mécaniques pour des frottements macroscopiques. Les 16 configurations identiques à celles du chapitre 4 ont été évaluées afin de déterminer leur résistance au frottement et leur durée de vie fonctionnelle et d'en déduire les mécanismes d'usure intervenant lors de ce processus de frottement macroscopique.

Ce manuscrit s'achève par une conclusion générale de l'ensemble des résultats obtenus.

# Chapitre 1 : Introduction sur les contacts électriques et état de l'art

<b>I. Introduction</b>	<b>6</b>
<b>II. Contacts électriques en conditions statiques</b>	<b>6</b>
A. Forme macroscopique : géométrie du contact	6
B. Comportement mécanique des contacts	7
1. Contact élastique : Théorie de Hertz	8
2. Contact non Hertzien	9
3. Aires de contact	10
C. Comportement électrique des contacts	11
1. Résistance de constriction - modèle à un seul passage	11
2. Modèle à plusieurs passages	12
3. Présence d'un film mauvais conducteur	13
4. Mesure de la résistance de contact	13
<b>III. Dégradations électriques des contacts bas niveau</b>	<b>14</b>
A. Usure mécanique	14
B. Coefficient de frottement	15
C. Conditions de glissement	15
<b>IV. Mécanismes d'usure</b>	<b>18</b>
A. Usure adhésive	18
B. Usure abrasive	19
C. Usure par fatigue ou fissure	20
D. Usure chimique ou tribocorrosion	21
E. Troisième corps	22
<b>V. Matériaux utilisés pour les contacts électriques</b>	<b>22</b>
A. Le cuivre comme matériau de base	22
B. Revêtements métalliques	23
C. Succession des étapes de traitement de surface	23
1. Dégraissage électrolytique	24
2. Activation	24
3. Dépôts électrolytiques	25
a. Principe	25
b. Paramètres	27
<b>VI. Conclusion</b>	<b>28</b>

## I. Introduction

Dans le but d'étudier la résistance à l'usure des revêtements pour des configurations symétriques et dissymétriques, de nombreux paramètres sont à prendre en compte tels que : le mouvement des pièces (amplitude de déplacement, mouvement continu ou discontinu), la géométrie de contact, les matériaux qui constituent les pièces, le type de sollicitations et l'environnement dans lequel a lieu le frottement.<sup>1</sup>

Ce chapitre a pour but de rappeler les notions fondamentales nécessaires à la compréhension de ces travaux de thèse. Dans un premier temps, les généralités sur les contacts électriques sont décrites ainsi que les géométries de contact. Dans un second temps, les connaissances actuelles concernant le comportement mécanique et électrique d'un contact sont évoquées et, plus particulièrement, pour un contact ponctuel élastique. De plus, les principaux responsables des dégradations électriques, tels que le fretting, le frottement macroscopique ainsi que les différents mécanismes d'usure, sont également abordés.

## II. Contacts électriques en conditions statiques

Un contact électrique s'établit en mettant en contact deux éléments conducteurs l'un contre l'autre. Les phénomènes de passage de courant entre les pièces sont complexes et ils se caractérisent essentiellement par : la forme géométrique, la topographie de surface et la nature physico-chimique à l'interface, comme illustré dans la Figure 1 :

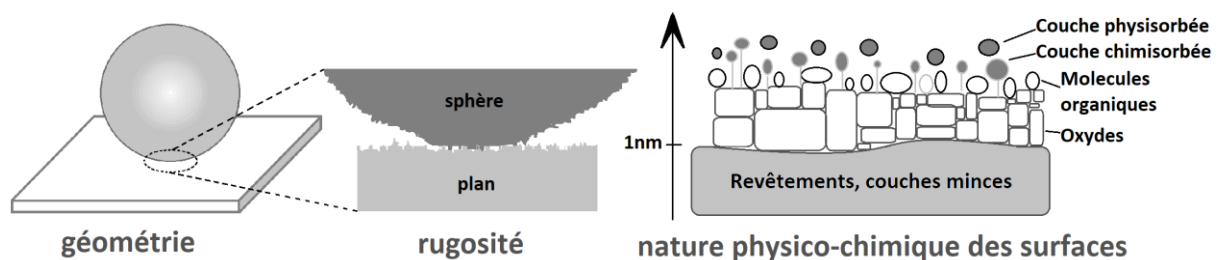


Figure 1 : Principales caractéristiques de la surface initiale d'un contact électrique

La rugosité d'une surface dépend des techniques mises en œuvre pour l'obtenir et présente généralement un caractère aléatoire<sup>2 3</sup>. La structure physico-chimique peut, en effet, être complexe. La surface peut comporter plusieurs couches d'épaisseurs variables, dont la présence et la composition sont étroitement liées à l'histoire de l'échantillon : méthode de fabrication, mise en forme, contamination par exposition à diverses atmosphères, transformation sous l'effet de la température et traitements chimiques.

Dans les paragraphes suivants, le phénomène régissant le passage du courant lorsque deux surfaces conductrices sont mises en contact est décrit ainsi que l'origine des résistances électriques qui en résulte.

### A. Forme macroscopique : géométrie du contact

D'un point de vue macroscopique, une surface est caractérisée par sa géométrie. Celle-ci joue un rôle très important sur les caractéristiques des contacts en termes d'aire de contact et de rétention des débris d'usure. La Figure 2 schématise les trois configurations les plus souvent utilisées<sup>4</sup> : les contacts

surfacciques (plan/plan), les contacts linéiques (cylindre/plan) et les contacts de type ponctuel (sphère/plan). Ces géométries sont relativement simples et faciles à mettre en œuvre et à modéliser.

- La configuration **plan/plan** met en contact deux surfaces planes. L'analyse mécanique montre que les distributions de pression et surtout de cisaillement sont caractérisées par une discontinuité en bordure de contact. L'analyse est alors très complexe et il est difficile d'évaluer correctement le chargement qui est imposé aux matériaux. Cette configuration est donc la moins utilisée des trois configurations.
- La configuration **cylindre/plan** reproduit un contact linéique. Cette configuration est très souvent utilisée pour l'analyse de la fissuration car elle permet de considérer une approche bidimensionnelle plus facile à modéliser.
- La configuration **sphère/plan** reproduit un contact ponctuel. Cette configuration est très souvent utilisée car elle n'engendre pas de problème d'alignement.

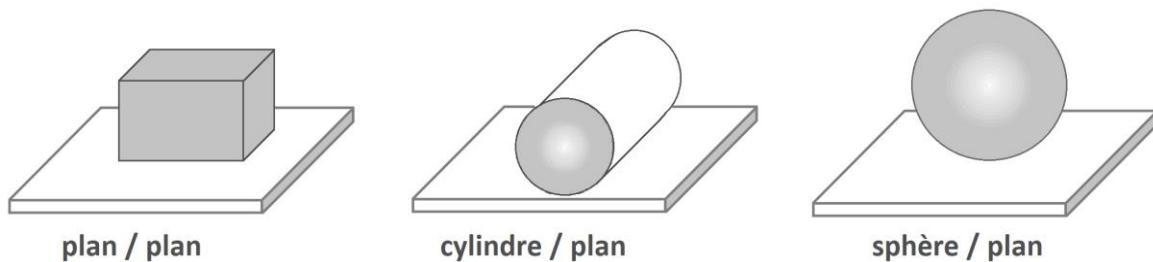


Figure 2 : Différentes configurations de contacts

De plus, les géométries des surfaces permettent d'introduire la notion de surface cinématique, dans laquelle, on retrouve :

- La « petite surface cinématique » (PSC), surface dont les points sont sollicités en permanence au cours du mouvement (surface de contact du solide 2 dans la Figure 3)
- La « grande surface cinématique » (GSC) dont les points ne sont sollicités que lorsque l'antagoniste passe au-dessus d'eux (surface de contact du solide 1 dans la Figure 3)

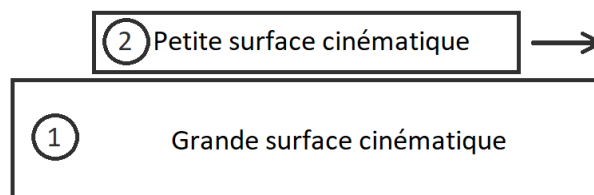


Figure 3 : Définition des surfaces cinématique <sup>5</sup>

Pour l'ensemble de cette étude, seule la configuration sphère / plan sera utilisée. Cette géométrie est la plus représentative des connecteurs. La petite surface cinématique correspond donc aux sphères et la grande surface cinématique correspond aux plans.

## B. Comportement mécanique des contacts

Dans cette partie, on considère que les deux surfaces sont en contact de façon statique et chargées par une force normale unique. Le but est de calculer l'aire de contact entre ces deux solides, afin de calculer la pression de contact par la suite.

1. Contact élastique : Théorie de Hertz

En 1882, Heinrich Hertz<sup>6</sup> a été le premier à savoir résoudre le problème de contact entre deux solides élastiques (Figure 4). Il suppose que les corps en contact sont des massifs, élastiques, semi-conformes, lisses, chargés et sans frottement. Hertz a trouvé analytiquement la distribution de pression maximale  $P_o$  qui satisfait les conditions limites sur la frontière des massifs à l'intérieur et à l'extérieur de l'aire de contact, en fonction de la géométrie du contact.

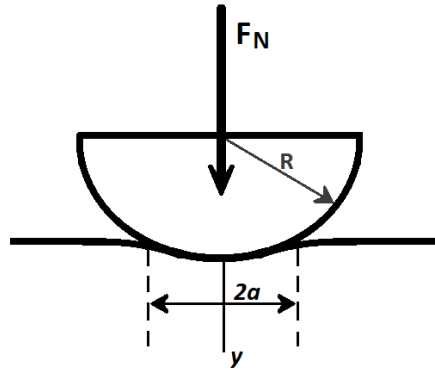


Figure 4 : contact sphère / plan défini par Hertz

Dans le cas général de deux ellipsoïdes en contact, la forme de la surface de contact n'est pas connue à l'avance, mais Hertz a prouvé que l'aire est elliptique et que la distribution de pression est semi-elliptique. Les contraintes subies par les massifs en contact peuvent être exprimées en fonction de la pression de Hertz et de la taille de l'aire de contact.

Les conditions pour que la théorie de Hertz s'applique sont les suivantes :

- Les surfaces sont continues et non conformes, le rayon de l'aire de contact  $a$  est très inférieur au rayon de la sphère  $R$  :  $a \ll R$  ;
- Les matériaux sont supposés être parfaitement élastiques, isotropes et homogènes ;
- Le contact est purement normal, sans force tangentielle ;
- Les déformations sont petites ;
- Les dimensions de l'aire de contact sont faibles devant les dimensions et les rayons de courbures des deux corps.

Dans ces conditions, l'aire de contact définie par un disque de rayon  $a$  est exprimée dans l'équation (1) :

$$a = \left( \frac{3F_N R}{4E^*} \right)^{1/3} \quad (1)$$

$F_N$	Force d'appui (normale au contact)
$E^*$	Module d'élasticité équivalent (équation 3)
$R$	Rayon équivalent (équation 2)
$a$	Rayon du disque de contact

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \quad (2)$$

$R_1$ et $R_2$	Rayons des solides 1 et 2
----------------	---------------------------

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_1^2}{E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{E_2} \quad (3)$$

$\nu_1$ et $\nu_2$	Coefficients de Poisson
$E_1$ et $E_2$	Modules d'élasticité

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

La pression de contact maximale au centre ( $P_0$ ) :

$$P_0 = \frac{3F_N}{2\pi a^2} = \left( \frac{6F_N E^{*2}}{\pi^3 R^2} \right)^{1/3} \quad (4)$$

La pression de contact locale à une distance  $r$  du centre du disque ( $P(r)$ ) :

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

La pression de contact moyenne ( $P_m$ ) :

$$P_m = \frac{F_N}{\pi a^2} = \frac{2}{3} \left( \frac{6F_N E^{*2}}{\pi^3 R^2} \right)^{1/3} \quad (6)$$

La profondeur d'indentation ( $\delta$ ) :

$$\delta = \frac{a^2}{R} = \frac{2}{3} \left( \frac{9P_0^2}{16RE^{*2}} \right)^{1/3} \quad (7)$$

## 2. Contact non Hertzien

Un grand nombre de contact n'entre pas dans la catégorie précédente (contact de Hertz), c'est-à-dire un contact normal pur qui suit l'ensemble des conditions citées précédemment.

Lorsque les déformations sont sévères, on parle de déformation plastique. En effet, la plasticité se manifeste par l'apparition de déformations irréversibles lorsque la charge dépasse une certaine limite dite « limite d'élasticité  $R_e$  »<sup>7 8 9 10 11</sup>

Pour qu'une déformation soit purement élastique, la pression  $P_m$  doit être inférieure à la limite élastique  $Y$  du matériau le plus mou. Dans le cas contraire, une partie de la déformation de la sphère est irréversible, le mode de déformation est alors élastoplastique. La force exacte  $F_y$  à partir de laquelle le régime de déformation devient élastoplastique a été calculée par Johnson<sup>8</sup> et est reportée dans l'équation 7 :

$$F_y = 21 \frac{R^2 Y^3}{E^{*2}} \quad (8)$$

Le régime élastoplastique est la phase intermédiaire entre le régime élastique et le régime plastique, où les déformations élastiques ne sont pas négligeables devant les déformations plastiques et où la contrainte est comprise approximativement entre  $Y$  ( $R_e$ ) et  $3Y$  (Figure 5).

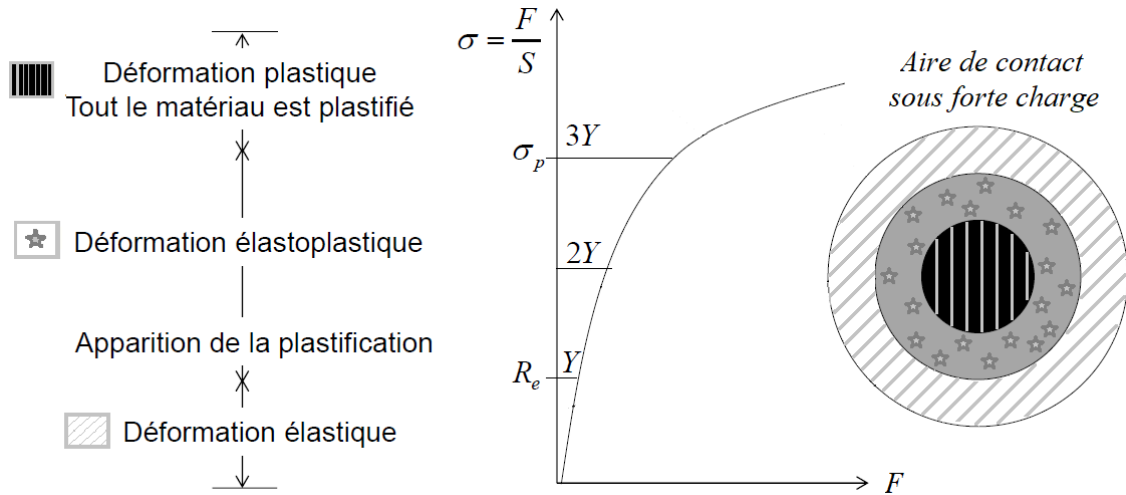


Figure 5 : Déformation élastique, élastoplastique et plastique suivant la courbe de la contrainte ( $\sigma$ ) en fonction de la force normale ( $F$ )<sup>11</sup>

Finalement, le régime est entièrement plastique si la contrainte est supérieure à  $3Y$  ou  $H$ . Dans ce cas, le matériau accomode entièrement la contrainte de façon irréversible : la déformation est purement plastique<sup>12</sup>. On peut définir alors la dureté ( $H$ ) du matériau comme étant <sup>13</sup> :

$$H = \frac{F_N}{S} = \frac{F_N}{\pi a^2} \quad (9)$$

L'aire de contact est alors donnée par la formule suivante :

$$a = \left( \frac{F_N}{\pi H} \right)^{1/2} \quad (10)$$

### 3. Aires de contact

Lors de la mise en contact de deux corps, il y a création d'une zone de contact et celle-ci dépend de nombreux paramètres. Le modèle le plus simple pour quantifier cette aire de contact est la théorie de Hertz, cette théorie suppose que les deux surfaces sont parfaitement lisses. Or cette hypothèse n'est valable qu'à une échelle macroscopique. Dans la réalité, les surfaces possèdent une rugosité non négligeable. Le contact se produit au niveau de quelques îlots à cause de la rugosité. L'aire calculée par la théorie de Hertz correspond donc à une surface apparente du contact à l'échelle macroscopique.

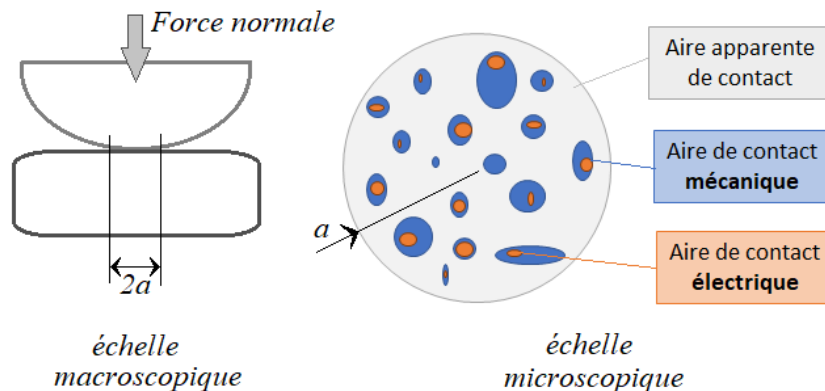


Figure 6 : Contact mécanique réel en fonction de l'échelle

Dans le domaine des contacts électriques, cette notion d'aire de contact est très importante puisque le courant circule au niveau des zones en contact. Le phénomène du passage du courant au point de contact est très complexe : il dépend de la nature des matériaux, de la topologie des surfaces et de l'état physico-chimique à l'interface. Il faut donc distinguer trois types d'aires de contact présents dans la Figure 6<sup>10 11</sup>:

- L'aire apparente ;
- L'aire de contact mécanique ;
- L'aire de contact électrique.

L'aire de contact apparente est représentée par l'aire calculée dans la théorie de Hertz, en gris sur la figure ci-dessus. En ce qui concerne l'aire de contact mécanique (en bleu) elle est caractérisée par la rugosité de surface. Finalement, l'aire de contact électrique (en orange) dépend notamment de la composition chimique de l'aire de contact mécanique.

Il arrive que ces zones de contact mécanique soient constituées en partie de matière peu ou pas conductrices (un oxyde par exemple) et, par conséquent, l'aire de contact électrique est souvent plus petite que l'aire de contact mécanique.

### C. Comportement électrique des contacts

Il ressort du paragraphe précédent que le courant passe d'un conducteur à l'autre à travers un ensemble de petites surfaces de contact contenues, appelées spots conducteurs. Ces spots sont situés dans la surface apparente du contact (Figure 6). Le passage du courant à travers un spot conduit au resserrement, ou constriction, des lignes de courant.

#### 1. Résistance de constriction - modèle à un seul passage

Dans le but d'évaluer la résistance induite par la constriction des lignes de courant, dans un premier temps, l'hypothèse est faite que les deux conducteurs sont infiniment grands et constitués du même matériau de résistivité  $\rho$ . Ils communiquent par un seul passage parfaitement conducteur et circulaire de rayon  $a$ .

Si les dimensions du passage ( $a$ ) sont grandes par rapport au libre parcours moyen des électrons ( $l$ ), le passage est localement ohmique. Le libre parcours moyen électronique dans le cuivre est  $l = 390 \text{ \AA}$  (à  $20^\circ\text{C}$ ). Dans le cas contraire, lorsque  $a \ll l$ , le régime est dit « balistique » et il est gouverné par les lois de la thermodynamique statistique. Dans ce cas, chacun des deux éléments de contact doit être considéré comme un réservoir d'électrons, dont la distribution énergétique obéit à la loi de Fermi-Dirac. La résistance de contact s'exprime alors par la formule de Sharvin.

Dans un second temps, une deuxième hypothèse est faite : le passage est localement ohmique. La résistance  $R_c$  induite par la constriction des lignes de courant, représentée sur la Figure 7, est définie localement à partir de la loi d'Ohm par la formule classique de Holm (équation 11)<sup>13</sup> :

$$R_c = \frac{\rho}{2a} \approx 0,886 \frac{\rho}{\sqrt{\Sigma}} \quad (11)$$

Avec  $\Sigma = \pi a^2$  définissant l'aire du passage conducteur.



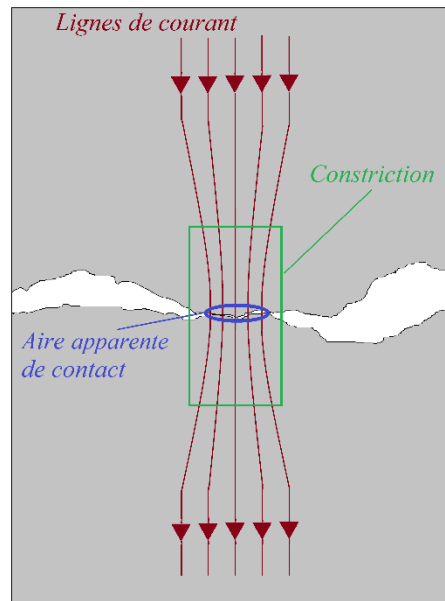


Figure 7 : Zone de constriction des lignes de courant

Dans la réalité, les matériaux sont susceptibles de s'oxyder facilement et présentent des surfaces rugueuses. Il n'est donc plus possible de se limiter au modèle à un seul passage. C'est pourquoi un modèle à plusieurs passages a été mis en place. De plus, la présence d'un film d'un mauvais conducteur à la surface du contact (film d'interface) va être prise en compte.

## 2. Modèle à plusieurs passages

A cause de la rugosité des surfaces, le contact électrique s'établit en plusieurs spots rassemblés dans une zone apparente de contact, comme montré dans la Figure 6. En supposant les spots suffisamment éloignés les uns des autres pour ne pas interagir et les surfaces en contact parfaitement propres (absence de film d'interface), la résistance de contact  $R_c$  est équivalente à un ensemble de résistances de constriction  $R_p$  en parallèle. En principe, le calcul tenant compte de l'interaction entre les spots ne peut pas se faire analytiquement. Cependant, il est possible de formuler des expressions approchées dans certains cas. Holm a déterminé en 1929 la résistance de contact pour un ensemble de  $n$  spots de même rayon  $a$  uniformément répartis sur une aire apparente de rayon  $R$  (équation 11)<sup>8</sup> :

$$R_c = \frac{\rho}{2} \left( \frac{1}{na} + \frac{1}{R} \right) \quad (12)$$

Avec :

- $\frac{\rho}{2na}$  correspondant à la résistance des  $n$  spots en parallèle,
- $\frac{\rho}{2R}$  correspondant au terme d'interaction.

Une deuxième solution a été mise en place par Greenwood en 1966<sup>14</sup> 11. La résistance de contact est calculée pour un contact constitué de spots circulaires de rayons différents  $a_i$ , distants les uns des autres d'une distance  $r_{ij}$ . Cette deuxième approche n'est pas plus détaillée dans ce manuscrit.

Nakamura<sup>15</sup> a montré que cette valeur dépend essentiellement de la surface du spot et très peu de sa géométrie.

### 3. Présence d'un film mauvais conducteur

Dans un cas réel, un film d'oxyde peut séparer les deux éléments du contact. Les propriétés électriques du film sont généralement assez complexes et dépendent évidemment de la nature des éléments présents sur les surfaces en contact et à l'interface. Ce film est issu de la contamination des surfaces par des atomes ou molécules présentes dans l'atmosphère. La présence d'un film d'oxyde est particulièrement pénalisante pour le contact électrique car les oxydes métalliques sont très isolants. Quelques couches atomiques suffisent pour rompre le contact électrique.

La résistance de contact est donc la somme de la résistance de constriction  $R_{spot}$  et de la résistance du film, avec  $\lambda$  la résistivité de surface et  $\Sigma$  la surface du spot conducteur. De plus, nous considérons que le courant passe uniformément dans le spot conducteur, ce qui n'est pas exact en réalité. La résistance de contact s'écrit dans ce cas :

$$R_c \approx R_{spot} + \frac{\lambda}{\Sigma} \quad (13)$$

Dans le cas où une couche d'épaisseur  $e$  et de résistivité  $\rho_c$  se trouve entre les éléments de contact, constitués du même matériau de résistivité  $\rho$ , la résistance de contact s'exprime sous la forme :

$$R_c = \frac{\rho}{2a} + \rho_c \frac{e}{\pi a^2} \quad (14)$$

Cette formule est également valable quand il n'y a pas de couche intermédiaire ; il suffit de prendre  $e = 0$ . L'expression est basée sur l'hypothèse selon laquelle la résistance apportée par la présence d'une couche provient simplement de la conduction à travers cette couche de résistivité.

### 4. Mesure de la résistance de contact

La résistance de contact est obtenue en mesurant la différence de potentiel aux bornes du contact, à courant imposé. La technique généralement utilisée est la méthode dite « à quatre points ». Les points les plus éloignés sont utilisés pour amener le courant et les deux autres points servent à mesurer la tension.

Cette méthode permet de s'affranchir de la résistance des fils de mesure et donc de mesurer seulement la résistance électrique entre les deux surfaces de contact testées. Le courant de mesure est choisi en fonction de l'application et du dispositif testé. Pour le cas des mesures de bas niveau, l'échauffement par effet joule est négligeable et les courants véhiculés sont de l'ordre de quelques dizaines de milliampères sous des tensions de quelques volts<sup>16</sup>. Un niveau de courant trop important peut générer des tensions élevées et conduire au perçage d'éventuels oxydes d'interface, ce qui a comme effet de modifier le système mesuré et donc les résultats. S'agissant de petits contacts, le courant de test doit être inférieur à 100 mA.

Les contacts électriques sont soumis à des conditions sévères et peuvent se dégrader au fil du temps. La dégradation du contact se traduit par une augmentation de la résistance électrique jusqu'à la défaillance du contact. Dans cette étude, la défaillance du contact a été définie à partir de critères industriels et a été fixée à 10 mΩ. De nombreux agents peuvent être responsables des dysfonctionnements d'un contact et les deux principaux sont l'usure et la corrosion atmosphérique.

### III. Dégradations électriques des contacts bas niveau

#### A. Usure mécanique

Lors de leur utilisation, les connecteurs électriques sont soumis à des sollicitations mécaniques non négligeables. Celles-ci peuvent engendrer une détérioration des surfaces de contact et donc une dégradation de la conductivité électrique. Cette usure mécanique des surfaces de contact peut avoir plusieurs origines distinctes.

Dans un premier temps, le connecteur peut être soumis à des vibrations. L'usure mécanique est due à des déplacements relatifs de faibles amplitudes. Ce phénomène est appelé : *fretting* (frottement avec de faibles amplitudes).

Dans un deuxième temps, le connecteur peut être soumis à des cycles d'insertion/extraction, c'est-à-dire, du « glissement alterné » (frottement avec de grandes amplitudes). De nombreux mécanismes existent pour brider ces phénomènes, mais comme l'a montré Velinsky<sup>17 18 19</sup>, ils ne peuvent être entièrement évités.

Il est possible de différencier ces deux sollicitations en utilisant l'équation 14, avec le ratio ( $e$ ) entre l'amplitude de débattement ( $\delta$ ) et le rayon de contact ( $a$ ).

$$e = \frac{\delta^*}{a} \quad (15)$$

Il a donc été défini que la condition de fretting est assurée pour une valeur de  $e$  inférieure à 1<sup>20</sup>. La Figure 8 montre la frontière entre le fretting et le glissement alterné avec : la force normale (N) en fonction de l'amplitude de débattement ( $\delta^*$ ) car le rayon de contact  $a$  est fonction à son tour de la force normale appliquée.

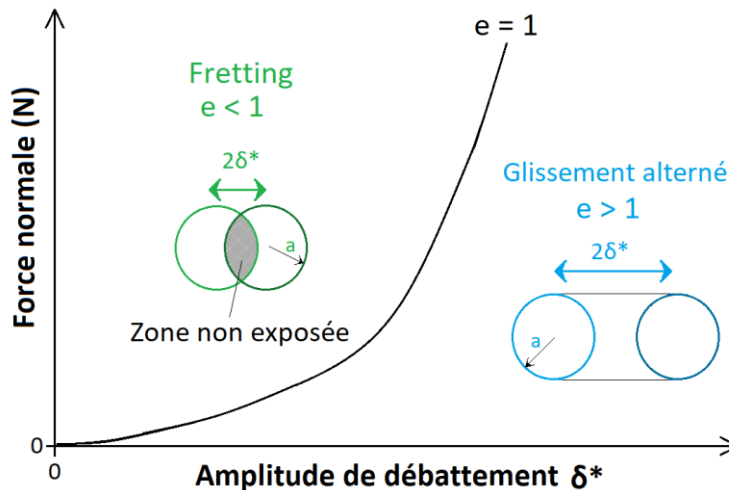


Figure 8 : Définition de la frontière entre fretting et glissement alterné <sup>21</sup>

Lorsque  $e$  est inférieur à 1, une partie de la zone de contact n'est jamais exposée à l'atmosphère ambiante alors que les zones en bords de contact sont de façon périodique exposée à l'air puis sous le contact. Pour le glissement alterné, l'ensemble de la zone de contact est exposé à l'atmosphère ambiante durant le frottement.

## B. Coefficient de frottement

Afin de pouvoir définir ce qu'est le coefficient de frottement, il est nécessaire de définir la force de frottement. Lorsque deux solides sont en contact et que l'on applique une force normale  $F_z$  (Figure 9), ils ne peuvent glisser l'un contre l'autre que si l'on applique une force tangentielle  $F_x$  à la surface. Cette force, dite **force de frottement**  $F_{xs}$  est la force tangentielle seuil nécessaire à la mise en glissement du solide et  $F_{xd}$  correspond à la force requise pour maintenir le solide en mouvement. <sup>12</sup>

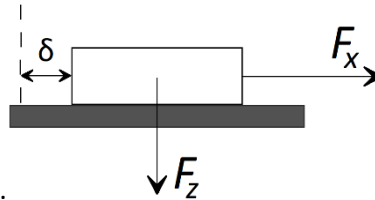


Figure 9 : Solide en contact d'un plan sous une force constante  $F_z$  avec une force tangentielle  $F_x$  exercée <sup>22</sup>

On définit alors les coefficients<sup>23</sup> :

$$\mu_s = \frac{F_{xs}}{F_z} \text{ et } \mu_d = \frac{F_{xd}}{F_z} \quad (16)$$

Appelés respectivement coefficient de frottement statique et coefficient de frottement dynamique, et qui vérifient les points suivants :

- Ils sont en général indépendants de la charge et de l'aire apparente de contact entre les solides. Cependant ceci est moins vrai pour des contacts adhésifs ;
- En général, pour un contact à sec,  $\mu_d$  est inférieur à  $\mu_s$ .

L'origine physique du phénomène de frottement réside dans la création de microsoudures par contact à échelle atomique entre les aspérités de surface des deux solides. Par fluage de ces aspérités, la surface de contact s'accroît avec la force normale, ce qui peut expliquer qu'en général la force de frottement statique soit plus importante que la force de frottement dynamique.

## C. Conditions de glissement

La théorie de Hertz<sup>6</sup> permet de déterminer l'aire de contact initial ainsi que les pressions de contact, dans le cas d'un contact type sphère/plan sous une force normale  $F_N$ . La Figure 10 montre la décomposition de la zone de contact proposée, dans le cas d'un frottement microscopique.<sup>24</sup>

Dans le cas (a), l'application d'une force tangentielle  $F_t$  se traduit par un glissement annulaire en périphérie du contact et l'aire de contact centrale reste bloquée. Dans le cas (b), la force tangentielle augmente  $F_t$  et favorise l'expansion de la zone glissante en réduisant la zone collée. Finalement, dans le cas (c) la zone collée disparaît et le glissement entre les deux surfaces conduit à un déplacement relatif entre les deux corps en contact.

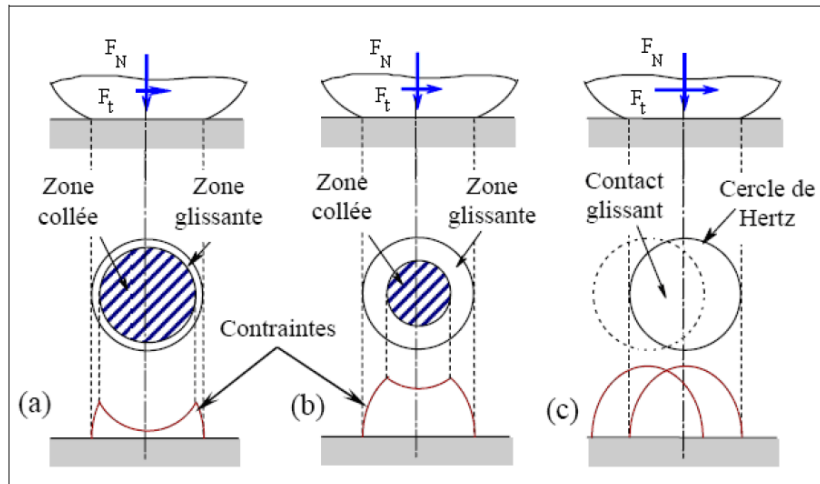


Figure 10 : Application d'une force tangentielle à un contact sphère/plan chargé.

$$(a) F_t \ll \mu F_N, (b) F_t < \mu F_N, (c) F_t = \mu F_N^{16\ 25\ 24}$$

Ces différentes conditions de glissement peuvent également être décrites par les cycles : force tangentielle en fonction du déplacement. Cette courbe au cours d'un cycle à l'allure d'un cycle d'hystérésis, comme illustré dans la Figure 11. L'analyse de ces cycles d'hystérésis permet d'obtenir des informations quantifiées sur les conditions de frottement et d'usure des surfaces en contact.

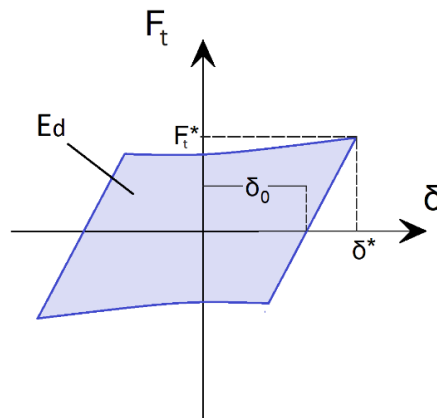


Figure 11 : Cycle en glissement total, force normale en fonction du déplacement <sup>21</sup>

Ce type de cycle fournit différentes informations, comme l'amplitude de débattement maximale  $\delta^*$  mesurée, l'ouverture de cycle  $\delta_0$ , ou encore l'amplitude maximale de la force tangentielle  $F_t^*$ . Ces informations sont explicitées ci-dessous.

L'amplitude de débattement maximale  $\delta^*$  mesurée, correspond en général à l'amplitude imposée. Cependant cette valeur ne correspond pas exactement au déplacement relatif des deux corps en contact. En effet, il faut tenir compte de la déformation élastique du montage, appelée la complaisance.

L'ouverture de cycle  $\delta_0$  est définie comme la valeur du déplacement pour une force tangentielle nulle. Cette valeur permet d'approximer le glissement réel entre les deux corps. Cette grandeur est indépendante de la souplesse du montage.

L'amplitude maximale de la force tangentielle  $F_t^*$  représente l'effort tangential transmis par le contact. Ce paramètre est utilisé pour décrire l'évolution de la force tangentielle lors de l'étude de fretting.

L'aire à l'intérieur de la courbe d'hystérésis représente l'énergie de frottement dissipée et cette dernière varie en fonction des conditions de glissement (Figure 12). L'interprétation de ces courbes a été faite par Mindlin<sup>25</sup>, qui a observé, puis démontré de façon théorique, en se basant sur la théorie de Hertz, que l'allure des courbes force/déplacement dépend de l'amplitude du déplacement :

- Si l'amplitude de déplacement est très faible, un collage peut se produire (Figure 12 **a**). Le mode de déplacement est élastique et aucune dissipation d'énergie n'est observée. Il y a alors « adhésion ou collage » et l'usure est minimale.
- Si l'amplitude de déplacement est plus élevée, (Figure 12 **b**), le régime de glissement devient du « glissement partiel ». Il y a un déplacement au niveau du point de contact mais l'amplitude est moins élevée que le déplacement imposé car une partie est compensée par l'élasticité du revêtement.
- Le dernier cas correspond au « glissement total » (Figure 12 **c**). L'énergie dissipée au cours du cycle est maximale et l'usure importante. Le glissement total est associé à la création de débris alors que le glissement partiel peut être associé à une usure par création et propagation de fissures.

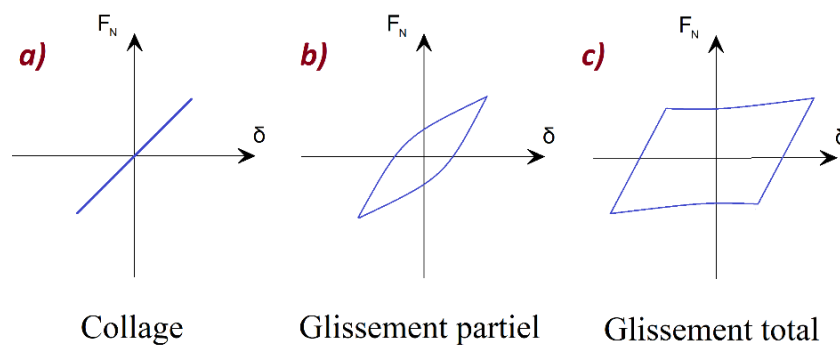


Figure 12 : Différentes conditions de glissement en fretting<sup>26</sup>

Vingsbo et Soderberg<sup>24</sup> ont approfondi l'étude des conditions de glissement en définissant la condition limite de glissement total, ce qui leur permet d'établir les premières cartes de sollicitation en fretting pour un contact sphère/plan. Finalement, Zhou et al.<sup>27</sup> ont réalisé une comparaison de quatre types de carte de fretting et ont conclu que la zone de fissuration apparaît initialement dans le régime de glissement mixte (Figure 13). Dans le cas de ces travaux de thèse, l'étude appelée frottement se trouve dans la zone « glissement alterné » de la Figure 13 et l'étude de fretting correspond au « glissement total ».

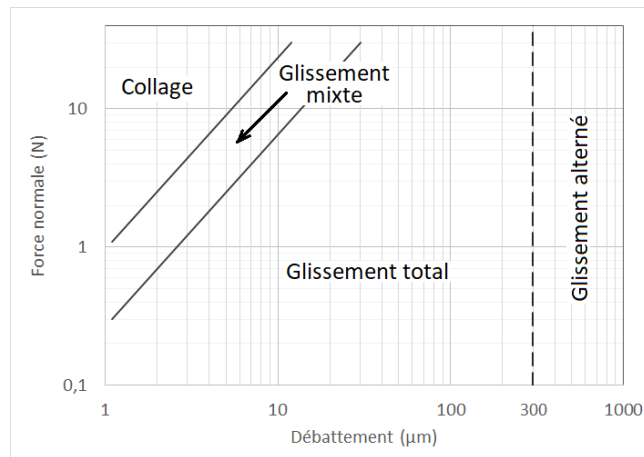


Figure 13 : Carte de glissement en fretting d'après Vingsbo et Soderberg<sup>24</sup>

#### IV. Mécanismes d'usure

L'observation de l'état de surface des pièces et des particules d'usure produites à la suite du frottement permettent de distinguer schématiquement divers mécanismes possibles, opérant le plus souvent simultanément, avec le plus souvent un mécanisme dominant. La Figure 14 représente schématiquement les différentes usures : adhésive, abrasive, par fatigue et par tribocorrosion.

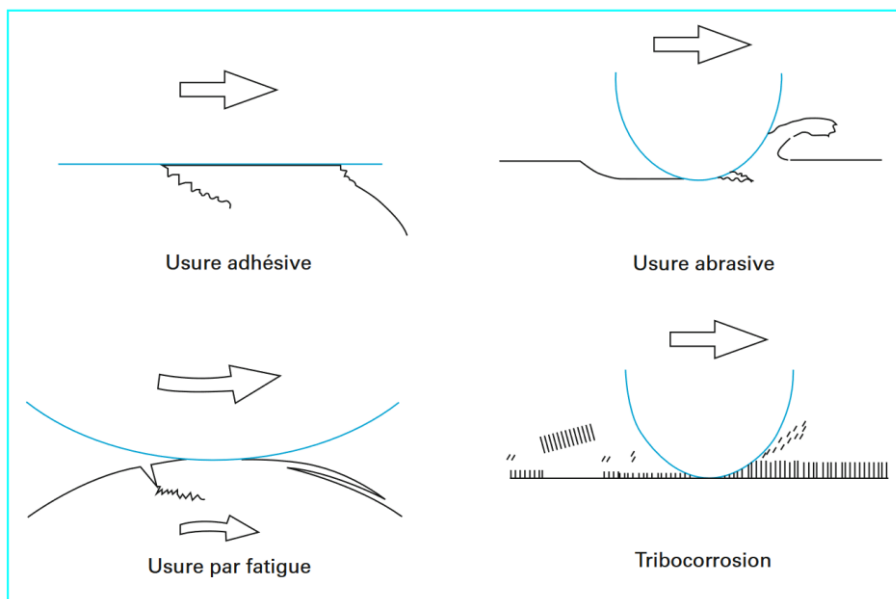


Figure 14 : Représentation schématique des divers modes d'usure entre deux pièces d'après<sup>28</sup>

Ces quatre mécanismes ainsi que la notion de troisième corps sont introduits par la suite.

##### A. Usure adhésive

Selon Hurrick<sup>29</sup>, l'usure adhésive a lieu chaque fois que deux surfaces vierges entrent mécaniquement en contact et se collent l'une à l'autre. D'autre part, Bowden et Tabor<sup>5</sup> expliquent que l'adhésion ou l'usure adhésive, se manifeste spécifiquement par l'établissement de liaisons interfaciales. Il s'agit donc, du point de vue des matériaux, de limiter l'apparition de ces liaisons ou de les fragiliser.

Lorsque le contact est adhésif, une forte résistance au déplacement a lieu due aux liaisons interfaciales. Ensuite, si le mouvement se poursuit, les liaisons interfaciales, qui engendrent une jonction, sont soumises à un cisaillement et deux situations peuvent alors exister<sup>30</sup> :

- La jonction est peu résistante, l'usure est « douce », le glissement provoque la rupture à l'interface et les deux corps se séparent avec peu ou pas de modification, même si la résistance au déplacement reste relativement élevée.
- La jonction dispose d'une résistance mécanique supérieure à celle de l'un au moins des matériaux, l'usure est « sévère » : il y a alors formation d'une fissure dans le corps le plus tendre, ou le moins tenace, puis arrachement et transfert sur l'antagoniste. Ce cas est représenté sur la Figure 15.

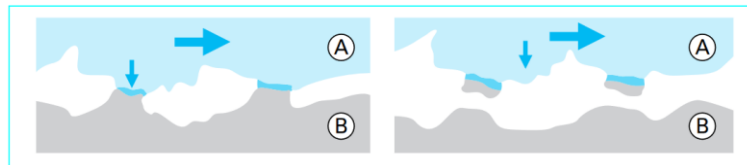


Figure 15 : L'usure adhésive : formation de transfert<sup>30</sup>

Ces liaisons interfaciales sont fonction de la nature des matériaux et de leurs propriétés physicochimiques et mécaniques.

En ce qui concerne la cristallographie, les réseaux faces centrées sont plus enclins à l'adhésion que les réseaux hexagonaux ou cubiques centrés. L'affinité avec les matériaux antagonistes jouent aussi un rôle important dans la création de ces liaisons interfaciales. Des études ont établi la corrélation entre l'adhésion et la solubilité.<sup>4</sup> Dans la très grande majorité des cas, les couples de matériaux insolubles entre eux ou formant des composés chimiques intermétalliques ont la meilleure résistance à l'adhésion. De plus, la cohésion interne du matériau peut permettre d'éviter les déformations importantes.

L'usure adhésive est également favorisée par l'accroissement de la pression de contact et de la vitesse de frottement et par l'absence de films superficiels constitués de couche adsorbées ou d'oxydes.

Finalement, Rabinowicz<sup>31</sup> a caractérisé l'adhésion entre deux solides comme l'énergie nécessaire pour séparer une unité de surfaces  $Ka$  (équation 16) :

$$K_a = \frac{F_t}{F_c} \quad (17)$$

Avec  $F_t$  le module de la force de traction nécessaire pour séparer les surfaces et  $F_c$  le module de la force normale de contact.

## B. Usure abrasive

Dans le travail de Blouet<sup>32</sup>, l'usure abrasive est définie comme étant l'usure par déplacement de matière, produite par des particules dures ou des protubérances dures. Il en résulte un enlèvement de matière par labourage au lieu de coller ou d'être arraché comme dans le cas de l'adhésion. Cette usure peut se distinguer en deux cas de figure : abrasion à deux corps et abrasion à trois corps<sup>33 34 35</sup>.

L'usure par abrasion à deux corps, également connue sous le nom de coupe<sup>36</sup>, se produit lorsque les agents abrasifs sont solidaires de l'une des pièces en translation relative par rapport à l'autre pièce.



L'usure par abrasion à trois corps se produit quand elle lorsque les agents abrasifs sont des particules piégées dans l'interface et sont plus dures que la pièce abrasée.

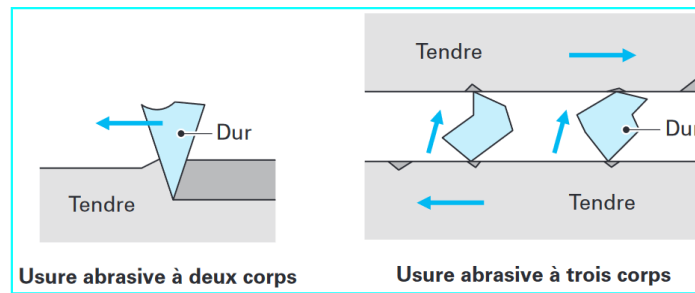


Figure 16 : Usure abrasive à deux et trois corps<sup>30</sup>

Suivant les cas, l'usure abrasive peut engendrer des endommagements par déformation plastique, des enlèvements de matière par phénomène de coupe et/ou par fatigue superficielle.

L'usure abrasive est favorisée :

- par l'accroissement de la température ;
- par l'humidité et l'agressivité chimique de l'ambiance (lorsque l'abrasion agit par effet de coupe).

Dans le cas de l'abrasion à trois corps, la nature et l'acuité des phénomènes dépendent des formes, des granulométries des particules abrasives, de la vitesse relative et de l'angle d'attaque de l'abrasif sur le substrat.

L'usure abrasive mettant en jeu, au niveau élémentaire, des phénomènes d'ordre mécanique, les paramètres dépendant des matériaux sont notamment : la dureté ou la limite d'élasticité, les contraintes résiduelles, la ténacité et la structure.

### C. Usure par fatigue ou fissure

Les contraintes mécaniques générées par le frottement peuvent engendrer la formation et la propagation de fissures, selon des processus différents en fonction du type de matériau considéré. Si les contraintes dépassent localement la limite élastique des matériaux, une déformation des contacts est observée sous forme d'empreintes sur les surfaces : c'est l'usure par déformation. Si le niveau de contraintes reste inférieur aux valeurs critiques de plastification, la répétition des sollicitations peut conduire à des phénomènes de fatigue superficielle. Ce type d'usure se manifeste sous forme de modifications structurales et par l'apparition de fissures s'amorçant en sous-couche ou en surface.

Ce mécanisme est le plus souvent observé en régime de glissement partiel. Sous l'effet de gradients de contraintes cycliques, les fissures se forment puis se propagent jusqu'à ce que certains morceaux se détachent. Il existe plusieurs sortes d'enlèvement de matière : « égrènement » lorsqu'il y a formation de trous correspondant à la microstructure initiale du matériau, « déchaussement » au niveau des joints de grains et « délamination » lorsque la répétition des sollicitations entraîne des déformations plastiques et donc l'apparition de fissures en sous-couche qui se propagent parallèlement à la surface.<sup>37 38</sup>

Les principaux paramètres dépendant des matériaux sont, outre les propriétés mécaniques macroscopiques (limite d'élasticité, résistance à la rupture, ténacité), la présence de défauts ou points faibles préexistants (homogénéité structurale, liaisons revêtement / substrat...), appelés les contraintes résiduelles.<sup>30</sup>

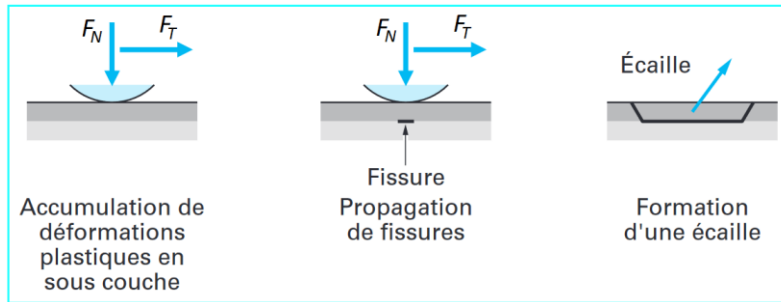


Figure 17 : Usure par fatigue processus de fissuration<sup>30</sup>

#### D. Usure chimique ou tribocorrosion

La tribocorrosion est basée sur la transformation chimique thermiquement activée de la surface d'une pièce frottante sous l'action de l'oxygène, de la vapeur d'eau de l'air ou d'additifs du lubrifiant<sup>34</sup>. Ce mode d'usure intervient lorsque le frottement se produit dans un environnement réactif (atmosphère, lubrifiant...) pour les matériaux en présence. Dans ce type de situation, l'usure peut être initiée ou accentuée par la réaction chimique entre l'environnement et les surfaces frottantes. Cette réaction, qui peut être créée ou activée par l'énergie dissipée en frottement dans l'interface, conduit à la formation d'une couche superficielle (film réactionnel) solide, de faible épaisseur, adhérente aux substrats, qui protège généralement les surfaces de l'usure adhésive. L'usure se manifeste alors lorsque les sollicitations de frottement au contact conduisent à l'élimination des couches formées.

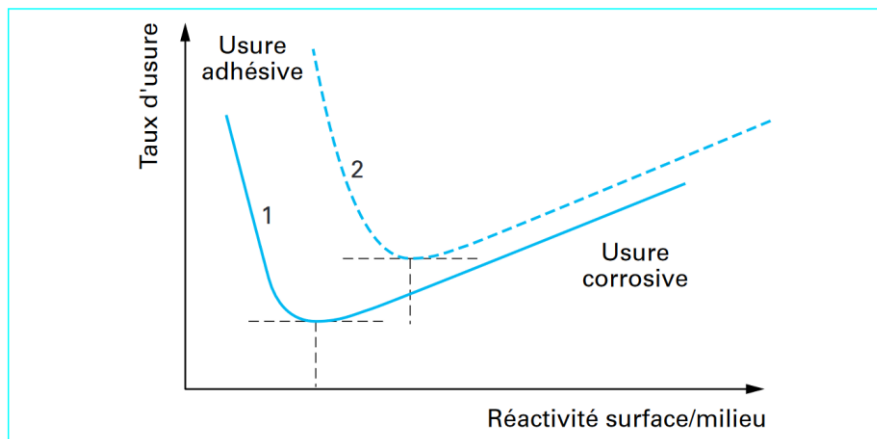


Figure 18 : Compétitivité entre usure adhésive et usure corrosive. La courbe 2 correspond à des conditions plus sévères que la courbe 1 (par exemple vitesse et/ou pression et/ou température plus élevées)<sup>30</sup>

La cinétique du phénomène est gouvernée par la compétition entre la formation des produits de réaction et leur consommation par usure. La réactivité du milieu présente un optimum car elle doit être suffisamment élevée pour former rapidement un film tribochimique capable d'éliminer l'adhésion mais pas trop forte pour ne pas consommer excessivement le corps frottant par réaction chimique (Figure 18). Un contact fonctionnant dans des conditions sévères nécessite donc l'emploi d'un milieu très réactif pour éliminer l'usure adhésive, règle qui gouverne en partie le choix d'un lubrifiant pour lutter contre l'usure.

Ce type de phénomène permet d'expliquer des différences de comportement à l'usure entre certains matériaux, qui ne peuvent être corrélées à aucune de leurs caractéristiques mécaniques et/ou structurales<sup>1</sup>. En effet, la tribocorrosion fait intervenir des processus mécanique et chimique.

### E. Troisième corps

Le concept du troisième corps en tribologie a été introduit par Godet *et al.*<sup>26 39</sup> pour étudier les contacts secs non plus par les notions de volume et de surface mais par la notion d'interface. Le troisième corps est un opérateur séparant les deux premiers corps. Il transmet l'effort entre les deux corps en accommodant la plus grande partie de leur différence en vitesse. L'approche du troisième corps réunit les théories de la lubrification et les problèmes de frottement parfois difficiles à modéliser en frottement sec. Le concept du troisième corps a été étendu progressivement à la notion de cinétique des mécanismes d'accommodation<sup>40</sup>. En parallèle, la notion du circuit tribologique a été introduite afin de définir les différents écoulements que peut activer le troisième corps. Pour résumer, le troisième corps (fluide ou solide) a essentiellement trois fonctions :

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

De plus, les particules détachées formant le troisième corps ainsi que les surfaces mises en évidence par les phénomènes de dégradations peuvent réagir avec le milieu ambiant.

Finalement, Felder et Montmitonnet définissent le troisième corps comme le corps situé entre deux solides frottants (dits 1<sup>er</sup> et 2<sup>ème</sup> corps) continus ou discontinus et d'épaisseur faible. En contact sec, il est constitué des particules d'usure transformées ou non par réaction chimique avec l'environnement (air, humidité).<sup>34</sup>

## V. Matériaux utilisés pour les contacts électriques

### A. Le cuivre comme matériau de base

Dans l'industrie de la connectique, le matériau de base le plus souvent utilisé pour véhiculer le courant électrique est imposé : le cuivre. Il s'agit, en effet, hormis l'argent, du matériau commun dont la résistivité est la plus faible ( $1,724 \mu\Omega \cdot \text{cm}$  à  $20^\circ\text{C}$ )<sup>41</sup> et dont la conductivité thermique est la meilleure. Il est obtenu industriellement avec une grande pureté, mais pour améliorer ses propriétés mécaniques, il est employé sous forme d'alliage, ce qui diminue sa conductivité électrique.

Le cuivre s'oxyde en présence d'air humide. Son oxydation est rapide en présence d'anhydrides carboniques et de sulfure d'hydrogène et s'accélère particulièrement avec la température. La couche d'oxyde est abrasive et très isolante du point de vue électrique, de sorte que pour les contacts de bas niveau, son utilisation ne peut s'envisager que s'il est revêtu d'une couche protectrice. Les différents types d'alliage de cuivre et leurs principales propriétés sont présentés dans le Tableau 1.

Propriétés	Cuivre	Laiton	Bronze
Résistivité électrique, $\rho$ ( $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ )	1,72	6,4	5-10
Conductivité thermique ( $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ )	401	121	90
Dureté Vickers (HV) État recuit	35	65-80	80-110
Dureté Vickers (HV) État écroui	110	105-150	165-195
Module de Young, E (GPa)	115	100-115	111-124
Coefficient de Poisson ( $\nu$ )	0,34	0,34	0,35

Tableau 1 : Exemple des propriétés du cuivre et de ses alliages<sup>21</sup>

Les propriétés mécaniques des alliages de cuivre dépendent des traitements thermiques subis par le matériau. Les valeurs présentées dans le Tableau 1 sont donc des valeurs indicatives de ces propriétés. Elles ont été obtenues à partir de différentes fiches techniques des lamineurs.

## B. Revêtements métalliques

Les revêtements permettent d'obtenir une nouvelle surface avec des propriétés plus adaptées pour répondre aux besoins fonctionnels du contact. Les revêtements métalliques sont les plus utilisés sur les contacts électriques et doivent répondre impérativement à certaines exigences, telles que :

- Protéger de la corrosion le substrat en alliage de cuivre ;
- Avoir une bonne adhérence sur celui-ci ;
- Maintenir une bonne conductivité électrique, entre autres.

Ces revêtements peuvent être appliqués sur la totalité du connecteur, par exemple lorsqu'il s'agit de lui conférer de meilleures propriétés mécaniques. De même, ils peuvent être appliqués seulement sur certaines zones spécifiques, afin d'améliorer localement les performances (par exemple, une meilleure résistance à la corrosion ou une meilleure conductivité électrique sur la partie active du contact).

Les principaux revêtements se regroupent en trois catégories : les métaux nobles (or, argent, palladium et leurs alliages), et les métaux non nobles (étain et étain-plomb). Le choix du métal utilisé n'est pas libre. Il est fortement limité par l'exigence d'inter compatibilité : l'utilisateur doit pouvoir coupler le connecteur mâle avec le connecteur femelle, pouvant assurer un courant faible et stable durant un temps imparti. Il n'est donc pas possible de choisir un revêtement qui, en présence d'un autre revêtement, donnerait lieu à des couplages électrochimiques ou à des phénomènes de frottement ou d'usure anormalement élevés.

La compatibilité de ces revêtements est donc une problématique importante, dans une industrie de plus en plus mondialisée. Dans les chapitres suivants, les revêtements étudiés sont présentés plus en détails, avec leurs propriétés mécaniques et leurs modes de fabrication.

## C. Succession des étapes de traitement de surface

L'électrodéposition est de très loin la technique la plus utilisée dans l'industrie de la connectique. En effet, elle présente de nombreux avantages, comme sa grande vitesse de plaquage et donc son faible coût par rapport à d'autres méthodes tels que les dépôts chimiques et sous-vide. De plus, le procédé est réalisé à pression atmosphérique et à des températures comprises entre 25 et 65°C. Les paramètres d'électrodéposition peuvent être adaptés (température, courant, temps...) et ainsi influencer la pureté, la cristallisation, l'homogénéité, l'adhérence, l'épaisseur et la composition du revêtement. Les paragraphes suivants expliquent les différentes étapes du processus d'électrodéposition ainsi que leurs principes.

Afin de réaliser ces dépôts par électrolyse, que ce soit au niveau industriel ou au laboratoire, le processus comporte les étapes illustrées dans la Figure 19, certaines étapes peuvent être répétées.

L'ensemble de ce processus est essentiel pour que le traitement de surface soit réussi. La préparation permet d'obtenir une surface propre et active, ce qui garantit une bonne adhérence entre le substrat et les différents revêtements.

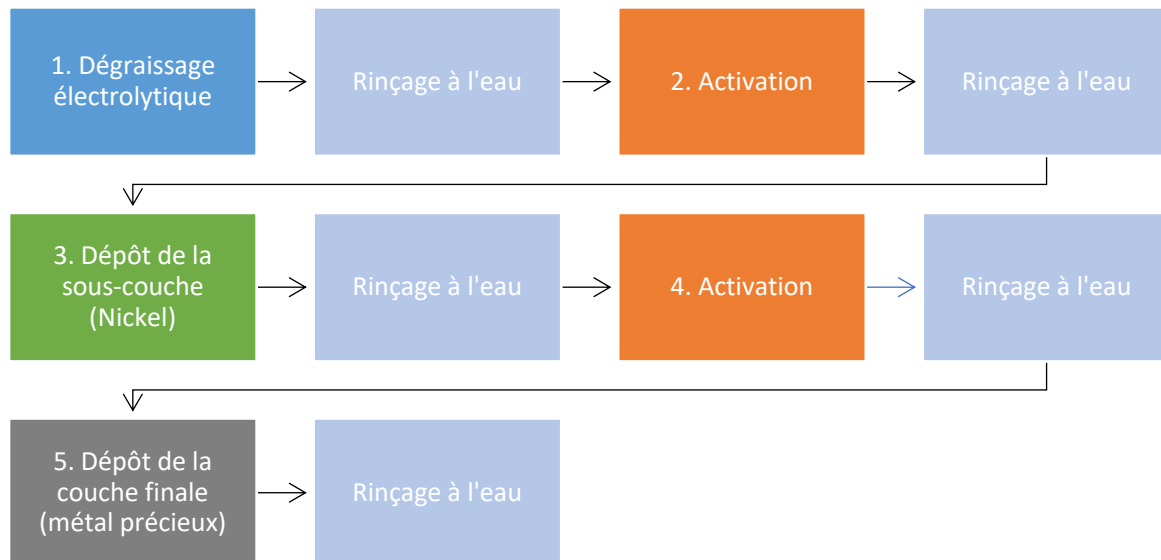


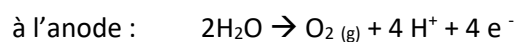
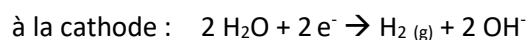
Figure 19 : Processus de traitement de surface par électrodéposition

### 1. Dégraissage électrolytique

La présence de contaminations de surface, telles que les huiles et les graisses issues des procédés de découpage ou de laminage, les éventuelles poussières et les résidus métalliques ainsi que des oxydes en surface peut empêcher l'adhérence parfaite du revêtement sur le substrat <sup>42</sup>. Cette étape a pour but de nettoyer la surface de ces contaminants et ainsi d'augmenter la mouillabilité de la surface.

Pour ceci, la pièce est plongée, avec ou sans courant, dans une solution alcaline, généralement composée de soude et d'agents tensioactifs. Ce procédé additionne l'effet mécanique et chimique de dégraissage. La présence et la production d'ion hydroxyle OH<sup>-</sup> permet la saponification des corps gras, c'est-à-dire, la dissolution des R-COOH dans le milieu alcalin, il s'agit ici de l'effet chimique. De plus, lorsque le dégraissage s'effectue sous courant, le dégagement d'un gaz à la surface de la pièce a un effet mécanique car ces petites bulles provoquent le décollement des films organiques présents à la surface.

Les réactions mises en jeu lors de cette étape sont les suivantes :



En fonction de la nature du substrat, les pièces à traiter peuvent être placées soit à l'anode, soit à la cathode. Dans notre cas, les échantillons ont été placés en tant que cathode. Comme pour l'ensemble des étapes de traitement et de préparation de surface, cette étape est suivie d'un rinçage à l'eau, voire de plusieurs rinçages consécutifs.<sup>43</sup>

### 2. Activation

Si les pièces à traiter présentent une forte oxydation en surface ou une passivation, le dégraissage électrolytique ne permet pas d'éliminer la totalité de l'oxyde qui peut être présent sur le substrat. Pour en éliminer la totalité, la pièce est donc plongée dans un bain acide à faible concentration, qui permet de dissoudre le restant d'oxyde en surface et donc de garantir que l'état de surface de la pièce soit parfait pour être revêtu par la suite.<sup>44</sup>

### 3. Dépôts électrolytiques

#### a. Principe

L'électrolyse est utilisée pour déposer une couche métallique sur une surface conductrice. Comme montré dans la Figure 20, l'échantillon à recouvrir est plongé en tant que cathode dans une solution électrolytique contenant les ions métalliques à déposer ( $M^+$ ). À l'aide d'un générateur de courant, la réaction de réduction de l'ion métallique en métal (M) a lieu à la surface de l'échantillon. Cet exemple correspond à l'électrolyse d'un cation métallique de valence 1 ( $M^+$ ), en fonction de la nature chimique du métal les cations peuvent avoir d'autres valences ( $M^{n+}$ ).

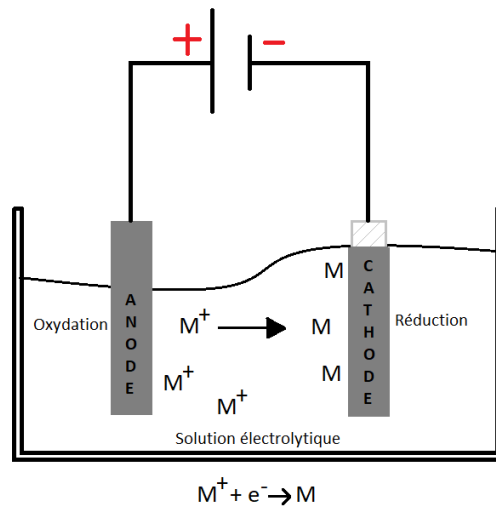


Figure 20 : Principe de l'électrolyse

De nombreuses réactions électrochimiques peuvent entrer en compétition lors de l'électrolyse et toutes se déroulent toujours à l'interface entre l'électrode (cathode et anode) et l'électrolyte. Afin d'éviter les possibles réactions parasites, et donc une diminution du rendement de la réaction, il est important que le transport des cations métalliques du cœur de la solution à l'interface soit rapide. En ce qui concerne le transport des espèces, trois phénomènes physiques différents entrent en jeu : la convection, la diffusion et la migration<sup>45 46</sup>, illustrés dans la Figure 21. Le profil de concentration de cette figure correspond à une anode soluble.

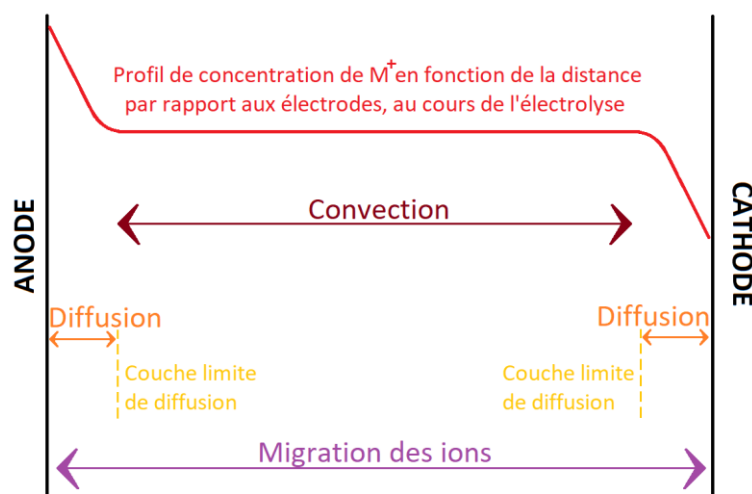


Figure 21 : Phénomènes de transport des espèces

La convection correspond au transport des espèces à travers des forces mécaniques (l'agitation) et par le mouvement Brownien (la température). Ces forces tendent à homogénéiser la solution.

La diffusion correspond au mouvement provoqué par un gradient de concentration au voisinage de l'électrode. En effet, bien que la convection cherche à homogénéiser la solution, des espèces sont consommées à l'interface et donc leurs concentrations diminuent. La diffusion permet de réapprovisionner l'interface. **La couche limite de diffusion** se trouve au début du gradient de concentration, là où l'homogénéité ne peut plus être assurée par la convection.

La migration correspond au mouvement provoqué par un gradient de potentiel, les cations métalliques chargés plus (+) migrent vers la cathode (polarisée (-)). Ce mode de transport n'a lieu que pour les espèces chargées.

Ces réactions électrochimiques obéissent à la loi quantitative de Faraday (1834). Il établit que la quantité de produits transformés sur une électrode est liée à la quantité d'électricité impliquée dans cette transformation<sup>45</sup>. En effet, Faraday fait le lien entre la quantité de courant utilisée (ou charge électrique,  $I \cdot t$ ) et la masse de la substance déposée à l'électrode (pour la partie cathodique), comme montré dans l'équation suivante :

$$m = r \frac{It M_{mé}}{n F} \quad (18)$$

Avec :

$m$	Masse de la substance déposée (g)
$I$	Intensité du courant (A)
$t$	Temps de l'électrolyse (s)
$M_{mé}$	Masse molaire du métal ( $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ )
$n$	Nombres d'électrons échangés durant la réaction
$F$	Constante de Faraday = $96485 \text{ C} \cdot \text{mol}^{-1}$
$r$	Rendement faradique de la réaction ( $\leq 1$ )

La masse volumique  $\rho$  est définie comme :

$$\rho = \frac{m}{V} = \frac{m}{S e} \quad (19)$$

Avec :

$\rho$	Masse volumique ( $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ )
$m$	Masse (g)
$V$	Volume ( $\text{cm}^3$ )
$S$	Surface ( $\text{cm}^2$ )
$e$	Épaisseur (cm)

La densité de courant  $J$  s'exprime par :

$$J = \frac{I}{S} \quad (20)$$

$J$	Densité de courant ( $\text{A} \cdot \text{dm}^{-2}$ )
$I$	Intensité du courant (A)
$S$	Surface ( $\text{dm}^2$ )

En couplant les équations (17), (18) et (19), l'épaisseur déposée  $e$  en fonction des paramètres de réaction est définie par l'équation :

$$e = r \frac{J M_{m\acute{e}} t}{\rho n F} \quad (21)$$

#### b. Paramètres

Le rendement faradique de la réaction, l'épaisseur, l'aspect ainsi que les propriétés du revêtement électrolytique dépendent de nombreux paramètres :

- **L'agitation** : Elle permet d'homogénéiser la solution par convection. Plus l'agitation est importante, plus la couche limite de diffusion est mince, permettant ainsi un renouvellement des espèces électro-actives à l'interface plus rapide. Ce paramètre joue un rôle sur le rendement de la réaction et donc la vitesse de dépôt. Industriellement ces conditions d'agitation sont optimisées sur les lignes de traitement *reel to reel*.

- **La température** : Elle joue un rôle important sur la mobilité des ions. Lorsque la température est augmentée, le même effet que pour l'agitation mécanique se produit, c'est-à-dire, le transport de matière par convection est plus grand. Cependant, une température trop importante peut dégrader les molécules organiques présentes dans l'électrolyte ce qui est contreproductif lors de la réalisation des revêtements. Dans notre cas, les températures des électrolytes sont comprises entre 50 et 65°C pour les revêtements métalliques et le dégraissage alcalin et à température ambiante pour l'activation acide.

- **La densité de courant (J)** : Elle se définit comme l'intensité du courant appliquée divisée par la surface à traiter. Comme l'ensemble des autres paramètres, la densité de courant joue un rôle important lors de la formation des revêtements. L'équation (20) montre que l'épaisseur est proportionnelle à la densité de courant. Cependant, si la densité de courant devient trop importante, la croissance des cristaux devient irrégulière, à cause de la présence de la réaction parasite de réduction des ions  $H^+$ . Au-delà d'un seuil, le dépôt est pulvérulent et donc non adhérent. Dans notre cas, les densités de courant varient de 2 A.dm<sup>-2</sup> lors des traitements au laboratoire à 15 A.dm<sup>-2</sup> lors des traitements sur des lignes de production industrielles.

Les constituants des bains électrolytiques jouent un rôle important lors de la formation des revêtements. En effet, la formulation d'un bain électrolytique est très complexe. Dans ces travaux, des bains électrolytiques commerciaux déjà formulés et industrialisés ont été utilisés. Quelques constituants et paramètres qui exercent une forte influence sur les propriétés physiques finales des revêtements sont cités ci-dessous :

- **Les agents d'addition** : les brillanters, qui peuvent être métalliques ou organiques, les agents nivelant, les agents mouillants etc... Ceux-ci peuvent jouer un rôle sur la germination et la croissance du revêtement<sup>47</sup>, comme par exemple, contraindre la maille cristalline et donc modifier les propriétés mécaniques du dépôt.

- **La concentration** : celle-ci joue un rôle sur la limite de diffusion ainsi que sur la taille des grains du revêtement.

L'ensemble de ces paramètres et constituants ainsi que toutes les étapes de préparation des surfaces influencent les propriétés physico-chimiques des revêtements obtenus. En effet, ils peuvent, ou non, permettre d'obtenir un revêtement qui répond à l'ensemble des caractéristiques attendues



(adhérence, épaisseur, homogénéité, composition...). Étant donné l'impact de ces paramètres sur les revêtements, il a donc été choisi de réaliser cette étude avec un lot unique d'échantillons, afin d'avoir des résultats comparables et répétables. Cependant, ce choix engendre une nouvelle contrainte qui est le vieillissement dans le temps des revêtements testés. Ce paramètre est étudié et pris en compte dans nos analyses et interprétations. Une partie du chapitre 3 montre l'influence du vieillissement des revêtements sur leurs propriétés mécaniques et la diffusion de l'or dans l'argent.

## VI. Conclusion

Ce chapitre résume les notions fondamentales nécessaires à la compréhension de ces travaux de thèse. Les généralités concernant les contacts électriques en statique, telles que les géométries de contact et le comportement mécanique et électrique, ont été décrites.

Les principaux responsables des dégradations électriques, tels que, les sollicitations mécaniques : le fretting et le frottement macroscopique ont également été abordés. De plus, l'usure engendrée par ces sollicitations suit des mécanismes d'usure décrits dans la littérature qui ont été décrits dans ce manuscrit.

Ce chapitre s'achève en citant les matériaux utilisés pour les contacts électriques ainsi que les principes fondamentaux du traitement de surfaces utilisés dans ces travaux de thèse.

# Chapitre 2 : Élaboration des échantillons et techniques de caractérisations

<b>I. Introduction</b>	<b>30</b>
<b>II. Choix des échantillons étudiés</b>	<b>30</b>
A. Géométrie du contact	30
B. Élaboration des échantillons	31
1. Hémisphères	31
2. Plans	31
C. Revêtements étudiés	31
1. Revêtement de nickel	33
2. Revêtement d'or	33
3. Revêtement de palladium-nickel	33
4. Revêtement d'argent	34
D. Lignes de traitement industrielles	34
<b>III. Caractérisations physico-chimiques – Analyses de surfaces</b>	<b>35</b>
A. Épaisseur des couches électrodéposées par Fluorescence X	35
1. Intérêt et principe de la technique	35
2. Méthodologie d'analyse	36
a. Plans	36
b. Hémisphères	37
B. Imagerie et composition chimique par MEB / EDS	37
1. Intérêt et principe de la technique	38
2. Méthodologie d'analyse	39
C. Dureté et Module de Young par Nano indentation	41
1. Intérêt et principe de la technique	41
2. Méthodologie d'analyse	43
D. Rugosité et quantification de l'usure par Profilomètre optique	43
1. Intérêt et principe de la technique	43
2. Méthodologie d'analyse	44
a. Rugosité	45
b. Volumes d'usure	46
E. Diffusion entre les revêtements par Spectromètre à décharge lumineuse (SDL)	48
F. Cristallographie par diffraction des rayons X (DRX)	48
<b>IV. Choix des essais tribologiques</b>	<b>49</b>
A. Dispositifs expérimentaux : Caractérisations électriques et tribologiques	49
B. Frottements microscopiques	50
1. Dispositif expérimental	50
2. Principe et paramètres de l'expérience	51
C. Frottements macroscopiques	52
1. Dispositif expérimental	52
2. Principe et paramètres de l'expérience	53
<b>V. Conclusion</b>	<b>54</b>

## I. Introduction

Ce chapitre a pour but de présenter l'ensemble des paramètres liés à cette étude, c'est-à-dire, le type d'échantillons et les revêtements utilisés, leur mode d'élaboration, les caractérisations réalisées et le choix des essais tribologiques. Ce chapitre est divisé en trois parties.

Dans la première partie, les différents systèmes étudiés sont détaillés ainsi que leur mode d'élaboration. Les procédés industriels utilisés sont décrits ainsi que les principes de chaque technique.

Dans la deuxième partie, l'ensemble des techniques de caractérisation utilisées est décrit. Celles-ci ont permis de déterminer les propriétés physiques et mécaniques des revêtements et d'observer et quantifier les interfaces des contacts endommagés. Dans cette partie, la méthodologie utilisée est décrite.

Dans la troisième partie, l'ensemble des dispositifs expérimentaux utilisés pour réaliser les expériences de frottement et fretting ainsi que le protocole opératoire et la méthode utilisée sont décrits.

## II. Choix des échantillons étudiés

Pour étudier l'inter-compatibilité des différents revêtements, le choix des échantillons pouvant être utilisés est très large. Dans cette première partie, la géométrie du contact étudiée est présentée ainsi que les différentes étapes suivies pour l'élaboration des échantillons, la méthode de traitement de surface appliquée, les différents revêtements étudiés et les lignes de production employées pour l'élaboration des revêtements électrolytiques. L'ensemble de ces paramètres a été choisi afin de représenter au mieux les connecteurs présents sur le marché.

### A. Géométrie du contact

Parmi les géométries communément utilisées (cf. Chapitre I), la géométrie de contact sphère/plan (Figure 22) a été choisie pour ces travaux de thèse. Cette géométrie permet de simuler un contact ponctuel, d'obtenir des expressions analytiques simples qui décrivent la physique du contact et la résistance de constriction.

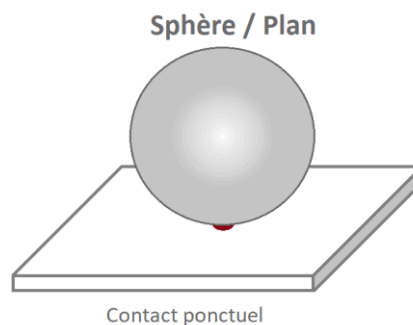


Figure 22 : Contact ponctuel : géométrie sphère/plan

Les échantillons utilisés sont constitués d'un hémisphère de 1,4 mm de rayon de courbure et d'un plan. Les hémisphères ont été emboutis avant de réaliser les revêtements sur le substrat pour éviter le processus de fissuration du revêtement lors de la mise en forme, comme observé par Bordignon<sup>48</sup> lorsque la mise en forme est réalisée sur les revêtements finaux.

## B. Élaboration des échantillons

Pour lutter contre l'endommagement des pièces, de nombreux traitements de surface peuvent être employés en fonction de la géométrie des pièces et du domaine d'application. Dans l'industrie de la connectique, les traitements de surface par voie humide sont les plus couramment utilisés. Ils sont généralement réalisés sur des lignes de production au défilé, aussi appelées : *reel to reel*, où un ruban de métal cuivreux est déroulé en début de ligne, défile d'une cuve à l'autre en continu au rythme de plusieurs mètres par minute, pour finalement être réenroulé en fin de ligne de traitement.

Pour cette étude, un lot unique d'échantillons a été utilisé et produit sur des lignes industrielles. Ceci permet de comparer des échantillons ayant suivi le même processus de fabrication et de traitement de surface, le but étant de travailler avec des revêtements ayant des épaisseurs et des compositions chimiques les plus homogènes possible. De plus, ce choix permet d'étudier des revêtements semblables aux contacts industriels présents sur le marché. Du fait des contraintes de disponibilité des lignes de production, l'ensemble des échantillons n'a pas pu être plaqué industriellement, ainsi les revêtements d'argent des plans et les flashes d'or de certains hémisphères ont été réalisés au laboratoire.

Les paragraphes ci-dessous détaillent le processus de fabrication ainsi que la composition chimique des revêtements étudiés.

### 1. Hémisphères

La Figure 23 présente le processus de fabrication des hémisphères utilisées lors de ces travaux :

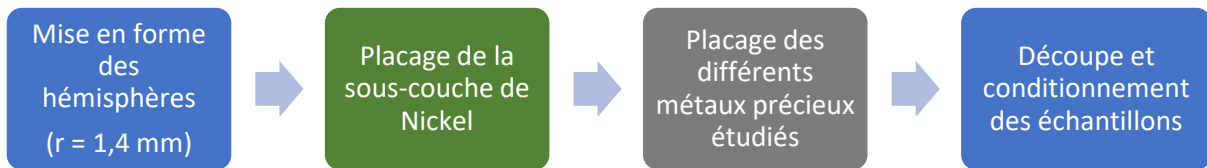


Figure 23 : Processus de fabrications des hémisphères

### 2. Plans

La Figure 24 montre le processus de fabrication des plans utilisés lors de ces travaux :

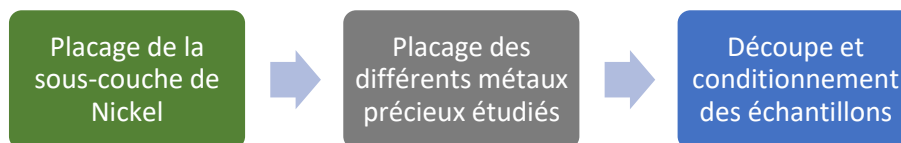


Figure 24 : Processus de fabrications des plans

## C. Revêtements étudiés

La Figure 25 montre les différentes couches qui peuvent composer un contact électrique :



Figure 25 : Différentes couches d'un contact électrique

Lors de ces travaux de thèse, quatre revêtements différents ont été testés. Le revêtement doré (appelé FG) est historiquement le plus utilisé dans l'industrie de la connectique. Ensuite, le revêtement avec une couche de palladium-nickel recouverte d'une fine couche d'or (GXT) et finalement deux revêtements à base d'argent, un avec une fine couche d'or (nGCS) et l'autre sans (nAGT). Ces deux derniers systèmes de revêtements sont commercialisés avec un lubrifiant comme couche de finition. Dans cette étude, il a été choisi de ne pas lubrifier les échantillons testés afin d'étudier uniquement les mécanismes d'usure de ces revêtements.

Hémisphères :

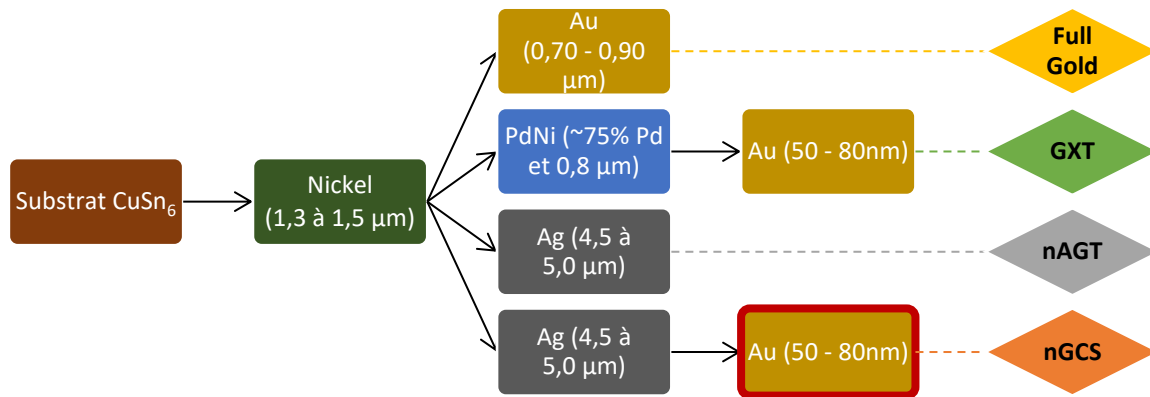


Figure 26 : Différentes couches des quatre revêtements des hémisphères

Plans :

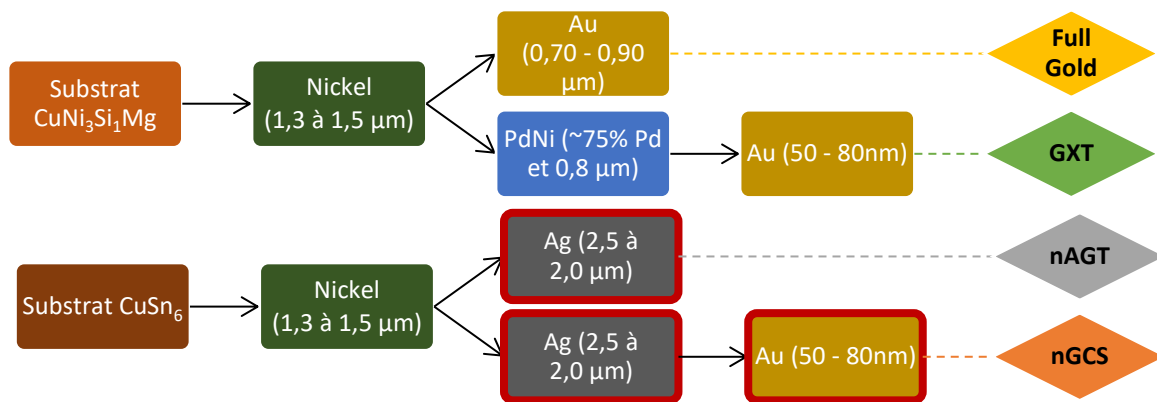


Figure 27 : Différentes couches des quatre revêtements des plans

La Figure 26 et la Figure 27 illustrent les différentes couches des 4 systèmes de placage ainsi que leurs appellations. Ces appellations vont être utilisées tout au long de ce manuscrit. Finalement, ces revêtements ont été réalisés sur des lignes industrielles, à l'exception des revêtements entourés en rouge qui ont été réalisés au laboratoire du fait des contraintes de disponibilité des lignes de production.

Ces quatre revêtements sont largement présents sur le marché de l'industrie de la connectique. Cependant, en fonction des demandes des clients les épaisseurs peuvent varier. Dans notre cas, ces épaisseurs ont été choisies car elles sont les plus représentatives du marché. Il est à noter que des revêtements constitués du même métal (comme par exemple, la couche barrière de nickel) peuvent avoir des propriétés physico-chimiques très différentes en fonction de la formulation de l'électrolyte

et des paramètres de placage. Les paragraphes suivants décrivent les différents revêtements de l'étude.

### 1. Revêtement de nickel

Le nickel est toujours utilisé comme sous-couche de la couche de métal précieux, qu'il s'agisse de l'or, du palladium-nickel ou de l'argent. Son rôle est triple : éviter la diffusion des atomes entre la couche de métal précieux et le substrat, améliorer la résistance à la corrosion du contact et améliorer les propriétés mécaniques de la surface grâce à sa grande dureté. Afin de réaliser les dépôts de nickel, différents types de sel peuvent être utilisés. Le choix varie en fonction de l'application envisagée et des caractéristiques des dépôts souhaités<sup>49</sup>. L'épaisseur typique de cette sous-couche barrière de nickel dans l'industrie de la connectique est comprise entre 0,5 et 2,5  $\mu\text{m}$ .

Lors de cette étude, des dépôts de nickel semi-brillants nanocristallins ont été réalisés pour tous les revêtements étudiés avec une épaisseur comprise entre 1,2 et 1,4  $\mu\text{m}$ . Ces revêtements ont été plaqués sur des lignes industrielles, par électrolyse d'une solution de sulfate de nickel commerciale à 40  $\text{g.L}^{-1}$  de nickel, à pH acide (environ 3,3), à une température d'environ 63°C et à une densité de courant moyenne d'environ 7  $\text{A.dm}^{-2}$ .

Cet électrolyte de nickel a été choisi car il permet d'obtenir un revêtement de nickel nanocristallin, ce qui lui confère une grande résistance à la corrosion. De plus, cette formulation permet de réaliser des dépôts avec une distribution des épaisseurs homogène, notamment pour des géométries compliquées.<sup>50</sup>

### 2. Revêtement d'or

Bien que très coûteux, l'or est le métal idéal pour le revêtement des contacts électriques. En effet, il réagit très difficilement avec d'autres substances et il ne s'oxyde pas. Il permet donc un bon passage du courant même pour de faibles forces de contact.

Lorsque les formes oxydées de l'or ne sont pas complexées avec d'autres molécules, l'or n'est pas stable en solution aqueuse. C'est pourquoi, en général, la couche d'or est réalisée à partir d'un bain d'aurocyanure  $\text{K[Au(CN)}_2]$ . Dans cette étude, les revêtements d'or ont été réalisés par électrolyse d'une solution aqueuse contenant environ 5  $\text{g.L}^{-1}$  d'or et 0,2  $\text{g.L}^{-1}$  de cobalt. L'insertion du cobalt, à hauteur d'environ 0,3 %, permet d'améliorer la dureté du dépôt et, par conséquent, sa résistance à l'usure en diminuant notamment les phénomènes d'adhésion lors de frottement. Sans cet élément (cobalt ou nickel), les dépôts d'or auraient une dureté plus faible, ce qui engendrerait une diminution de la résistance à l'usure.

L'épaisseur déposée diffère selon l'utilisation finale du connecteur et des sous-couches : elle varie entre 50 nm pour les couches fines, appelées *flash*, à plus de 0,8  $\mu\text{m}$  pour les couches d'or épaisses. Dans cette étude, l'épaisseur de la couche de finition (*flash* d'or) est comprise entre 50 et 80 nm, pour les revêtements nGCS et GXT et pour le revêtement Full Gold l'épaisseur d'or est comprise entre 0,8 et 0,9  $\mu\text{m}$ . Les revêtements ont été réalisés dans les conditions suivantes : pH d'environ 4,2, température de 55°C et densité de courant de 2  $\text{A.dm}^{-2}$  au laboratoire pour le *flash* d'or du nGCS et environ 10  $\text{A.dm}^{-2}$  pour les revêtements faits sur les lignes de production.

### 3. Revêtement de palladium-nickel

À partir des années 80, lorsque le cours de l'or s'est envolé, des recherches ont permis d'améliorer l'électrodéposition d'un alliage palladium-nickel qui a été de plus en plus utilisé<sup>51 52 53</sup>. Celui-ci a été développé car il présente une dureté et une résistance à l'usure supérieure à celles des dépôts d'or

dures, tout en étant jusqu'à présent beaucoup moins coûteux que ce dernier. Son principal défaut est son haut pouvoir catalytique, notamment pour des revêtements de palladium purs : l'absorption de molécules organiques en surface peut former un film isolant et générer des problèmes de contact. Ce pouvoir catalytique est diminué à partir de 10 à 15 % de nickel dans le revêtement de palladium-nickel. De plus, il est souvent recouvert d'une fine couche d'or dure afin d'améliorer la fiabilité des contacts.

Dans cette étude, des revêtements de palladium-nickel (75-25 %m) ont été réalisés par électrolyse d'un bain contenant environ 20 g.L<sup>-1</sup> de palladium et 8 g.L<sup>-1</sup> de nickel avec une faible concentration en ammonium (~25 g.L<sup>-1</sup>). Ce revêtement a été réalisé dans les conditions suivantes : environ 60°C, à pH neutre et à environ 20 A.dm<sup>-2</sup>. Ce dépôt a été suivi d'un flash d'or final et il a pour nom commercial GXT™. Le dépôt d'or a été fait dans les conditions mentionnées dans le paragraphe précédent.

#### 4. Revêtement d'argent

Tout comme l'or, l'argent fait partie de la famille des métaux nobles : il possède des propriétés, telle que sa forte conductivité électrique, qui le rendent attractif pour l'industrie de la connectique. C'est la raison pour laquelle des recherches telles que celles de Kassman et Jacobson<sup>54 55</sup> ont eu lieu dès les années 90 afin de déterminer les mécanismes de dégradation de contacts électriques argentés. Actuellement, ce revêtement est utilisé dans des applications à fort courant. Cependant, dans des atmosphères contenant du sulfure d'hydrogène, de l'anhydride sulfureux ou du chlore, il peut se corroder (ou se ternir) rapidement. Des traitements supplémentaires - tels que la lubrification ou une couche de finition d'or - sont donc nécessaires pour empêcher ces réactions et ainsi élargir la gamme d'applications possibles des connecteurs revêtus d'argent.

Le procédé utilisé dans cette étude est l'électrolyse d'un bain d'argent en milieu cyanuré alcalin. Le sel qui délivre le cation métallique provient du cyanure double d'argent et de potassium (*KAg (CN)<sub>2</sub>*). De plus, afin d'obtenir une cristallisation plus fine et ainsi augmenter la dureté, des affineurs de grains métalliques à base de sélénium sont incorporés. Ce revêtement d'argent a été réalisé pour deux revêtements étudiés, nAGT et nGCS, dans les conditions suivantes : environ 8,5 de pH, 60°C de température et 15 A.dm<sup>-2</sup>. Le revêtement nGCS correspond au nAGT avec un flash d'or, ce flash d'or a été réalisé dans les conditions préalablement mentionnées au laboratoire.

#### D. Lignes de traitement industrielles

L'électrodéposition peut s'effectuer par différentes installations, telles que<sup>42</sup> :

- À l'attache : cette méthode consiste à accrocher les pièces sur un support métallique, et donc conducteur électrique, relié à la partie cathodique.
- En vrac : cette méthode est utilisée pour des petites pièces, difficilement manipulables, elle s'effectue par rotation dans des tambours ou tonneaux, ou par vibration dans des bols vibrants spécialement conçus.
- En continu (au défilé) : ce traitement est employé pour des fils ou des bandes. Cette méthode est largement utilisée dans l'industrie de la connectique. Il s'agit également de la méthode utilisée pour la plupart des échantillons de cette étude.

Le traitement en continu offre de nombreux avantages comme produire à un coût moindre grâce au gain de temps lié à la vitesse des lignes de traitements ainsi que la capacité de permettre des traitements sélectifs. Mais l'un des principaux inconvénients est le coût d'investissement conséquent. Celui-ci peut être justifié par la production de grandes quantités de pièces.

Le principe de cette méthode est illustré dans la Figure 28. La bande à traiter est initialement placée dans une bobine qui est ensuite placée sur un dérouleur. À l'aide de ce dérouleur, la bande passe dans chaque bain de traitement de surface pour accomplir toute la gamme de traitement et finir enroulée sur une autre bobine.

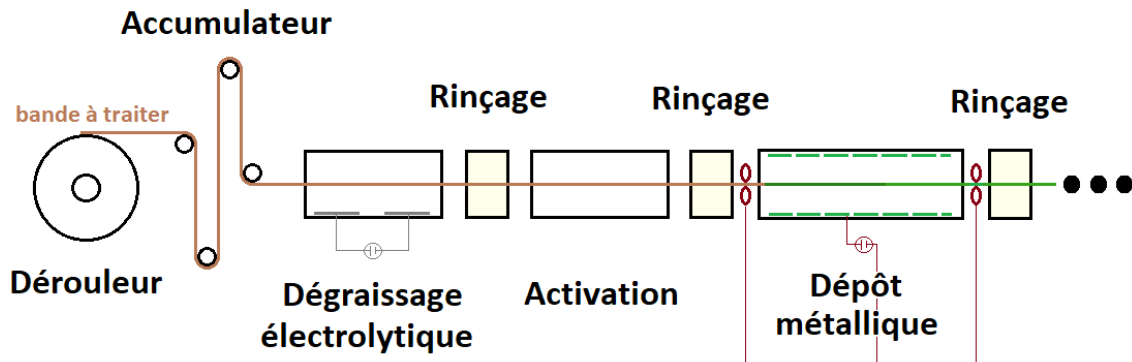


Figure 28 : Schéma d'une ligne de traitement de surface en continu (reel to reel)

Initialement, ce traitement se faisait sur la totalité de la bande en immersion complète dans des bains et il est encore utilisé pour les dépôts de métaux non précieux - tel que le Nickel. Actuellement, les dépôts de métaux précieux se font essentiellement par des traitements sélectifs, ces différentes méthodes permettent une optimisation du coût du traitement de surface.

### III. Caractérisations physico-chimiques – Analyses de surfaces

Les revêtements utilisés lors de cette étude sont très différents les uns des autres. Ces différences doivent donc être identifiées et quantifiées afin de pouvoir mieux comprendre les dégradations lors des sollicitations de frottement et de fretting. Les paragraphes suivants décrivent les outils et les principes de caractérisation utilisés pour déterminer les propriétés physico-chimiques et topographiques de ces différents revêtements.

#### A. Épaisseur des couches électrodéposées par Fluorescence X

Lors de la réalisation d'un dépôt électrolytique, l'épaisseur n'est pas homogène sur la totalité de l'échantillon et dépend notamment de sa géométrie. Cette hétérogénéité est due à la distribution des lignes de courant non uniforme autour de l'échantillon traité. Un contrôle des valeurs d'épaisseurs en différents points des échantillons a donc été effectué. Pour ceci, les mesures ont été réalisées par fluorescence X à l'aide d'un appareil XRF Fischer XDV $\mu$  et du logiciel WinFTM.

##### 1. Intérêt et principe de la technique

La fluorescence X est une technique d'analyse de surface élémentaire sans contact qui permet d'identifier et de déterminer la plupart des éléments chimiques qui composent un échantillon. Cet appareil permet d'identifier des éléments dont le numéro atomique Z est supérieur à 13. De plus, elle peut être utilisée pour des matériaux variés sous forme solide ou liquide. C'est une méthode non-destructive, fiable, rapide et économique. De plus, elle ne demande pas de préparation particulière de l'échantillon. Pour toutes ces raisons, elle est très utilisée dans l'industrie car elle permet, grâce à une calibration préalable avec des étalons certifiés, de connaître la composition du matériau et de déterminer l'épaisseur d'un système connu en peu de temps avec une bonne précision. Par exemple, pour les flashes d'or de 50 nm, la mesure est effectuée avec une précision de  $\pm 2$  nm.



Le phénomène de fluorescence X correspond à l'émission secondaire de rayons X caractéristiques des atomes qui constituent l'échantillon. L'analyse de ce rayonnement X secondaire permet à la fois de connaître la nature des éléments chimiques présents dans un échantillon ainsi que leur concentration massique (de 0,1 à 100 %). Le principe de cette technique est illustré dans la Figure 29 :

- Dans un premier temps, l'échantillon à analyser est placé sous un faisceau de rayons X.
- Comme le montre la partie a) de la Figure 29, à la suite de cette radiation, les atomes constituant l'échantillon passent de leur état fondamental à un état excité. En effet, l'énergie du faisceau de rayons X incident éjecte un électron des couches internes des atomes analysés.
- L'état excité est instable, le retour à un état d'équilibre se fait par une chute en cascade des électrons d'énergie inférieure sur les niveaux libérés et s'accompagne par l'émission de photons X notamment, comme montré dans la partie b) de la Figure 29.
- Les photons X détectés ont une énergie qui permet d'identifier la nature chimique de l'échantillon. Le spectre obtenu présente le nombre de coups (nombre de photons détectés) en fonction de l'énergie. En effet, chaque atome ayant une configuration électronique propre, il va émettre des photons d'énergie caractéristique de l'atome.
- Finalement, grâce à la connaissance des couches de l'empilement, à un étalonnage préalablement réalisé et aux spectres obtenus, l'épaisseur des différents revêtements étudiés peut être déterminée.

Cette dernière étape est essentielle pour le calcul des épaisseurs. Pour des revêtements composés de couches ayant un élément chimique en commun, comme c'est le cas du revêtement GXT, cet étalonnage a un impact important sur les valeurs obtenues, comme pour l'ensemble des revêtements. En effet, pour ce revêtement, le nickel est présent dans l'alliage PdNi et dans la sous-couche de nickel.

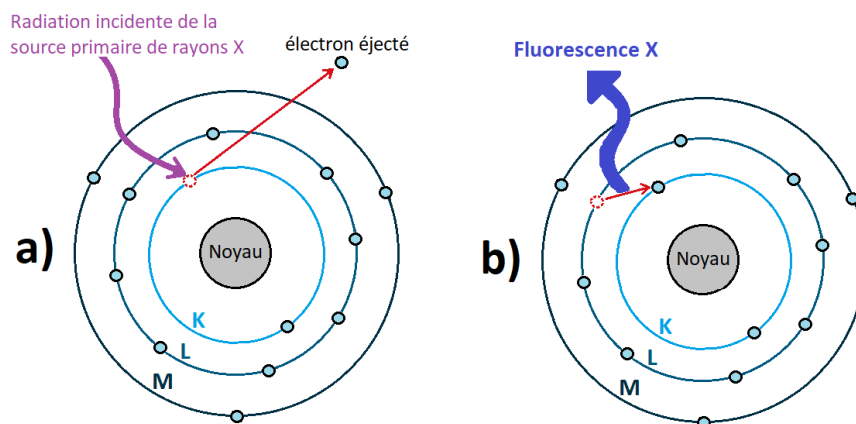


Figure 29 : *Principe de la Fluorescence X*

## 2. Méthodologie d'analyse

### a. Plans

L'épaisseur n'étant pas régulière, notamment pour les plans plaqués au laboratoire (nAGT et nGCS), le protocole suivant a été appliqué pour ces échantillons :

- Les bandes Ni/CuSn<sub>6</sub> ont été découpées (10 x 3,3cm) puis plaquées en Ag, et en Au pour les revêtements nGCS.
- 60 mesures d'épaisseurs ont été réalisées sur chaque plan, comme montré dans la partie a) de la Figure 30

- Finalement, la zone où l'épaisseur était respectée a été déterminée, comme montré dans la partie *b)* de la Figure 30, les tests tribologiques ont été réalisés dans cette zone.

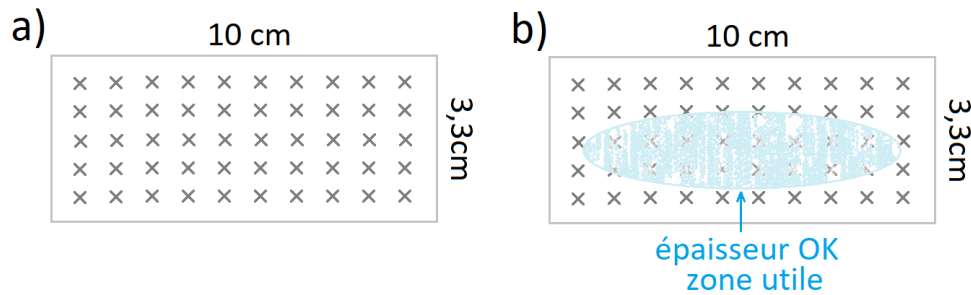


Figure 30 : Contrôle d'épaisseur des plans plaqués au laboratoire

Pour les bandes plaquées totalement sur des lignes industrielles, le contrôle est moins important car la fluïdique (agitation) est plus régulière, les épaisseurs sont donc plus homogènes. Néanmoins, les épaisseurs ont été contrôlées par une dizaine de mesures dans la largeur (1 cm) de la bande plaquée.

#### b. Hémisphères

Pour tous les revêtements, les épaisseurs des hémisphères ont également été vérifiées. Pour ce faire, une mesure par XRF est réalisée en balayant un carré de 0,4 x 0,4 mm durant 30 secondes, cette zone est illustrée par un carré rouge sur la Figure 31.

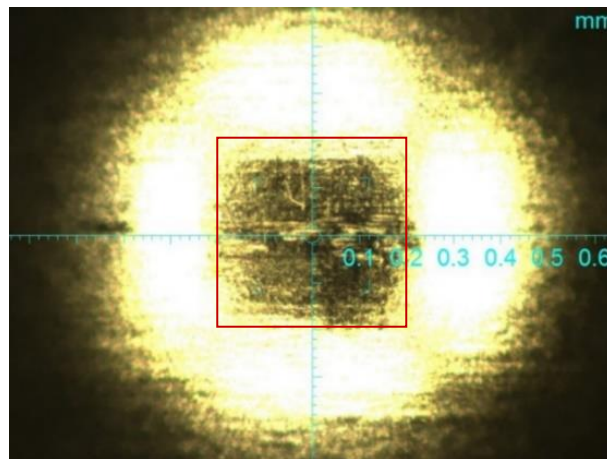


Figure 31 : Image d'un hémisphère avec la zone où l'épaisseur a été contrôlée

### B. Imagerie et composition chimique par MEB / EDS

Afin de contrôler la surface avant et après les tests de dégradation, un microscope électronique à balayage (MEB) a été utilisé. Cet instrument permet de réaliser des observations de la morphologie des surfaces initiales, des traces de fretting ou de frottement et contribue à déterminer le type de dommage (abrasion, adhésions, corrosion...). Cette observation est couplée à la microanalyse par spectrométrie par dispersion d'énergie des rayons X (EDS), qui permet de connaître la composition chimique en surface des échantillons, avant et après les tests de dégradation. Pour réaliser ces analyses, un MEB ZEISS EVO MA10 équipé d'une sonde Xmax d'Oxford Instruments et le logiciel AZtec permettant de réaliser une analyse par EDS a été utilisé.

### 1. Intérêt et principe de la technique

Le MEB permet de réaliser des images avec une très grande profondeur de champ, comme l'illustre la Figure 32. La préparation des échantillons est très simple, les seules contraintes sont d'être en présence d'échantillons supportant le vide et conducteurs, ce qui est notre cas. Un MEB conventionnel fonctionne avec un vide allant de  $10^{-5}$  à  $10^{-8}$  mbar<sup>56</sup>.

Le MEB est constitué d'une source d'électrons ainsi que d'un jeu de lentilles « condensatrices » qui focalise le faisceau d'électrons sur un diaphragme. Une deuxième lentille « objectif » refocalise ce faisceau sur l'échantillon en un spot très fin ( $\sim 3\text{nm}$  pour une source  $\text{LaB}_6$ )<sup>56</sup>. Un jeu de bobines de déflection permet de déplacer le faisceau et de pouvoir ainsi balayer l'échantillon à analyser. Les électrons sont accélérés par la différence de potentiel, la tension d'accélération varie entre 1 et 40 keV<sup>57</sup>. L'échantillon est posé sur une platine porte-échantillon permettant de déplacer l'échantillon dans les trois directions. Différents types de détecteurs permettent de compter les particules émises : détecteurs d'électrons secondaires, d'électrons rétrodiffusés ou de rayons X.

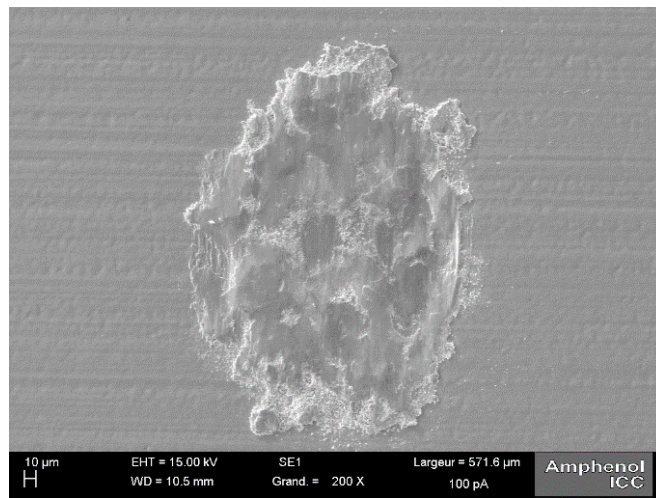


Figure 32 : Exemple d'image observée au MEB

L'interaction du faisceau d'électrons incident focalisé avec l'échantillon va générer les interactions illustrées dans la Figure 33 :

- **Des électrons rétrodiffusés.** L'interaction entre les électrons du faisceau et le noyau des atomes de l'échantillon est quasiment élastique, c'est-à-dire qu'il y a très peu de perte d'énergie. Les électrons sont réémis dans une direction proche de leur direction d'origine. Ces électrons sont sensibles au numéro atomique des atomes constituant l'échantillon. Plus les atomes sont lourds, plus ils émettent des électrons. Le comptage de ces électrons permet d'avoir une image contrastée en fonction du numéro atomique des atomes présents dans l'échantillon.

- **Des électrons secondaires.** Lors du choc entre les électrons primaires du faisceau et les électrons orbitaux des atomes de l'échantillon, l'électron primaire peut céder une partie de son énergie à un électron des atomes de l'échantillon, provoquant ainsi une ionisation de ce dernier. Les électrons éjectés sont appelés électrons secondaires. Seuls les électrons secondaires émis près de la surface ont assez d'énergie pour s'échapper, ils proviennent donc de profondeurs inférieures à 10 nanomètres. Le rapport signal/bruit est bon, ce qui engendre une bonne résolution morphologique.

- **Des rayons X.** L'impact d'un électron primaire à haute énergie peut ioniser les atomes de l'échantillon. Lors du passage de cet état instable à un état stable, l'atome émet un rayon X. Ces rayons X vont permettre de connaître la nature chimique des atomes présents dans l'échantillon. Cette analyse est possible grâce à la sonde EDS.

Grâce au MEB muni d'une sonde EDS, la composition chimique des échantillons avant et après les tests d'usure tribologique a été déterminée. Il a ainsi été possible de quantifier l'évolution de la composition chimique des traces d'usures, en fonction des cycles de frottement ou de fretting. Sa résolution spatiale est de l'ordre du micromètre.

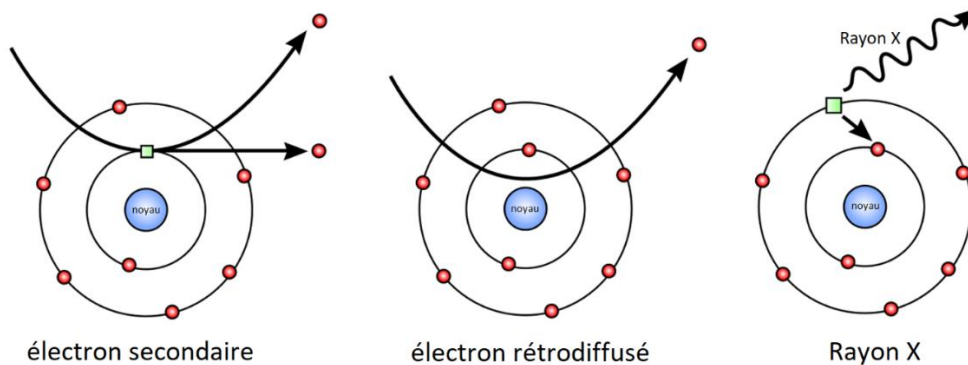


Figure 33 : Interaction entre la matière et les électrons

## 2. Méthodologie d'analyse

L'analyse des revêtements avant toute dégradation a été réalisée. Cette analyse permet de connaître la composition chimique des revêtements et de confirmer la profondeur d'analyse avec les paramètres choisis et la sensibilité de l'appareil.

Les paramètres d'analyse choisis pour l'ensemble des échantillons sont présentés dans le Tableau 2 :

Grandissement	Tension d'accélération	Distance de travail
<ul style="list-style-type: none"> <li>• x40 plans vierges</li> <li>• x120 hémisphères</li> <li>• x120 plans (fretting)</li> <li>• x40 plans (frottement)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 15 keV</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 9 à 10 mm</li> </ul>

Tableau 2 : Paramètres d'analyse MEB/EDX

Le grandissement a été adapté afin d'avoir un champ d'analyse permettant d'observer et d'analyser la totalité des différentes traces d'usure. Pour le grandissement à x120, le champ d'analyse est de 950  $\mu\text{m}$  x 710  $\mu\text{m}$  et pour le grandissement x40, il est de 2,86 mm x 2,13 mm. À 15 keV, la profondeur d'analyse est d'environ 1  $\mu\text{m}$  (pour l'or, argent, palladium et nickel), ce qui a été confirmé par les résultats des analyses réalisées sur les échantillons vierges (Chapitre 3).

De plus, il est essentiel de vérifier la sensibilité de l'appareil dans ces conditions opératoires et donc dans les 1  $\mu\text{m}$  de profondeur analysée. Dans ce but, une étude à différentes tensions d'accélération a été réalisée sur des échantillons avec de très faibles épaisseurs d'or. Le Tableau 3 réunit les résultats obtenus pour un revêtement 3 nm Au/ 1,3  $\mu\text{m}$  Ni/CuSn<sub>6</sub>

3nm Au			
	10 keV	15 keV	20 keV
%Au	2,5	1,3	0,9
%Ni	97,5	98,3	96,2
%Cu	0,0	0,4	2,8

Tableau 3 : Pourcentages atomiques obtenus à différentes tensions d'accélération

On remarque que, comme attendu plus la tension d'accélération est importante, plus la profondeur d'analyse l'est aussi. À 10 keV le substrat cuivreux n'est pas détecté, tandis qu'à 20 keV le pourcentage atomique du cuivre atteint presque 3 %at. Ceci a aussi un impact sur le pourcentage atomique d'or obtenu pour la même épaisseur analysée. Cependant cette vérification permet de montrer que même pour une tension d'accélération plus importante (20 keV), les 3 nm d'or sont détectés par l'EDS. La tension d'accélération a été fixée à 15 keV pour la suite des analyses.

Avec ces paramètres, des analyses ont été réalisées en suivant les différentes étapes illustrées dans la Figure 34 pour les échantillons vierges et dans la Figure 35 pour les traces d'usure. Avant de réaliser les analyses des traces d'usure, les échantillons ont été nettoyés à l'aide d'une soufflette.

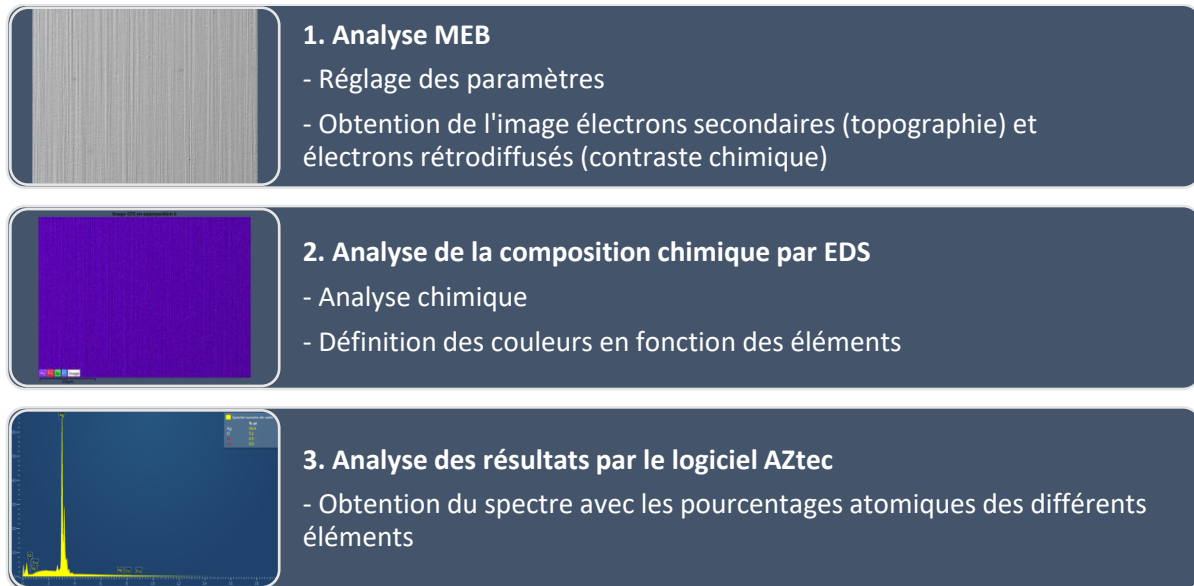


Figure 34 : Méthodologie d'analyse de la composition chimique des échantillons vierges

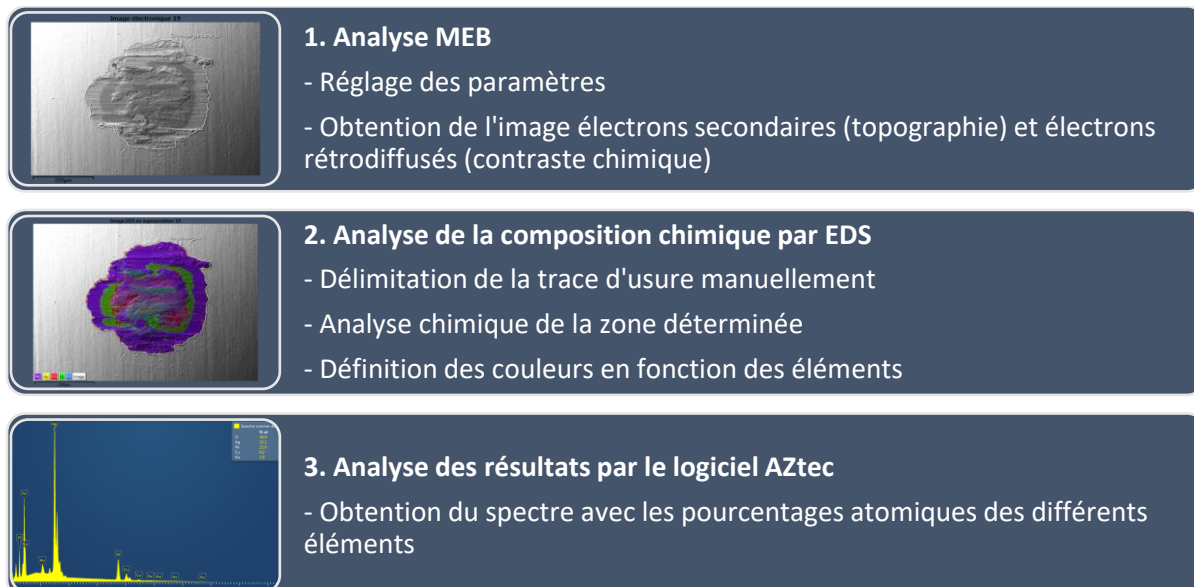


Figure 35 : Méthodologie d'analyse de la composition chimique des traces d'usures

Cette analyse a été effectuée pour l'ensemble des traces d'usure afin de suivre l'évolution de la composition chimique de la zone de contact en fonction des cycles d'usure, en effet Laporte a mis en évidence le lien entre la résistance de contact et la composition chimique des traces d'usure<sup>21</sup>.

L'incertitude de cette analyse vient du fait que la zone à analyser est déterminée manuellement. Cependant, afin de valider cette méthodologie, le même échantillon a été analysé à différents moments et par des personnes différentes : la variation de composition chimique n'excède pas 1 %.

De plus, il faut prendre en compte le fait que cette analyse est réalisée à environ 1 µm de profondeur, les pourcentages atomiques obtenus proviennent donc d'un volume et pas uniquement de la surface.

### C. Dureté et Module de Young par Nano indentation

Selon la dureté et l'élasticité des revêtements, le contact entre deux systèmes n'aura pas lieu de la même façon. La dureté et le module de Young sont deux valeurs à connaître. En effet, les deux propriétés influencent la résistance à l'usure ainsi que la résistance de contact des systèmes étudiés. Dans ce but, de la nano-indentation a été mise en œuvre afin de connaître et de comparer les propriétés mécaniques de chacun des revêtements.

#### 1. Intérêt et principe de la technique

La nano-indentation permet la mesure des propriétés élastiques et plastiques de matériaux en surface, de quelques nanomètres à quelques micromètres de profondeur. Les propriétés principalement obtenues sont la dureté et le module de Young du matériau.

Afin de caractériser ces deux paramètres, des indentations ont été réalisées avec un nano-indenteur Anton Paar NHT<sup>3</sup>. La Figure 36 illustre d'une part (a) l'indentation réalisée sur l'échantillon et d'autre part (b) la courbe obtenue. L'indenteur pénètre dans l'échantillon jusqu'à atteindre, soit une force normale maximale indiquée ( $F_{max}$ ), soit une profondeur d'indentation maximum indiquée ( $h_{max}$ ). Ces deux grandeurs sont mesurées en continu tout au long de l'indentation, ce qui permet d'obtenir la courbe de la force appliquée ( $F$ ) en fonction de la profondeur de pénétration ( $h$ ). Lorsque l'indenteur pénètre dans l'échantillon, la partie de la courbe appelée charge est obtenue et lorsque l'indenteur se retire la partie de la courbe appelée décharge est obtenue.<sup>58</sup>

La courbe obtenue permet le calcul de la rigidité du contact  $S$ , elle correspond à la pente au sommet de la courbe de décharge et elle décrit la capacité d'un corps solide à s'opposer à des déformations. Cette valeur,  $S$ , permet également de calculer l'aire de contact projetée  $A_p$  (Figure 36 (b)).<sup>59</sup>

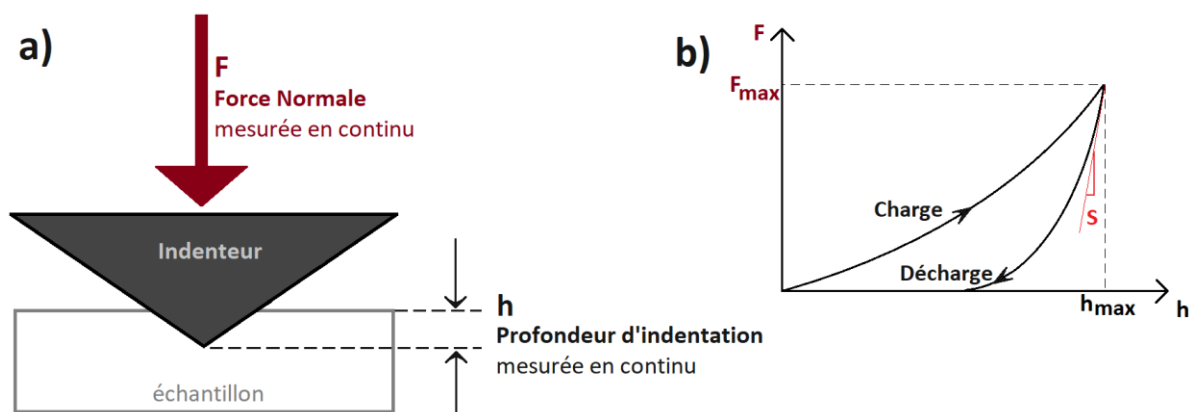


Figure 36 : Principe de la mesure d'indentation

Les grandeurs suivantes permettent de calculer la dureté (22) et le module de Young réduit (23) :

$$H_{IT} = \frac{F_m}{A_p} \quad (22)$$



$$E_r = \frac{\sqrt{\pi} S}{2\beta \sqrt{A_p}} \quad (23)$$

$H_{IT}$	Dureté instrumentée
$E_r$	Module réduit (GPa)
$F_m$	Force maximale appliquée (mN)
$A_p$	Aire de contact projetée ( $\mu\text{m}^2$ )
$S$	Raideur ( $\text{N.m}^{-1}$ )
$\beta$	Constante qui dépend de la forme de l'indenteur

La dureté d'un matériau est reliée à la capacité du matériau à se déformer plastiquement. C'est le rapport de la force maximale appliquée sur l'aire de l'empreinte résiduelle laissée dans le matériau après le retrait de l'indenteur. Le module de Young d'un matériau caractérise sa réponse en élasticité, celui-ci est calculé lors de la décharge totale de l'échantillon. Finalement, le module  $E_r$  correspond au module réduit du système, il tient compte du module du matériau indenté ( $E_m$ ) et du module de l'indenteur ( $E_i$ ) ainsi que des coefficients de poisson  $\nu$  (24) :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu_m^2}{E_m} \quad (24)$$

Le calcul des propriétés mécaniques des échantillons est possible à partir des courbes d'indentation et du modèle micromécanique développé par Oliver and Pharr<sup>60</sup>. Cependant, ce modèle a été développé pour un contact mécanique élastique (*sink-in*), il est donc limité par l'effet *pile-up* (bourrelet) (Figure 37).

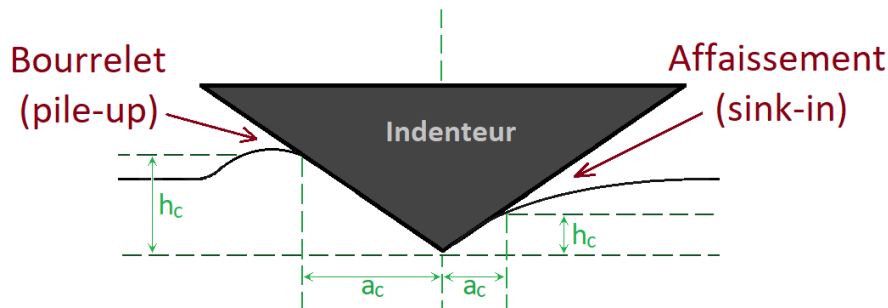


Figure 37 : Contact mécanique élastique et effet *pile-up*

En fonction de l'étendue du *pile-up*, l'aire de contact ( $A_c$ ) peut être plus grande que la surface théorique déterminée pour un contact élastique, ce qui entraîne une surestimation de 60 % de la dureté ( $H$ ) et de 30 % du module de Young ( $E$ )<sup>61</sup>. De plus, dans le cas de films minces, l'influence du substrat n'est pas négligeable. C'est pourquoi il est préconisé que la profondeur de pénétration maximum soit inférieure à 10 % de l'épaisseur du dépôt, c'est-à-dire d'environ 80 nm à 250 nm pour les échantillons étudiés. D'autre part, la norme ISO 14177 préconise que la profondeur de pénétration maximum ( $h_m$ ) soit supérieure à 20 fois la rugosité du dépôt, dans notre cas  $\sim 3,5 \mu\text{m}$ , la rugosité des revêtements étant de l'ordre de  $0,2 \mu\text{m}$ . Ces deux préconisations sont donc contradictoires pour les échantillons étudiés. Il a été choisi une profondeur de pénétration maximum de 10 à 30% de la somme des épaisseurs des dépôts des métaux précieux et de faire en moyenne 100 indentations afin de s'affranchir de l'effet de la rugosité pour obtenir une valeur statistiquement représentative de la réalité.

## 2. Méthodologie d'analyse

Afin de déterminer la dureté et le module de Young des revêtements étudiés, des indentations ont été réalisées avec une force normale maximum variant de 0,3 à 400 mN avec un temps de pause de 20 secondes pour l'ensemble des échantillons. La pointe utilisée est un indenteur Berkovich et le nombre d'indentation allait de 25 à 120. Les paramètres d'essais ont été regroupés dans le Tableau 4 ci-dessous :

Force maximale	Nombre d'indentations	Pointe de l'indenteur et temps de pause
<ul style="list-style-type: none"><li>• 0,3 mN à 400 mN</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• 25 à 50 indentations (pour les forces normales &gt; 50 mN)</li><li>• 100 à 120 indentations (pour les faibles forces normales)</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Pointe Berkovich</li><li>• 20 sec de pause entre la charge et la décharge</li></ul>

Tableau 4 : Paramètres de nano-indentation

Afin d'obtenir la dureté et le module de Young de nos différents revêtements, ces paramètres ont été tracés en fonction de la profondeur de pénétration. Ensuite, la moyenne des valeurs avec  $h_m < 30\%$  de l'épaisseur a été obtenue pour les revêtements avec de faibles épaisseurs (or et palladium nickel) et la moyenne des valeurs  $h_m < 20\%$  de l'épaisseur pour les revêtements à forte épaisseur (argent).

### D. Rugosité et quantification de l'usure par Profilomètre optique

Un paramètre également important à connaître est la rugosité. En effet, elle influence la zone de contact entre les hémisphères et les plans. Cette mesure permet de caractériser les irrégularités de surface en se basant sur la hauteur des pics et la profondeur des creux par rapport à une ligne moyenne. Ces irrégularités dépendent de la nature des substrats, du procédé d'usinage des substrats et des conditions de placage des revêtements.

De plus, grâce au même équipement (profilomètre interférométrique 3D Bruker Contour GT-X), le volume d'usure des différents revêtements a été quantifié en fonction de la configuration choisie, du test de dégradation tribologique et du nombre de cycles.

#### 1. Intérêt et principe de la technique

Sur le plan macroscopique, les deux parties du contact sont initialement considérées comme parfaitement lisses, alors qu'en réalité les surfaces de contact sont rugueuses. Cette caractéristique de l'état de surface des échantillons peut fortement influencer le contact, aussi bien d'un point de vue mécanique qu'électrique. La norme ISO25178 contient les paramètres qui permettent de caractériser la rugosité d'une surface<sup>62</sup>, le paramètre suivant a été étudié pour caractériser les surfaces :

**La hauteur moyenne arithmétique,  $S_a$** , correspond à la moyenne arithmétique de l'ordonnée absolue  $Z(x, y)$  dans la zone de caractérisation (Figure 38). Ce paramètre très utilisé permet également de fournir des résultats stables car il n'est pas significativement influencé par les rayures ponctuelles, certaines contaminations et le bruit de mesure.



$$Sa = \frac{1}{A} \iint_A |Z(x,y)| dx dy$$

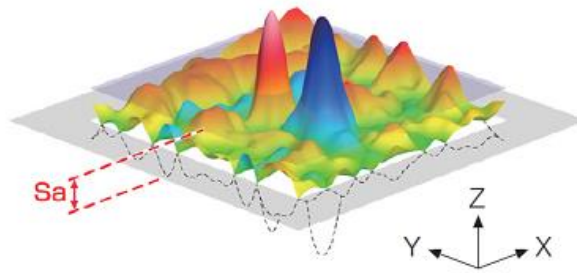


Figure 38 : Illustration des paramètres caractérisant la rugosité de surface<sup>62</sup>

Le principe du profilomètre interférométrique est basé sur la séparation d'un faisceau lumineux en deux parties. Un des faisceaux - le faisceau de référence - se reflète sur un miroir de référence lisse avant de revenir dans l'objectif tandis que l'autre - le faisceau test - se reflète sur la surface de l'échantillon et revient dans l'objectif. Des franges d'interférence sont générées par la différence de chemin optique entre les deux faisceaux. Le nombre de franges et leur écartement dépendent de l'inclinaison relative entre l'échantillon et le miroir de référence. Les interférences sont reçues par une caméra CCD et le signal est transféré à l'ordinateur, où une image 3D de la surface de l'échantillon est reconstruite (Figure 39).<sup>63</sup>

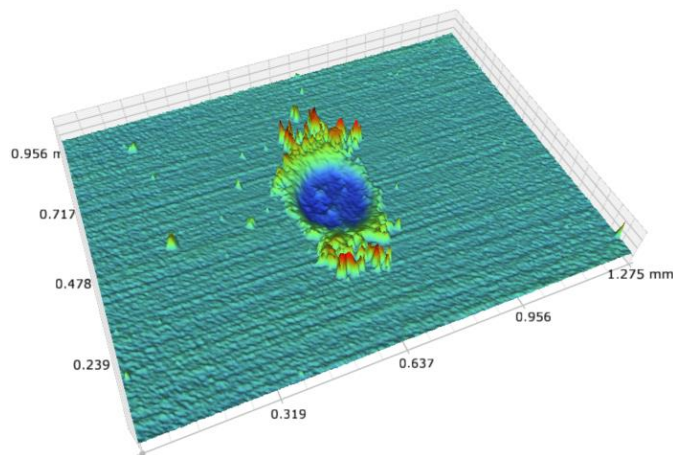


Figure 39 : Exemple d'image 3D obtenue avec un profilomètre optique

Parmi ces points forts, cette technique a la meilleure résolution verticale (0,1 à 5 nm) par rapport à toutes les méthodes optiques<sup>63</sup> et convient aux échantillons fortement courbés, ce qui est le cas de nos hémisphères. Cependant, cette technique est associée à des limites d'utilisation, notamment la difficulté d'analyse des surfaces peu réfléchissantes ou avec beaucoup de contraste. Ceci peut poser un problème lors de la caractérisation 3D des traces d'usure très oxydées qui sont des zones peu réfléchissantes – zones noires – tandis que les revêtements sont très réfléchissants – zones claires -.

## 2. Méthodologie d'analyse

Une image 2D et/ou 3D de la surface analysée est obtenue, ce qui permet dans un premier temps de visualiser la topographie des échantillons et de calculer la rugosité de surface des échantillons vierges et dans un deuxième temps de caractériser la topographie des échantillons après les tests de

frottement et fretting et ainsi de déterminer le volume d'usure. Le logiciel Vision 64 a été utilisé pour l'ensemble des calculs.

Les paragraphes suivants vont décrire la méthodologie utilisée pour calculer la rugosité puis celle utilisée pour calculer les volumes d'usure.

a. Rugosité

Les paramètres utilisés pour caractériser la rugosité des échantillons sont les suivants (Tableau 5) :

Acquisition de l'image	Traitement des données (filtres)
<ul style="list-style-type: none"> <li>• FOV : x1</li> <li>• G : x5</li> <li>• Image 1274 x 965 <math>\mu\text{m}</math></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Data Restore : 5pts</li> <li>• Statistic Filter : Median, windows size 3</li> <li>• Tilt Removal</li> <li>• Gaussian Regression Filter : Robust, ordre 2, Short Wavelength Pass (S-Filter) <math>\lambda_s = 0.25\text{mm}</math></li> </ul>

Tableau 5 : Paramètres de caractérisation de la rugosité

Les paramètres choisis permettent de masquer les ondulations dues au laminage. La rugosité de surface et l'ondulation ont été caractérisées séparément.

Un exemple de calcul est présenté : des images 2D de 1,26 x 0,95 mm sont obtenues comme illustré dans la Figure 40. À partir de cette image 2D, la zone (en rouge) à partir de laquelle un profil a été extrait est mise en évidence.

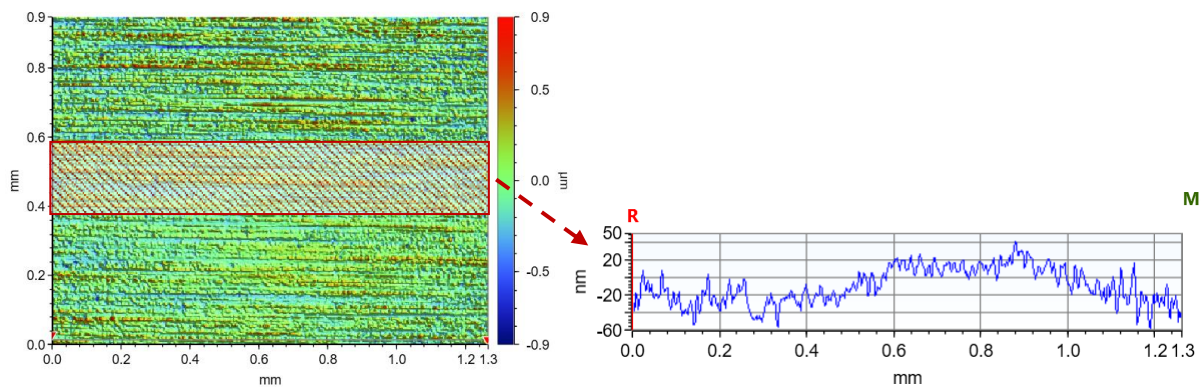


Figure 40 : Topographie 2D du substrat CuNi3Si1Mg et profil en X brut du substrat CuNi3Si1Mg

Le but de ces calculs est de caractériser la rugosité d'un échantillon et de différencier celle-ci (haute fréquence) de l'ondulation (basse fréquence). D'après les normes, la frontière entre ces deux grandeurs physiques est établie à partir de la valeur  $\lambda_c$  qui correspond à  $1/5^{\text{ème}}$  de la longueur d'analyse,  $L_m$ . Cette longueur étant égale à 1,26 mm, le traitement de ces images a été réalisé à une valeur de 0,25 mm de  $\lambda_c$ .

Les filtres regroupés dans le Tableau 5 ont permis d'obtenir les profils illustrés dans la Figure 41 et les images illustrées dans la Figure 42 dans laquelle, à gauche (a) est représenté le profil linéaire de la rugosité ainsi que son image 2D et à droite (b) celui de l'ondulation.

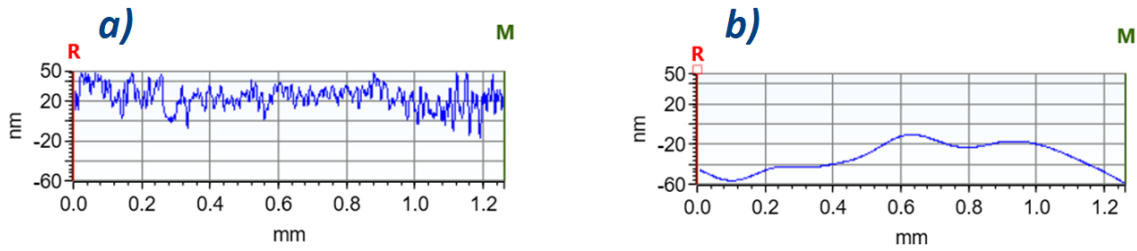


Figure 41 : Profils en X de rugosité (a) et ondulation (b)

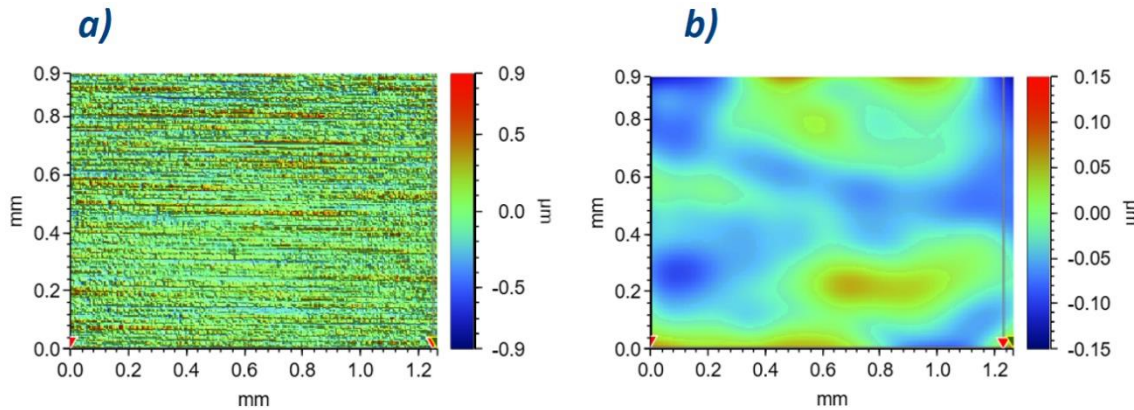


Figure 42 : Images 2D de rugosité (a) et ondulation (b)

Par rapport au profil initialement obtenu (Figure 40), les variations de hauteur ont une fréquence similaire au profil (a) de la rugosité mais une amplitude plus faible tandis que pour le profil obtenu pour l'ondulation (b), la fréquence de variation de la hauteur est beaucoup plus faible par rapport au profil brut mais l'amplitude est proche.

À partir de ces images, la rugosité moyenne du  $\text{CuNi}_3\text{Si}_1\text{Mg}$  a été déterminée à  $113 \pm 3$  nm et l'ondulation est égale à  $34 \pm 3$  nm.

Finalement, lorsque  $\lambda_c$  est égal à 80 nm, le profil d'ondulation obtenu permet de caractériser les stries de laminage du substrat, comme illustré dans la Figure 43. En moyenne, pour ce substrat, les stries de laminage ont été caractérisées à  $53 \pm 7$  nm.

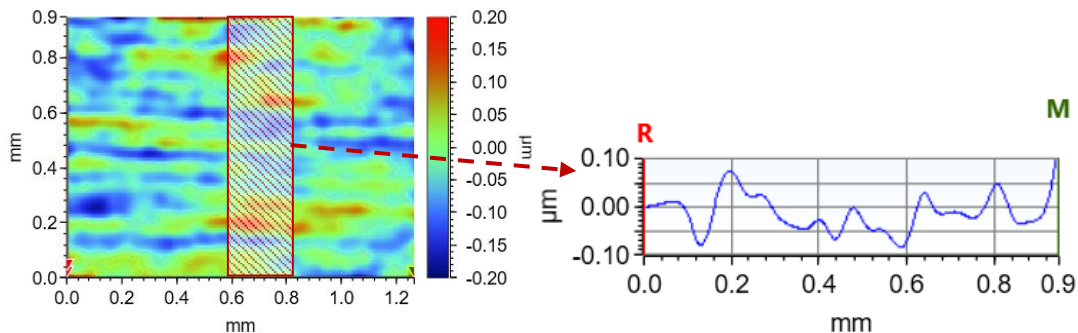


Figure 43 : Image 2D des stries de laminage et profil en Y

#### b. Volumes d'usure

Une donnée intéressante à mesurer à la suite de ces essais est le volume d'usure. Comme Belakhdar<sup>16</sup> l'a montré, la résistance de contact dépend fortement de l'évolution topographique de l'interface de contact. Pour cela, les images 3D des traces d'usure sont analysées afin de déterminer les volumes

positifs  $V^+$  (apport de matière) et négatifs  $V^-$  (perte de matière) des plans et des hémisphères. Ensuite, la somme de ces deux volumes d'usure donne le volume d'usure totale  $V_{Tot}$  comme le montrent les équations 25 et 26 ci-dessous.

$$V_{pion} = V_{pion}^- - V_{pion}^+ \text{ et } V_{plan} = V_{plan}^- - V_{plan}^+ \quad (25)$$

$$V_{Tot} = |V_{pion}| + |V_{plan}| \quad (26)$$

La Figure 44 illustre un profil 2D d'un plan usé : en rouge le volume d'usure positif et en bleu le volume d'usure négatif. La complexité de cette analyse a lieu dans le choix et le placement de la référence 0, plus particulièrement pour les hémisphères.

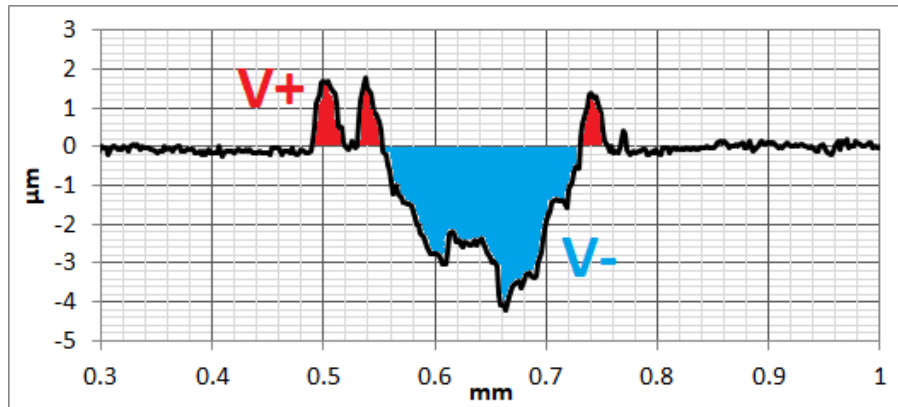


Figure 44 : Illustration d'un profil 2D avec des volumes positifs et négatifs

De nombreux essais ont été réalisés afin d'obtenir une méthodologie correcte pouvant calculer de façon répétable le volume d'usure, cette méthodologie ainsi que les paramètres utilisés sont présentés dans le Tableau 6 ci-dessous :

Acquisition de l'image	Traitement des données (filtres)	Calcul : Multiple Region Analysis
<ul style="list-style-type: none"> <li>• FOV : x1</li> <li>• G : x5</li> <li>• Image : 1.0x1.3mm</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Data Restore : 8pts</li> <li>• Terms Removal : Cylinder and Til (avec Terms Maks)</li> <li>• Statistic Filter : Median, windows size 3</li> <li>• Mask Data : cercle ~0.5mm</li> <li>• Terms Removal : Tilt Only (avec Terms Mask)</li> <li>• Mask Data : Manuel autour de la trace d'usure</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Region Fiding Routine : By Threshold 200 - 300nm</li> <li>• Zero Level : Zero</li> </ul>

Tableau 6 : Paramètres et méthodologie de calcul pour les volumes d'usures des hémisphères

L'ensemble de ces traitements cherche à obtenir dans un premier temps une surface « plane ». En effet, les hémisphères ont un rayon de courbure qui n'est pas parfait, ce qui complique la détermination de la référence 0. Lorsque le logiciel extrait mathématiquement le rayon de courbure pour aplanir la surface, le résultat n'est pas parfaitement plan, ce qui engendre une incertitude de calcul. Malgré cette complexité, cette méthodologie permet d'obtenir des résultats répétables.

Pour le calcul des volumes d'usures des plans, cette méthodologie a été simplifiée.

Finalement, à partir du volume d'usure, le taux d'usure a été calculé à partir de l'équation (26) suivante :

$$\text{Taux d'usure} = \frac{V_{tot}}{F_N \times \text{Distance totale parcourue}} \quad (27)$$

La distance totale parcourue correspond au nombre de cycles totaux multiplié par la distance parcourue durant un cycle.

#### E. Diffusion entre les revêtements par Spectromètre à décharge lumineuse (SDL)

Afin d'étudier la diffusion de l'or dans l'argent pour les échantillons nGCS, un spectromètre à décharge lumineuse a été utilisé. Cette technique permet de déterminer les profils des éléments présents dans un matériau en fonction de la profondeur. Avec les profils obtenus, la diffusion de l'argent dans l'or en fonction du temps a été caractérisée.

La spectrométrie à décharge lumineuse a connu un essor important au cours des vingt dernières années. Elle permet, entre autres, l'analyse de la surface d'échantillons revêtus. Cette technique possède des atouts majeurs, en particulier une mise en œuvre simple (vide primaire). De plus, la préparation des échantillons est simple ; dans notre cas la seule contrainte était d'avoir une surface plane de dimension supérieure à 12 mm de diamètre et de faible rugosité. Finalement, la résolution en profondeur est satisfaisante (de quelques nanomètres jusqu'à 100  $\mu\text{m}$ ) et la durée d'analyse est courte sur des échantillons conducteurs et isolants.<sup>64</sup>

L'utilisation de la lampe à décharge lumineuse comme source d'excitation pour l'analyse par spectrométrie d'émission optique des matériaux est dérivée de la lampe de Grimm. Dans une atmosphère d'argon sous faible pression, une tension de quelques centaines de volts est appliquée entre une anode et l'échantillon polarisé négativement. Les ions argons créés sont accélérés et bombardent la surface de l'échantillon : il y a érosion de la surface par pulvérisation ionique.

Les atomes éjectés sont excités par collision avec les ions ou les électrons du plasma. Lors de leur retour à l'état fondamental, ces atomes excités émettent des photons de longueur d'onde caractéristique. Des photomultiplicateurs vont détecter ces rayonnements. Les signaux sont traités afin d'obtenir la répartition des éléments en fonction de la durée d'érosion.

Ces analyses ont été réalisées par l'institut UTINAM UMR 6213.

#### F. Cristallographie par diffraction des rayons X (DRX)

Cette technique permet, d'une part, de démontrer la nature cristalline ou amorphe d'un solide ou une poudre et, d'autre part, de déterminer les différentes orientations cristallines. Elle est appliquée principalement aux matériaux inorganiques tels que les minéraux, métaux, alliages et céramiques, et a permis d'établir un lien entre les paramètres d'élaboration de couches minces et leurs propriétés électriques<sup>65</sup>. C'est une technique d'analyse non destructive et elle a permis de vérifier l'évolution ou non de l'orientation cristalline des dépôts en fonction du temps.

Un diffractomètre de rayons X est principalement constitué de quatre éléments : un tube à rayons X, un porte-échantillon, un détecteur de rayons X et un goniomètre, comme montré dans la Figure 45 :

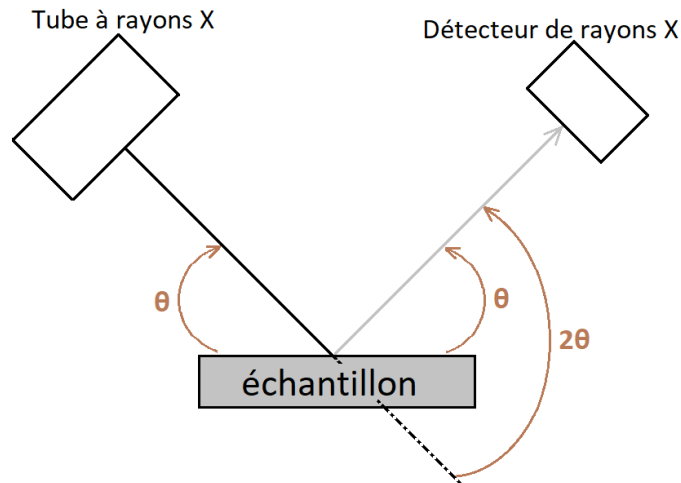


Figure 45 : Schéma d'un diffractomètre de rayons X

Cette technique utilise des rayonnements ionisants émis par un tube à rayons X qui vont être diffractés par l'échantillon. Le faisceau monochromatique incident du tube sera dévié sur les différents plans cristallins des grains qui constituent la matière. Ce faisceau diffracté produit un signal intense dans certaines zones (angles) précises de l'espace, ces zones correspondent à des familles de plans réticulaires. Le détecteur collecte ce signal, permettant ainsi le tracé d'une « courbe » de pics à des angles bien spécifiques de diffraction. La position de ces pics est une véritable signature de l'arrangement des atomes à l'intérieur du cristal.

La relation empirique qui relie les angles auxquels sont observés les pics de diffraction et les distances entre les plans atomiques est la loi de Bragg (équation 28) :

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (28)$$

$\lambda$	Longueur d'onde du faisceau de rayon X (m)
$d$	Distance inter réticulaire (m)
$\theta$	Angle incident des rayons X (°).

Les données sont enregistrées et ensuite le traitement des diffractogrammes s'effectue à l'aide d'un logiciel basé sur les données des fiches JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards). Ces données permettent d'une part l'identification des structures présentes et d'autre part, grâce à l'intensité relative des pics, l'obtention des informations sur la texture du matériau.

Ces analyses ont été réalisées par l'institut UTINAM UMR 6213.

#### IV. Choix des essais tribologiques

##### A. Dispositifs expérimentaux : Caractérisations électriques et tribologiques

Deux dispositifs tribologiques ont été utilisés dans le cadre de ces travaux. Le premier est une machine de frottement du laboratoire GPE d'Amphenol FCI Besançon et le second est une machine de fretting qui a été développée au laboratoire de Génie électrique et électronique de Paris. Ces deux dispositifs ont permis de caractériser les différents revêtements de deux façons différentes, dans des conditions contrôlées.



Pour ces deux types de test les deux parties, pion et plan, sont soumises à une force normale constante. Puis l'ensemble subit un déplacement imposé, comme montré dans la Figure 46 :

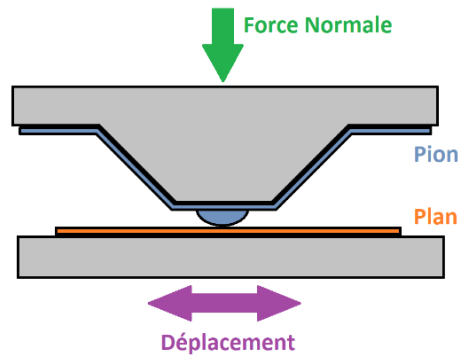


Figure 46 : Principe de tests d'usure tribologique

La résistance électrique du contact est l'un des paramètres les plus importants pour les connecteurs. Celle-ci est obtenue en mesurant la différence de potentiel aux bornes du contact, à courant imposé (Figure 47). Pour ces deux essais un courant  $I$  est appliqué et la méthode des quatre fils est utilisée.

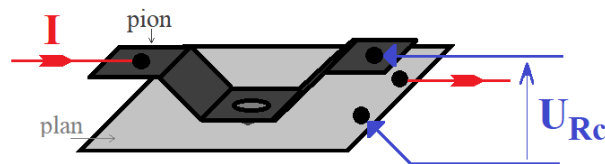


Figure 47 : Principe de la mesure de la résistance de contact

Dans cette étude, et d'après un critère industriel, le contact est considéré comme dégradé lorsque la résistance de contact atteint  $10 \text{ m}\Omega$ . Au delà de ce seuil, le contact est considéré comme défaillant.

## B. Frottements microscopiques

Les frottements microscopiques peuvent engendrer une forte détérioration de la résistance électrique de contact. Les premières recherches couplant fretting et contact électrique ont été menées par Antler<sup>66 67</sup>. Ces travaux ont montré l'intérêt d'appliquer des revêtements sur les contacts électriques pour réduire l'endommagement et augmenter les performances. Par la suite, de nombreux travaux ont été réalisés dans ce domaine. Ainsi, Hannel<sup>68</sup> a mis en évidence que la réponse électrique d'un contact dépend fortement de l'amplitude de déplacement appliquée.

### 1. Dispositif expérimental

Les essais de fretting ont été réalisés sur les mêmes contacts de type sphère/plan. Le dispositif expérimental du fretting utilisé pour les essais est décrit sur la Figure 48<sup>16 69</sup>.

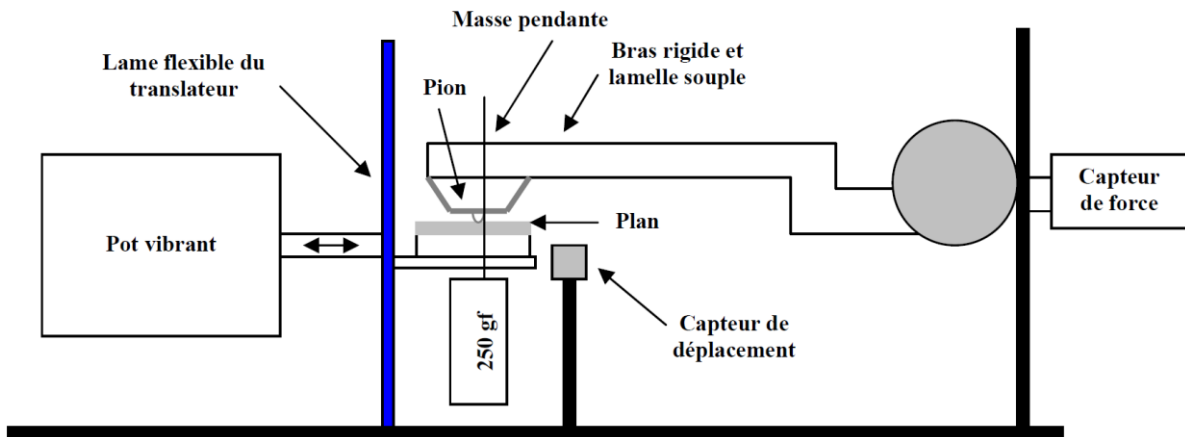


Figure 48 : Principe de fonctionnement du dispositif expérimental de fretting

## 2. Principe et paramètres de l'expérience

Une force normale de 1 N est appliquée sur le pion, le pot vibrant permet d'effectuer des mouvements sinusoïdaux du plan de  $\pm 25 \mu\text{m}$  à une fréquence de 10 Hz. Ces paramètres permettent d'être en condition de glissement total (Figure 12), et donc d'avoir une sollicitation importante des revêtements étudiés. Un asservissement est réalisé de façon à avoir un déplacement sinusoïdal d'amplitude  $25 \mu\text{m}$  tout au long des essais : les signaux du déplacement et de la force tangentielle et la tension aux bornes du contact sont enregistrés avec une vitesse d'échantillonnage de 333 kS/s. Le courant appliqué est de 20 mA tout au long de l'essai de fretting.

Pendant le déplacement du pion sur le plan, la mesure de la tension aux bornes du contact est réalisée en continu. À partir de cette mesure, l'évolution de la résistance de contact moyenne  $R_{\text{moy}}$  est suivie en fonction du nombre de cycles de fretting.  $R_{\text{moy}}$  est calculé à partir de la moyenne des 500 mesures de résistance de contact tout au long d'un cycle. La Figure 49 représente un exemple de ces 500 mesures de résistance de contact ( $R_c$ ) au cours d'un cycle.

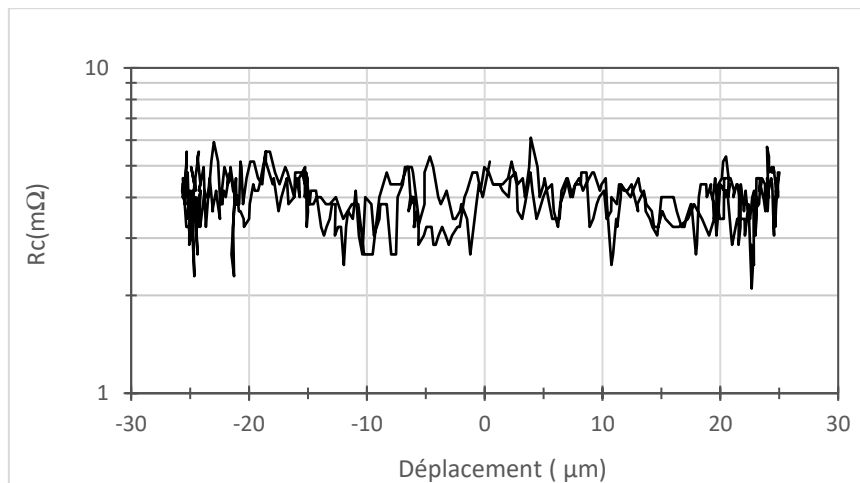


Figure 49 : Résistance de contact mesurée au cours d'un cycle de fretting

L'évolution de la force tangentielle a pu être suivie en fonction du déplacement pour chaque cycle de fretting. Un exemple de courbe représentant la force tangentielle en fonction du déplacement pour un cycle de fretting est reporté dans la Figure 50.



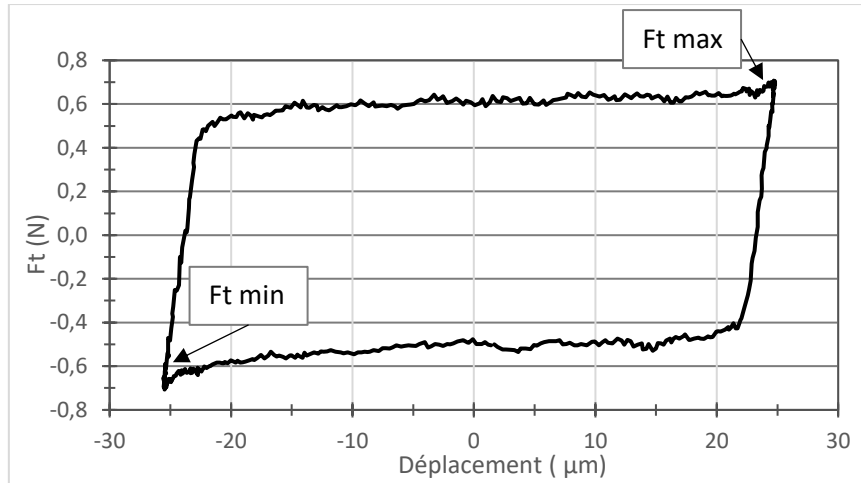


Figure 50 : Force tangentielle mesurée au cours d'un cycle de fretting

Il a été choisi de reporter pour chaque cycle la force tangentielle maximum ( $Ft_{max}$ ) correspondant à l'équation 28 : l'évolution de la force tangentielle maximum peut ainsi être suivie au cours des cycles de fretting.

$$Ft_{max} = \frac{|Ft_{max}| + |Ft_{min}|}{2} \quad (29)$$

En résumé, le Tableau 7 montre les paramètres utilisés pour l'ensemble des expériences de fretting.

Force normale	Fréquence	Amplitude	Courant
• 1 N	• 10 Hz	• $\pm 25 \mu\text{m}$	• 20 mA

Tableau 7 : Paramètres d'expériences des essais de fretting

### C. Frottements macroscopiques

#### 1. Dispositif expérimental

Les essais de frottement ont été réalisés sur les contacts de type sphère/plan, à l'aide d'un tribomètre Bruker UMT3 équipé d'un module mécanique à mouvement alternatif. Celui-ci est représenté dans le schéma de la Figure 51 :

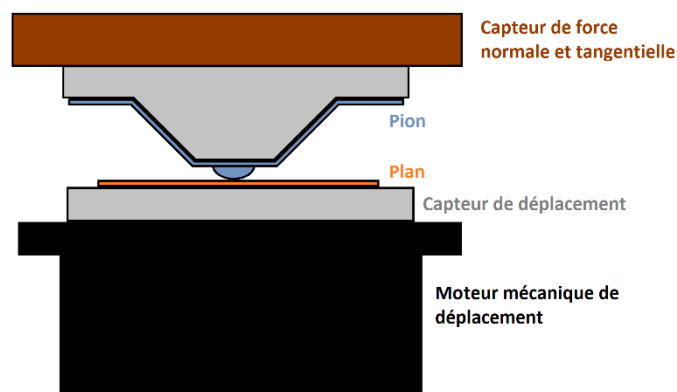


Figure 51 : Principe de fonctionnement du dispositif expérimental de frottement

## 2. Principe et paramètres de l'expérience

Une force normale de 1 N est appliquée et mesurée par un capteur de force électronique placé au-dessus du pion, un moteur mécanique permet d'effectuer des mouvements sinusoïdaux du plan de  $\pm 1$  mm à une fréquence de 0,53 Hz, ce qui correspond à 127 mm/min. Ces valeurs ont été choisies suivant la norme Telcordia GR1217 qui régit les connecteurs et fait appel à la norme EIA-364-09C pour les tests de frottement. Le courant appliqué est de 100 mA tout au long de l'essai de frottement.

Les valeurs de résistance de contact ainsi que la force tangentielle ont été acquises toutes les 0,1 s (fréquence de 10 Hz). La Figure 52 montre un exemple des mesures de déplacement non moyenné en fonction du temps : le mouvement latéral imposé varie bien de  $\pm 1$  mm :

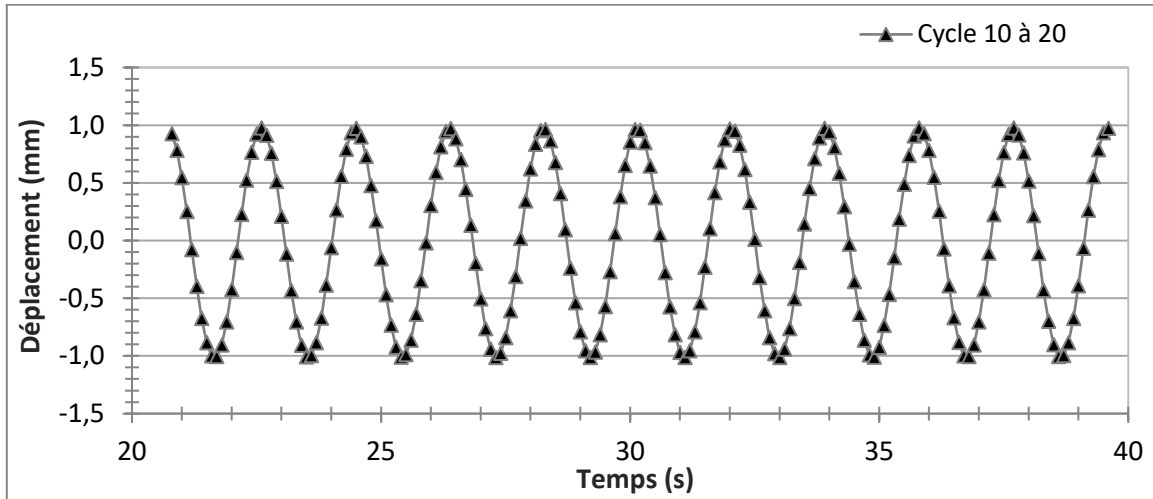


Figure 52 : Déplacement en fonction du temps pour 10 cycles de frottement

18,87 acquisitions par cycles sont obtenues, la Figure 53 illustre les mesures de force tangentielle pour 10 cycles de frottement et la Figure 54 illustre la résistance de contact obtenue pour 10 cycles de frottement. Ensuite, afin d'étudier l'évolution de la résistance de contact et la force tangentielle en fonction des frottements, la moyenne des 20 mesures (toutes les 2 secondes) a été effectuée, c'est-à-dire environ une mesure par cycle.

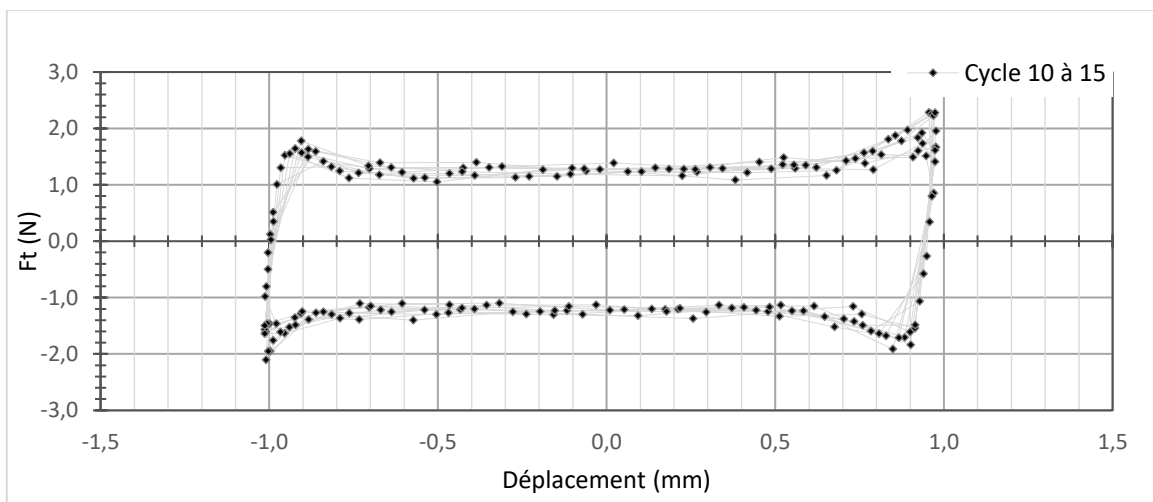


Figure 53 : Force tangentielle en fonction du déplacement pour 10 cycles de frottement

Finalement, pour calculer le coefficient de frottement, le logiciel de traitement utilisé (fourni par Bruker), fait le rapport entre la force tangentielle mesurée et la force normale appliquée.

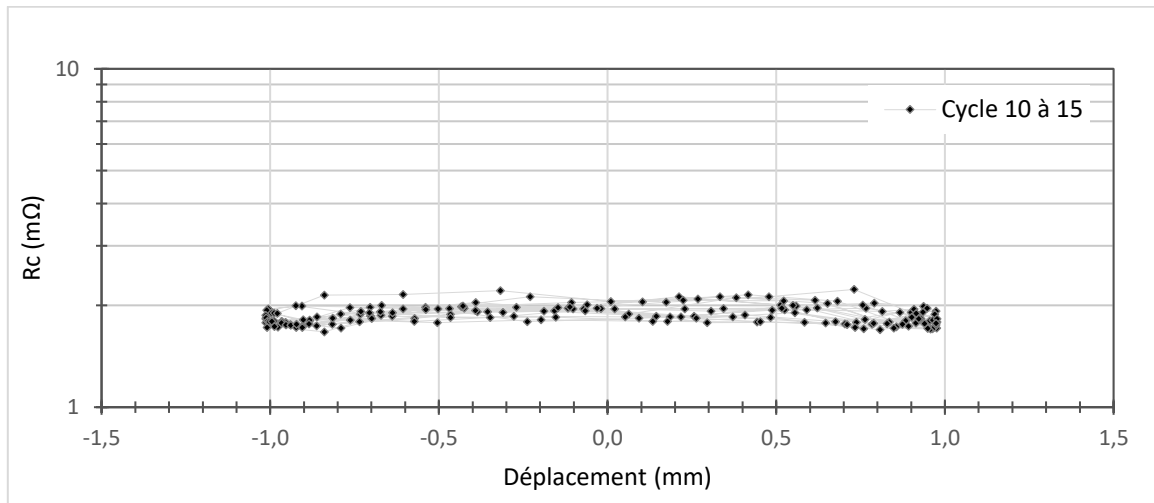


Figure 54 : Résistance de contact en fonction du déplacement pour 5 cycles de frottement

En résumé, le Tableau 8 ci-dessous montre les paramètres utilisés pour l'ensemble des expériences de frottement.

Force normale	Fréquence	Amplitude	Courant
• 1 N	• 0,53 Hz	• $\pm 1$ mm	• 100 mA

Tableau 8 : Paramètres d'expériences des essais de frottement

## V. Conclusion

Ce chapitre a présenté l'ensemble des paramètres liés à cette étude ainsi que les caractérisations réalisées sur les revêtements, avant et après les tests tribologiques.

La géométrie choisie est un contact ponctuel, sphère/plan. Le rayon de contact de la sphère est de 1,4 mm. De plus, les processus de fabrications industrielle des échantillons ont été décrits ainsi que la composition des quatre revêtements étudiés :

- FG : Au / Ni / Substrat ;
- GXT : Au / PdNi / Ni / Substrat ;
- nAGT : Ag / Ni / Substrat ;
- nGCS : Au / Ag / Ni / Substrat.

Ces quatre revêtements vont permettre d'étudier 16 configurations différentes. Quatre symétriques - les deux surfaces de contact ont le même revêtement - et douze dissymétriques - les deux surfaces de contact ont des revêtements différents -. Peu d'études de nos jours ont été réalisées sur des configurations dissymétriques<sup>70</sup>. Perrinet<sup>71</sup> et Laporte<sup>21</sup> ont étudié deux et cinq configurations dissymétriques durant leurs études doctorales.

D'autre part, la méthodologie utilisée pour caractériser les échantillons vierges a également été décrite ainsi que les principes théoriques des techniques utilisées. En résumé, les paramètres suivants ont été caractérisés :

- Les épaisseurs des échantillons par fluorescences X,
- Les compositions chimiques grâce à la spectrométrie par dispersion d'énergie des rayons X (EDS),
- Les duretés et modules de Young par nano indentation,
- Les rugosités grâce à un interféromètre.

Les méthodologies utilisées pour caractériser les traces d'usures à la suite des tests tribologiques ont également été décrites. Les volumes d'usure ont été quantifiés à l'aide d'interféromètre, les évolutions de la composition chimique en fonction des cycles ont également été quantifiées à l'aide du MEB muni d'une sonde EDS.

Finalement, le vieillissement des échantillons à base d'argent (nAGT et nGCS) a été caractérisé par spectromètre à décharge lumineuse et par diffraction des rayons X.

*En fait, la démarche scientifique représente un effort pour libérer de toute émotion la recherche et la connaissance. ~ François Jacob*



# Chapitre 3 : Caractérisations des revêtements de l'étude

<b>I. Introduction</b>	<b>58</b>
<b>II. Caractérisations des substrats de cuivre et de la sous-couche de nickel</b>	<b>58</b>
A. Substrats d'alliage de cuivre	58
1. Substrat $\text{CuNi}_3\text{Si}_1\text{Mg}$	58
a. Composition chimique du substrat $\text{CuNi}_3\text{Si}_1\text{Mg}$	58
b. Rugosité et ondulation du substrat $\text{CuNi}_3\text{Si}_1\text{Mg}$	59
c. Dureté et module de Young du substrat $\text{CuNi}_3\text{Si}_1\text{Mg}$	59
d. Calcul de résistances de contact	61
2. Substrat $\text{CuSn}_6$	62
a. Composition chimique du substrat $\text{CuSn}_6$	62
b. Rugosité et ondulation du substrat $\text{CuSn}_6$	62
c. Dureté et module de Young du substrat $\text{CuSn}_6$	62
d. Calcul de résistances de contact	63
B. Sous couche de Ni	64
1. Composition chimique pour la sous-couche Ni	64
2. Rugosité et ondulation pour la sous-couche Ni	65
3. Dureté et module de Young pour la sous-couche Ni	65
<b>III. Caractérisations des revêtements vierges</b>	<b>66</b>
A. Revêtement FG	66
1. Épaisseur du revêtement FG	66
2. Composition chimique du revêtement FG	67
3. Rugosité et ondulation du revêtement FG	68
4. Dureté et module de Young du revêtement FG	68
5. Récapitulatif des analyses réalisées pour le revêtement FG	70
B. Revêtement GXT™	70
1. Épaisseur du revêtement GXT	70
2. Composition chimique du revêtement GXT	71
3. Rugosité et ondulation du revêtement GXT	73
4. Dureté et module de Young du revêtement GXT	73
5. Récapitulatif des analyses réalisées pour le revêtement GXT	75
C. Revêtement nAGT	75
1. Épaisseur du revêtement nAGT	75
2. Composition chimique du revêtement nAGT	76
3. Rugosité et ondulation du revêtement nAGT	77
4. Dureté et module de Young du revêtement nAGT	77
5. Récapitulatif des analyses réalisées pour le revêtement nAGT	79
D. Revêtement nGCS	79
1. Épaisseur du revêtement nGCS	79
2. Composition chimique du revêtement nGCS	80
3. Rugosité et ondulation du revêtement nGCS	81
4. Dureté et module de Young du revêtement nGCS	81
5. Récapitulatif des analyses réalisées pour le revêtement nGCS	82
<b>IV. Évolution des revêtements étudiés dans le temps</b>	<b>82</b>
A. Revêtements nGCS	82
B. Revêtements d'argent (nAGT)	85
1. Étude de l'évolution de la cristallographie par DRX	86
2. Étude de l'évolution des propriétés mécaniques au cours du temps	87
<b>V. Conclusion</b>	<b>89</b>

## I. Introduction

Ce chapitre regroupe les résultats des caractérisations effectuées sur les revêtements étudiés tout au long de ces travaux de thèse. Il est divisé en trois parties.

La première partie rassemble les résultats des caractérisations des deux substrats utilisés ainsi que de la sous-couche nickel. Ces caractérisations comprennent la composition chimique, la topographie de surface ainsi que les propriétés mécaniques. La deuxième partie présente les résultats de ces mêmes caractérisations ainsi que l'épaisseur des quatre revêtements étudiés.

La troisième et dernière partie de ce chapitre décrit les résultats concernant l'étude de l'évolution dans le temps des propriétés mécaniques des revêtements argentés. Seront présentés les analyses réalisées ainsi que les résultats obtenus pour les revêtements nAGT d'une part et, d'autre part, pour les revêtements nGCS.

Cette étude de thèse étant principalement expérimentale, elle nécessite une grande rigueur lors de la mise en place de la démarche expérimentale ainsi que dans l'application de cette démarche. Les résultats présentés dans ce troisième chapitre ont été obtenus à partir des démarches expérimentales décrites dans le chapitre précédent.

## II. Caractérisations des substrats de cuivre et de la sous-couche de nickel

Dans la première partie de ce chapitre, les résultats des caractérisations obtenus pour les deux substrats utilisés ainsi que pour la sous-couche de nickel vont être présentés.

### A. Substrats d'alliage de cuivre

#### 1. Substrat $CuNi_3Si_1Mg$

Le premier substrat étudié est l'alliage  $CuNi_3Si_1Mg$ , commercialement appelé C7025 ou K55. Ce substrat concerne uniquement les plans FG et GXT. Il est couramment utilisé dans l'industrie de la connectique. Les paragraphes suivants vont décrire les résultats obtenus concernant les caractérisations réalisées.

##### a. Composition chimique du substrat $CuNi_3Si_1Mg$

La composition chimique de ce substrat a été analysée à l'aide du MEB muni d'une sonde EDS. Celle-ci a été réalisée dans les conditions déterminées dans le chapitre précédent. La Figure 55 illustre le spectre obtenu lors de l'analyse. Les raies  $K_\alpha$  et  $L_\alpha$  du cuivre à 8,04 et 0,93 keV ;  $K_\alpha$  et  $L_\alpha$  du nickel à 7,47 et 0,85 keV ;  $K_\alpha$  du silicium à 1,74 keV et très faiblement la raie  $K_\alpha$  du magnésium à 1,25 keV sont présentées. À partir de ce spectre, on détermine la composition chimique du substrat cuivreux : 96,2 %at de Cu ; 2,6 %at de Ni ; 0,9 %at de Si et 0,3 %at de Mg. Ces résultats ont été obtenus à partir de la largeur à mi-hauteur des raies  $L_\alpha$  de Cu,  $K_\alpha$  de Ni et  $K_\alpha$  de Si.

La composition massique de cet alliage donnée par le fournisseur est de : 96,20 %m Cu ; 3,00 %m Ni ; 0,65 %m Si et 0,15 %m Mg. Ce qui correspond à 95,0 %at Cu ; 3,2 %at Ni ; 1,5 %at Si et 0,4 %at Mg. L'écart entre les valeurs théoriques attendues et celles obtenues expérimentalement sont de ~1 %at. Ceci peut être expliqué par le fait que les raies  $K_\alpha$  du cuivre et du nickel sont très proches et qu'aucune courbe d'étalonnage n'a été réalisée. Cet écart reste faible et il est compris dans l'incertitude de mesure.

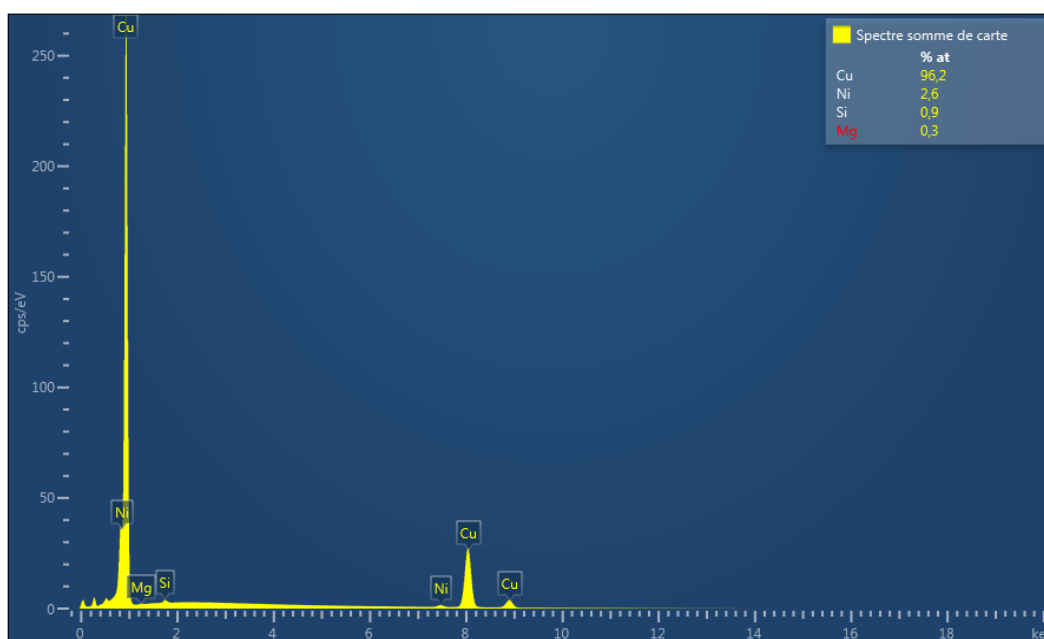


Figure 55 : Spectre EDS du substrat  $\text{CuNi}_3\text{Si}_1\text{Mg}$

b. Rugosité et ondulation du substrat  $\text{CuNi}_3\text{Si}_1\text{Mg}$

La rugosité et l'ondulation ont été caractérisées à l'aide d'un interféromètre. Des images 2D de 1,26 x 0,95 mm ont été obtenues. Un exemple est montré dans la Figure 40.

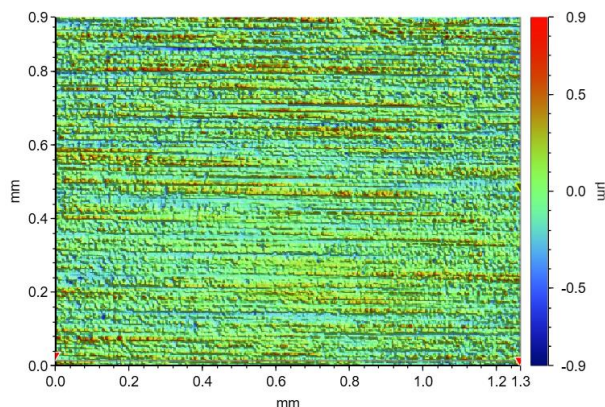


Figure 56 : Topographie 2D du substrat  $\text{CuNi}_3\text{Si}_1\text{Mg}$

À partir des caractérisations et des traitements des données, il a été déterminé qu'en moyenne la rugosité du substrat  $\text{CuNi}_3\text{Si}_1\text{Mg}$  est de  $113 \pm 3$  nm et l'ondulation est de  $34 \pm 3$  nm. De plus, les stries de laminage ont été caractérisées à  $53 \pm 7$  nm.

c. Dureté et module de Young du substrat  $\text{CuNi}_3\text{Si}_1\text{Mg}$

La troisième caractérisation réalisée sur ce substrat est la quantification des propriétés mécaniques par nano-indentation. Pour ceci, la méthode décrite dans le chapitre précédent a été utilisée. La Figure 57 illustre les résultats des indentations obtenues en fonction de la profondeur de pénétration maximum et la Figure 58 en fonction des forces normales maximales sur le substrat  $\text{CuNi}_3\text{Si}_1\text{Mg}$ .



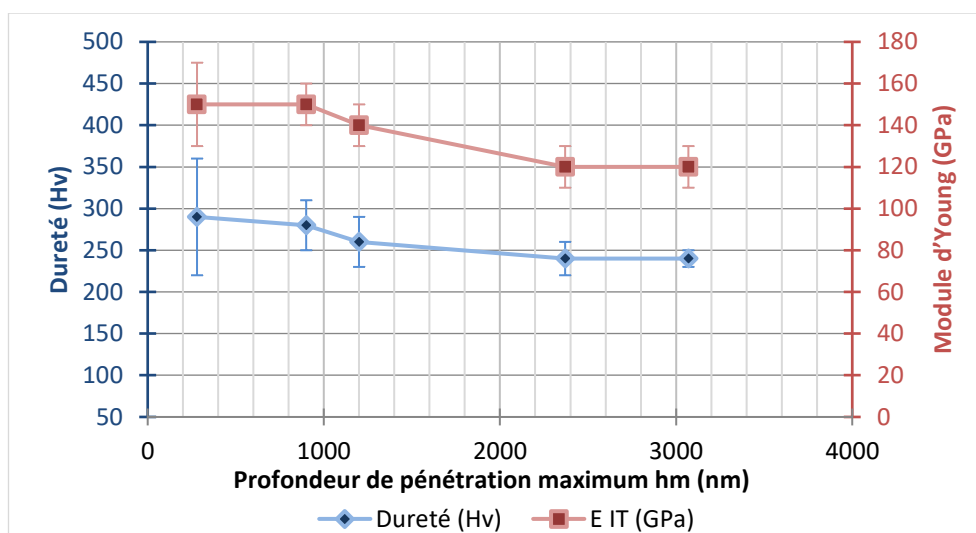


Figure 57 : Dureté et module de Young en fonction de la profondeur de pénétration maximum pour le substrat  $CuNi_3Si_1Mg$

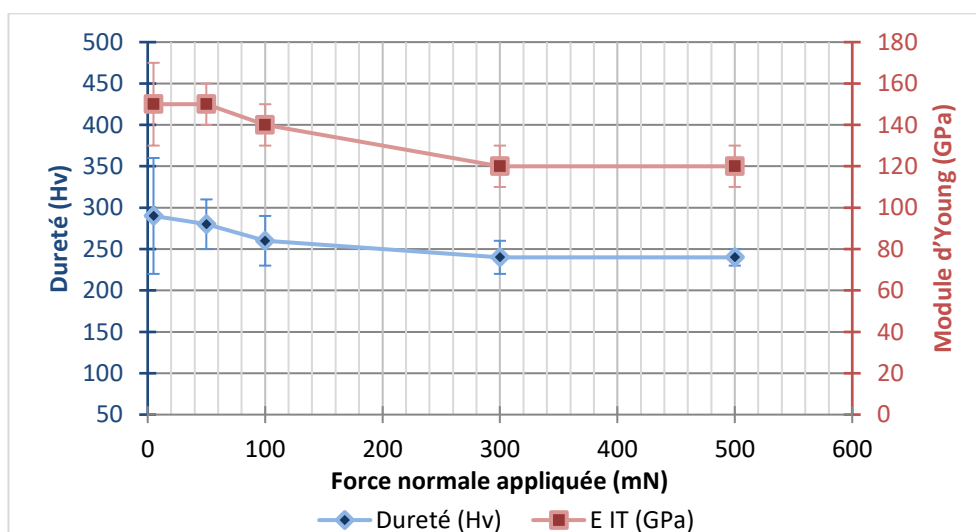


Figure 58 : Dureté et module de Young en fonction de la force normale appliquée pour le substrat  $CuNi_3Si_1Mg$

En bleu sont représentés les résultats de dureté et en rouge les résultats de module de Young. Ces deux paramètres évoluent en fonction de la charge appliquée. Pour les premières valeurs - à 280 nm de profondeur de pénétration - la dureté et le module de Young en moyenne sont les plus élevés, puis ces valeurs diminuent et se stabilisent à partir de 2370 nm de profondeur de pénétration (hm).

Les valeurs choisies pour caractériser les propriétés mécaniques du substrat sont celles obtenues à partir de 2370 nm de profondeur de pénétration (300 et 500 mN), ceci permet d'être le plus au cœur de l'échantillon afin de s'affranchir d'éventuelle oxydation de la surface du substrat mais surtout de la modification des propriétés mécaniques induites par la mise en forme de l'alliage de cuivre (par exemple le laminage). À partir de ces résultats, on a déterminé que pour ce substrat la dureté est de  $240 \pm 10$  Hv et le module de Young est de  $120 \pm 10$  GPa.

d. Calcul de résistances de contact

Les ordres de grandeur des éléments qui composent un contact symétrique sont :

- Résistivité donnée par le fournisseur :  $\rho \approx 40 \text{ } \mu\text{ACS}$  c'est-à-dire à  $4,3 \times 10^{-8} \text{ } \Omega\text{m}$ .
- Le rayon de l'hémisphère :  $R \approx 1,4 \text{ mm}$
- Le Module de Young :  $E \approx 120 \text{ GPa}$
- Force normale appliquée :  $F \approx 1 \text{ N}$
- Dureté :  $H \approx 240 \text{ Hv} \approx 2350 \text{ MPa}$

Ces données permettent donc d'évaluer le rayon  $a$  de l'aire de contact avec la formule de Hertz :

$$a = \left( \frac{3F_N R}{4E^*} \right)^{1/3} \approx 25 \text{ } \mu\text{m}$$

La théorie de Hertz permet aussi d'évaluer la pression de contact maximale  $P_0$  (équation 4) et la pression de contact moyenne  $P_m$  (équation 6)

$$P_m = \frac{F_N}{\pi a^2} \approx 500 \text{ MPa} \quad \text{et} \quad P_0 = \frac{3F_N}{2\pi a^2} \approx 750 \text{ MPa}$$

La profondeur de pénétration est donnée par la formule 7 et on obtient :

$$\delta = \frac{a^2}{R} \approx 0,45 \text{ } \mu\text{m}$$

Ce modèle de contact suppose que les matériaux se déforment de façon purement élastique. Ceci est vérifié tant que  $P_m$  est inférieur à la limite élastique en compression  $Y$  :

$$Y = \frac{H}{3} \approx 785 \text{ MPa}$$

Les premières déformations plastiques apparaissent dans la couche à une profondeur d'environ  $0,5a$ . Dans nos conditions cela fait une profondeur d'environ  $12,5 \mu\text{m}$ . A priori ceci ne tient pas compte des couches de surfaces (nickel, or, palladium nickel, argent). Néanmoins deux remarques peuvent être faites :

- il est communément admis que les aspérités de surface se déforment plastiquement,
- lors du frottement le point de cisaillement maximal se déplace vers la surface. Les valeurs de  $H$  et de  $E$  mesurées en surface auront par la suite dans les chapitres 4 et 5 sur le frottement et le fretting une importance certaine.

En supposant que toute la surface de contact participe à la conduction, la résistance de constriction peut être évaluée par la formule de Holm :

$$R_c = \frac{\rho}{2a} \approx 0,9 \text{ m}\Omega$$

Cependant, comme expliqué dans le chapitre 1, la formule de Holm ne peut pas, en toute rigueur, s'appliquer dans les cas réels où les conducteurs sont de dimension finie. Sauf cas exceptionnel de géométries particulièrement simples, le calcul de la résistance de constriction pour des conducteurs de dimension finie ou semi-infinie ne peut se faire de façon précise que par des méthodes numériques.

## 2. Substrat CuSn<sub>6</sub>

Le second substrat étudié est l'alliage CuSn<sub>6</sub>. Ce substrat concerne l'ensemble des hémisphères et des plans étudiés à l'exception des plans FG et GXT. Ce substrat en bronze est couramment utilisé dans l'industrie de la connectique.

### a. Composition chimique du substrat CuSn<sub>6</sub>

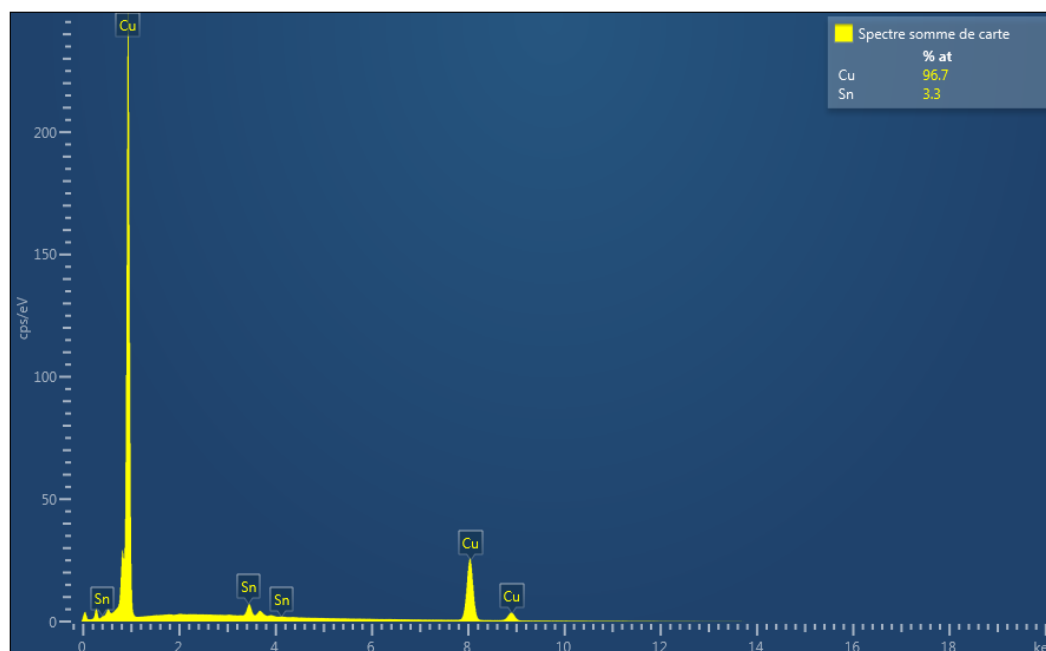


Figure 59 : Spectre EDS du substrat CuSn<sub>6</sub>

La composition chimique a été caractérisée à l'aide d'un MEB muni d'une sonde EDS. Ces analyses ont permis d'obtenir des spectres tels que celui illustré dans la Figure 59. Le pic prépondérant est le pic L<sub>α</sub> du cuivre à 0,93 keV. Finalement, à partir de la largeur à mi-hauteur de l'ensemble des pics, on détermine que la composition chimique de ce substrat est de : 96,7 %at de Cu et 3,3 %at de Sn. En pourcentage massique, ces valeurs correspondent à celles attendues, c'est-à-dire : 94 %m de Cu et 6 %m de Sn.

### b. Rugosité et ondulation du substrat CuSn<sub>6</sub>

La deuxième caractérisation effectuée sur ce substrat concerne la rugosité, l'ondulation et les stries de laminage, comme fait précédemment pour le substrat CuNi<sub>3</sub>Si<sub>1</sub>Mg.

Les valeurs obtenues sont 130 ± 3 nm pour la rugosité, 55 ± 9 nm pour l'ondulation et 74 ± 8 nm pour les stries de laminages. Ces valeurs sont légèrement plus élevées que celles obtenues pour le substrat précédent, pour les trois paramètres analysés.

### c. Dureté et module de Young du substrat CuSn<sub>6</sub>

Les propriétés mécaniques du substrat CuSn<sub>6</sub> ont été caractérisées par nano-indentation. La Figure 60 montre les résultats des indentations obtenues en fonction de la profondeur de pénétration maximum et la Figure 61 à différentes forces normales maximales. Les mêmes couleurs que précédemment ont été utilisées, le bleu pour la dureté et le rouge pour le module de Young. Ces couleurs vont être reprises pour l'ensemble des résultats de nano-indentation.

Le même constat que précédemment peut être fait : les propriétés mécaniques de l'échantillon étudié évoluent en fonction de la profondeur de pénétration maximum.

Les propriétés mécaniques ont été également déterminées à partir des valeurs obtenues au profondeur de pénétration les plus importantes (2390 et 3070 nm). On retiendra une dureté de  $230 \pm 10$  Hv et un module de Young de  $120 \pm 10$  GPa pour ce substrat.

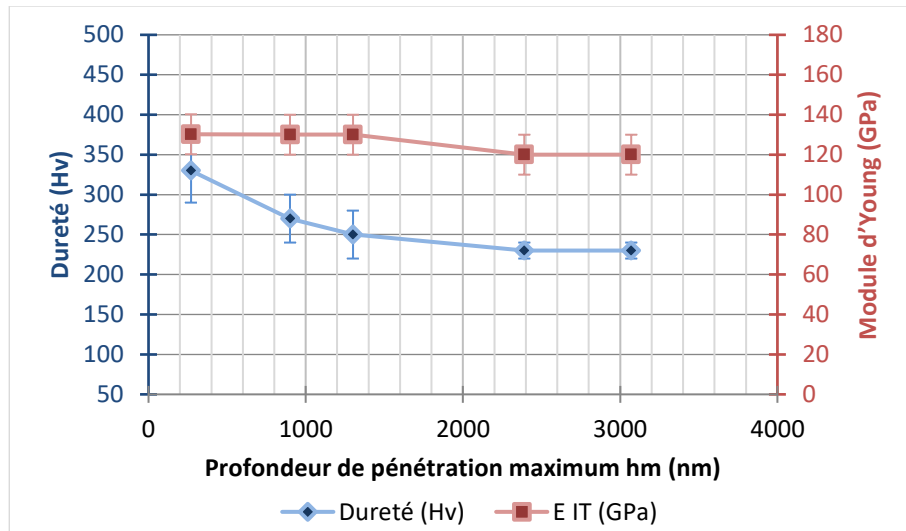


Figure 60 : Dureté et module de Young en fonction de la profondeur de pénétration maximum pour le substrat  $CuSn_6$

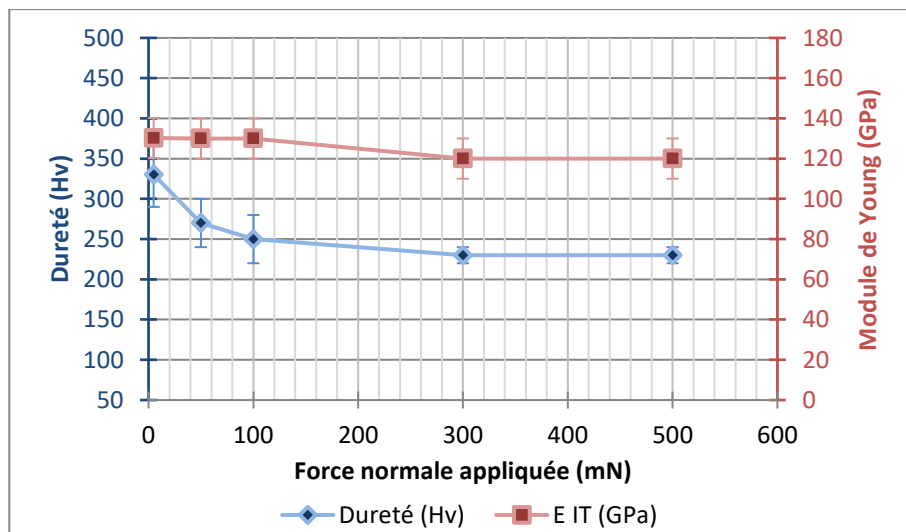


Figure 61 : Dureté et module de Young en fonction de la force normale appliquée maximum pour le substrat  $CuSn_6$

#### d. Calcul de résistances de contact

Pour ce deuxième substrat, le calcul théorique de la résistance de contact peut également être réalisé. Les ordres de grandeur des éléments qui composent un contact symétrique sont :

- Résistivité donnée par le fournisseur :  $\rho \approx 15,5$  %IACS c'est-à-dire à  $11,1 \times 10^{-8} \Omega \cdot m$ .
- Le rayon de l'hémisphère :  $R \approx 1,4$  mm
- Le Module de Young :  $E \approx 120$  GPa

- Force normale appliquée :  $F \approx 1 \text{ N}$
- Dureté :  $H \approx 230 \text{ Hv} \approx 2250 \text{ MPa}$

Le rayon  $a$  de l'aire de contact peut donc être estimé grâce à la formule de Hertz, il vaut  $\approx 25 \mu\text{m}$ . Les autres paramètres issus du modèle de Hertz sont les mêmes que pour le substrat  $\text{CuNi}_3\text{Si}_1\text{Mg}$ , ( $P_m \approx 500 \text{ MPa}$  ;  $P_0 \approx 750 \text{ MPa}$  ;  $\delta \approx 0,45 \mu\text{m}$ ) à l'exception de la limite d'élasticité. Pour ce substrat Y est légèrement plus faible  $\approx 750 \text{ MPa}$

En supposant que toute la surface de contact soit conductrice, la résistance de contact peut être estimée par la formule de Holm, elle est équivalente à  $\approx 2,2 \text{ m}\Omega$ . Cette résistance de contact est plus grande que pour un contact symétrique avec le substrat précédent.

D'autre part, pour un contact dissymétrique  $\text{CuNi}_3\text{Si}_1\text{Mg}/\text{CuSn}_6$  la résistance de contact est équivalente à environ  $1,5 \text{ m}\Omega$ . Dans tous les cas (symétriques et dissymétriques), les résistances de contact sont théoriquement comprises entre 1 et  $2 \text{ m}\Omega$ .

## B. Sous couche de Ni

Les caractérisations des dépôts de nickel semi-brillant nanocristallin présents pour tous les revêtements étudiés ont été réalisées. Les paragraphes suivants vont décrire les résultats obtenus pour un revêtement de nickel sur le substrat  $\text{CuSn}_6$ .

### 1. Composition chimique pour la sous-couche Ni

La composition chimique de la sous-couche de nickel a été analysée dans les conditions déterminées dans le chapitre précédent. Le spectre sur la Figure 62 montre les raies  $K_\alpha$  et  $L_\alpha$  du nickel à 7,47 et 0,85 keV et  $K_\alpha$  de l'oxygène à 0,52 keV. La composition chimique de cette sous-couche a été déterminée : 98,8 %at de Ni et 1,2 %at de O.

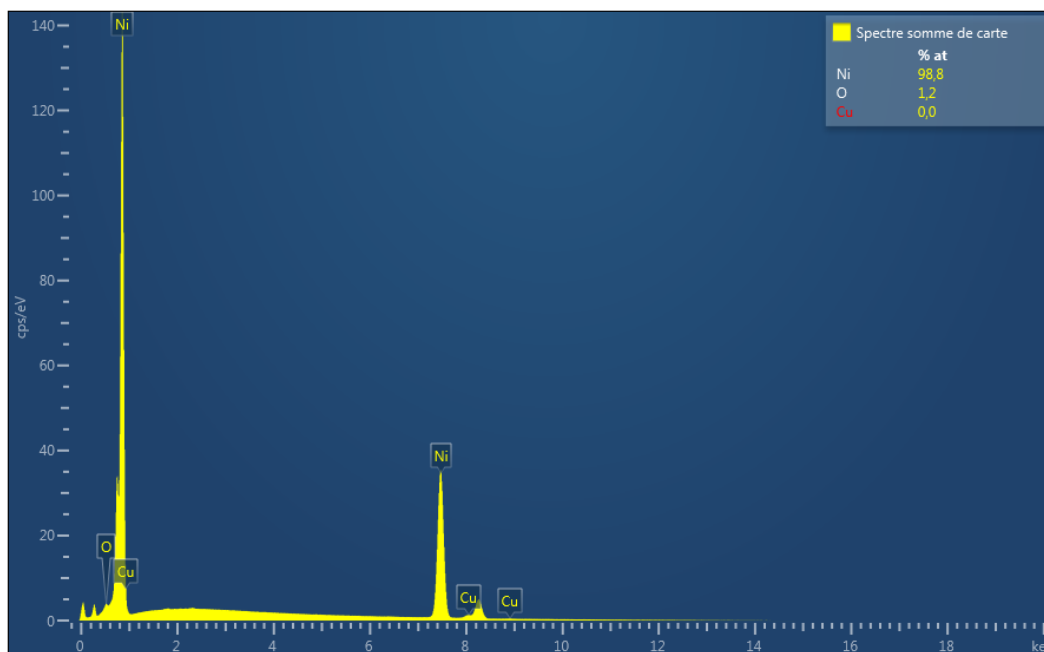


Figure 62 : Spectre EDS de la sous-couche Ni

Ces résultats montrent que l'analyse se fait essentiellement sur la sous-couche de nickel (1,3 et 1,5  $\mu\text{m}$  d'épaisseur) et que celle-ci ne comporte pas de polluants de façon significative.

Dans cette partie et comme pour l'ensemble des revêtements étudiés, le pourcentage atomique du carbone n'a pas été pris en compte car nous avons considéré que sa présence en surface était constante dans le temps et lors des tests tribologiques. Le spectre avec le pourcentage de carbone est illustré dans l'Annexe 1 ainsi que l'ensemble des revêtements étudiés.

Seule la présence du nickel et de l'oxygène a été prise en compte pour déterminer la composition chimique, ces valeurs serviront de référence pour l'étude des évolutions des compositions chimiques en fonction des tests tribologiques (cf. chapitre 3 et 4).

### 2. Rugosité et ondulation pour la sous-couche Ni

La caractérisation de la rugosité, de l'ondulation et des stries de laminage a été effectuée pour cette sous-couche de nickel sur  $\text{CuSn}_6$ . Les valeurs obtenues sont  $141 \pm 4$  nm pour la rugosité,  $50 \pm 10$  nm pour l'ondulation et  $77 \pm 8$  nm pour les stries de laminages. Par rapport aux valeurs obtenues pour le substrat  $\text{CuSn}_6$ , la rugosité a légèrement augmenté, passant de  $130 \pm 3$  à  $141 \pm 4$  nm, tandis que l'ondulation et les stries de laminages restent très proches. Il n'y a donc pas d'effet nivelant important du revêtement de nickel sur ce substrat.

### 3. Dureté et module de Young pour la sous-couche Ni

Les propriétés mécaniques de la sous-couche de nickel ont été caractérisées par nano-indentation. La Figure 63 illustre les résultats des indentations obtenues à différentes profondeurs de pénétration et la Figure 64 à différentes forces normales maximales appliquées.

Les propriétés mécaniques évoluent en fonction de la profondeur de pénétration maximum. À partir de 800 nm de profondeur de pénétration, les valeurs de dureté et de module de Young diminuent de façon drastique en raison de l'impact des propriétés mécaniques du substrat. C'est pourquoi afin de caractériser les propriétés mécaniques de la couche de nickel, seules les valeurs correspondant à une profondeur de pénétration inférieure à 30 % de l'épaisseur de nickel (c'est-à-dire inférieure à environ 460 nm) ont été prises en compte.

La moyenne des deux premières valeurs permet de déterminer une dureté de  $560 \pm 60$  Hv et un module de Young de  $190 \pm 20$  GPa pour ce revêtement de nickel.

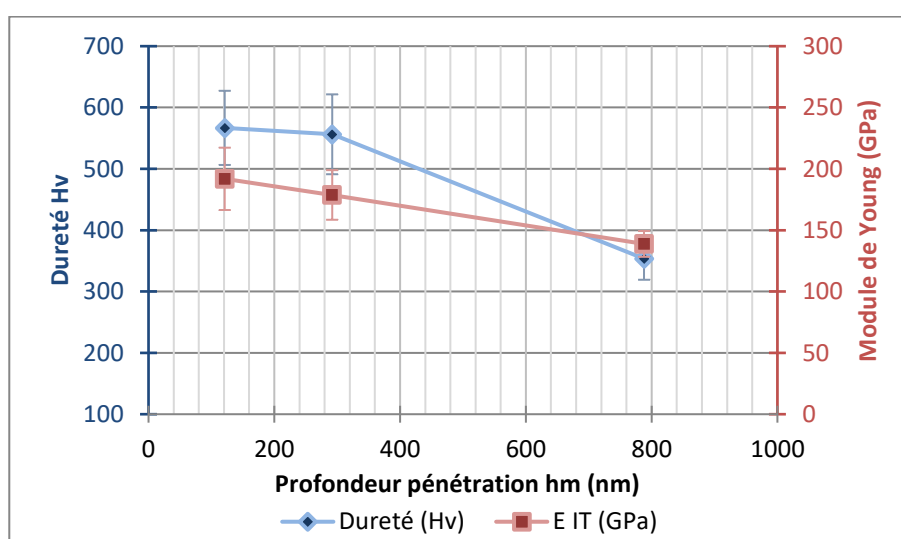


Figure 63 : Dureté et module de Young en fonction de la profondeur de pénétration maximum pour la sous-couche de nickel sur  $\text{CuSn}_6$

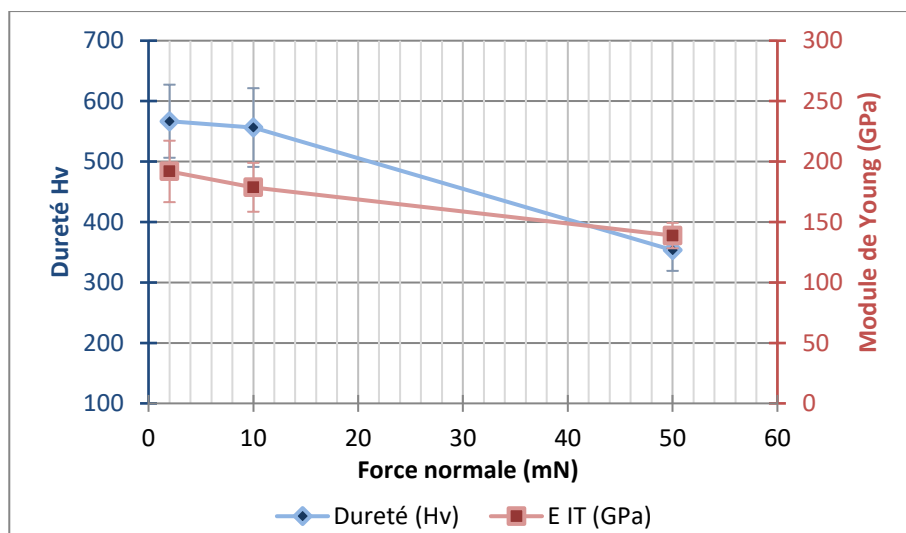


Figure 64 : Dureté et module de Young en fonction de la force normale appliquée pour la sous-couche de nickel sur  $CuSn_6$

### III. Caractérisations des revêtements vierges (plans)

Dans cette partie, les résultats concernant les mesures d'épaisseur, la composition chimique, la rugosité et l'ondulation ainsi que les propriétés mécaniques sont présentées. L'épaisseur a été déterminée par fluorescence X, puis la composition chimique a été déterminée à l'aide du MEB muni d'une sonde EDS. La rugosité ainsi que l'ondulation ont été mesurées par interférométrie. Finalement, la dureté et le module de Young des revêtements sont mesurés à l'aide d'un nano-indenteur.

#### A. Revêtement FG

La Figure 65 représente les différentes couches qui composent le revêtement FG. Pour ces revêtements, le substrat cuivreux est revêtu par la sous-couche de nickel puis revêtu d'une couche d'or. Les paragraphes suivants vont décrire les résultats des caractérisations obtenues concernant ce revêtement.



Figure 65 : Revêtement FG

##### 1. Épaisseur du revêtement FG

À partir des spectres obtenus et grâce aux courbes d'étalonnage réalisées avec la fluorescence X, les épaisseurs des hémisphères et des plans ont été déterminées. L'épaisseur d'or obtenue est comprise entre  $0,75$  et  $0,90 \pm 0,05 \mu\text{m}$  pour l'ensemble des échantillons étudiés.

Ce revêtement dans l'industrie de la connectique correspond au placage dit *d'or épais*. Cette épaisseur permet d'obtenir une surface totalement recouverte d'or, avec peu ou pas de pores et donc limiter les phénomènes de corrosion par piqûre.

## 2. Composition chimique du revêtement FG

La Figure 66 illustre un spectre obtenu lors de l'analyse d'un échantillon vierge FG. Les raies M et L $\alpha$  des atomes d'or sont présentes à 2,12 keV et 9,71 keV respectivement. La raie K $\alpha$  du nickel à 7,47 keV et la raie K $\alpha$  de l'oxygène à 0,52 keV sont également présentes.

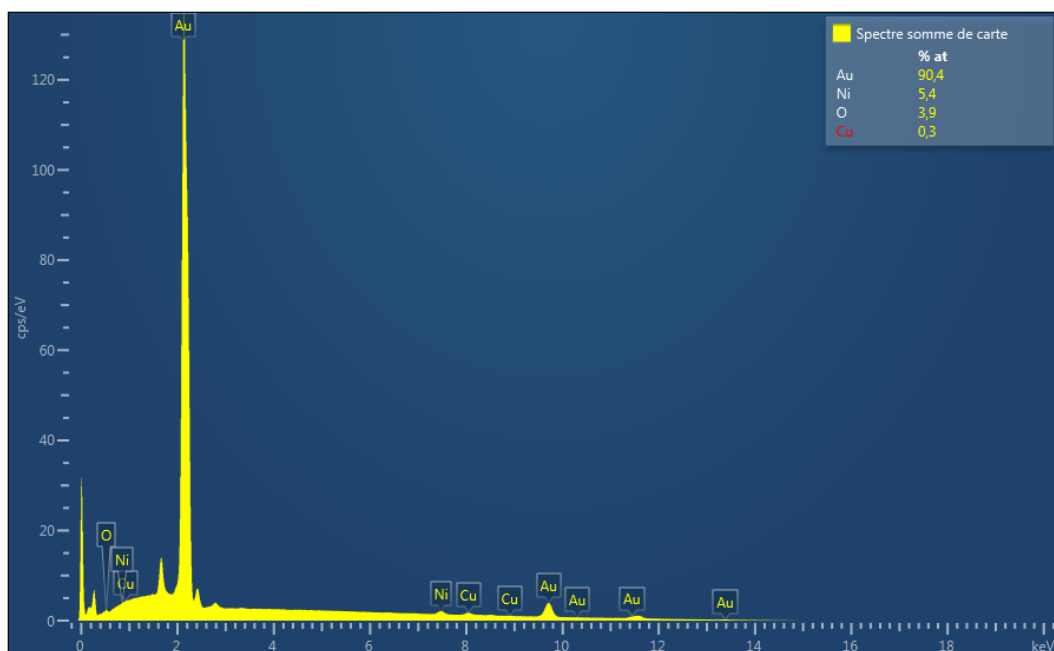


Figure 66 : Spectre EDS du FG

Les énergies des raies de ces éléments présents dans le revêtement FG sont assez distantes, c'est pourquoi l'identification des différents éléments ne présente pas de difficulté particulière. La largeur à mi-hauteur des pics des éléments identifiés permet d'obtenir la composition chimique du revêtement FG. En moyenne sur l'ensemble des analyses réalisées, la composition chimique est de 89 %at d'or, 6 %at de nickel et 5 %at d'oxygène. Ces résultats montrent, d'une part, que dans les conditions d'analyse choisies, la profondeur d'analyse est en effet d'environ 1  $\mu\text{m}$  et, d'autre part, que les échantillons étudiés ne sont pas contaminés par des éléments polluants de façon significative.



Figure 67 : Image EDS du FG

La Figure 67 montre l'image EDS obtenue pour un échantillon FG. La couleur jaune correspond à la présence d'or dans le volume analysé, la couleur verte correspond au nickel, le rouge au cuivre et finalement le bleu à l'oxygène. Ces mêmes couleurs seront utilisées dans la totalité de ce manuscrit. L'intensité des couleurs est normalisée en fonction du pourcentage atomique obtenu. Pour cette



image, la surface est totalement recouverte par la couleur jaune (l'or) ainsi que légèrement par la couleur verte (la sous-couche de nickel) qui est détecté suite à la profondeur de l'analyse.

Finalement cette analyse, comme le reste des analyses illustrées dans ce chapitre, a été réalisée à un grandissement de x40. Ce grandissement correspond à celui utilisé pour caractériser la composition chimique des traces d'usure suite aux tests de frottement. À ce grandissement, il n'y a pas de pores ou de défauts de surface visibles qui pourraient engendrer par la suite de la corrosion par piqûre.

### 3. Rugosité et ondulation du revêtement FG

La rugosité, l'ondulation et les stries de laminage de ce revêtement ont été évaluées. Les analyses réalisées ainsi que le traitement à l'aide de filtres de ces résultats ont permis d'obtenir les grandeurs suivantes :  $122 \pm 3$  nm pour la rugosité,  $41 \pm 6$  nm pour l'ondulation et  $58 \pm 5$  nm pour les stries de laminage.

Il a été déterminé précédemment que le nickel avait peu d'impact sur l'ondulation et les stries de laminage lorsqu'il était déposé sur un substrat  $\text{CuSn}_6$ . Ici, le revêtement FG a une rugosité légèrement plus élevée que le substrat  $\text{CuNi}_3\text{Si}_1\text{Mg}$  (122 nm contre 113 nm), tandis que l'augmentation de l'ondulation et des stries de laminage est légèrement plus importante. Ceci montre donc que le revêtement d'or sur la sous couche de nickel et le substrat  $\text{CuNi}_3\text{Si}_1\text{Mg}$ , n'a pas d'effet nivelant, mais au contraire que ce revêtement d'or accentue légèrement ces ondulations.

### 4. Dureté et module de Young du revêtement FG

La Figure 68 regroupe les résultats des indentations obtenues à différentes profondeurs maximales, et la Figure 69 à différentes forces normales maximales sur le revêtement FG. On observe que les propriétés mécaniques de ce revêtement évoluent en fonction de la profondeur de pénétration.

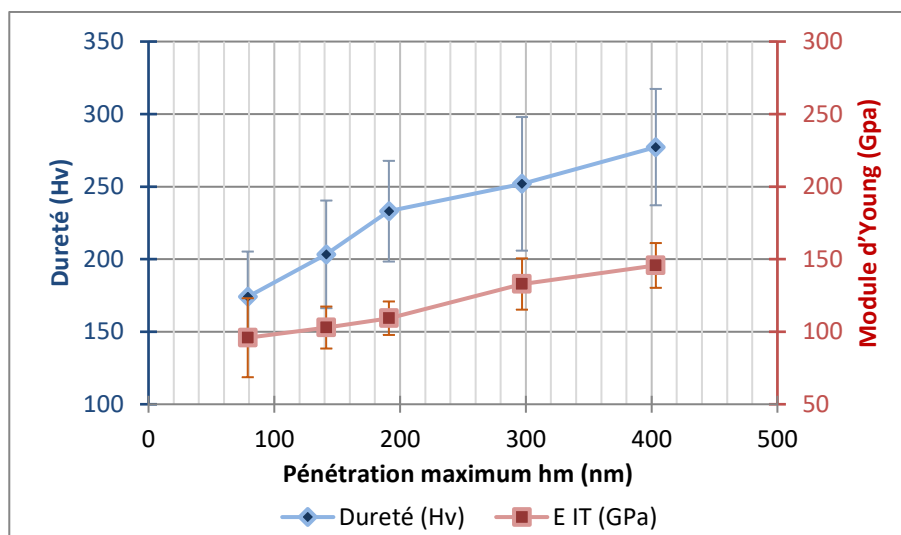


Figure 68 : Dureté et module de Young en fonction de la profondeur de pénétration maximum pour le revêtement Au/Ni/CuNi<sub>3</sub>Si<sub>1</sub>Mg

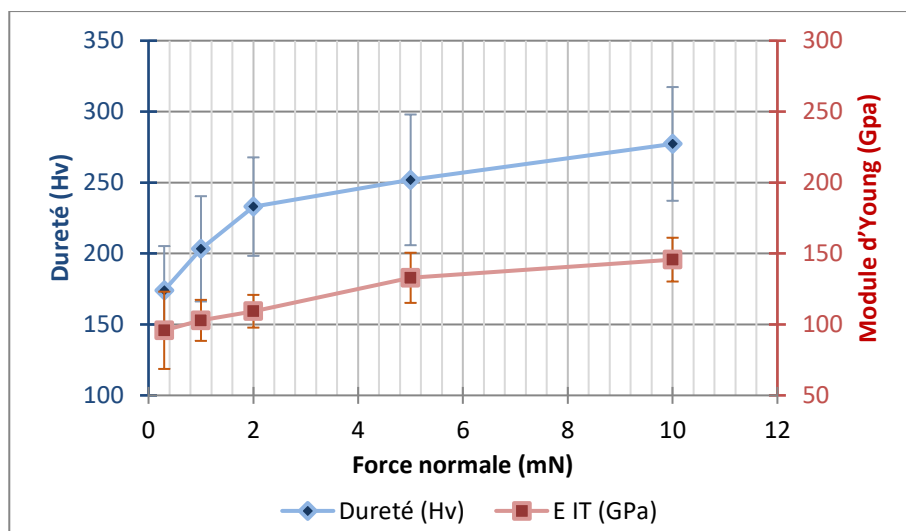


Figure 69 : Dureté et module de Young en fonction de la force normale appliquée pour le revêtement Au/Ni/CuNi<sub>3</sub>Si<sub>1</sub>Mg

Les premières valeurs obtenues à 80 nanomètres de profondeur de pénétration correspondent à une force maximale de 0,3 mN. Afin de caractériser les propriétés mécaniques des couches minces il est préférable d'utiliser un nano-indenteur permettant d'appliquer des forces très faibles de l'ordre du millinewton.

Plus la force normale appliquée est importante, plus la profondeur de pénétration est importante et plus on observe l'effet des propriétés mécaniques de la sous-couche de nickel. Afin de caractériser la couche d'or, les valeurs retenues sont celles avec une profondeur de pénétration inférieure à 30 % de l'épaisseur, c'est-à-dire inférieure à 250 nm. Dans ces conditions, la dureté de ce revêtement d'or est de  $200 \pm 30$  Hv et le module de Young est de  $100 \pm 20$  GPa (moyenne obtenue pour 0,3 ; 1,0 et 2,0 mN de force normale).

### 5. Récapitulatif des analyses réalisées pour le revêtement FG

La Figure 70 ci-dessous regroupe l'ensemble des résultats obtenus pour les revêtements FG (Au/Ni/CuNi<sub>3</sub>Si<sub>1</sub>Mg).

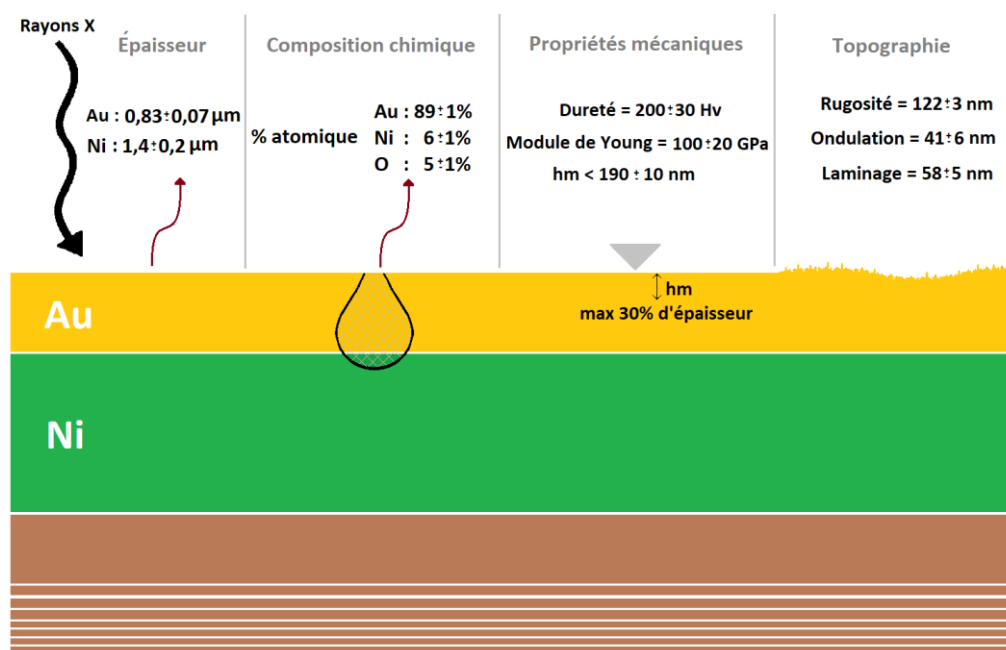


Figure 70 : Récapitulatif des analyses réalisées pour le revêtement FG

### B. Revêtement GXT™

La Figure 71 représente les différentes couches qui composent le deuxième revêtement étudié appelé GXT™. C'est un revêtement largement utilisé dans l'industrie de la connectique. Il est constitué d'un substrat cuivreux (ici CuNi<sub>3</sub>Si<sub>1</sub>Mg), revêtu de nickel, puis de palladium-nickel, et finalement d'un *flash* d'or. Les paragraphes suivants vont illustrer les résultats des caractérisations obtenus concernant ce revêtement.



Figure 71 : Revêtement GXT

#### 1. Épaisseur du revêtement GXT

D'après les spectres obtenus et grâce aux courbes d'étalonnage réalisées à partir de la fluorescence X, les épaisseurs des hémisphères et des plans ont été déterminées. L'épaisseur d'or a été contrôlée et se situe entre 50 et 80 nm. Pour le revêtement de palladium nickel, seul les pions et les plans ayant une épaisseur comprise entre 0,7 et 0,9 µm ont été conservés pour l'étude.

La détermination des épaisseurs des couches de palladium-nickel et de la sous-couche de nickel pour le revêtement GXT est plus complexe. En effet, le détecteur recevant des photons avec une énergie correspondant aux raies du nickel, il ne peut pas différencier si ce nickel provient de la sous-couche de nickel ou de la couche de palladium-nickel. Pour pallier ce problème, il est nécessaire lors du calcul

permettant d'obtenir l'épaisseur, soit de fixer le pourcentage de palladium dans le revêtement de PdNi, soit de fixer l'épaisseur de la sous-couche de nickel. Dans notre cas, il a été choisi de fixer le pourcentage de palladium dans l'alliage PdNi à 75 % massique car celui-ci est plus simple à maîtriser que l'épaisseur de la sous-couche nickel qui varie plus facilement. En effet, le pourcentage de palladium dans l'alliage est géré principalement par la formulation du bain électrolytique.

## 2. Composition chimique du revêtement GXT

À l'aide du MEB muni d'une sonde EDS, la composition chimique des revêtements GXT a été analysée. La Figure 72 illustre un spectre obtenu lors de l'analyse d'un échantillon vierge GXT. Les raies M et L $\alpha$  des atomes d'or sont présentes à 2,12 keV et 9,71 keV respectivement. Sont également présentes la raie L $\alpha$  des atomes de palladium à 2,98 keV, les raies K $\alpha$  et L $\alpha$  du nickel à 7,47 et 0,86 keV. On observe aussi, la raie K $\alpha$  de l'oxygène à 0,52 keV.

La distinction des raies et donc l'identification des éléments ne présente pas de difficulté car les énergies des raies de ces éléments sont assez différentes. Cependant, comme pour la détermination des épaisseurs, il n'est pas possible d'estimer si le nickel provient de la couche de palladium nickel ou de la sous-couche de nickel. La composition chimique du revêtement GXT en moyenne sur l'ensemble des analyses réalisées est de 35 %at d'or, 36 %at de palladium, 26 %at de nickel et 4 %at d'oxygène.

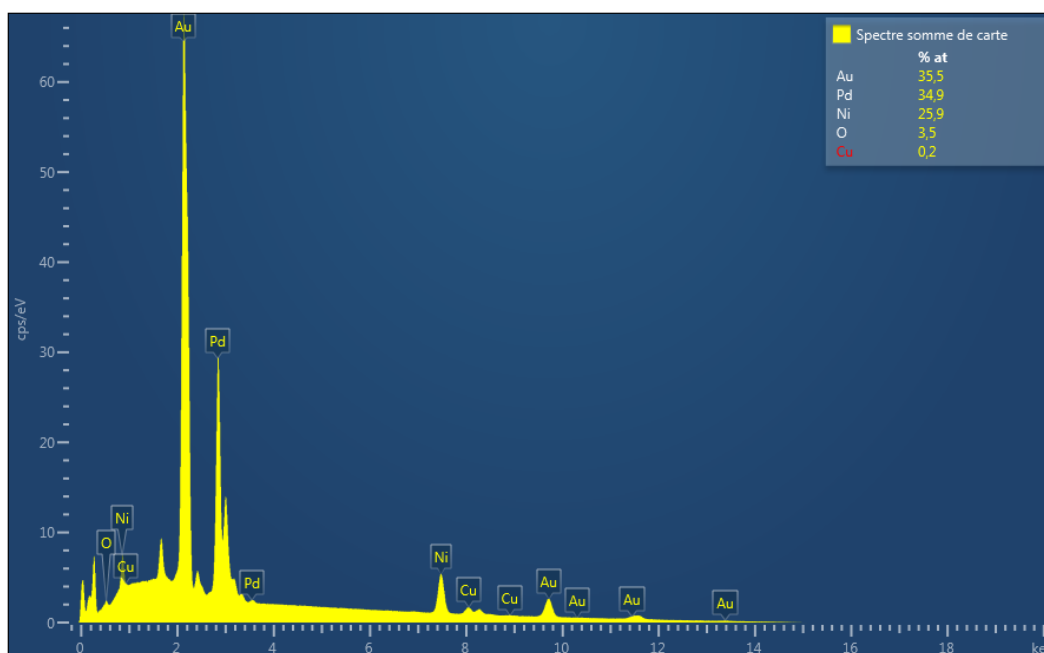


Figure 72 : Spectre EDS du GXT

La Figure 73 montre l'image EDS obtenue pour un échantillon GXT. Les mêmes couleurs que précédemment ont été choisies pour identifier chaque élément. La couleur jaune correspond à la présence d'or dans le volume analysé, le bleu correspond au palladium, le vert correspond au nickel, le rouge au cuivre et finalement le bleu clair à l'oxygène. Ces couleurs seront fixes tout au long de ce manuscrit. L'intensité des couleurs est normalisée en fonction du pourcentage atomique obtenu, comme pour l'ensemble des analyses réalisées. Pour cette image, la surface est totalement recouverte par un mélange d'or, de palladium et de nickel.



Figure 73 : Image EDS du GXT

Il est très difficile d'obtenir l'épaisseur et la composition de la couche de palladium-nickel avec certitude. La formulation de l'électrolyte utilisé pour le placage de la couche de palladium-nickel est faite de façon à obtenir en théorie environ 25 %m de nickel et 75 %m de palladium, ce qui correspond à environ 38 %at de nickel et 62 %at de palladium. La Figure 74 montre l'image d'une coupe métallographique, ainsi que les épaisseurs des couches qui la composent. Pour cet échantillon on obtient les épaisseurs suivantes : 1,37 µm de Ni et 0,76 µm de PdNi.

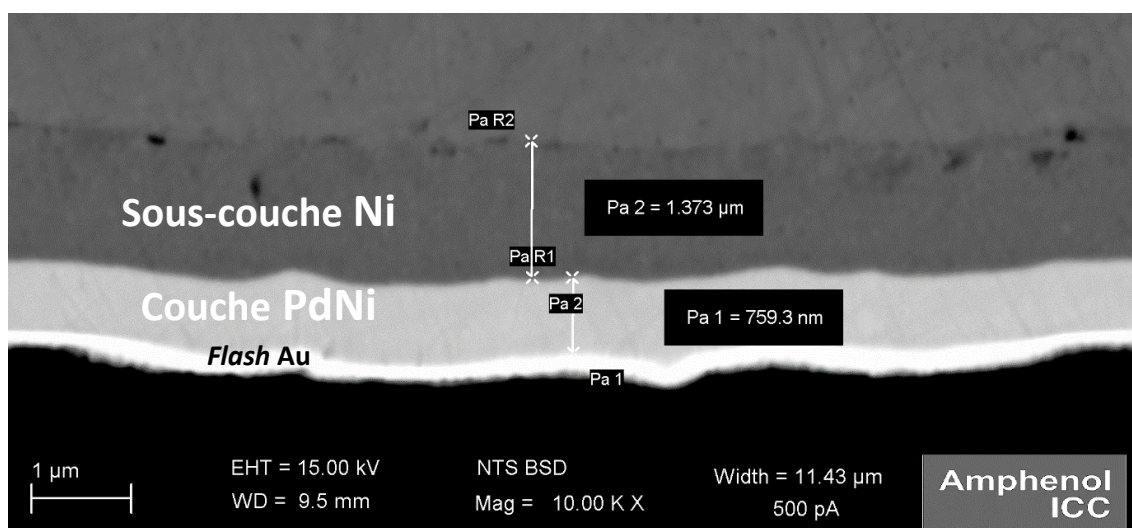


Figure 74 : Coupe métallographique du revêtement GXT

À partir de cette coupe métallographique, une analyse de la composition chimique a également été réalisée. La Figure 75 illustre les résultats obtenus. Les mêmes couleurs que précédemment ont été utilisées pour identifier les différents éléments présents.

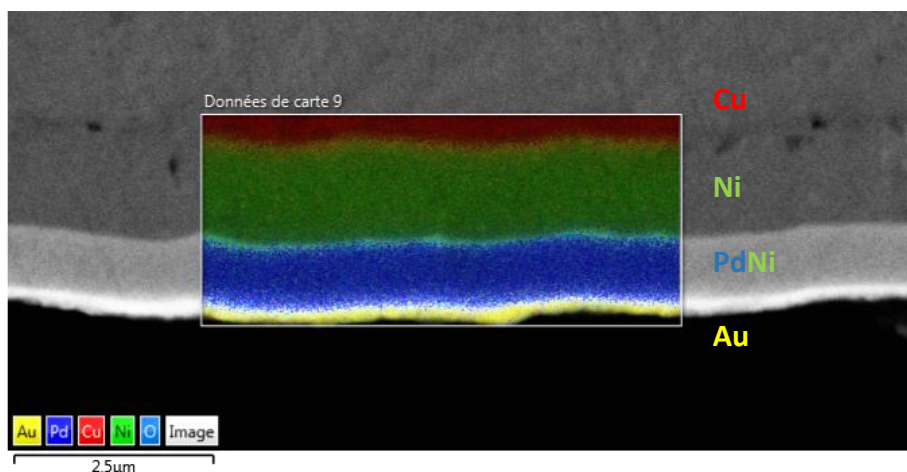


Figure 75 : Résultats EDS de la coupe métallographique du revêtement GXT

Des analyses ont été réalisées uniquement sur la couche de palladium-nickel afin de quantifier sa composition chimique. Les résultats obtenus sont illustrés dans la Figure 76 avec 59 %at de Pd et 41 %at de Ni. En théorie la composition chimique de cette couche est de 62 %at de Pd et 38 %at de Ni. L'écart entre la valeur théorique et la valeur mesurée peut expliquer l'écart obtenu quant à l'estimation de l'épaisseur. Cependant ces valeurs restent proches, avec une erreur relative acceptable.

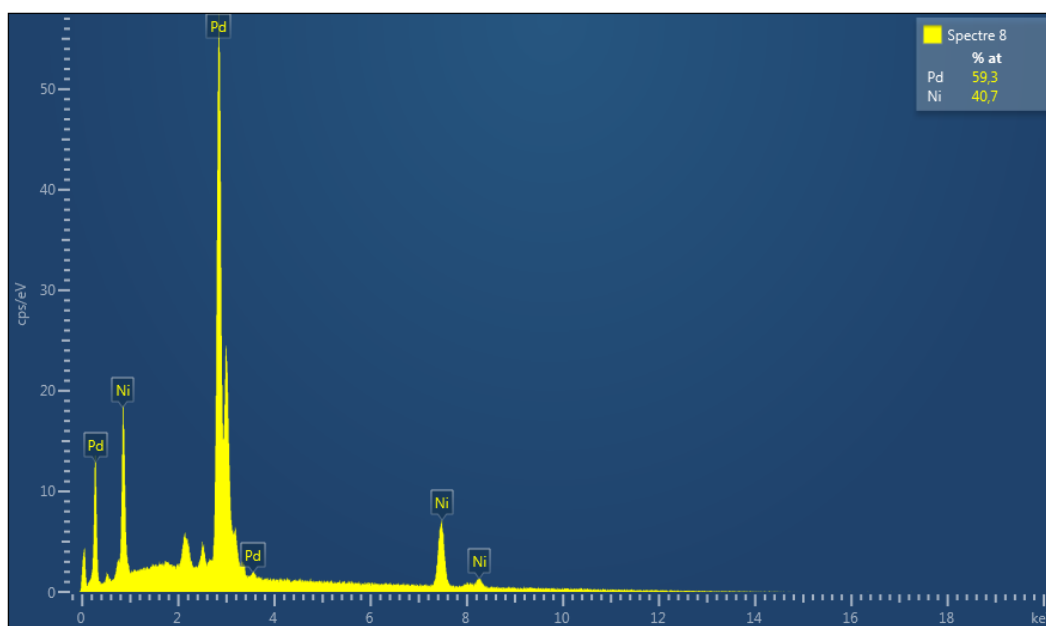


Figure 76 : Spectre EDS de la composition chimique de la couche de palladium-nickel

### 3. Rugosité et ondulation du revêtement GXT

La rugosité, l'ondulation et les stries de laminage des revêtements GXT ont été également caractérisées par interférométrie. On obtient les valeurs suivantes :  $142 \pm 3$  nm pour la rugosité,  $53 \pm 6$  nm pour l'ondulation et  $70 \pm 5$  nm pour les stries de laminages.

### 4. Dureté et module de Young du revêtement GXT

Les propriétés mécaniques de ce revêtement ont été caractérisées par nano-indentation. La Figure 77 et la Figure 78 regroupent les résultats des indentations obtenues sur le revêtement GXT.

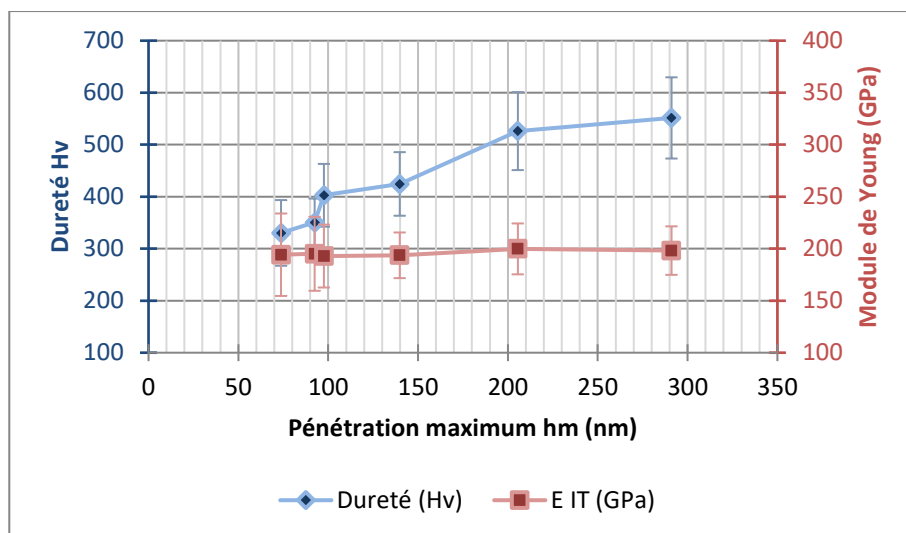


Figure 77 : Dureté et module de Young en fonction de la profondeur de pénétration maximum pour le revêtement Au/PdNi/Ni/CuNi<sub>3</sub>Si<sub>1</sub>Mg

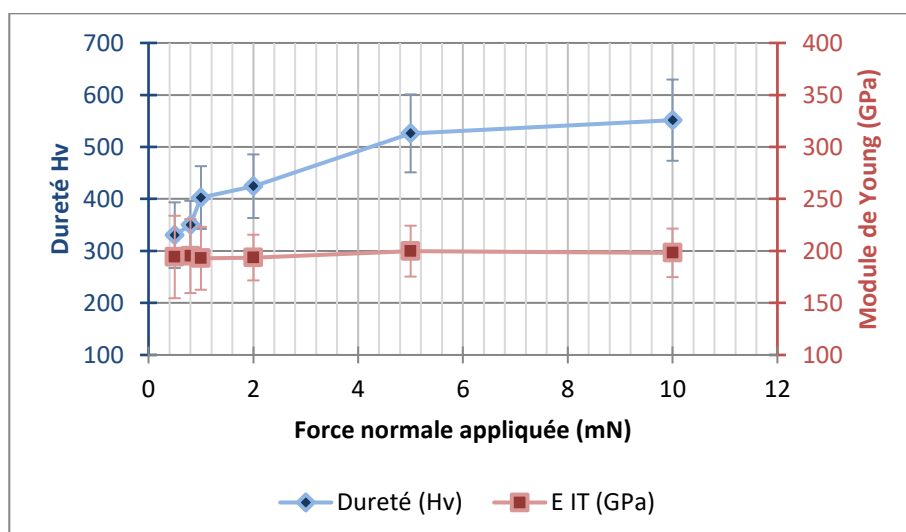


Figure 78 : Dureté et module de Young en fonction de la force normale appliquée pour le revêtement Au/PdNi/Ni/CuNi<sub>3</sub>Si<sub>1</sub>Mg

Les propriétés mécaniques de ce revêtement évoluent en fonction de la profondeur de pénétration, plus la profondeur de pénétration est importante, plus la dureté augmente, tandis que le module de Young reste plutôt stable.

Pour les résultats obtenus à 0,3 mN et 0,8 mN, les valeurs de dureté et de module de Young calculées sont  $340 \pm 50$  Hv et  $195 \pm 40$  GPa (à  $80 \pm 10$  nm de profondeur de pénétration). Tandis qu'à  $290 \pm 20$  nm de profondeur de pénétration, le maximum de la dureté est atteint à  $550 \pm 80$  Hv.

Ces résultats montrent l'impact des propriétés mécaniques du flash d'or et de la sous-couche de nickel. Pour rappel :

- La dureté de la couche d'or pour le revêtement FG a été estimée précédemment à  $200 \pm 30$  Hv et son module de Young à  $100 \pm 20$  GPa.
- Et la dureté de la sous-couche de nickel a été estimée à  $560 \pm 60$  Hv et son module de Young à  $185 \pm 20$  GPa.

Les valeurs de duretés obtenues à des forces normales inférieures à 0,8 mN montrent l'impact du *flash* d'or. Tandis que pour les valeurs obtenues au-delà de 5 mN l'impact des propriétés de la sous-couche de nickel est observé.

Ici, nous avons choisi d'estimer les propriétés mécaniques des couches Au/PdNi à une profondeur de pénétration inférieure à 20 % de son épaisseur, soit environ 160 nm. Ceci permet d'éviter de prendre en compte l'impact de la sous-couche de nickel.

### 5. Récapitulatif des analyses réalisées pour le revêtement GXT

La Figure 79 ci-dessous regroupe l'ensemble des caractérisations réalisées sur les revêtements GXT.

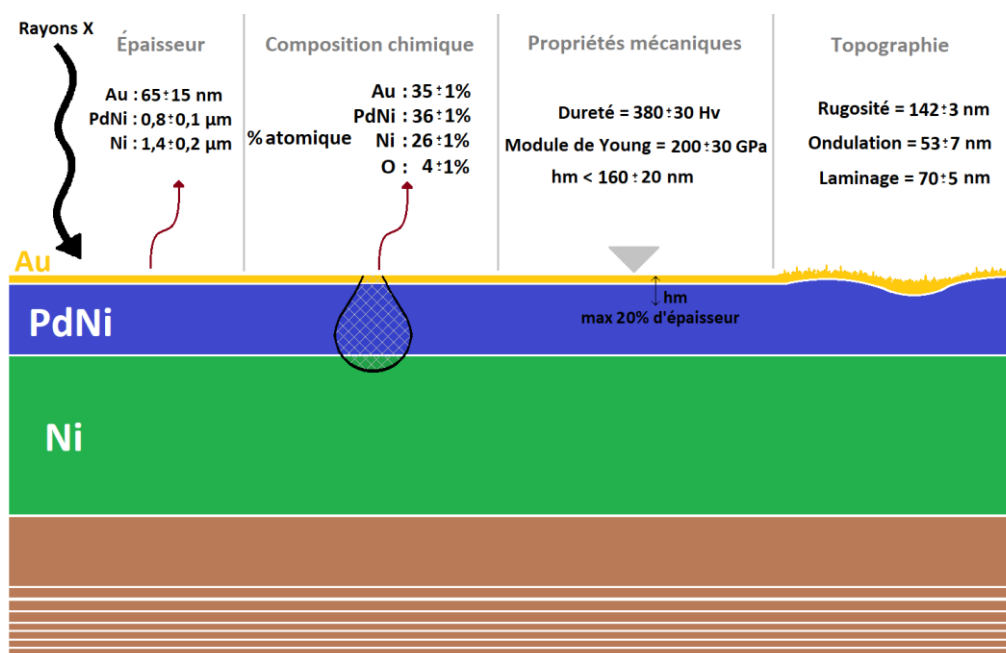


Figure 79 : Récapitulatif des analyses réalisées pour le revêtement GXT

### C. Revêtement nAGT

La Figure 80 schématise les différentes couches qui composent les revêtements nAGT. Le substrat cuivreux (CuSn<sub>6</sub>) est revêtu de nickel, puis finalement d'argent.

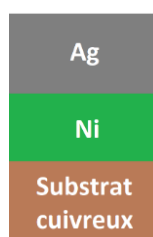


Figure 80 : Revêtement nAGT

#### 1. Épaisseur du revêtement nAGT

Les épaisseurs des hémisphères et des plans ont été déterminées par fluorescence X. L'épaisseur d'argent a été contrôlée et se trouve entre 2,5 et 3,0 µm pour les plans et entre 4,5 et 5,0 µm pour les hémisphères.



## 2. Composition chimique du revêtement nAGT

La composition chimique des revêtements nAGT a été analysée. La Figure 81 illustre un spectre obtenu lors de l'analyse d'un échantillon vierge nAGT. Seules les raies  $L_{\alpha}$  des atomes d'argent et  $K_{\alpha}$  des atomes d'oxygène sont présentes à 2,98 keV pour l'argent et 0,52 keV pour l'oxygène.

Après avoir identifié ces pics, le logiciel de l'appareil donne la composition chimique du revêtement nAGT : la moyenne sur l'ensemble des analyses réalisées est de 95 %at d'argent et 5 %at d'oxygène. L'analyse a donc lieu uniquement dans le revêtement d'argent. De plus, le revêtement d'argent étudié ne présente pas d'élément d'alliage, ni pollution particulière à des concentrations importantes.

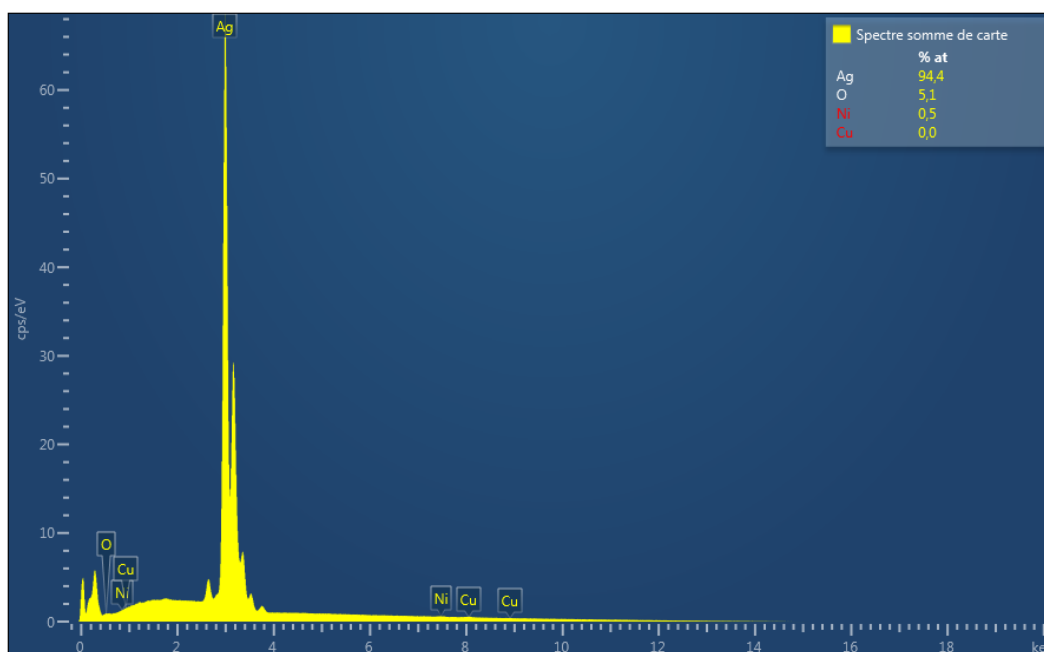


Figure 81 : Spectre EDS du nAGT

La Figure 82 montre l'image EDS obtenue pour un échantillon nAGT. La couleur violette correspond à la présence d'argent dans le volume analysé et le bleu clair à l'oxygène. Les couleurs seront fixes pour l'ensemble du manuscrit. Pour cette image, la surface est totalement recouverte par la couleur violette (argent) ainsi que légèrement avec la couleur bleue de l'oxygène. Aucun défaut ou manque n'a été identifié.



Figure 82 : Image EDS du nAGT

### 3. Rugosité et ondulation du revêtement nAGT

La rugosité, l'ondulation et les stries de laminages des revêtements nAGT ont été quantifiées. Et les moyennes des valeurs obtenues sont les suivantes :  $160 \pm 20$  nm pour la rugosité,  $68 \pm 5$  nm pour l'ondulation et  $38 \pm 3$  nm pour les stries de laminage.

Par rapport aux valeurs obtenues pour le substrat  $\text{CuSn}_6$  et du nickel, ces résultats montrent d'une part que la rugosité de la couche d'argent est plus élevée ainsi que l'écart moyen calculé, que l'ondulation est légèrement plus élevée, et d'autre part, que les stries de laminage ont fortement diminuée.

Ceci peut être expliqué par deux caractéristiques de ce revêtement. D'une part, les dépôts d'argent des échantillons nAGT ont été réalisés au laboratoire, un par un, ce qui peut engendrer des différences entre les valeurs de rugosités obtenues, et donc l'écart moyen des valeurs calculé est plus élevé ( $\pm 20$  nm). D'autre part, les valeurs obtenues pour les stries de laminage sont plus faibles, dû au fait que l'épaisseur des revêtements d'argent est plus importante ( $>2,5 \mu\text{m}$ ) que celle du nickel, de l'or, et du palladium nickel. Il est donc observé un effet nivelant, qui « masque » le laminage du substrat initialement de  $74 \pm 8$  nm.

### 4. Dureté et module de Young du revêtement nAGT

Les propriétés mécaniques des revêtements nAGT ont été déterminées par nano-indentation. La Figure 83 regroupe les résultats des indentations obtenues en fonction de la profondeur maximale d'indentation et la Figure 84 montre les résultats en fonction des différentes forces normales maximales appliquées.

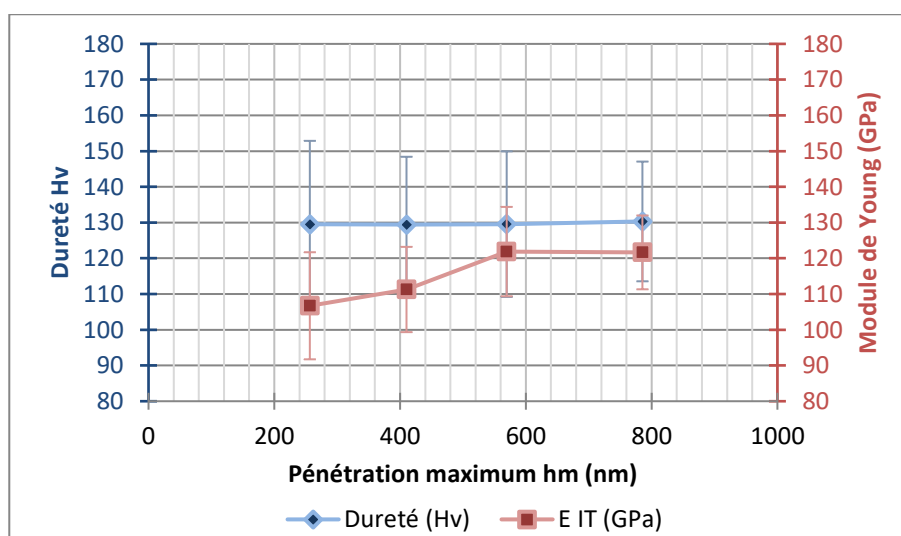


Figure 83 : Dureté et module de Young en fonction de la profondeur de pénétration maximum pour le revêtement Ag/Ni/CuSn<sub>6</sub>

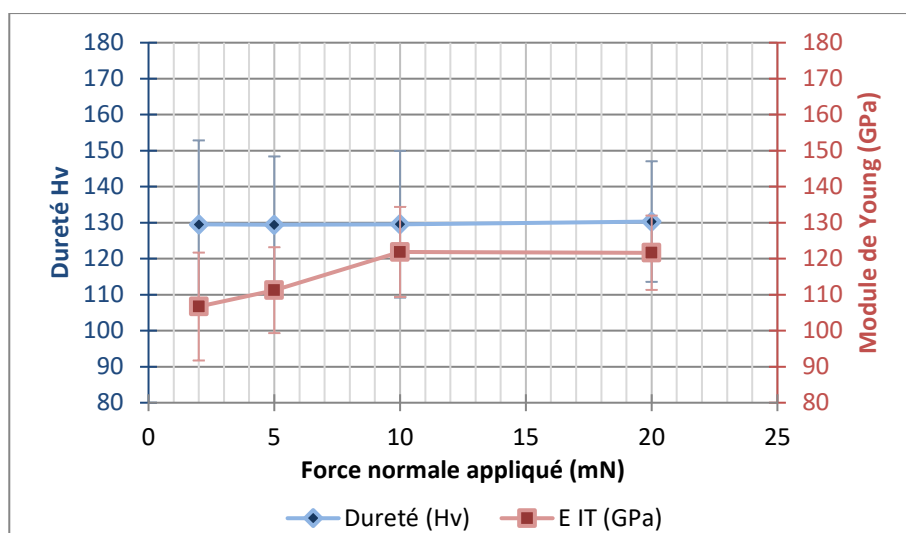


Figure 84 : Dureté et module de Young en fonction de la force normale appliquée pour le revêtement Ag/Ni/CuSn<sub>6</sub>

La dureté évolue de  $130 \pm 20$  Hv à 250 nm de profondeur de pénétration, à  $170 \pm 20$  Hv à 2000 nm de profondeur de pénétration (valeur non montrée dans le graphique). Plus la profondeur de pénétration est importante plus la dureté augmente, ce qui correspond à l'impact des propriétés mécaniques de la sous-couche de nickel. Cependant à une force d'indentation équivalente (exemple 10 mN) cet impact est moins visible que pour les deux revêtements étudiés précédemment (FG et GXT). Bien que cette couche d'argent électrodéposé soit plus dure que les couches d'argent standard (en général  $\sim 70$  Hv) la différence de dureté avec la sous-couche de nickel est importante. Le système étudié correspond à une couche molle sur une couche très dure, la couche d'argent étant beaucoup plus molle la dureté de la sous-couche exercera seulement une influence à une profondeur de pénétration plus importante. Quant à l'élasticité de ce revêtement, elle croît également en fonction de la profondeur de pénétration, passant d'environ 110 GPa à 260 nm de profondeur de pénétration, à environ 120 GPa à 790 nm de profondeur de pénétration.

Grâce aux valeurs obtenues à des profondeurs de pénétration inférieures à 20 % de l'épaisseur, la dureté de l'argent vaut  $130 \pm 20$  Hv et son module de Young est de  $110 \pm 15$  GPa.

### 5. Récapitulatif des analyses réalisées pour le revêtement nAGT

La Figure 85 ci-dessous illustre l'ensemble des résultats obtenus lors des caractérisations réalisées sur les revêtements nAGT.

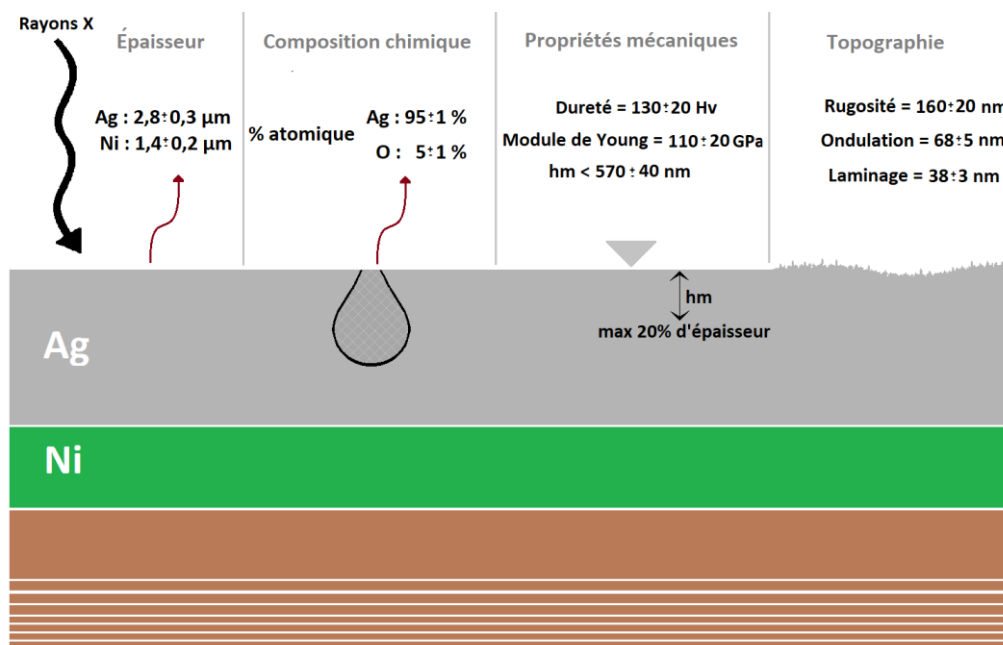


Figure 85 : Récapitulatif des analyses réalisées pour le revêtement nAGT

### D. Revêtement nGCS

Les différentes couches constituant le revêtement nGCS sont représentées sur la Figure 86. Le substrat cuivreux est revêtu de nickel, puis d'une couche d'argent, puis finalement d'un flash d'or.

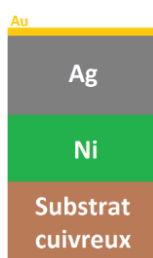


Figure 86 : Revêtement nGCS

#### 1. Épaisseur du revêtement nGCS

Les épaisseurs des différentes couches qui composent le nGCS ont été déterminées par fluorescence X. Seuls les échantillons plans avec des épaisseurs comprises entre 50 et 80 nm d'or et 2,5 et 3,0 μm d'argent ont été utilisés pour la suite des études. En ce qui concerne les hémisphères, les épaisseurs du flash d'or sont identiques à celles du plan, c'est-à-dire, comprises entre 50 et 80 nm. Pour la couche d'argent, les pions dont l'épaisseur était comprise entre 4,5 et 5,0 μm ont été conservés pour l'étude.

## 2. Composition chimique du revêtement nGCS

Afin d'observer l'aspect de surface et de déterminer la composition chimique des revêtements nGCS, des analyses MEB muni d'une sonde EDS ont été réalisées. Le spectre issu de cette caractérisation est présenté dans la Figure 87. Les raies M et L $\alpha$  des atomes d'or sont présentes à 2,12 keV et 9,71 keV respectivement. Sont également présentes les raies L $\alpha$  des atomes de d'argent à 2,98 keV, ainsi que la K $\alpha$  de l'oxygène à 0,52 keV.

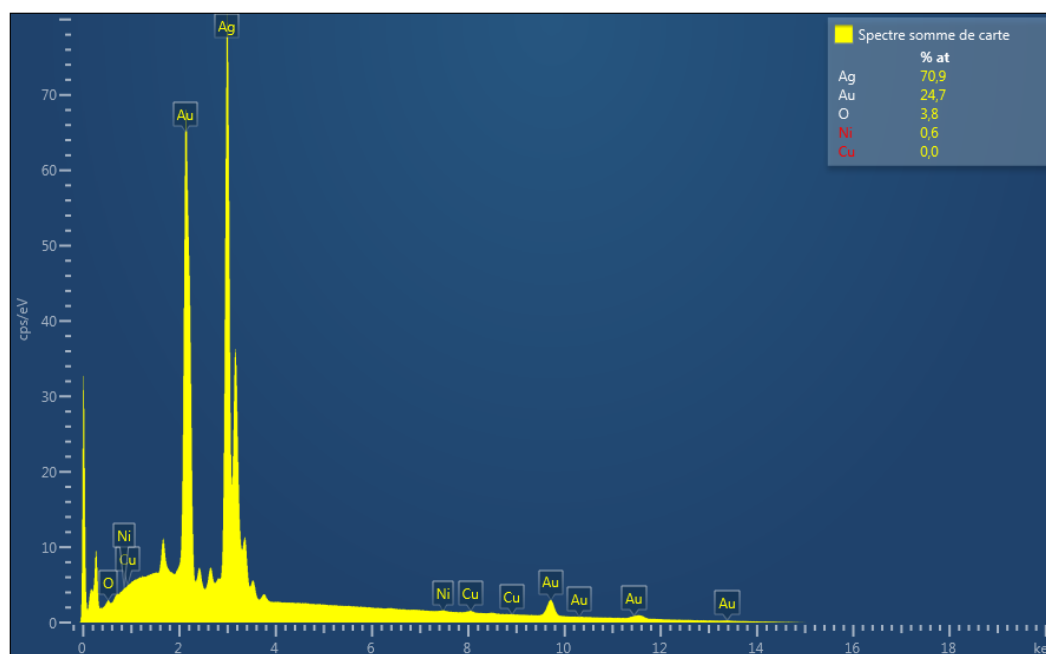


Figure 87 : Spectre EDS du nGCS

Les trois éléments présents dans cette analyse possèdent des énergies assez distinctes, il n'y a donc pas de difficulté particulière dans l'identification des éléments. La composition chimique du revêtement nGCS en moyenne sur l'ensemble des analyses réalisées est de 25 %at d'or, 71 %at d'argent et 4 %at d'oxygène.



Figure 88 : Image EDS du nGCS

La Figure 88 illustre l'image EDS obtenue pour un échantillon nGCS. La couleur jaune correspond à la présence d'or dans le volume analysé, la couleur violette correspond à l'argent et finalement le bleu clair à l'oxygène. Les mêmes couleurs seront utilisées dans la suite du manuscrit pour ce revêtement nGCS. L'intensité des couleurs est normalisée en fonction du pourcentage atomique obtenu. Pour cette image, la surface est totalement recouverte par un mélange d'or, d'argent et d'oxygène.

### 3. Rugosité et ondulation du revêtement nGCS

Les trois paramètres décrivant la rugosité, l'ondulation et les stries de laminage pour ce revêtement nGCS ont été déterminés. On obtient les valeurs suivantes :  $160 \pm 10$  nm pour la rugosité,  $66 \pm 6$  nm pour l'ondulation et  $36 \pm 4$  nm pour les stries de laminages.

Ces valeurs sont très proches des valeurs obtenues pour les revêtements nAGT. Il y a donc très peu d'impact du flash d'or sur la rugosité et l'ondulation des échantillons.

### 4. Dureté et module de Young du revêtement nGCS

Les propriétés mécaniques des revêtements nGCS ont été caractérisées par nano-indentation. La Figure 89 regroupe les résultats des indentations obtenues à différentes profondeurs d'indentation et Figure 90 à différentes forces normales maximales. À partir des valeurs obtenues avec une profondeur de pénétration inférieure à 20 % de l'épaisseur de la couche : *flash*-Au/Ag, il a été déterminé que la dureté de cette couche est de  $130 \pm 20$  Hv et son module de Young est de  $100 \pm 20$  GPa.

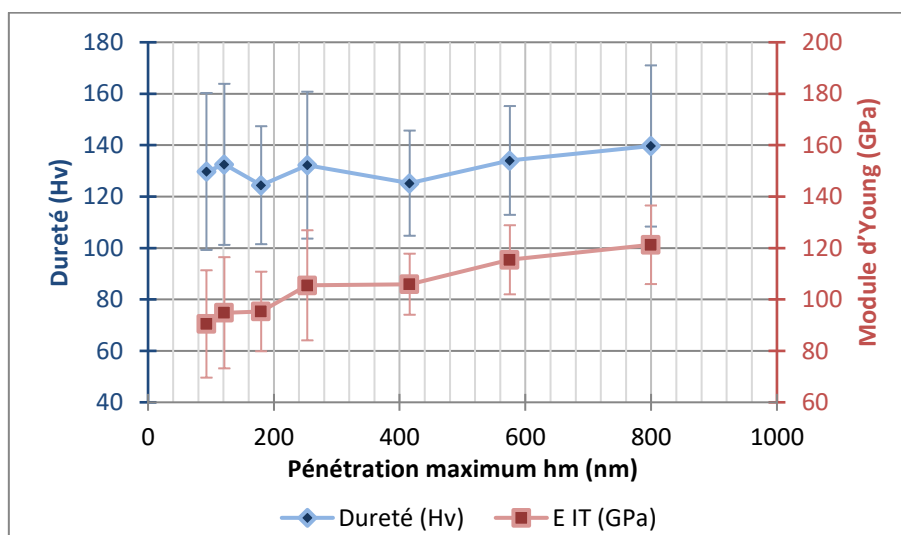


Figure 89 : Dureté et module de Young en fonction de la profondeur de pénétration maximum pour le revêtement Au/Ag/Ni/CuSn<sub>6</sub>

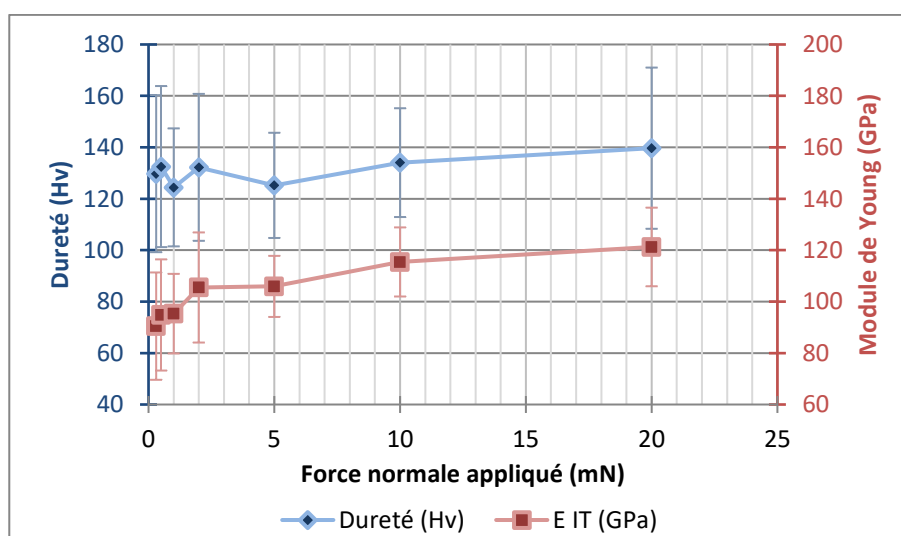


Figure 90 : Dureté et module de Young en fonction de la force normale appliquée pour le revêtement Au/Ag/Ni/CuSn<sub>6</sub>

Ces valeurs sont très proches des valeurs obtenues pour le nAGT. Il y a donc peu voire aucun impact du flash d'or sur les propriétés mécaniques de l'échantillon. La seule différence observée est la légère diminution du module de Young. Le flash d'or permet donc de rendre le revêtement légèrement plus élastique mais ces valeurs restent comprises dans la dispersion.

#### 5. Récapitulatif des analyses réalisées pour le revêtement nGCS

La Figure 91 ci-dessous illustre l'ensemble des caractérisations réalisées sur les revêtements nGCS.

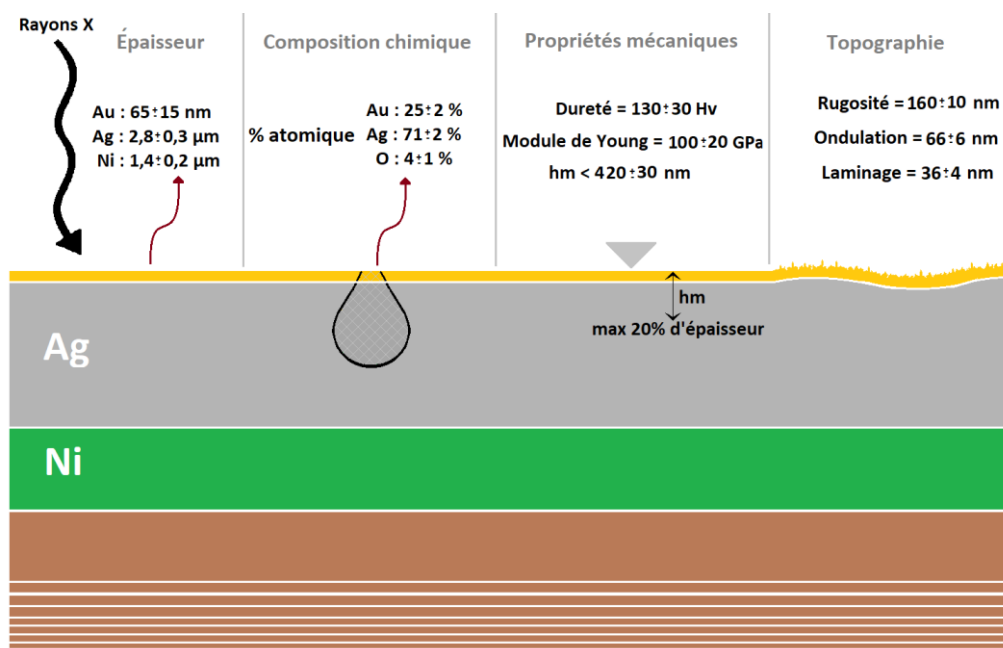


Figure 91 : Récapitulatif des analyses réalisées pour le revêtement nGCS

### IV. Évolution des revêtements étudiés dans le temps

#### A. Revêtements nGCS

La spectrométrie à décharge lumineuse (SDL) a été choisie pour étudier l'évolution des échantillons nGCS dans le temps et étudier la possible diffusion des couches d'or et d'argent. Pour ceci, six analyses ont été réalisées à des temps de vieillissement différents (1 jour, 2 semaines, 6 semaines, 12 semaines, 26 semaines et 54 semaines) sur trois échantillons nGCS différents. Les dix-huit résultats obtenus ont été analysés, les mêmes phénomènes ont été observés sur les trois échantillons, cependant seuls les résultats pour un seul échantillon vont être décrits dans les paragraphes suivants.

La Figure 92 illustre un exemple d'un résultat obtenu à partir d'une analyse SDL d'un échantillon nGCS après 1 jour de vieillissement. Ce profil représente l'intensité lumineuse en fonction du temps d'érosion. Les données obtenues sont issues de l'analyse des photons possédant des longueurs d'ondes spécifiques - Au à 242 nm, Ag à 328 nm, Ni à 341 nm, Cu à 224 nm et Sn à 317 nm -. Cette figure permet de distinguer les différents revêtements qui composent l'échantillon nGCS. Le signal de l'or est représenté en jaune, celui de l'argent en gris, celui du nickel en vert. Le cuivre et l'étain du substrats CuSn6 sont en orange et en marron respectivement.

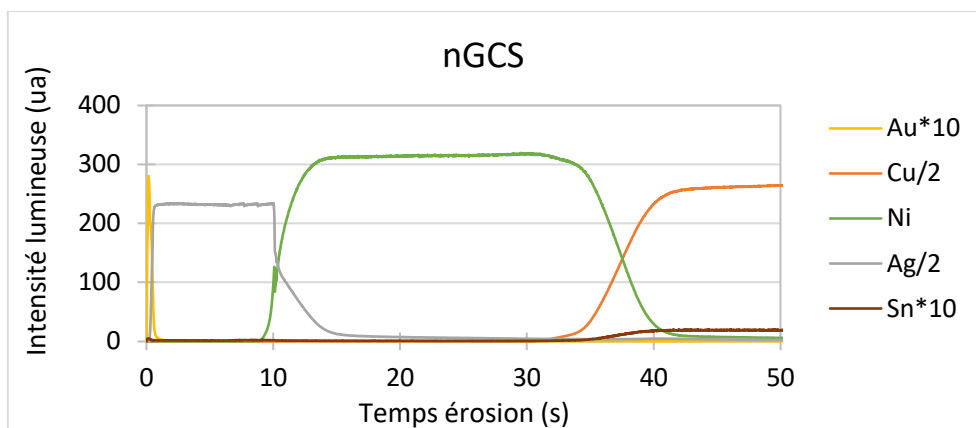


Figure 92 : Profil SDL d'un revêtement nGCS à T+1 jour : intensité lumineuse en unité arbitraire en fonction du temps d'érosion

On observe que la couche d'or de ~60 nm est érodée très rapidement et que l'interface argent nickel est atteinte vers 10 secondes d'érosion. Finalement, l'interface nickel cuivreux est atteinte dans ce cas à environ 38 secondes. À partir de 40 secondes l'érosion a lieu sur le substrat (CuSn<sub>6</sub>), en effet, l'ensemble des couches électrodéposées a été totalement érodé au bout de ~40 secondes.

Pour la suite des analyses, la première seconde d'érosion va être étudiée, comme montré dans la Figure 93. Dans cette première seconde d'érosion à T+1 jour, l'interface Au/Ag est observée. L'intensité lumineuse de l'or atteint 280 ua et les éléments Sn, Cu, Ni et Ag ont une intensité lumineuse quasi nulle. Pour cet échantillon ainsi que les deux autres étudiés à un jour de vieillissement, jusqu'à environ 0,3 seconde seule la présence de l'or est observée.

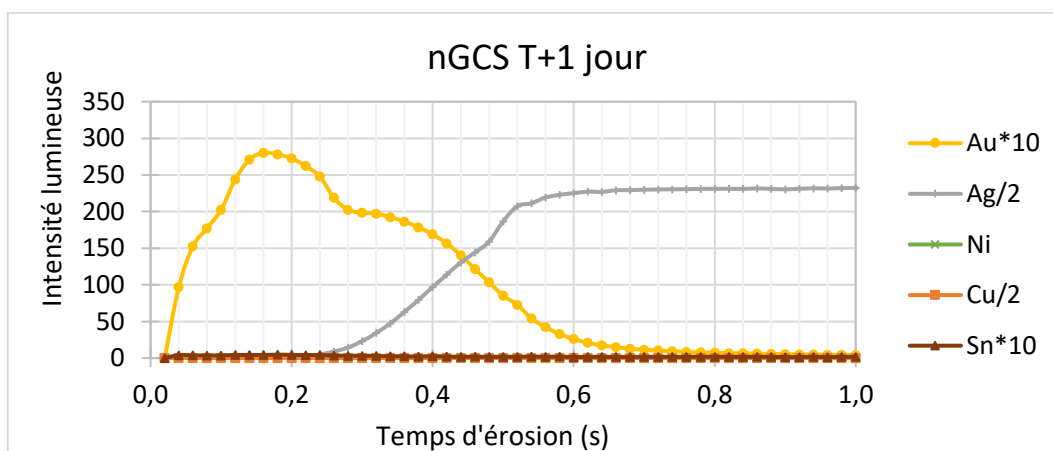


Figure 93 : Profil SDL de l'échantillon nGCS à T+1 jour montrant les différentes zones d'intérêt. (Zoom sur 1s d'érosion)

Afin de caractériser le vieillissement des revêtements nGCS, plusieurs paramètres ont été choisis et sont regroupés dans la Figure 94. Cette figure représente un exemple de profil SDL type d'un échantillon nGCS vieilli. La première zone d'intérêt est le pic d'argent qui a diffusé (a), la deuxième zone est le pic de l'or (b), la troisième zone est la présence de l'argent dans la couche d'or (c), et la dernière zone correspond au temps d'érosion de l'interface Au/Ag (d).

Comme l'intensité lumineuse dépend de plusieurs paramètres, notamment de la température, et comme l'étude a été réalisée durant toute une année, il n'est pas possible de comparer l'intensité lumineuse d'un même élément à deux moments différents. C'est pourquoi afin de caractériser le vieillissement des échantillons nGCS, il a été réalisé le ratio du pic de l'argent (a) par rapport au pic de



l'or (b) ainsi que le ratio de la présence de l'argent dans la couche de l'or (c) par rapport au pic de l'or (b), et finalement le temps d'érosion de l'interface (d).

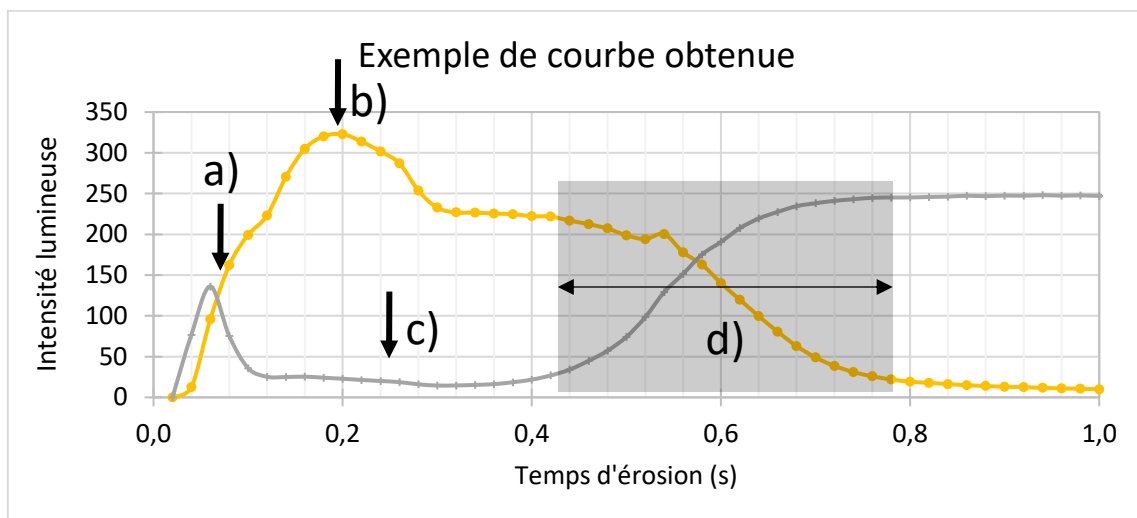


Figure 94 : Profil SDL d'un échantillon vieilli montrant les différentes zones d'intérêt (Zoom sur 1s d'érosion)

La Figure 95 regroupe les profils pour les six essais réalisés sur un des échantillons nGCS.

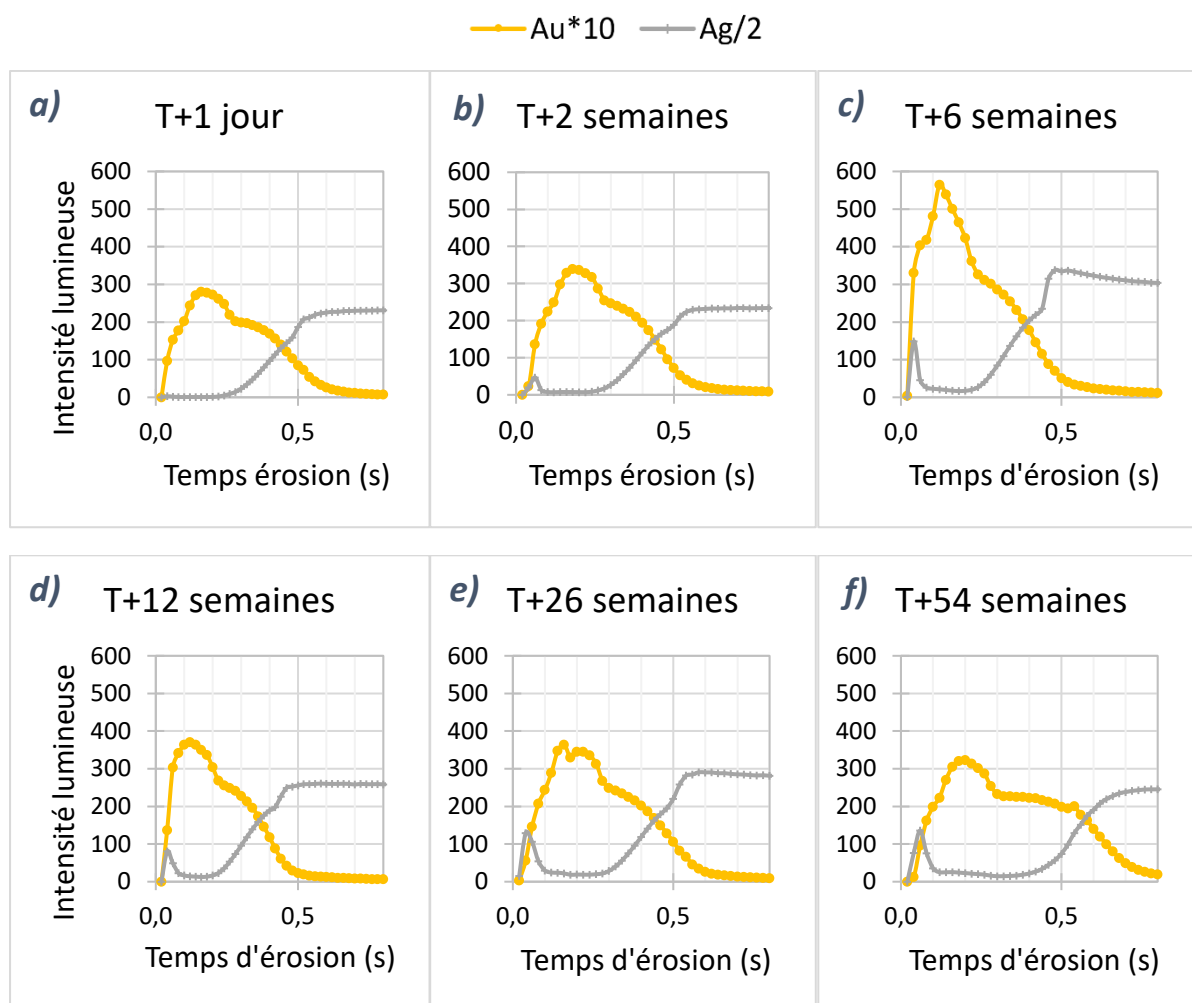


Figure 95 : Profils de l'or et de l'argent d'un échantillon nGCS en fonction du vieillissement

Le Tableau 9 regroupe les données choisies pour caractériser la diffusion de l'or et l'argent pour le revêtement nGCS.

	Temps (s) d'érosion de l'interface (d)	I pic Ag (a)/ I max Au (b)	I Ag dans Au (c)/ I max Au (b)
S0	0,2	1 %	0 %
S2	0,2	14 %	2 %
S6	0,4	26 %	3 %
S12	0,2	22 %	5 %
S26	0,3	36 %	5 %
S54	0,5	41 %	6 %

Tableau 9 : Données des profils SDL

Le premier paramètre étudié montre qu'il n'y a pas de lien entre le temps d'érosion de la zone de l'interface et le vieillissement de l'échantillon. En effet, le diagramme de phase de l'or et de l'argent ne montre pas de possible formation d'intermétalliques. Le temps d'érosion de l'interface des deux éléments dépend uniquement de la rugosité et de l'ondulation de l'interface comme le montre la Figure 96. La diffusion de l'argent dans l'or se fait uniquement par substitution ou insertion, c'est ce qui engendre une solution solide.

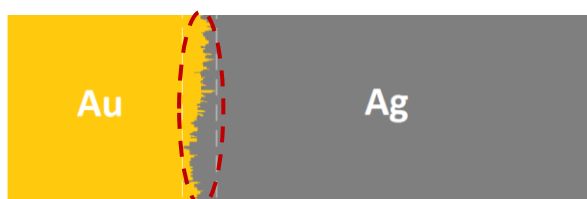


Figure 96 : Schéma de l'interface or-argent

Pour le deuxième paramètre, le rapport du pic d'argent (a) par rapport au maximum d'or (b), il ne cesse de croître en fonction du temps. Durant la première semaine après le placage, ce ratio est proche de 0 %, tandis qu'au bout de 6 semaines il est proche de 25 %. Durant ces premières 6 semaines, ce ratio augmente rapidement, ce qui témoigne d'une migration rapide des atomes d'argent vers la surface. À partir de 6 semaines, cette cinétique de migration diminue, le ratio évolue de ~25 % à ~40 %, de 6 à 54 semaines de vieillissement. La quantité d'argent à la surface a tendance à se stabiliser.

En ce qui concerne le troisième paramètre étudié, il montre également une migration rapide des atomes d'argent dans la couche d'or durant les premières 6 à 12 semaines de vieillissement, passant de 0 à 5 %. Puis finalement cette valeur se stabilise à ~5 %.

En conclusion, cette étude a permis de mettre en évidence la migration de l'argent. Comme attendu, il n'y a pas de formation de composés intermétalliques à l'interface, le temps d'érosion de l'interface dépend uniquement de la rugosité et de l'ondulation de celle-ci. La migration des atomes d'argent augmente rapidement durant les 6 à 12 premières semaines - augmentation d'environ 2,1 % d'argent dans la couche d'or par semaine -, puis augmente plus lentement d'environ 0,4 %/semaine.

### B. Revêtements d'argent (nAGT)

Afin d'étudier l'évolution des propriétés mécaniques des revêtements d'argent utilisés lors cette étude, deux techniques de caractérisation ont été employées. La première est la DRX, cette technique a permis de caractériser l'orientation cristalline de plusieurs échantillons à des temps de vieillissement

différents. La deuxième technique de caractérisation correspond à la nano-indentation, différents échantillons ont été caractérisés à des temps de vieillissement différents.

### 1. Étude de l'évolution de la cristallographie par DRX

La Figure 97 montre le diffractogramme obtenu pour les trois échantillons analysés, et la Figure 98 montre les pics qui correspondent à des orientations sur les plans cristallins [111] et [200]. Ces diffractogrammes ont été normalisés par rapport au pic [111] afin de permettre d'observer plus facilement l'orientation cristalline des échantillons étudiés.

Ces résultats montrent que les trois échantillons étudiés ont des orientations cristallines différentes. Afin d'interpréter les résultats obtenus, nous allons nous focaliser sur la Figure 98, où seuls les pics correspondant aux plans cristallins [111] et [200] sont représentés. On observe que :

- Le résultat qui correspond à l'échantillon A ayant 3 mois de vieillissement (en vert) montre une orientation préférentielle sur le plan [111] par rapport au plan [200], le rapport de ces deux pics est d'environ 0,24.
- En ce qui concerne le diffractogramme de l'échantillon B ayant vieilli 8 mois (en rouge), l'orientation cristalline sur le plan [111] est toujours prépondérante par rapport au plan [200], cependant le rapport entre ces deux pics est cette fois-ci de 0,60.
- Pour l'échantillon C ayant vieilli 18 mois (en bleu), une orientation cristalline plutôt sur le plan [200] par rapport au [111] est observée. Le pic du plan cristallin [200] est 2,5 fois plus grand que le pic du plan cristallin [111].

En résumé, ces résultats montrent que plus l'échantillon analysé a vieilli, plus il sera orienté sur le plan cristallin [200]. Cependant ces résultats doivent être reproduits. En effet, la littérature et l'expérience montrent que l'orientation cristalline d'un revêtement dépend de nombreux paramètres, c'est pourquoi, afin d'attribuer une tendance à un phénomène en particulier, les essais doivent être répétés. Le but de ces analyses est de montrer que des différences d'orientation cristalline existent et que des études complémentaires doivent être envisagées afin de mieux comprendre l'impact du vieillissement sur les revêtements d'argent.

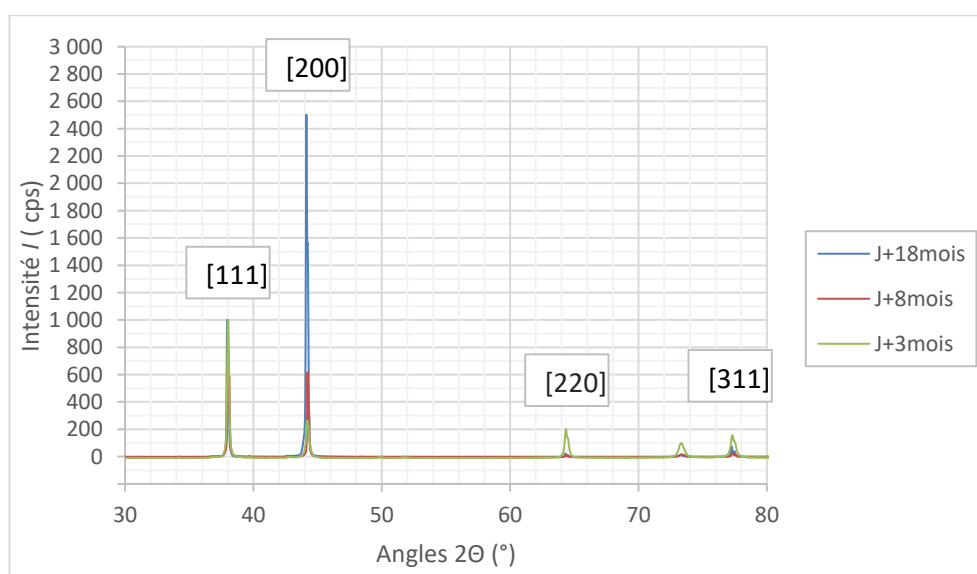


Figure 97 : Diffractogrammes des revêtements d'argent à différents temps de vieillissement

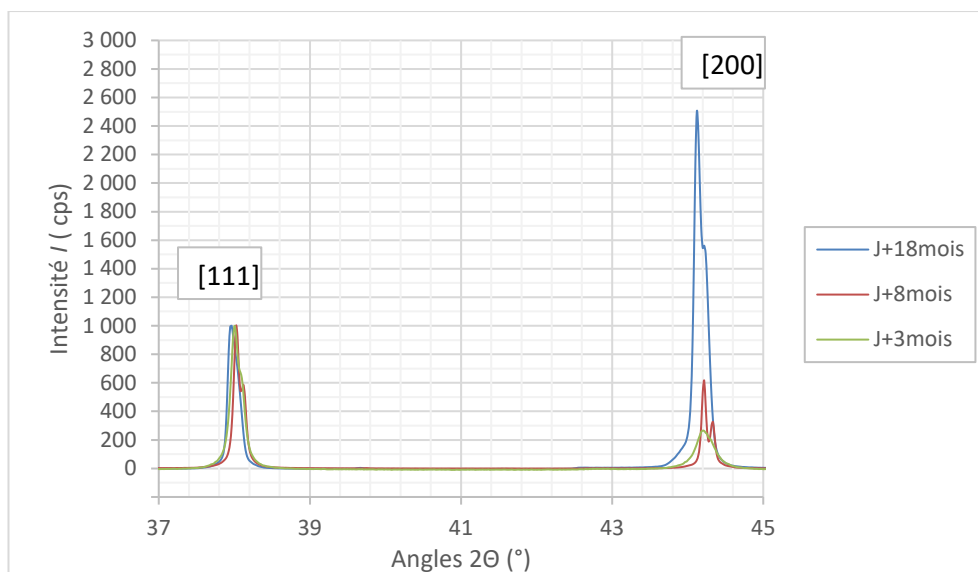


Figure 98 : Zoom sur les pics [111] et [200]

## 2. Étude de l'évolution des propriétés mécaniques au cours du temps

Des caractérisations par nano-indentation ont été réalisées sur des échantillons ayant différents temps de vieillissement. La Figure 99 regroupe les résultats obtenus pour la dureté et le module de Young à 2 mN pour les différents échantillons.

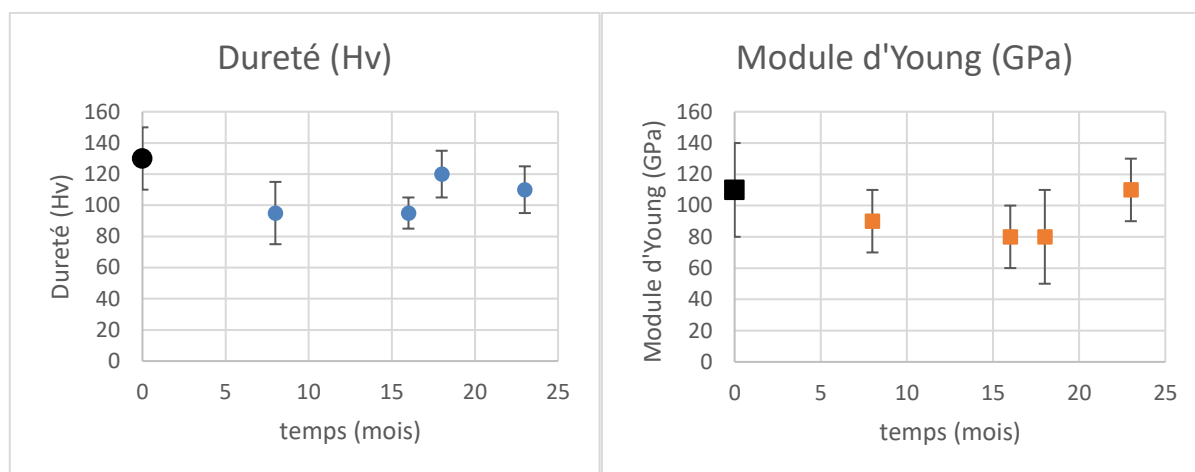


Figure 99 : Dureté et Module d'Young de différents échantillons nAGT

L'échantillon de référence est représenté en noir sur les courbes. À 2 mN, la dureté de l'argent de référence est de  $130 \pm 20$  Hv et son module de Young de  $110 \pm 30$  GPa.

Pour des vieillissements de 8, 16, 18 et 23 mois, la dureté des échantillons a diminué et elle varie entre 90 et 120 Hv. Cette diminution de dureté va engendrer une diminution de la limite d'élasticité. Initialement, la limite d'élasticité est d'environ 415 MPa, pour une dureté de 130 Hv. Suite au vieillissement du revêtement elle peut diminuer jusqu'à 295 MPa. Le contact lors des tests tribologiques sera moins élastique pour des revêtements vieillis que pour des revêtements à moins d'une semaine de vieillissement.

D'autre part, le vieillissement du revêtement d'argent montre que le module de Young a tendance à diminuer. Le revêtement devient plus élastique avec le temps. Ce phénomène peut faire augmenter

l'aire de contact lors des tests tribologiques. À 90 GPa de module de Young, l'aire de contact initiale (calculée avec la formule de Hertz) est d'environ 27,4  $\mu\text{m}$ , tandis qu'à 110 GPa elle est d'environ 25,6  $\mu\text{m}$ .

Ces changements de propriétés mécaniques peuvent donc avoir un impact sur les tests tribologiques réalisés. Comme dans le cas de l'analyse en DRX, des études complémentaires doivent également être envisagées afin de mieux comprendre l'impact sur le vieillissement des revêtements d'argent.

## V. Conclusion

Ce chapitre a permis de présenter les résultats des caractérisations réalisées sur les revêtements vierges étudiés. Le Tableau 9 regroupe les résultats des caractérisations réalisées sur les deux substrats et la sous-couche de nickel.

Échantillon	Composition chimique (%at)	Rugosité / Ondulation (nm)	Dureté / Module de Young
CuNi <sub>3</sub> Si <sub>1</sub> Mg	Cu : 95,0 Ni : 3,2 Si : 1,5 Mg : 0,4	113 ± 3 / 34 ± 3	240 ± 10 Hv / 120 ± 10 GPa
CuSn <sub>6</sub>	Cu : 96,7 Sn : 3,3	130 ± 3 / 55 ± 9	230 ± 10 Hv / 120 ± 10 GPa
Sous-couche Ni	Ni : 98,8 O : 1,2	141 ± 4 / 50 ± 10	560 ± 60 Hv / 190 ± 20 GPa

Tableau 10 : Résumé des résultats des caractérisations des substrats et de la sous-couche de nickel

Les compositions chimiques obtenues pour les substrats sont très proches des valeurs théoriques données par les fournisseurs de matières.

Le substrat CuNi<sub>3</sub>Si<sub>1</sub>Mg a une rugosité et une ondulation légèrement plus faible que le substrat CuSn<sub>6</sub>, l'aire de contact mécanique sera donc plus importante pour un substrat CuNi<sub>3</sub>Si<sub>1</sub>Mg que pour un substrat CuSn<sub>6</sub>. Le dépôt de nickel augmente légèrement la rugosité et atténue légèrement l'ondulation, mais son impact reste négligeable.

Finalement, les propriétés mécaniques des deux substrats sont très proches. D'après les valeurs obtenues, le dépôt de nickel est plus de deux fois plus dur que les substrats et un peu plus rigide. À partir d'environ 400 nm de profondeur de pénétration, on observe l'impact des propriétés mécaniques du substrat.

Ensuite, tous les résultats obtenus concernant les revêtements étudiés sont regroupés dans les tableaux qui suivent.

Tous les échantillons utilisés pour cette étude ont été mesurés par fluorescence X avec des programmes dédiés et préalablement étalonnés. Seuls les échantillons étant dans la gamme d'épaisseur souhaitée ont été conservés et étudiés (Tableau 11) :

Épaisseurs des hémisphères							
FG		GXT		nAGT		GCS	
/	/	Au	0,05 – 0,08	/	/	Au	0,05 – 0,08
Au	0,70 - 0,90	PdNi	0,70- 0,90	Ag	4,5 – 5,0	Ag	4,5 – 5,0
Ni	1,3 – 1,5	Ni	1,3 – 1,5	Ni	1,3 – 1,5	Ni	1,3 – 1,5
CuSn <sub>6</sub>		CuSn <sub>6</sub>		CuSn <sub>6</sub>		CuSn <sub>6</sub>	

Épaisseurs des plans							
FG		GXT		nAGT		GCS	
/	/	Au	0,05 – 0,08	/	/	Au	0,05 – 0,08
Au	0,70 - 0,90	PdNi	0,70- 0,90	Ag	2,5 – 3,0	Ag	2,5 – 3,0
Ni	1,3 – 1,5	Ni	1,3 – 1,5	Ni	1,3 – 1,5	Ni	1,3 – 1,5
CuNi <sub>3</sub> Si <sub>1</sub> Mg		CuNi <sub>3</sub> Si <sub>1</sub> Mg		CuSn <sub>6</sub>		CuSn <sub>6</sub>	

Tableau 11 : Épaisseurs des revêtements des hémisphères et des plans étudiés en µm

On remarque que l'épaisseur d'argent sur les revêtements nAGT des hémisphères est plus élevée que pour les plans. Ce choix a été fait car lors des tests tribologiques, l'hémisphère est plus sollicité que le plan.

Le Tableau 12 regroupe quant à lui la composition chimique des plans des quatre revêtements étudiés :

FG		GXT		nAGT		GCS	
/	/	Au	35,5	/	/	Au	70,9
Au	90,4	PdNi	34,9	Ag	94,4	Ag	24,7
Ni	5,4	Ni	25,9	Ni	0,5	Ni	0,6
O	3,9	O	3,5	O	5,1	O	3,8
Cu	0,3	Cu	0,2	Cu	0	Cu	0

Tableau 12 : Compositions chimiques des plans en %at, à 15 kVe, Gx40, 500 pA

La tension d'accélération joue un rôle important sur la profondeur d'analyse. À 15 keV l'analyse a lieu sur les couches des revêtements précieux, mais aussi sur une partie de la sous-couche de nickel. Cependant, le substrat cuivre n'est pas détecté pour ces revêtements. L'oxygène est initialement plus présent sur les revêtements FG et GXT que sur les revêtements argentés.

Le Tableau 13 contient les valeurs obtenues de rugosité et d'ondulation.

	FG	GXT	nAGT	GCS
Rugosité Sa	122 ± 3 nm	142 ± 3 nm	160 ± 20 nm	160 ± 10 nm
Ondulation	41 ± 6 nm	53 ± 7 nm	38 ± 3 nm	36 ± 4 nm
Sku	3,7 ± 0,1	3,5 ± 0,1	3,5 ± 0,2	3,5 ± 0,3
Ssk	0,52 ± 0,04	0,35 ± 0,03	0,01 ± 0,09	0,04 ± 0,10

Tableau 13 : Rugosité et ondulation des revêtements

Le revêtement FG a la rugosité la plus faible, suivi du revêtement GXT et les deux revêtements d'argent ont des rugosités plus élevées, et à l'inverse pour l'ondulation. Ceci est probablement dû à l'épaisseur de ces revêtements qui est plus importante que pour les revêtements FG et GXT. L'aire de contact mécanique sera donc probablement plus grande pour les revêtements à base d'argent. Par ailleurs, le facteur Sku, qui décrit l'aplatissement de la surface, est légèrement supérieur à 3 pour les 4 revêtements, et le facteur Ssk, qui décrit l'asymétrie de la surface, est supérieur à zéro pour FG et GXT et proche de zéro pour nAGT et nGCS. Ceci nous permet de conclure que l'irrégularité de la surface est faible pour les quatre revêtements (Sku), et que pour FG et GXT ces irrégularités sont plutôt sous forme de pics, et pour nAGT et nGCS il n'y a pas de prédominance entre les pics et les vallées (Ssk).

Finalement, les deux premières lignes du Tableau 14 montrent les résultats obtenus par nano-indentation concernant les propriétés mécaniques des revêtements, et les deux dernières lignes les grandeurs calculées qui en découlent.

	FG	GXT	nAGT	GCS
Dureté	200 ± 30 Hv	380 ± 30 Hv	130 ± 20 Hv	135 ± 20 Hv
Dureté	~1960 MPa	~3730 MPa	~425 MPa	~440 MPa
Module de Young	100 ± 20 GPa	200 ± 30 GPa	110 ± 15 GPa	100 ± 20 GPa

Tableau 14 : Propriétés mécaniques des quatre revêtements étudiés

### *Chapitre 3 : Caractérisations des revêtements de l'étude*

Le revêtement GXT est presque trois fois plus dur que les revêtements à base d'argent et presque deux fois plus dur que le revêtement FG. D'autre part, les revêtements FG, nAGT et nGCS ont des modules de Young très proches tandis que pour le revêtement GXT le module de Young est deux fois plus élevé.

Pour la suite de l'étude, ces revêtements seront divisés en deux catégories en fonction de leur dureté et donc en fonction de leur limite d'élasticité. D'une part, on aura les revêtements appelés « durs » FG et GXT, et d'autre part, les revêtements appelés « mous » nAGT et nGCS.

Finalement, l'évolution des revêtements argentés a également été étudiée. En complément de cette partie, des études plus approfondies seront nécessaires pour permettre de conclure sur l'impact du vieillissement sur les propriétés mécaniques des revêtements nAGT et nGCS.





# Chapitre 4 : Frottements microscopiques : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques

<b>I. Introduction</b>	<b>94</b>
<b>II. Mécanismes d'usure des configurations symétriques</b>	<b>94</b>
A. Revêtements à duretés plus élevées : FG et GXT	94
1. Configuration GXT / GXT	94
a. Analyses de l'évolution de la topographie de surface	97
b. Analyses des compositions chimiques des traces d'usure	100
c. Conclusion	101
2. Configuration FG / FG	101
a. Analyses de l'évolution de la topographie de surface	104
b. Analyses des compositions chimiques de traces d'usures	106
c. Conclusion	108
3. Conclusion	108
B. Revêtements à duretés plus faibles : nAGT et nGCS	108
1. Configuration nAGT / nAGT	109
a. Analyses de l'évolution de la topographie de surface	112
b. Analyses des compositions chimiques de traces d'usure	115
c. Conclusion	117
2. Configuration nGCS / nGCS	117
a. Analyses de l'évolution de la topographie de surface	119
b. Analyses des compositions chimiques de traces d'usure	120
c. Conclusion	121
3. Conclusion	121
<b>III. Mécanismes d'usure des configurations dissymétriques</b>	<b>122</b>
A. Revêtements ayant des propriétés mécaniques proches	122
1. Revêtements ayant des duretés élevées : GXT et FG	122
a. Analyses des volumes d'usure	124
b. Analyses des compositions chimiques	125
c. Conclusion	126
2. Revêtements ayant des duretés faibles : nAGT et nGCS	127
a. Analyses des volumes d'usure	129
b. Analyses des compositions chimiques	130
c. Conclusion	132
B. Revêtements ayant des propriétés mécaniques éloignées	132
1. Hémisphères de duretés élevées et plans de duretés faibles	132
a. Analyses des volumes d'usure	134
b. Analyses des compositions chimiques	135
c. Conclusion	137
2. Hémisphères de duretés faibles et plans de duretés élevées	137
a. Analyses des volumes d'usure	140
b. Analyses des compositions chimiques	142
c. Conclusion	144
<b>IV. Conclusion des essais de fretting</b>	<b>145</b>

## I. Introduction

Ce chapitre présente les résultats des tests de fretting réalisés pour les quatre revêtements étudiés. Le chapitre 3 a permis de classer les revêtements étudiés en deux groupes distincts : ceux avec les duretés les plus élevées - les revêtements GXT à 380 Hv et FG à 200 Hv - et ceux avec les duretés les plus faibles - les deux revêtements à base d'argent nAGT et nGCS à 130 et 135 Hv.

L'ensemble des tests a été réalisé avec une géométrie de contact hémisphère contre plan. Le rayon de contact de l'hémisphère est de 1,4 mm. L'amplitude du déplacement est de  $\pm 25 \mu\text{m}$ . La force normale a été fixée à 1 N. Le courant utilisé lors des tests de fretting a été fixé à 20 mA.

La première partie concerne les configurations symétriques. Les comportements tribologiques des deux revêtements avec les duretés les plus élevées (FG et GXT) sont d'abord décrits, puis ceux avec des duretés les plus faibles (nAGT et nGCS).

La deuxième partie concerne les résultats des tests de fretting pour les configurations dissymétriques. Dans un premier temps seront présentés les résultats des configurations où l'hémisphère et le plan ont des revêtements aux propriétés mécaniques proches et dans un deuxième temps les résultats avec des échantillons avec des propriétés mécaniques éloignées.

Pour l'ensembles des résultats, la valeur maximum de la résistance de contact correspondant à une dégradation électrique a été définie à 10 m $\Omega$ . En effet, lorsque la configuration testée dépasse cette valeur on considère que la résistance de contact est trop élevée pour assurer le bon passage du courant. La durée de vie fonctionnelle du contact correspond au nombre de cycles durant lesquels la résistance de contact est inférieure au seuil de 10 m $\Omega$ .

Pour simplifier l'appellation des différentes configurations testées, la notation est la suivante : un contact revêtement 1 / revêtement 2 fait référence à un contact avec le revêtement 1 en hémisphère et le revêtement 2 en plan.

## II. Mécanismes d'usure des configurations symétriques

Dans cette première partie, nous allons présenter les résultats des tests de fretting pour des configurations symétriques.

### A. Revêtements à duretés plus élevées : FG et GXT

Le Tableau 15 rappelle les propriétés mécaniques des revêtements étudiés. De nombreux essais ont été réalisés et arrêtés à différents nombres de cycles tels que : 1, 10, 30, 60 et 100 kcycles. Ceci nous a permis d'observer l'évolution des comportements électriques et mécaniques des configurations étudiées.

	Épaisseurs	Dureté	Module de Young
FG	0,8 $\mu\text{m}$ Au	200 Hv	100 GPa
GXT	50 nm Au / 0,8 $\mu\text{m}$ PdNi	380 Hv	200 GPa

Tableau 15: Propriétés mécaniques des revêtements FG et GXT déterminées par nano-indentation

#### 1. Configuration GXT / GXT

La première configuration étudiée est la configuration symétrique GXT / GXT, pour laquelle les essais ont été stoppés à 60 kcycles car la dégradation électrique a lieu très rapidement.

La Figure 100 montre l'évolution de la force tangentielle et la résistance de contact pour l'essai arrêté à 60 kcycles. La résistance de contact initiale pour la configuration GXT / GXT est de  $3,4 \pm 0,6$  m $\Omega$  pour l'ensemble des essais réalisés.

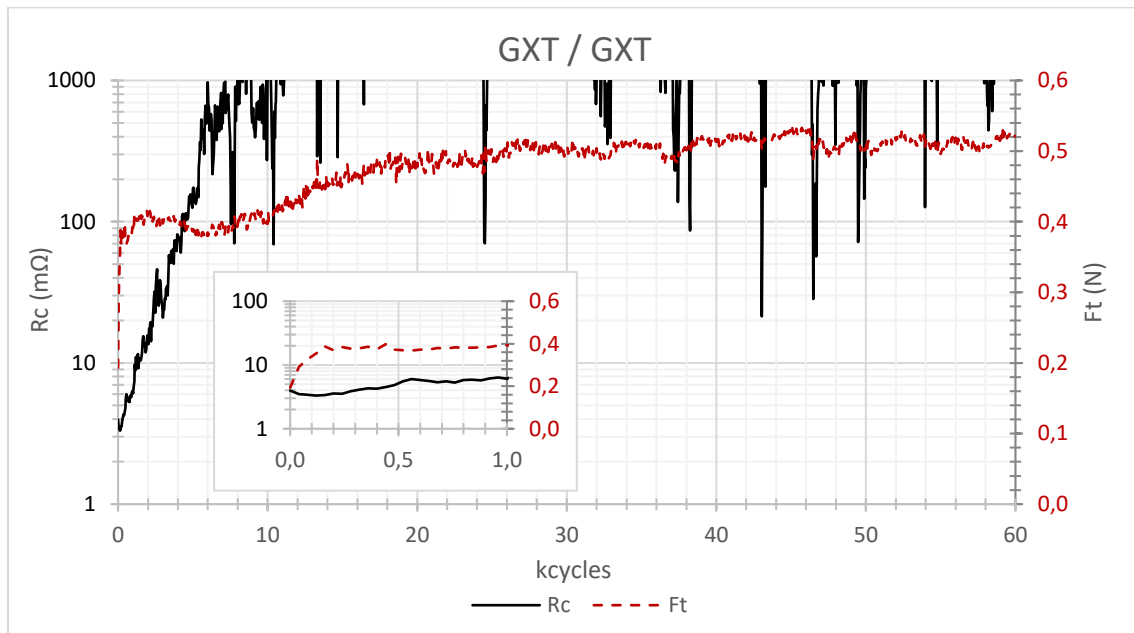


Figure 100 : Comparaison de l'évolution de la résistance de contact et de la force tangentielle en fonction des cycles de fretting pour la configuration GXT / GXT. Avec un insert correspondant à un zoom sur les 1000 premiers cycles

Trois zones sont observées : la première correspond aux 200 premiers cycles, la résistance de contact diminue légèrement et la force tangentielle augmente rapidement jusqu'à atteindre 0,4 N. L'aire de contact devient plus grande, la quantité de spots conducteurs augmente, ce qui engendre une diminution de la résistance de contact et une augmentation de la force tangentielle.

La deuxième zone correspond à l'évolution entre 200 et environ 6 kcycles, la résistance de contact augmente de façon drastique de 3 m $\Omega$  à  $\sim 1$   $\Omega$ . Durant cette période, l'interface devient de moins en moins conductrice, tandis que la force tangentielle reste stable à environ 0,40 N, ce qui témoigne d'une usure essentiellement abrasive. Dans cette zone le seuil de 10 m $\Omega$  a été dépassé très rapidement à environ 1 kcycles.

Finalement, la dernière zone correspond à l'évolution de 6 à 60 kcycles. La résistance de contact reste très élevée tout au long de ces cycles et la force tangentielle augmente progressivement jusqu'à environ à 0,52 N puis se stabilise à cette valeur. Il est probable que cette augmentation de la force tangentielle corresponde à un changement de la composition chimique de l'interface. Les surfaces de contact ne sont plus du tout conductrices et l'usure continue à être abrasive.

Les cycles de frottement ont également été étudiés. Pour ceci la force tangentielle en fonction de la distance de déplacement a été tracée et les résultats obtenus ont été regroupés dans la Figure 101.

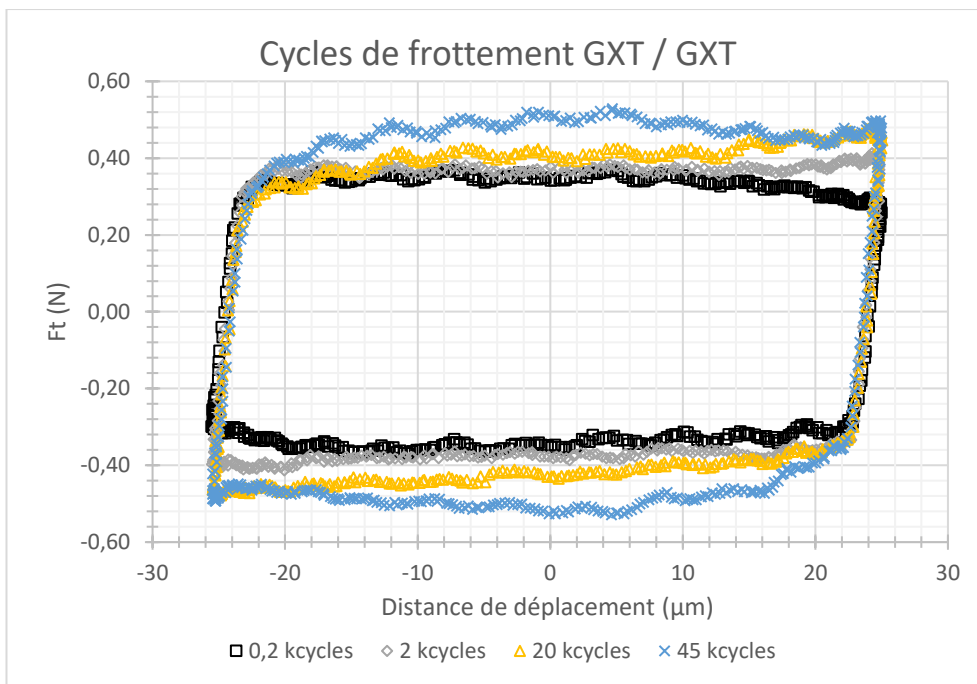


Figure 101 : Cycles de fretting pour la configuration GXT / GXT

Pour l'ensemble des cycles la forme est plutôt rectangulaire, caractéristique d'un régime de glissement total<sup>26</sup>. De plus, l'amplitude de débattement maximale, c'est-à-dire le débattement imposé de  $\pm 25 \mu\text{m}$  est très proche de l'ouverture du cycle  $\delta_0 \pm 24 \mu\text{m}$ . Ceci montre que pour cette configuration à 1 N de force normale, il y a très peu de zone de collage entre les deux surfaces de contact.

En ce qui concerne l'évolution des cycles, le cycle de frottement en noir (200 cycles) a une force tangentielle plus élevée au centre. Les forces d'adhésion sont donc légèrement plus fortes au centre et des débris sont formés petit à petit. À 2 kcycles (gris) les maxima de forces tangentielles sont observés en haut à droite et en bas à gauche. Lors du frottement, de la matière sous forme de débris est repoussée sur les côtés. Les zones où l'adhésion a lieu sont inversées entre les 200 cycles et les 2 kcycles.

À 20 kcycles (jaune) ce phénomène (repousser la matière sur les côtés) se poursuit avec des valeurs de forces tangentielles plus élevées, on peut supposer que la composition chimique et/ou la topographie à l'interface de contact a évolué et que les zones de contact se creusent, les débris s'accumulent aux extrémités où ils sont repoussés. Finalement, à 45 kcycles (bleu) l'augmentation des forces tangentielles a lieu de nouveau au centre de la trace, l'adhésion est donc de nouveau plus importante au centre, il est probable que les débris aient été évacués en dehors de la trace.

La Figure 102 trace l'évolution cyclique de la résistance de contact en fonction du déplacement à 0,2 ; 2 ; 6 et 12 kcycles.

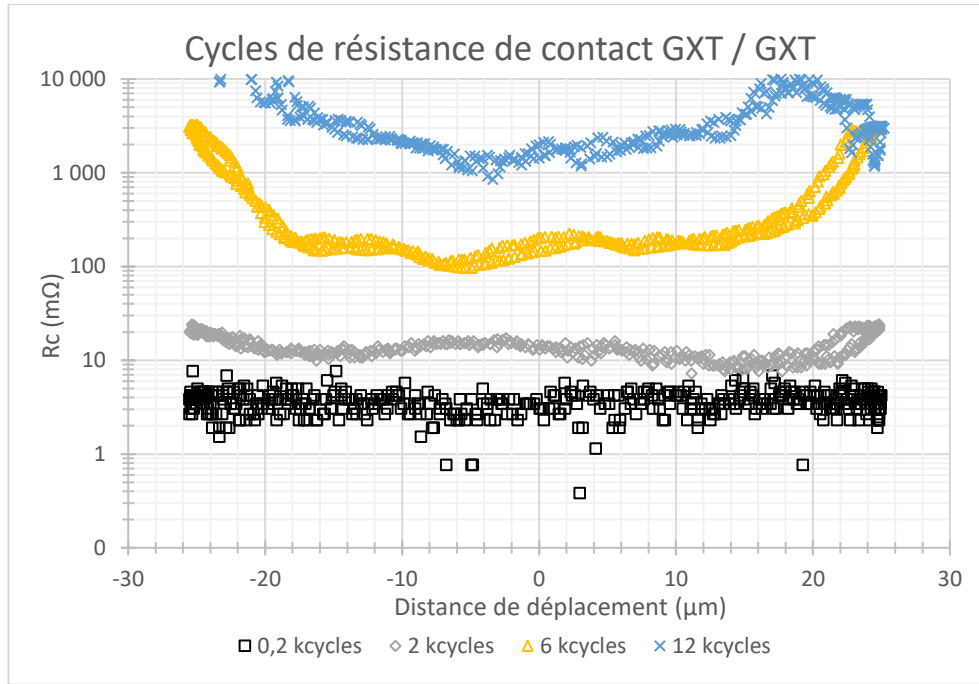


Figure 102 : Cycles de résistance de contact pour la configuration GXT / GXT

À 200 cycles la résistance de contact est bruitée, elle varie entre 2 et 7 mΩ. Ensuite à 2 kcycles, la résistance de contact est supérieure au seuil de 10 mΩ sur presque la totalité de la trace d'usure. Cette trace est légèrement plus résistive sur les extrémités (au-delà de  $\pm 20 \mu\text{m}$ ) et au centre (entre -10 et 0  $\mu\text{m}$ ), ceci est probablement dû à la présence de débris isolants dans ces zones dû à la formation (centre) et évacuation des débris (extrémités).

a. Analyses de l'évolution de la topographie de surface

Afin d'avoir une compréhension plus grande de ces différentes étapes, des cartographies 3D ont été réalisées. La Figure 103 regroupe les résultats obtenus. L'acquisition des images ainsi que l'ensemble des images présentées dans ce chapitre ont été réalisées suivant la méthodologie décrite dans le chapitre 2.

Cycles	1 kcycles	10 kcycles	30 kcycles	60 kcycles
<b>Hémisphère GXT</b>				
<b>Plan GXT</b>				
<b>Rc finale</b>	10,9 mΩ	> 1 Ω	> 1 Ω	> 1 Ω
<b>Ft finale</b>	0,52 N	0,54 N	0,48 N	0,52 N

Figure 103 : Images 3D des hémisphères et des plans GXT pour différents nombres de cycle de fretting

À partir de 1 kcycles, l'hémisphère commence déjà à perdre de la matière, un creux est observé, en revanche sur le plan une petite surépaisseur de matière est observée, l'usure est très faible. Ensuite, à

10 kcycles les deux surfaces, hémisphère et plan, perdent de la matière. Ce phénomène se poursuit et devient de plus en plus important lorsque le nombre de cycles augmente. La taille des traces d'usure augmente en fonction des cycles de fretting. Finalement, les traces d'usure sont très localisées et creusées, l'endommagement se fait principalement par abrasion.

Bien que ces images 3D fournissent des informations sur l'évolution des états de surfaces des hémisphères et des plans en fonction du nombre de cycles, la Figure 104 a été tracée et montre les profils 2D des plans GXT en fonction du nombre de cycles de fretting.

Le profil à 1 kcycles de fretting confirme le constat fait précédemment, il y a une surépaisseur de matière sur le plan lors de ces premiers 1 kcycles. Ceci correspond à un transfert de matière de l'hémisphère vers le plan, sa largeur est d'environ 100  $\mu\text{m}$ .

À 10 kcycles, la largeur de la trace d'usure est donc proche de 250  $\mu\text{m}$ , avec des creux pouvant aller jusqu'à presque 2  $\mu\text{m}$  de profondeur, au-delà de l'épaisseur du palladium-nickel. À 30 kcycles, plus de matière est évacuée et repoussée sur les côtés, les creux peuvent atteindre des profondeurs de presque 3  $\mu\text{m}$  donc au-delà de l'épaisseur de la sous-couche de nickel. Finalement, à 60 kcycles, la trace d'usure est plus large  $\sim 300 \mu\text{m}$ , et la profondeur de l'usure est plus importante, elle peut atteindre 4  $\mu\text{m}$  de profondeur. L'usure abrasive a évacué les couches d'or, de palladium-nickel et de nickel.

De grands changements concernant la topographie des surfaces des revêtements GXT sont observés tout le long des cycles de fretting. Ces changements sont en partie la raison de l'augmentation de la résistance de contact.

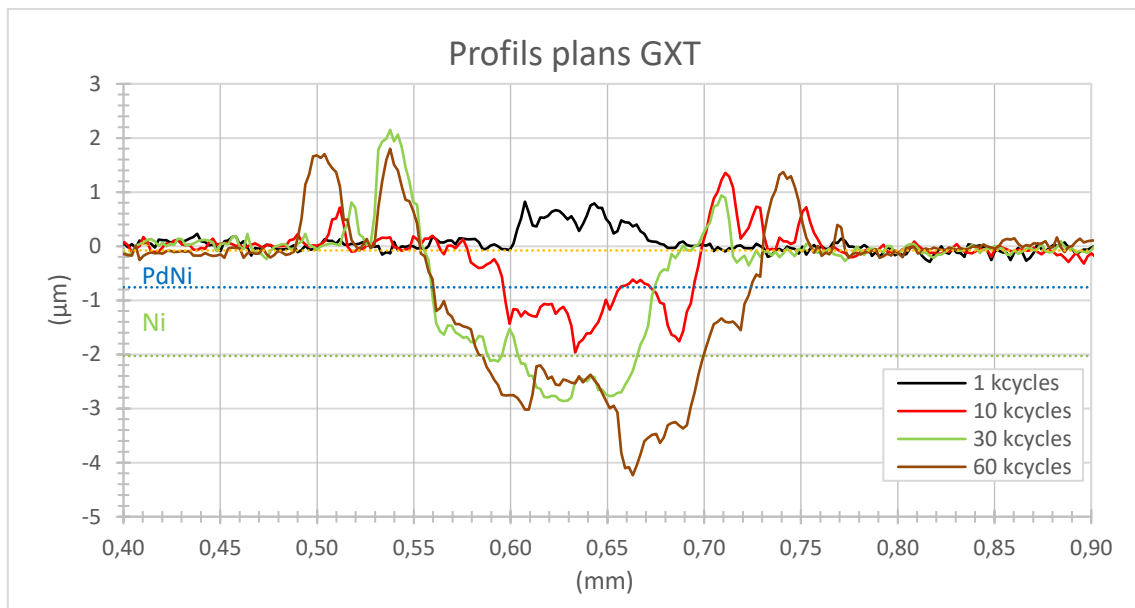


Figure 104 : Profils 2D perpendiculaires au sens du frottement pour les cinq plans GXT étudiés à différents nombres de cycles de fretting

La Figure 105 regroupe deux graphiques permettant d'étudier les volumes d'usures. Le premier graphique à gauche montre l'évolution des volumes d'usure des hémisphères et des plans, et à droite le volume d'usure totale. Celui-ci correspond à la somme en valeurs absolues des volumes d'usure des hémisphères et des plans.

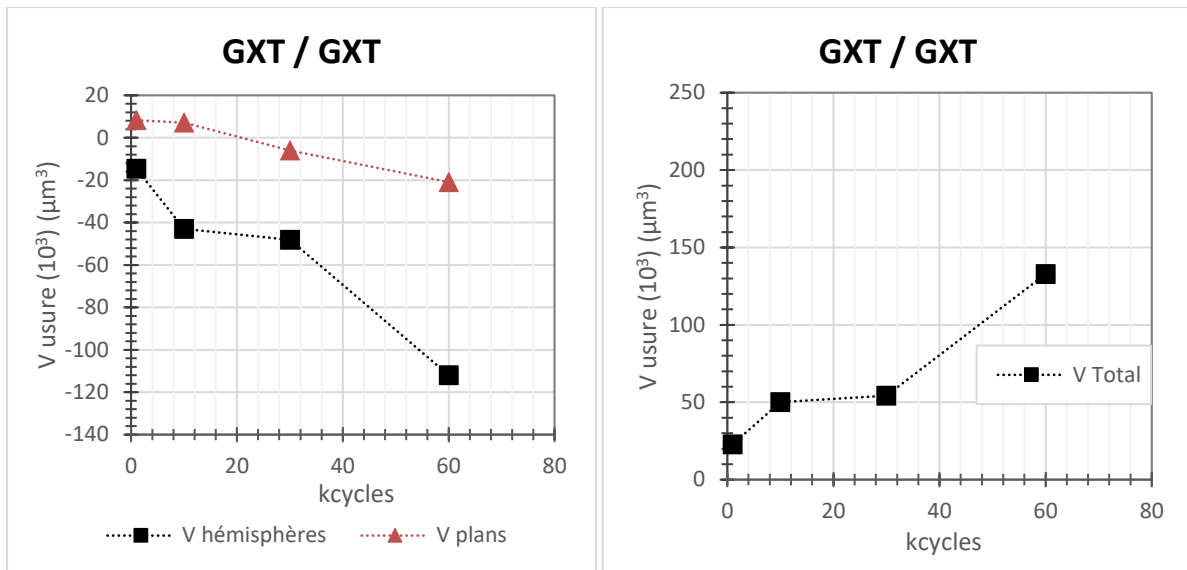


Figure 105 : Évolution du volume d'usure en fonction des cycles de fretting pour la configuration GXT / GXT

En ce qui concerne le volume d'usure des hémisphères et des plans, les tendances suivantes ont été constatées : dès les premiers cycles les hémisphères ont des volumes d'usure négatifs alors que les plans ont des volumes d'usure positifs à 1 et 10 cycles. Ceci témoigne d'un transfert de matière de l'hémisphère vers le plan. À partir de 30 cycles, les hémisphères et les plans perdent de la matière. La matière initialement transférée est évacuée, les volumes d'usure négatifs atteignent environ  $110 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  pour le plan et  $20 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  pour l'hémisphère à 60 cycles.

Par ailleurs, concernant le volume d'usure total illustré à droite de la figure, il augmente en fonction des cycles de fretting. Les augmentations les plus importantes correspondent au passage de 1 à 10 cycles et de 30 à 60 cycles.

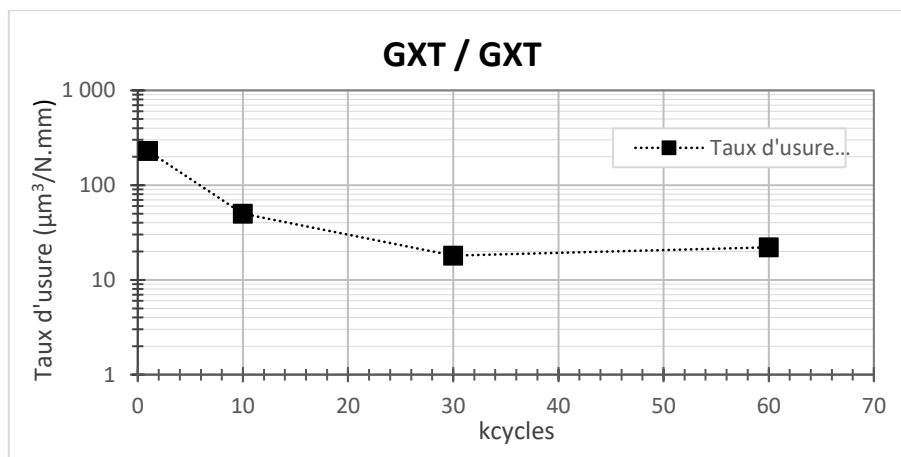


Figure 106 : Évolution du taux d'usure en fonction des cycles de fretting pour la configuration GXT / GXT

La Figure 106 montre l'évolution du taux d'usure en fonction des cycles de fretting. Celle-ci permet d'étudier la cinétique d'usure. Au début de l'essai (1 cycles) de fretting la cinétique d'usure est la plus importante. Ensuite lorsque le nombre de cycles augmente, la vitesse d'usure diminue jusqu'à 30 cycles puis reste stable jusqu'à 60 cycles.



## Chapitre 4 : Frottement microscopique : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques

### b. Analyses des compositions chimiques des traces d'usure

Une étude de la composition chimique des traces d'usure a également été réalisée. La Figure 107 regroupe les cartographies chimiques des hémisphères et des plans GXT pour les différents nombres de cycles étudiés. Ces images ont été réalisées à un grandissement de x300 ce qui permet un champ d'analyse de 0,67 x 0,87 mm.

À 1 kcycles de fretting, le nickel - en vert - est présent sur presque la totalité du centre de la trace d'usure de l'hémisphère, tandis que le plan est presque recouvert de palladium - en bleu -. Grâce à l'analyse des profils 2D et 3D faite précédemment, on peut conclure que le palladium présent sur le plan provient d'un transfert de matière de l'hémisphère vers le plan.

Par la suite, à 10 kcycles, l'hémisphère et le plan sont très usés, la couche de palladium-nickel est présente seulement sur la périphérie de la trace d'usure, les centres des traces d'usure sont essentiellement composés de nickel, de cuivre et d'oxygène. À 30 kcycles, le même constat peut être fait, la seule évolution visible est que le nickel a été presque totalement usé et évacué en débris, le fretting a lieu en partie sur le palladium - en périphérie - et sur le cuivre du substrat - au centre -.

Finalement, à 60 kcycles, les phénomènes observés à 30 kcycles sont accentués, la présence de la sous-couche de nickel est très faible, notamment sur le plan, le substrat cuivreux des deux échantillons est exposé. Les images correspondant à l'oxygène sur le plan montrent que celui-ci se trouve en majorité sur le cuivre et les débris présents en périphérie. Les surfaces de contact sont en effet très oxydées, ce qui peut expliquer que les résistances de contact soient aussi élevées.

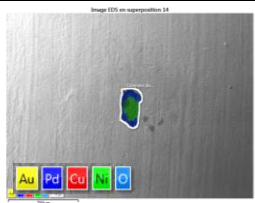
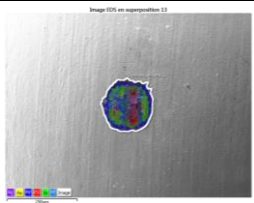
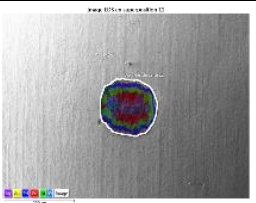
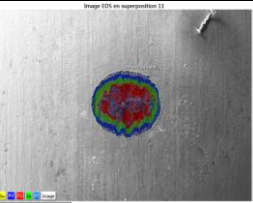
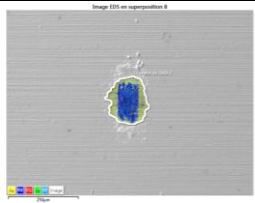
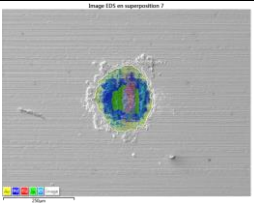
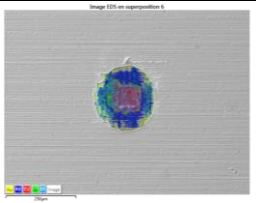
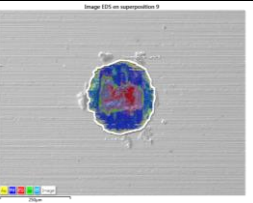
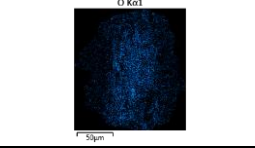
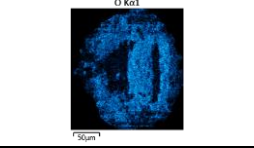
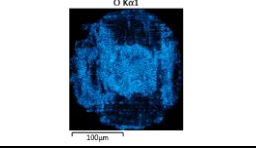
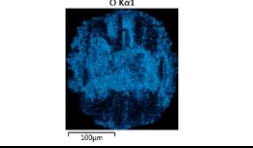
Cycles	1 kcycles	10 kcycles	30 kcycles	60 kcycles
Hémisphère GXT				
Plan GXT				
Oxygène Plan				
Rc finale	10,9 mΩ	> 1 Ω	> 1 Ω	> 1 Ω
Ft finale	0,52 N	0,54 N	0,48 N	0,41 N

Figure 107 : Cartographies EDS des hémisphères et des plans GXT pour différents nombres des cycles de fretting

À partir de ces cartographies chimiques, la composition chimique des traces d'usure a été estimée. Les compositions atomiques sont regroupées dans la Figure 108. Sur les courbes à gauche, les compositions chimiques des traces d'usure des hémisphères sont montrées et à droite les résultats des traces d'usure des plans.

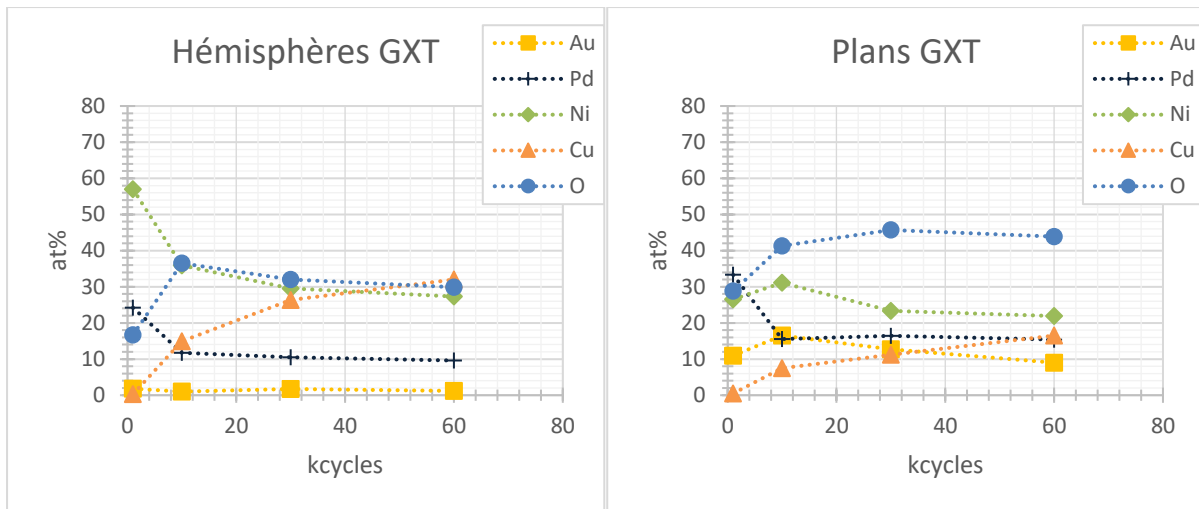


Figure 108 : Évolution de la composition chimique en fonction des cycles de fretting pour la configuration GXT / GXT

Dès les premiers 1 kcycles, le pourcentage atomique d'or est très faible pour l'hémisphère et le plan. La trace d'usure de l'hémisphère est essentiellement composée de nickel à ~68%at et de palladium à ~25%at, et celle du plan est composée de palladium, nickel et oxygène à ~30%at, ce qui explique que la résistance de contact à 1 kcycles soit légèrement supérieure à 10 mΩ.

De 10 à 60 kcycles les compositions chimiques évoluent peu. Ces résultats confirment que l'oxygène est très majoritaire sur les traces d'usure des plans et reste parmi les éléments chimiques les plus présents pour les hémisphères à partir de 10 kcycles. Ceci explique les valeurs très élevées de résistances de contact mesurées à partir de ce nombre de cycles.

### c. Conclusion

La durée de vie fonctionnelle d'un contact avec la configuration GXT / GXT est très faible en fretting, la résistance de contact se dégrade rapidement et dépasse les 10 mΩ à seulement 1 kcycles. Le mode d'usure mécanique de cette configuration est purement abrasif, on n'observe pas de pic d'adhésion durant les premiers cycles et à celui-ci s'additionne une usure chimique avec la formation rapide d'oxydes. Les traces d'usure sont très localisées, creusées et oxydées, ce qui perturbe de façon considérable la résistance de contact. Finalement, ces analyses ont montré que lorsque la sous-couche de nickel est exposée, elle est évacuée rapidement sous forme de débris, ce qui engendre de grandes perturbations de la résistance de contact. Que la sous-couche de nickel soit le plus tardivement exposée durant les cycles de fretting est donc un point clé pour le bon fonctionnement du connecteur.

## 2. Configuration FG / FG

La Figure 109 montre l'évolution de la résistance de contact, ainsi que de la force tangentielle en fonction des cycles de fretting. Des essais spécifiques ont été réalisés et arrêtés à différents nombres de cycles, afin d'observer les traces d'usure et ainsi étudier les mécanismes d'usure.

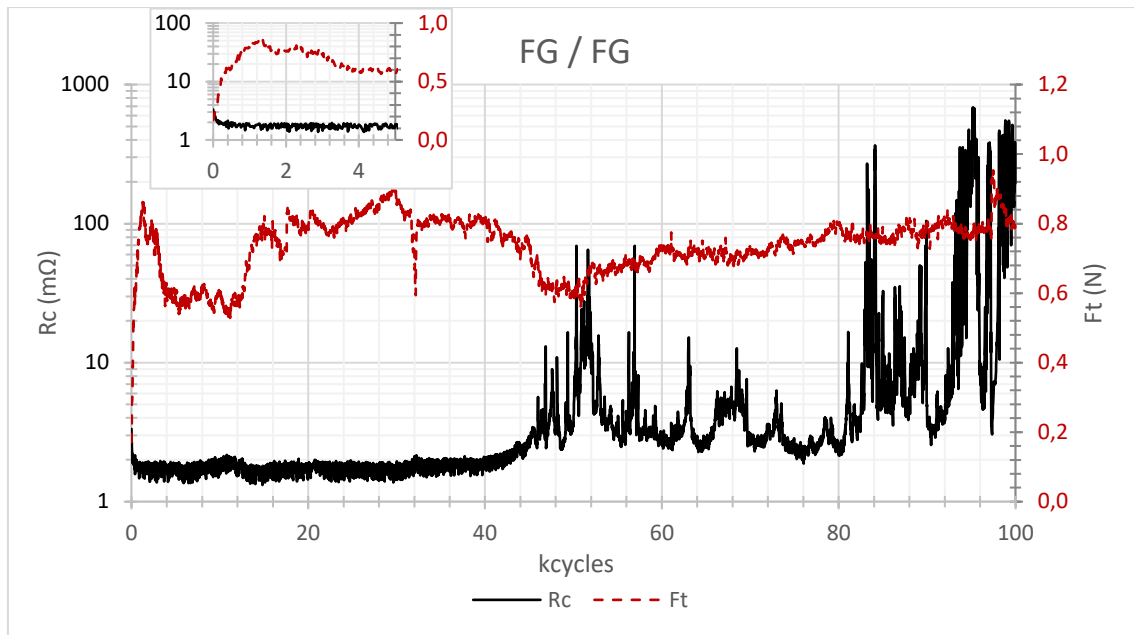


Figure 109 : Évolution de la résistance de contact et de la force tangentielle en fonction des cycles de fretting pour la configuration FG / FG. Avec un insert correspondant à un zoom sur les premiers 5 cycles

La résistance de contact initiale est de  $3,6 \pm 0,3$  mΩ pour l'ensemble des essais réalisés. Durant les premiers 1,5 kcycles, la résistance de contact diminue jusqu'à environ 1,6 mΩ, alors que la force tangentielle présente un pic à environ 0,9 N. Cette diminution de la résistance de contact peut être expliquée par une augmentation de l'aire de la zone de contact et donc du nombre de spots conducteurs. Le pic de force tangentielle est dû à de l'adhésion entre l'hémisphère et le plan<sup>30</sup>.

Ensuite, alors qu'entre 1,5 et 40 kcycles la résistance de contact reste faible et stable, la force tangentielle varie. Il est possible que ces variations soient dues à la formation et l'évacuation de débris, ainsi qu'à des changements chimiques et topographiques de l'interface de contact. Ces débris sont certainement composés d'un mélange d'or et de nickel, appelé troisième corps<sup>26</sup>. Malgré les variations de Ft, il n'y a pas d'impact direct sur la résistance de contact. Suffisamment de spots conducteurs sont présents à l'interface pour assurer une bonne conduction du courant.

Finalement, la dégradation électrique n'a lieu qu'à partir d'environ 50 kcycles. La Figure 109 montre que cette dégradation est corrélée au minimum d'environ 0,55 N de force tangentielle. Suite à ce minimum, la force tangentielle évolue de façon quasi-linéaire. Plusieurs hypothèses sont possibles pour expliquer ce phénomène, d'une part, l'évacuation des débris, et d'autre part, le frottement qui peut avoir lieu sur une surface chimiquement homogène.

Afin d'étudier l'évolution de la force tangentielle en fonction des cycles de frottement, les cycles de force tangentielle en fonction de la distance de déplacement ont été tracés. La Figure 110 regroupe les nombres de cycles suivants : 1, 8, 30, 51 et 98 kcycles.

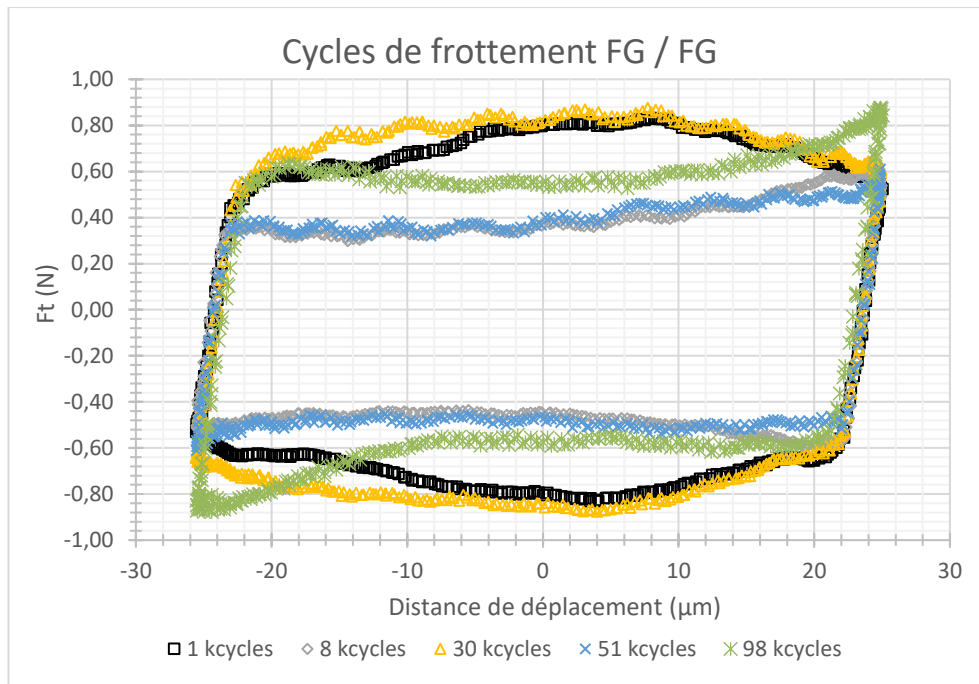


Figure 110 : Cycles de fretting pour la configuration FG / FG

De nouveau, la forme du cycle est caractéristique d'un régime de glissement total, avec une amplitude de débattement maximal ( $\pm 25 \mu\text{m}$ ) et une ouverture du cycle très proches ( $\pm 24 \mu\text{m}^{25}$ ).

Le cycle de frottement à 1 kcycles (noir) et celui à 30 kcycles (jaune) ont des formes similaires, une force tangentielle est plus élevée au centre. L'adhésion est donc plus importante au centre. En effet, à ces nombres de cycles sur la Figure 109, la force tangentielle augmente. On peut supposer que durant les augmentations de ces forces tangentielles, des débris sont formés dans l'interface de contact.

D'autre part, à 8 kcycles (gris) et 51 kcycles (bleu) les forces tangentielles les plus élevées se retrouvent aux extrémités des cycles (en haut à droite et en bas à gauche). De la matière est repoussée sur les côtés, les débris sont accumulés sur les côtés et évacués petit à petit.

Finalement, à 98 kcycles (vert) les forces tangentielles sont plus élevées, au centre et sur les côtés, ce cycle a plutôt une forme de papillon qui correspond à un frottement où de la matière est repoussée sur les extrémités, et que les zones de contacts se creusent.

La Figure 111 illustre les cycles des résistances de contact pour les mêmes cycles étudiés précédemment.

Les résistances de contact des cycles 1, 8 et 30 kcycles sont équivalentes, elles varient entre 0,3 et 4 m $\Omega$ . L'ensemble des phénomènes vus précédemment de formation et évacuation des débris n'a pas d'impact sur la conduction du contact, la résistance reste relativement stable sur l'ensemble de la distance de déplacement.

Ensuite, à 51 kcycles (bleu), la résistance de contact augmente sur la totalité de la trace. Elle est comprise entre 10 et 30 m $\Omega$ . Finalement, à 98 kcycles (verte) la résistance de contact est très dégradée, notamment du côté gauche, où elle atteint 270 m $\Omega$ , probablement due à la présence de débris oxydés.

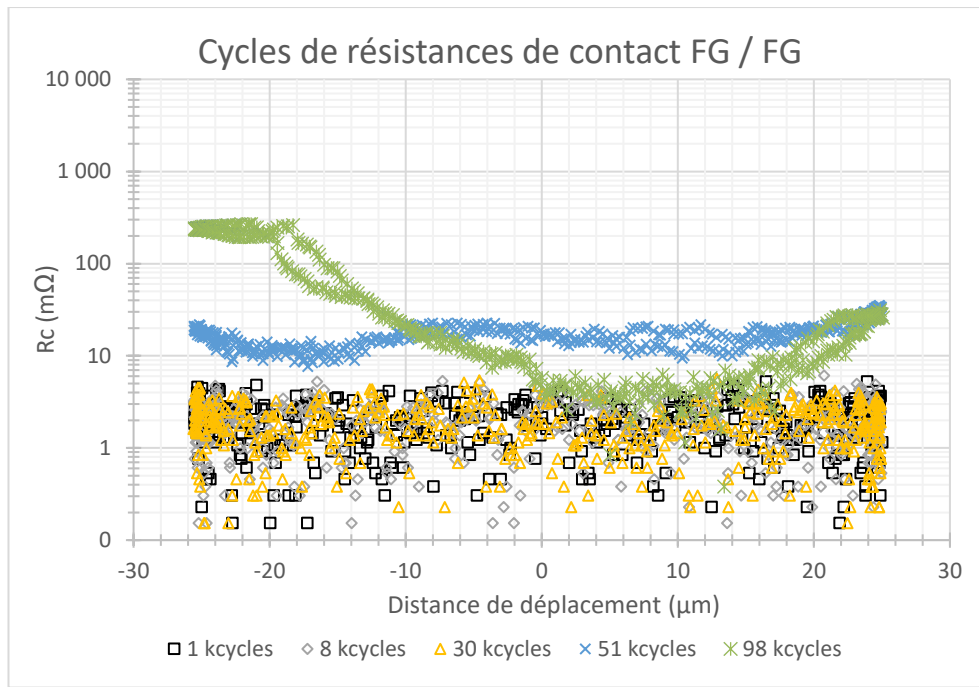


Figure 111 : Cycles de résistances de contact pour la configuration FG / FG

a. Analyses de l'évolution de la topographie de surface

Les traces de fretting des essais arrêtés à différents stades sont observées par microscopie optique et profilométrie 3D. La Figure 112 regroupe les topographies 3D des hémisphères et des plans.

Cycles	1 kcycles	10 kcycles	30 kcycles	60 kcycles	100 kcycles
Hémisphère FG					
Plan FG					
Rc finale	1,3 mΩ	2,8 mΩ	2,8 mΩ	3,4 mΩ	194,5 mΩ
Ft finale	0,89 N	0,82 N	0,91 N	0,65 N	0,80 N

Figure 112 : Images 3D des hémisphères et des plans FG pour différents nombres de cycles de fretting

Cette figure montre qu'à partir de 1 kcycles sur le plan et l'hémisphère des creux sont observés ainsi qu'une déformation plastique. De 1 à 30 kcycles, les traces d'usure s'élargissent mais ne se creusent pas, le mode d'usure reste adhésif. Ensuite, le changement le plus important a lieu de 60 à 100 kcycles. Une grande quantité de matière a été perdue entre ces deux essais. Les traces d'usure sont de plus en plus creusées, le mode d'usure est plutôt abrasif à partir de 60 kcycles.

La Figure 113 montre des profils extraits des cartes ci-dessus pour les différents plans. La largeur et la profondeur des traces d'usure augmentent en fonction des cycles de fretting.

Les profils à 1 et 10 kcycles sont relativement similaires avec environ 100  $\mu\text{m}$  de largeur et environ 1  $\mu\text{m}$  de profondeur, ensuite à 30 kcycles la trace d'usure est plus large mais avec une profondeur toujours d'environ 1  $\mu\text{m}$ . Le fretting a donc lieu essentiellement sur le premier micromètre durant les premiers 30 kcycles au moins, le mode d'usure est adhésif et le frottement a lieu principalement sur l'or.

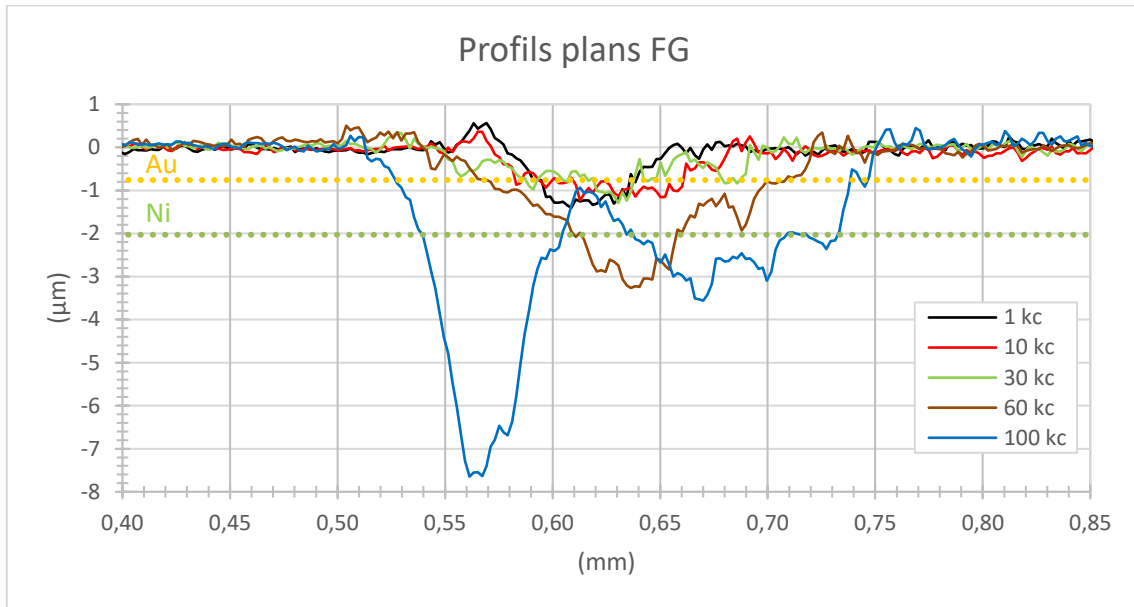


Figure 113 : Profils 2D perpendiculaires au sens du frottement pour les cinq plans FG étudiés à différents nombres de cycles de fretting.

Le profil à 60 kcycles montre une usure d'environ 3  $\mu\text{m}$  de profondeur et 200  $\mu\text{m}$  de largeur, la couche de nickel commence à être usée, le fretting a lieu sur le nickel et légèrement sur le cuivre. L'usure devient donc plutôt abrasive. Finalement, à 100 kcycles la profondeur de la trace d'usure atteint 7,5  $\mu\text{m}$  avec une largeur de 250  $\mu\text{m}$  presque la totalité de la couche de nickel est usée, le fretting a lieu sur le substrat cuivreux.

Les volumes d'usure ont été calculés à partir de ces mêmes images 3D. La Figure 114 montre les résultats obtenus, à gauche l'évolution des volumes d'usure des hémisphères et des plans, et à droite le volume d'usure total.

Dès les premiers cycles, les plans ainsi que les hémisphères ont des volumes d'usure négatifs, ceci témoigne d'une perte de matière. Ensuite, plus le nombre de cycles augmente plus les hémisphères et les plans perdent de la matière.

D'autre part, les volumes d'usure totaux permettent de suivre la quantité de matière perdue ou transférée lors des cycles de fretting. Pour cette configuration, il y a perte de matière et elle augmente en fonction du nombre de cycles. L'information la plus importante à prendre en compte est que lors des derniers 40 kcycles, lorsque l'usure devient plutôt abrasive, le volume d'usure augmente 2 fois plus vite que lors des premiers 60 kcycles passant de  $\sim 0,9 \mu\text{m}^3/\text{cycles}$  à  $\sim 2,0 \mu\text{m}^3/\text{cycles}$ .



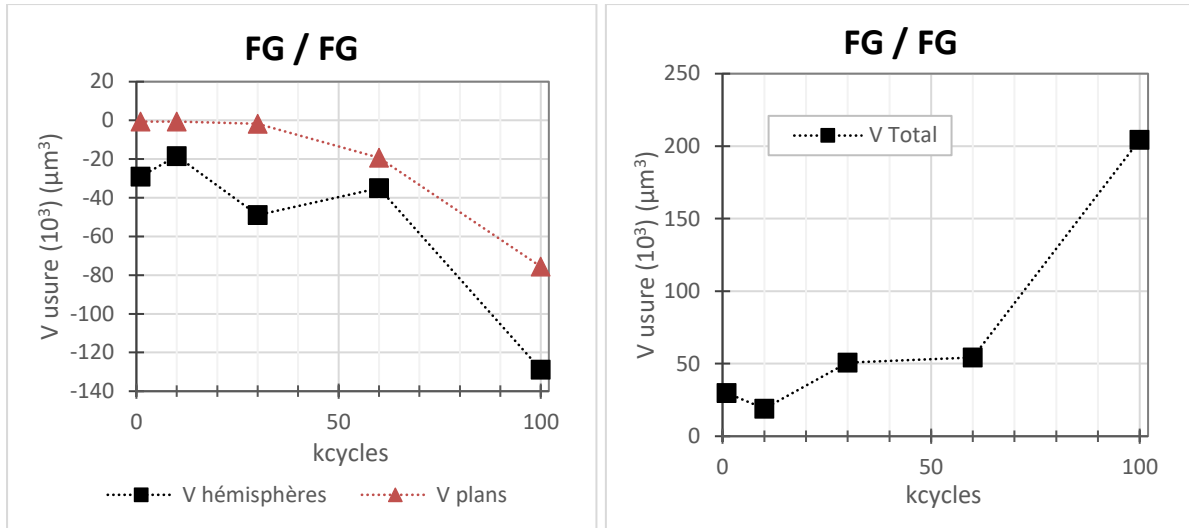


Figure 114 : à gauche, évolution des volumes d'usure des hémisphères - en noir - et des plans - en rouge ; à droite, évolution du volume d'usure total en fonction des cycles de fretting pour la configuration FG / FG

Finalement, la Figure 115 illustre l'évolution du taux d'usure en fonction des cycles de fretting. Lors des premiers cycles le taux d'usure est initialement élevé, la vitesse d'usure est donc plus rapide pour les premiers 1 kcycles. Celle-ci diminue lorsque le nombre de cycles augmente, jusqu'à 60 kcycles. Une légère augmentation de la vitesse d'usure est observée lors du passage de 60 à 100 kcycles, due à une usure abrasive.

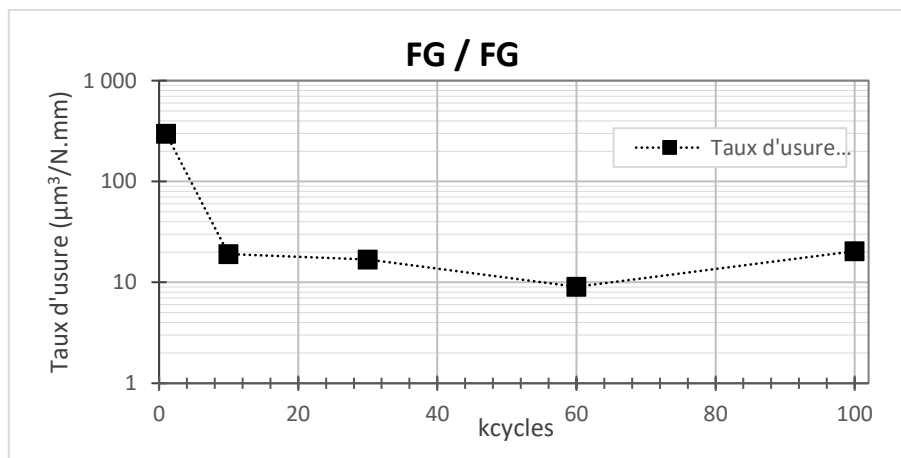


Figure 115 : Évolution du taux d'usure en fonction des cycles de fretting pour la configuration FG / FG

#### b. Analyses des compositions chimiques de traces d'usures

La Figure 116 montre l'évolution de la composition chimique des traces d'usure des essais précédents. L'analyse a été réalisée après nettoyage des surfaces, comme pour l'ensemble des échantillons, les débris formés lors des cycles de fretting ne sont pas analysés.

Chapitre 4 : Frottement microscopique : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques

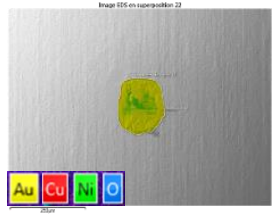
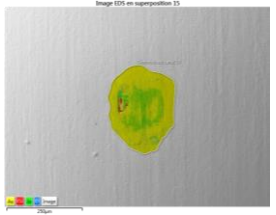
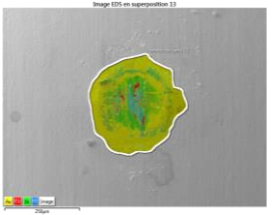
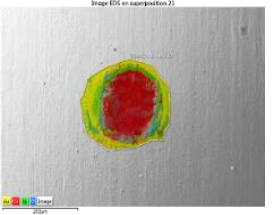
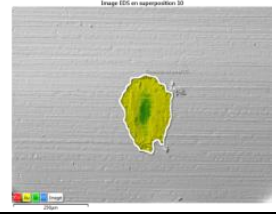
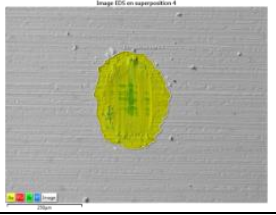
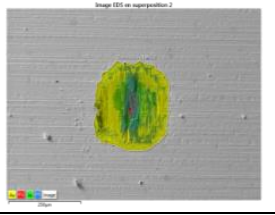
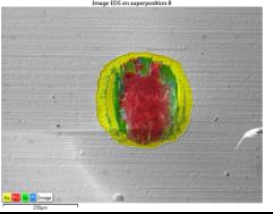
Cycles	1 kcycles	30 kcycles	60 kcycles	100 kcycles
Hémisphère FG				
Plan FG				
Rc finale	1,3 mΩ	2,8 mΩ	3,4 mΩ	194,5 mΩ
Ft finale	0,89 N	0,91 N	0,65 N	0,80 N

Figure 116 : Cartographies EDS des hémisphères et des plans FG pour différents nombres des cycles de fretting

Dès 1 kcycles de fretting, au centre de la trace d'usure, la présence de nickel est observée. Par la suite, plus le nombre de cycles augmente, plus la proportion de nickel est importante et plus la présence d'or diminue. Cependant, jusqu'à 30 kcycles la proportion d'or reste prédominante, le mode d'usure reste adhésif. À 60 kcycles le nickel est prépondérant sur les traces d'usure, et la présence du cuivre en surface commence à être visible. Lorsque le nickel est prépondérant sur les traces d'usure le mode d'usure bascule en mode abrasif. À 100 kcycles le substrat cuivreux des échantillons est exposé, la totalité de la trace d'usure est essentiellement composée de cuivre.

À partir de ces cartographies, la composition atomique des traces d'usure a été extraite et les résultats sont illustrés dans la Figure 117. À gauche sont montrées les compositions chimiques des traces d'usure des hémisphères et à droite celles des plans.

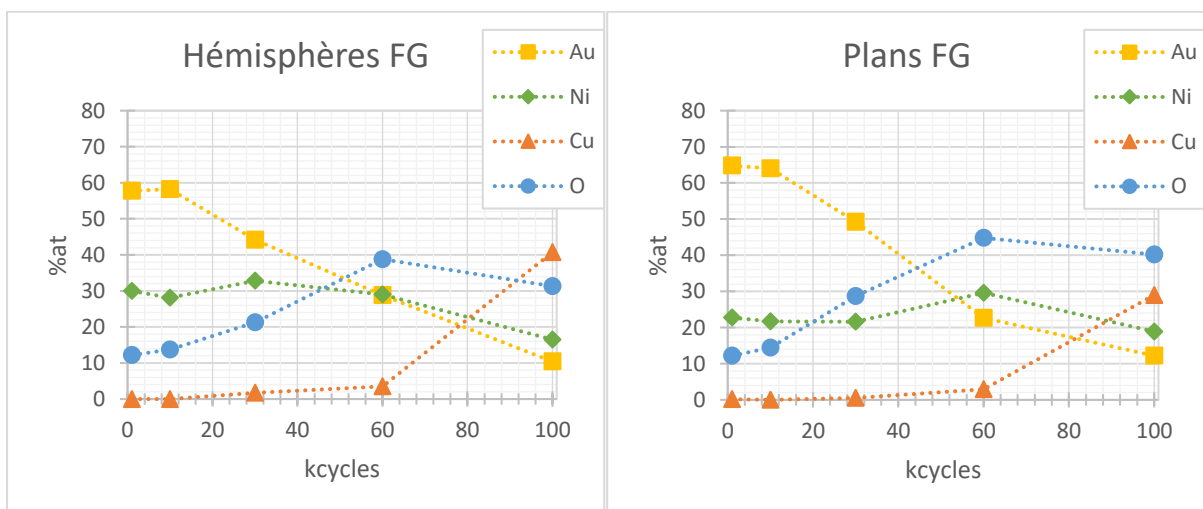


Figure 117 : Évolution de la composition chimique en fonction des cycles de fretting pour la configuration FG / FG



À 1 et 10 kcycles les surfaces des traces d'usure sont composées majoritairement d'or, à ~58%at pour les hémisphères et ~65%at pour les plans. La présence de l'or en surface permet d'assurer une faible résistance de contact comprises entre 1 et 3 mΩ.

À partir des 30 kcycles le pourcentage atomique de l'or diminue mais reste majoritaire. À partir de 60 kcycles le pourcentage d'or sur la surface devient minoritaire et la présence de nickel et d'oxygène devient prépondérante. La composition chimique de ces échantillons correspond au début de la dégradation électrique. Cette dégradation électrique a lieu lorsque le pourcentage atomique d'or en surface n'est plus prépondérant par rapport aux autres éléments et que le pourcentage atomique du nickel et de l'oxygène devient majoritaire. Cet essai correspond également à une valeur de force tangentielle faible. L'interface de contact comporte une couche d'oxydes métalliques qui rend les surfaces isolantes et probablement plus abrasives.

Finalement à 100 kcycles, le pourcentage atomique d'or en surface continue de diminuer pour atteindre environ 10%at tandis que le pourcentage atomique de cuivre et d'oxygène devient prépondérant.

### c. Conclusion

Pour cette configuration, des pics d'adhésion et de déformation plastique sont observés durant les premiers 1 kcycles. Ensuite, entre 1,5 et 30 kcycles le fretting a lieu sur des surfaces de contact composées majoritairement d'or, le mode d'usure est majoritairement adhésif, avec probablement la formation et l'évacuation de débris.

À environ 50 kcycles, une des valeurs déterminantes est 0,55 N de force tangentielle, à partir de cette valeur la résistance de contact commence à se dégrader. À 60 kcycles on peut supposer que l'usure est abrasive, les sous-couches de nickel sont exposées et oxydées, ce qui engendre une augmentation de la vitesse d'usure ainsi qu'une dégradation de la résistance de contact de plus en plus importante.

L'usure abrasive est donc très nuisible au bon passage du courant électrique. Pour cette configuration le mode d'usure abrasive devient prédominant à partir de 50 kcycles, ce qui engendre des perturbations de la résistance de contact.

### 3. Conclusion

Dans cette première partie deux configurations ont été étudiées : les configurations symétriques FG / FG et GXT / GXT.

Le nombre de cycles de fretting que chaque configuration peut supporter sans montrer de dégradation électrique a été déterminé. Parmi ces deux configurations, la configuration symétrique FG / FG est celle qui présente les meilleurs résultats. En effet, cette configuration assure le bon passage du courant électrique durant environ 50 kcycles de fretting. À l'opposé, la configuration GXT / GXT montre une durée de vie fonctionnelle très courte. Sa dureté et sa raideur engendrent une forte usure abrasive et donc rapidement de grandes perturbations électriques ont lieu. Finalement, bien que ces revêtements aient des épaisseurs semblables (~0,8 μm), le revêtement d'or a une résistance au fretting 50 fois plus élevée que le revêtement de palladium-nickel.

### B. Revêtements à duretés plus faibles : nAGT et nGCS

Dans un deuxième temps, les résultats concernant les revêtements avec les duretés plus faibles vont être présentés. Leurs propriétés mécaniques ont été regroupées dans le Tableau 16. De la même façon

que précédemment, de nombreux essais ont été réalisés à différents nombres de cycles, afin d'étudier les mécanismes d'usure.

	Épaisseurs		Dureté	Module de Young
	Hémisphères	Plans		
nAGT	4,5 $\mu\text{m}$ Ag	2,5 $\mu\text{m}$ Ag	130 Hv	110 GPa
nGCS	50 nm Au / 4,5 $\mu\text{m}$ Ag	50 nm Au / 2,5 $\mu\text{m}$ Ag	135 Hv	100 GPa

Tableau 16 : Propriétés mécaniques des revêtements nAGT et nGCS déterminées par nano-indentation

### 1. Configuration nAGT / nAGT

La première configuration étudiée dans cette partie est la configuration symétrique nAGT / nAGT. L'évolution de la résistance de contact et de la force tangentielle en fonction des cycles de fretting sont confrontées dans la Figure 118.

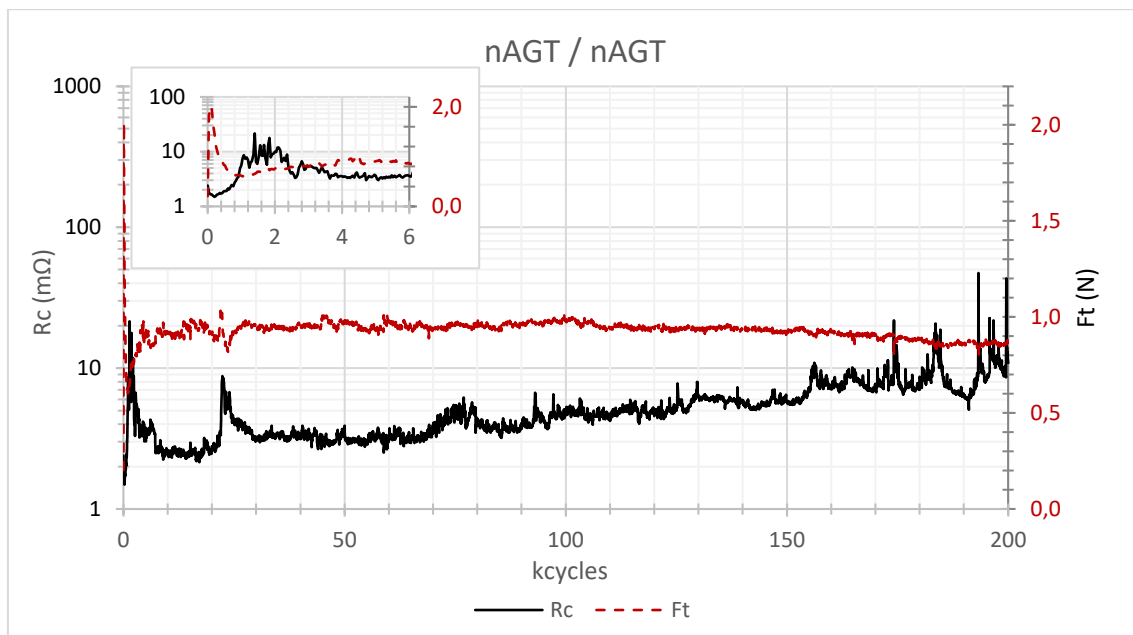


Figure 118 : Évolution de la résistance de contact et de la force tangentielle en fonction des cycles de fretting pour la configuration nAGT / nAGT. Avec un insert correspondant à un zoom sur les premiers 6 Kcycles

La résistance de contact initiale pour cette configuration est de  $2,4 \pm 0,2$  m $\Omega$  pour l'ensemble des tests réalisés. Ensuite, lors des 200 premiers cycles la résistance de contact diminue et la force tangentielle augmente et atteint un maximum d'environ 2,0 N. Ces valeurs de force tangentielle témoignent d'une forte adhésion entre l'hémisphère et le plan<sup>25</sup>. Par la suite, à environ 1 kcycles la force tangentielle diminue et atteint environ 0,6 N et la résistance de contact montre des perturbations, celle-ci peut atteindre  $13 \pm 8$  m $\Omega$  en moyenne pour l'ensemble des essais réalisés. Il est possible que ces perturbations soient engendrées par la forte adhésion lors des 200 premiers cycles, et donc que des transferts de matière hémisphères plan ou inversement aient lieu.

À partir d'environ 4 kcycles la force tangentielle se stabilise à  $\sim 0,95$  N puis diminue lentement tout au long des cycles de fretting. Ces valeurs de forces sont élevées et correspondent donc à un mode d'usure adhésive. D'autre part, la résistance de contact diminue jusqu'à environ 3 m $\Omega$  puis elle reste faible tout en augmentant très progressivement. Pour ces essais, elle dépasse les 10 m $\Omega$  à environ 150 kcycles sans jamais dépasser les 50 m $\Omega$ . Finalement, de légères perturbations peuvent avoir lieu durant les 200 kcycles, comme entre 20 et 30 kcycles durant cet essai. Ces perturbations sont assez aléatoires concernant le nombre de cycles, et la résistance dépasse très rarement les 10 m $\Omega$ .

L'essai décrit ici correspond à un frottement hémisphère de plus de 6 mois de vieillissement contre un plan récent, qui sera donc rencontré plus fréquemment durant l'utilisation de contacts électriques.

D'autres échantillons (hémisphères) avec moins de 6 mois de vieillissement ont également été testés, la Figure 119 montre l'évolution de la résistance de contact et de la force tangentielle en fonction des cycles de fretting.

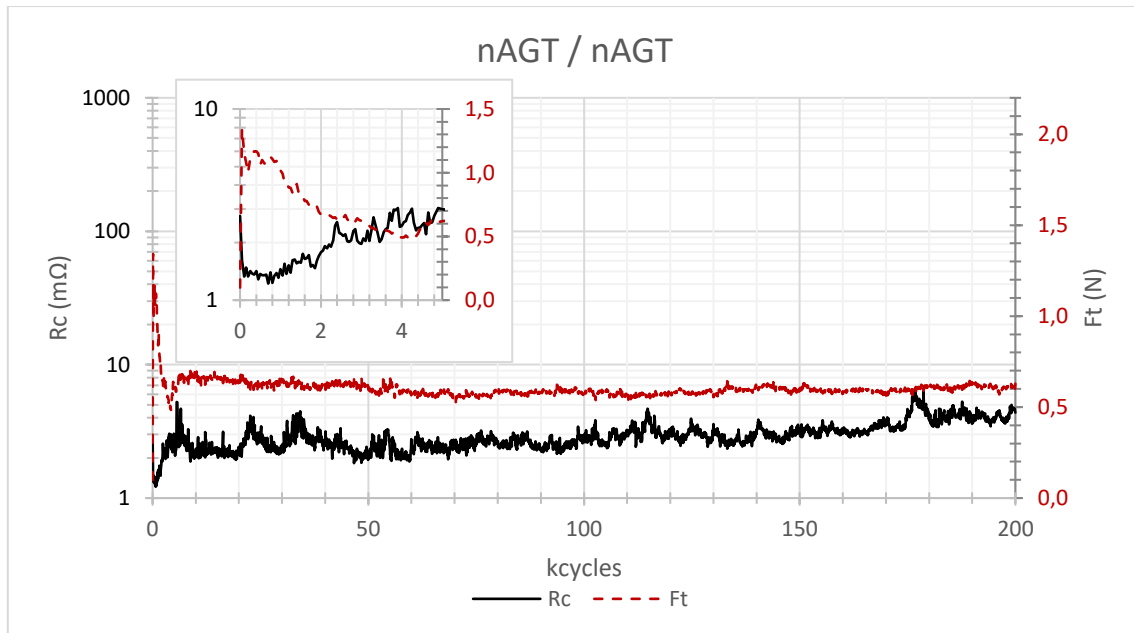


Figure 119 : Évolution de la résistance de contact et de la force tangentielle en fonction des cycles de fretting pour la configuration nAGT / nAGT non vieilli. Avec un insert correspondant à un zoom sur les premiers 5 Kcycles

Par rapport au contact nAGT / nAGT avec plus de 6 mois de vieillissement, ici la résistance de contact ne dépasse jamais le seuil des 10 mΩ durant les 200 kcycles, pour cet essai la résistance de contact de début est de 2,7 mΩ, diminue au tour de 1,3 mΩ durant les premiers 1 kcycles, puis augmente pour se stabiliser entre 2 et 3 mΩ durant les premiers 100 kcycles et finalement entre 2 et 5 mΩ de 100 à 200 kcycles. De plus, le pic de force tangentielle est moins élevé, il atteint environ 1,4 N et se stabilise autour de 0,6 N à partir de 4 kcycles. L'adhésion est donc moins importante lorsque les revêtements d'argent sont récents. Ceci est probablement dû à la diminution de la dureté et du module de Young lors du vieillissement du revêtement (montré dans le chapitre 3). Cette diminution de module de Young (le minimum mesuré est 80 GPa) engendre une aire de contact plus grande, environ 29 μm, ce qui induit une augmentation de l'adhésion.

Cette figure montre qu'un revêtement récent d'argent a une meilleure résistance au fretting que lorsqu'il est vieilli. Par la suite il sera décrit et étudié seulement le mode d'usure de la configuration nAGT / nAGT avec des hémisphères vieillis.

La Figure 120 montre la force tangentielle en fonction de la distance de déplacement pour le nombre de cycles suivants : 0,2 ; 1,8 ; 5 ; 100 et 199 kcycles, de la configuration nAGT / nAGT vieilli.

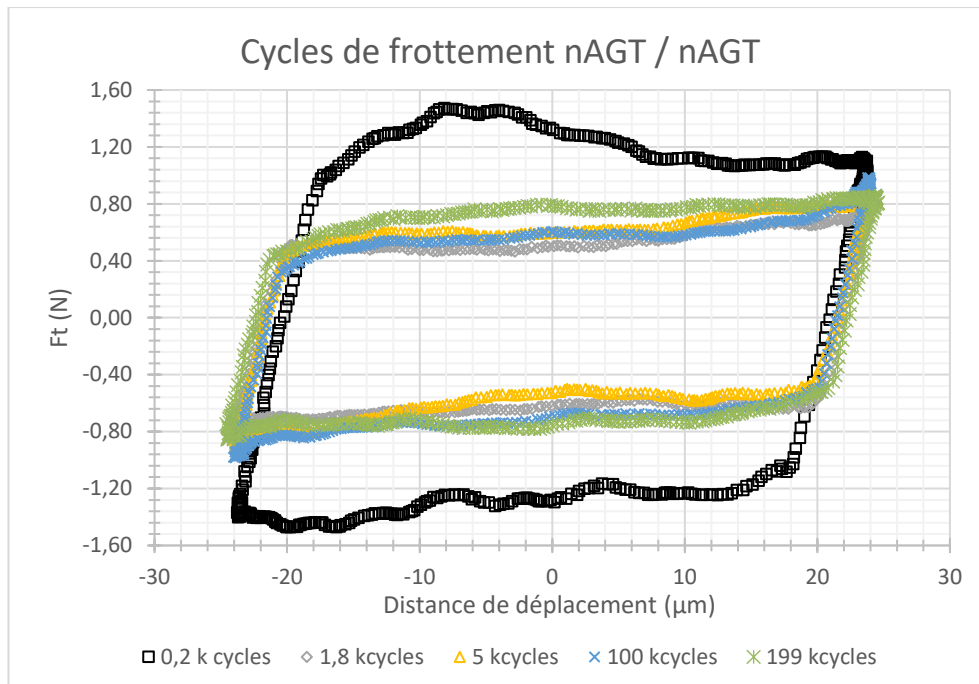


Figure 120 : Cycles de fretting pour la configuration nAGT / nAGT

À 200 cycles (noir) les forces tangentielles sont très élevées, l'adhésion entre les deux zones de contact est importante. La forme du cycle n'est pas régulière, la force tangentielle atteint son maximum au centre de la trace. Ensuite à 1,8 kcycles (gris) les forces tangentielles diminuent drastiquement, la matière commence à être repoussée petit à petit sur les côtés.

Ensuite, la forme des cycles et les valeurs des forces tangentielles restent stable entre 5 et 100 kcycles. Une légère augmentation de la force tangentielle est constatée pour le cycle à 199 kcycles.

D'autre part, la Figure 121 montre l'évolution cyclique de la résistance de contact en fonction de la distance de déplacement à 0,2 ; 1,8 ; 5 ; 100 et 199 kcycles.

À 200 cycles (noir) la résistance de contact varie entre 0,4 et 4 m $\Omega$ . Ensuite à 1,8 kcycles (gris), la résistance de contact augmente, la forme du cycle n'est pas régulière, elle est légèrement plus élevée du côté gauche de la trace d'usure.

De 5 à 100 puis à 199 kcycles la résistance de contact augmente progressivement. Cette augmentation a lieu plutôt au centre de la trace d'usure.

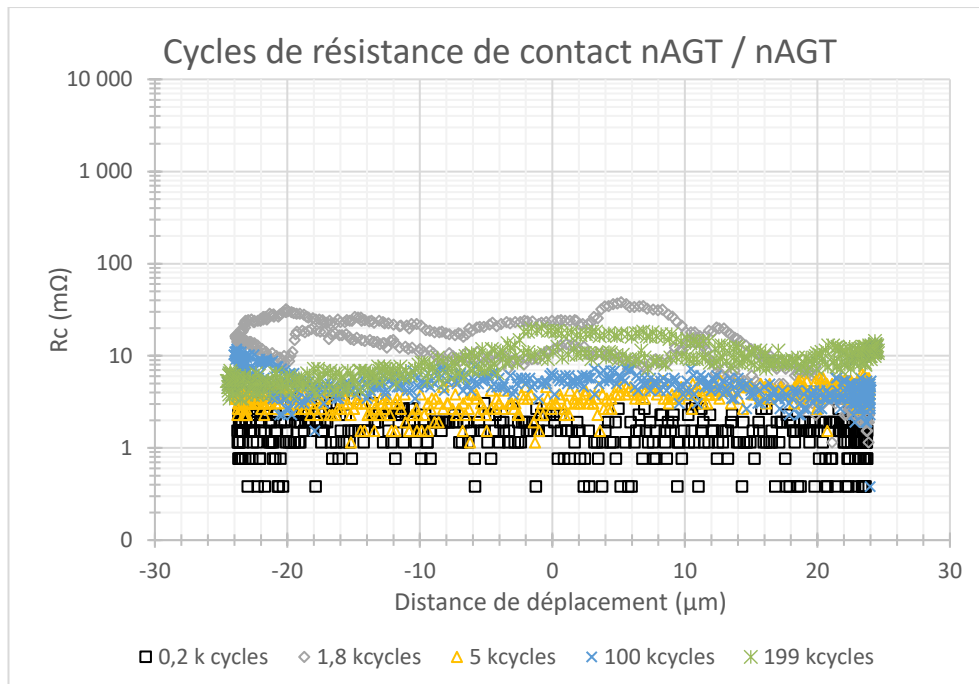


Figure 121 : Cycles de résistances de contact pour la configuration nAGT / nAGT

a. Analyses de l'évolution de la topographie de surface

Des profils 3D ont été réalisés afin de suivre l'évolution de la topographie de surface ainsi que des volumes d'usure. La Figure 122 regroupe les résultats obtenus concernant les profils 3D.

Cycles	1 kcycles	10 kcycles	60 kcycles	150 kcycles	200 kcycles
Hémisphère nAGT					
Plan nAGT					
Rc finale	3,9 mΩ	3,6 mΩ	4,6 mΩ	4,2 mΩ	12,9 Ω
Ft finale	0,75 N	0,92 N	0,86 N	0,73 N	0,87 N

Figure 122 : Images 3D des hémisphères et des plans nAGT pour différents nombres de cycles de fretting

Les changements de topographie sont très visibles dès les premiers 1 kcycles. De grandes quantités de matières ont été déplacées, ce qui explique les forces tangentielles élevées, le mode d'usure est ici adhésif, des grandes déformations plastiques sont observées. En effet, dans le chapitre 3, la limite d'élasticité est dépassée par la pression de contact maximale appliquée, ce qui engendre des déformations plastiques.

En ce qui concerne les plans nAGT, la matière est repoussée sur les côtés de 1 à 150 kcycles, et le centre des traces d'usure est creusé. À 200 kcycles, le creux de la trace d'usure du plan est plus uniforme, et le surplus de matière est moins important, plus de matière a donc été perdue.

Quant aux profils 3D des hémisphères nAGT, le surplus de matière se retrouve plutôt au centre des traces d'usure de 1 à 150 kcycles. À 200 kcycles la tendance change, ce surplus de matière au centre est perdu, l'hémisphère se creuse, une perte de matière importante par rapport aux hémisphères précédents est observée.

Afin d'illustrer ces images 3D, des profils 2D des plans ont été extraits et regroupés dans la Figure 123.

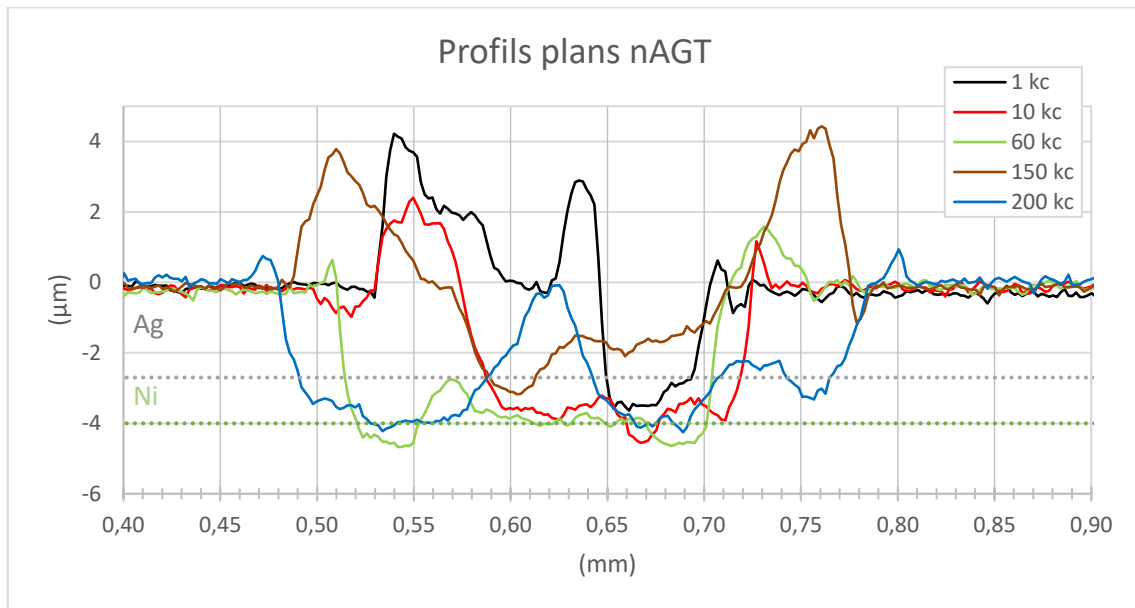


Figure 123 : Profils 2D perpendiculaires au sens du frottement pour les cinq plans nAGT étudiés à différents nombres de cycles de fretting

Il est possible de constater que dès les premiers 1 kcycles de fretting des changements importants de la topographie sont visibles. De plus, ces profils montrent que les profondeurs des creux des traces d'usure sont tous compris entre 3,5 et 4,5 µm. Il n'y a pas d'évolution des profondeurs en fonction des cycles de fretting. D'après ces profils dès 1 kcycles, on pourrait penser que le fretting a lieu en partie sur le nickel ou le substrat, cette hypothèse pourra être vérifiée plus tard avec l'analyse des compositions chimiques.

D'autre part, la largeur des traces d'usure augmente en fonction des cycles de fretting, à 1 kcycles la largeur de la trace d'usure est d'environ 200 µm, puis à 60 kcycles elle passe à environ 260 µm, pour finalement atteindre environ 350 µm à 200 kcycles.

Dans le but de quantifier l'usure en fonction des cycles de fretting, les volumes d'usure pour les hémisphères et les plans ont été calculés. Les résultats sont regroupés dans la Figure 124.

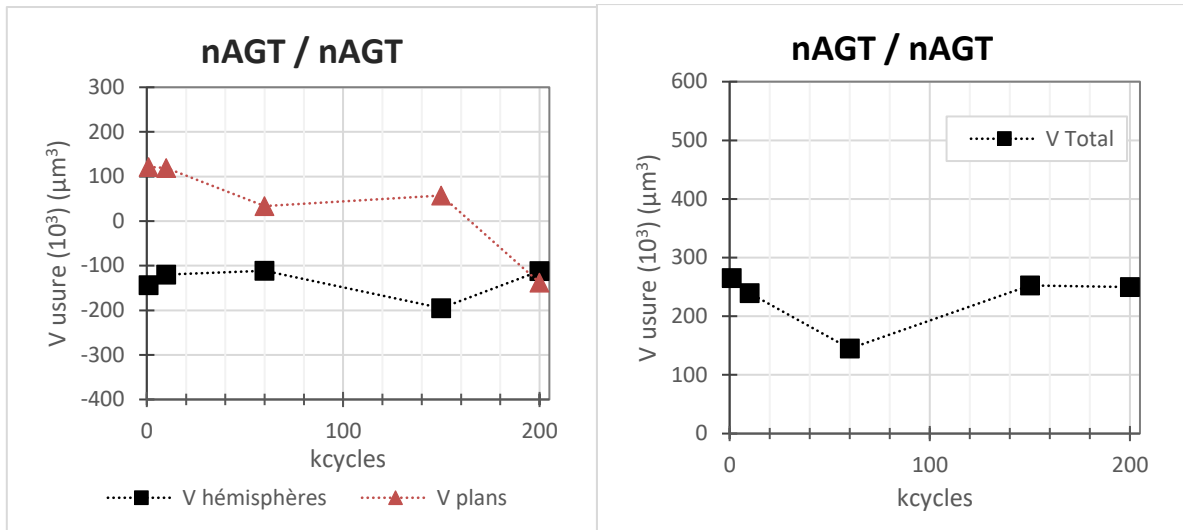


Figure 124 : Évolution du volume d'usure en fonction des cycles de fretting pour la configuration nAGT / nAGT

Les évolutions des volumes d'usure des hémisphères et des plans sont regroupées à gauche. Dès 1 kcycles les volumes d'usure sont assez importants : environ  $120 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  de volume positif pour le plan et environ  $140 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  de volume négatif pour l'hémisphère. Un transfert de matière de l'hémisphère vers le plan a lieu durant les premiers 1 kcycles de fretting, l'augmentation de la force tangentielle durant les 200 premiers cycles correspond donc à ce transfert. Ensuite, de 10 à 150 kcycles la même tendance est observée : un transfert de matière de l'hémisphère vers le plan avec des volumes d'usure pouvant atteindre  $200 \times 10^3 \mu\text{m}^3$ . Finalement, à 200 kcycles, les volumes d'usure de l'hémisphère et du plan sont cette fois-ci négatifs, il y a eu une perte de matière. Un changement de comportement est donc observé.

Sur la figure de droite, l'évolution du volume d'usure total est illustrée. Dès 1 kcycles la valeur du volume d'usure totale est assez élevée, elle reste ensuite relativement stable en fonction des cycles de fretting. De plus, grâce au graphique étudié précédemment, il est possible d'affirmer que l'ensemble des volumes d'usure totaux de 1 à 150 kcycles correspondent à un transfert de matière de l'hémisphère vers le plan. Tandis que le volume d'usure totale obtenu à 200 kcycles -  $250 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  - correspond à une perte de matière, ce qui explique que des perturbations électriques apparaissent.

La Figure 125 montre l'évolution du taux d'usure en fonction des cycles de fretting.

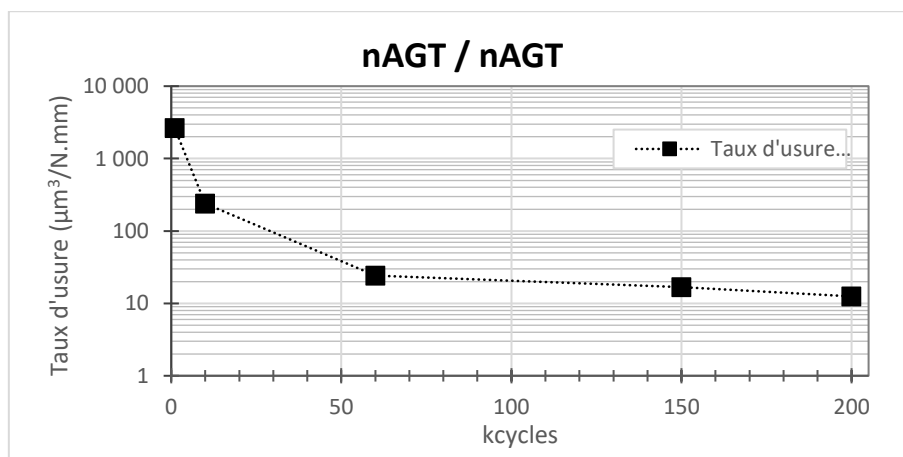


Figure 125 : Évolution du taux d'usure en fonction des cycles de fretting pour la configuration nAGT / nAGT



Chapitre 4 : Frottement microscopique : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques

À 1 kcycles il est 10 fois plus élevé que à 10 kcycles et 100 fois plus élevé qu'à 60 kcycles. La cinétique d'usure est très élevée lors des premiers cycles puis celle-ci diminue ensuite très rapidement. Ceci montre qu'au début le mécanisme d'usure dominant est adhésif avec un transfert de matière puis il devient plus abrasif à 200 kcycles avec une perte de matière.

b. Analyses des compositions chimiques de traces d'usure

Les cartographies EDS de cinq essais à différents nombres de cycles sont présentées dans la Figure 126. Les résistances de contact et les forces tangentielles finales sont également indiquées.

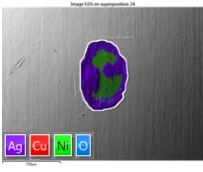
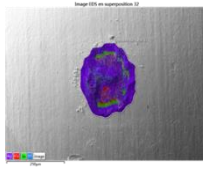
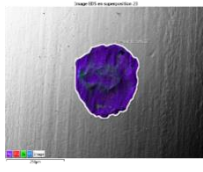
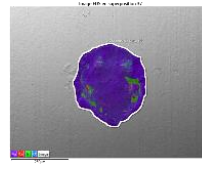
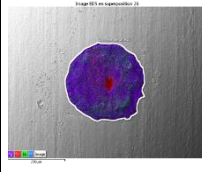
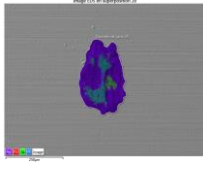
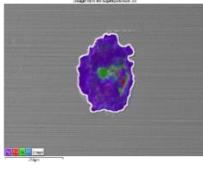
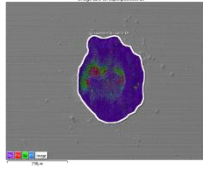
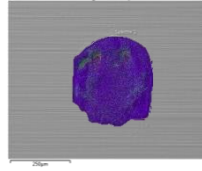
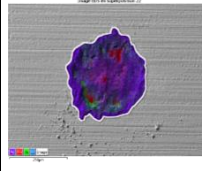
Cycles	1 kcycles	10 kcycles	60 kcycles	150 kcycles	200 kcycles
Hémisphère nAGT					
Plan nAGT					
Rc finale	3,9 mΩ	3,6 mΩ	4,6 mΩ	4,2 mΩ	12,9 mΩ
Ft finale	0,75 N	0,92 N	0,86 N	0,73 N	0,87 N

Figure 126 : Cartographies EDS des hémisphères et plans nAGT pour différents nombres des cycles de fretting

Les premières images à 1 kcycles correspondent à la diminution de la force tangentielle suite au premier pic d'adhésion ainsi qu'au début de la perturbation électrique. Sur ces cartographies on observe que la sous-couche de nickel est exposée, notamment sur l'hémisphère. Durant le premier pic de force tangentielle un grand transfert de matière (Ag) de l'hémisphère vers le plan a eu lieu, ce qui laisse le nickel exposé en surface et ceci peut expliquer les perturbations électriques enregistrées entre 1 et 3 kcycles de fretting.

Ensuite entre 10 et 150 kcycles, l'aspect des hémisphères et des plans est semblable, les traces d'usure sont majoritairement recouvertes d'argent, avec la présence ponctuelle de nickel et de cuivre. Le fretting a donc lieu sur des surfaces conductrices argent contre argent, malgré des profondeurs de traces d'usure importantes comprises entre 3,5 et 4,5 μm (Figure 123). La sous-couche de nickel a dû être partiellement évacuée dans un premier temps, puis de l'argent provenant notamment de l'hémisphère a été introduit de nouveau sur les aires de contact.

Finalement, les cartographies à 200 kcycles montrent que la proportion de cuivre des traces d'usure est plus importante. L'usure est donc plus marquée. Ce constat peut être relié au volume d'usure négatif mesuré pour le plan à 200 kcycles, en effet cette perte de matière correspond à une évacuation des débris d'argent.

À partir des cartographies, les pourcentages atomiques de chaque trace d'usure ont été extraits. Les résultats ont été tracés en fonction du nombre de cycles et sont regroupés dans la Figure 127.



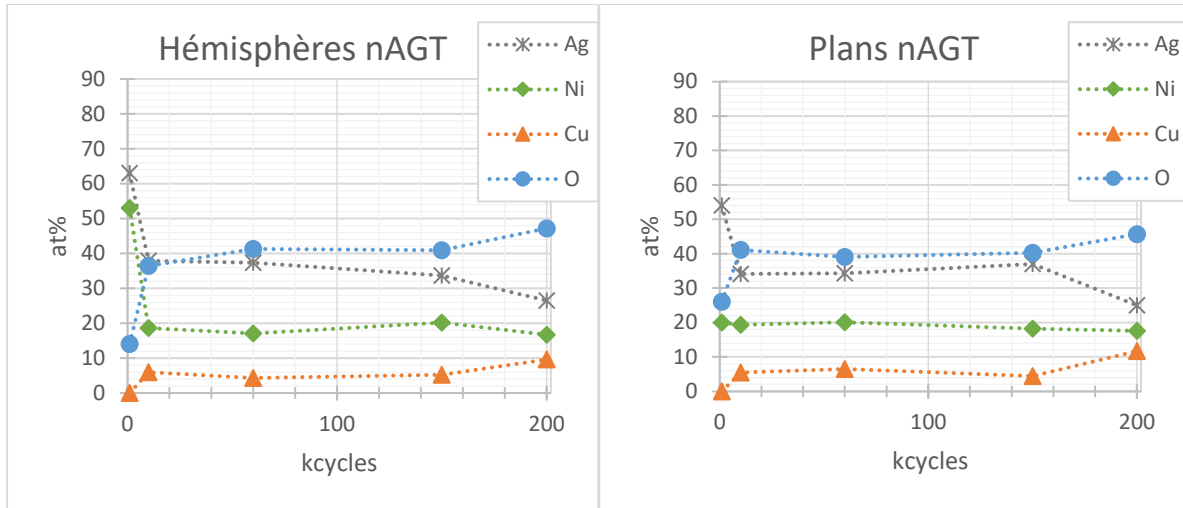


Figure 127 : Évolution de la composition chimique en fonction des cycles de fretting pour la configuration nAGT/nAGT

À 1 kcycles le nickel de l'hémisphère nAGT est exposé et atteint un pourcentage atomique d'environ 53 %at. Puis, à partir de 10 kcycles le nickel exposé sur l'hémisphère est de nouveau recouvert par de l'argent, la composition chimique des traces d'usure reste relativement stable jusqu'à 150 kcycles. Une légère diminution de l'argent en fonction des cycles de fretting est seulement visible pour l'hémisphère.

A 200 kcycles le pourcentage atomique de l'oxygène et du cuivre augmente, tandis que le pourcentage atomique de l'argent diminue. Cette diminution peut expliquer l'augmentation de la résistance de contact. En résumé, la composition chimique des traces d'usure évolue peu en fonction des cycles de fretting. Ce qui explique que la résistance de contact soit relativement stable.

Finalement, la Figure 128 montre des images d'électrons rétrodiffusés des plans nAGT à 10 et 200 kcycles de fretting.

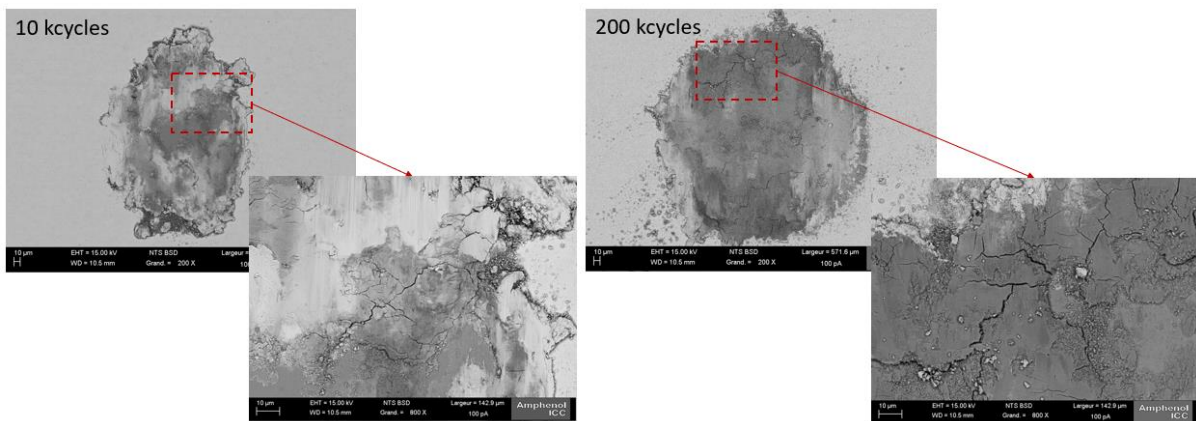


Figure 128 : Images d'électrons rétrodiffusés des plans nAGT à 10 et 200 kcycles

Cette figure permet de mettre en évidence une plastification de l'argent transféré sur la zone de contact ainsi qu'une fatigue de cette matière transférée. Dès 10 kcycles de fretting quelques fissures sont visibles, ensuite le nombre et la taille des fissures augmentent en fonction des cycles de fretting, comme le montre l'image à 200 kcycles. La matière transférée et déformée plastiquement se fissure, se détache et est ensuite évacuée au fur et à mesure des cycles de fretting, ce qui finit par engendrer des perturbations électriques.

c. Conclusion

Dans un premier temps, l'impact du vieillissement des revêtements d'argent sur l'évolution de la résistance de contact et de la force tangentielle a été mis en évidence. En effet lorsque l'argent est récent la résistance au fretting est plus importante que lorsque l'argent est vieilli. Le mode d'usure de l'argent vieilli a été étudié plus en détail.

Un mécanisme d'usure adhésif a été observé à partir de cette configuration nAGT / nAGT. Un grand pic d'adhésion et de la déformation plastique ont été observés durant les premiers cycles. Suite à cette adhésion, des perturbations électriques ont été mesurées, probablement dues à la formation et l'évacuation des débris de nickel. Puis la résistance de contact se stabilise de nouveau, les zones de contact ont été recouvertes d'argent. Durant cette période où la résistance de contact reste faible et stable, deux mécanismes d'usure ont lieu, l'adhésion (mise en évidence par les transferts, les déformations plastiques et les valeurs élevées de forces tangentielles) et la fatigue de cette matière transférée (mise en évidence par la présence de fissures sur les traces d'usure). Finalement, après 150 kcycles la présence d'argent sur les surfaces de contact diminue, une perte de matière a été observée grâce aux volumes d'usure.

La résistance de contact reste faible et stable durant au moins 150 kcycles, ceci est probablement dû à deux phénomènes. Le premier phénomène concerne un mode d'usure majoritairement adhésif et le deuxième correspond à une quantité d'argent disponible à l'interface importante, (l'épaisseur d'argent de l'hémisphère nAGT est d'environ 4,8  $\mu\text{m}$ )

2. Configuration nGCS / nGCS

La deuxième configuration étudiée est la configuration symétrique nGCS / nGCS. Pour cette configuration deux comportements électriques ont pu également être observés.

Dans un premier temps, nous avons étudié l'évolution de la résistance de contact et de la force tangentielle pour les deux comportements. Les résultats sont illustrés pour le premier comportement (avec des hémisphères d'environ 9 mois de vieillissement) dans la Figure 129. Et la Figure 130 montre les résultats du deuxième comportement (avec des hémisphères d'environ 22 mois de vieillissement).

La résistance de contact initiale est de  $1,7 \pm 0,4 \text{ m}\Omega$  pour les deux comportements obtenus. Dès les premiers cycles des différences sont observées. Pour le premier comportement, la force tangentielle atteint son maximum à 1,0 N à environ 400 cycles tandis que le deuxième comportement présente un pic d'adhésion qui atteint son maximum deux fois plus vite (200 cycles) à une valeur deux fois plus élevée (2 N). L'adhésion entre l'hémisphère et le plan pour le deuxième comportement est donc beaucoup plus importante.

À partir d'environ 1 kcycles, des perturbations électriques importantes débutent pour le comportement 1, tandis que pour le comportement 2 seule une légère augmentation de la résistance de contact à environ 3 m $\Omega$  est observée. Finalement à partir d'environ 5 kcycles la force tangentielle du comportement 1 se stabilise à environ 0,5 N avec une résistance de contact qui oscille autour de 10 m $\Omega$ . Pour le comportement 2 la force tangentielle se stabilise à environ 0,9 N avec une résistance de contact qui varie autour de 3 à 4 m $\Omega$  et qui dépasse ponctuellement 10 m $\Omega$  à partir de 70 kcycles.

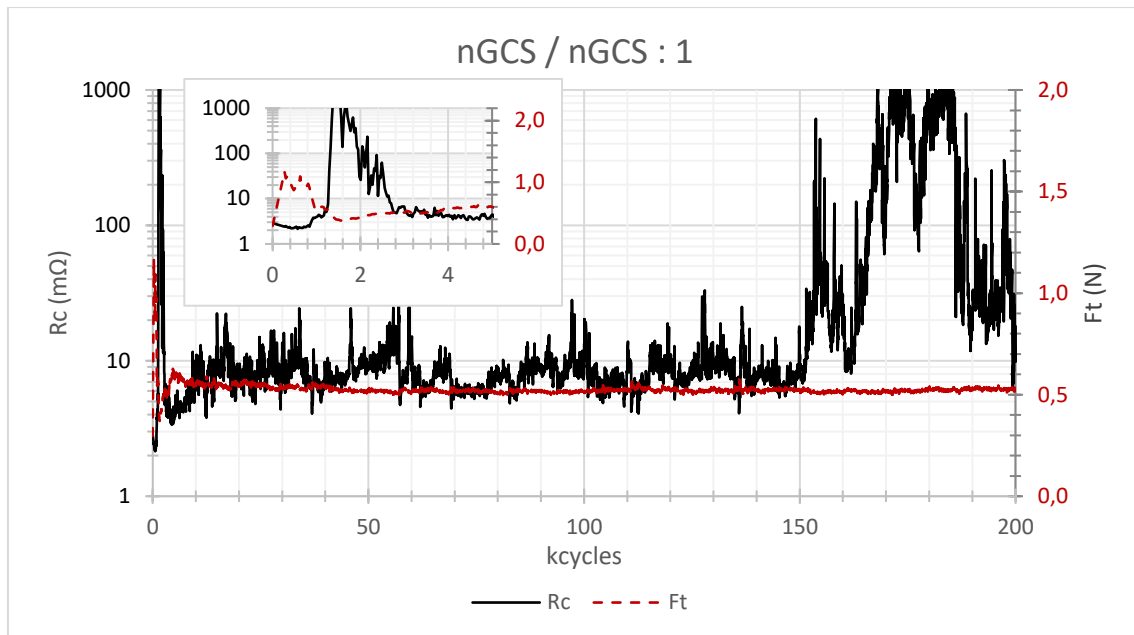


Figure 129 : Évolution de la résistance de contact et de la force tangentielle en fonction des cycles de fretting pour le premier comportement identifié de la configuration nGCS / nGCS. Avec un insert correspondant à un zoom sur les premiers 5 kcycles

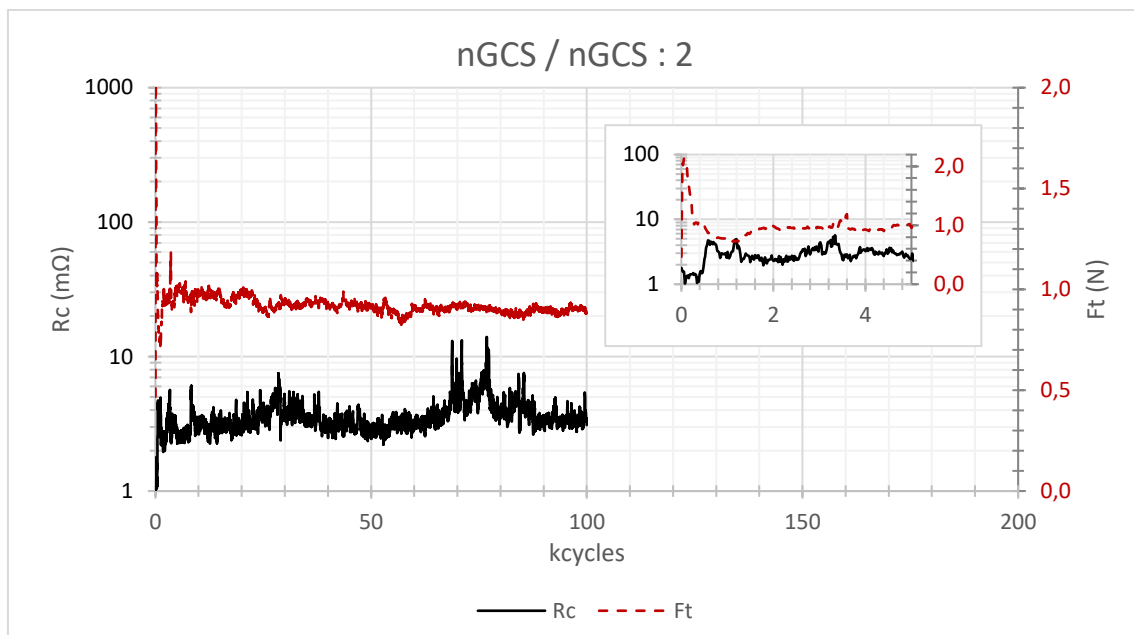


Figure 130 : Évolution de la résistance de contact et de la force tangentielle en fonction des cycles de fretting pour le deuxième comportement identifié de la configuration nGCS / nGCS. Avec un insert correspondant à un zoom sur les premiers 5 kcycles

En résumé, deux comportements très distincts sont observés. Le comportement 1 montre une dégradation très importante de la résistance de contact lors des premiers cycles, ceci montre un mode d'usure plutôt abrasif. Pour le comportement 2, lors des premiers cycles une forte adhésion est observée, son évolution est semblable à la configuration vue précédemment nAGT / nAGT, le mode d'usure est donc plutôt adhésif et non nuisible à la vie du connecteur.

## Chapitre 4 : Frottement microscopique : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques

### a. Analyses de l'évolution de la topographie de surface

La Figure 131 regroupe les profils 3D en fonction des cycles de fretting des deux comportements.

	Comportement 1			Comportement 2		
Cycles	5 kcycles 9 mois	40 kcycles 9 mois	200 kcycles 9 mois	10 kcycles 22 mois	30 kcycles 22 mois	100 kcycles 22 mois
Hémisphère nGCS						
Plan nGCS						
Rc finale	2,0 mΩ	9,4 mΩ	14,7 mΩ	2,4 mΩ	2,1 mΩ	3,3 mΩ
Ft finale	0,65 N	0,63 N	0,52 N	0,92 N	0,90 N	0,88 N

Figure 131 : Images 3D des hémisphères et des plans nGCS pour les deux comportements à différents nombres de cycles de fretting

Les changements topographiques des zones de contact sont très différents pour les deux comportements étudiés. D'une part, un grand transfert de matière est observé pour le comportement 1, la perte de matière de l'hémisphère est de plus en plus importante en fonction des cycles de fretting, et en parallèle un gain de matière sur le plan est également de plus en plus important. On peut supposer qu'il s'agit ici d'un phénomène de soudure à froid, appelé en anglais *cold welding*. Ce mécanisme se traduit par la formation de liaisons métalliques fortes à l'interface, ce qui entraîne une augmentation rapide des forces de frottement. Ces forces chutent ensuite et se stabilisent quand le matériau sera rompu et une nouvelle interface de contact se crée.

D'autre part, pour le comportement 2, ce transfert de matière n'est pas aussi important. En effet, à 10 et 30 kcycles, le plan se creuse légèrement et un surplus de matière se trouve sur les côtés, les hémisphères sont légèrement creusés. Finalement, à 100 kcycles, un mélange entre *cold welding* et usure adhésive est observé.

Ces images montrent que les deux comportements obtenus pour le couple symétrique nGCS / nGCS ont deux comportements tribologiques différents. Dans un cas (comportement 1), un grand transfert avec une soudure à froid a lieu, ce qui engendre des perturbations électriques. Et dans l'autre cas (comportement 2), une usure adhésive, avec des transferts et des déformations plastiques a lieu, ce mécanisme d'usure n'engendre pas de perturbations.

Ces profils 3D ont permis de calculer les volumes d'usure des hémisphères et de plans, et les résultats sont regroupés dans la Figure 132.

Pour les deux comportements un transfert de matière de l'hémisphère vers le plan a été caractérisé. Cependant à 40 et 60 kcycles les volumes d'usure sont plus importants pour la configuration 1 (en clair et croix) que pour la configuration 2 (en foncé et triangle). À 40 kcycles, le volume de matière transférée sur le plan est d'environ  $270 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  et à 60 kcycles, il est de  $350 \times 10^3 \mu\text{m}^3$ .

Chapitre 4 : Frottement microscopique : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques

D'autre part, pour la configuration 2, à 30 kcycles, le volume de matière transférée est d'environ  $100 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  pour le plan. Et c'est seulement à partir de 100 kcycles, là où le *cold welding* et l'usure adhésive ont lieu, que le volume d'usure dépasse les  $200 \times 10^3 \mu\text{m}^3$ .

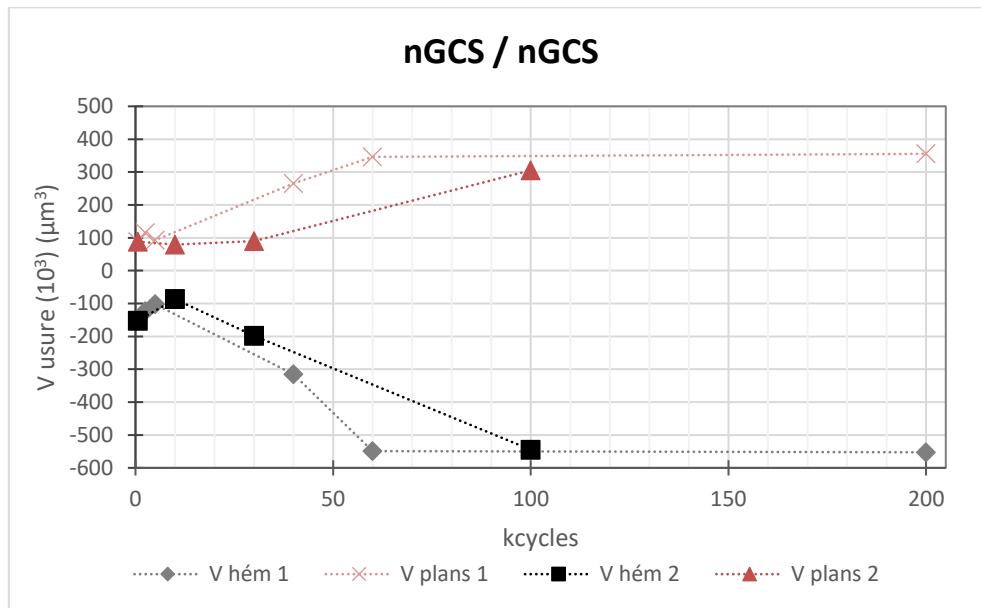


Figure 132 : Évolution du volume d'usure en fonction des cycles de fretting pour les deux configurations nGCS / nGCS étudiés

b. Analyses des compositions chimiques de traces d'usure

La Figure 133 montre l'évolution de la composition chimique des traces d'usure des hémisphères et des plans pour les deux comportements observés.

	Comportement 1			Comportement 2		
Cycles	5 kcycles	40 kcycles	200 kcycles	10 kcycles	30 kcycles	100 kcycles
Hémisphère nGCS						
Plan nGCS						
Rc finale	2,0 mΩ	9,4 mΩ	14,7 mΩ	2,4 mΩ	2,1 mΩ	3,3 Ω
Ft finale	0,65 N	0,63 N	0,52 N	0,92 N	0,90 N	0,88 N

Figure 133 : Cartographies EDS des hémisphères et plans nGCS pour les deux comportements étudiés pour différents nombres des cycles de fretting

## Chapitre 4 : Frottement microscopique : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques

Pour le comportement 1, l'évolution de la composition chimique des traces d'usure montre une usure importante dès les premiers 5 kcycles. Pour l'hémisphère le cuivre est exposé, puis la trace d'usure grandit et se creuse de plus en plus. Tandis que pour le plan à 5 kcycles un grand transfert d'argent est initialement observé, puis le cuivre de l'hémisphère est également transféré sur le plan, par soudure à froid. Le fretting a lieu sur des surfaces de contact très dégradées, où le substrat de l'hémisphère est exposé rapidement.

Concernant le comportement 2, l'évolution de la composition chimique montre que les traces d'usure sont composées principalement d'argent. L'usure adhésive a engendré un transfert d'argent de l'hémisphère vers le plan. De plus, la matière a été repoussée sur les côtés sur les traces d'usure des plans. Finalement à 100 kcycles le *cold welding* et usure adhésive est observé, avec une partie recouverte d'argent et une autre recouverte de cuivre. Pour ce comportement, le fretting a lieu sur des surfaces principalement composées d'argent jusqu'à 100 kcycles.

### c. Conclusion

Deux mécanismes d'usure dominants ont été observés pour cette configuration nGCS / nGCS. Dans un cas le pic d'adhésion initiale n'est pas significatif, la résistance de contact dépasse les 10 mΩ à 1 kcycles, puis elle reste perturbée à environ 10 mΩ, durant 150 kcycles, ensuite des perturbations plus importantes de la résistance de contact sont observées. Une soudure à froid des interfaces a pu être mise en évidence. Ce phénomène est corrélé à une importante usure des surfaces de contact et des fortes perturbations électriques.

Dans l'autre cas un grand pic d'adhésion et une déformation plastique sont observés durant les premiers cycles. De plus la résistance de contact reste faible et stable jusqu'à 100 kcycles de fretting, l'usure prédominante est l'usure adhésive.

Ces deux mécanismes peuvent avoir lieu lors des essais de fretting de la configuration nGCS / nGCS. Une étude plus approfondie est nécessaire pour permettre d'identifier la cause d'un mécanisme d'usure par rapport à l'autre.

### 3. Conclusion

Dans cette partie les configurations symétriques nAGT / nAGT et nGCS / nGCS ont été étudiées.

Le mode d'usure de chaque configuration a été déterminé ainsi que le nombre de cycles de fretting qu'elles peuvent supporter sans montrer de dégradations électriques. La configuration symétrique nAGT / nAGT présente une très bonne tenue au fretting quel que soit le vieillissement des revêtements nAGT. Pour des revêtements vieillis, malgré des perturbations observées de 1 à 3 kcycles, la résistance de contact reste stable durant au moins 160 kcycles. Durant cette période l'argent reste prépondérant sur la surface de contact.

Pour la configuration nGCS / nGCS deux comportements distincts ont été observés, une des hypothèses est que les différences sont dues à différents temps de vieillissement des revêtements. La présence du flash d'or a un réel impact sur les modes d'usure et donc sur la fiabilité du contact électrique.

Comme vu dans le chapitre 3, ces revêtements nAGT et nGCS évoluent dans le temps. La diffusion de l'argent dans l'or a pu être mise en évidence ainsi que des changements de propriétés mécaniques de l'argent. Ces aspects peuvent avoir un impact direct concernant les résultats obtenus lors des tests de fretting. En effet, l'ensemble des tests a été réalisé avec le même lot d'hémisphère nAGT produit industriellement en décembre 2018, et les derniers tests réalisés ont eu lieu en décembre 2020. C'est pourquoi dans certains cas, plusieurs évolutions de la résistance de contact et de la force tangentielle



ont été proposées. Une étude plus approfondie de l'impact du vieillissement sur les mécanismes d'usure pourra être envisagée.

### III. Mécanismes d'usure des configurations dissymétriques

Dans cette partie les résultats des tests de fretting des configurations dissymétriques vont être présentés et comparés avec les configurations symétriques étudiées précédemment.

#### A. Revêtements ayant des propriétés mécaniques proches

Dans un premier temps, les configurations avec des revêtements dont les propriétés mécaniques sont proches vont être étudiées, initialement celles avec les duretés les plus élevées (FG et GXT) puis celles avec les duretés les plus faibles (nAGT et nGCS).

##### 1. Revêtements ayant des duretés élevées : GXT et FG

Dans cette première sous-partie nous allons étudier et comparer les configurations symétriques et dissymétriques des revêtements FG et GXT. L'objectif est d'étudier l'impact de la nature des revêtements et de la configuration utilisée sur la durée de vie fonctionnelle du contact électrique.

La Figure 134 regroupe l'évolution des quatre configurations étudiées. En orange et en gris les configurations symétriques FG / FG et GXT / GXT, et en bleu et vert pointillés les configurations dissymétriques FG / GXT et GXT / FG.

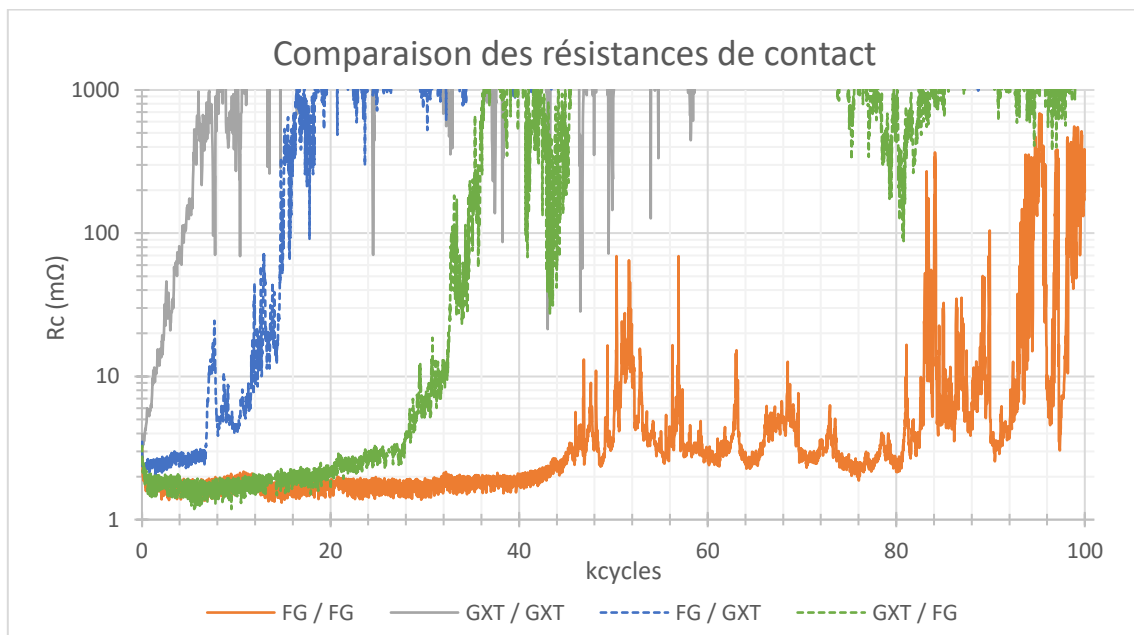


Figure 134 : Évolution de la résistance de contact des configurations symétriques et dissymétriques FG et GXT

Les résistances de contact initiales ont été regroupées dans le Tableau 17, et elles ont été classées de la configuration la plus conductrice à la moins conductrice.

Configuration	GXT / FG	GXT / GXT	FG / FG	FG / GXT
Résistance de contact initiale ( $m\Omega$ )	$3,0 \pm 0,2$	$3,4 \pm 0,6$	$3,6 \pm 0,3$	$4,9 \pm 0,6$

Tableau 17 : Résistance de contact initiales des configurations symétriques et dissymétriques FG et GXT

Chapitre 4 : Frottement microscopique : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques

La configuration ayant la résistance de contact initiale la plus faible est GXT / FG, suivie de très près par GXT / GXT et FG / FG, finalement la seule configuration ayant une résistance de contact initiale légèrement supérieure est la configuration FG / GXT. Pour rappel, pour ces quatre configurations le substrat des hémisphères est le CuSn<sub>6</sub>, et le substrat des plans est le CuNi<sub>3</sub>Si<sub>1</sub>Mg.

Pour les premiers cycles, une différence de résistance de contact entre 1 et 7 kcycles est observée entre les configurations avec des plans FG (1,5 mΩ) et GXT (2,5 mΩ). En effet, par rapport au GXT, le revêtement FG a une dureté plus faible mais une élasticité plus élevée. L'aire de contact est plus grande pour la configuration FG / FG, la quantité de spots conducteurs sera donc probablement plus importante. De plus, la résistivité du revêtement GXT est plus élevée que celle du revêtement FG.

D'autre part, lors des 5 premiers kcycles, trois comportements différents ont lieu. Le premier est celui de la configuration GXT / GXT où la résistance de contact s'est dégradée très rapidement se trouvant supérieure à 100 mΩ. Le deuxième est celui de la configuration FG / GXT où la résistance de contact reste stable. Et finalement, le troisième comportement, est celui des configurations avec un plan FG (FG / FG et GXT / FG) où la résistance de contact est faible et stable (inférieure à 2,0 mΩ).

Le Tableau 18 montre le nombre de cycles maximum que peut atteindre chaque configuration sans perturbations électriques :

Configuration	GXT / GXT	FG / GXT	GXT / FG	FG / FG
Nombres de cycles	~1 kcycles	~7 kcycles	~30 kcycles	~50 kcycles

Tableau 18 : Début des dégradations électriques pour les quatre configurations « durs / durs » soumis à du fretting

Cette comparaison montre que le revêtement FG a une meilleure tenue au fretting que le revêtement GXT. La présence du revêtement FG améliore la tenue au fretting du GXT notamment lorsqu'il est placé en tant que plan, la résistance de contact reste stable plus longtemps. Finalement, la meilleure des quatre configurations est la configuration symétrique FG / FG.

Il a également été étudié l'évolution de la force tangentielle de ces quatre configurations et les résultats obtenus sont regroupés dans la Figure 135.

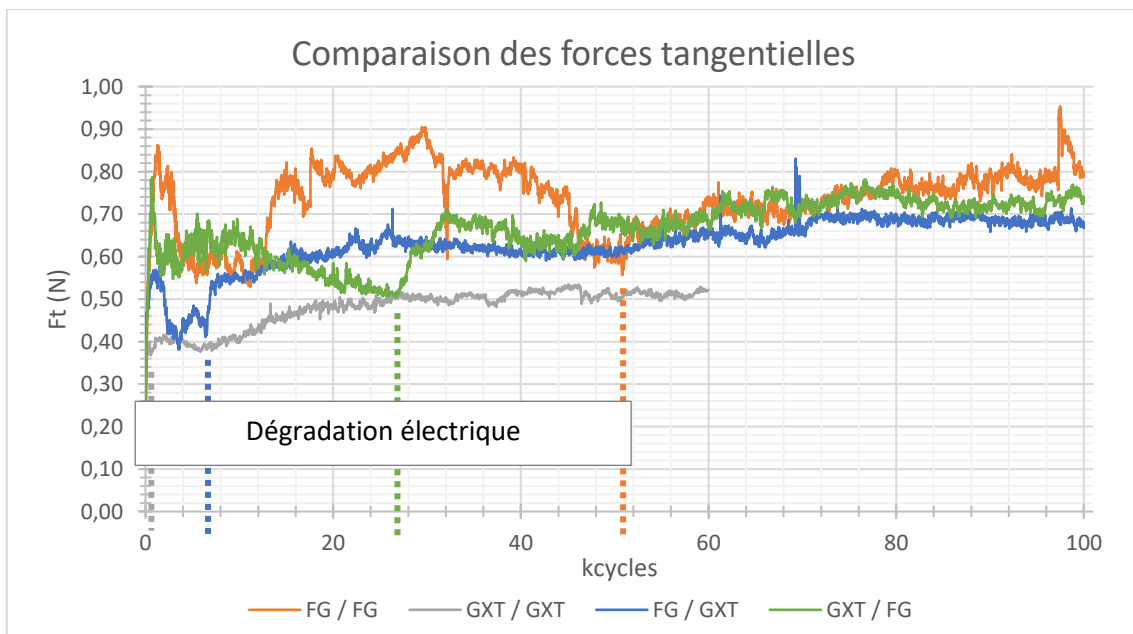


Figure 135 : Évolution de la force tangentielle des configurations symétriques et dissymétriques FG et GXT



Les évolutions des forces tangentielles des quatre configurations sont très différentes, notamment durant les premiers 50 kcycles. Des modes d'usure adhésif ou abrasif peuvent être différenciés.

La configuration GXT / GXT présente les forces tangentielles les plus faibles, en effet, le revêtement GXT est le plus dur et le moins élastique. L'aire de contact est certainement plus petite et le frottement est purement abrasif. Les forces tangentielles de la configuration FG / FG sont les plus élevées. Le revêtement FG a une dureté plus faible et une élasticité plus grande que le revêtement GXT. Ceci peut expliquer que l'aire de contact soit plus grande. Durant les premiers 4 kcycles, la force tangentielle augmente puis diminue ce qui est dû à une adhésion entre les deux surfaces. Le mode d'usure de cette configuration est plutôt adhésif en comparaison avec le GXT.

Les configurations dissymétriques ont des modes d'usure mixtes. Cependant, lorsque le plan est un revêtement GXT, la force tangentielle est plus basse que lorsque le plan est un revêtement FG. Dans ce cas, la nature chimique du plan va dicter de façon plus marquée le mécanisme d'usure. Le frottement de la configuration FG / GXT est plus abrasif que la configuration GXT / FG.

Finalement, à partir de 40 kcycles les forces de frottement des configurations dissymétriques sont très proches. En effet, à partir de ce nombre de cycles les résistances de contact des deux configurations sont très élevées. Et à partir de 60 kcycles les forces tangentielles sont assez proches pour les trois configurations (FG / FG ; FG / GXT et GXT / FG), les résistances de contact sont très dégradées pour ces trois configurations.

a. Analyses des volumes d'usure

Pour ces quatre configurations, les volumes d'usure des hémisphères et des plans ont été également étudiés (Figure 136). À gauche sont regroupés les résultats concernant les hémisphères et à droite les résultats concernant les plans.

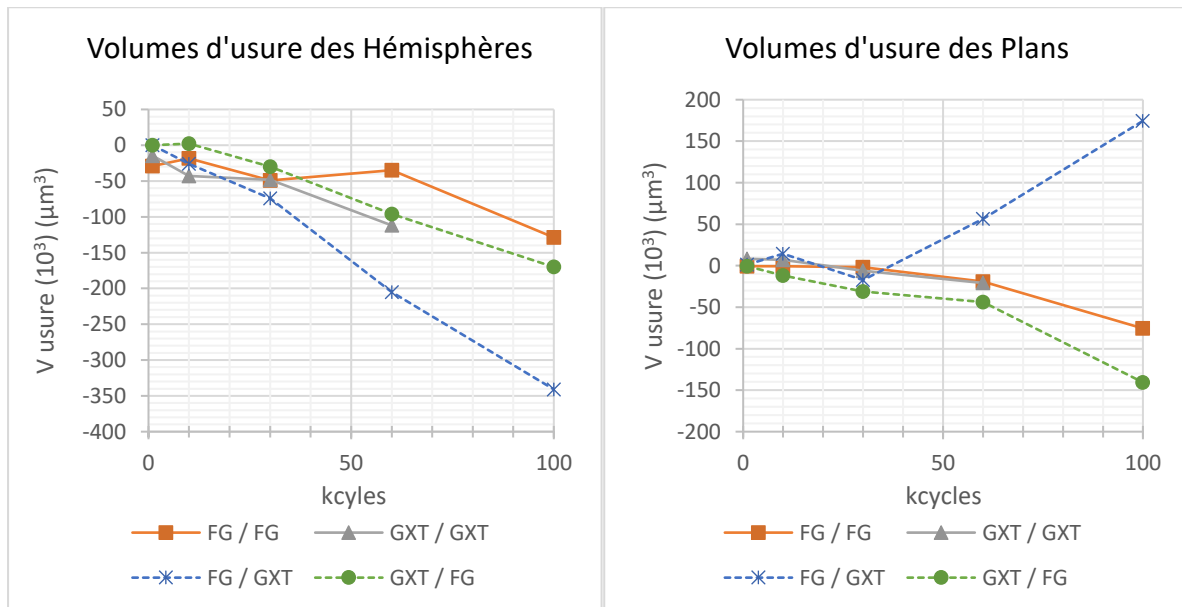


Figure 136 : Évolution du volume d'usure en fonction des cycles de fretting pour les configurations symétriques et dissymétriques FG et GXT

Les volumes d'usure des hémisphères ne font que décroître pour les quatre configurations. En effet, lors des premiers cycles ces volumes d'usure sont soit négatifs soit proche de 0, puis ils continuent à perdre de la matière tout au long des cycles de fretting. Cette perte de matière est d'autant plus importante lorsque l'hémisphère FG est placé contre un plan GXT. À 100 kcycles le volume d'usure de

l'hémisphère de cette configuration (FG / GXT) est deux fois plus important que pour la configuration dissymétrique GXT / FG.

Le volume d'usure des plans reste proche de 0 lors des premiers cycles de fretting. À 30 kcycles le plan de la configuration GXT / FG est celui qui perd le plus de matière et ce phénomène s'accroît au fur et à mesure des cycles de fretting. À l'inverse, le plan de la configuration FG / GXT gagne de la matière à 60 et 100 kcycles. Une partie de la matière perdue par l'hémisphère est donc transférée sur le plan pour cette configuration.

Ces données nous montrent que dans notre étude, lorsqu'il y a une différence de dureté entre le revêtement de l'hémisphère et celui du plan, les échantillons dont la dureté est la plus faible vont s'user davantage.

#### b. Analyses des compositions chimiques

Les compositions chimiques des surfaces de contact ont également été étudiées pour ces quatre configurations. Nous avons choisi d'étudier uniquement l'évolution du pourcentage atomique d'or et de nickel présents sur les surfaces de contact. Ces pourcentages atomiques, ainsi que l'ensemble des pourcentages atomiques moyens présentés par la suite, ont été obtenus grâce à la formule suivante :

$$\%at\ moyen = \frac{\%at\ de\ l'hémisphère + \%at\ du\ plan}{2}$$

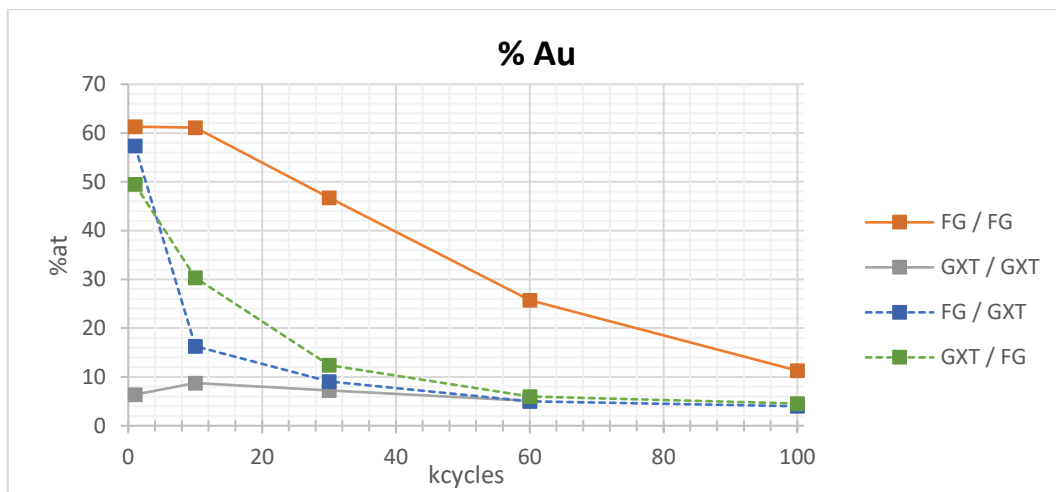


Figure 137 : Évolution des pourcentages atomiques d'or moyens à l'interface pour les quatre configurations étudiées.

La Figure 137 montre le résultat obtenu concernant l'évolution de la quantité d'or sur les surfaces de contact. On remarque que lorsque le nombre de cycles augmente, le pourcentage atomique d'or diminue. Cependant les décroissances ont lieu à des vitesses différentes. Lorsque le pourcentage d'or est inférieur 20 %at, la résistance de contact est supérieure au seuil fixé de 10 mΩ. Pour la configuration GXT / GXT, ce constat est observé à 1 kcycles. Pour la configuration FG / GXT, il apparaît à 10 kcycles, pour la configuration inversée GXT / FG, c'est à 30 kcycles et finalement pour la configuration FG/FG cela peut apparaître entre 60 et 80 kcycles.

Ce graphique permet donc d'établir le lien entre la présence d'or sur les surfaces de contact et la résistance de contact. En effet, il faut que les surfaces de contact soient composées d'un minimum d'environ 20 %at d'or pour qu'un bon passage du courant soit assuré. Lorsque la présence d'or est inférieure à ce pourcentage, les perturbations électriques sont trop importantes.

Le pourcentage atomique de nickel présent sur les surfaces de contact a également été étudié (Figure 138).

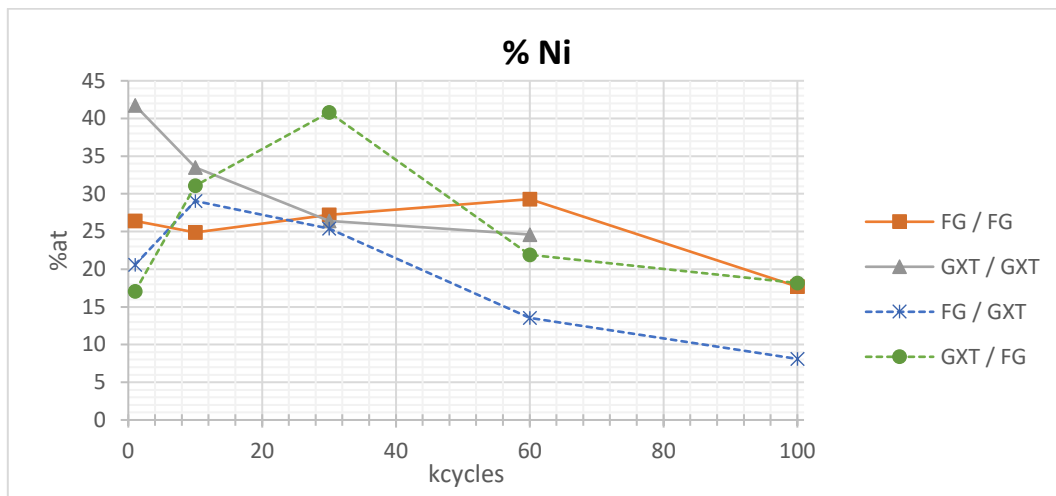


Figure 138 : Évolution des pourcentages atomiques de nickel moyens à l'interface pour les quatre configurations étudiées.

Deux évolutions distinctes sont présentes. D'une part, pour la configuration GXT / GXT, la présence de nickel sur les surfaces de contact ne cesse de diminuer, en effet, à partir de 1 kcycles la résistance de contact se dégrade progressivement. Tandis que pour les 3 autres configurations le pourcentage atomique de nickel atteint un maximum, puis diminue.

Les maxima observés pour ces trois configurations sont très proches du nombre de cycles auquel le début de la dégradation de la résistance de contact a lieu. En effet à 10 kcycles le pourcentage atomique de nickel atteint son maximum pour la configuration FG / GXT, puis à 30 kcycles pour la configuration GXT / FG. Finalement, le pourcentage de nickel présent à la surface de contact atteint son maximum à 60 kcycles pour la configuration FG / FG.

Cette analyse nous mène à la conclusion que lorsque la proportion de nickel présent en surface est majoritaire, la dégradation électrique est imminente, car celui-ci a une très mauvaise tenue au fretting. La tenue au fretting du revêtement testé repose essentiellement sur la nature du revêtement final (métaux précieux). La tenue au fretting est essentiellement assurée par l'or pour le FG et par le palladium nickel pour le GXT.

### c. Conclusion

En conclusion, cette étude a pu mettre en évidence les différents modes d'usure ainsi que le nombre de cycles maximum que les quatre configurations étudiées peuvent supporter sans montrer de perturbations électriques, le GXT / GXT avec un nombre de cycles très faible (~1 kcycles) et le FG / FG avec le nombre de cycles le plus élevé des quatre configurations (~50 kcycles).

L'utilisation de configurations dissymétriques a permis d'augmenter la résistance au fretting du revêtement GXT. En effet, lorsque la configuration correspond à FG / GXT, la résistance de contact reste stable 6 fois plus longtemps. Lorsque la configuration correspond à GXT / FG, la résistance de contact est stable 30 fois plus longtemps. Le revêtement FG étant moins dur et plus élastique cela compense les propriétés mécaniques du GXT, l'usure abrasive est moins prononcée que pour la configuration GXT / GXT.

Il a également été montré que le pourcentage atomique d'or était un point clé pour assurer le bon passage du courant. Lorsque le pourcentage d'or est inférieur à environ 30 %at, le contact électrique ne présente plus les propriétés souhaitées. De plus, lorsque le nickel est exposé en surface, la résistance de contact se dégrade très rapidement. Revêtements ayant des duretés faibles : nAGT et nGCS

## 2. Revêtements ayant des duretés faibles : nAGT et nGCS

Dans cette deuxième sous-partie, les configurations symétriques et dissymétriques des revêtements à base d'argent vont être étudiées. L'impact de la nature des revêtements ainsi que de la configuration utilisée sur la fiabilité du contact va être étudié.

L'évolution de la résistance de contact en fonction des cycles de fretting est illustrée dans la Figure 139 avec en orange et en gris les configurations symétriques nAGT / nAGT (vieilli) et nGCS / nGCS (comportement 1) et en bleu et vert pointillés les configurations dissymétriques nAGT / nGCS et nGCS / nAGT.

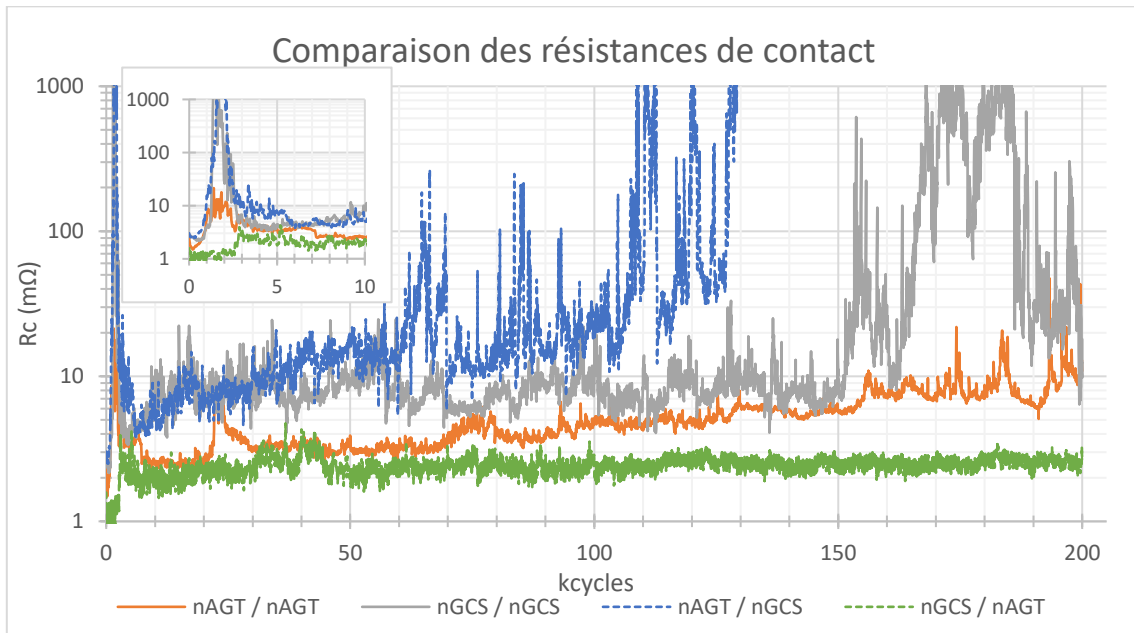


Figure 139 : Évolution de la résistance de contact des configurations symétriques et dissymétriques nAGT et nGCS. Avec un insert correspondant à un zoom sur les premiers 10 kcycles

Pour ces quatre configurations le substrat des hémisphères et des plans est le CuSn<sub>6</sub>. En moyenne les résistances de contact initiales pour ces revêtements argentés sont regroupées dans le Tableau 19

Configuration	nGCS / nAGT	nGCS / nGCS	nAGT / nGCS	nAGT / nAGT
Rc initiales (mΩ)	1,5 ± 0,2	1,8 ± 0,4	1,8 ± 0,4	2,3 ± 0,2

Tableau 19 : Résistances de contact initiales pour les quatre configurations argentés

Ensuite, dès les premiers 1 kcycles des différences de résistances de contact sont observées en fonction des plans. Les configurations des plans nGCS montrent des perturbations électriques très importantes pouvant aller au-delà de 1 Ω durant les premiers 3 kcycles. Les configurations avec des plans nAGT montrent des perturbations moins importantes ; la meilleure configuration est celle ayant nGCS en hémisphère pour laquelle aucune perturbation n'est observée.

Chapitre 4 : Frottement microscopique : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques

Le Tableau 18 regroupe le nombre de cycles maximum que peut atteindre chaque configuration sans perturbations électriques :

Configuration	nGCS / nGCS	nAGT / nGCS	nAGT / nAGT	nGCS / nAGT
Nombres de cycles	~1 kcycles	~1 kcycles	~150 kcycles	>200 kcycles

Tableau 20 : Début des dégradations électriques pour les quatre configurations

Ces résultats montrent l'impact du flash d'or sur la résistance au fretting du contact électrique. Lorsque le flash d'or se situe sur le plan, il engendre rapidement de fortes perturbations électriques. Les configurations nGCS / nGCS et nAGT / nGCS sont celles qui se dégradent le plus vite. Mais lorsque le flash d'or est sur l'hémisphère et que celui-ci se retrouve face à un plan nAGT, la résistance de contact reste faible et stable durant au moins 200 kcycles.

La Figure 140 illustre l'évolution de la force tangentielle de ces quatre configurations étudiées.

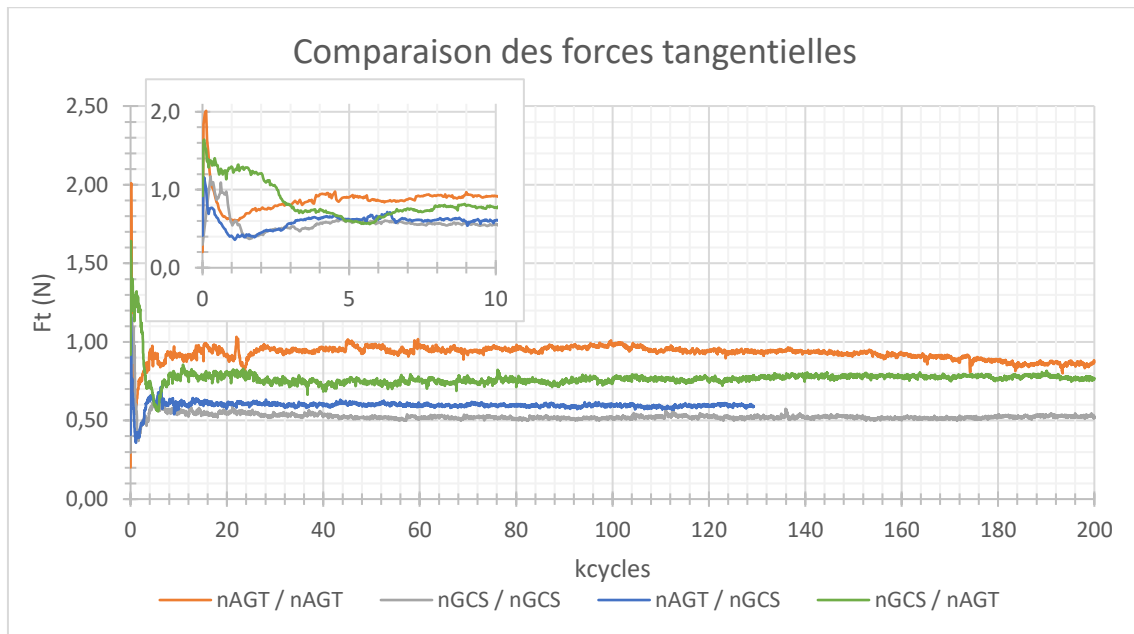


Figure 140 : Évolution de la force tangentielle des configurations symétriques et dissymétriques nAGT et nGCS. Avec un insert correspondant à un zoom sur les premiers 10 cycles

Entre 100 et 250 cycles de fretting les quatre configurations ont atteint leur maximum de force tangentielle. Pour les configurations avec un plan nGCS, le maximum de la force tangentielle est d'environ 1 N, tandis que pour les configurations avec un plan nAGT, le pic peu atteindre entre 1,8 et 2 N. La présence du flash d'or sur le plan divise par deux les forces tangentielles mesurées, l'adhésion est donc moins importante lorsque le plan a un flash d'or.

Ensuite les forces tangentielles diminuent et atteignent un minimum entre environ 1 et 5 kcycles. Pour les configurations nAGT / nAGT, nGCS / nAGT et nGCS / nGCS, ce minimum correspond aux premières perturbations électriques, ces variations de forces tangentielles et de résistances de contact indiquent que les zones de contacts électriques sont plus petites. Finalement les forces tangentielles se stabilisent autour de 0,5 à 0,6 N pour les configurations avec un plan nGCS, autour de 0,75 N pour la configuration nGCS / nAGT et autour de 0,95 N pour la configuration nAGT / nAGT. Cette dernière configuration est la seule à montrer une évolution de forces tangentielles avec une diminution à partir d'environ 100 kcycles.

En résumé, la configuration nGCS / nGCS présente les forces tangentielles les plus faibles, et les forces tangentielles de la configuration nAGT / nAGT sont les plus élevées. Les configurations dissymétriques se retrouvent entre les deux. La nature chimique du plan exerce une influence plus importante que l'hémisphère sur le type de frottement. Le frottement de la configuration nGCS / nAGT est plus élevé que celui de la configuration nAGT / nGCS.

a. Analyses des volumes d'usure

Les volumes d'usure de ces quatre configurations ont été également étudiés (Figure 141). À gauche sont illustrés les résultats concernant les hémisphères et à droite les résultats concernant les plans en fonction du nombre de cycles.

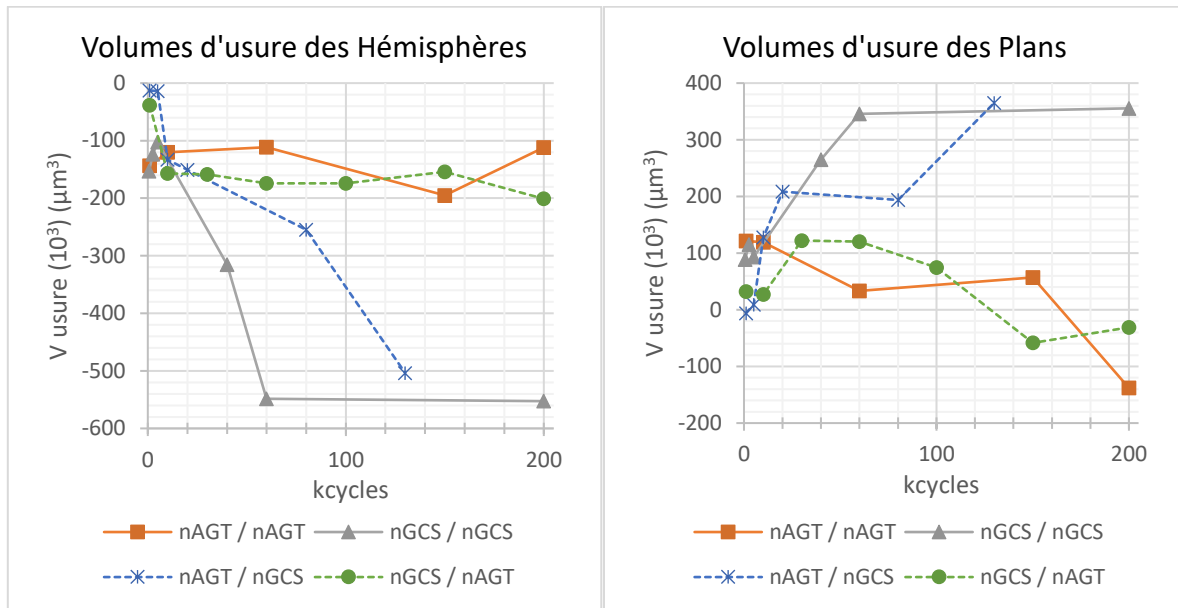


Figure 141 : Évolution du volume d'usure en fonction des cycles de fretting pour les configurations symétriques et dissymétriques nAGT et nGCS

À 1 kcycles les volumes d'usure des hémisphères des configurations dissymétriques sont proches de zéro tandis que pour les configurations symétriques ils sont à environ  $-150 \times 10^3 \mu\text{m}^3$ . La perte ou le transfert de matière est plus important pour les configurations symétriques. En effet l'adhésion est d'autant plus facile lorsque la nature chimique des deux surfaces de contact est identique ce qui engendre des transferts et/ou des déformations plastiques. Ensuite deux comportements sont observés, les volumes d'usure des configurations avec un plan nGCS ne font que décroître jusqu'à atteindre environ  $-550 \times 10^3 \mu\text{m}^3$ . La perte de matière est d'autant plus rapide lorsque l'hémisphère est nGCS. À l'opposé, le volume d'usure des configurations avec un plan nAGT reste stable entre  $-100 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  et  $-250 \times 10^3 \mu\text{m}^3$ , l'usure a lieu seulement lors des premiers cycles puis évolue peu dans le temps.

En ce qui concerne les volumes d'usure des plans, ils restent proches de  $100 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  pour les configurations symétriques, et proches de zéro pour les configurations dissymétriques. L'adhésion est d'autant plus importante lorsque la nature chimique des plans est identique. Ensuite, les configurations avec un plan nGCS ne font que gagner de la matière, notamment dans la configuration nGCS / nGCS. Tandis que les configurations avec un plan nAGT gagnent de la matière jusqu'à 100 kcycles pour nGCS / nAGT et jusqu'à 150 kcycles pour nAGT / nAGT, ensuite une perte de matière est observée avec des volumes négatifs pouvant aller jusqu'à  $-130 \times 10^3 \mu\text{m}^3$ .



Ces données nous montrent que le mode d'usure est régi par le plan. Les évolutions des volumes d'usure symétriques et dissymétriques avec un plan nGCS montrent de grands transferts et pertes de matière. Tandis que pour les configurations avec un plan nAGT, l'évolution du volume d'usure en fonction des cycles de fretting est moins importante. Dans ce cas, les propriétés mécaniques des deux revêtements sont semblables, les différences sont dues à la présence du flash d'or en surface, et donc à la différence de la nature chimique des revêtements.

Dans le but d'illustrer ces différences, la Figure 142 regroupe les profils 3D des hémisphères et des plans des quatre configurations à 60 kcycles.

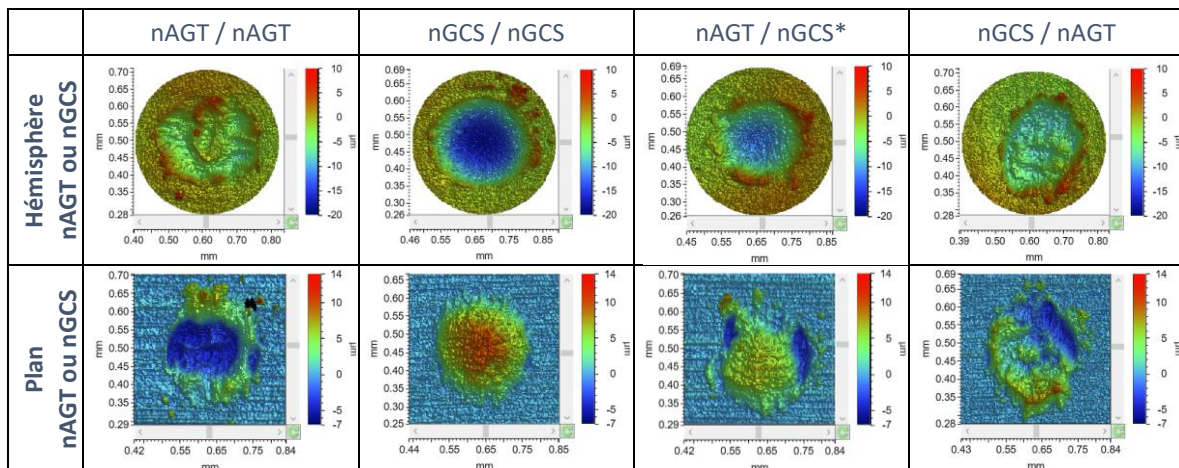


Figure 142 : Images 3D des hémisphères et des plans des quatre configurations étudiées à 60 kcycles (\*80 kcycles)

Les configurations avec des plans nGCS montrent un grand transfert de l'hémisphère vers le plan. Le profil 3D du plan nGCS / nGCS atteint environ 14  $\mu\text{m}$  de hauteur, avec un creux d'environ 20  $\mu\text{m}$  sur l'hémisphère. Le même phénomène moins accentué est observé pour la configuration nAGT / nGCS.

D'autre part, la topographie des configurations avec des plans nAGT est très différente, la perte de matière est beaucoup moins importante, et la trace d'usure est plus large avec des déformations plastiques et des creux pouvant aller jusqu'à 5  $\mu\text{m}$  sur l'hémisphère et le plan.

Les modes d'usure sont différents. D'une part, les plans nAGT montrent des déformations plastiques tandis que les plans nGCS montrent de grands transferts de l'hémisphère vers le plan, semblables à de la soudure à froid.

#### b. Analyses des compositions chimiques

L'évolution des compositions chimiques des surfaces de contact a également été étudiée. La Figure 143 regroupe l'évolution du pourcentage atomique de l'argent, du cuivre et de l'oxygène présents sur l'interface de contact.

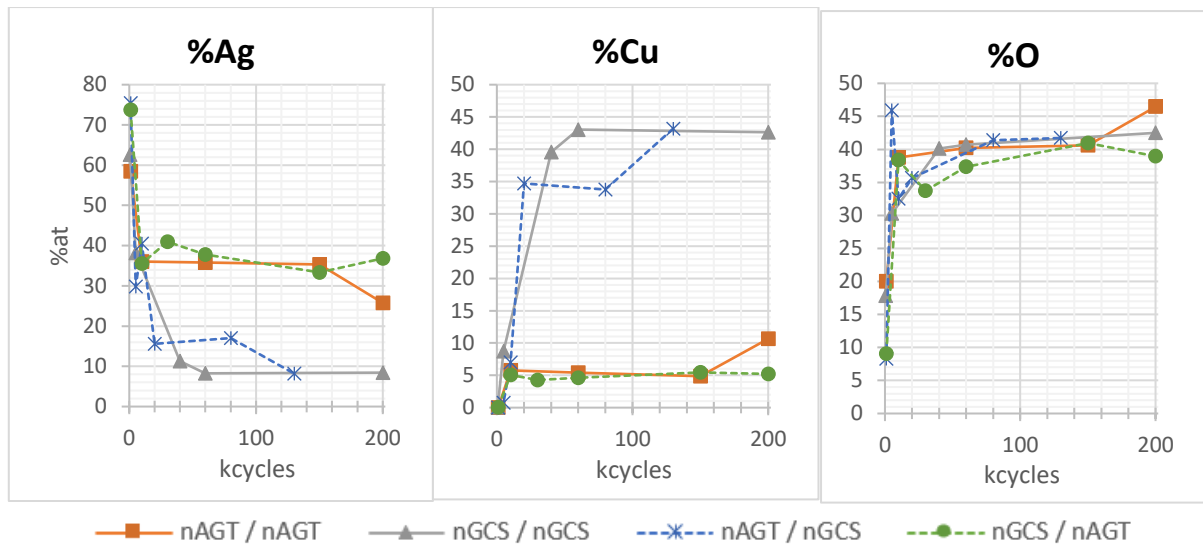


Figure 143 : Évolution des pourcentages atomiques moyens de l'argent, du cuivre, et de l'oxygène pour les quatre configurations étudiées.

À 1 kcycles le pourcentage atomique de l'argent est plus élevé pour les configurations dissymétriques - 75 %at contre 60 %at - tandis que le pourcentage atomique de l'oxygène est plus faible - environ 10 %at contre environ 20 %at pour les configurations symétriques. Dès 1 kcycles, des évolutions de compositions chimiques des interfaces de contact des configurations symétriques sont observées.

À 10 kcycles les quatre configurations ont des pourcentages atomiques proches, environ 40 %at d'argent, 6 %at de cuivre et 40 %at d'oxygène. Ensuite, à partir de 30 kcycles deux groupes se différencient, ceux avec un plan nGCS et ceux avec un plan nAGT. Précédemment il a été déterminé que le mode d'usure pour les plans nGCS était un grand transfert de matière par soudure à froid. Ce mécanisme se matérialise par la forte diminution du pourcentage atomique de l'argent et par la forte augmentation du pourcentage atomique du cuivre, le fretting a lieu sur des surfaces de contact très dégradées essentiellement composées de cuivre, ce qui explique les perturbations électriques et les faibles forces tangentielles. D'autre part, il a été déterminé que le mode d'usure des configurations avec un plan nAGT est principalement de l'usure adhésive avec des déformations plastiques. Ce mode d'usure permet le maintien de l'argent à l'interface, le fretting a lieu sur des surfaces composées majoritairement par de l'argent, ce qui explique que la résistance de contact est faible et stable et que les forces tangentielles restent élevées.

Finalement, à partir de 10 kcycles, le pourcentage atomique d'oxygène pour les quatre configurations se situe au-delà de 30%at et reste stable par la suite. Même si le pourcentage atomique d'oxygène n'évolue pas, les dégradations électriques pour les configurations nGCS / nGCS et nAGT / nGCS continuent d'augmenter. Cette augmentation de résistance de contact ne peut pas être liée à une usure chimique (tribocorrosion) mais plutôt à des changements topographiques de surface - diminution des spots conducteurs.

Les cartographies EDS regroupées dans la Figure 144 montrent les compositions chimiques des hémisphères et des plans à 60 kcycles pour les quatre configurations étudiées.



## Chapitre 4 : Frottement microscopique : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques

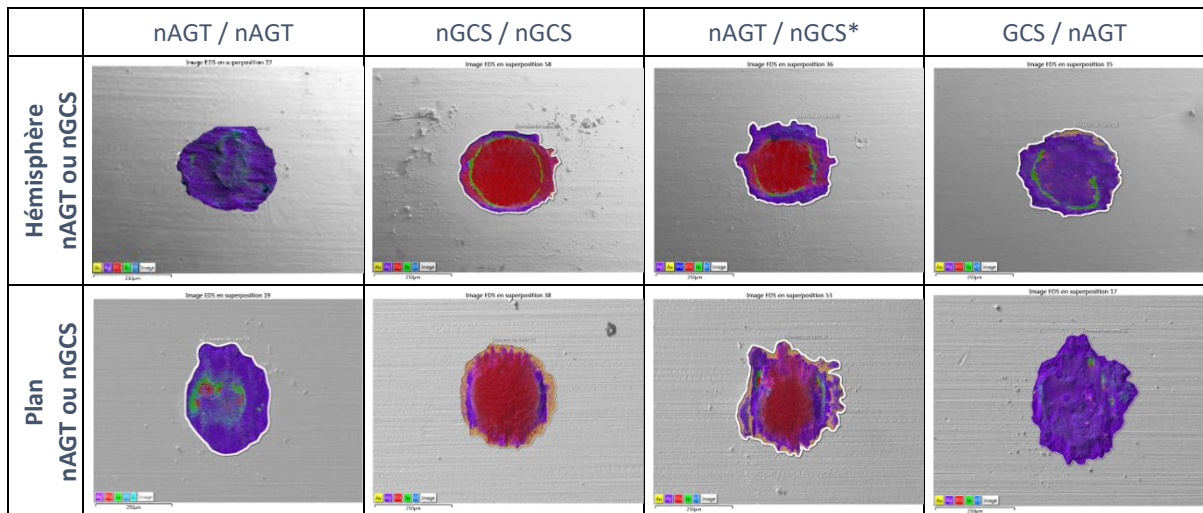


Figure 144 : Cartographies EDS des hémisphères et plans des quatre configurations étudiées à 60 kcycles (\*80 kcycles)

Deux types de compositions chimiques différentes sont observées pour les quatre configurations. Les surfaces de contact des configurations avec un plan nGCS sont presque totalement recouvertes de cuivre, celui-ci provient des hémisphères. Tandis que les surfaces des configurations avec un plan nAGT sont majoritairement recouvertes d'argent. Le nickel et le cuivre sont visibles ponctuellement en surface.

### c. Conclusion

En résumé, les différents nombres de cycles maximums que les quatre configurations étudiées peuvent supporter sans montrer de perturbations électriques ont été déterminés et ont mis en évidence de grandes variations en fonction des revêtements. L'impact du flash d'or sur la résistance au fretting des revêtements a également pu être mis en évidence. En effet, la configuration nAGT / nAGT présente une très bonne tenue au fretting, son mode d'usure est adhésif et la résistance de contact reste stable durant au moins 160 kcycles. Tandis que le nGCS / nGCS a une durée de vie fonctionnelle courte, des perturbations électriques arrivent rapidement, dues à une soudure à froid entre les surfaces de contact. La présence du flash d'or a un réel impact sur les modes d'usure et donc sur la stabilité de la résistance de contact en fonction du nombre de cycles.

D'autre part, le mode d'usure des configurations dissymétriques est fonction du plan utilisé. La configuration nAGT / nGCS a un mode d'usure semblable à nGCS / nGCS avec une soudure à froid qui engendre de rapides perturbations électriques. Tandis que la configuration nGCS / nAGT a un mode d'usure semblable à nAGT / nAGT avec une adhésion qui permet d'augmenter la durée de vie fonctionnel du contact électrique.

## B. Revêtements ayant des propriétés mécaniques éloignées

Dans cette partie, des configurations dissymétriques avec des revêtements dont les propriétés mécaniques sont éloignées vont être étudiées. Dans un premier temps, les configurations avec un hémisphère de dureté plus élevée (FG et GXT) contre un plan avec des duretés plus faibles (nAGT et nGCS) seront présentées. Dans un second temps l'inverse sera étudié.

### 1. Hémisphères de duretés élevées et plans de duretés faibles

Dans cette première sous-partie, les configurations dissymétriques FG et GXT contre des plans nAGT et nGCS vont être étudiées et comparées.

La Figure 145 regroupe l'évolution des quatre configurations dissymétriques. En orange et en gris les configurations avec un hémisphère FG (FG / nAGT et FG / nGCS) et en bleu et vert pointillés les configurations avec un hémisphère GXT (GXT / nAGT et GXT / nGCS). Les résistances de contact initiales sont comprises entre 2,7 et 3,7 mΩ. Pour les quatre configurations, les substrats des hémisphères et des plans sont du CuSn<sub>6</sub>.

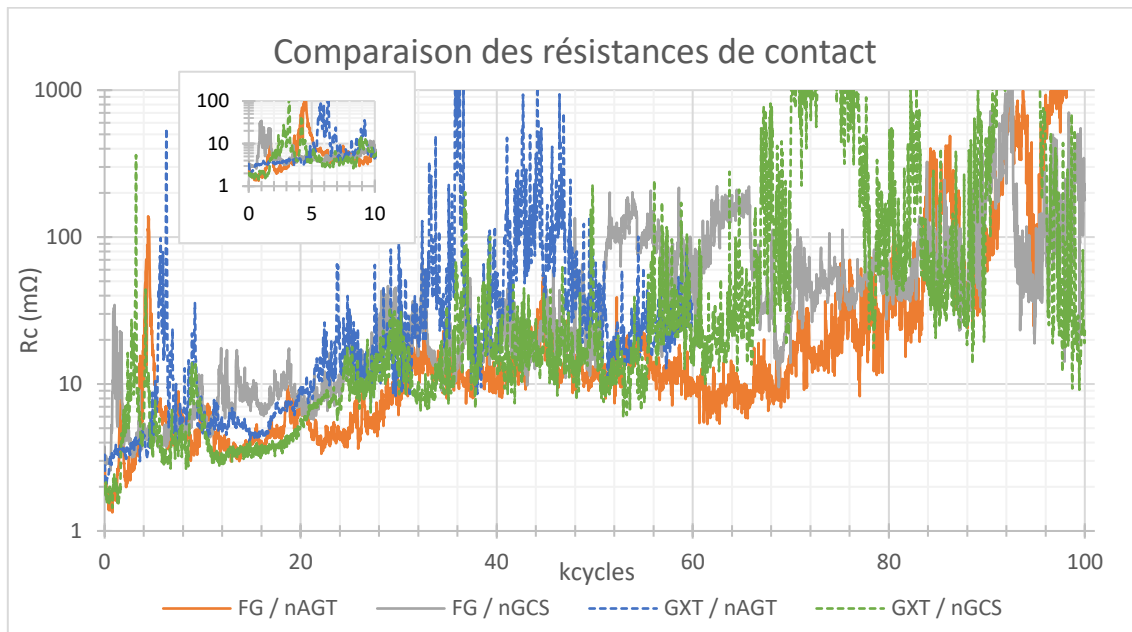


Figure 145 : Évolution de la résistance de contact des configurations dissymétriques avec des hémisphères de dureté élevée (FG et GXT) et des plans de dureté faible (nAGT et nGCS). Avec un insert correspondant à un zoom sur les premiers 10 kcycles

La résistance de contact des quatre configurations évolue de façon similaire en fonction du nombre de cycles. Pour les configurations avec un plan nGCS, les premières perturbations électriques arrivent à environ 800 et 1700 cycles, et pour les configurations avec un plan nAGT elles arrivent à environ 3800 et 5200 cycles. La résistance de contact reste instable durant 10 kcycles, elle peut atteindre une centaine de milliohms, puis elle se stabilise autour des 5 mΩ jusqu'à environ 20 kcycles. Finalement, à partir de 20 kcycles la dégradation électrique augmente, avec des valeurs supérieures à 10 mΩ.

Cette figure montre que lorsque le contact a lieu entre un hémisphère de dureté plus élevée et un plan de dureté plus faible, la résistance de contact se dégrade rapidement. De plus, d'après ces résultats, il n'y a pas d'impact ou de différences significatives en fonction de la nature chimique des revêtements, les résultats concernant les hémisphères en FG ou en GXT sont similaires. Finalement, bien que l'élasticité du revêtement FG soit très différente de celle du GXT, elle n'a pas d'influence particulière sur l'évolution de la résistance de contact.

L'évolution de la force tangentielle de ces quatre configurations a également été étudiée. Les résultats obtenus sont regroupés dans la Figure 146.

Entre 200 et 1000 cycles les forces tangentielles atteignent leur maximum de 1,1 N pour les configurations avec un hémisphère GXT et de 1,3 N pour les configurations avec l'hémisphère FG. L'adhésion est donc légèrement plus importante pour les configurations avec un hémisphère FG. Ensuite jusqu'à environ 10 kcycles la force tangentielle diminue, atteint un minimum puis augmente. Cette diminution correspond aux premières perturbations électriques vues précédemment.

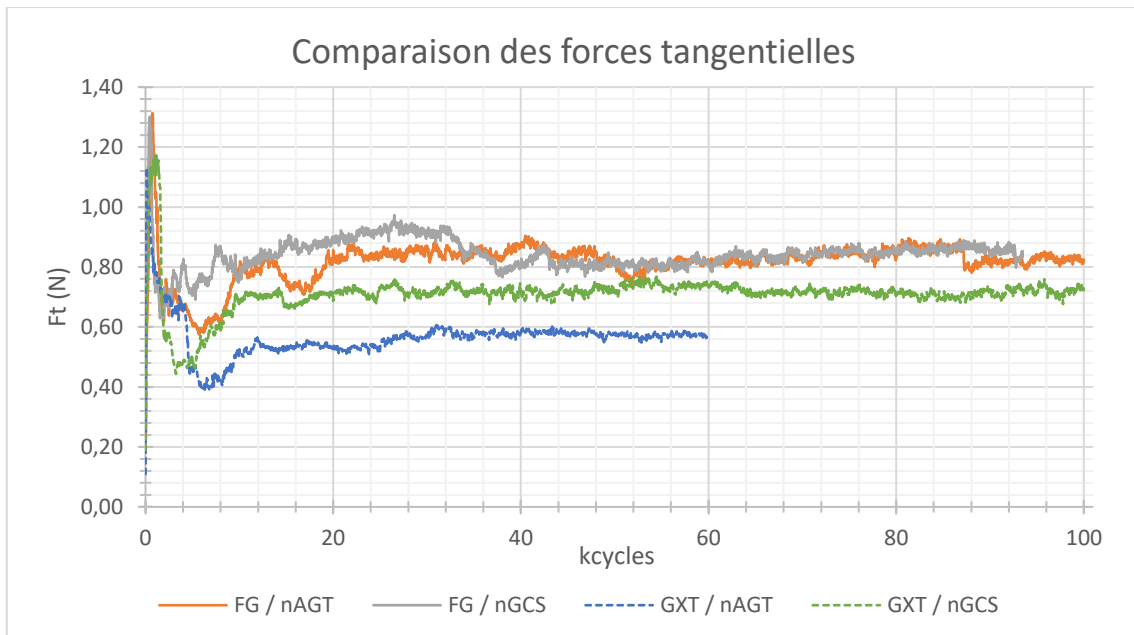


Figure 146 : Évolution des forces tangentielles des configurations dissymétriques avec des hémisphères de dureté élevée (FG et GXT) et des plans de dureté faible (nAGT et nGCS)

À partir de 10 kcycles, les configurations avec un hémisphères GXT ont des forces tangentielles plus faibles. En effet le revêtement GXT est le plus dur et le moins élastique, ce qui limitera l'adhésion entre les deux zones de contact. Les configurations GXT / nAGT ou GXT / nGCS ont un rapport de dureté de 2. De son côté, le revêtement FG a une dureté plus faible et une élasticité plus grande, ce qui permet d'avoir potentiellement des aires de contact plus grandes, c'est qui peut expliquer que les forces tangentielles se stabilisent donc à des valeurs plus élevées. Cependant, les différences de forces tangentielles observées n'ont pas d'impact sur la résistance de contact : que les forces tangentielles soient proches de 0,8 N ou de 0,6 N, les résistances de contact sont perturbées de façon similaire.

a. Analyses des volumes d'usure

La Figure 147 et la Figure 148 regroupent les profils 3D des hémisphères FG et GXT et des plans nAGT / nGCS à 1 et 30 kcycles respectivement.

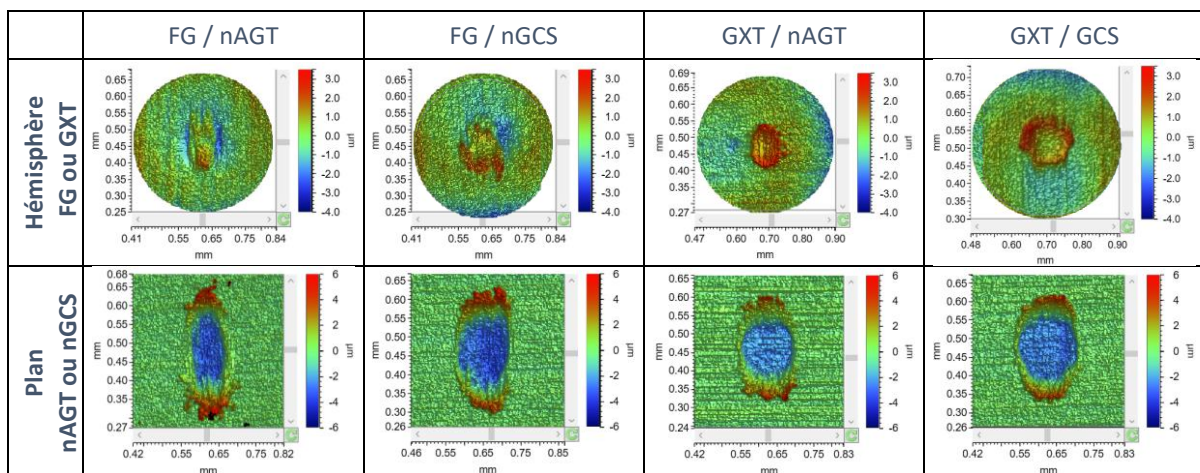


Figure 147 : Images 3D des hémisphères et des plans des quatre configurations étudiées à 1 kcycles

À 1 kcycles les profils 3D des configurations FG / nAGT et FG / nGCS sont semblables, les hémisphères sont légèrement creusés sur les côtés avec un transfert de matière au centre et les plans montrent un

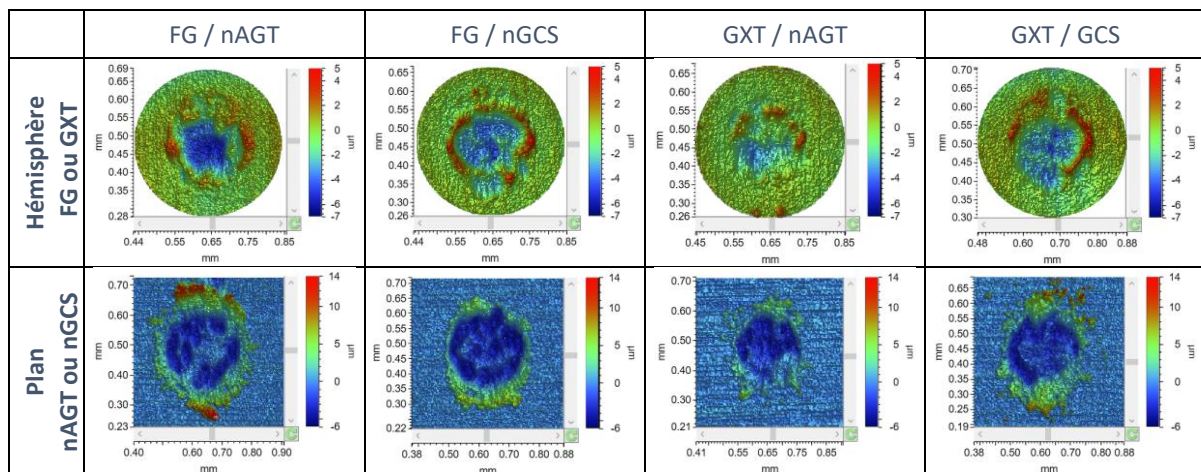
*Chapitre 4 : Frottement microscopique : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques*

surplus de matières sur les bords des traces, le centre étant très creusé. L'augmentation de la force tangentielle est due à l'adhésion entre le plan et l'hémisphère qui engendre une grande déformation plastique. Les différences des propriétés mécaniques entre l'hémisphère et le plan engendrent une forte usure du plan à ce nombre de cycles.

D'autre part les profils 3D des configurations GXT / nAGT et GXT / nGCS sont semblables. Cette fois les hémisphères ne sont pas du tout usés, seul un transfert de matière est visible, et pour les plans de la matière a été perdue et repoussée en bout de trace. Ces traces sont plus arrondies que pour les hémisphères FG. Le même constat que précédemment peut être fait, les différences des propriétés mécaniques entre l'hémisphère et le plan génèrent dès 1 kcycles une forte usure du plan, cependant, la grande dureté du revêtement GXT lui permet de ne pas être usé à 1 kcycles.

À 30 kcycles, les topographies de surfaces ont évolué. Pour les configurations avec un hémisphère FG, les zones de contact sont très usées, et plus spécifiquement lorsque qu'il est en contact avec un hémisphère nAGT. En effet initialement l'adhésion est plus forte pour la configuration FG / nAGT, l'usure adhésive est donc initialement plus forte aussi, puis celle-ci est relayée par une usure abrasive qui creuse les deux surfaces de contact. Ces mêmes phénomènes ont lieu pour la configuration FG / nGCS avec une usure adhésive légèrement moins forte.

Les profils 3D des configurations avec un hémisphère GXT montrent également que les zones de contact sont usées. Cependant les hémisphères sont légèrement moins creusés que les hémisphères FG. Les surfaces de la zone de contact sont plus creusées pour le plan et aussi légèrement plus petites.



*Figure 148 : Images 3D des hémisphères et des plans des quatre configurations étudiées à 30 kcycles*

Ces profils montrent que l'usure est moins importante pour les hémisphères GXT que pour les hémisphères FG, et que les plans sont semblables. Malgré les légères différences d'évolution de la topographie entre les hémisphères FG et GXT, les perturbations électriques en fonction des cycles de fretting sont semblables pour les quatre configurations.

**b. Analyses des compositions chimiques**

La Figure 149 montre les cartographies EDS des hémisphères FG et GXT et des plans nAGT et nGCS à 1 kcycles.

Les configurations avec un hémisphère FG montrent que la sous-couche de nickel des plans est rapidement exposée. La couche d'argent a été transférée et repoussée aux bords des traces d'usure, les hémisphères FG sont recouverts en partie par le transfert d'argent. Le nickel au centre est exposé et oxydé, en effet, les cartographies EDS de ses deux éléments (Ni et O) coïncident.



Chapitre 4 : Frottement microscopique : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques

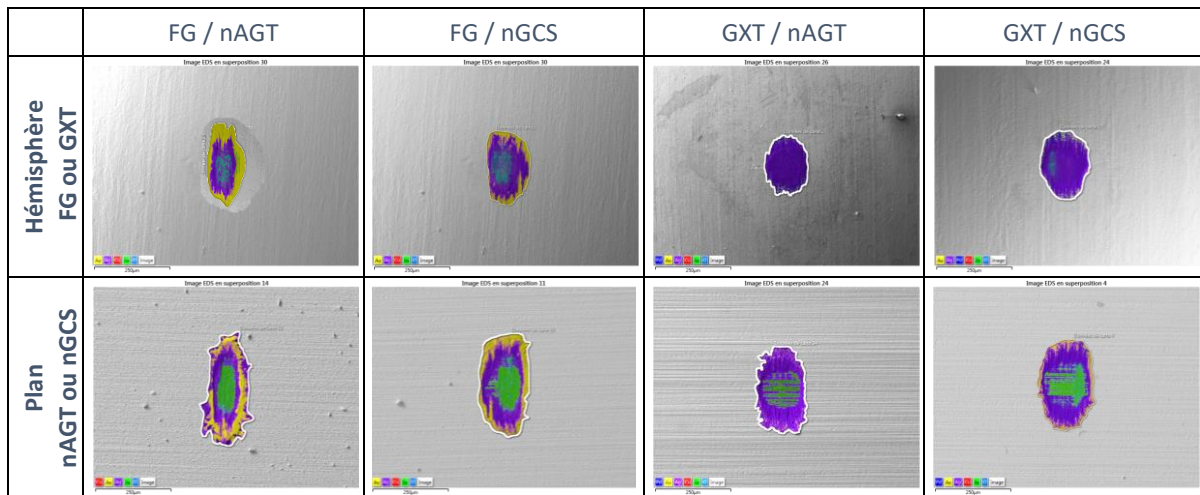


Figure 149 : Cartographies EDS des hémisphères et plans des quatre configurations étudiées à 1 cycles

D'autre part, les cartographies EDS des configurations avec un hémisphère GXT montrent qu'un transfert d'argent a lieu, la zone de contact est recouverte d'argent, mais le nickel du plan n'est pas du tout ou très peu exposé. Des mesures non représentées ici ont montré que le pourcentage d'oxygène en surface est faible. Quant au plan, la sous-couche de nickel est exposée mais elle n'est pas oxydée.

Bien que des différences de composition chimique soient visibles notamment pour les hémisphères FG, pour ces quatre configurations les résistances de contact sont inférieures à 5 mΩ. C'est-à-dire qu'il y a suffisamment de spots conducteurs pour que la résistance de contact soit faible.

À partir de ces cartographies de compositions chimiques, les pourcentages atomiques de chaque configuration à différents nombres de cycles ont été extraits. Une partie des résultats obtenus est illustrée dans la Figure 150, avec à gauche l'évolution des pourcentages atomiques de la somme des métaux précieux (Au, Ag et Pd), et à droite l'évolution du pourcentage atomique du cuivre. Dans le but d'expliquer l'évolution de la résistance des configurations étudiées en fonction des pourcentages de métaux précieux à l'interface de contact.

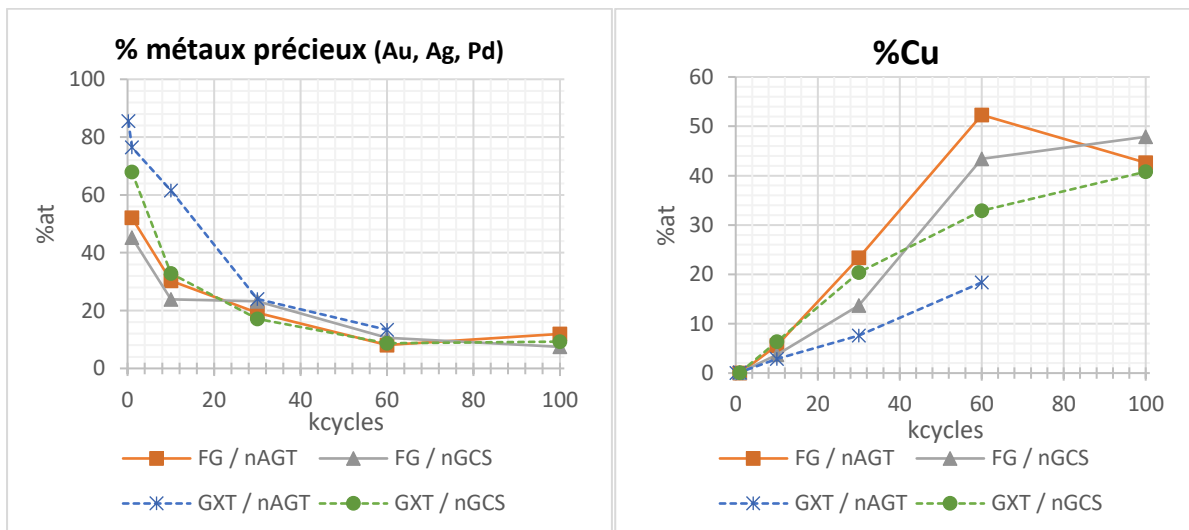


Figure 150 : Évolution de la composition chimique en fonction des cycles de fretting pour les configurations dissymétriques FG et GXT contre nAGT et nGCS moyenne des deux surfaces de contact (hémisphère et plan)

Les métaux précieux sont repoussés de la zone de contact en raison d'une usure mécanique. En effet, à gauche de la figure on observe que plus le nombre de cycles de fretting augmente, plus le pourcentage atomique des métaux précieux sur la zone de contact diminue. Cette diminution a un impact sur la résistance de contact. En effet plus le pourcentage atomique des métaux précieux diminue, plus la résistance de contact augmente. Cette diminution est d'autant plus importante pour les configurations avec un hémisphère FG, ceci étant dû à la forte usure adhésive lors des premiers cycles de fretting. Ces résultats montrent que pour cette configuration l'adhésion entre l'hémisphère et le plan lors des premiers cycles est très nuisible pour la durée de vie fonctionnelle du connecteur.

Finalement, plus le nombre de cycle augmente plus le pourcentage atomique du cuivre augmente, les revêtements qu'initialement protègent le substrat ont été évacués de la zone de contact, le substrat est donc mis à nu et va finir par s'oxyder, ce qui engendre une augmentation de la résistance de contact.

### c. Conclusion

Dans cette partie, les configurations dissymétriques avec un hémisphère de dureté plus élevée et un plan de dureté plus faible ont été étudiées. Celles-ci ont révélé que ce type de configuration ne permet pas d'augmenter la durée de vie fonctionnelle du contact électrique. En effet l'usure adhésive durant les premiers 2 à 4 kcycles repousse une grande partie des métaux précieux en dehors de la zone de contact, ce qui met le nickel à nu, et donc engendre par la suite une usure abrasive.

De plus, l'analyse des traces d'usure a permis de montrer que l'usure des hémisphères FG est plus rapide que l'usure des hémisphères GXT, ceci est probablement une conséquence de la grande dureté du GXT (~380Hv) par rapport au FG (~200Hv).

Finalement, afin d'améliorer la durée de vie fonctionnelle de ce type de configuration, l'utilisation d'un lubrifiant pourrait être envisagée. En effet on peut supposer que le lubrifiant diminuera l'adhésion des surfaces de contact lors des premiers cycles, l'usure adhésive n'aurait alors plus lieu. Ensuite les différences de dureté engendreront des déformations plastiques voire une plastification totale de la surface de contact de l'argent due à la pression effectuée par l'hémisphère. Il est possible que le contact hémisphère avec une dureté élevée / lubrifiant / argent plastifié permette d'augmenter la durée de vie fonctionnelle du connecteur par rapport à une configuration symétrique.

## 2. Hémisphères de duretés faibles et plans de duretés élevées

Dans cette sous-partie, les configurations dissymétriques avec des hémisphères à base d'argent (nAGT et nGCS) contre des plans FG et GXT vont être étudiées.

La Figure 151 montre l'évolution de la résistance de contact pour les configurations nAGT / FG et nGCS / FG. Les résultats présentés ici correspondent à des hémisphères vieillis (plus de 6 mois).

Nous n'observons pas d'impact significatif du flash d'or sur l'évolution de la résistance de contact. Les deux configurations, nAGT / FG et nGCS / FG, ont des comportements électriques similaires. La résistance de contact initiale est proche de 1 mΩ, le nombre de spots conducteurs est très grand durant les premiers cycles de fretting. Cependant dès 600 cycles la résistance de contact commence à se dégrader. Jusqu'à 10 kcycles elle dépasse seulement ponctuellement les 10 mΩ et ensuite à partir de 10 kcycles la résistance de contact est totalement dégradée. La durée de vie fonctionnelle de cette configuration est donc d'environ 10 kcycles. À partir de ce nombre de cycles la résistance de contact varie entre 3 et 600 mΩ.

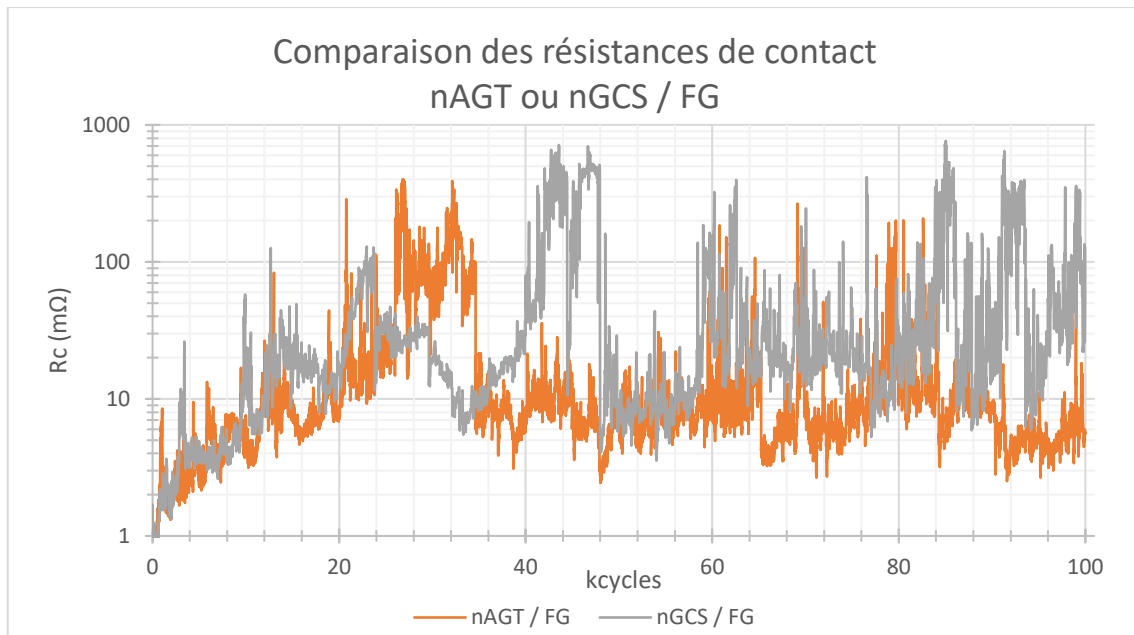


Figure 151 : Évolution de la résistance de contact des configurations dissymétriques nAGT et nGCS contre un plan FG

La Figure 152 regroupe l'évolution de la force tangentielle de ces deux configurations étudiées.

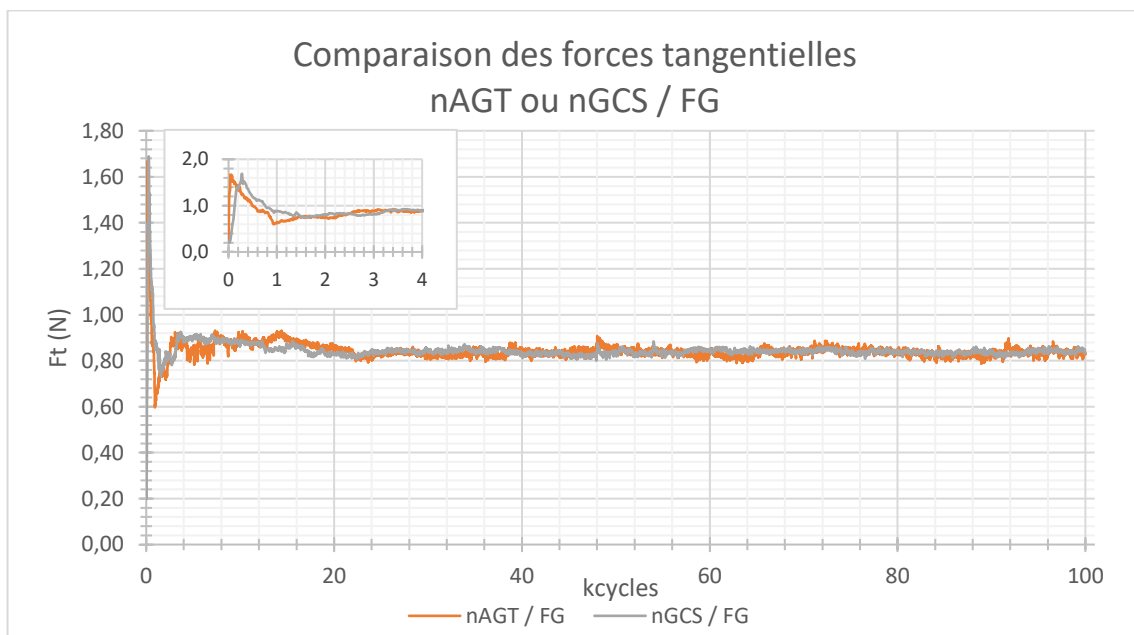


Figure 152 : Évolution de la force tangentielle des configurations dissymétriques nAGT et nGCS contre un plan FG

De nouveau, le comportement de ces deux configurations est similaire, il n'y a pas d'impact significatif du flash d'or sur l'évolution des forces tangentielles. Durant les premiers 400 cycles, la force tangentielle augmente pour atteindre un maximum d'environ 1,7 N. Il y a donc de l'adhésion entre les deux zones de contact. Ensuite la force tangentielle diminue et atteint un minimum d'environ 0,7 N à environ 1 kcycles. Finalement, à partir de 20 kcycles elle se stabilise à une valeur relativement élevée d'environ 0,8 N.

Dans un deuxième temps, nous avons étudié les mêmes revêtements en tant qu'hémisphères, le nAGT et le nGCS, mais cette fois-ci contre un plan GXT. Deux états de vieillissement différents ont été étudiés pour le revêtement nAGT, un premier appelé *récent* qui correspond à un vieillissement de moins de 6 mois et un deuxième appelé *vieilli* qui correspond à un vieillissement de plus de 6 mois. Le revêtement nGCS a également plus de 6 mois de vieillissement.

La Figure 153 illustre l'évolution de la résistance de contact pour les trois configurations : nAGT (récent), nAGT (vieilli) et nGCS contre un plan GXT.

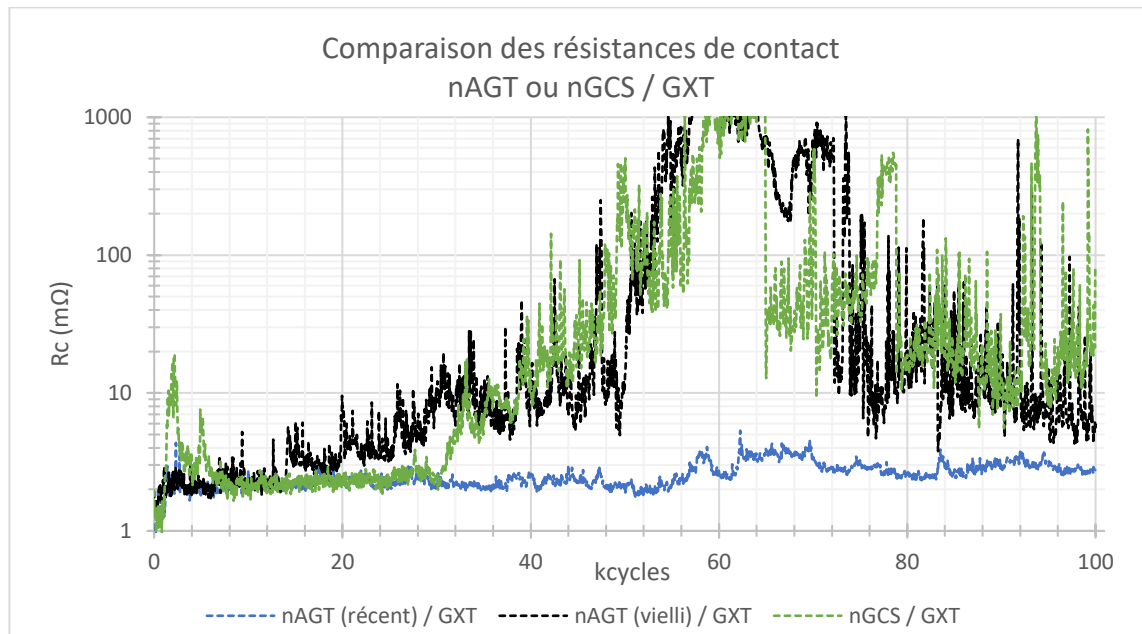


Figure 153 : Évolution de la résistance de contact des configurations dissymétriques nAGT (récent et vieilli) et nGCS contre un plan GXT

Les trois configurations débutent avec une résistance de contact comprise entre 1 et 2 mΩ. Entre 1 et 6 kcycles un pic est observé pour la configuration nGCS / GXT. Les deux configurations nAGT ne montrent pas ces mêmes perturbations.

Pour la suite des cycles, les configurations nAGT (vieilli) / GXT et nGCS / GXT ont des évolutions de la résistance de contact semblables, celle-ci elle augmente fortement, dépasse les 1 Ω à environ 60 kcycles puis diminue progressivement pour être en dessous des 100 mΩ à 100 kcycles. La durée de vie fonctionnelle du contact électrique pour ces deux configurations est de l'ordre de 20 kcycles.

La configuration nAGT (récent) / GXT a une évolution totalement différente. La résistance de contact reste faible et stable durant au moins 100 kcycles. Aucune perturbation électrique n'est visible. Les mécanismes d'usure sont donc très différents pour un contact avec un revêtement nAGT de moins de 6 mois et un de plus de 6 mois. L'évolution des propriétés mécaniques de ce revêtement ont donc un grand impact sur les dégradations électriques, passant d'environ 20 kcycles à plus de 100 kcycles de durée de vie fonctionnelle.

L'évolution de la force tangentielle en fonction des cycles de fretting pour les trois configurations étudiées est montrée dans la Figure 154.



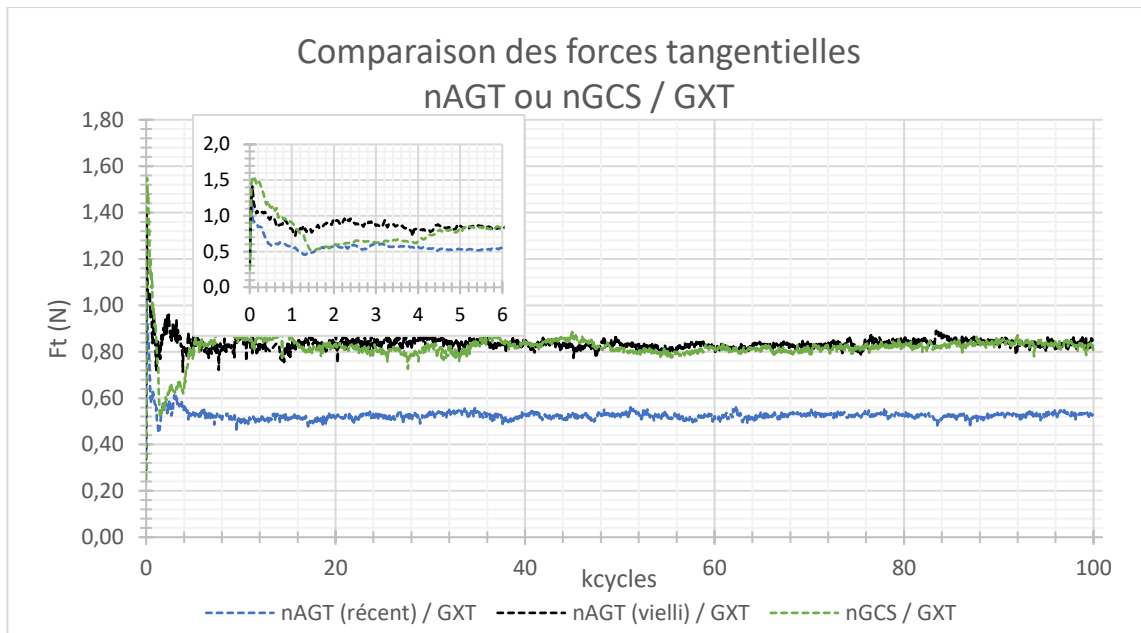


Figure 154 : Évolution de la force tangentielle des configurations dissymétriques nAGT (récent et vieilli) et nGCS contre un plan GXT

Lors des premiers 200 cycles un pic de force tangentielle est observé pour les trois configurations, pour le nAGT (récent) la force tangentielle maximum est de 1,2 N, le nAGT (vieilli) et le nGCS atteignent environ 1,5 N. L'adhésion initiale est donc légèrement plus importante lorsque l'hémisphère a plus de 6 mois de vieillissement. Ensuite la force tangentielle se stabilise autour des 0,8 N pour les configurations avec l'hémisphère vieilli et autour de 0,5 N lorsque l'hémisphère est récent. Finalement, il n'y a pas d'évolution des valeurs de forces tangentielles bien que les résistances de contact se dégradent pour les deux configurations avec les hémisphères vieillis. L'analyse des traces d'usure à différents nombres de cycles a été réalisée afin d'essayer de comprendre les deux mécanismes d'usure.

#### a. Analyses des volumes d'usure

La Figure 155 et la Figure 156 regroupent les profils 3D des hémisphères nAGT et nGCS ainsi que des plans FG et GXT à 10 et 60 kcycles respectivement.

Ici et pour la suite des analyses, les deux configurations nAGT et nGCS (vieilli) contre le plan FG ainsi que la configuration nGCS (vieilli) et seulement nAGT (récent) contre le plan GXT sont illustrées. Nous considérons que nAGT (vieilli) / GXT et nGCS / GXT sont équivalents. Le seul hémisphère récent étudié est l'hémisphère de la configuration nAGT (récent) / GXT.

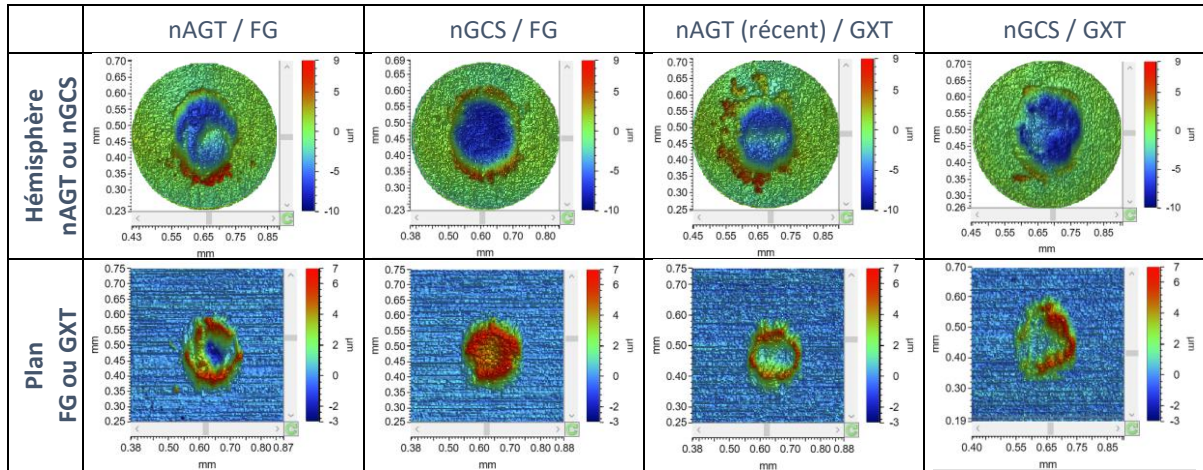


Figure 155 : Images 3D des hémisphères et des plans des quatre configurations étudiées à 10 cycles

À 10 cycles, les configurations nAGT / FG, nAGT (récent) / GXT et nGCS / GXT ont des topographies de surfaces semblables. On observe un transfert de matière de l'hémisphère vers le plan en forme de couronne, les creux des hémisphères et le surplus de matière sur les plans sont d'environ 5 à 6  $\mu\text{m}$ . Finalement, bien que la configuration nAGT / FG ait une résistance de contact plus perturbée que les deux configurations avec un plan GXT, peu de différences de la topographie de surface sont observées. D'autre part, la configuration nGCS / FG est légèrement différente, le transfert de matière est plus important pour cette configuration, cela s'assimile plus au comportement observé pour la configuration nGCS / nGCS avec une soudure à froid dès les premiers cycles. L'hémisphère est très creusé ( $\sim 9 \mu\text{m}$  de profondeur).

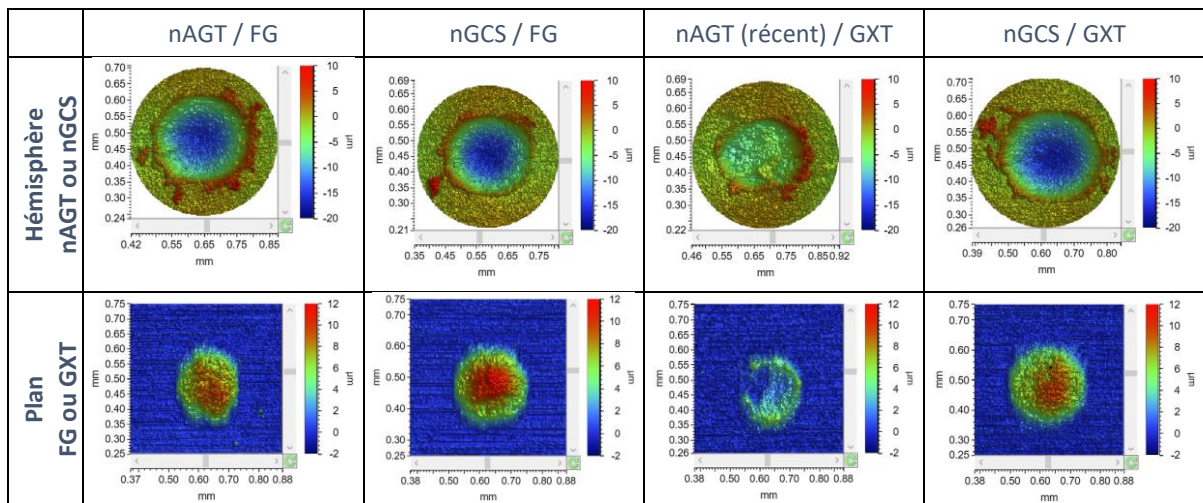


Figure 156 : Images 3D des hémisphères et des plans des quatre configurations étudiées à 60 cycles

À 60 cycles, les configurations nAGT / FG, nGCS / FG et nGCS / GXT, c'est-à-dire les configurations avec plus de 6 mois de vieillissement, ont des topographies semblables. Les trois hémisphères sont très creusés, pouvant atteindre des profondeurs d'environ 18  $\mu\text{m}$ , et les plans ont un grand apport de matière pouvant atteindre 12  $\mu\text{m}$  de hauteur. Cette topographie correspond à une soudure à froid, avec environ les mêmes profondeurs de creux sur les hémisphères et les mêmes hauteurs de transfert sur les plans que la configuration nGCS / nGCS. Cependant les valeurs de force tangentielle ne sont pas équivalentes, pour la configuration nGCS / nGCS la force tangentielle s'est stabilisée autour de 0,5 N tandis que pour les configurations avec un plan GXT, elle s'est stabilisée autour de 0,8 N. Il y a une plus forte adhésion lorsque le plan est un GXT.

D'autre part, la configuration nAGT (récent) / GXT a une usure beaucoup plus faible, un transfert de l'hémisphère vers le plan est observé, la hauteur de la matière transférée est de l'ordre de 6  $\mu\text{m}$ , elle a très peu évolué depuis les 10 kcycles.

À partir des profils 3D réalisés sur l'ensemble des essais arrêtés à différents nombres de cycles, les volumes d'usure des hémisphères et des plans étudiés ont été calculés. Les résultats obtenus sont regroupés dans la Figure 157, avec à gauche les volumes d'usure concernant les hémisphères et à droite les plans.

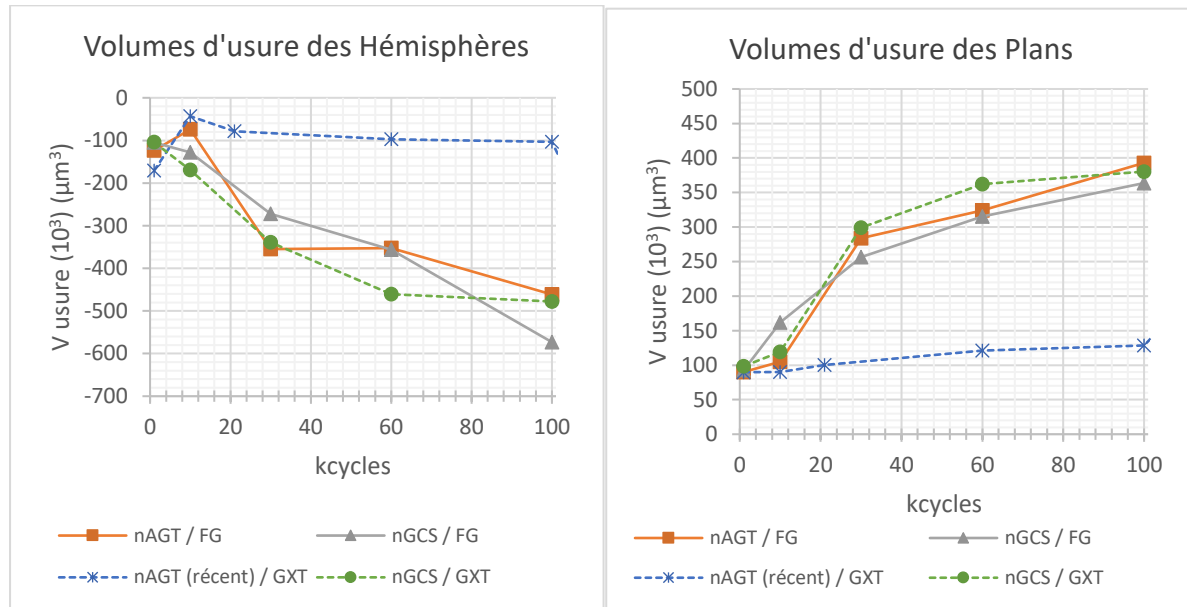


Figure 157 : Évolution du volume d'usure en fonction des cycles de fretting pour les configurations dissymétriques avec des hémisphères nAGT et nGCS contre des plans FG et GXT.

L'évolution des trois configurations avec un hémisphère de plus de 6 mois de vieillissement est semblable pour les hémisphères et pour les plans. L'ensemble des hémisphères perdent de la matière et les plans en gagnent en fonction du nombre de cycles de fretting. Dès 1 kcycles le volume d'usure des hémisphères est d'environ  $-100 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  et à 100 kcycles les hémisphères ont perdu entre  $460 \times 10^3$  et  $580 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  de matière. Les plans ont gagné environ  $100 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  à 1 kcycles et environ  $380 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  à 100 kcycles. Ces valeurs montrent que la soudure à froid est de plus en plus importante en fonction du nombre de cycles.

#### b. Analyses des compositions chimiques

L'analyse de la composition chimique en fonction des cycles de fretting pour l'ensemble des configurations étudiées a également été effectuée. La Figure 158 et la Figure 159 illustrent les cartographies chimiques des hémisphères nAGT et nGCS ainsi que les plans FG et GXT à 10 kcycles et 60 kcycles respectivement.

À 10 kcycles, pour les configurations avec un plan GXT, le transfert de matière observé correspond à de l'argent, sur l'hémisphère le nickel est légèrement exposé. Les configurations avec un plan FG sont complètement différentes.

Chapitre 4 : Frottement microscopique : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques

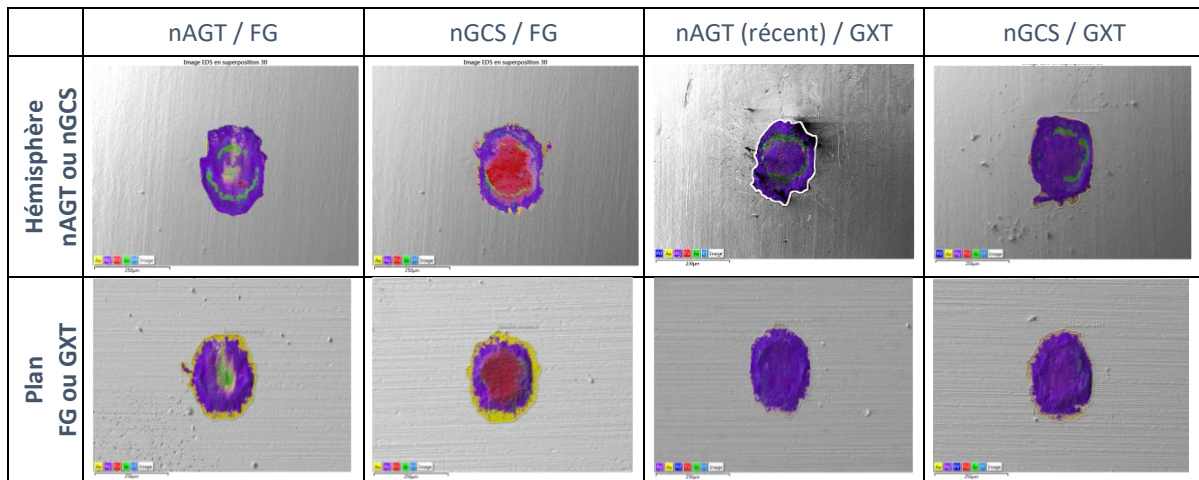


Figure 158 : Cartographies EDS des hémisphères et plans des quatre configurations étudiées à 10 kcycles

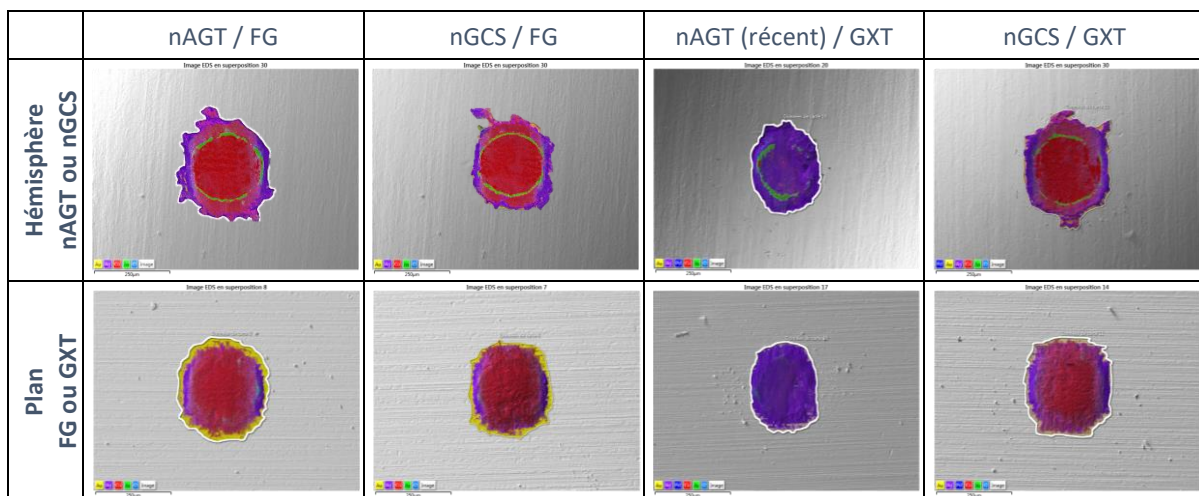


Figure 159 : Cartographies EDS des hémisphères et plans des quatre configurations étudiées à 60 kcycles

D'une part, pour la configuration nGCS / FG, le substrat de l'hémisphère est exposé. En effet, à partir de 10 kcycles le mode d'usure de cette configuration est une soudure à froid, les différentes couches qui composent le revêtement nGCS se retrouvent soudées sur le plan FG. D'autre part, pour la configuration nAGT / FG, un transfert de matière est observé, avec une usure légèrement plus prononcée que pour les configurations avec le plan GXT. Bien que la zone de contact soit majoritairement composée d'argent, de l'or, du nickel et un peu de cuivre sont également visibles. De plus la sous-couche de nickel est également exposée sur le plan.

À 60 kcycles la soudure à froid est confirmée pour les trois configurations avec un hémisphère vieilli plus de 6 mois. Le substrat des hémisphères est totalement exposé et grâce aux profils 3D on peut confirmer que le cuivre présent en surface de la trace d'usure des plans provient de l'hémisphère. Pour les traces d'usure de la configuration avec l'hémisphère récent, elles sont totalement recouvertes d'argent. Pour cette configuration le fretting a lieu sur des aires de contact totalement recouvertes d'argent, ce qui explique que la résistance de contact soit faible et stable. Le mode d'usure de cette configuration est très proche de la configuration nAGT / nAGT avec une adhésion puis plastification des zones de contact.

Finalement, les compositions chimiques de l'ensemble des traces d'usure étudiées ont également été estimées. La Figure 160 illustre l'évolution des pourcentages atomiques de l'argent sur les traces d'usure des hémisphères (à droite) et des plans (à gauche). Cette figure a pour but d'illustrer, entres autres, le transfert d'argent de l'hémisphère vers le plan.



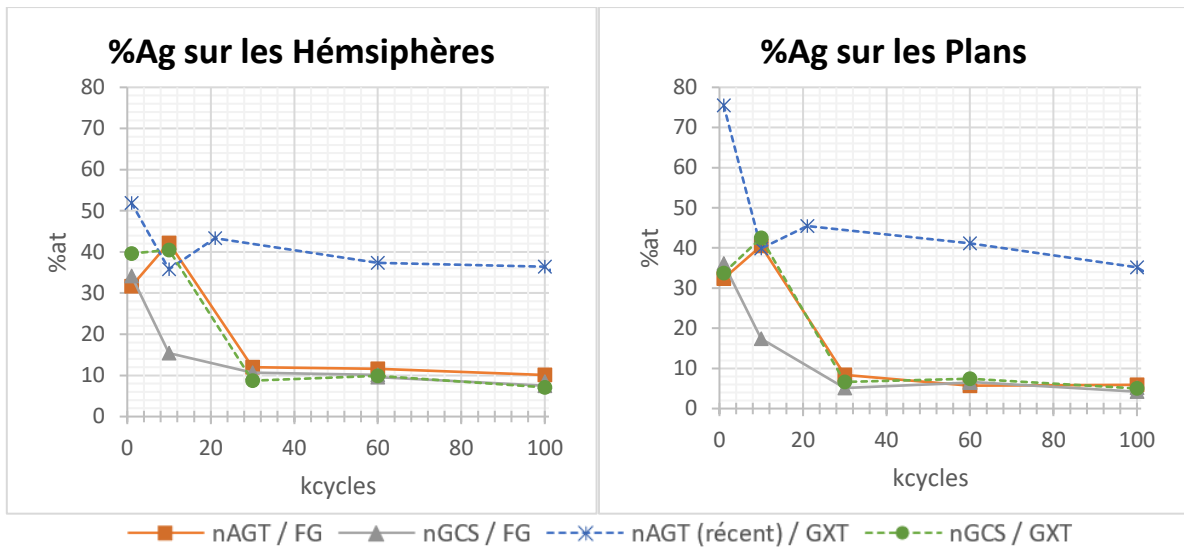


Figure 160 : Évolutions des %at d'argent sur les hémisphères et les plans

En effet, les plans FG et GXT ne contiennent pas d'argent par définition, mais à partir de 1 kcycles, l'analyse chimique révèle de l'argent sur les zones de contact des plans. Une différence notable entre les hémisphères vieillis (nAGT / FG ; nGCS / FG et nGCS / GXT) et l'hémisphère récent (nAGT (récent) / GXT) est observée. À 1 kcycles le pourcentage atomique d'argent en surface est d'environ 33 %at pour les hémisphères vieillis tandis que pour l'hémisphère récent il est d'environ 75 %at. Le transfert d'argent lors des premiers cycles est beaucoup plus important pour un hémisphère récent que pour un vieilli.

Ensuite, plus le nombre de cycles augmente plus la quantité d'argent sur les zones de contact est faible pour les configurations avec un hémisphère vieilli. En effet pour ces configurations la soudure à froid engendre un grand transfert de matière et donc les zones de contact sont essentiellement composées de cuivre. Pour la configuration nAGT (récent) / GXT le pourcentage atomique d'argent sur les zones de contact diminue très lentement en fonction des cycles de fretting, la composition chimique des zones de contact évolue peu et elle reste essentiellement composée d'argent.

### c. Conclusion

Dans cette dernière partie plusieurs mécanismes ont pu être mis en évidence. D'une part le comportement d'une configuration nAGT récent / GXT et d'autre part le comportement des configurations nAGT et nGCS (vieilli) / FG et nGCS (vieilli) / GXT.

Le Tableau 21 regroupe le nombre de cycles maximum que peut atteindre chaque configuration sans perturbations électriques :

Configuration	nAGT ou nGCS (vieillis) contre FG	nAGT ou nGCS (vieillis) contre GXT	nAGT (récent) / GXT
Nombres de cycles	~30 kcycles	~20 kcycles	>150 kcycles

Tableau 21 : Début des dégradations électriques pour les quatre configurations « mous / durs » soumis à du fretting

Cette étude met en évidence l'effet du vieillissement de l'argent sur les mécanismes d'usure et donc sur la durée de vie fonctionnelle du connecteur. En effet, lorsque le revêtement d'argent a moins de 6 mois (récent), l'argent reste à l'interface du contact, se plastifie et le comportement devient proche d'un contact nAGT / nAGT. De plus, pour la configuration nAGT (récent) / GXT, la surface GXT étant très dure, elle peut accueillir facilement l'argent qui lui a une dureté plus faible, l'argent se transfère

sur le GXT. Dans cette configuration la résistance au fretting est très élevée, la durée de vie fonctionnelle du connecteur va au-delà de 100 kcycles.

Cependant lorsque l'argent est vieilli, le mécanisme d'usure se rapproche de la configuration symétrique nGCS / nGCS. Dans un premier temps l'argent est transféré, puis une soudure à froid a lieu, celle-ci est illustrée par un grand transfert de matière de l'hémisphère vers le plan. Cette soudure est très préjudiciable pour la conductivité du contact. En effet, lorsqu'elle a lieu, la résistance de contact dépasse le seuil de 10 mΩ.

#### IV. Conclusion des essais de fretting

Les tests de fretting ainsi que les caractérisations des traces d'usures à différents cycles ont permis de déterminer les mécanismes d'usure dominants en fonction des configurations utilisées. La Figure 161 résume les différents mécanismes observés pour ces différentes configurations.

Le mécanisme d'usure qui engendre la dégradation électrique la plus rapide lors des cycles de fretting est l'usure abrasive. L'abrasion à trois corps est prédominante lors de l'endommagement des surfaces de contact. Dans les configurations étudiées, la configuration GXT / GXT est celle pour laquelle l'usure prédominante est initialement abrasive, puis rapidement des débris oxydés se retrouvent piégés à l'interface, donc le mécanisme d'usure passe d'une usure abrasive à deux corps à une usure abrasive à trois corps. Les dégradations électriques sont très rapides, à partir de 1 kcycles.

Le reste des configurations étudiées débute par une usure adhésive, si celle-ci reste le seul mécanisme d'usure dominant il n'y aura pas de dégradation électrique, comme c'est le cas des configurations nGCS / nAGT et nAGT / nAGT. Cependant si l'usure adhésive est suivie par d'autres mécanismes d'usures, une dégradation électrique aura lieu.

Le cas le plus commun pour les configurations étudiées correspond au mécanisme organe. Une usure adhésive commence, le revêtement de dureté plus faible est transféré sur le revêtement de dureté plus élevée, ensuite la matière va être évacuée sous forme de débris, les sous-couches de nickel vont être exposées, ce qui va engendrer une usure abrasive, avec la production de débris et l'oxydation des surfaces de contact et finalement une dégradation électrique. Le nombre de cycles que peuvent supporter sans perturbations électriques les configurations qui montrent ce mécanisme d'usure dépend du temps d'évacuation de la couche conductrice. En effet, lorsque la sous couche de nickel est exposée, l'usure devient abrasive et comme expliqué précédemment, celle-ci est très dommageable pour le contact électrique. Dans notre étude, la sous-couche de nickel est exposée pour les configurations Dur / Mou à environ 2 kcycles. La différence de dureté étant trop importante, l'hémisphère use rapidement le plan, le métal précieux du plan (l'argent) va initialement être transféré sur l'hémisphère et ensuite il est rapidement évacué. Cette diminution de la présence du métal précieux à l'interface de contact va engendrer des perturbations électriques.

Finalement, la configuration FG / FG suit également ce mécanisme d'usure, cependant dans ce cas l'or reste à l'interface durant 50 kcycles, c'est pourquoi la durée de vie fonctionnelle de cette configuration est beaucoup plus longue.

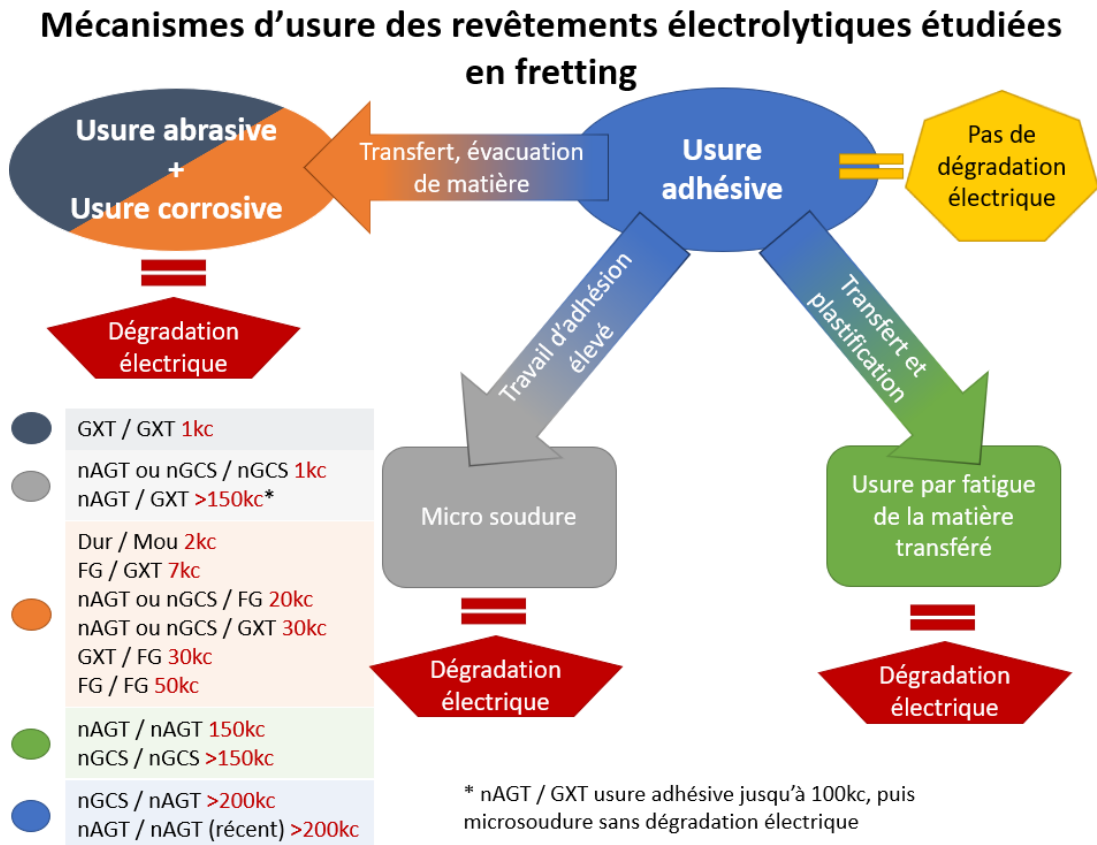


Figure 161 : Résumés des mécanismes d'usure pour l'ensemble des configuration étudiés

Deux autres mécanismes identifiés correspondent d'un part à la microsoudure et d'autre part à l'usure par fatigue de la matière transférée à la suite de l'usure adhésive. Dans le cadre de la microsoudure, celle-ci arrive rapidement pour les configurations nAGT / nGCS, et dans certains cas nGCS / nGCS. Elle a lieu lorsque le travail d'adhésion est trop élevé et engendre une dégradation rapide de la résistance de contact. Finalement dans ce mécanisme d'usure, un cas particulier a été observé pour la configuration nAGT (récent) / GXT. Bien qu'à partir de 100 kcycles la microsoudure ait lieu, nous n'avons pas observé de perturbations électriques et il est possible qu'en périphérie de la trace d'usure suffisamment de spots conducteurs soient présents pour assurer le bon passage du courant, des études complémentaires sont nécessaires afin de vérifier cette hypothèse.

Finalement l'usure par fatigue de la matière transférée a aussi été observée pour les configurations nAGT / nAGT et dans certains cas nGCS / nGCS. Ce mécanisme d'usure n'est pas néfaste pour la résistance de contact, celui-ci consiste à évacuer progressivement la matière transférée et donc crée les conditions pour une dégradation progressive de la résistance de contact.

# Chapitre 5 : Frottements macroscopiques : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques

<b>I. Introduction</b>	<b>148</b>
<b>II. Mécanismes d'usure des configurations symétriques :</b>	<b>148</b>
A. Revêtements à duretés plus élevées : FG et GXT	148
1. Configuration GXT / GXT	149
a. Analyses de l'évolution de la topographie de surface	151
b. Analyses des compositions chimiques des traces d'usure	153
c. Conclusion	155
2. Configuration FG / FG	155
a. Analyses de l'évolution de la topographie de surface	158
b. Analyses des compositions chimiques des traces d'usure	160
c. Conclusion	162
3. Conclusion	162
B. Revêtements à duretés plus faibles : nAGT et nGCS	163
1. Configuration nAGT / nAGT	163
a. Analyses de l'évolution de la topographie de surface	165
b. Analyses des compositions chimiques des traces d'usure	167
c. Conclusion	169
2. Configuration nGCS / nGCS	170
a. Analyses de l'évolution de la topographie de surface	172
b. Analyses des compositions chimiques des traces d'usure	174
c. Conclusion	176
3. Conclusion	176
<b>III. Mécanismes d'usure des configurations dissymétriques :</b>	<b>176</b>
A. Revêtements ayant des propriétés mécaniques proches	177
1. Revêtements ayant des duretés élevées : GXT et FG	177
a. Analyses de l'évolution de la topographie de surface	178
b. Analyses des compositions chimiques	180
c. Conclusion	181
2. Revêtements ayant des duretés faibles : nAGT et nGCS	182
a. Analyses de l'évolution de la topographie de surface	183
b. Analyses des compositions chimiques	184
c. Conclusion	185
B. Propriétés mécaniques éloignées	185
1. Hémisphères de duretés élevées et plans de duretés faibles	185
a. Analyses de l'évolution de la topographie de surface	187
b. Analyses des compositions chimiques	188
c. Conclusion	190
2. Hémisphères de dureté faible et plans de dureté élevée	191
a. Analyses de l'évolution de la topographie de surface	193
b. Analyses des compositions chimiques	194
c. Conclusion	197
<b>IV. Conclusion des essais de frottement</b>	<b>197</b>



## I. Introduction

Dans le chapitre précédent, les résultats concernant les frottements microscopiques ont été présentés. Ces essais visent à simuler les phénomènes électriques ainsi que les mécanismes d'usure pouvant avoir lieu pour des connecteurs soumis à des vibrations.

Ce chapitre présente les résultats des tests de frottement. Ces essais simulent l'insertion/extraction et permet d'étudier les mécanismes d'usure et les éventuelles dégradations électriques des contacts. Les quatre revêtements étudiés sont classés de la même façon que précédemment : ceux avec les duretés les plus élevées, GXT (Hv = 380 Hv) et FG (Hv = 200 Hv) et ceux avec les duretés les plus faibles nAGT (Hv = 130 Hv) et nGCS (Hv = 135 Hv).

Les contacts sphère / plan décrits au chapitre 2 sont soumis à des frottements macroscopiques d'amplitude  $\pm 1$  mm. La force normale a été fixée à 1 N, et le courant utilisé lors des tests de frottement était de 100 mA.

La construction de ce chapitre est semblable au précédent, la première partie concerne les configurations symétriques. Les comportements tribologiques des deux revêtements avec les duretés les plus élevées (FG et GXT) sont d'abord décrits, ensuite ceux avec des duretés les plus faibles (nAGT et nGCS).

La deuxième partie concerne les résultats pour les configurations dissymétriques. Dans un premier temps seront présentées les configurations où l'hémisphère et le plan ont des revêtements ayant des propriétés mécaniques proches, puis les résultats avec des échantillons ayant des propriétés mécaniques éloignées.

La valeur maximum de la résistance de contact correspondant à une dégradation électrique est définie à 10 m $\Omega$ , ce qui correspond aux applications FCI concernées. Lorsque la résistance de contact dépasse cette valeur on considère que celle-ci est trop élevée pour assurer une fiabilité correcte.

L'appellation des différentes configurations testées est identique à celle décrite au chapitre 2, la notation est la suivante : un contact revêtement 1 / revêtement 2 fait référence à un contact avec le revêtement 1 sur l'hémisphère et le revêtement 2 sur le plan. L'ensemble des configurations a été testé au minimum 5 fois.

## II. Mécanismes d'usure des configurations symétriques :

Dans cette première partie, les résultats des tests de frottement pour des configurations symétriques sont présentés.

### A. Revêtements à duretés plus élevées : FG et GXT

Le Tableau 15 rappelle les propriétés mécaniques des revêtements étudiés dans cette partie. Pour chaque configuration les essais ont été arrêtés à différents nombres de cycles afin d'observer l'évolution des interfaces de contact. Ceci permet de comprendre les comportements électriques et mécaniques des configurations étudiées.

	Épaisseurs	Dureté	Module de Young
FG	0,8 $\mu$ m Au	200 Hv	100 GPa
GXT	50 nm Au / 0,8 $\mu$ m PdNi	380 Hv	200 GPa

Tableau 22: Composition, épaisseurs et propriétés mécaniques des revêtements FG et GXT déterminées par nano-indentation

### 1. Configuration GXT / GXT

La configuration symétrique GXT / GXT est la première configuration ici testée. La Figure 162 regroupe l'évolution du coefficient de frottement et la résistance de contact pour l'essai arrêté à 1200 cycles.

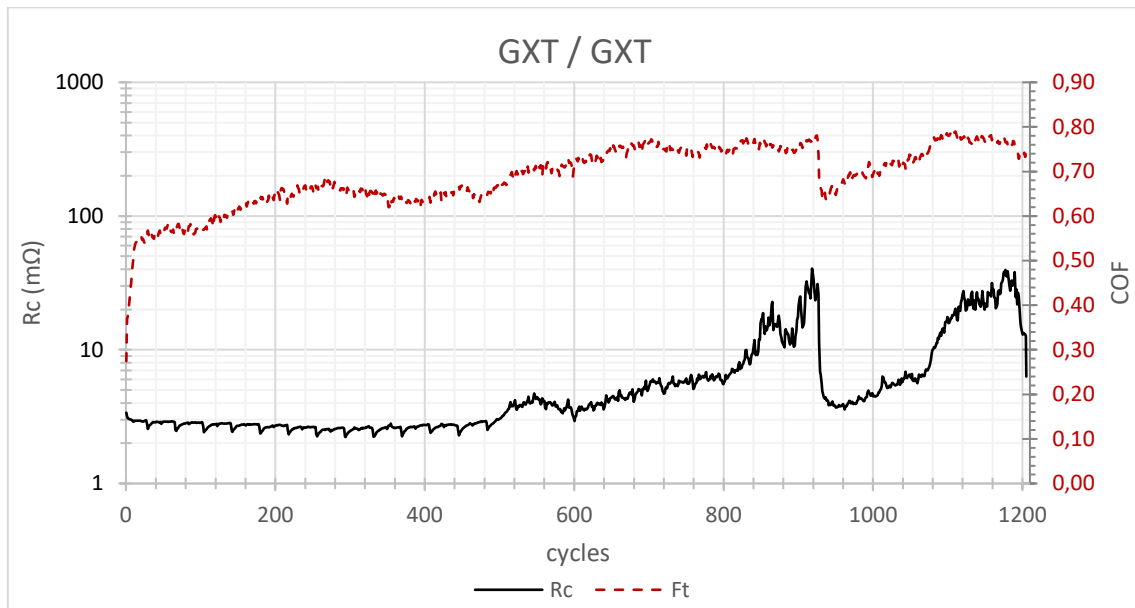


Figure 162 : Comparaison de l'évolution de la résistance de contact et du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles de frottement pour la configuration de contact GXT / GXT

La résistance de contact initiale moyenne pour l'ensemble des essais réalisés est de  $4,0 \pm 0,2$  mΩ et pour la courbe illustrée ci-dessus elle est de 4,2 mΩ. La courbe en rouge montre que lors des 10 premiers cycles le coefficient de frottement augmente jusqu'à atteindre environ 0,55 ; parallèlement la résistance de contact (en noir) diminue à environ 3 mΩ. Ensuite, pendant 500 cycles, la résistance de contact continue à diminuer pour se stabiliser au tour de 2,5 mΩ, tandis que le coefficient de frottement augmente par « paliers ». De 10 à 110 cycles il est stable autour de 0,55 et de 110 à 500 cycles il augmente jusqu'à environ 0,65 et varie légèrement autour de cette valeur. En résumé, durant ces 500 cycles suffisamment de spots conducteurs sont donc présents à l'interface pour assurer un bon passage du courant, d'autre part, le coefficient de frottement indique que des changements ont lieu à l'interface de contact.

À partir de 500 cycles la résistance de contact ainsi que le coefficient de frottement augmentent ; la résistance de contact atteint les 10 mΩ vers 850 cycles. Ensuite à 920 cycles la résistance de contact ainsi que le coefficient de frottement chutent, à environ 4 mΩ et 0,60 de coefficient de frottement. À ce nombre de cycles une variation de l'interface a lieu, celle-ci peut être chimique et/ou topographique.

Finalement le coefficient de frottement et la résistance de contact augmentent de nouveau, cependant la résistance de contact ne dépasse jamais les 40 mΩ.

Afin d'étudier l'évolution du coefficient de frottement, la force tangentielle a été tracée en fonction du déplacement, chaque courbe de la Figure 163 représente plusieurs cycles.

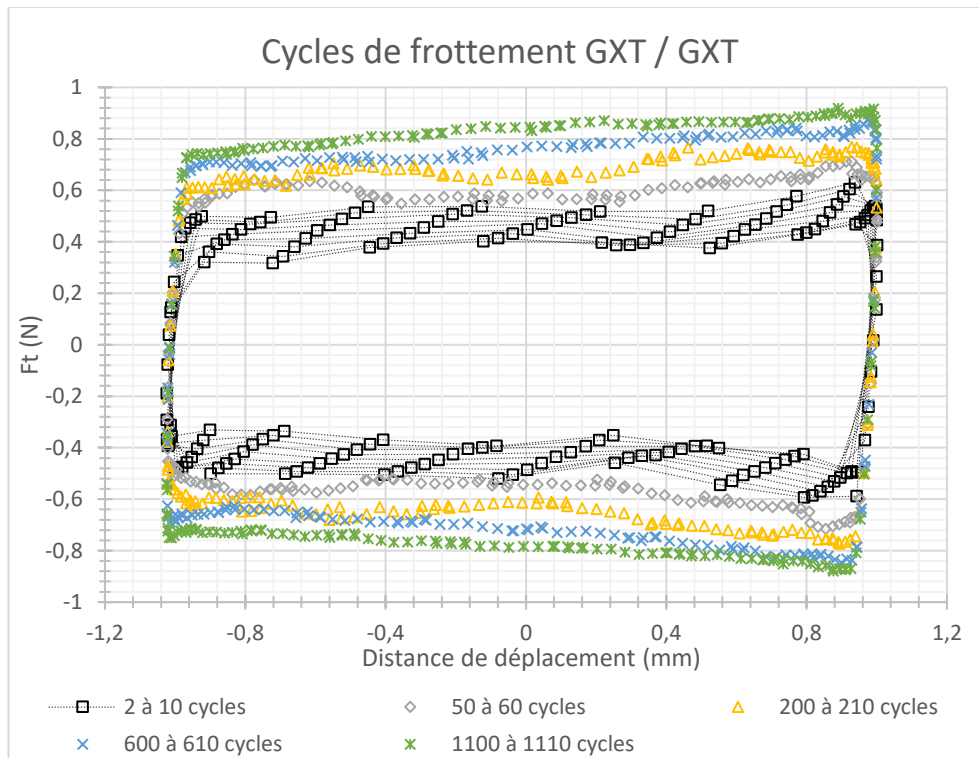


Figure 163 : Cycles de frottement pour la configuration GXT / GXT

L'ensemble des cycles de frottement a une forme plutôt « rectangulaire » avec une légère augmentation du côté droit du cycle. Il n'y a pas d'adhésion ou de déformation plastique, pour cette configuration. La force de frottement est constante tout au long de la trace et elle est tout le temps inférieure à  $|1|$  N.

C'est lors des 10 premiers cycles de frottement (noir), que les variations sont les plus importantes, la force tangentielle augmente progressivement passant de  $\sim 0,35$  N à  $\sim 0,55$  N. Ensuite de 50 à 70 cycles (en gris) la force tangentielle est de  $\sim 0,6$  N, puis la force augmente progressivement jusqu'à atteindre environ  $0,80$  N à 1100 et 1110 cycles (en vert).

Les cycles de résistances de contact en fonction de la distance de déplacement sont illustrés dans la Figure 164.

De 2 à 10 cycles (noir) et de 200 à 210 cycles (jaune), nous n'observons pas de perturbation électrique, la résistance de contact reste stable autour de  $3$  m $\Omega$ . Entre 600 et 610 cycles (bleu), les perturbations électriques débutent, du côté gauche de la trace d'usure. Ensuite, de 920 à 930 cycles, les perturbations électriques les plus importantes sont observées surtout aux extrémités des traces d'usure, la résistance de contact atteint les  $130$  m $\Omega$ , cependant en moyenne elle est autour des  $40$  m $\Omega$ . Finalement, entre 1100 et 1110 cycles, la résistance de contact moyenne est également autour de  $40$  m $\Omega$ , cependant, cette fois-ci, sur toute la trace d'usure, la résistance de contact est supérieure à  $10$  m $\Omega$ .

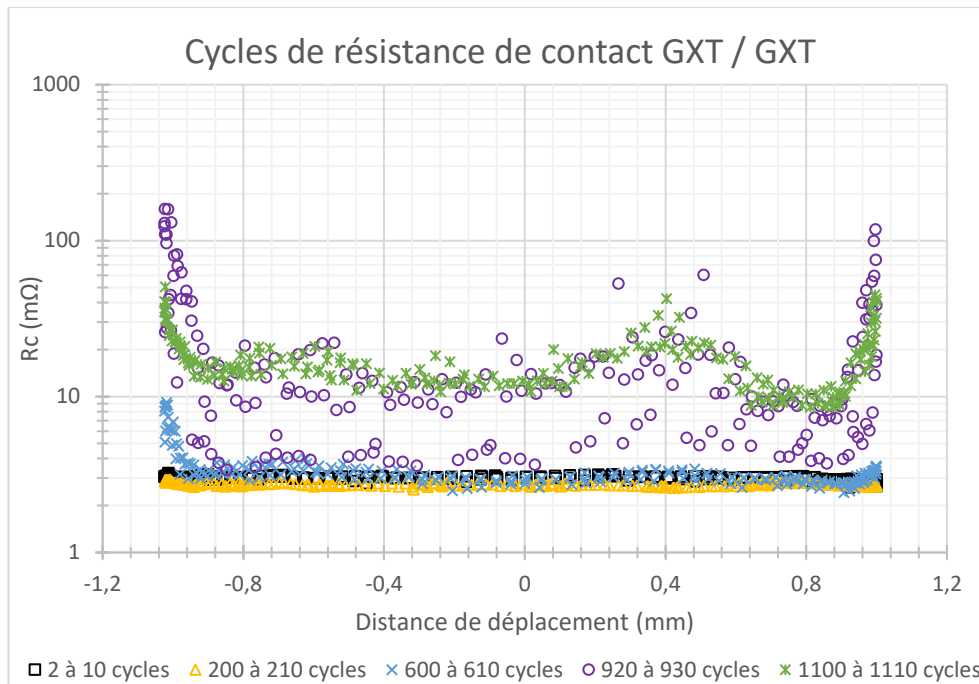


Figure 164 : Cycles de résistance de contact pour la configuration GXT / GXT

a. Analyses de l'évolution de la topographie de surface

Des images 3D ont été réalisées par profilométrie optique sur les traces de différents essais arrêtés à différents nombres de cycles. La Figure 165 regroupe les résultats obtenus pour les essais à 150, 300, 600 et 1200 cycles. L'acquisition des images a été réalisée suivant la méthodologie décrite dans le chapitre 2.

Les images 3D des hémisphères et des plans montrent une usure très faible jusqu'à 300 cycles. En effet la trace d'usure se confond avec la rugosité de surface. Ensuite, à 600 et 1200 cycles les hémisphères sont creusés, les traces d'usure sont relativement profondes ( $\sim 5 \mu\text{m}$ ) et localisées.

Les images 3D des plans montrent les mêmes tendances, une très faible usure jusqu'à 300 cycles, puis à partir de 600 cycles les traces d'usure commencent à être visibles. À 600 cycles la largeur de la trace d'usure est inférieure à  $100 \mu\text{m}$ , on observe des rayures et un peu de matière est repoussée sur les côtés : il y a donc peu de déformation plastique. Ces rayures correspondent à un mode d'usure plutôt abrasif.

Finalement, à 1200 cycles la trace d'usure s'élargie à environ  $130 \mu\text{m}$  ; la topographie de la trace reste semblable, des rayures sont visibles avec peu de matière repoussée sur les côtés, la trace d'usure est homogène. Cela est en bon accord avec la forme des cycles de frottement plutôt « rectangulaire » indiquant un frottement uniforme sur toute la trace.

Chapitre 5 : Frottements macroscopiques : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques

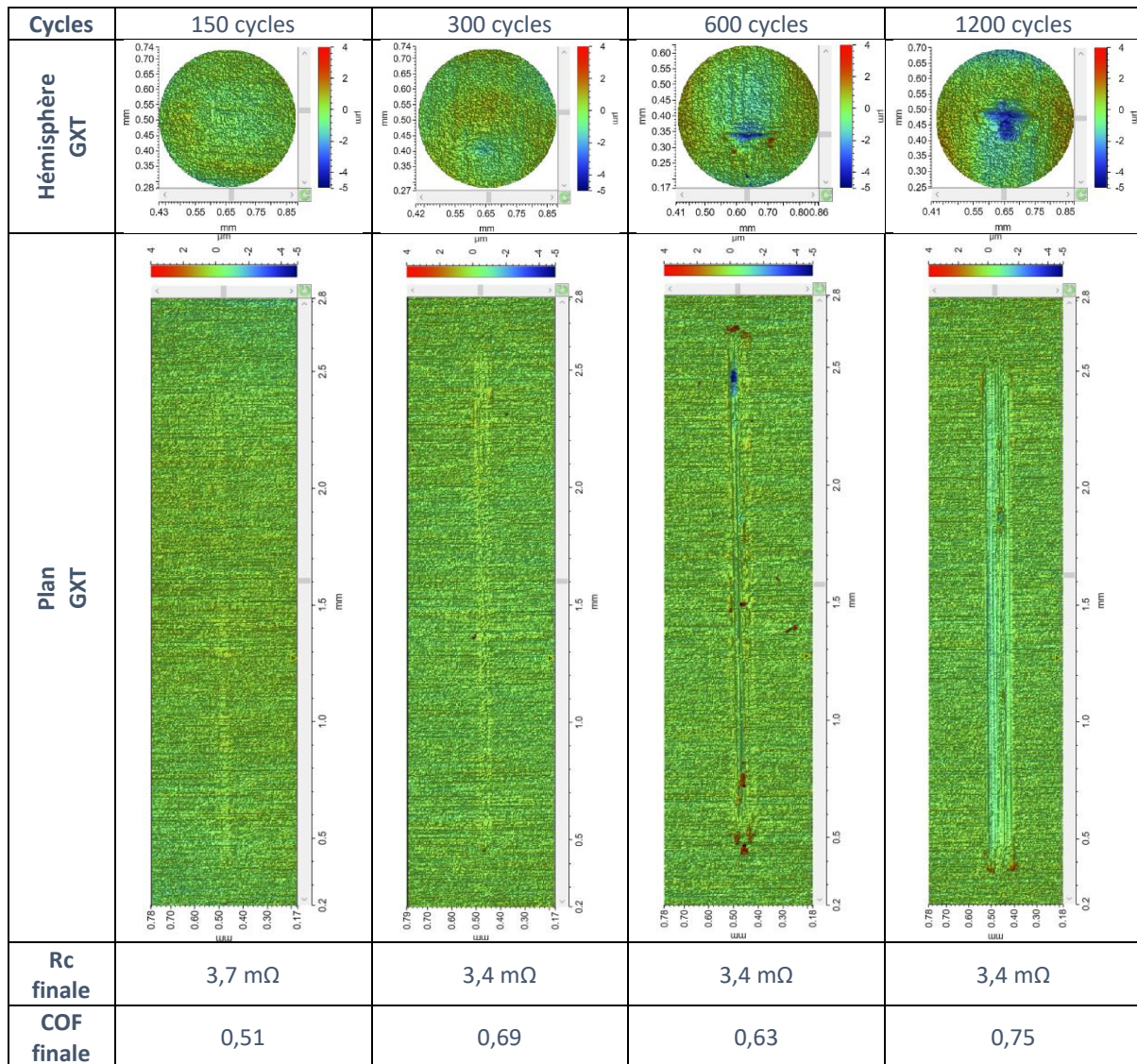


Figure 165 : Images 3D des hémisphères et des plans GXT pour différents nombres de cycles de frottement

À partir de ces différentes images 3D, les volumes d'usure des hémisphères et des plans ont pu être calculés. La Figure 166 regroupe l'évolution des volumes d'usure des hémisphères et des plans à gauche, et à droite le volume d'usure total, défini comme la somme des valeurs absolues des volumes du plan et du pion.

Les volumes d'usure des hémisphères et des plans sont très petits jusqu'à 150 cycles ; l'usure est très faible. À 300 cycles, un très léger transfert de l'hémisphère vers le plan a été mesuré, cependant les valeurs obtenues ( $\sim 5 \times 10^3 \mu\text{m}^3$ ) sont très proches des incertitudes de calcul dues au défaut de forme des échantillons. Ce léger transfert est également observé à 600 cycles, cette fois-ci le volume d'usure du plan atteint environ  $15 \times 10^3 \mu\text{m}^3$ . Finalement, à 1200 cycles l'hémisphère et le plan ont perdu de la matière, celle-ci est partie en débris, le volume d'usure négatif est d'environ  $-34 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  pour l'hémisphère et d'environ  $-46 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  pour le plan.

Le volume d'usure total est également tracé sur la Figure 166. Il augmente progressivement en fonction des cycles de frottement. Jusqu'à 150 cycles il est très proche de zéro, puis jusqu'à 600 cycles il augmente de façon linéaire, finalement à 1200 cycles il atteint environ  $110 \times 10^3 \mu\text{m}^3$ .



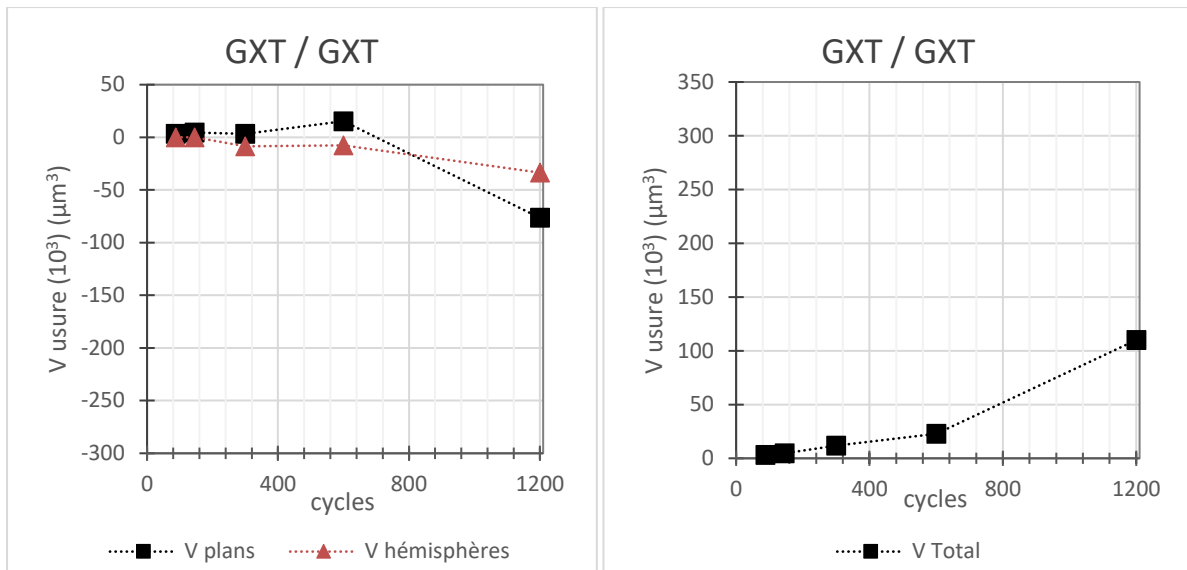


Figure 166 : Évolution du volume d'usure en fonction des cycles de frottement pour la configuration GXT / GXT

Les volumes d'usure sont très faibles, ce qui témoigne d'une grande résistance aux frottements du revêtement GXT. Ces données permettent de confirmer qu'il n'y a pas de grand transfert de matière pour cette configuration, ni d'usure importante.

Finalement, la Figure 167 montre l'évolution du taux d'usure en fonction du nombre de cycles de frottement.

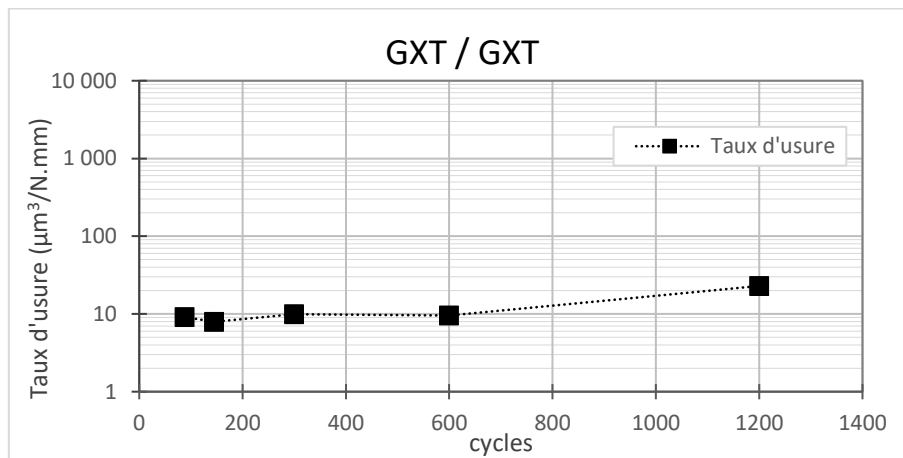


Figure 167 : Évolution du taux d'usure en fonction des cycles de frottement pour la configuration GXT / GXT

On constate que la cinétique de l'usure est stable jusqu'à environ 600 cycles à environ  $10 \mu\text{m}^3/\text{N.mm}$ . Ensuite une légère accélération est constatée, le taux d'usure passe à environ  $23 \mu\text{m}^3/\text{N.mm}$  à 1200 cycles de frottement.

#### b. Analyses des compositions chimiques des traces d'usure

La Figure 168 regroupe les cartographies chimiques des traces d'usure des hémisphères et des plans GXT pour les différents nombres de cycles étudiés. Les flèches en blanc indiquent le sens du frottement. Afin de faciliter l'observation des cartographies chimiques, l'Annexe 2 montre le détail pour les hémisphères.

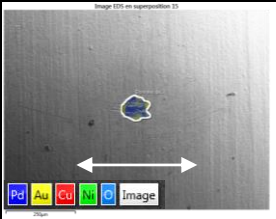
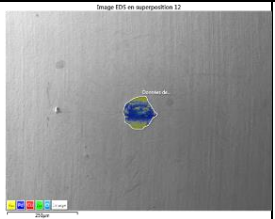
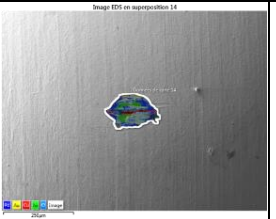
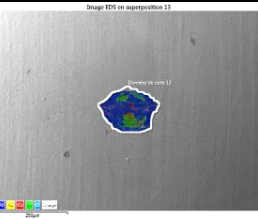
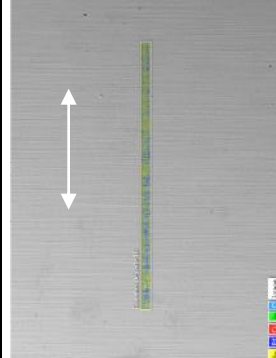
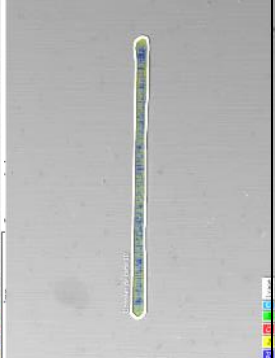
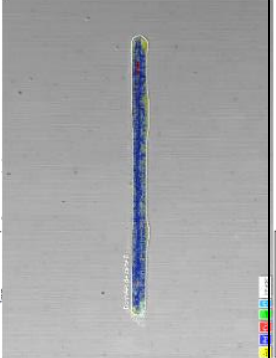
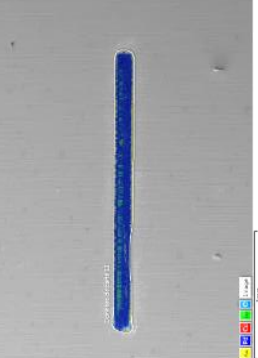
Cycles	150 cycles	300 cycles	600 cycles	1200 cycles
Hémisphère GXT				
Plan GXT				
Rc finale	3,7 mΩ	3,4 mΩ	3,4 mΩ	3,4 mΩ
COF finale	0,51	0,69	0,63	0,75

Figure 168 : Cartographies EDS des hémisphères et des plans GXT / GXT pour différents nombres de cycles de frottement

À 150 cycles, les deux surfaces de contacts sont recouvertes de zones correspondant à un mélange d'or et de palladium : l'usure est très faible. Par la suite à 300 cycles, ce mélange d'or et de palladium est toujours visible sur l'hémisphère et le plan, avec une usure légèrement plus importante sur l'hémisphère, l'or est présent majoritairement sur les extrémités haute et basse de la trace d'usure.

À 600 cycles les surfaces sont nettement plus usées, la trace d'usure du plan est essentiellement composée de palladium, quant à l'hémisphère la trace d'usure est composée majoritairement par la sous-couche de nickel, le substrat cuivreux est visible au centre de la trace, et le palladium est ponctuellement visible sur les côtes. Le léger transfert de matière observé précédemment correspond sûrement à l'or pour l'hémisphère à 300 cycles et au palladium pour l'hémisphère à 600 cycles.

Finalement, à 1200 cycles, la trace d'usure du plan est plus large et presque totalement recouverte de palladium, l'ensemble du *flash* d'or a été évacué. En ce qui concerne l'hémisphère, il a été recouvert de nouveau de palladium, celui-ci provenant du plan. Le contact a lieu entre deux surfaces majoritairement recouvertes de palladium.

La composition chimique de ces traces d'usure a été calculée à partir des cartographies EDS étudiées. Les résultats obtenus sont illustrés dans la Figure 169 : à gauche pour les hémisphères et à droite pour les plans.

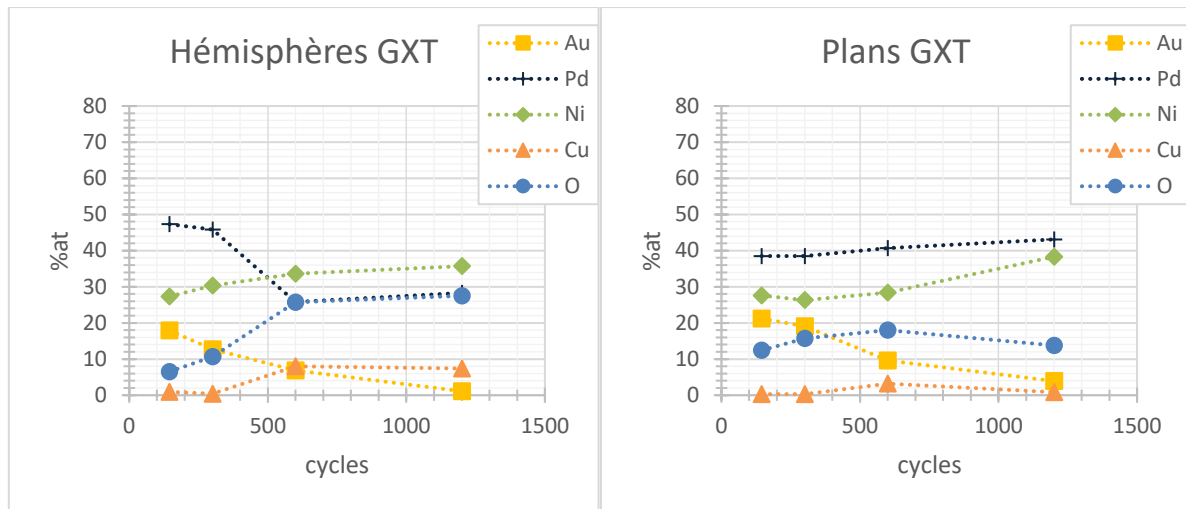


Figure 169 : Évolution de la composition chimique des traces d'usure (hémisphère et plan) pour des essais de frottement arrêtés après différents nombres de cycles pour la configuration GXT / GXT

L'évolution de la composition atomique des traces d'usure des hémisphères montre une prédominance du palladium jusqu'à 300 cycles. Le pourcentage d'or n'est que d'environ 15 %at, ceci témoigne d'une diminution de l'épaisseur en surface. Initialement le pourcentage atomique d'or du plan vierge GXT était à 35 %at. Ensuite pour 600 et 1200 cycles la quantité d'or ne fait que diminuer, le nickel est prédominant, et on observe une augmentation du pourcentage atomique du cuivre qui correspond au substrat cuivreux.

Quant à l'évolution de la composition atomique des traces d'usure des plans GXT, le palladium est prépondérant durant les 1200 cycles, il débute à 39 %at à 150 cycles et atteint environ 43 %at à 1200 cycles. De plus, le pourcentage atomique de l'or diminue et celui du nickel augmente en fonction des cycles de frottement. Finalement, le pourcentage atomique de l'oxygène reste plutôt stable autour de 15 %at.

### c. Conclusion

Pour l'ensemble des essais réalisés, la durée de vie fonctionnelle d'un contact de configuration GXT / GXT est d'environ 850 cycles. À ce nombre de cycles la résistance dépasse les 10 mΩ, mais celle-ci reste toujours inférieure à 50 mΩ durant les 1200 cycles. Concernant les compositions chimiques, le palladium-nickel est toujours majoritaire sur le plan et reste majoritaire sur l'hémisphère durant les 300 premiers cycles. Ces résultats sont donc liés aux résultats obtenus concernant la résistance de contact, avec une résistance de contact faible et stable durant les 500 premiers cycles, puis de faibles perturbations électriques par la suite.

Les propriétés mécaniques ( $H_v$  et  $E$ ) de ce revêtement confèrent au contact une bonne résistance à l'usure. Le mode d'usure est plutôt abrasif avec des rayures présentes sur l'hémisphère et le plan, plutôt dues aux aspérités des surfaces, les volumes d'usure sont très faibles. La cinétique d'usure de cette configuration est lente, avec un taux d'usure inférieur à  $1 \mu\text{m}^3/\text{N}\cdot\text{mm}$  durant les 150 premiers cycles puis, à partir de 300 cycles il reste proche de  $10 \mu\text{m}^3/\text{N}\cdot\text{mm}$ .

## 2. Configuration FG / FG

La Figure 170 regroupe les résultats concernant les contacts symétriques FG / FG. La courbe rouge représente l'évolution du coefficient de frottement et la noire l'évolution de la résistance de contact pour l'essai arrêté à 1200 cycles.



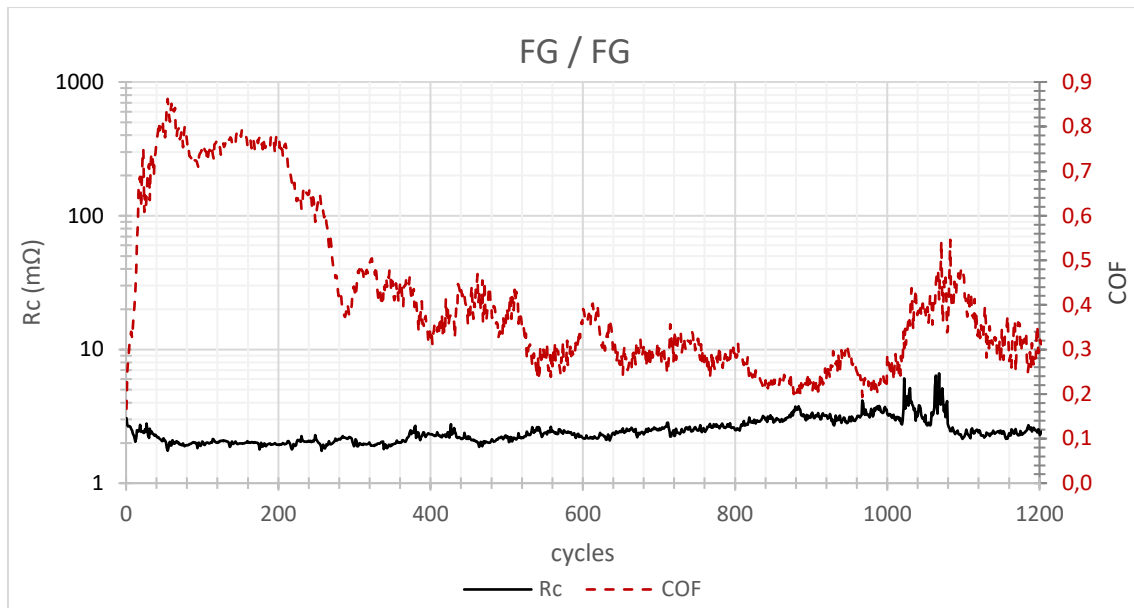


Figure 170 : Évolution de la résistance de contact et du coefficient de frottement en fonction des cycles de frottement pour la configuration de contact FG / FG

La résistance de contact initiale moyenne pour l'ensemble des tests réalisés est de  $2,8 \pm 0,2$  mΩ et pour l'essai illustré ci-dessus elle est de 3,0 mΩ. Durant les 60 premiers cycles la résistance de contact diminue pour se stabiliser autour de 2 mΩ, tandis que le coefficient de frottement augmente pour atteindre son maximum à 0,85. Ces mesures indiquent une augmentation du nombre de spots conducteurs à l'interface de contact et/ou un possible élargissement de l'aire de contact.

Après avoir atteint son maximum le coefficient de frottement ne cesse de diminuer jusqu'à 1000 cycles et atteint un minimum de 0,20. Tout au long de ces 1000 cycles la résistance de contact reste stable entre 2 et 3 mΩ. Ensuite une augmentation du coefficient de frottement est observée, pouvant atteindre 0,55. Durant cette augmentation, de légères perturbations de la résistance de contact sont observées mais elles ne dépassent jamais 7 mΩ. La résistance de contact ne dépasse jamais le seuil de 10 mΩ pour cette configuration symétrique FG / FG.

La force tangentielle en fonction du déplacement durant différents cycles de frottement est tracée sur la Figure 171.

Pour cette configuration, les cycles présentent des évolutions de force tangentielle et de forme.

- De 2 à 10 cycles (en noir) un frottement légèrement plus important est visible du côté gauche des cycles, au centre la force tangentielle est d'environ 0,3 N tandis que du côté gauche elle est proche des 0,6 N.
- Ensuite de 50 à 60 cycles (en gris) nous sommes proches du maximum observé dans la figure précédente (Figure 170). La force tangentielle est importante tout au long du cycle de frottement ( $\sim 0,8$  N au centre de la trace) et elle augmente sur les extrémités de la trace, notamment du côté gauche, en effet, on obtient des valeurs proches de 1,3 N. Ces augmentations correspondent à un déplacement de matière (probablement des débris) vers les côtés.

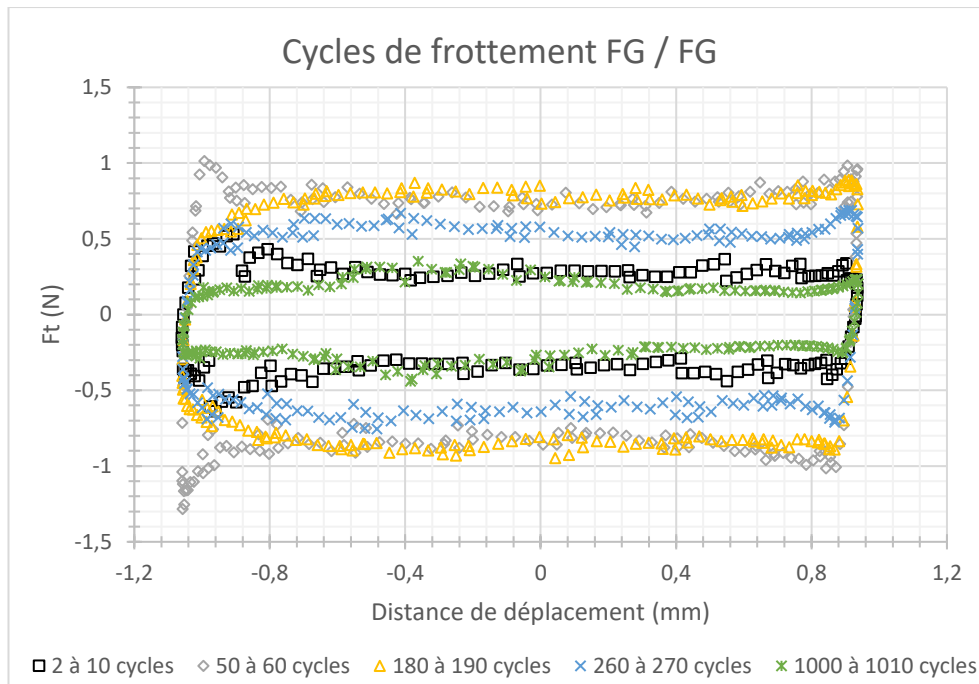


Figure 171 : Cycles de frottement pour la configuration FG / FG

- De 180 à 190 cycles (en jaune) les valeurs de force tangentielle sont semblables aux cycles étudiés précédemment (50 à 60 cycles) sauf en ce qui concerne la diminution du côté gauche ; les forces d'adhésion entre les deux surfaces de contact sont plus faibles à cet endroit.
- Ensuite de 260 à 270 cycles (en bleu) la forme du cycle de frottement reste identique, avec une diminution des forces tangentielles tout au long du cycle à environ 0,6 N. L'adhésion entre les deux parties est plus faible. On suppose que moins de matière est repoussée sur les extrémités, car les forces tangentielles n'augmentent pas significativement sur les côtés.
- Finalement de 1000 à 1010 cycles (en vert) une diminution des forces tangentielles est observée. Ces cycles correspondent au minimum observé précédemment (Figure 170). Les forces tangentielles sont comprises entre 0,25 N aux extrémités et 0,35 N au centre. Le frottement correspondant a lieu de façon légèrement plus importante au centre de la trace d'usure.

La forme des cycles, la diminution progressive des forces tangentielles en fonction des cycles ainsi que les valeurs de pressions de contact théoriques (pression moyenne  $\sim 445$  MPa et pression maximum  $\sim 670$  MPa) nous permettent de faire l'hypothèse que les surfaces de contact se plastifient au fur et à mesure des cycles. Cette plastification diminue les forces d'adhésion entre les deux surfaces de contact.

Pour ces mêmes cycles, la résistance de contact en fonction de la distance de déplacement a également été étudié (Figure 172).

De 2 à 10 cycles (noir), la résistance est stable autour des 3 m $\Omega$ , ensuite entre 50 et 60 cycles (gris), 180 et 190 cycles (jaune) et 260 et 270 cycles (bleu), la résistance de contact diminue et se stabilise autour de 2 m $\Omega$ , avec une très petite augmentation sur le côté gauche. Finalement, entre 1020 et 1030 cycles des perturbations électriques sur les extrémités de la trace sont observées. Du côté gauche, la résistance de contact atteint ponctuellement les 60 m $\Omega$ .

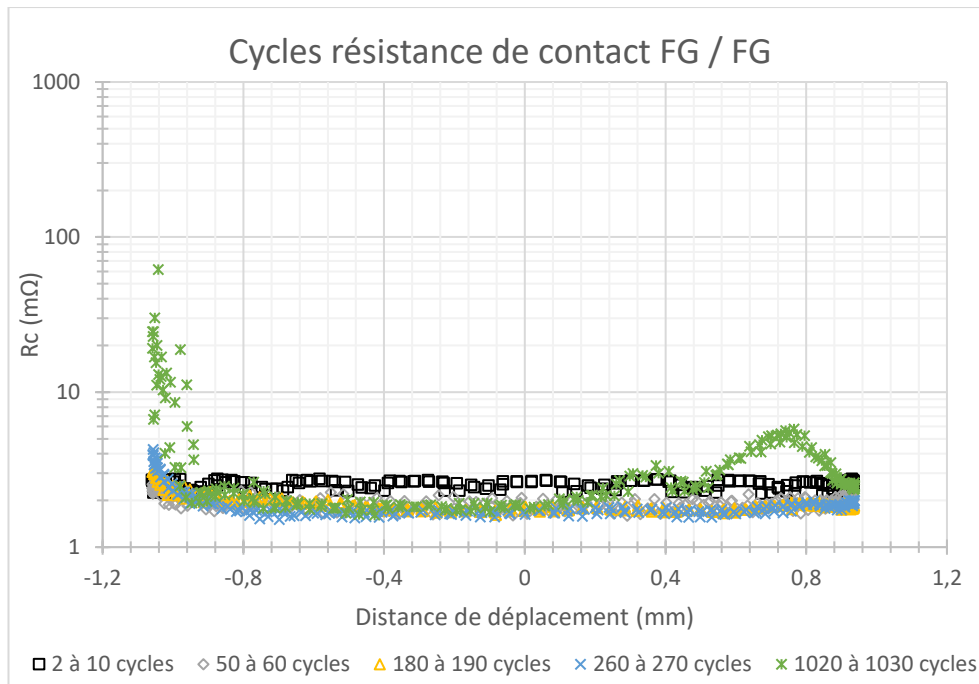


Figure 172 : Cycles de résistance de contact pour la configuration FG / FG

a. Analyses de l'évolution de la topographie de surface

Pour les essais arrêtés à différents nombres de cycles des images 3D ont été réalisées ; une partie des résultats obtenus est présentée sur la Figure 173.

À 100 cycles de frottement, les traces d'usure ont déjà une largeur de l'ordre de 190  $\mu\text{m}$  pour l'hémisphère et le plan. Cette importante largeur dès les premiers cycles de frottement explique les fortes forces tangentielles étudiées précédemment. Les surfaces de contact sont importantes et l'adhésion entre ces deux surfaces l'est aussi. Durant ces 100 premiers cycles de la matière est repoussée sur les extrémités de la trace.

Ensuite, à 300, 600 et 1200 cycles de frottement, les mêmes tendances sont observées au niveau de la topographie des traces d'usure des hémisphères et des plans. Les hémisphères sont légèrement creusés, avec des surplus de matière sur les côtés. Et les plans ont des largeurs d'environ 200  $\mu\text{m}$  et des profondeurs inférieures à 1  $\mu\text{m}$ . L'évolution de la topographie de surface est très lente en fonction des cycles de frottement pour cette configuration.

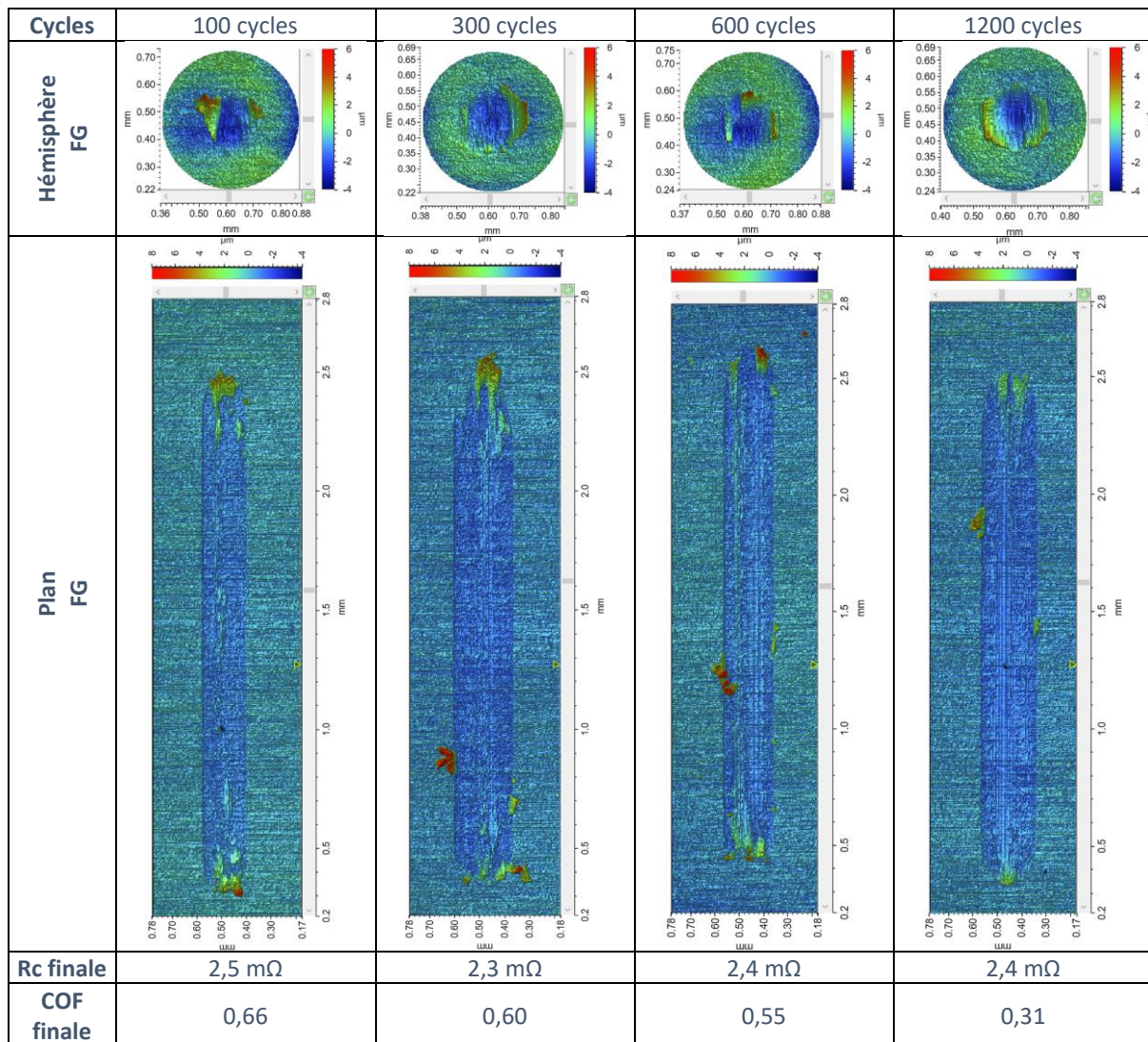


Figure 173 : Images 3D des hémisphères et des plans FG / FG pour différents nombres de cycles de frottement

À partir de ces images 3D, les volumes d'usure des hémisphères et des plans ont été quantifiés, ainsi que le volume d'usure totale (Figure 174).

Le graphique à gauche nous permet de constater dans un premier temps que pour l'ensemble des surfaces de contact le volume d'usure est négatif. En effet, à partir de 50 cycles le volume d'usure de l'hémisphère et du plan sont d'environ  $-50 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  et  $-15 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  respectivement. Ensuite, en ce qui concerne les hémisphères, le volume d'usure reste négatif mais assez stable, oscillant autour de  $-20 \times 10^3 \mu\text{m}^3$ , il n'y a donc pas d'évolution du volume d'usure pour l'hémisphère en fonction des cycles de frottement, le changement le plus important a lieu durant les 50 premiers cycles.

D'autre part, en ce qui concerne l'évolution du volume d'usure des plans, il diminue fortement de 50 à 100 cycles passant d'environ  $-15 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  à environ  $-200 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  une perte de matière d'environ  $-180 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  a lieu durant ces 50 cycles ce qui représente  $0,45 \mu\text{m}$  d'épaisseur en moyenne. Ensuite de 100 à 1200 cycles la perte de matière du plan continue de façon plutôt linéaire passant d'environ  $-200 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  à 100 cycles à environ  $-280 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  à 1200 cycles c'est-à-dire environ  $73 \mu\text{m}^3/\text{cycle}$ .

Le graphique à droite montre l'évolution du volume d'usure totale en fonction des cycles de frottement. Cette évolution est caractérisée par un régime de forte augmentation puis une

stabilisation. On peut faire le lien avec l'évolution du coefficient de frottement, en effet, lors des 100 premiers cycles celui-ci est assez élevé et on observe une forte évolution du volume d'usure total. Ensuite de 200 à 1000 cycles le coefficient de frottement ne cesse de diminuer et le volume d'usure total en fonction ces cycles de frottement se stabilise.

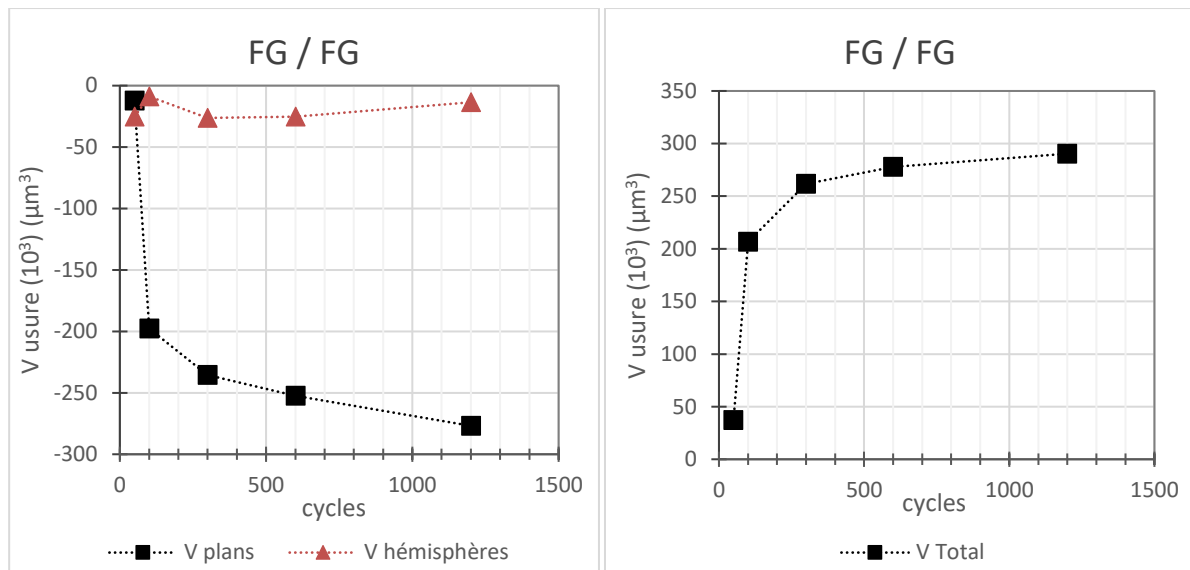


Figure 174 : À gauche : évolution des volumes d'usure des hémisphères - en noir - et des plans - en rouge - ; à droite, évolution du volume d'usure total en fonction des cycles de frottement pour la configuration FG / FG

Le taux d'usure durant ces essais est tracé sur la Figure 175. Pour cette configuration le taux d'usure est assez élevé dès les premiers cycles et reste toujours supérieur à  $50 \mu\text{m}^3/\text{N}\cdot\text{mm}$ . De 50 à 100 cycles, une augmentation est observée puis cette valeur décroît. Ceci est de nouveau en lien avec les observations faites précédemment. La cinétique de l'usure passe par un maximum puis diminue en fonction des cycles de frottement.

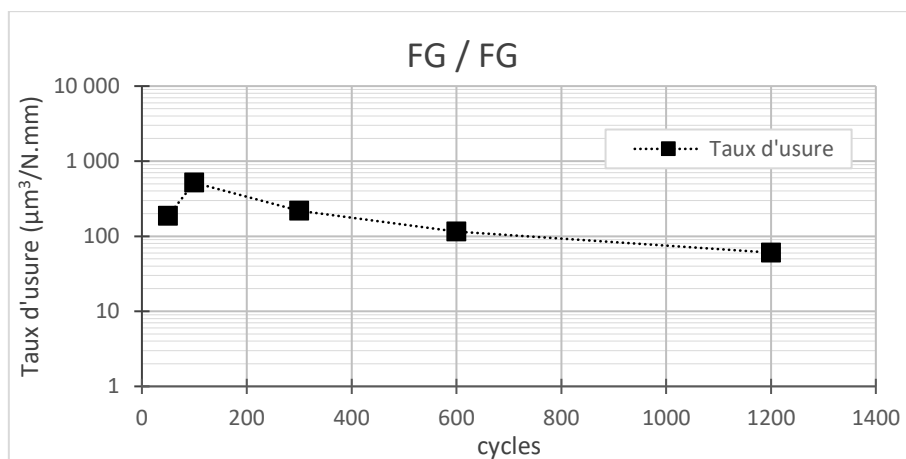


Figure 175 : Évolution du taux d'usure en fonction des cycles de frottement pour la configuration FG / FG

b. Analyses des compositions chimiques des traces d'usure

La Figure 176 regroupe les cartographies chimiques des hémisphères et des plans FG / FG pour les différents nombres de cycle étudiés.



Chapitre 5 : Frottements macroscopiques : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques

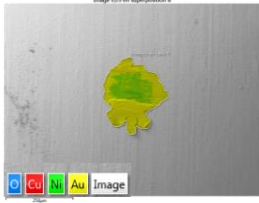
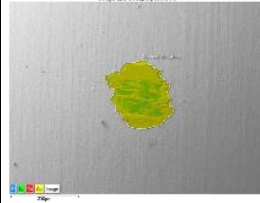
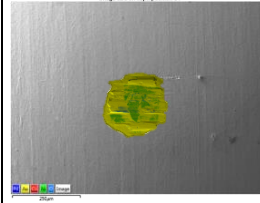

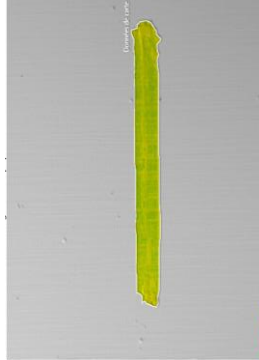
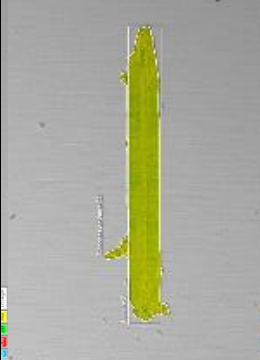
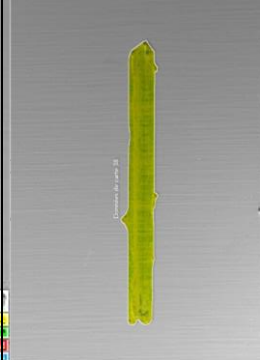
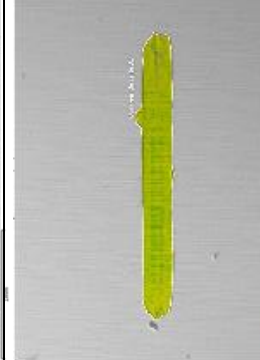
Cycles	100 cycles	300 cycles	600 cycles	1200 cycles
Hémisphère FG				
Plan FG				
Rc finale	Rc finale	2,5 mΩ	2,3 mΩ	2,4 mΩ
COF finale	COF finale	0,66	0,60	0,55

Figure 176 : Cartographies EDS des hémisphères et des plans FG / FG pour différents nombres de cycle de frottement

Les cartographies chimiques sont assez semblables de 100 à 1200 cycles. Un mélange d'or et de nickel est présent sur l'ensemble des traces d'usure. En ce qui concerne les hémisphères le nickel est plutôt majoritaire au centre tandis que l'or est plutôt présent sur les côtés. Et en ce qui concerne les plans, l'or est présent sur l'ensemble de la trace d'usure, mais semble présent en plus grande quantité aux extrémités de la trace d'usure (Annexe 3 : détails des cartographies EDS obtenues). Ces images permettent de voir que l'or est présent sur l'ensemble des traces d'usure ce qui explique que pour cette configuration il n'y a pas de dégradations électriques.

À partir de ces cartographies chimiques, les pourcentages atomiques des traces d'usure ont été calculés et les résultats obtenus sont regroupés sur la Figure 177.

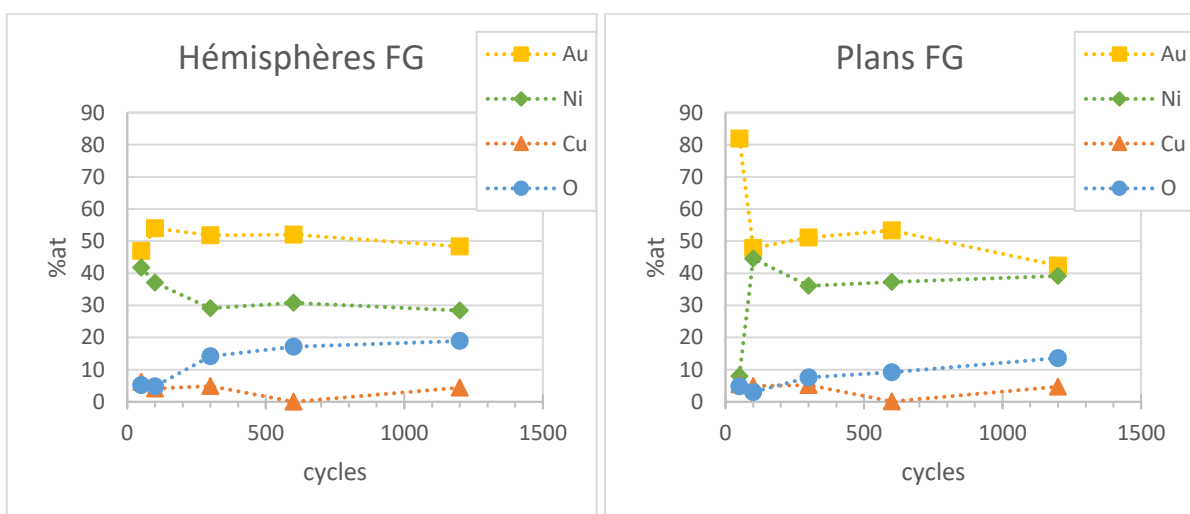


Figure 177 : Évolution de la composition chimique des traces de frottement (hémisphère et plan) pour des essais arrêtés à différents nombres de cycles pour la configuration FG / FG

Le graphique de gauche montre l'évolution des compositions chimiques (en pourcentages atomiques) des hémisphères FG et celui de droite des plans FG. Comme vu précédemment, une faible évolution de la composition chimique en fonction des cycles de frottement est observée. Initialement, la composition chimique des plans vierges FG correspond à 90 %at d'or, 5 %at de nickel et 4 %at d'oxygène.

À 50 cycles la composition chimique du plan est très proche de celui du plan vierge. À partir de 100 cycles les pourcentages atomiques de l'or, pour l'hémisphère et le plan, sont d'environ 50 %at ; seule une légère diminution pour la trace d'usure du plan à 1200 cycles est observée. Quant au nickel, à partir de 300 cycles son pourcentage atomique reste inférieur à 30 %at pour les hémisphères et inférieur à 40 %at pour les plans. Le pourcentage de l'oxygène est légèrement plus élevé pour les hémisphères à 600 et 1200 cycles, ceci est probablement dû au fait que l'hémisphère correspond à la « petite surface cinématique », elle est beaucoup plus sollicitée que le plan. En effet « la grande surface cinématique », c'est-à-dire le plan, est environ 9 fois plus grande que « la petite surface cinématique », l'hémisphère.

### c. Conclusion

Pour cette configuration, la résistance de contact reste faible et stable durant environ 1000 cycles ensuite quelques perturbations sont observées mais celles-ci ne dépassent jamais les 10 mΩ. Le coefficient de frottement augmente fortement durant les 50 premiers cycles puis il reste assez élevé jusqu'à 200 cycles. Finalement il décroît en fonction des cycles de frottement. Cette diminution est probablement due à une plastification des surfaces de contact.

Il a également été observé une augmentation rapide du volume d'usure de 0 à 100 cycles, ensuite le volume d'usure évolue plus lentement. Bien que des valeurs importantes de volumes d'usure aient été obtenues, l'étude des compositions chimiques montre que le pourcentage d'or reste important dans les traces d'usure et que l'oxygène ne dépasse jamais les 20 %at durant les 1200 cycles. Cette présence d'or permet d'assurer une résistance de contact faible et stable. On observe que le mode d'usure lors des premiers cycles est plutôt adhésif avec des valeurs de coefficient de frottement proche de 0,8 N. Par la suite l'or est transféré du pion au plan en alternance, les traces d'usures évoluent peu en fonction du nombre de cycles.

### 3. Conclusion

Les configurations de contact symétriques impliquant des revêtements de duretés élevées ont été étudiées dans cette première partie.

Ces deux configurations ont montré une bonne résistance à l'usure. D'un côté la configuration FG / FG n'a pas révélé de perturbations électriques majeures durant les 1200 cycles de test et d'un autre côté, bien que la configuration GXT / GXT ait montré quelques perturbations électriques, la résistance de contact reste inférieure au seuil de 10 mΩ durant au moins 850 cycles.

Finalement, les modes d'usure des deux revêtements sont différents. La configuration GXT / GXT a un mécanisme d'usure plutôt abrasif avec la présence de rayures sur les zones de contact. La configuration FG / FG a un mécanisme d'usure adhésif prédominant durant les 100 premiers cycles avec des traces d'usure qui évoluent peu en fonction des nombres de cycles.

## B. Revêtements à duretés plus faibles : nAGT et nGCS

Les propriétés mécaniques des revêtements étudiés dans cette partie sont rappelées dans le Tableau 16. Des essais arrêtés à différents nombres de cycles ont été réalisés, ceci dans le but d'étudier l'évolution des interfaces de contact.

	Épaisseurs		Dureté	Module de Young
	Hémisphères	Plans		
nAGT	4,5 $\mu\text{m}$ Ag	2,5 $\mu\text{m}$ Ag	130 Hv	110 GPa
nGCS	50 nm Au / 4,5 $\mu\text{m}$ Ag	50 nm Au / 2,5 $\mu\text{m}$ Ag	135 Hv	100 GPa

Tableau 23 : Composition, épaisseur et propriétés mécaniques des revêtements nAGT et nGCS déterminées par nano-indentation

### 1. Configuration nAGT / nAGT

La Figure 178 montre la résistance de contact ainsi que le coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles pour la configuration symétrique nAGT / nAGT. En moyenne la première valeur de résistance de contact mesurée est de  $2,4 \pm 0,2$  m $\Omega$  pour l'ensemble des tests réalisés.

Pour cette configuration, le coefficient de frottement débute à environ 1,7 dès les premiers cycles de frottement. Ensuite celui-ci décroît progressivement jusqu'à atteindre environ 0,60 à 400 cycles. Durant ces 400 premiers cycles la résistance de contact est stable autour de 2 m $\Omega$ . À partir de 400 cycles le coefficient de frottement se stabilise entre 0,60 et 0,70. La résistance de contact augmente et dépasse le seuil des 10 m $\Omega$  à environ 470 cycles et 100 m $\Omega$  à 635 cycles de frottement.

Ce graphique nous montre que la résistance de contact est stable pendant les 400 premiers cycles alors que le coefficient de frottement diminue. Cela laisse présager que des changements topographiques ou chimiques ont lieu au niveau des traces de contact. De plus, lorsque le coefficient de frottement atteint 0,6, la résistance de contact atteint les 10 m $\Omega$ . Ces changements de composition chimique ou topographique sont donc responsables de cette dégradation.

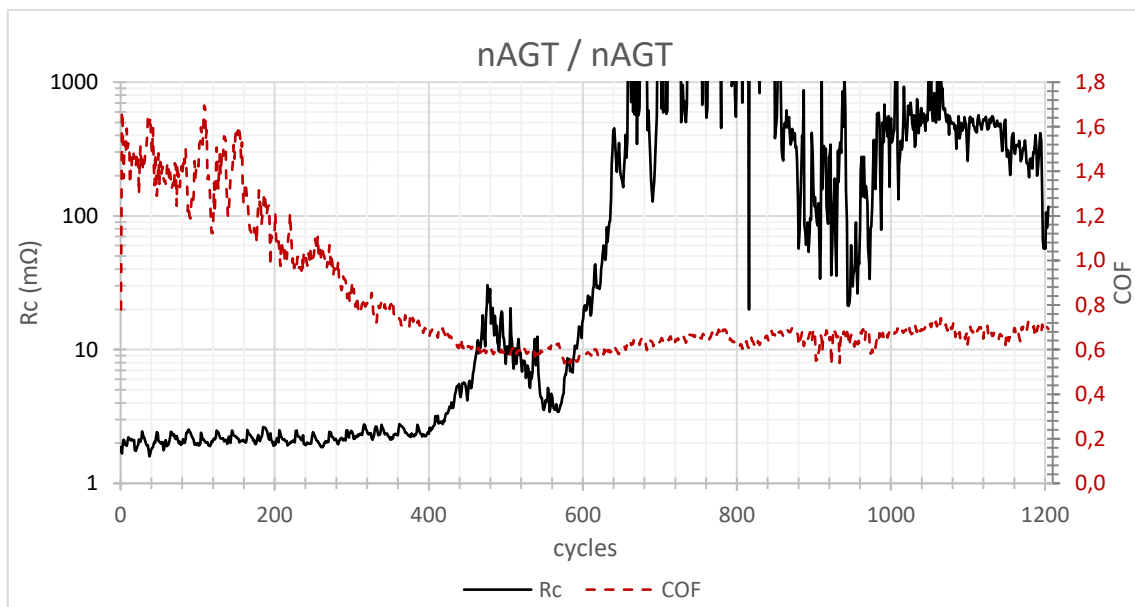


Figure 178 : Évolution de la résistance de contact et du coefficient de frottement en fonction des cycles de frottement pour la configuration nAGT / nAGT



L'évolution des valeurs de force tangentielle en fonction du déplacement est illustrée sur la Figure 179 pour différents nombres de cycle de frottement.

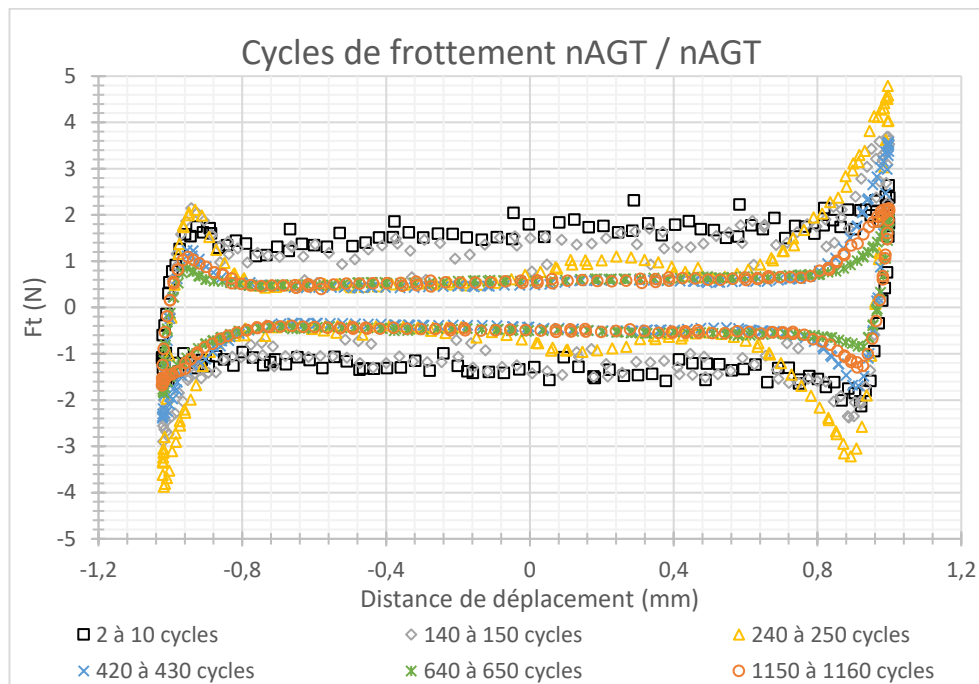


Figure 179 : Cycles de frottements pour la configuration nAGT / nAGT

Ce graphique montre que :

- De 2 à 10 cycles (noir) : la forme des cycles est assez « rectangulaire », la matière est légèrement repoussée à droite. Les forces tangentielles sont supérieures à 1,0 N et peuvent atteindre 2,0 N aux extrémités du cycle de frottement. Ces valeurs de force tangentielle sont dues à l'adhésion entre l'hémisphère et le plan ainsi qu'à une déformation plastique.
- De 140 à 150 cycles (gris) : le cycle commence à avoir une forme de papillon, avec une augmentation de la force aux extrémités allant jusqu'à ~3,5 N. Ceci montre qu'à 150 cycles de frottement de la matière est repoussée sur les côtés et les forces d'adhésions sont toujours importantes
- De 240 à 250 cycles (jaune) : le cycle a toujours une forme de papillon, la force tangentielle aux extrémités est la plus élevée, pouvant presque atteindre 4 N à gauche et 5 N à droite alors qu'au centre de la trace, elle est plus faible que pour les cycles précédents (comprise entre 0,5 et 1 N). De la matière est repoussée du centre de la trace aux extrémités. Ces valeurs de force tangentielle témoignent d'un mécanisme d'usure adhésif.
- De 420 à 430 cycles (bleu) : la forme des cycles est à nouveau en papillon, mais avec des valeurs de forces tangentielles plus faibles que précédemment (~2,5N et ~3,5N) aux extrémités et au centre de la trace, pouvant atteindre 0,35 N. On peut donc supposer que la couche d'argent a été chassée presque totalement sur les extrémités de la trace.
- De 640 à 650 cycles (vert) : l'aire des cycles de frottement est la plus faible, la force tangentielle atteint environ 1,9 N aux extrémités et entre 0,4 et 0,5 N au centre de la trace.
- Finalement de 1150 à 1160 cycles (orange) : la force tangentielle augmente de nouveau légèrement sur le côté, on peut supposer que la couche de nickel ou le substrat commence à être déplacé sur les côtés.

La Figure 180 trace l'évolution cyclique de la résistance de contact en fonction de la distance de déplacement aux mêmes nombres de cycles étudiés précédemment.

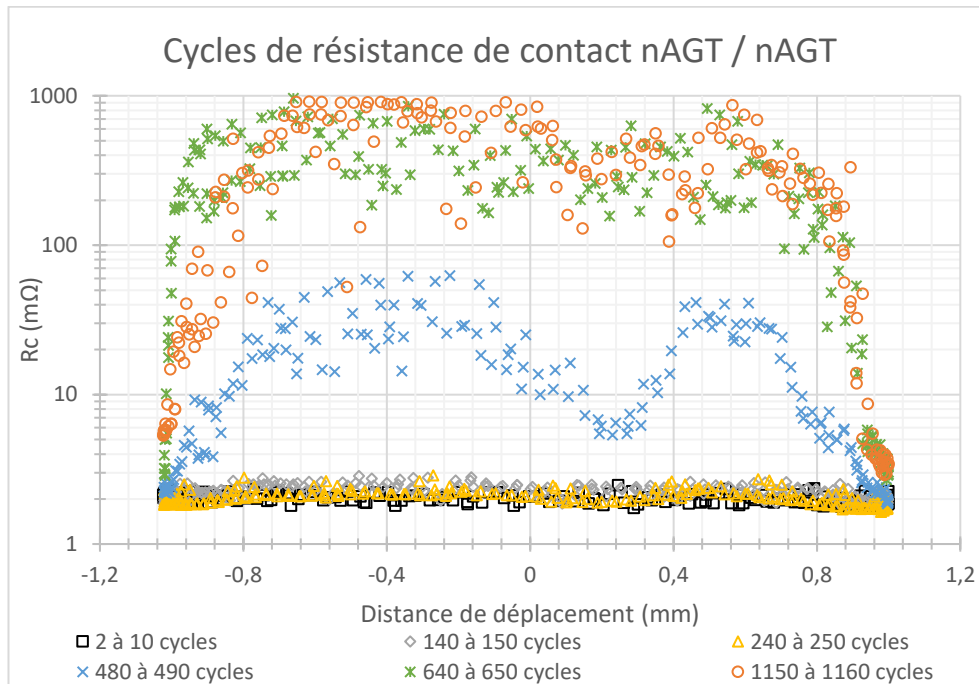


Figure 180 : Cycles de résistance de contact pour la configuration nAGT / nAGT

Entre 2 à 10 cycles (noir) 140 et 150 cycles (gris) et 240 et 250 cycles (jaune), la résistance de contact reste stable entre 2 et 3  $m\Omega$  tout au long de la trace d'usure. Ensuite, entre 480 et 490 cycles (bleu), 640 et 650 cycles (vert) et 1150 et 1160 cycles (orange), des perturbations électriques de plus en plus importantes sont observées. Cependant ces perturbations ont lieu notamment au centre de la trace d'usure. Sur les extrémités, là où il a été supposé précédemment que l'argent avait été repoussé, la résistance de contact diminue est atteint les 3  $m\Omega$ . L'usure la plus importante a donc lieu au centre de la trace.

a. Analyses de l'évolution de la topographie de surface

La Figure 181 regroupe les images 3D des essais en configuration nAGT / nAGT arrêtés à différents nombres de cycles.

À partir de 150 cycles des usures importantes avec des déformations plastiques sont observées. L'hémisphère commence à être creusé avec une largeur de trace d'environ 330  $\mu m$  ; sur le plan, de la matière a été repoussée sur les extrémités et la largeur de la trace d'usure est d'environ 300  $\mu m$ . Ensuite, plus le nombre de cycle augmente plus l'usure augmente, les traces d'usure sont de plus en plus creusées et de plus en plus larges pour les hémisphères et les plans. L'hémisphère à 650 cycles présente une topographie différente : en effet on peut observer un transfert du plan vers l'hémisphère. Finalement, à 1200 cycles le plan est plus creusé, la trace a en moyenne une profondeur de 3,4  $\mu m$  et une largeur de 440  $\mu m$ .

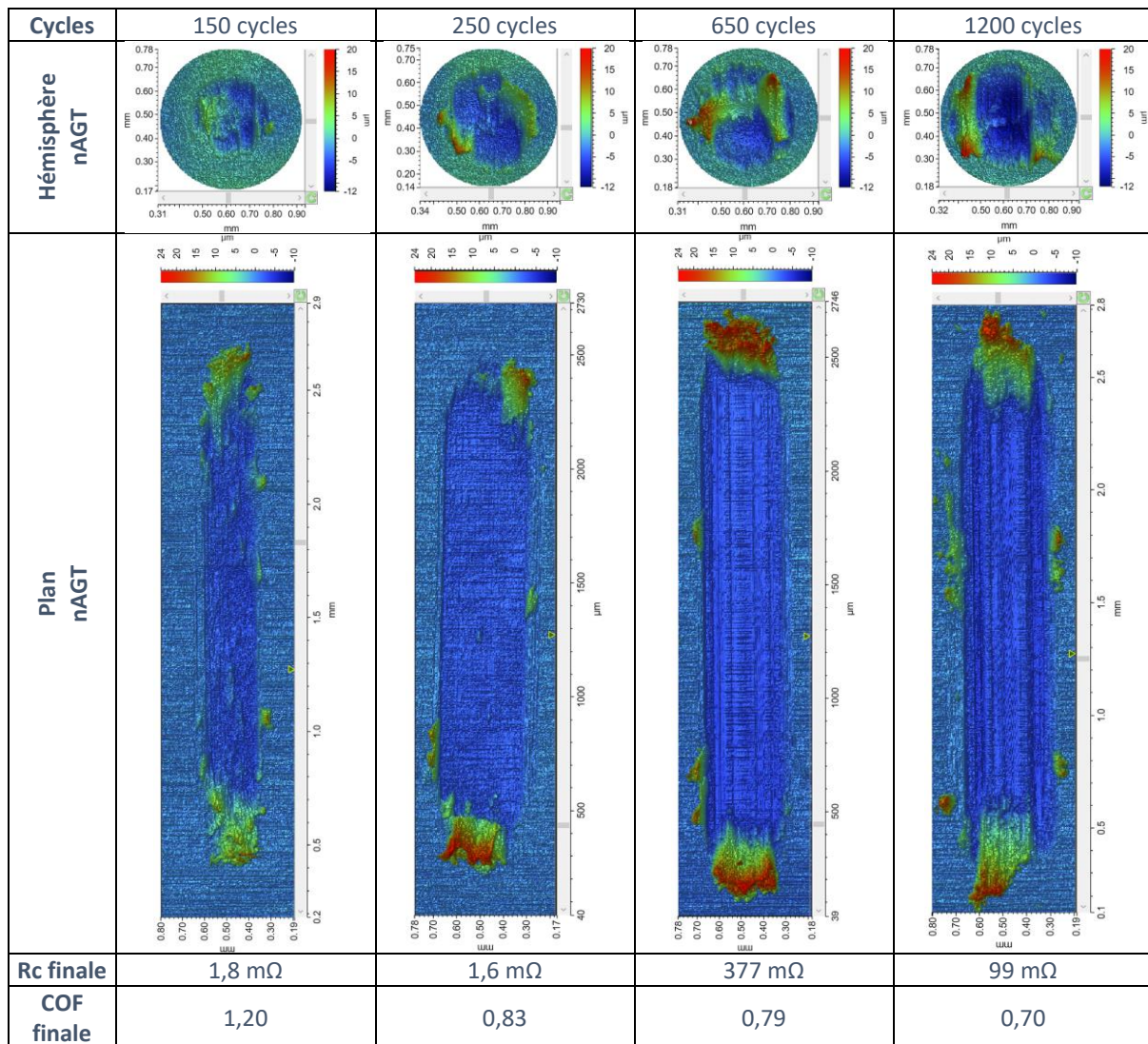


Figure 181 : Images 3D des hémisphères et des plans nAGT pour différents nombres de cycles de frottement

La Figure 182 montre les résultats des calculs de volumes d'usure extraits de ces images 3D. A gauche sont représentés les résultats des volumes d'usure des hémisphères et des plans, et à droite le volume d'usure total.

Le volume d'usure des plans jusqu'à 150 cycles est inférieur à  $-50 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  et celui des hémisphères est proche de  $-100 \times 10^3 \mu\text{m}^3$ . Pour cette configuration il y a donc perte de matière dès les premiers cycles de frottement. Cette matière perdue correspond aux débris évacués lors du frottement ou lors du transport des échantillons. Ensuite à 250 et 430 cycles les hémisphères et les plans ont des volumes d'usure négatifs de  $-200 \times 10^3 \mu\text{m}^3$ .

À 650 cycles un léger changement de tendance est observé. Le volume d'usure de l'hémisphère est proche de 0 et celui du plan est d'environ  $-400 \times 10^3 \mu\text{m}^3$ . De la matière a été de nouveau transférée du plan vers l'hémisphère, ce qui confirme l'observation faite précédemment. Finalement, à 1200 cycles ce transfert de matière est perdu, l'hémisphère et le plan ont des grands volumes d'usure négatifs avec environ  $-250 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  pour l'hémisphère et environ  $-800 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  pour le plan.

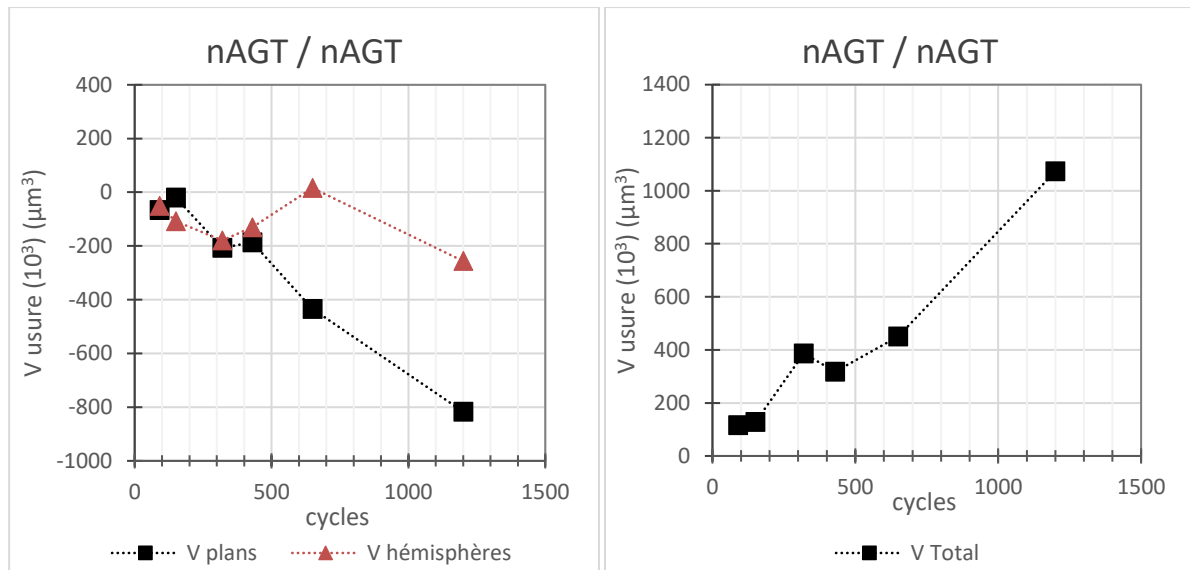


Figure 182 : Évolution du volume d'usure en fonction des cycles de frottement pour la configuration nAGT / nAGT

Le volume d'usure total présente une évolution plutôt linéaire en fonction des cycles de frottement avec une pente d'environ  $860 \mu\text{m}^3/\text{cycle}$ .

Ces données permettent également de calculer le taux d'usure en fonction des cycles de frottement, et les résultats obtenus sont illustrés dans la Figure 125.

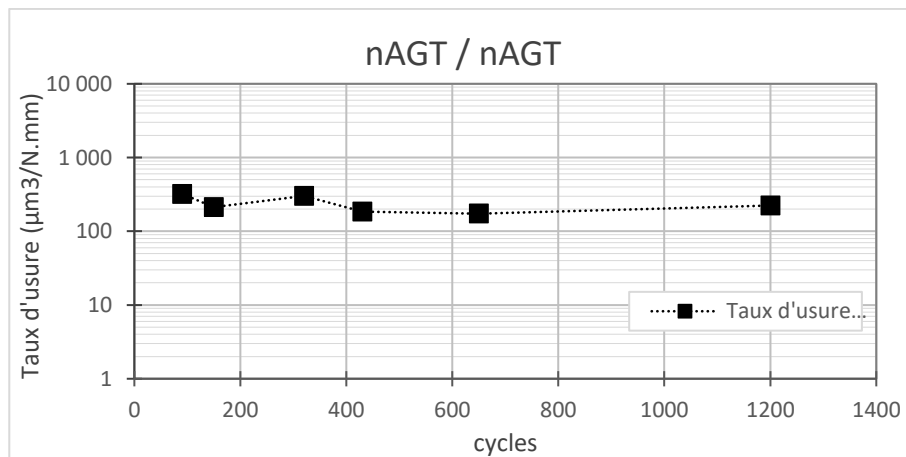


Figure 183 : Évolution du taux d'usure en fonction des cycles de frottement pour la configuration nAGT / nAGT

Ce graphique montre deux points : premièrement le taux d'usure est élevé dès les premiers cycles et deuxièmement il reste constant en fonction des cycles de frottement, il varie entre  $200$  et  $300 \mu\text{m}^3/\text{N.mm}$ . La cinétique de l'usure est donc constante à partir de 90 cycles.

b. Analyses des compositions chimiques des traces d'usure

L'analyse de la composition chimique des traces d'usure a ensuite été réalisée. Les cartographies chimiques obtenues ont été regroupées dans la Figure 184.

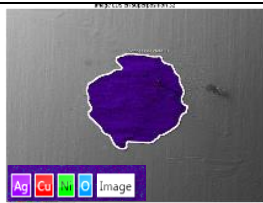
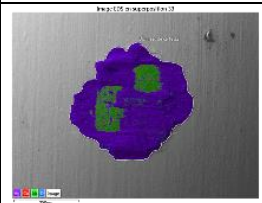
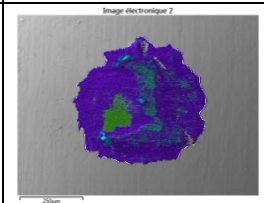
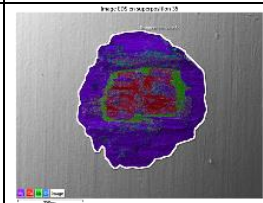
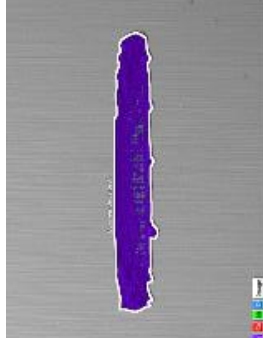
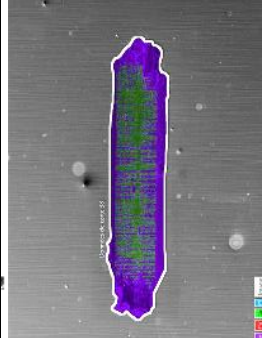
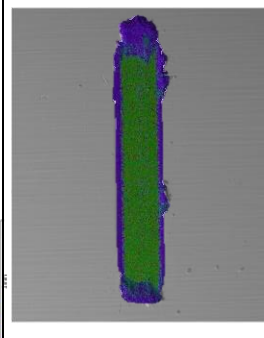
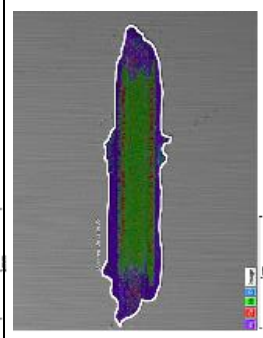
Cycles	150 cycles	250 cycles	650 cycles	1200 cycles
Hémisphère nAGT				
Plan nAGT				
Rc finale	1,8 mΩ	1,6 mΩ	377 mΩ	99 mΩ
COF finale	1,2	0,83	0,79	0,70

Figure 184 : Cartographies EDS des hémisphères et plans nAGT pour différents nombres des cycles de frottement configuration nAGT / nAGT

À 150 cycles, les deux traces d'usure sont recouvertes d'argent en surface, le frottement a lieu argent contre argent, ce qui explique que la force tangentielle soit comprise entre 1 et 2 N. Ensuite à 250 cycles le nickel est exposé pour les deux surfaces de contact. Pour le plan, l'argent a été repoussé sur les côtés, au centre le nickel est prédominant, ceci explique que lors de l'étude des cycles de frottement (en jaune, Figure 179) de 240 à 250 cycles les forces de frottement aux extrémités étaient supérieures à 4 N et au centre de l'ordre de 0,6 N.

À 650 cycles, la quantité de nickel exposé en surface de l'hémisphère est légèrement moins importante que précédemment. Grâce à l'étude des volumes d'usure, il a été montré qu'un transfert de matière de l'hémisphère vers le plan a lieu, ceci confirme ce transfert et montre que la matière transférée correspond à de l'argent. La cartographie chimique de l'hémisphère montre également que l'oxygène est présent dans les mêmes zones que le nickel (Annexe 4 pour plus de détails). De plus, d'après l'étude des volumes d'usure et le profils 3D (Annexe 4), il est probable que le nickel du plan ait été transféré et oxydé. Finalement, ces échantillons correspondent à une valeur assez élevée de résistance de contact (436 mΩ), ce qui peut s'expliquer par la présence d'oxygène et donc d'oxydes de nickel en surface.

A 1200 cycles de frottement, le substrat cuivreux commence à être visible sur le plan, et il est très présent sur l'hémisphère. Les grandes pertes de matière calculées précédemment correspondent à la couche d'argent mais aussi à la couche de nickel.

La Figure 185 regroupe l'évolution des compositions chimiques calculées à partir des cartographies EDS étudiées. À gauche sont présentés les résultats des hémisphères et à droite les résultats des plans.



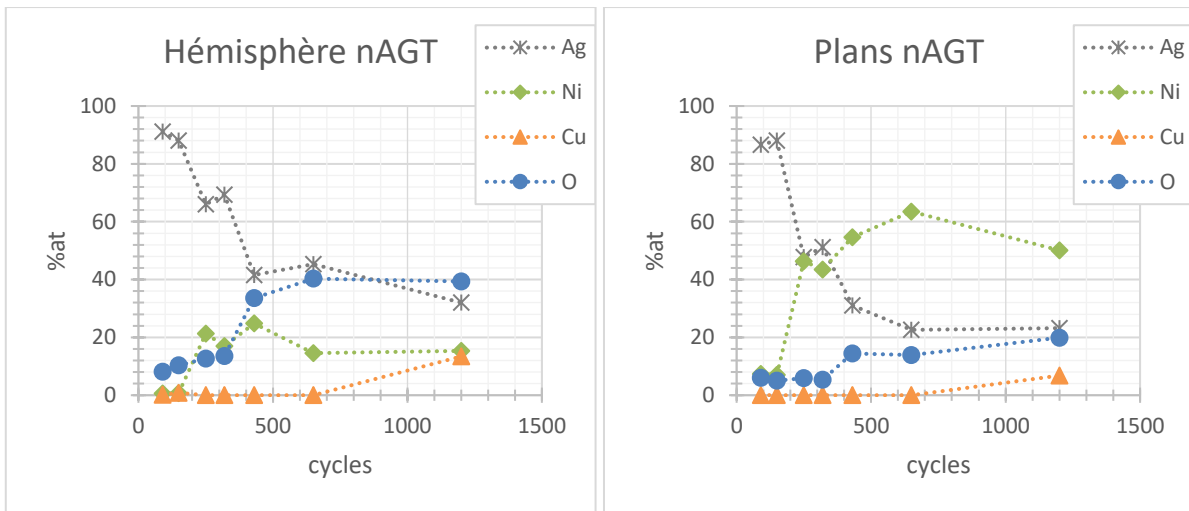


Figure 185 : Évolution de la composition chimique des traces de frottement (hémisphère et plan) pour des essais arrêtés à différents nombres de cycles pour la configuration nAGT / nAGT

À partir de ces graphiques plusieurs constats peuvent être faits. À 90 et 150 cycles les pourcentages d'argent sont prépondérants avec environ 90 %at. Ensuite, dès 250 cycles ces pourcentages d'argent chutent à 70 %at sur l'hémisphère et 50 %at sur le plan. De plus, le pourcentage atomique du nickel augmente drastiquement et atteint environ 40 %at sur le plan. À partir de 430 cycles de frottement, le nickel devient prépondérant, ce nombre de cycles correspond à un contact dégradé électriquement, le pourcentage d'oxygène sur l'hémisphère atteint environ 35 %at.

Cette tendance se poursuit à 650 cycles, le nickel atteint 60 %at sur le plan, et l'argent chute à environ 20 %at. Cependant le pourcentage atomique d'argent sur l'hémisphère reste stable voire augmente légèrement à environ 45 %at, et le nickel diminue à environ 15 %at, ceci correspond au transfert de l'argent du plan vers l'hémisphère. L'oxygène augmente aussi légèrement et atteint environ 40 %at sur l'hémisphère.

Finalement, à 1200 cycles le pourcentage atomique de cuivre augmente et atteint environ 13 %at sur l'hémisphère et 7 %at sur le plan, à ce nombre de cycles l'usure est très importante, le substrat se trouve découvert au niveau de la surface de contact.

En résumé, la dégradation électrique a lieu lorsque le pourcentage atomique de l'argent n'est plus prépondérant sur le plan, presque la totalité de l'argent a été repoussé sur les extrémités de la trace d'usure ; ceci est accompagné d'une diminution du pourcentage atomique d'argent sur l'hémisphère ainsi qu'une augmentation de l'oxygène sur celui-ci.

### c. Conclusion

Dans cette partie, il a été montré que sous ces conditions de frottement, la résistance de contact reste faible et stable durant environ 400 cycles puis elle dépasse le seuil des 10 mΩ à environ 470 cycles. De plus, à environ 450 cycles, le coefficient de frottement atteint 0,6 et d'après l'étude des compositions chimiques ce nombre de cycles correspond à des surfaces de contact majoritairement composé de nickel.

En résumé, durant les 450 premiers cycles une forte usure adhésive a lieu ainsi que des déformations plastiques des surfaces en contact. Les forces tangentielles dépassent largement la valeur de 1 N. La couche d'argent est donc repoussée sur les extrémités et éliminée durant cette période. À partir de

450 cycles le contact a lieu sur deux surfaces nickelées et légèrement oxydées pour l'hémisphère ce qui engendre des perturbations électriques.

L'arrivée des perturbations électriques est donc liée à la diminution du volume d'argent disponible dans l'interface de contact. Sur le plan un volume d'environ  $1500 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  en argent est disponible, pour l'hémisphère ce volume disponible est équivalent à environ  $350 \times 10^3 \mu\text{m}^3$ , ce qui fait un total d'environ  $1850 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  de volume total disponible en argent.  $4110 \mu\text{m}^3/\text{cycles}$  sont donc consommés dans les conditions de frottement ici choisies.

## 2. Configuration nGCS / nGCS

La Figure 186 regroupe l'évolution de la résistance de contact et du coefficient de frottement pour la dernière configuration symétrique étudiée nGCS / nGCS. En moyenne pour cette configuration la résistance de contact initiale est de  $1,2 \pm 0,2 \text{ m}\Omega$ .

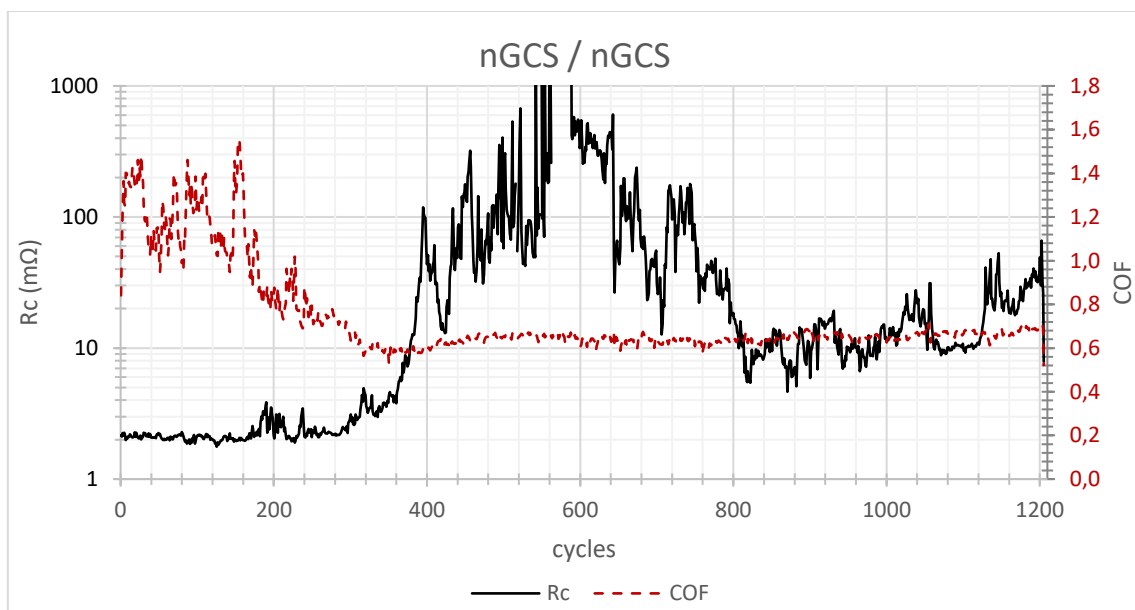


Figure 186 : Évolution de la résistance de contact et du coefficient de frottement en fonction des cycles de frottement pour la configuration nGCS / nGCS

Le comportement du contact nGCS / nGCS est semblable à celui de la configuration nAGT / nAGT étudié précédemment. Le coefficient de frottement débute autour de 1,5, ensuite le frottement devient de moins en moins important et le coefficient atteint 0,6 à environ 340 cycles. Durant ces 340 cycles la résistance de contact varie autour des 2 mΩ. Cependant, à partir de ce nombre de cycles, elle augmente très rapidement et dépasse le seuil des 10 mΩ à environ 380 cycles. Comme pour la configuration nAGT / nAGT, lorsque le coefficient de frottement atteint une valeur de 0,6, la résistance de contact commence à se dégrader rapidement.

Le flash d'or présent dans le revêtement nGCS accélère le processus de dégradation de la résistance de contact bien que celle-ci soit initialement plus faible. D'autre part, le flash d'or a également un impact sur l'adhésion entre l'hémisphère et le plan : le pic de coefficient de frottement initial (1,4) et légèrement plus faible que pour la configuration nAGT / nAGT (1,6).

La Figure 187 illustre l'évolution des valeurs de force tangentielle en fonction du déplacement pour différents nombres de cycles de frottement pour la configuration nGCS / nGCS.

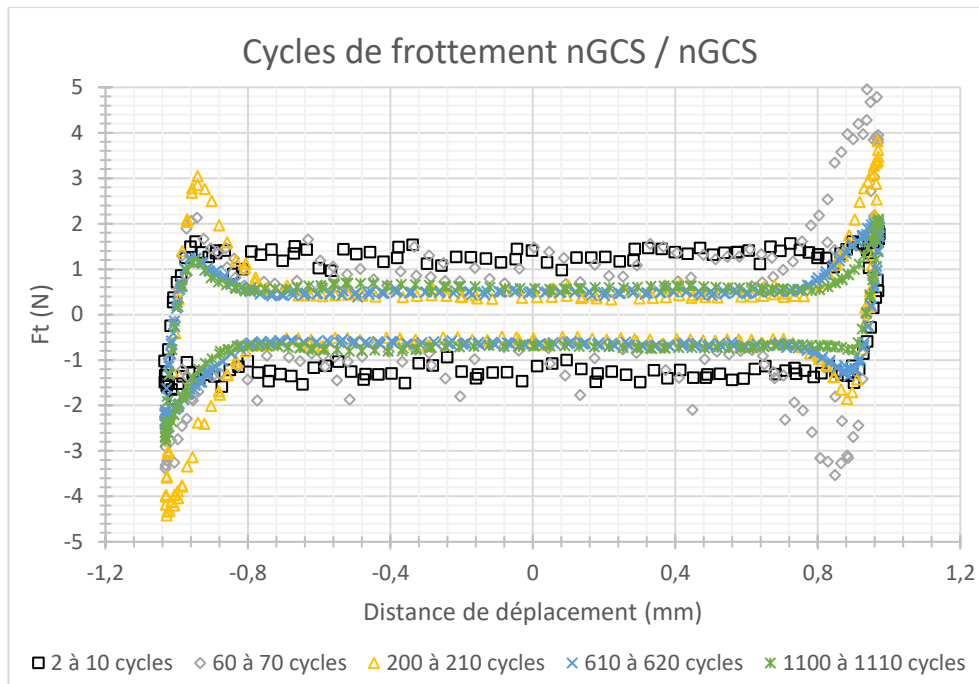


Figure 187 : Cycles de frottement pour la configuration nGCS / nGCS

- De 2 à 10 cycles (en noir) la forme du cycle est plutôt « rectangulaire » la force tangentielle est comprise entre 1,0 et 1,5 N. Dès les premiers cycles une forte adhésion a lieu entre l'hémisphère et le plan tout au long du cycle.
- Ensuite entre 60 et 70 cycles (en gris), les forces tangentielles au centre ont la même valeur (entre 1,0 et 1,5 N), cependant on observe une augmentation très importante aux extrémités de la trace (5,0 et 3,5 N). Une grande quantité de matière doit donc être repoussée sur les côtés à ces nombres de cycles.
- Entre 200 et 210 cycles (en jaune), la forme du « papillon » est toujours présente. Cependant au centre de la trace d'usure la force tangentielle est plus faible (entre 0,4 et 0,5 N), différentes compositions chimiques doivent donc être présentes entre le centre de la trace d'usure et les extrémités.
- Ensuite entre 610 et 620 cycles (en bleu) les forces tangentielles continuent de diminuer aux extrémités de la trace, elles atteignent au maximum 2,5 N ; cependant de la matière est encore repoussée sur les côtés. Au centre la force tangentielle est d'environ 0,5 N.
- Finalement, entre 1100 et 1110 cycles (en vert), la force tangentielle au centre est toujours d'environ 0,5 N, avec des forces tangentielles plus faibles aux extrémités.

La Figure 188 regroupe l'évolution des valeurs de résistance de contact en fonction du déplacement pour les mêmes cycles qu'étudiés précédemment.

De 2 à 10 cycles (noir) et 60 à 70 cycles (gris), aucune perturbation électrique est observée, la résistance de contact est faible et stable sur toute la surface de contact. Entre 200 et 210 cycles (jaune), la résistance de contact commence à être perturbée au centre de la zone de contact.

Ensuite, entre 610 et 620 cycles (bleu), les perturbations électriques les plus importantes sont observées. Au centre de la trace d'usure la résistance de contact atteint 1Ω. Cependant, comme pour la configuration étudiée précédemment (nAGT / nAGT), au niveau des extrémités, là où l'argent a été repoussé, la résistance de contact diminue et atteint les 3 mΩ. L'usure la plus importante a donc lieu au centre de la trace. Finalement, entre 1100 et 1110 cycles (vert), la



résistance de contact diminue, mais reste perturbée, elle varie entre 20 mΩ au centre de la trace et 3 mΩ à l'extrémité gauche de la trace.

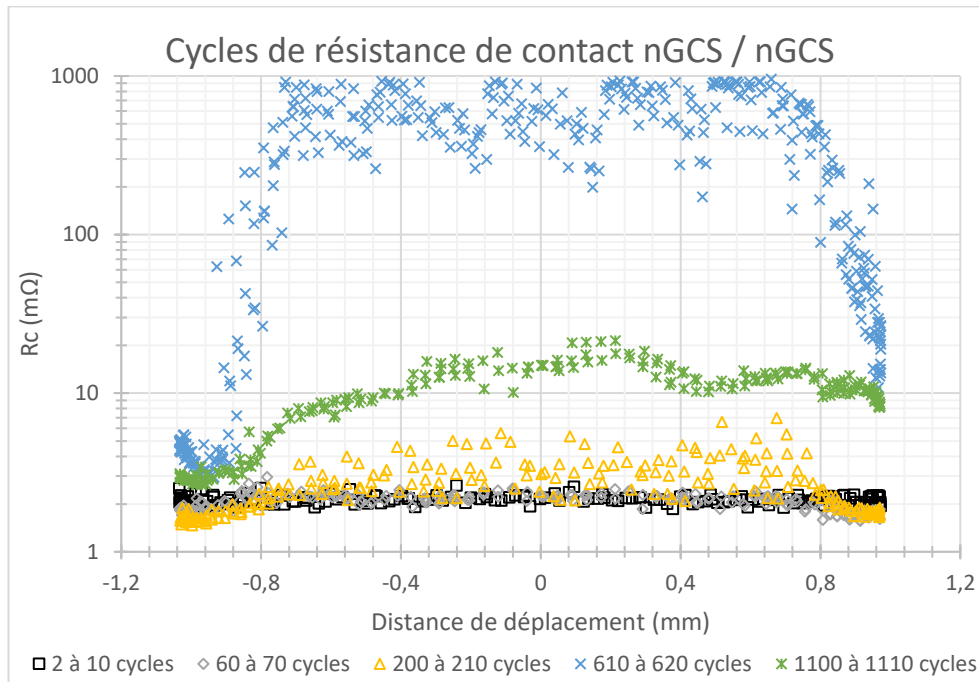


Figure 188 : Cycles de résistance de contact pour la configuration nGCS / nGCS

a. Analyses de l'évolution de la topographie de surface

Les images 3D réalisées afin d'étudier l'évolution de la topographie de surface pour cette configuration de contact sont regroupées dans la Figure 189.

À partir de 100 cycles de frottement, des changements de la topographie de surfaces sont visibles sur l'hémisphère et le plan. De la matière a été repoussée sur les extrémités de la trace d'usure du plan ; l'hémisphère a été creusé avec un surplus de matière au centre. Ensuite à 200 cycles ces changements de topographie de surfaces se poursuivent, les traces d'usure s'élargissent et se creusent pour le plan et l'hémisphère. De nouveau une grande quantité de matière a été repoussée sur les côtés.

À 600 cycles la tendance change, un transfert de matière est observé du plan vers l'hémisphère, cette matière peut venir d'une part du centre du plan ainsi que de la matière initialement repoussée sur les extrémités. Ce même constat a déjà été observé pour la configuration symétrique nAGT / nAGT. Pour ce nombre de cycle les valeurs de résistances électriques sont très élevées ( $>1 \Omega$ ). Finalement à 1200 cycles la matière précédemment transférée sur l'hémisphère et de nouveau évacuée sur le plan.

Chapitre 5 : Frottements macroscopiques : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques

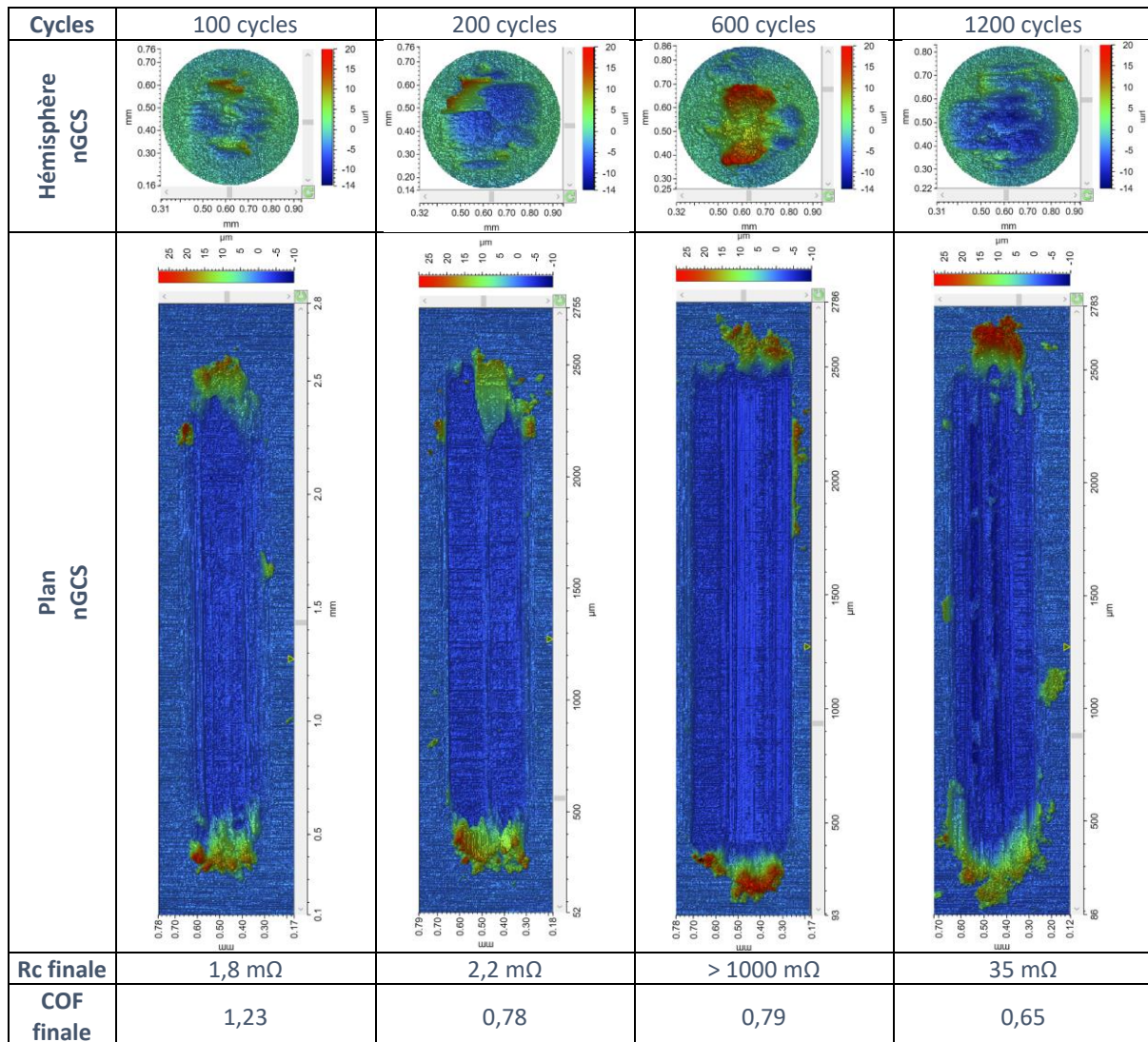


Figure 189 : Images 3D des hémisphères et des plans nGCS à différents nombres de cycles de frottement

Les volumes d'usure ont été calculés et les résultats obtenus sont montrés dans la Figure 190.

À 100 cycles de frottement, le volume d'usure de l'hémisphère est faible et le plan commence à perdre de la matière sous forme de débris, avec un volume négatif d'environ  $-160 \times 10^3 \mu\text{m}^3$ . Ensuite, à 200 cycles, les deux surfaces de contact ont perdu de la matière, les volumes d'usure sont négatifs pour l'hémisphère et le plan. À 300 cycles, le volume d'usure du plan a plus que doublé, passant de  $-380 \times 10^3$  à  $-870 \times 10^3 \mu\text{m}^3$ . Quant à l'hémisphère, un léger regain de matière est observé, mais il reste négatif.

À 600 cycles, le volume d'usure de l'hémisphère augmente fortement, il devient positif et atteint environ  $650 \times 10^3 \mu\text{m}^3$ . En ce qui concerne le plan, il continue à perdre de la matière, avec un volume d'usure très grand. Finalement, à 1200 cycles, le volume d'usure des deux surfaces de contact est négatif, il y a donc une perte de matière des zones de contact.

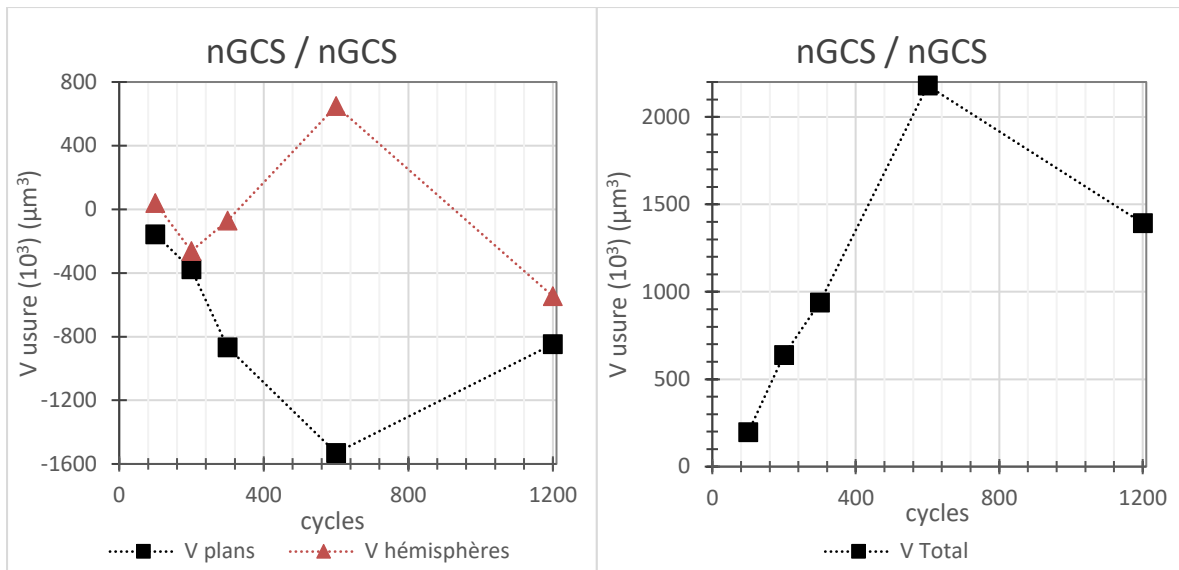


Figure 190 : Évolution du volume d'usure des pions et plans en fonction du nombre de cycles de frottement pour la configuration nGCS / nGCS

Le volume d'usure total augmente linéairement jusqu'à 600 cycles avec une pente de  $4 \times 10^3 \mu\text{m}^3/\text{cycle}$ , puis il diminue jusqu'à 1200 cycles. Cette diminution correspond à un changement du mécanisme d'usure. À 600 cycles, le volume d'usure total correspond pour une partie à de la matière évacuée et pour une autre à de la matière transférée. A 1200 cycles, le volume total d'usure correspond totalement à une perte de matière.

Finalement, la Figure 191 montre le taux d'usure en fonction des cycles de frottement.

Des valeurs très élevées ont été obtenues dès les premiers cycles de frottement, à 100 cycles il est à  $500 \mu\text{m}^3/\text{N.m}$ . Ensuite une légère augmentation est observée, le taux d'usure reste relativement stable jusqu'à environ 600 cycles. Puis, à 1200 cycles, une légère diminution est observée.

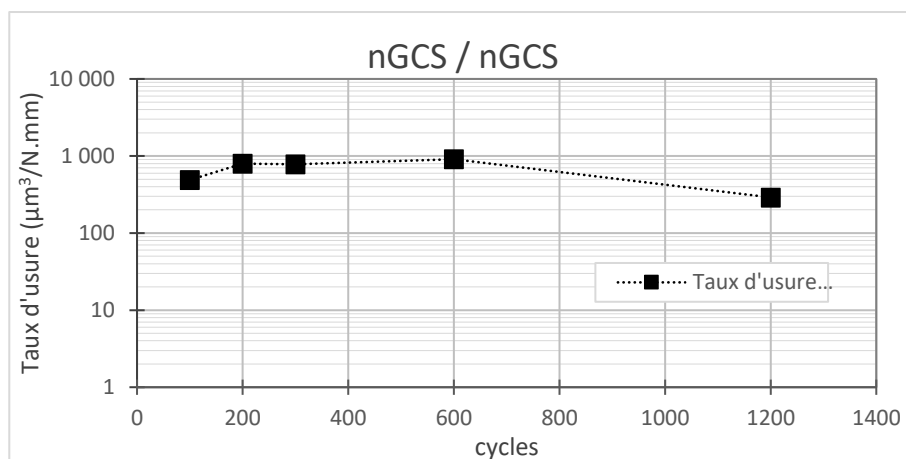


Figure 191 : Évolution du taux d'usure en fonction des cycles de frottement pour la configuration nGCS / nGCS

#### b. Analyses des compositions chimiques des traces d'usure

Dans le but d'étudier l'évolution de la composition chimique des interfaces de contact en fonction des cycles de frottement, la Figure 192 illustre les valeurs obtenues.

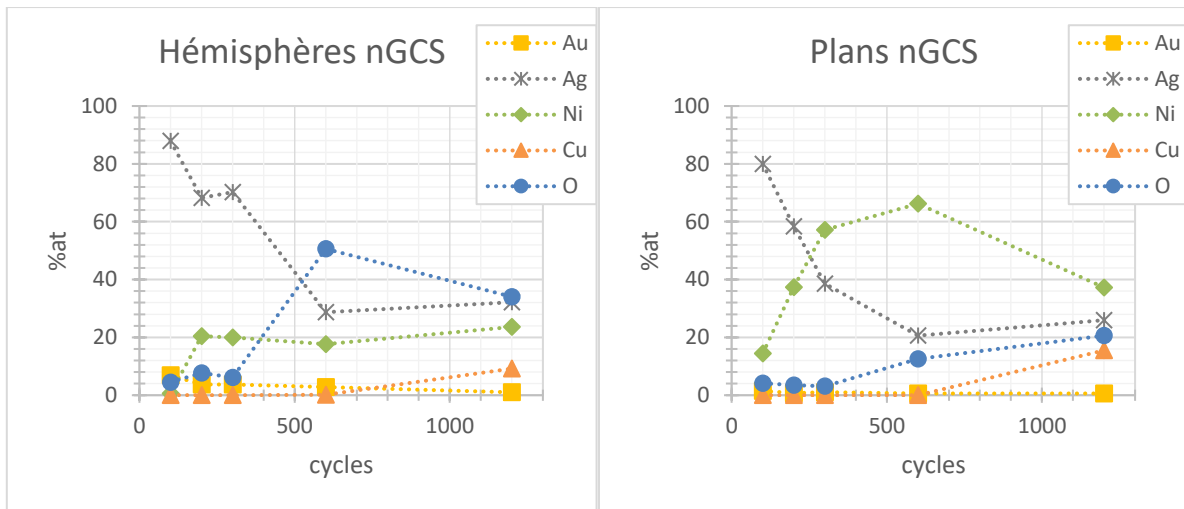


Figure 192 : Évolution de la composition chimique en fonction des cycles de frottement pour la configuration nGCS / nGCS

À 100 cycles de frottement, pour les deux zones de contact, le pourcentage d'argent est prépondérant, 90 %at pour l'hémisphère et 80 %at pour le plan. De plus, la sous-couche de nickel commence à être exposée sur le plan (~14 %at). À 200 cycles l'argent reste toujours prépondérant, ce qui explique que les résistances de contact restent faibles pour ce nombre de cycles.

À 300 cycles, le nickel commence à être prépondérant sur le plan, avec 57 %at, ceci correspond au début de la dégradation électrique. Ensuite à 600 cycles, l'oxygène devient prépondérant sur l'hémisphère et le nickel sur le plan. À ce nombre de cycles la résistance de contact est la plus dégradée. Finalement à 1200 cycles comme vu sur les images des cartographies chimiques, le substrat cuivreux commence à être exposé à 9 %at sur l'hémisphère et 16 %at sur le plan, le nickel et l'oxygène sont moins présents d'où une résistance de contact moins dégradée.

Afin d'illustrer ces résultats, les cartographies chimiques des traces d'usures correspondant à ces résultats sont regroupées dans la Figure 193.

À partir de 100 cycles la sous-couche de nickel commence à être visible sur le plan, l'hémisphère est toujours entièrement recouvert d'argent. Cependant à 200 cycles la sous-couche de nickel est exposée sur les deux surfaces de contact.

Ensuite à 600 cycles le même phénomène que pour la configuration nAGT / nAGT est observé, un transfert de matière a lieu du plan vers l'hémisphère, une couche d'oxyde est présente sur l'hémisphère. Cette couche d'oxyde est donc responsable de la forte augmentation de la résistance de contact. L'Annexe 5 montre de façon plus détaillée les cartographies chimiques de l'hémisphère nGCS à 600 cycles de frottement.

Finalement, à 1200 cycles, le substrat cuivreux est exposé sur les deux surfaces de contact, à ce nombre de cycles la résistance de contact diminue due à l'évacuation de la couche de nickel oxydée.

Cycles	100 cycles	200 cycles	600 cycles	1200 cycles
Hémisphère nGCS				
Plan nGCS				
Rc finale	1,9 mΩ	1,2 mΩ	760 mΩ	7,9 mΩ
COF finale	1,23	0,78	0,79	0,65

Figure 193 : Cartographies EDS des hémisphères et plans nGCS pour les deux comportements étudiés pour différents nombres des cycles de frottement

### c. Conclusion

Dans cette partie la configuration nGCS / nGCS a été étudiée, ainsi que les évolutions topographiques et chimiques des interfaces de contact tout au long des essais de frottement réalisés. Il a été observé que la résistance de contact reste faible et stable durant environ 300 cycles et le seuil de 10 mΩ est dépassé à environ 380 cycles. Le mécanisme d'usure est semblable à la configuration nAGT / nAGT, mais la dégradation électrique arrive plus tôt (une différence de 100 cycles). Une forte usure adhésive a lieu durant les 380 premiers cycles, la couche d'argent et le flash d'or sont éliminés du contact, ce qui engendre des perturbations électriques.

### 3. Conclusion

Les configurations symétriques avec des revêtements à base d'argent et donc les duretés les plus faibles ont été étudiées dans cette partie.

Ces deux configurations ont montré des comportements similaires. Une forte usure adhésive suivie de l'exposition du nickel ce qui engendre des perturbations électriques. Cette partie permet de conclure que le flash d'or a très peu voire aucun impact sur les propriétés tribologiques du revêtement d'argent. La seule différence observée est une légère accélération de l'usure due à la présence du flash d'or. Ceci peut être probablement dû à la différence de dureté de l'or et de l'argent. L'or forme des débris plus durs qui peuvent accélérer l'usure de la couche d'argent.

### III. Mécanismes d'usure des configurations dissymétriques :

Dans cette partie, vont être présentés les résultats des tests de frottement pour les configurations dissymétriques. Ces résultats seront comparés à ceux obtenus précédemment pour les configurations symétriques.

### A. Revêtements ayant des propriétés mécaniques proches

Dans un premier temps, les configurations avec des revêtements dont les propriétés mécaniques sont proches vont être étudiées. On considèrera les revêtements avec les duretés les plus élevées (FG et GXT) puis celles avec les duretés les plus faibles (nAGT et nGCS).

#### 1. Revêtements ayant des duretés élevées : GXT et FG

Les configurations symétriques et dissymétriques des revêtements FG et GXT ont été étudiées. Ceci va nous permettre de voir l'impact de la nature des revêtements sur la durée de vie fonctionnelle du contact, ainsi que de connaître l'influence de la configuration.

La Figure 194 montre l'évolution de la résistance de contact des quatre configurations étudiées lors des essais de frottement. En orange et gris sont représentées les configurations symétriques FG / FG et GXT / GXT, et en bleu et en vert pointillés les configurations dissymétriques FG / GXT et GXT / FG.

Durant les 500 premiers cycles, les propriétés électriques de ces quatre configurations sont assez semblables, elles varient entre 2 et 3 mΩ. Les résistances de contact des configurations avec un plan FG sont plus proches de 2 mΩ, tandis que pour les configurations avec un plan GXT, elles sont plus proche de 3 mΩ. Cette différence peut être due aux propriétés mécaniques des deux revêtements. En effet, le FG étant plus élastique ( $E = 100$  GPa), il engendrera une aire de contact plus grande qu'avec un plan GXT ( $E = 380$  GPa).

Ensuite à partir de 500 cycles les deux configurations dissymétriques ont des résistances de contact faibles et stables jusqu'à 1200 cycles. Ces résultats montrent que concernant l'évolution de la résistance de contact les configurations dissymétriques ont de meilleures propriétés électriques que les configurations symétriques.

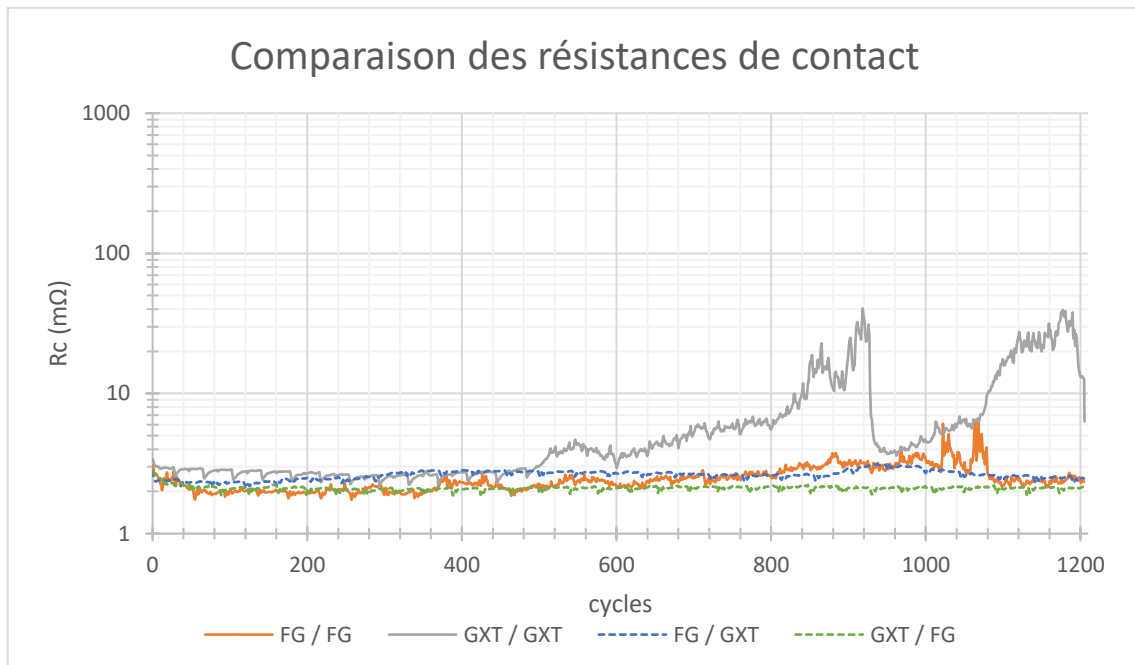


Figure 194 : Évolution de la résistance de contact des configurations symétriques et dissymétriques FG et GXT

L'évolution du coefficient de frottement en fonction des cycles de frottement a également été étudiée. Les résultats concernant les quatre configurations sont montrés dans la Figure 195.



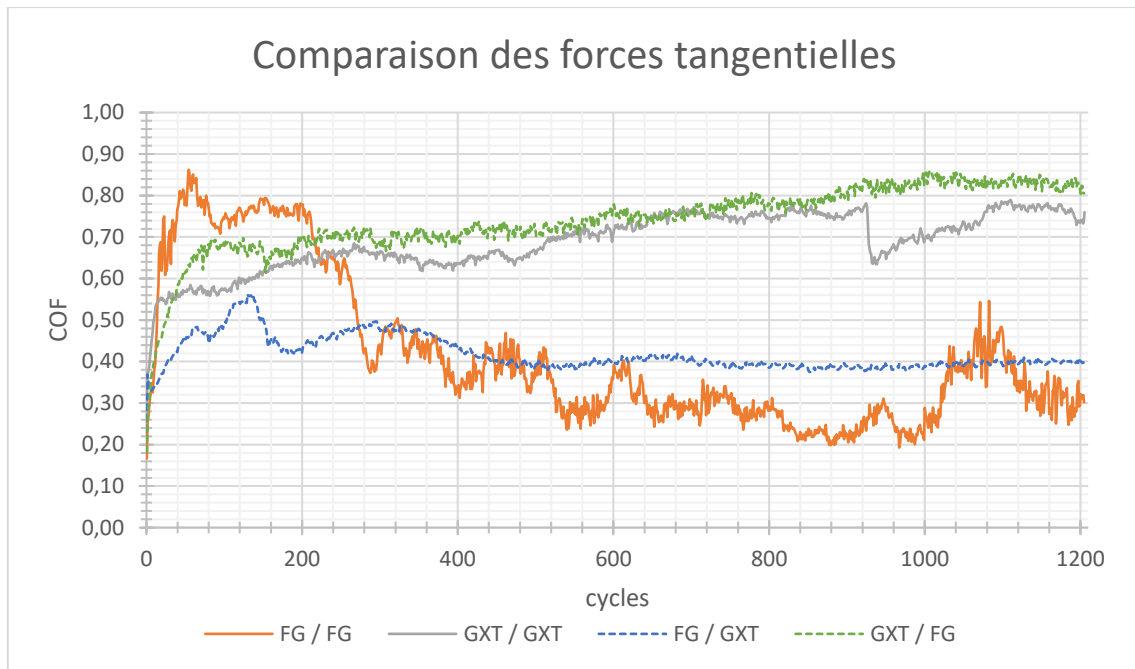


Figure 195 : Évolution du coefficient de frottement des configurations symétriques et dissymétriques FG et GXT

Dès les premiers cycles de frottement des différences au niveau du coefficient de frottement sont visibles. La configuration symétrique FG / FG montre le coefficient de frottement le plus élevé durant les 200 premiers cycles, suivi de la configuration dissymétrique GXT / FG. Ceci montre que lors des 200 premiers cycles, l'adhésion entre les deux surfaces de contact est un peu plus importante lorsque le plan est revêtu par la couche FG. En effet, les configurations avec un plan GXT ont des coefficients de frottement plus faibles. Ceci est cohérent avec les propriétés mécaniques des revêtements.

Ensuite à partir de 200 cycles, le coefficient de frottement de la configuration symétrique FG / FG diminue. Cette configuration est la seule à avoir une grande évolution des valeurs de coefficient de frottement en fonction des cycles, passant d'environ 0,85 à 50 cycles à environ 0,20 à 950 cycles. En ce qui concerne les trois autres configurations, leurs variations sont moins marquées.

À partir de 300 cycles, l'évolution du coefficient de frottement des quatre configurations se divise en deux groupes. Les configurations GXT / GXT et GXT / FG ont des évolutions qui sont relativement proches, on observe une légère augmentation du coefficient de frottement tout au long des 1200 cycles, supérieur à 0,6. D'autre part la configuration dissymétrique FG / GXT a une évolution du coefficient de frottement relativement proche de FG / FG, autour de 0,4, due aux propriétés de lubrification solide de l'or. Ceci montre qu'au-delà de 300 cycles le frottement est fonction de la nature chimique du revêtement de l'hémisphère.

#### a. Analyses de l'évolution de la topographie de surface

Les topographies de surfaces à différents nombres de cycles ont été étudiées. À partir des volumes d'usure, les taux d'usure ont été calculés pour ces quatre configurations (Figure 196).



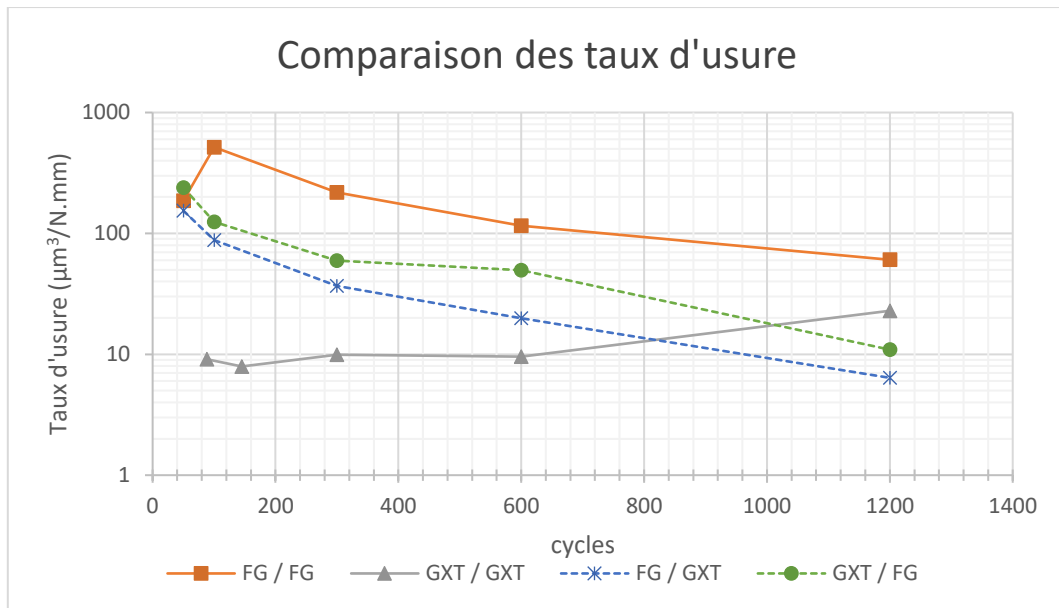


Figure 196 : Évolution du taux d'usure en fonction des cycles de frottement pour les configurations symétriques et dissymétriques FG et GXT

Le même code couleur a été utilisé pour cette figure, orange et gris pour les configurations symétriques et vert et bleu pour les configurations dissymétriques. Trois tendances sont visibles :

- La première correspond à la configuration symétrique FG / FG, le taux d'usure augmente entre 50 et 100 cycles, passant d'environ 155 à 515  $\mu\text{m}^3/\text{N}\cdot\text{mm}$ . Ensuite, la cinétique de l'usure décroît en fonction du nombre de cycles et atteint environ 60  $\mu\text{m}^3/\text{N}\cdot\text{mm}$  à 1200 cycles.
- La deuxième tendance observée correspond aux deux configurations dissymétriques. Leurs taux d'usure ne font que décroître à partir de 50 cycles. C'est-à-dire, plus le nombre de cycles augmente plus le volume d'usure par rapport à la distance totale parcourue diminue, passant d'environ 155  $\mu\text{m}^3/\text{N}\cdot\text{mm}$  à 50 cycles à environ 9  $\mu\text{m}^3/\text{N}\cdot\text{mm}$  à 1200 cycles.
- Finalement, la dernière tendance observée correspond à la configuration symétrique GXT / GXT. Le taux d'usure reste stable durant les 600 premiers cycles, puis il augmente passant d'environ 10  $\mu\text{m}^3/\text{N}\cdot\text{mm}$  à 600 cycles à environ 23  $\mu\text{m}^3/\text{N}\cdot\text{mm}$  à 1200 cycles.
- Ces trois tendances montrent que l'évolution de la cinétique d'usure est fonction du revêtement étudié. De plus, on remarque que le revêtement GXT a une cinétique d'usure 50 fois plus lente durant les 150 premiers cycles, et 10 fois plus lente à 600 cycles par rapport au revêtement FG. De plus, pour les configurations dissymétriques, les taux d'usure se situent entre ceux des configurations symétriques jusqu'à 600 cycles.

La configuration dissymétrique FG / GXT a un taux d'usure légèrement plus faible que la configuration GXT / FG, ceci peut s'expliquer par les différences de surfaces cinématiques. En effet, pour la configuration FG / GXT « la grande surface cinématique », c'est-à-dire, la surface la plus sollicitée lors du frottement, correspond au plan et donc au revêtement GXT, qui lui a une cinétique d'usure plus lente. Tandis que « la grande surface cinématique » pour la configuration GXT / FG correspond au revêtement FG qui a une cinétique d'usure plus importante donc le taux d'usure sera légèrement plus important.

Les images 3D des traces d'usure à 100 cycles pour les quatre configurations sont montrées sur la Figure 197.

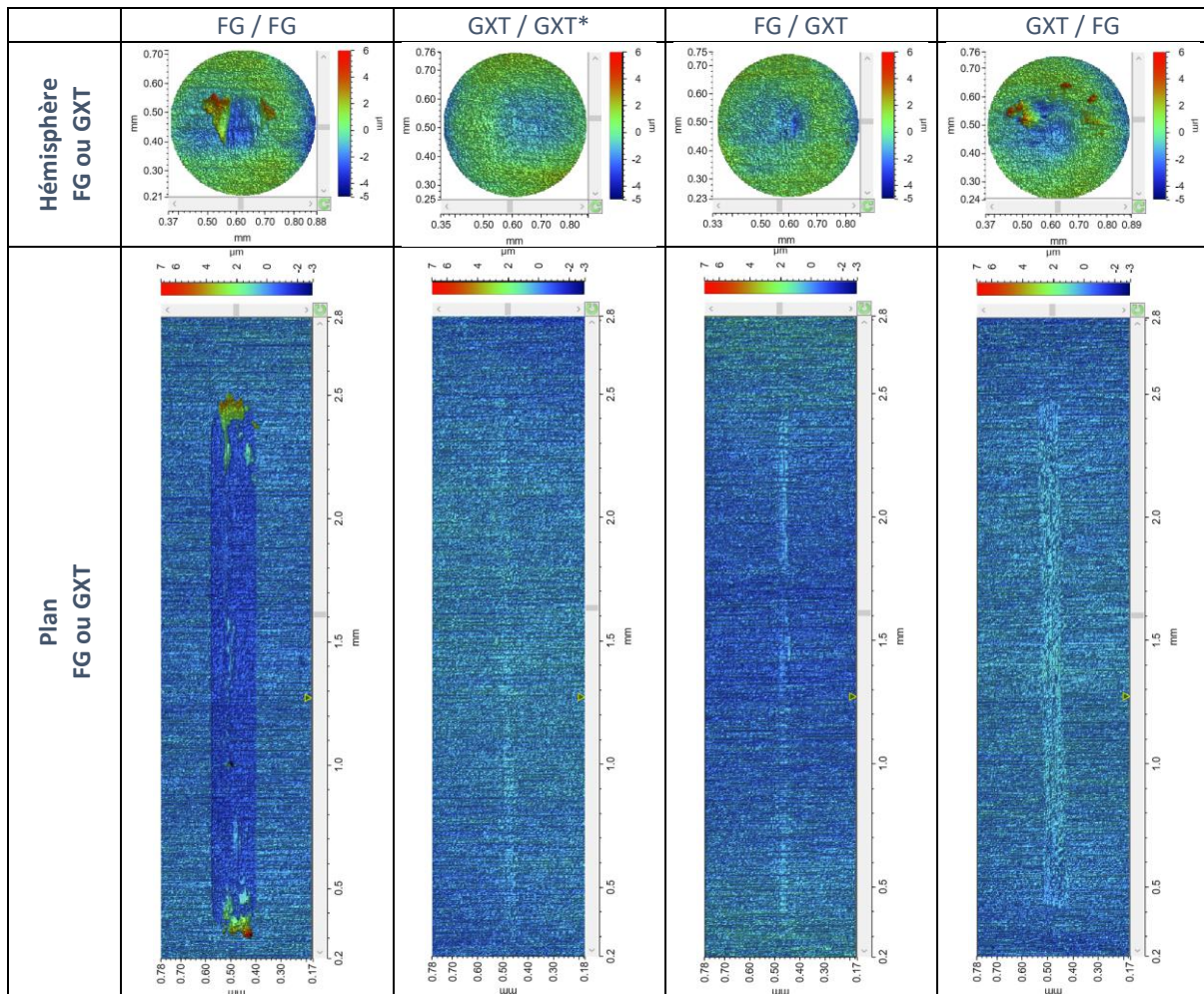


Figure 197 : Images 3D des hémisphères et plans des quatre configurations étudiées à 100 cycles de frottement (\*150 cycles)

Pour les configurations dissymétriques, le revêtement FG est celui qui montre les changements les plus importants concernant la topographie des surfaces, notamment lorsque l'on compare les deux plans. En ce qui concerne les hémisphères, le changement de topographie le plus important est observé pour l'hémisphère GXT, ceci correspond au transfert de matière provenant du plan FG.

#### b. Analyses des compositions chimiques

En complément de l'étude des topographies de surfaces, une étude de la composition chimique des zones de contact a été réalisée. La Figure 198 regroupe plusieurs graphiques représentant la moyenne des pourcentages atomiques des deux surfaces de contact en fonction des cycles de frottements suivant la configuration étudiée.

Pour les trois configurations impliquant le revêtement FG le pourcentage atomique d'or est toujours supérieur à ceux des autres éléments. Ceci permet d'expliquer que pour ces trois configurations la résistance de contact reste toujours inférieure à 10 mΩ. De plus, les configurations avec un plan FG ont des pourcentages d'or plus importants. Ceci s'explique par les différentes surfaces cinématiques, les plans FG étant revêtus avec environ 0,8 μm d'or, ils ont une quantité d'or disponible plus importante qu'avec les plans GXT où l'épaisseur d'or est comprise entre 50 et 80 nm.

En ce qui concerne la configuration GXT / GXT, c'est la seule des quatre configurations à avoir un pourcentage d'or inférieur à 20 %at à l'interface de contact. De plus, à partir de 600 cycles l'oxygène dépasse légèrement les 20 %at et le nickel a un pourcentage atomique proche du palladium à

l'interface de contact. Ces compositions chimiques permettent donc aussi d'expliquer les perturbations de la résistance de contact pour cette configuration.

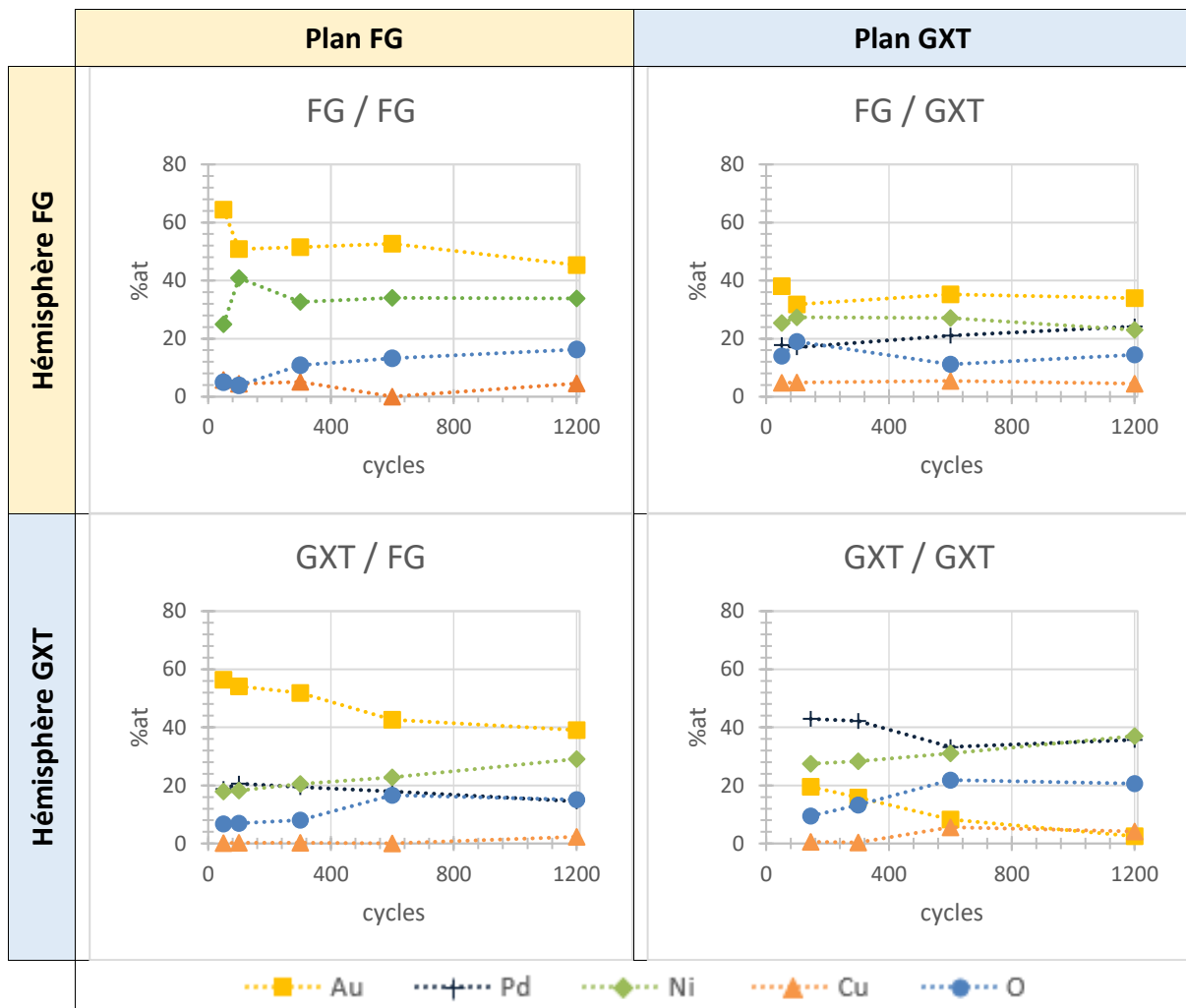


Figure 198 : Évolution des compositions (en pourcentages atomiques) des traces d'usure (moyenne hémisphère et plan) pour les quatre configurations étudiées

### c. Conclusion

Dans cette partie, les configurations symétriques et dissymétriques concernant les revêtements FG et GXT ont été étudiées. Les trois configurations où le revêtement FG est présent n'ont pas montré de perturbations électriques significatives. Dans le cas de la configuration GXT / GXT les perturbations électriques arrivent à environ 480 cycles.

Le Tableau 18 regroupe le nombre de cycles maximum que peut atteindre chaque configuration sans perturbations électriques :

Configuration	GXT / GXT	FG / FG	GXT / FG	FG / GXT
Nombres de cycles	~850 cycles	>1200 cycles		

Tableau 24 : Début des dégradations électriques pour les quatre configurations « durs / durs » soumis à du frottement

La résistance du revêtement GXT à l'usure lors de ces tests de frottement a pu être mise en évidence. En effet, la configuration GXT / GXT présente la cinétique d'usure la plus lente. De plus, ce revêtement permet de diminuer la cinétique d'usure pour la configuration FG / GXT par rapport à la configuration FG / FG d'environ 6 fois entre 100 et 600 cycles et d'environ 10 fois à 1200 cycles.

D'autre part, l'étude des compositions des traces d'usure par analyse EDS a permis de mettre en évidence l'importante quantité d'or à l'interface de contact pour les configurations où le revêtement FG est présent. En effet, la présence d'un hémisphère FG permet d'augmenter de presque deux fois la quantité d'or à 100 cycles, d'environ 6 fois à 600 cycles et d'environ 9 fois à 1200 cycles pour la configuration FG / GXT par rapport à GXT / GXT.

Ces deux constats permettent de conclure que la meilleure des quatre configurations est la configuration FG / GXT car la résistance à l'usure est grandement améliorée par la présence du revêtement GXT sur le plan et la stabilité de la résistance de contact est améliorée par la présence du revêtement FG sur l'hémisphère.

## 2. Revêtements ayant des duretés faibles : nAGT et nGCS

Ce paragraphe décrit l'impact de la nature des revêtements et de la configuration hémisphère / plan sur la durée de vie fonctionnelle des contacts électriques pour des revêtements avec des propriétés mécaniques proches.

La Figure 199 montre l'évolution de la résistance de contact en fonction des cycles de frottement pour les quatre configurations étudiées. Elles sont représentées en orange et en gris pour les configurations symétriques nAGT / nAGT et nGCS / nGCS et en bleu et vert pointillés pour les configurations dissymétriques nAGT / nGCS et nGCS / nAGT.

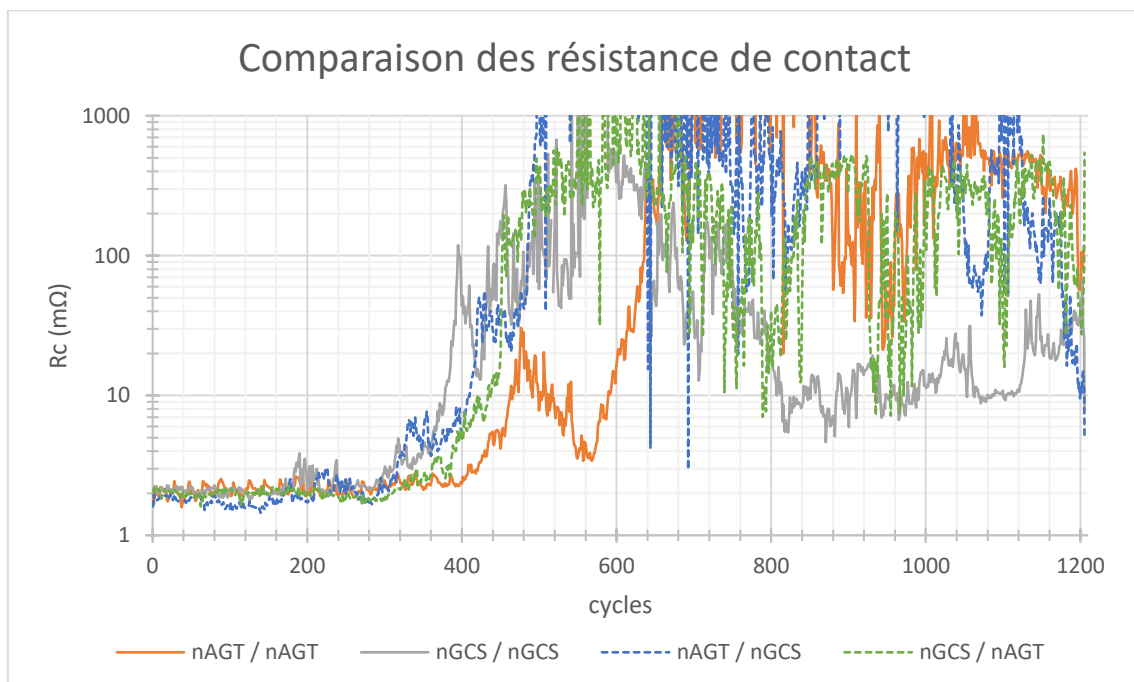


Figure 199 : Évolution de la résistance de contact durant les essais de frottement pour les configurations symétriques et dissymétriques nAGT et nGCS

L'évolution de la résistance de contact durant les 180 premiers cycles est semblable pour les quatre configurations, celle-ci est faible et oscille autour de 2 mΩ. À 180 cycles des perturbations sont observées pour la configuration symétrique nGCS / nGCS puis à 380 cycles cette configuration dépasse le seuil des 10 mΩ. À 410 cycles la configuration dissymétrique nAGT / nGCS dépasse également ce seuil. Finalement, les deux configurations avec un plan nAGT dépassent ce seuil à environ 430 cycles pour la configuration dissymétrique et 470 cycles pour la symétrique.

Ces résultats montrent que les quatre configurations ont des comportements électriques semblables ; il y a peu d'impact de la présence du flash d'or, et donc de la configuration utilisée.

En parallèle l'évolution des coefficients de frottement a également été étudiée pour les quatre configurations. Les résultats obtenus sont montrés sur la Figure 200. Le même code couleur que pour l'évolution des résistances de contact a été utilisé.

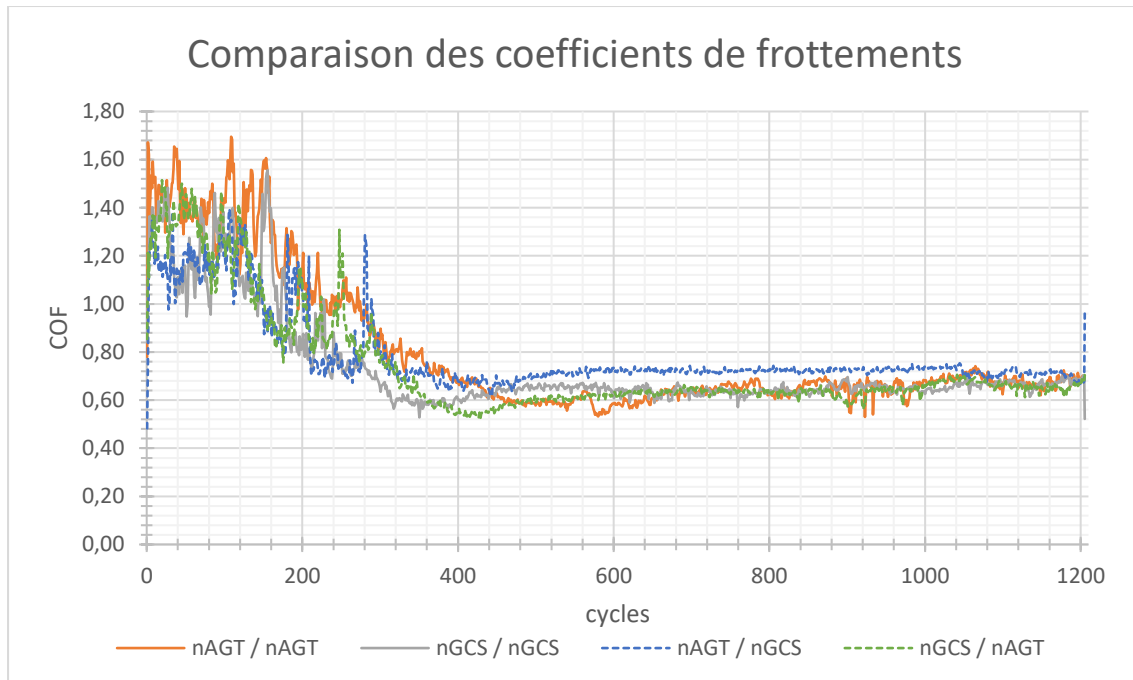


Figure 200 : Évolution du coefficient de frottement des configurations symétriques et dissymétriques nAGT et nGCS

Comme pour l'évolution de la résistance le contact, l'évolution des coefficients de frottement des quatre configurations est assez semblable. Au début de l'essai les valeurs de  $\mu$  sont assez élevées proche de 1,4 puis diminuent progressivement jusqu'à atteindre environ 0,6 à 400 cycles pour les quatre configurations.

Grâce aux études des configurations symétriques faites précédemment on peut dès à présent interpréter ces résultats. En effet, tout au long de la diminution du coefficient de frottement (en moyenne 1,4 à 0,6) la couche d'argent est repoussée sur les extrémités. De plus, à partir de 400 cycles, lorsque le coefficient de frottement se stabilise à environ 0,6, le frottement a lieu nickel contre nickel, ce qui explique les perturbations électriques. De plus, ces résultats montrent que le flash d'or n'a pas de grand impact sur les mécanismes d'usure, les configurations dites « mou / mou » se comportent de façon relativement similaire.

L'étude des topographies de surface ainsi que des compositions chimiques qui suivent va donc être plus succincte car les mécanismes d'usure et l'évolution des propriétés électriques en fonction des cycles de frottement sont similaires pour ces quatre configurations et ont donc été expliqués précédemment.

a. Analyses de l'évolution de la topographie de surface

La Figure 201 illustre l'évolution du taux d'usure en fonction des cycles de frottement pour les quatre configurations étudiées.



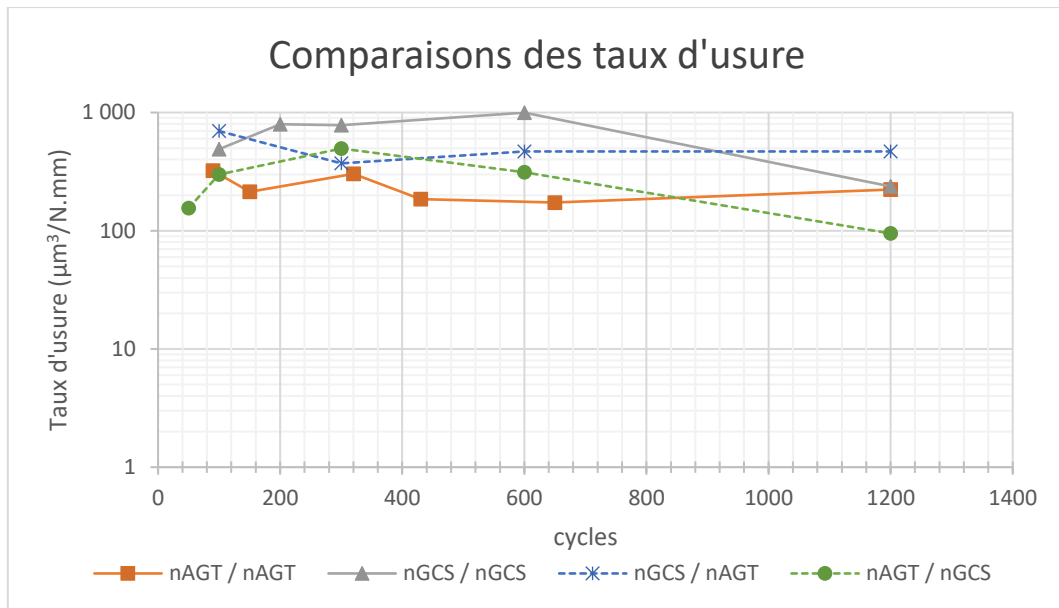


Figure 201 : Évolution du taux d'usure en fonction des cycles de frottement pour les configurations symétriques et dissymétriques nAGT et nGCS

Les taux d'usure des quatre configurations sont assez élevés. Comme vu lors des études des configurations symétriques nAGT / nAGT et nGCS / nGCS, dès les premiers cycles, de grandes déformations plastiques des zones de contact ont lieu. L'adhésion entre les deux zones de contact est très forte, de la matière est repoussée sur les extrémités dès les premiers cycles.

La configuration nGCS / nGCS présente le taux d'usure le plus élevé. Ceci est en bonne corrélation avec la dégradation électrique qui arrive plus vite pour cette configuration.

#### b. Analyses des compositions chimiques

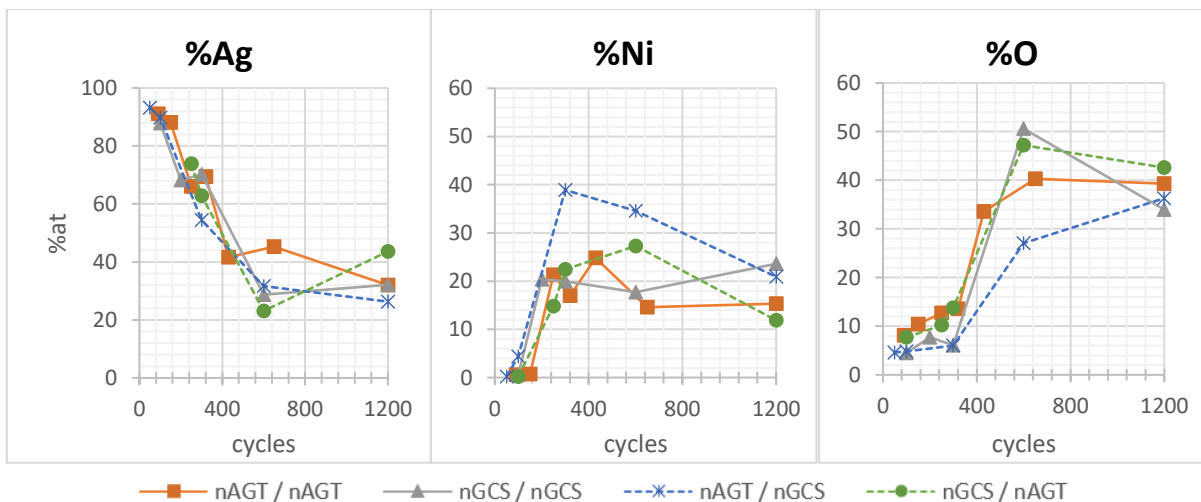


Figure 202 : Évolution des pourcentages atomiques de l'argent, du nickel, et de l'oxygène pour les quatre configurations étudiées

Le suivi des compositions chimiques des zones de contacts a également été étudié. L'évolution des pourcentages atomiques d'argent, nickel et oxygène des quatre configurations étudiées est illustré dans la Figure 202. On observe que l'évolution des pourcentages atomiques de ces trois éléments est semblable pour les quatre configurations. Les mêmes tendances sont observées : une diminution

rapide de la quantité d'argent présent à l'interface, une augmentation de la présence de la sous-couche de nickel sur la zone de contact, suivie d'une augmentation de la présence de l'oxygène dans la zone de contact.

Du fait de l'usure adhésive des changements de la composition chimique des zones de contacts amène des perturbations électriques.

### c. Conclusion

Les quatre configurations concernant les revêtements à base d'argent (nAGT et nGCS) ont été étudiés. Le Tableau 25 regroupe le nombre de cycles à partir duquel le seuil de 10 mΩ est dépassé.

Configuration	nGCS / nGCS	nAGT / nGCS	nGCS / nAGT	nAGT / nAGT
Nombres de cycles	~380 cycles	~410 cycles	~430 cycles	~470 cycles

Tableau 25 : Début des dégradations électriques pour les quatre configurations

Les mécanismes d'usure et les comportements électriques de ces quatre configurations sont semblables. L'impact du flash d'or est négligeable sur la durée de vie fonctionnelle du contact électrique, bien qu'il ait été montré que ce flash d'or a une légère tendance à diminuer la durée de vie du contact électrique pour des configurations dites « mou / mou ».

En résumé, pour les quatre configurations étudiées le mécanisme d'usure qui génère des perturbations électriques est adhésif. L'adhésion des deux zones de contact, dès les premiers cycles de frottement, élimine l'argent des traces et met petit à petit à nu la sous-couche de nickel. De plus, lorsque le flash d'or est présent, la couche d'argent est chassée plus rapidement. L'hypothèse émise est que l'or ayant une dureté plus élevée que l'argent va engendrer des débris de dureté plus élevée et donc accélérer l'usure de la couche d'argent.

Une solution pour augmenter la durée de vie fonctionnelle des contacts avec ce type de revêtement est de diminuer l'usure adhésive lors des premiers cycles, c'est pourquoi, lors de la mise sur le marché de ce type de contact, l'industrie de la connectique utilise des lubrifiants.

## B. Propriétés mécaniques éloignées

Dans cette partie huit configurations dissymétriques avec des revêtements ayant des propriétés mécaniques éloignées vont être étudiées. Dans un premier temps, les configurations avec un hémisphère de dureté plus élevée (FG et GXT) contre un plan de dureté plus faible (nAGT et nGCS) vont être étudiées. Et dans un deuxième temps les configurations inverses, un hémisphère avec une dureté plus faible contre un plan avec une dureté plus élevée.

Leurs comportements électriques et mécaniques vont être analysés. À partir de différents essais arrêtés les mécanismes d'usure de l'ensemble des configurations vont être étudiés.

### 1. Hémisphères de duretés élevées et plans de duretés faibles

La Figure 203 regroupe l'évolution des résistances de contact des quatre configurations dissymétriques étudiées. En orange et en gris sont représentées les configurations avec un hémisphère FG (FG / nAGT et FG / nGCS) et en bleu et vert pointillés sont représentées les configurations avec un hémisphère GXT (GXT / nAGT et GXT / nGCS).



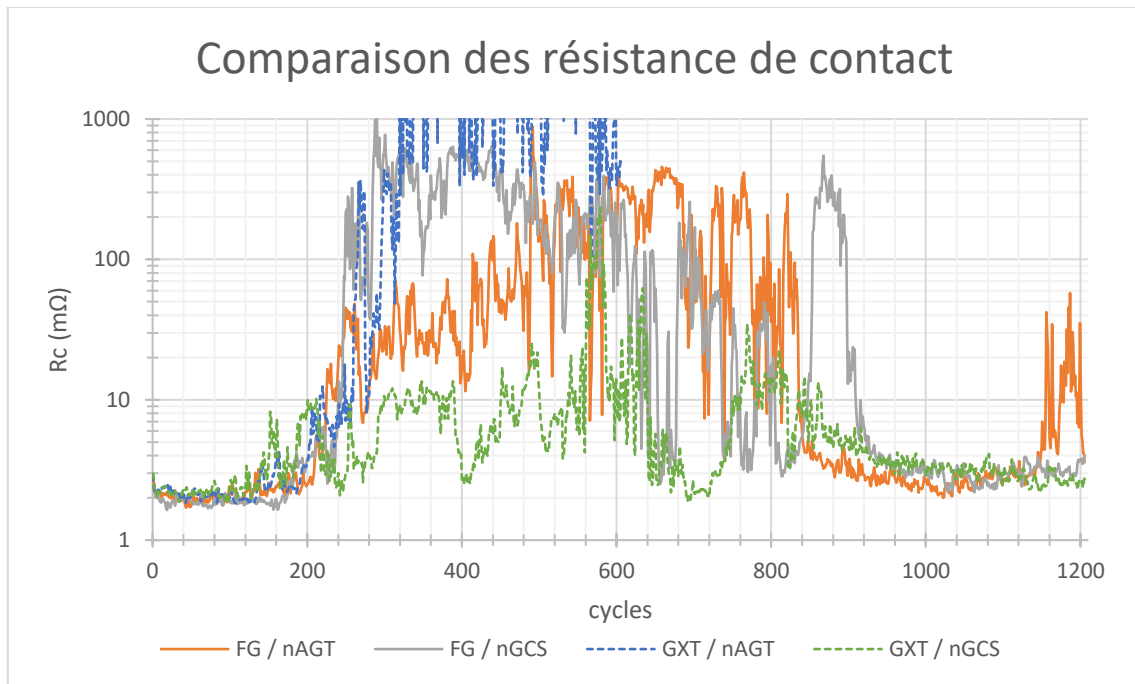


Figure 203 : Évolution de la résistance de contact des configurations dissymétriques avec des hémisphères de duretés élevés (FG et GXT) et les plans de dureté faibles (nAGT et nGCS)

Les quatre configurations ont une évolution de la résistance de contact relativement semblable. Les résistances de contact initiales pour les configurations avec un hémisphère FG sont proches des 2,5 mΩ tandis que pour les configurations avec un hémisphère GXT la résistance de contact initiale est proche de 3 mΩ.

La résistance de contact diminue et se stabilise autour des 2 mΩ durant environ 130 cycles pour les quatre configurations. À partir de 130 cycles les résistances de contact commencent à se dégrader et dépassent les 10 mΩ entre 200 et 245 cycles pour les quatre configurations. Entre 200 et 900 cycles, les résistances de contact sont très perturbées et elles varient entre 3 et plus de 1000 mΩ. Finalement à partir de 900 cycles les résistances de contact diminuent et se stabilisent autour de 3 mΩ. Bien que la configuration GXT / nGCS atteigne des valeurs de résistance de contacts moins importantes que pour les trois autres configurations, son évolution est semblable.

Cette figure nous permet donc de faire les constats suivants :

- L'impact de la nature chimique des revêtements, FG ou GXT et nAGT ou nGCS, est très faible en ce qui concerne le début des perturbation électriques.
- De plus, lorsque le contact a lieu entre un hémisphère de dureté plus élevée (FG ou GXT) contre un plan de dureté plus faible (nAGT ou nGCS), (« dur / mou ») la résistance de contact se dégrade plus rapidement que l'ensemble des configurations étudiées précédemment, (« dur / dur » et « mou / mou »).

Le coefficient de frottement en fonction des cycles a également été étudié pour ces quatre configurations. Les résultats obtenus ont été regroupés dans la Figure 204.

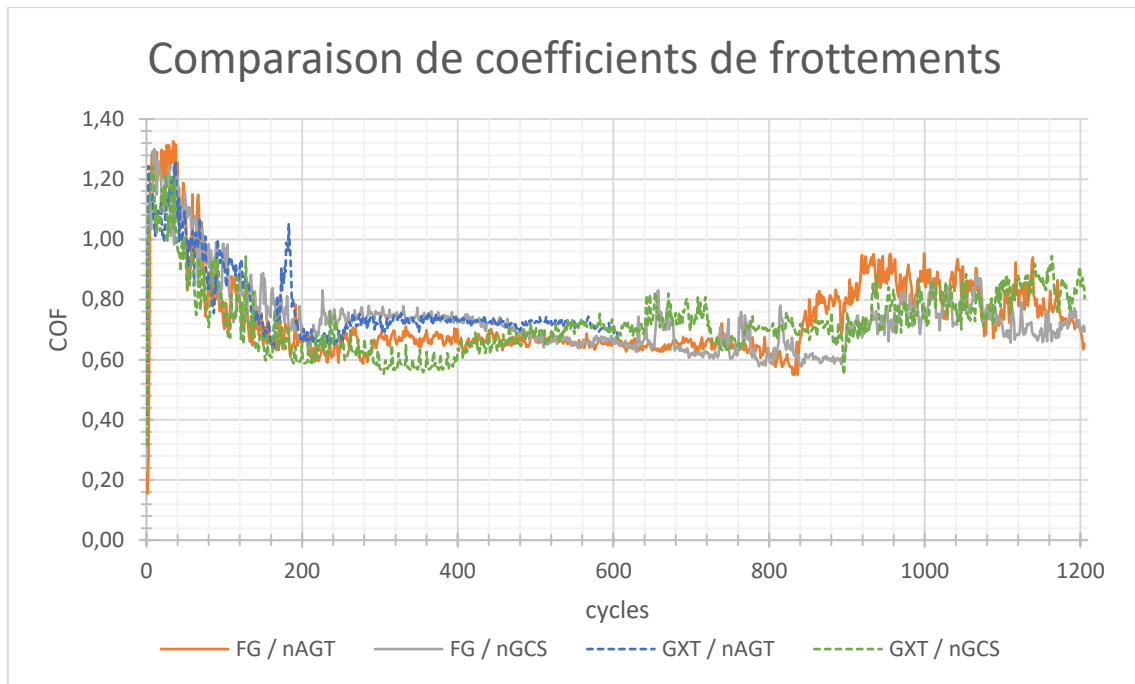


Figure 204 : Évolution des forces tangentielles des configurations dissymétriques avec des hémisphères de dureté élevée (FG et GXT) et les plans de dureté faible (nAGT et nGCS)

Pour les quatre configurations étudiées, le coefficient de frottement augmente rapidement et se stabilise à environ 1,2 durant les 50 premiers cycles. Une adhésion forte est constatée entre les deux surfaces de contact durant les premiers cycles. Ensuite, le coefficient de frottement décroît rapidement et atteint des valeurs comprises entre 0,6 et 0,7 à environ 200 cycles et se stabilise à cette valeur durant environ 600 cycles. Ce changement de tendance montre qu'à partir de 200 cycles, des changements de composition chimique et de topographie de surface ont probablement eu lieu sur les surfaces de contact. Finalement une petite augmentation est observée à partir d'environ 900 cycles.

De nouveau, la nature chimique des revêtements a peu d'impact sur le coefficient de frottement lorsqu'un pion « dur » frotte sur un plan moins dur. De plus, le nombre de cycles auquel le coefficient de frottement atteint des valeurs proches de 0,6 correspond au début des perturbations électriques.

#### a. Analyses de l'évolution de la topographie de surface

Les topographies de surface à différents nombres de cycles ont été étudiées pour les quatre configurations. À partir des images 3D les volumes d'usure des hémisphères et des plans ont été calculés. Les résultats obtenus sont illustrés dans la Figure 205. À gauche ont été regroupés les résultats concernant les hémisphères et à droite ce concernant les plans.

En ce qui concerne les hémisphères, jusqu'à 600 cycles l'ensemble des volumes d'usure est positif, il y a transfert du plan vers l'hémisphère. Au-delà de 600 cycles, les hémisphères FG ont perdu de la matière, en effet, l'hémisphère de la configuration FG / nGCS a un volume négatif de  $-200 \times 10^3 \mu\text{m}^3$ , et celui de FG / nAGT a, quant à lui, un volume négatif d'environ  $-420 \times 10^3 \mu\text{m}^3$ .

Les hémisphères de la configuration GXT / nGCS et GXT / nAGT, ont un volume qui reste toujours positif, jusqu'à 600 cycles pour la configuration GXT / nAGT et jusqu'à 1200 cycles pour la configuration GXT / nGCS. Ceci met de nouveau en évidence, la grande résistance à l'usure du revêtement GXT. En effet, son volume d'usure reste toujours positif lors du frottement sur des plans argentés.

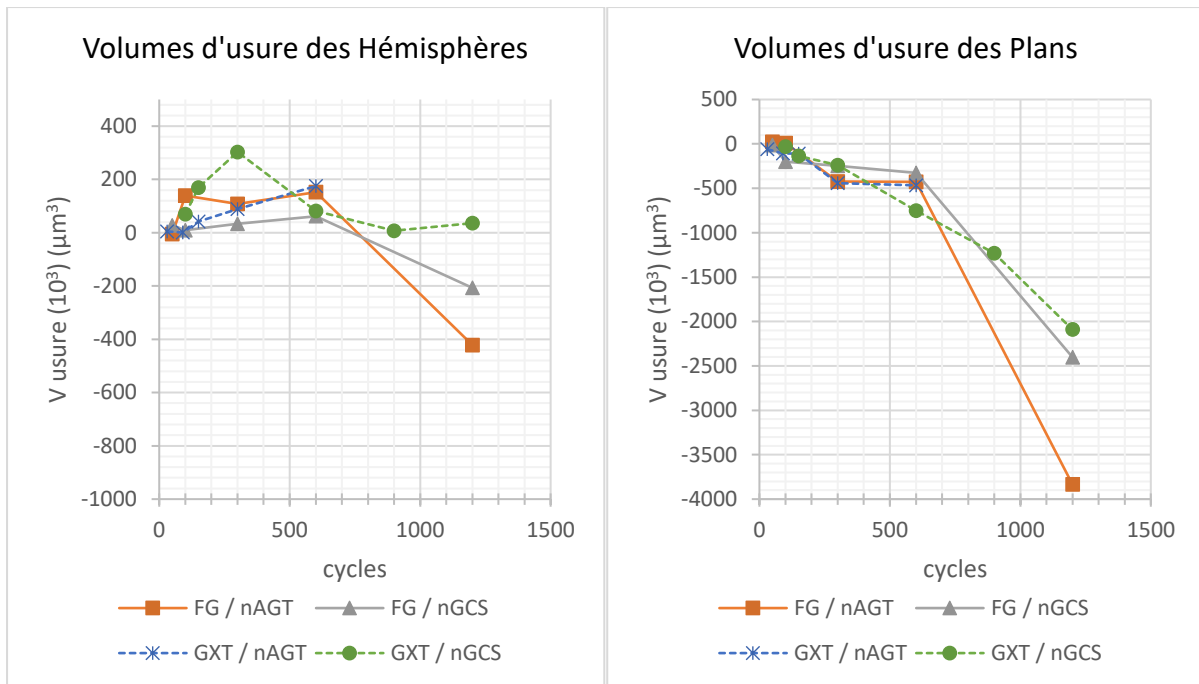


Figure 205 : Évolution du volume d'usure en fonction des cycles de fretting pour les configurations dissymétriques FG et GXT contre nAGT et nGCS

On observe que les traces d'usure des plans ont toujours un volume négatif. C'est à dire que les plans perdent de la matière en fonction des cycles de frottements. Jusqu'à 600 cycles, les volumes d'usure sont inférieurs à  $-750 \times 10^3 \mu\text{m}^3$ . Et à partir de 600 cycles on observe une légère accélération de cette perte de matière.

En résumé, lorsqu'un hémisphère de dureté plus élevée frotte contre un plan de dureté plus faible, un transfert de matière du plan vers l'hémisphère a lieu. Finalement, le revêtement FG montre une résistance à l'usure moins importante que le GXT. Le transfert de l'argent du plan vers l'hémisphère ayant eu lieu lors des premiers cycles ; l'argent est évacué et l'hémisphère FG perd ensuite de la matière.

#### b. Analyses des compositions chimiques

En complément les quantifications chimiques des surfaces de contact ont été réalisées. Les évolutions du pourcentage atomique d'argent et de nickel sur les hémisphères et les plans ont été regroupées dans la Figure 206.

Entre 100 et 150 cycles de frottement, un fort pourcentage atomique d'argent est observé sur les traces d'usure des hémisphères celui-ci est compris entre 65 et 80 %at. Les traces sur les plans ont toujours une grande quantité d'argent supérieur à 50 %at. Ceci est corrélé aux faibles valeurs des résistances de contact obtenues à ce même nombre de cycles et montre que le transfert de matière de la Figure 205 correspond à un transfert d'argent du plan vers l'hémisphère.

Ensuite à 300 cycles, le pourcentage atomique de nickel devient prépondérant sur les surfaces de contact des plans, à environ 60 %at. De plus, le pourcentage atomique d'argent chute de façon importante sur les surfaces de contact des hémisphères et des plans et atteint environ 30 %at. Ceci peut expliquer les perturbations électriques (Figure 203), en effet l'argent a été éliminé de la zone de contact et le nickel a été mis à nu.

Finalement à 600 et 1200 cycles, les pourcentages atomiques d'argent et de nickel diminuent pour l'ensemble des traces d'usure. Ceci montre que la sous couche de nickel a également été enlevée, ce qui peut expliquer la légère accélération de perte de matière des plans vu précédemment.

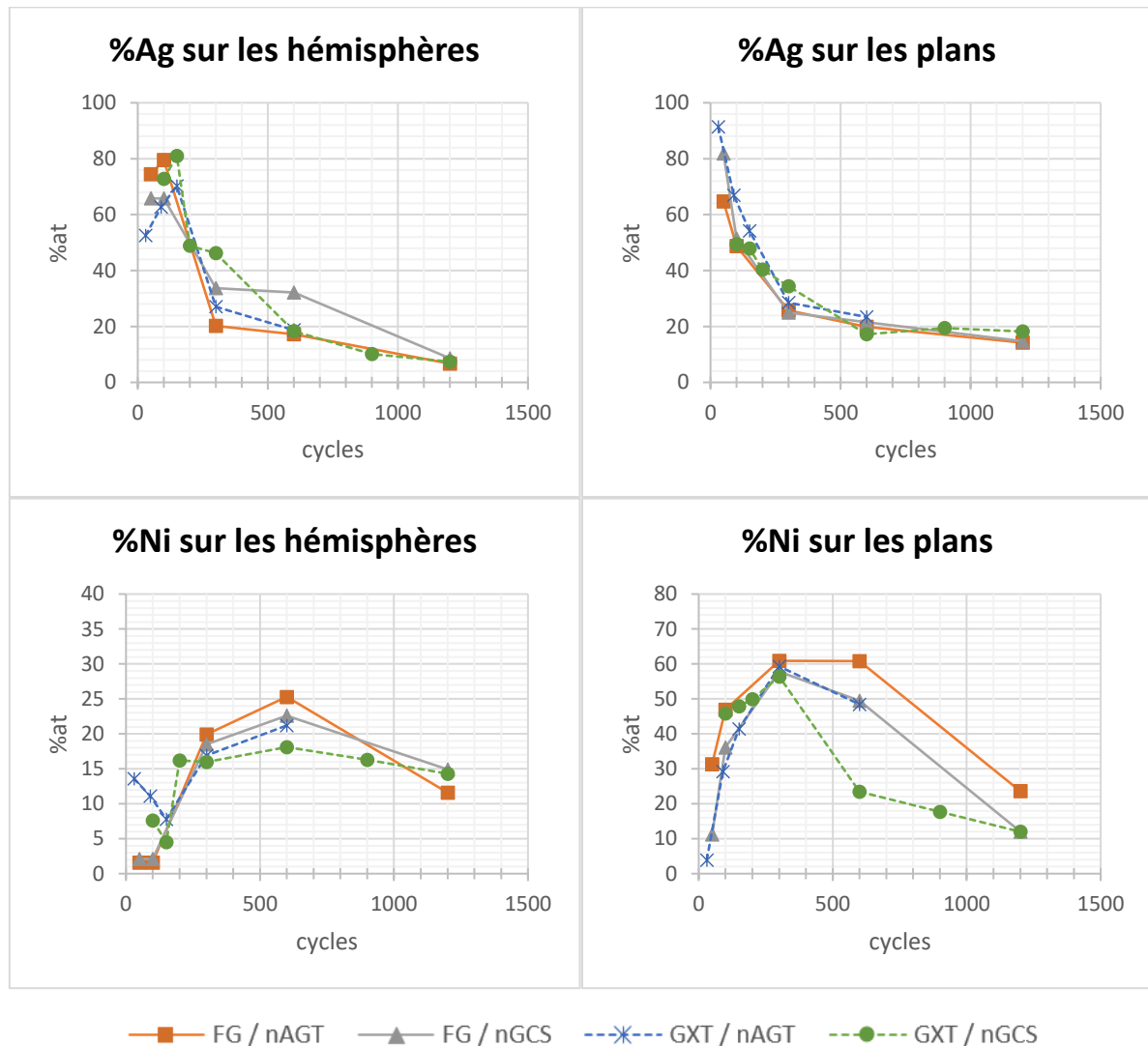


Figure 206 : Évolution de la composition chimique en fonction des cycles de frottement pour les configurations dissymétriques FG et GXT contre nAGT et nGCS

Afin d'illustrer ces pourcentages atomiques, la Figure 207 groupe les cartographies chimiques des hémisphères FG et GXT ainsi que des plans nAGT et nGCS à 300 cycles de frottement.

Les cartographies chimiques de ces quatre configurations sont semblables. L'ensemble des hémisphères sont recouverts d'argent mais avec une forte présence d'oxygène au centre de la trace d'usure. L'argent a été repoussé sur les extrémités de la trace d'usure, le nickel a été mis à nu au centre et il s'est oxydé (Annexe 6 pour plus de détails). Ceci peut expliquer les fortes valeurs de résistances de contact obtenues. Quant au plan, comme attendu, la sous couche de nickel compose essentiellement les surfaces de contacts et l'argent a été repoussé sur les extrémités.

Chapitre 5 : Frottements macroscopiques : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques

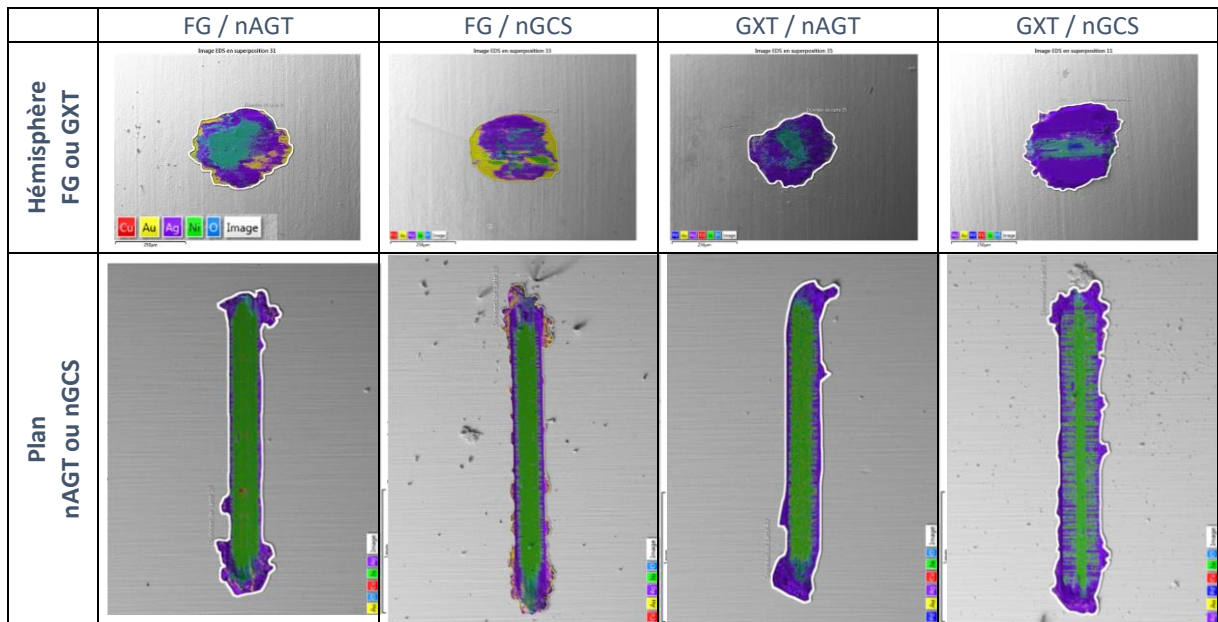


Figure 207 : Cartographies EDS des hémisphères et plans des quatre configurations étudiées à 300 cycles

Finalement, les cartographies chimiques à 1200 cycles sont illustrées dans la Figure 208. La configuration GXT / nAGT n'est pas présente, car pour cette configuration les essais ont été arrêtés à 600 cycles. L'ensemble des traces est composé majoritairement du substrat cuivreux. Les hémisphères FG ainsi que les plans nAGT et nGCS sont très usés et très creusés, tandis que l'hémisphère GXT est très peu creusé (Annexe 7). Le cuivre observé sur la zone de contact provient donc du plan nGCS.

A ce stade l'ensemble des configurations correspond à un contact cuivre sur cuivre, c'est pourquoi, pour ce nombre de cycles la résistance de contact est proche des 3 mΩ.

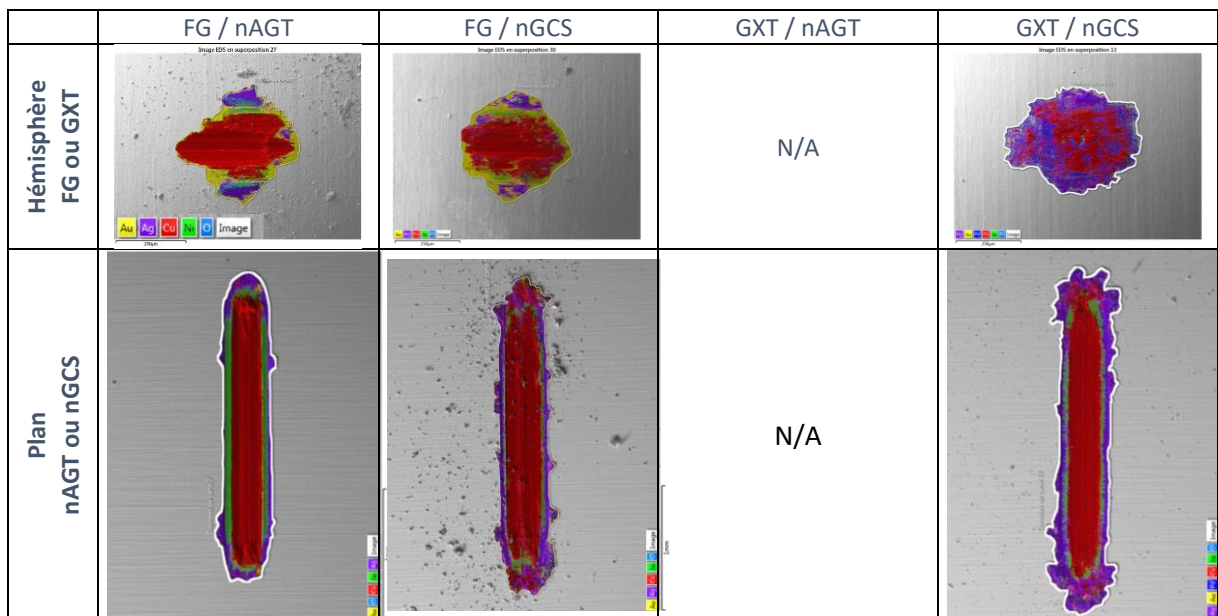


Figure 208 : Cartographies EDS des traces d'usure des hémisphères et plans des quatre configurations étudiées à 1200 cycles

c. Conclusion

Dans cette partie, les configurations dissymétriques, hémisphères de dureté plus élevé contre plans de dureté plus faible ont été étudiées.

Dans un premier temps on observe que la dégradation électrique a lieu entre 200 et 245 cycles. Dès les premiers cycles une forte adhésion a lieu entre les deux surfaces de contact, ce qui engendre une usure adhésive, la couche d'argent des plans est éliminée de la trace d'usure et le nickel est mis à nu. Ensuite, le contact a lieu entre un hémisphère dur (FG ou GXT) contre un plan nickelé. Ce contact engendre rapidement de fortes perturbations électriques car le frottement de FG ou GXT contre du nickel génère une usure abrasive avec oxydation des particules.

De plus, les deux constats précédent sont confirmés. Le premier concerne le faible impact du flash d'or sur les propriétés tribologiques de la couche d'argent. Le deuxième concerne la résistance à l'usure du revêtement GXT.

## 2. Hémisphères de dureté faible et plans de dureté élevée

Dans cette dernière partie, les configurations dissymétriques avec des hémisphères nAGT et nGCS contre des plans FG et GXT vont être étudiées.

Dans un premier temps les configurations nAGT ou nGCS contre un plan FG vont être étudiées. La Figure 209 regroupe l'évolution de la résistance de contact pour les configurations nAGT / FG en orange et nGCS / FG en gris.

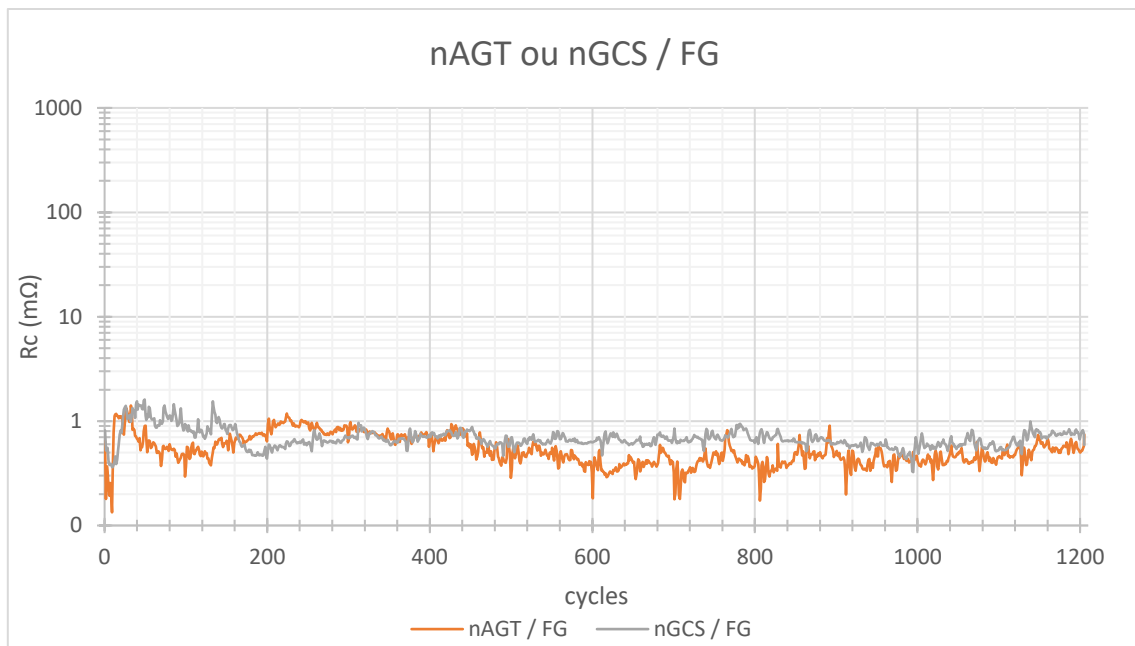


Figure 209 : Évolution de la résistance de contact des configurations dissymétriques nAGT et nGCS contre un plan FG

Les résistances de contact débutent à environ 1 mΩ pour les deux configurations. Ensuite elles restent faibles et stables durant 1200 cycles. Aucune perturbation électrique n'est visible, la résistance de contact ne dépasse jamais 2 mΩ. Ces configurations présentent de très bonnes propriétés électriques lorsqu'elles sont soumises à un test de frottement dans les conditions de cette étude.

L'évolution du coefficient de frottement pour ces deux configurations est tracée sur la Figure 210.

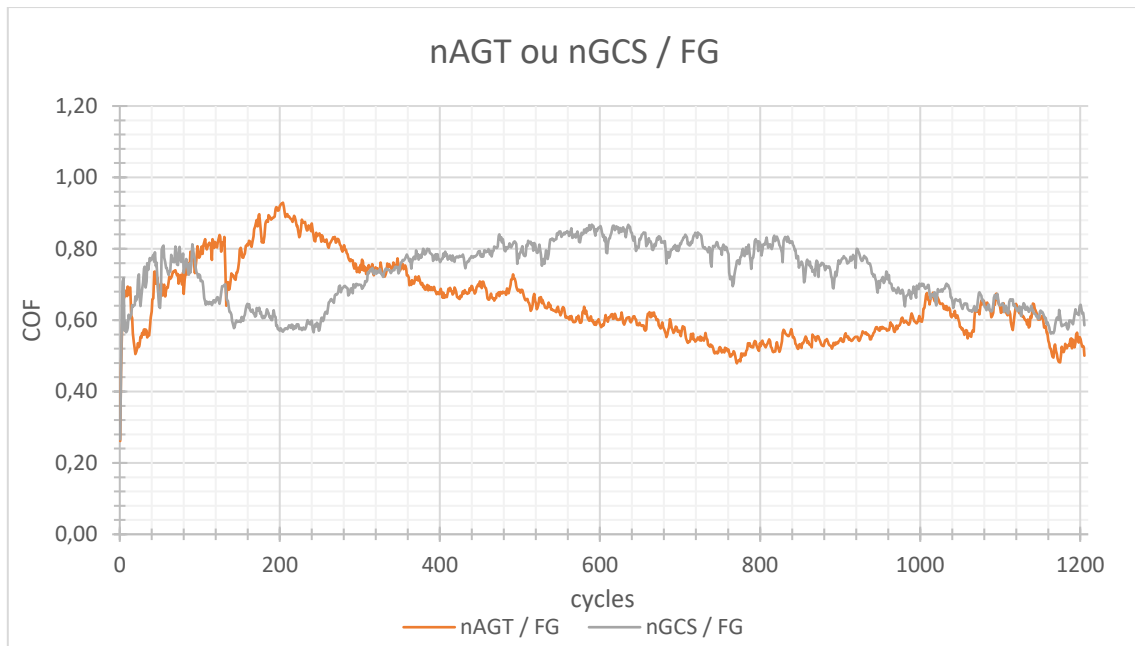


Figure 210 : Évolution du coefficient de frottement des configurations dissymétriques nAGT et nGCS contre un plan FG

L'évolution du coefficient de frottement n'est pas identique pour les deux configurations. Pour ces deux configurations, des variations de coefficient de frottement sont visibles. Il peut osciller entre 0,5 et 0,9. Des changements ont donc lieu à l'interface de contact, mais ceux-ci n'ont pas lieu en même temps pour les deux configurations.

De la même façon que précédemment, les configurations nAGT / GXT en bleu et nGCS / GXT en vert ont été étudiées. La Figure 211 montre l'évolution de la résistance de contact pour ces deux configurations.

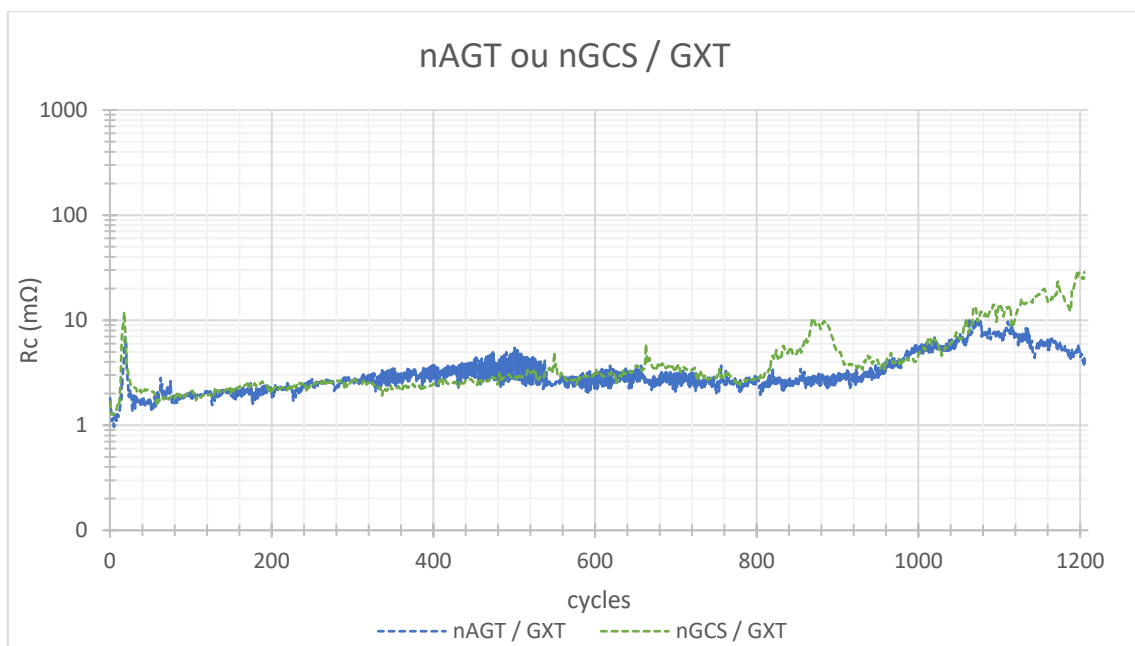


Figure 211 : Évolution de la résistance de contact des configurations dissymétriques nAGT et nGCS lors d'un essai de frottement contre un plan GXT



Les deux configurations évoluent de façon similaire. La résistance de contact débute autour de 1 mΩ pour les deux configurations, ensuite celle-ci augmente et atteint environ 10 mΩ vers 15 cycles. À partir d'environ 30 cycles, les résistances de contact se stabilisent autour de 2 mΩ et finalement, à partir de 900 cycles, une légère dégradation de la résistance de contact est observée. Pour la configuration nGCS / GXT la résistance de contact atteint 20 mΩ, tandis que pour la configuration nAGT / GXT la résistance de contact ne dépasse pas le seuil des 10 mΩ. Ces configurations ont plutôt un bon comportement électrique.

La Figure 212 regroupe l'évolution du coefficient de frottement pour les deux configurations étudiées.

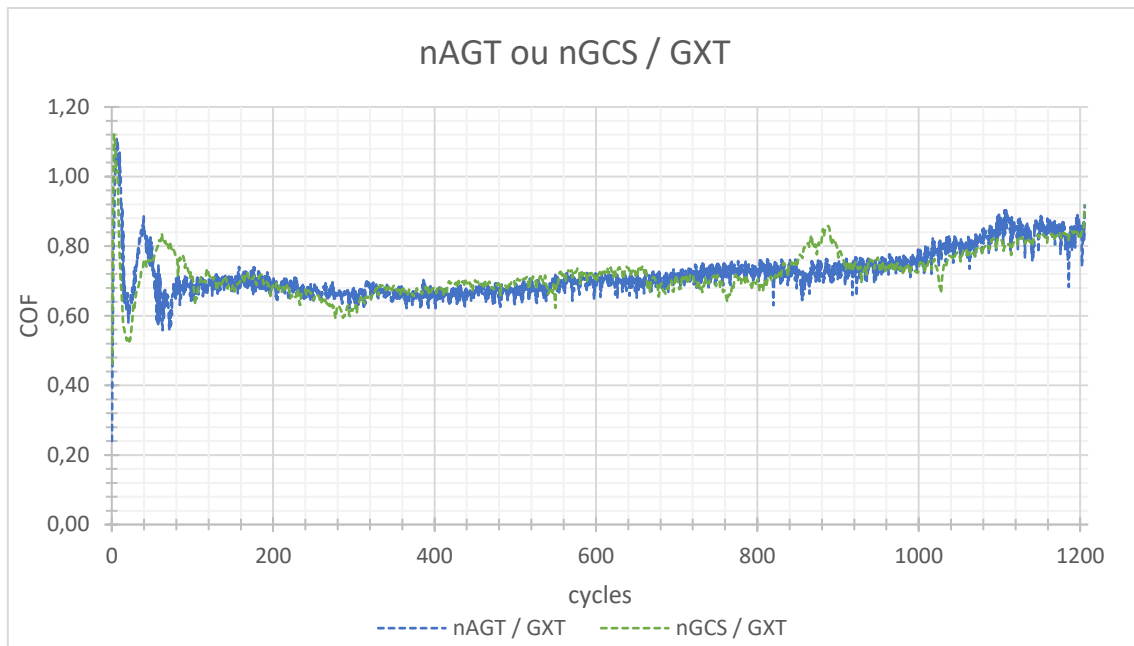


Figure 212 : Évolution du coefficient de frottement des configurations dissymétriques nAGT et nGCS contre un plan GXT

À l'opposé des deux configurations Figure 210 (nAGT et nGCS / FG), les évolutions du coefficient de frottement pour ces deux configurations sont similaires. Il débute à des valeurs assez élevées, environ 1,1. Ensuite, à environ 30 cycles il atteint un premier minimum (0,6). Ce minimum correspond au petit pic de résistance de contact (Figure 211). Rapidement il augmente de nouveau pour finalement diminuer et se stabiliser entre 0,6 et 0,8. A partir de 1000 cycles le coefficient de frottement dépasse 0,8.

En résumé, une forte adhésion entre les deux surfaces de contact (COF élevé) est suivie par une forte diminution de cette adhésion, qui engendre des perturbations électriques. Et à partir de 100 cycles le coefficient de frottement et la résistance de contact se stabilisent.

#### a. Analyses de l'évolution de la topographie de surface

Afin d'étudier l'évolution des topographies de surfaces, les volumes d'usures des surfaces de contact des quatre configurations étudiées ont été calculés. La Figure 213 regroupe les résultats obtenus. À gauche sont représentés les résultats concernant les configurations avec un plan FG et à droite les configurations avec un plan GXT. Les triangles correspondent aux volumes d'usure des hémisphères et les carrés aux volumes d'usure des plans. Finalement, les mêmes couleurs utilisées précédemment ont été reprises.

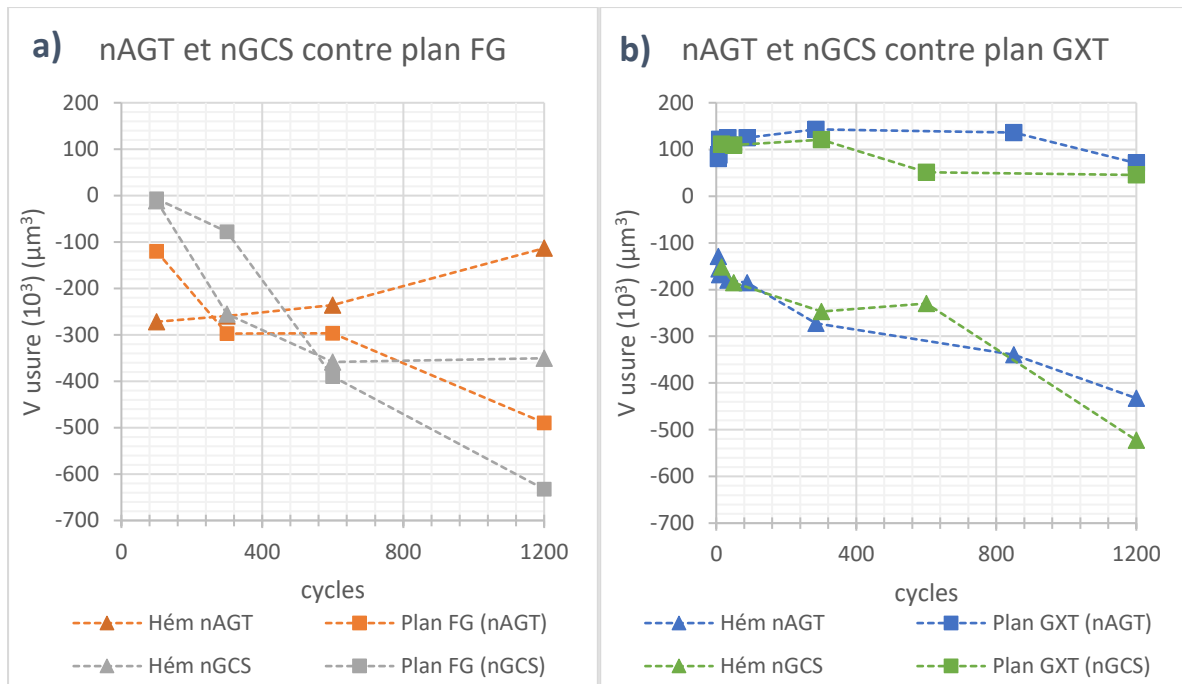


Figure 213 : Évolution du volume d'usure en fonction des cycles de frottement pour les configurations dissymétriques avec des hémisphères nAGT et nGCS contre des plans FG et GXT

Deux tendances distinctes sont observées en fonction du plan utilisé. Pour les configurations avec un plan FG (a), l'ensemble des volumes d'usures sont négatifs avec des résistances de contact faibles. Au maximum le plan FG a perdu  $-600 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  ce qui correspond à environ  $0,7 \mu\text{m}$  de profondeur en moyenne sur la trace d'usure.

Pour les configurations avec un plan GXT (b), dès les premiers cycles un transfert de matière de l'hémisphère vers le plan est observé. En effet, dès les premiers cycles les hémisphères ont des volumes négatifs proches de  $-185 \times 10^3 \mu\text{m}^3$  et les plans des volumes positifs proche de  $125 \times 10^3 \mu\text{m}^3$ . Ensuite, le volume d'usure des plans reste positif et relativement stable autour de  $100 \times 10^3 \mu\text{m}^3$ , tandis que le volume d'usure des hémisphères ne cesse de perdre de la matière.

#### b. Analyses des compositions chimiques

Finalement, les compositions chimiques des surfaces de contacts ont été analysées. La Figure 214 regroupe la composition atomique moyenne des deux surfaces de contact. À gauche les résultats concernant les configurations avec un plan FG sont illustrés et à droite les résultats des configurations avec un plan GXT. Les couleurs claires correspondent aux configurations avec un hémisphère nAGT et les couleurs foncés correspondent aux résultats des configurations avec un hémisphère nGCS. Finalement, « *pourcentage précieux* » se réfère à la somme des pourcentages d'argent, d'or et de palladium présent sur les interfaces de contact.

Des tendances semblables sont visibles pour les quatre configurations. Le pourcentage de métaux précieux (Ag, Au et Pd) est toujours prépondérant par rapport aux autres éléments. Ceci permet d'expliquer que l'évolution des résistances de contacts observée soit assez faible.

Cependant quelques différences peuvent aussi être remarquées. Lorsque le plan est revêtu par la couche FG, le nickel est plus présent sur les zones de contacts. Rapidement il se retrouve à environ 30 %at tandis que lorsque le plan est revêtu par du GXT, le nickel reste toujours proche de 20 %at.

Finalement, le pourcentage atomique du cuivre présente aussi des tendances différentes, en ce qui concerne le revêtement FG le cuivre est à des pourcentages négligeables à l'exception des surfaces de contact à 1200 cycles de la configuration nGCS / FG. Tandis que pour les deux configurations nAGT et nGCS / GXT, dès 300 cycles, le pourcentage atomique de cuivre augmente et atteint environ 22 %at à 1200 cycles.

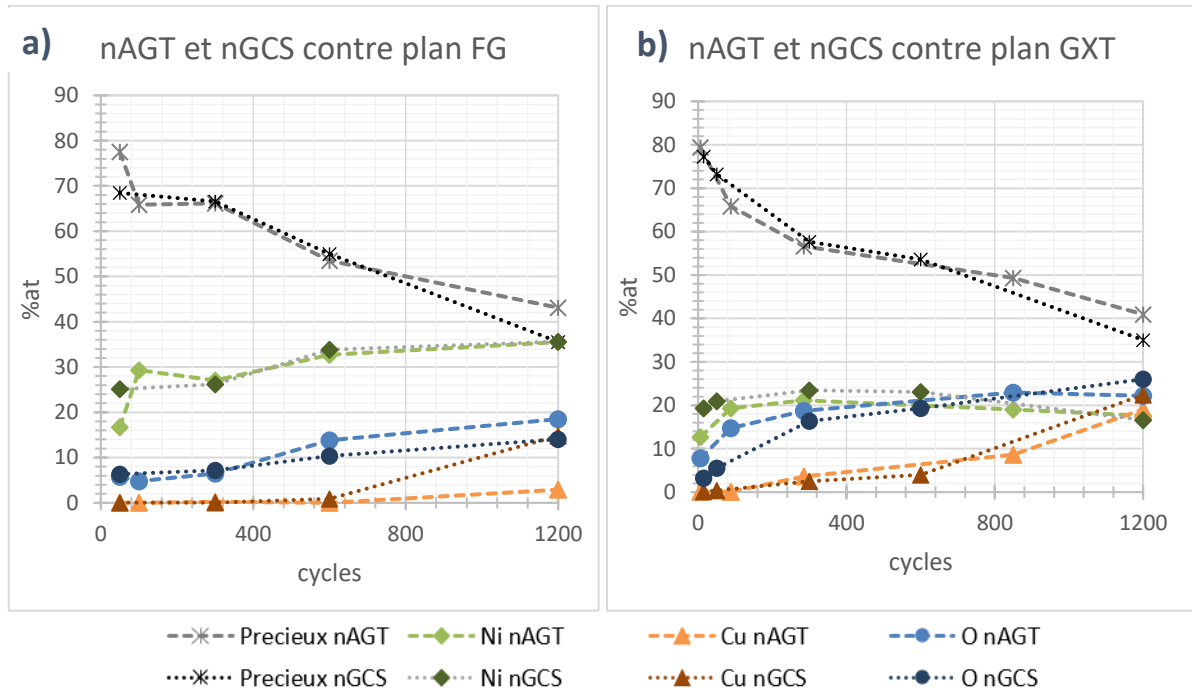


Figure 214 : Évolutions de la composition chimique des interfaces de contact pour les hémisphères nAGT et nGCS contre les plans FG (a) et GXT (b)

Afin d'illustrer ces pourcentages atomiques, la Figure 215 regroupe les cartographies chimiques des hémisphères et des plans à 300 cycles pour les quatre configurations étudiées.

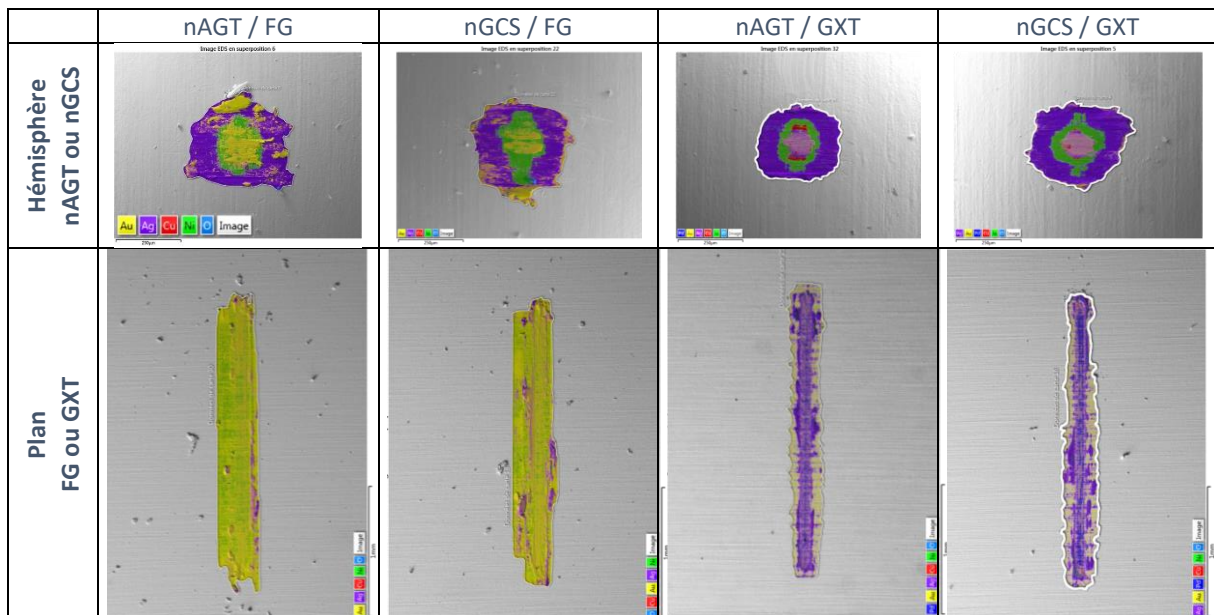


Figure 215 : Cartographies EDS des hémisphères et plans des quatre configurations étudiées à 300 cycles

*Chapitre 5 : Frottements macroscopiques : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques*

Ces cartographies chimiques montrent que les hémisphères nAGT et nGCS ont des aspects semblables mais cet aspect est différent selon que le plan soit revêtu de FG ou de GXT. Les traces d'usures avec un plan FG sont plus grandes et plus larges qu'avec un plan GXT ; ceci est corrélé à la plus grande dureté du revêtement GXT.

D'autre part on remarque que pour les quatre configurations l'argent, présent sur les hémisphères à 300 cycles, se situe principalement sur les bords. Pour les configurations avec un plan FG, le nickel des hémisphères est recouvert d'or transféré du plan. En ce qui concerne les hémisphères contre un plan GXT, au centre de la trace le nickel a été évacué (Annexe 8 présente plus de détails) et on observe un mélange d'or, d'argent et de cuivre.

En ce qui concerne les plans, une grande quantité d'argent est transféré sur les plans GXT ; sur les plans dorés on n'observe quasiment pas d'argent, celui-ci est éliminé en particules.

En résumé, l'ensemble des traces d'usure est recouvert majoritairement par des métaux précieux (Ag, Au et Pd) ce qui permet un bon passage du courant malgré les grands changements de topographies de surfaces observés.

Finalement, la Figure 216 regroupe les cartographies chimiques des hémisphères et des plans à 1200 cycles pour les quatre configurations étudiées.

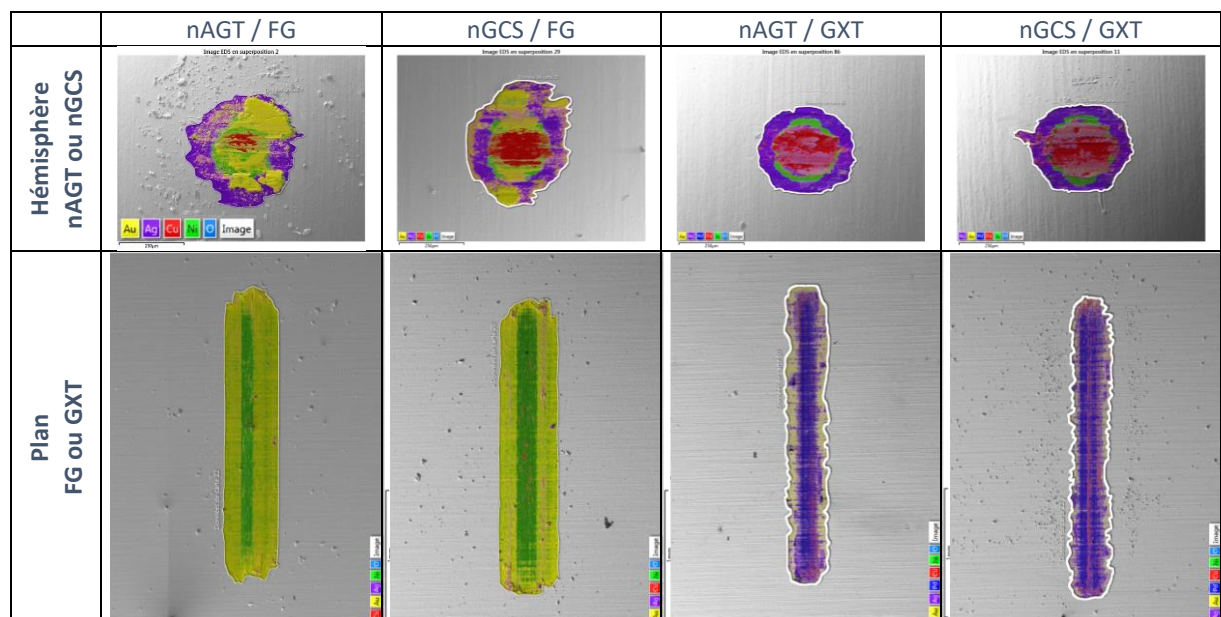


Figure 216 : Cartographies EDS des hémisphères et plans des quatre configurations étudiées à 1200 cycles

La présence de cuivre est plus importante pour les quatre hémisphères. En effet, pour les hémisphères des configurations avec un plan FG, la sous-couche de nickel a été usée et le substrat cuivreux est plus au moins exposé. En revanche, l'or et l'argent restent toujours très présents dans les traces. En ce qui concerne les configurations avec un plan GXT, le mélange (Au, Cu, Ag) commence à disparaître, le centre de la trace d'usure est principalement composé de cuivre.

D'autre part, l'usure des plans est beaucoup plus importante qu'à 300 cycles. Le nickel est exposé sur les deux plans FG au centre avec l'or sur les côtés. Pour les plans GXT du cuivre est observé, le cuivre provient de l'hémisphère pour lesquels les volumes d'usures restent toujours positifs. L'argent, le palladium et l'or restent toujours très présents sur les surfaces de contact.

En résumé, les surfaces de contact sont très usées, notamment les hémisphères avec la présence du cuivre, cependant les métaux précieux (Ag, Au, Pd) sont également très présents, assurant une faible résistance de contact durant nos essais.

### c. Conclusion

Dans cette partie, les configurations dissymétriques, avec des hémisphères de dureté plus faible (nAGT et nGCS) contre des plans de dureté plus élevée (GXT et FG) ont été étudiées.

L'évolution des propriétés électriques a été étudiée pour les quatre configurations. On a observé que pour les configurations nAGT ou nGCS contre un plan FG il n'y a pas de dégradation électrique durant 1200 cycles de frottement. D'autre part, pour les configurations avec un plan GXT, une augmentation de la résistance de contact durant environ les 40 premiers cycles a été observée, puis une faible dégradation électrique à partir d'environ 1000 cycles, comme montre dans le Tableau 26 :

Configuration	nAGT ou nGCS / FG	nAGT ou nGCS / GXT
Nombres de cycles	>1200 cycles	~1000 cycles

Tableau 26 : Début des dégradations électriques pour les quatre configurations « mous / durs » soumis à du frottement

Pour les quatre configurations dès les premiers cycles une usure adhésive a lieu. Dans le cas des configurations avec un plan FG, l'adhésion engendre un « va et vient » de matière sur la zone de contact.

En conclusion, lorsqu'un hémisphère argenté frotte contre un plan de dureté plus élevée, le contact va présenter de bonnes propriétés électriques. En effet, peu de perturbations vont être observées. Cependant le substrat cuivreux va être exposé en surface, ce qui peut poser problème lors d'un test de corrosion. Finalement, cette configuration dissymétrique est celle qui présente les meilleurs résultats en ce qui concerne la durabilité des contacts.

## IV. Conclusion des essais de frottement

Les tests de frottement ainsi que les caractérisations des traces d'usure à différents cycles ont permis de mieux comprendre les mécanismes d'usure et les différents processus qui engendrent des dégradations électriques en fonction des configurations utilisées. La Figure 217 résume les différents mécanismes d'usure.

Les configurations qui engendrent la dégradation électrique la plus rapide correspondent aux hémisphères à revêtements durs (GXT et FG) sur des plans avec des revêtements mous (nAGT et nGCS) (mécanisme n°1). Pour ces configurations une forte usure adhésive a lieu, les hémisphères vont rapidement éliminer la couche d'argent présente sur le plan, laisser le nickel à nu et engendrer des perturbations électriques.

Les configurations mou / mou (nAGT et nGCS) sont soumises à ce même mode d'usure, cependant cette fois-ci les perturbations électriques interviennent à un nombre de cycles plus important.

La configuration GXT / GXT suit le mécanisme d'usure n°3 : son mode d'usure est abrasif, des rayures sont observées sur les traces d'usure, les volumes d'usure sont faibles. La dégradation électrique a lieu à environ 850 cycles.

Finalement, le mécanisme d'usure n°2 correspond à une usure adhésive sans évacuation des métaux précieux ou avec une évacuation plus lente. Les configurations qui suivent ce mécanisme d'usure ne

montrent pas de dégradation électrique avant 1000 cycles car suffisamment de métal précieux reste présent à l'interface de contact et assure un bon passage du courant.

### Mécanismes d'usure des revêtements électrolytiques étudiés en frottement

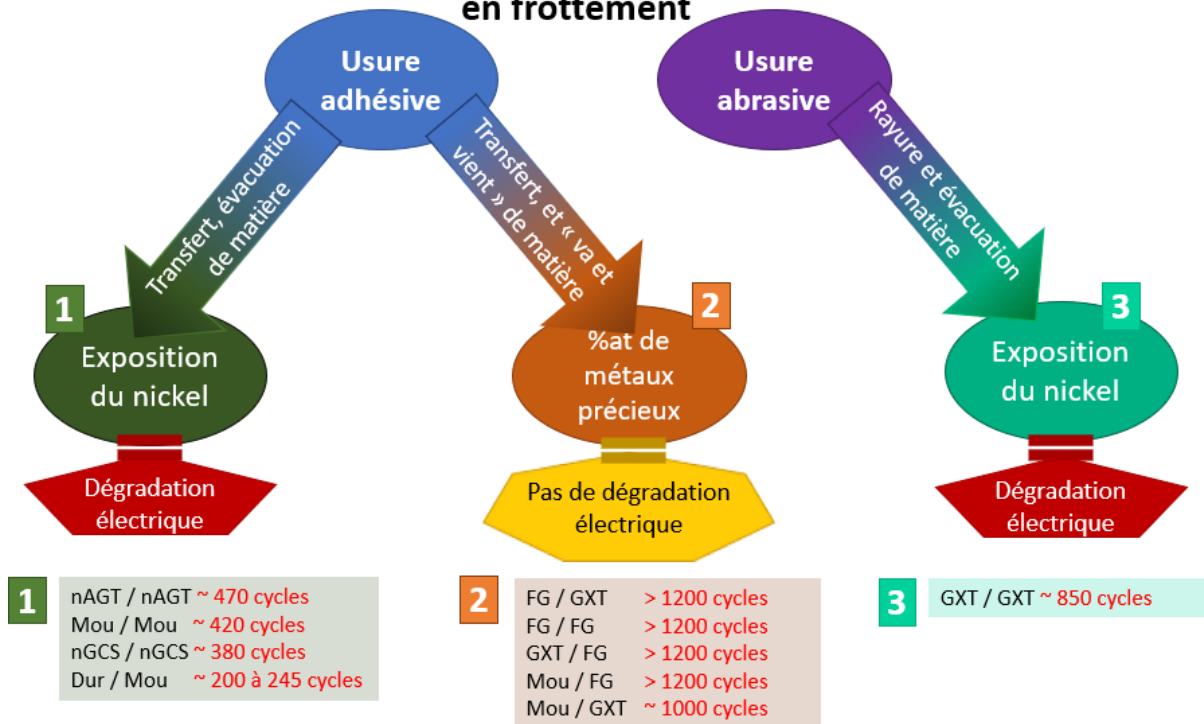


Figure 217 : Résumé des mécanismes d'usure pour l'ensemble des configurations étudiées



## Conclusion générale

L'objectif de cette étude était de connaître la durée de vie fonctionnelle du contact, notamment pour des configurations dissymétriques. Et ainsi comprendre les mécanismes d'usure mis en jeu sous l'effet de contraintes mécaniques et être capable de proposer des configurations optimums en fonction du type d'utilisation. A cette fin, l'évolution du comportement électrique et mécanique de 16 configurations (4 symétriques et 12 dissymétriques) a été étudiée sous deux types de sollicitations mécaniques (frottements microscopique et macroscopique) correspondant aux principales causes des dégradations de contact électrique. Ces dégradations font intervenir de nombreux facteurs, la compréhension de ces phénomènes passe nécessairement par une étude pluridisciplinaire.

### *REVÊTEMENTS DE L'ÉTUDE*

Dans un premier temps, nous avons caractérisé les propriétés physico-chimiques de quatre revêtements largement utilisés dans l'industrie de la connectique et choisis pour cette étude.

- Un revêtement appelé FG. Historiquement, ce revêtement est le plus utilisé dans l'industrie de la connectique.
- Un deuxième appelé GXT. Ce revêtement est venu remplacer le FG progressivement sur de nombreuses applications car il représente une alternative initialement moins coûteuse et avec une meilleure résistance à l'usure.
- Finalement, deux revêtements à base d'argent, appelés nAGT et nGCS. Dans l'industrie de la connectique ces deux revêtements sont lubrifiés (AGT et GCS), et sont très utilisés pour les connecteurs power. Ce type de revêtement prend de plus en plus de place sur le marché, car l'argent est un très bon conducteur. De plus en plus de solutions sont développées et marchent efficacement contre un de ses plus grands défaut : le ternissement.

Une gamme d'épaisseur a été choisie, chaque échantillon a été systématiquement contrôlé. Ensuite la composition chimique des quatre revêtements a été quantifiée afin d'avoir une référence. Quant aux propriétés mécaniques, la rugosité et l'ondulation, elles ont été déterminées. Enfin, la dureté et le module de Young ont été caractérisés, ceci nous a permis de déterminer ensuite la limite d'élasticité et le rayon de contact (Hertz). À partir de ces résultats, les quatre revêtements ont été divisés en deux groupes, un groupe (FG et GXT) appelés par la suite « durs » et un autre (nAGT et nGCS) appelés « mous ».

Finalement, un lot unique d'échantillons a été utilisé pour cette étude, afin de garantir une meilleure maîtrise des paramètres, et ainsi une meilleure répétabilité. Néanmoins, ceci a mis en évidence l'impact du vieillissement sur les comportements tribologiques des revêtements.

### *MÉTHODOLOGIE*

La géométrie sphère/plan a été choisie pour étudier de façon indirecte l'usure des contacts électriques soumis à des vibrations. Ces vibrations engendrent des micro-frottements des surfaces de contacts, aussi appelé, fretting. Des essais stoppés à des nombres de cycles différents pour les 16 configurations ont été réalisés dans des conditions expérimentales contrôlées. Ceci nous a permis d'obtenir des traces d'usure représentatives de l'évolution des surfaces de contact tout au long du test de fretting.

Dans le but de comprendre les mécanismes d'usure de ces différentes configurations, deux principales techniques de caractérisations ont été employées. La première correspond à l'observation des surfaces usées par microscopie électronique à balayage munie d'une sonde EDS. La méthodologie



établie dans ces travaux a permis d'établir des corrélations entre l'évolution de la résistance de contact au cours d'un essai de fretting, et la composition chimique des surfaces. La deuxième caractérisation, effectuée sur les traces d'usure est l'observation de la topographie de surface grâce à un interféromètre optique. Cette caractérisation a permis d'obtenir des images 3D, qui nous ont permis d'extraire des profils 2D et quantifier les volumes d'usure.

#### *FROTTEMENTS MICROSCOPIQUES*

Pour ce test tribologique, il a été déterminé que l'usure abrasive est la plus préjudiciable. Ce mécanisme d'usure a été prédominant lors du test de fretting pour la configuration symétrique GXT / GXT. Les valeurs élevées de dureté et rigidité sont très défavorables lorsque le contact est soumis à ce type de sollicitation mécanique. En effet, lors du fretting des débris très durs sont formés rapidement et accélèrent ensuite la dégradation des surfaces de contact.

À l'opposé on trouve la configuration symétrique nAGT / nAGT et la configuration dissymétrique nGCS / nAGT. Pour ces deux configurations, le mécanisme d'usure prédominant était l'usure adhésive. Ces deux revêtements, étant à base d'argent, ils partagent des propriétés mécaniques proches avec une faible rigidité, qui leur permettent de mieux répondre au frottement microscopique. Il a également été montré, que l'adhésion est plus faible lorsque les revêtements d'argent sont récents. Lorsque cette adhésion est plus faible, la résistance de contact reste faible et stable durant un plus grand nombre de cycles. Cette diminution d'adhésion est due au flash d'or pour la configuration nGCS / nAGT.

D'autres phénomènes d'usure ont été décrits. Ils débutent par de l'usure adhésive, mais ensuite, d'autres mécanismes deviennent prépondérants tels que : la microsoudure, l'usure corrosive et l'usure par fatigue. Ces mécanismes sont plus sévères et dégradent les surfaces de contact plus rapidement.

Finalement, l'étude des configurations dissymétriques a montré que dans certain cas ces configurations peuvent augmenter considérablement la durée de vie fonctionnelle du contact. Par exemple si l'on prend le cas du revêtement GXT face à lui-même la durée de vie fonctionnelle est très courte mais lorsque le revêtement GXT est face à un revêtement FG les perturbations électriques arrivent beaucoup plus tard. Il faut 7 fois plus de cycles pour atteindre le seuil de 10 mΩ (FG / GXT), et dans l'autre cas (GXT / FG), 15 fois plus de cycles. Lorsque le revêtement GXT est face à un hémisphère nAGT, la résistance de contact reste stable durant au moins 150 kcycles. On a montré que lorsque le deuxième membre du contact était constitué d'un revêtement de faible dureté et bon conducteur, une amélioration importante de la durée de vie du contact était enregistrée

À partir des données obtenues, il est aussi possible de comparer les performances électriques de différentes configurations. Voici les meilleurs configurations ainsi que les configurations avec les dégradations électriques les plus rapides :

- GCS / nAGT ; nAGT (récent) / GXT ; nAGT(récent ou non) / nAGT
- GXT / GXT ; nAGT et nGCS / nGCS

#### *FROTTEMENTS MACROSCOPIQUES*

Dans la suite nous avons montré les résultats des 16 configurations soumises à des tests de frottements macroscopiques. Trois mécanismes d'usure différents ont été mis en évidence.

Lorsque l'hémisphère est « dur » (GXT et FG) et le plan est « mou » (nAGT et nGCS), les dégradations électriques arrivent rapidement. Une forte usure adhésive a lieu lors des premiers cycles et est suivie d'une forte usure abrasive. L'hémisphère repousse le revêtement « mou » sur les extrémités, laisse le nickel à nu ce qui engendre des perturbations électriques. Les configurations mou / mou sont soumises à ce même mécanisme d'usure avec une cinétique un peu plus lente. Le flash d'or n'a pas d'impact conséquent sur l'évolution des propriétés mécaniques ou électriques des surfaces de contacts.

Le deuxième mécanisme à être mis en évidence, pour la configuration GXT / GXT, est le mode d'usure abrasive mais avec une cinétique lente.

Finalement, le dernier mécanisme d'usure déterminé correspond à une usure adhésive mais avec une cinétique très lente. Les configurations qui suivent ce mécanisme d'usure ne montrent pas de dégradations électriques avant 1000 cycles car suffisamment de métal précieux reste présent à l'interface de contact et assure un bon passage du courant. Les configurations en question sont : la configuration symétrique FG / FG et les configurations dissymétriques avec FG et GXT, ainsi que les configurations avec un hémisphère « mou » (nAGT et nGCS) contre un plan « dur » (GXT et FG).

À partir des données obtenues, il est également possible de comparer les performances électriques de différentes configurations. Voici les trois meilleures configurations et les trois configurations avec les dégradations électriques les plus rapides :

- Les quatre revêtements contre un plan FG
- Les deux hémisphères « durs » contre les deux plans « mous »

Plusieurs perspectives à ce travail peuvent être évoquées. Tout d'abord l'extension à des conditions de frottement et fretting différentes au niveau des amplitudes, des vitesses et des pressions de contacts. Des travaux supplémentaires sur la caractérisation fine et la compréhension des mécanismes de vieillissement des différents revêtements seraient aussi un facteur de maîtrise des propriétés de fiabilité des connecteurs.

*Le but des sciences est de construire des modèles de la réalité qui soit complet, vrai et entièrement vérifiable. Anonyme.*



## Références

1. Cartier, M. & Kapsa, P. Usure des contacts mécaniques - Éléments de tribologie. *Techniques de l'ingénieur* vol. Frottement, usure et lubrification. BM5066-1-BM5066-13 (2015).
2. Thomas, T. R. *Rough surfaces*. (Imperial College Press, 1999).
3. Majumdar, A. & Bhushan, B. Role of Fractal Geometry in Roughness Characterization and Contact Mechanics of Surfaces. *Journal of Tribology* **112**, 205–216 (1990).
4. Gras, R. Traitements et revêtements de surface à usage tribologique. 27 (2011).
5. Caubet, J.-J. *Théorie et pratique industrielle du frottement*. vol. 7 (1964).
6. Hertz, H. Ueber die Berührung fester elastischer Körper. 156–171 (1882)  
doi:10.1515/crll.1882.92.156.
7. Zambelli, G. & Vincent, L. *Matériaux et contacts. Une approche tribologique*. (1999).
8. Johnson, K. L. & Johnson, K. L. *Contact Mechanics*. (Cambridge University Press, 1987).
9. Holm, R. *Electric Contacts: Theory and Application*. (2010).
10. Ashby, M. F. & Jones, D. R. H. *Matériaux : 1 : Propriétés et applications*. (Dunod, 1991).
11. Féchant, L. *Phénomènes physiques et matériaux*. (Hermès science publications, 1996).
12. Georges, J.-M. *Frottement, usure et lubrification : La Tribologie ou science des surfaces*. (CNRS Editions, 2000).
13. Slade, P. G. *Electrical Contacts: Principles and Applications, Second Edition*. (CRC Press, 2017).
14. Greenwood, J. A. Constriction resistance and the real area of contact. *Br. J. Appl. Phys.* **17**, 1621–1632 (1966).
15. Nakamura, M. Computer simulation for the constriction resistance depending on the form of conducting spots. *IEEE Transactions on Components, Packaging, and Manufacturing Technology: Part A* **18**, 382–384 (1995).
16. Belakdar, R. Etude des mécanismes de fretting dans les contacts électriques bas-niveau étamés. (Université Paris-Sud 11, 2009).

*Chapitre 5 : Frottements macroscopiques : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques*

17. Velinsky, S. A., Chu, B. & Lasky, T. A. Kinematics and Efficiency Analysis of the Planetary Roller Screw Mechanism. *Journal of Mechanical Design* **131**, (2008).
18. Jones, M. H. & Velinsky, S. A. Contact Kinematics in the Roller Screw Mechanism. *Journal of Mechanical Design* **135**, (2013).
19. Jones, M. H. & Velinsky, S. A. Kinematics of Roller Migration in the Planetary Roller Screw Mechanism. *Journal of Mechanical Design* **134**, (2012).
20. Fouvry, S., Kapsa, Ph. & Vincent, L. Analysis of sliding behaviour for fretting loadings: determination of transition criteria. *Wear* **185**, 35–46 (1995).
21. Laporte, J. Etude et modélisation de l'endurance électrique de micro-contacts soumis à des sollicitations de fretting-usure: caractérisation de nouveaux dépôts base Argent. (Ecole centrale de Lyon, 2016).
22. Straffelini, G. Tribological Systems. in *Friction and Wear: Methodologies for Design and Control* (ed. Straffelini, G.) 237–276 (Springer International Publishing, 2015). doi:10.1007/978-3-319-05894-8\_8.
23. Mate, C. M. & Carpick, R. W. *Tribology on the Small Scale: A Modern Textbook on Friction, Lubrication, and Wear*. (Oxford University Press, 2019). doi:10.1093/oso/9780199609802.001.0001.
24. Vingsbo, O. & Söderberg, S. On fretting maps. *Wear* **126**, 131–147 (1988).
25. Mindlin, R. D. Compliance of Elastic Bodies in Contact. *Journal of Applied Mechanics* **16**, 259–268 (2021).
26. Berthier, Y., Vincent, L. & Godet, M. Fretting fatigue and fretting wear. *Tribology International* **22**, 235–242 (1989).
27. Zhou, Z. R. *et al.* Progress in fretting maps. *Tribology International* **39**, 1068–1073 (2006).
28. Akagaki, T. & Kato, K. Plastic flow process of surface layers in flow wear under boundary lubricated conditions. *Wear* **117**, 179–196 (1987).

29. Hurricks, P. L. Some metallurgical factors controlling the adhesive and abrasive wear resistance of steels. A review. *Wear* **26**, 285–304 (1973).
30. Kapsa, P. & Cartier, M. Usure des contacts mécaniques - Manifestations de l'usure. *Techniques de l'ingénieur* vol. Frottement, usure et lubrification. BM5067-1-BM5067-14 (2015).
31. Rabinowicz, E. *Friction and wear of materials*. (Wiley, 1965).
32. Blouet, J. Usure. *Techniques de l'ingénieur* vol. Archives. B585-1-B586-15 (1978).
33. Burwell, J. T. Survey of possible wear mechanisms. *Wear* **1**, 119–141 (1957).
34. Felder, É. & Montmitonnet, P. Théorie de l'usure - Mécanismes d'usure. *Techniques de l'ingénieur* vol. Frottement, usure et lubrification. TRI501-1-TRI501-20 (2016).
35. Misra, A. & Finnie, I. A classification of three-body abrasive wear and design of a new tester. *Wear* **60**, 111–121 (1980).
36. Tabor, D. Wear—A Critical Synoptic View. *Journal of Lubrication Technology* **99**, 387–395 (1977).
37. Fleming, J. R. & Suh, N. P. Mechanics of crack propagation in delamination wear. *Wear* **44**, 39–56 (1977).
38. Suh, N. P. An overview of the delamination theory of wear. *Wear* **44**, 1–16 (1977).
39. Vincent, L., Berthier, Y., Dubourg, M. C. & Godet, M. Mechanics and materials in fretting. *Wear* **153**, 135–148 (1992).
40. Jullien, A., Meurisse, M. H. & Berthier, Y. Determination of tribological history and wear through visualisation in lubricated contacts using a carbon-based composite. *Wear* **194**, 116–125 (1996).
41. Kurt, G. *Formulaire technique*. (Carl Hanser Verlag, 2007).
42. Lacourcelle, L. *Traité de galvanotechnique*. (1996).
43. Duprat, J.-J. Dégraissage électrolytique. *Techniques de l'ingénieur* vol. Archives. M1454-1-M1454-9 (1986).
44. Wéry, M. Décapage des métaux. *Techniques de l'ingénieur* vol. Archives. M1455-1-M1455-6 (2001).
45. Darchen, A. Électrochimie appliquée - Caractérisations des systèmes électrochimiques. 23 (2010).

*Chapitre 5 : Frottements macroscopiques : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques*

46. Challier, L. Méthodologies électrochimiques pour la caractérisation thermodynamique et cinétique de reconnaissance biomoléculaire : application au système aptamère/molécule chirale. (Université Paris VII, 2013).
47. Quinet, M. Influence de deux additifs organiques sur l'électrodéposition du cuivre : la thiourée et la saccharine. (Besançon, 2008).
48. Bordignon, M. Limites d'utilisation des revêtements d'étain en connectique automobile. (École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2009).
49. Benaben, P. & Durut, F. Nickelage électrolytique. Caractéristiques. *Techniques de l'ingénieur* vol. Matériaux | Corrosion Vieillessement M1610-1-M1612-2 (2002).
50. Tecnic Goldeneye Products fs.
51. Abys, J., Strachil, H., Kudrak, E. & Blee, J. The electrodeposition and material properties of palladium-nickel alloys. *Metal Finishing* **89**, 43–52 (1991).
52. Morse, C., Aukland, N. & Hardee, H. A statistical comparison of gold and palladium-nickel plating systems for various fretting parameters. *IEEE Holm Conference* 33–51 (1995).
53. Pushpavanam, M., Natarajan, S. R., Balakrishnan, K. & Sharma, L. R. Electrodeposition of Palladium-Nickel alloy. *Bulletin of Electrochemistry* **6** **9**, 761–764 (1990).
54. Kassman, Å. & Jacobson, S. Surface damage, adhesion and contact resistance of silver plated copper contacts subjected to fretting motion. *Wear* **165**, 227–230 (1993).
55. Kassman Rudolphi, Å. & Jacobson, S. Stationary loading, fretting and sliding of silver coated copper contacts — influence of corrosion films and corrosive atmosphere. *Tribology International* **30**, 165–175 (1997).
56. Ruste, J. Microscopie électronique à balayage - Images, applications et développements. 27 (2013).
57. Brundle, C. R., Evans, C. A. & Wilson, S. *Encyclopedia of Materials Characterization*. (Lee E. Fitzpatrick, 1992).



58. Maciejak, O. & Aubert, P. Mesure de dureté par nano-indentation. *Frottement, usure et lubrification* (2007) doi:10.51257/a-v1-nm7200.
59. Maciejak, O. & Aubert, P. Mesure de dureté par nano-indentation. *Techniques de l'ingénieur* vol. Mécanique | Frottement, usure et lubrification. NM7200-1-NM7200-12 (2007).
60. Oliver, W. & Pharr, G. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research - J MATER RES* **19**, 3–20 (2004).
61. Bolshakov, A. & Pharr, G. M. Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques. *Journal of Materials Research* **13**, 1049–1058 (1998).
62. Mesure de la rugosité de surface : paramètres. *OLYMPUS CORPORATION* [https://www.olympus-ims.com/fr/metrology/surface-roughness-measurement-portal/parameters/#!cms\[focus\]=cmsContent14709](https://www.olympus-ims.com/fr/metrology/surface-roughness-measurement-portal/parameters/#!cms[focus]=cmsContent14709).
63. Raphet, B. États de surface - Mesure. *Techniques de l'ingénieur* vol. Mécanique | Frottement, usure et lubrification. R1231-1-R1237-17 (2006).
64. Dubent, S. & Chapon, P. Caractérisation des surfaces par SDL. *Techniques de l'ingénieur* vol. Matériaux | Traitements des métaux. M1675v3-1-M1675v3-29 (2017).
65. Torrealba Anzola, F. Caractérisations morphologiques, structurales et électriques des couches de diamant cvd. (Besançon, 1998).
66. Antler, M. Electrical effects of fretting connector contact materials: A review. *Wear* **106**, 5–33 (1985).
67. Antler, M. & Drozdowicz, M. H. Fretting corrosion of gold-plated connector contacts. *Wear* **74**, 27–50 (1981).
68. Hannel, S., Fouvry, S., Kapsa, P. & Vincent, L. The fretting sliding transition as a criterion for electrical contact performance. *Wear* **249**, 761–770 (2001).

*Chapitre 5 : Frottements macroscopiques : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques*

69. Correia, S. Etude des propriétés électriques, tribologiques et physico-chimiques de revêtements étames pour des applications en connectique automobile. (Université Paris-Sud 11, 2009).
70. Torrealba, A. *et al.* Durability of some asymmetrical contact pairs for connector application. *30th ICEC 2020 9* (2021).
71. Perrinet, O. Analyse de l'endurance de contacts électriques Sn, Au et Ag soumis a des sollicitations complexes de fretting usure. (Ecole centrale de Lyon, 2014).

# Annexes

## Annexe 1 : Spectre EDS complémentaires des revêtements.

Les figures ci-dessous illustrent les spectres EDS pour la sous-couche de nickel, ainsi que pour les 4 revêtements étudiés avec la quantification de l'ensemble des éléments chimiques présents en surface.

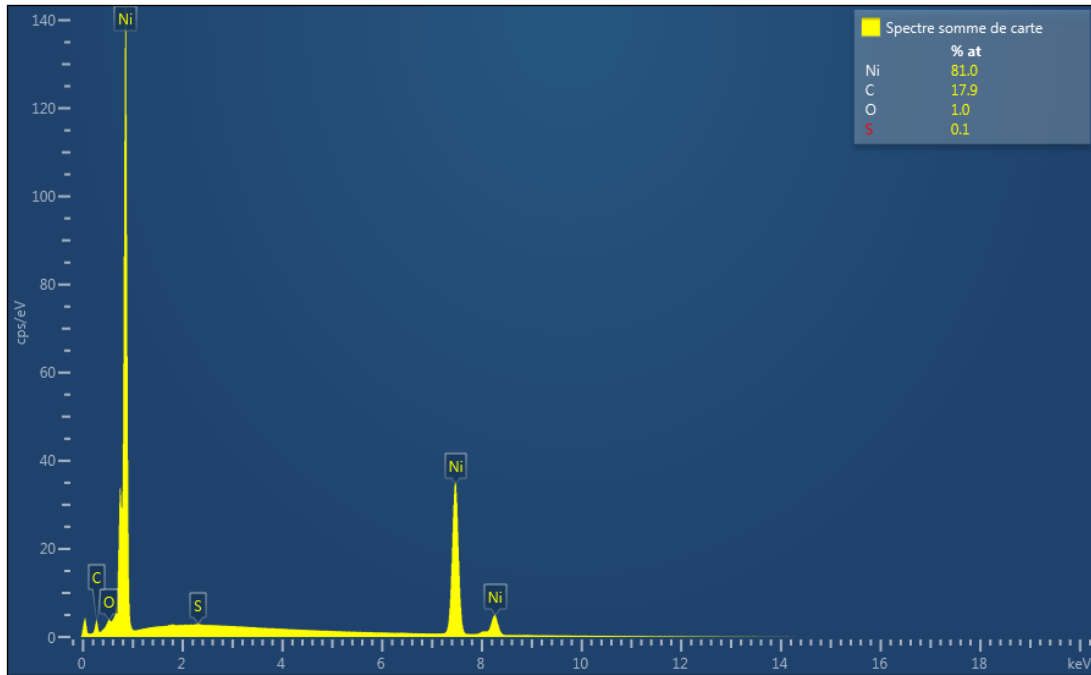


Figure 218 : Spectre EDS de la sous-couche Ni

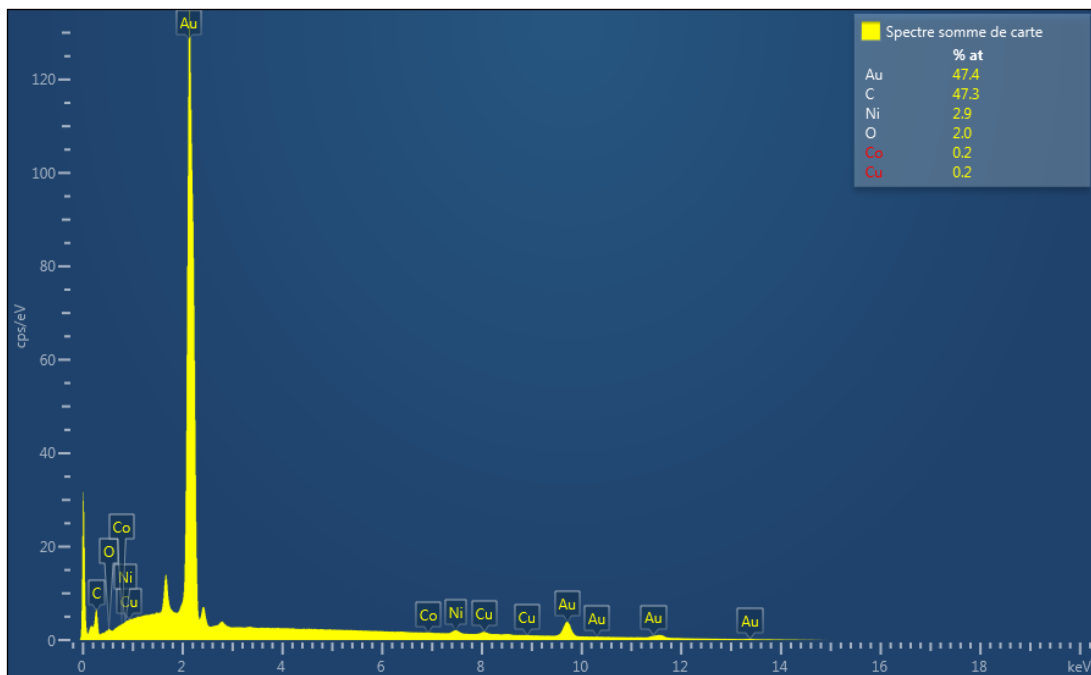


Figure 219 : Spectre EDS du FG

Chapitre 5 : Frottements macroscopiques : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques

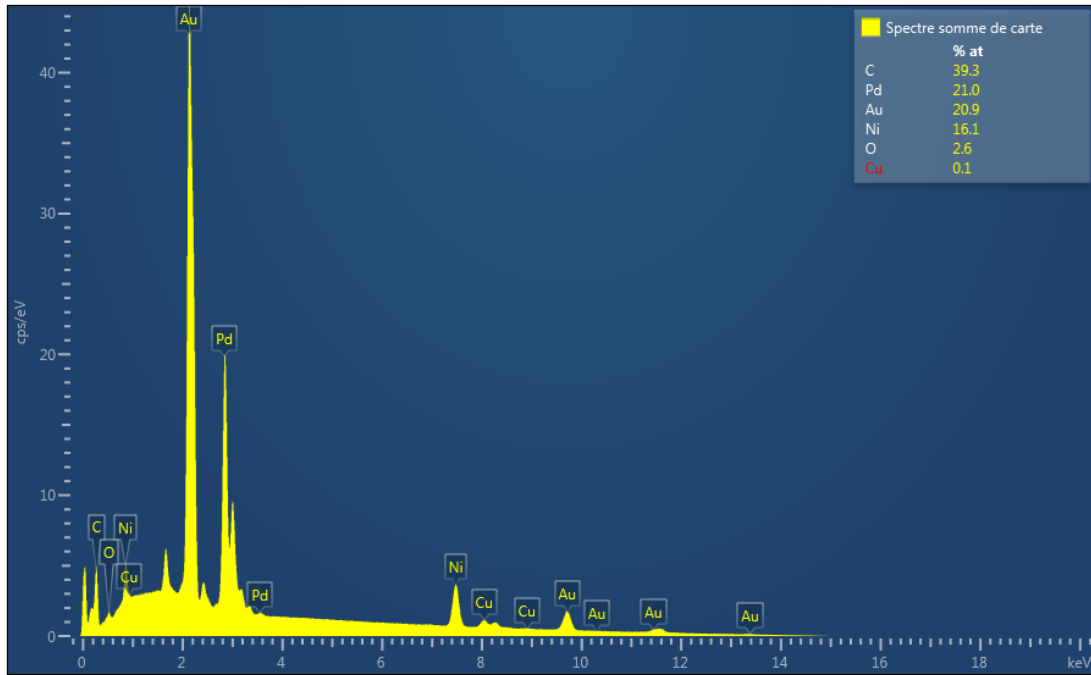


Figure 220 : Spectre EDS du GXT

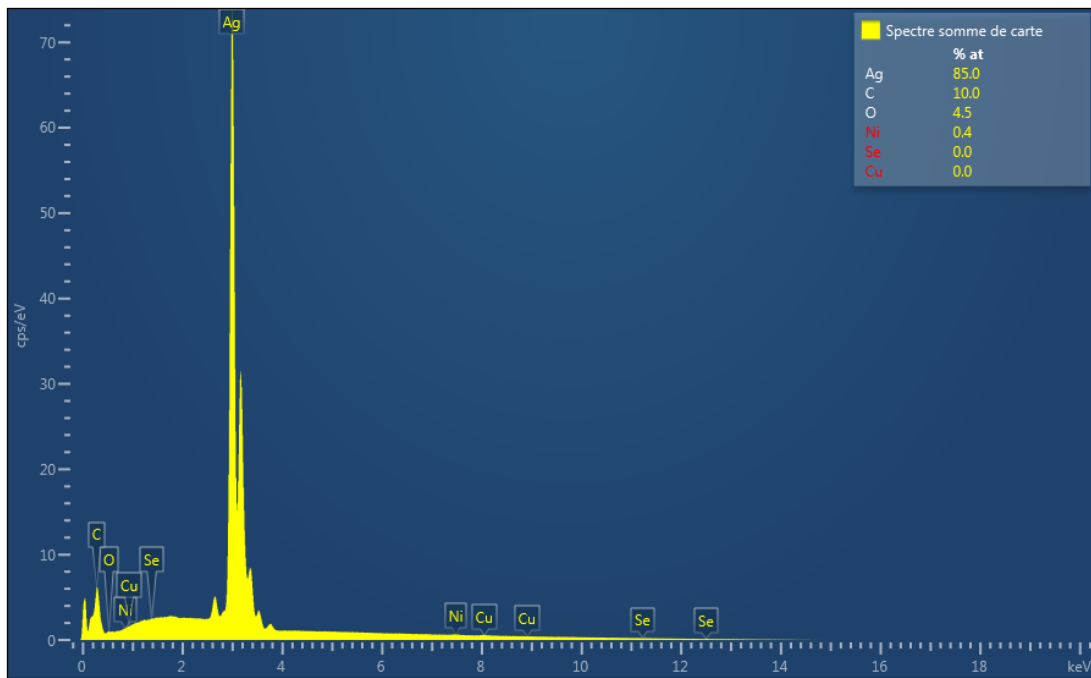


Figure 221 : Spectre EDS du nAGT

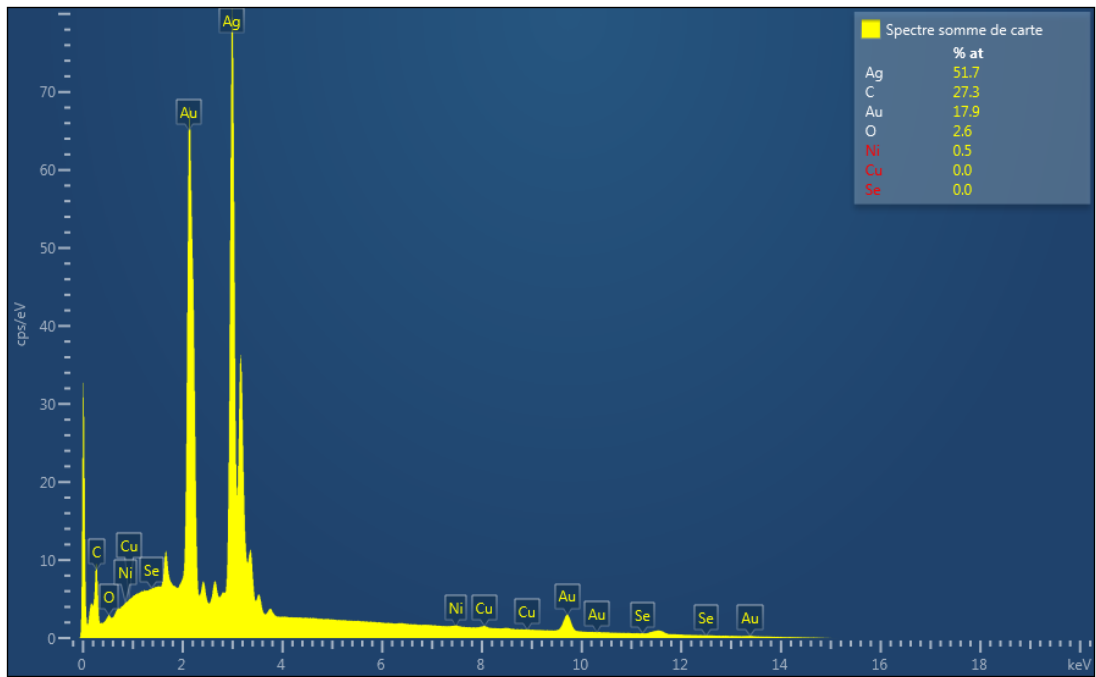


Figure 222 : Spectre EDS du nGCS

Chapitre 5 : Frottements macroscopiques : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques

Annexe 2 : Cartographies EDS des hémisphères GXT à 150, 300, 600 et 1200 cycles pour la configuration GXT / GXT

Le Tableau 27 regroupe les cartographies EDS des hémisphères GXT, lors du frottement GXT / GXT, à différents nombres de cycles. De plus, ils sont également illustrés les éléments Au, Pd, Ni et Cu séparément.

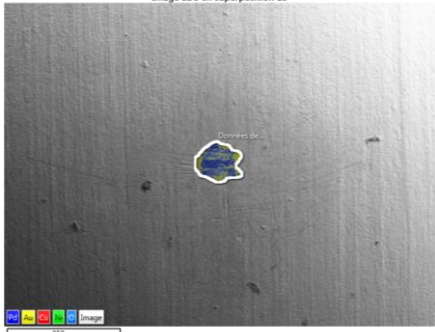
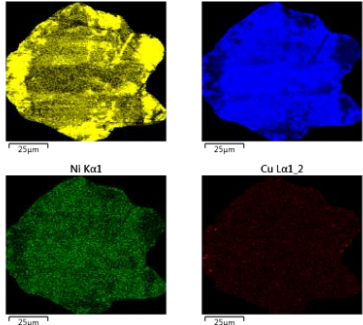
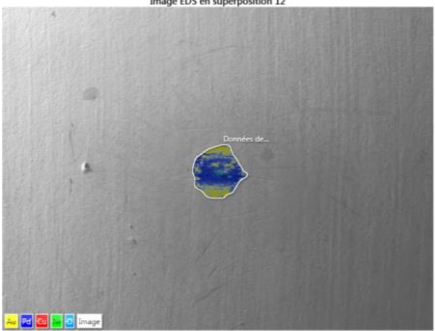
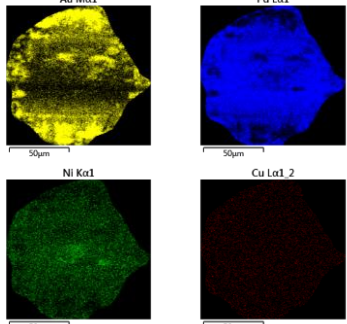
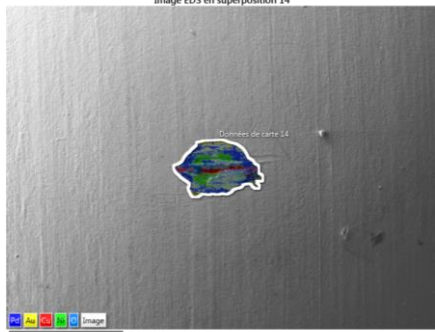
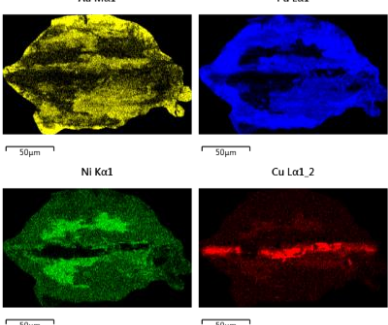
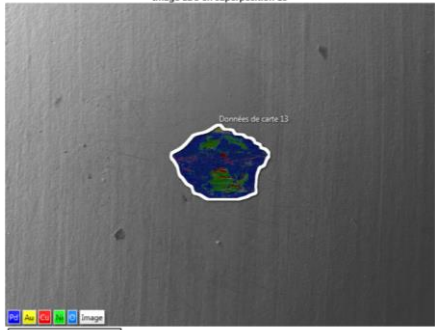
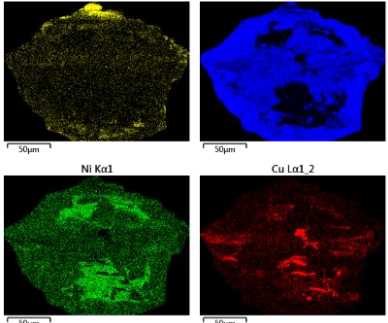
150 cycles	 <p>Image EDS en superposition 15</p> <p>250µm</p>	 <p>Au Mo1 25µm Pd La1 25µm Ni Ka1 25µm Cu La1_2 25µm</p>
300 cycles	 <p>Image EDS en superposition 12</p> <p>250µm</p>	 <p>Au Mo1 50µm Pd La1 50µm Ni Ka1 50µm Cu La1_2 50µm</p>
600 cycles	 <p>Image EDS en superposition 14</p> <p>250µm</p>	 <p>Au Mo1 50µm Pd La1 50µm Ni Ka1 50µm Cu La1_2 50µm</p>
1200 cycles	 <p>Image EDS en superposition 13</p> <p>250µm</p>	 <p>Au Mo1 50µm Pd La1 50µm Ni Ka1 50µm Cu La1_2 50µm</p>

Tableau 27 : Cartographies EDS des hémisphères GXT à 150, 300, 600 et 1200 cycles pour la configuration GXT / GXT

Annexe 3 : Cartographies EDS du plan FG à 1200 cycles pour la configuration FG / FG

Le Tableau 28 regroupe la cartographie EDS du plan FG suite à 1200 cycles de frottement de la configuration FG / FG, ainsi que les cartographies Au ; Ni ; O et Cu séparément.



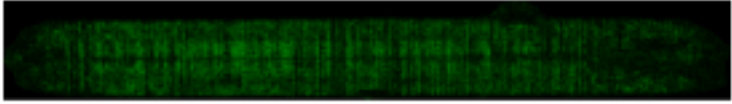


<p style="writing-mode: vertical-rl; transform: rotate(180deg);">Superposition des cartographies</p>	<p style="text-align: center;">Image EDS en superposition 31</p>  <p style="text-align: right; font-size: small;">Données de carte 31</p> <p style="text-align: center; font-size: small;">1mm</p>
<p>Au Mα1</p>	
<p>Ni Kα1</p>	
<p>O Kα1</p>	
<p>Cu Lα1_2</p>	 <p style="text-align: center; font-size: small;">1mm</p>

Tableau 28 : Cartographies EDS du plan FG à 1200 cycles pour la configuration FG / FG



Annexe 4 : Cartographies EDS et profil 3D de l'hémisphère nAGT à 650 cycles pour la configuration nAGT / nAGT

Le Tableau 29 regroupe les cartographies EDS de l'hémisphère nAGT à 650 cycles pour la configuration nAGT / nAGT ainsi que le profil 3D.

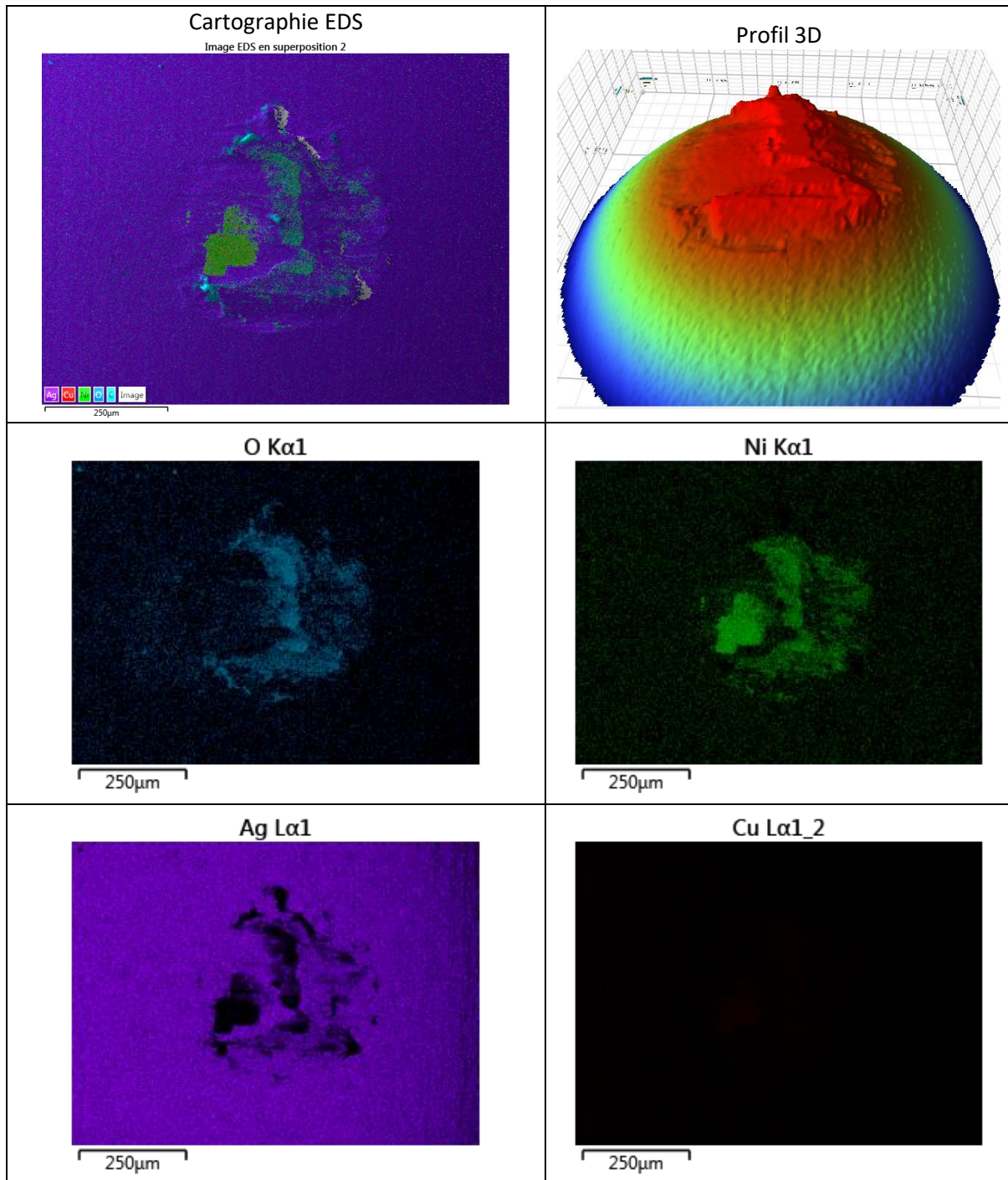


Tableau 29 : Cartographies EDS et profil 3D de l'hémisphère nAGT à 650 cycles pour la configuration nAGT / nAGT

Annexe 5 : Cartographies EDS, image BSD et profil 3D de l'hémisphère nGCS à 600 cycles pour la configuration nGCS / nGCS

Le Tableau 30 regroupe la cartographie EDS, l'image BSD et le profil 3D de l'hémisphère nGCS à 600 cycles pour la configuration nGCS / nGCS, ainsi que les cartographies Au ; Ag ; Ni et O séparément

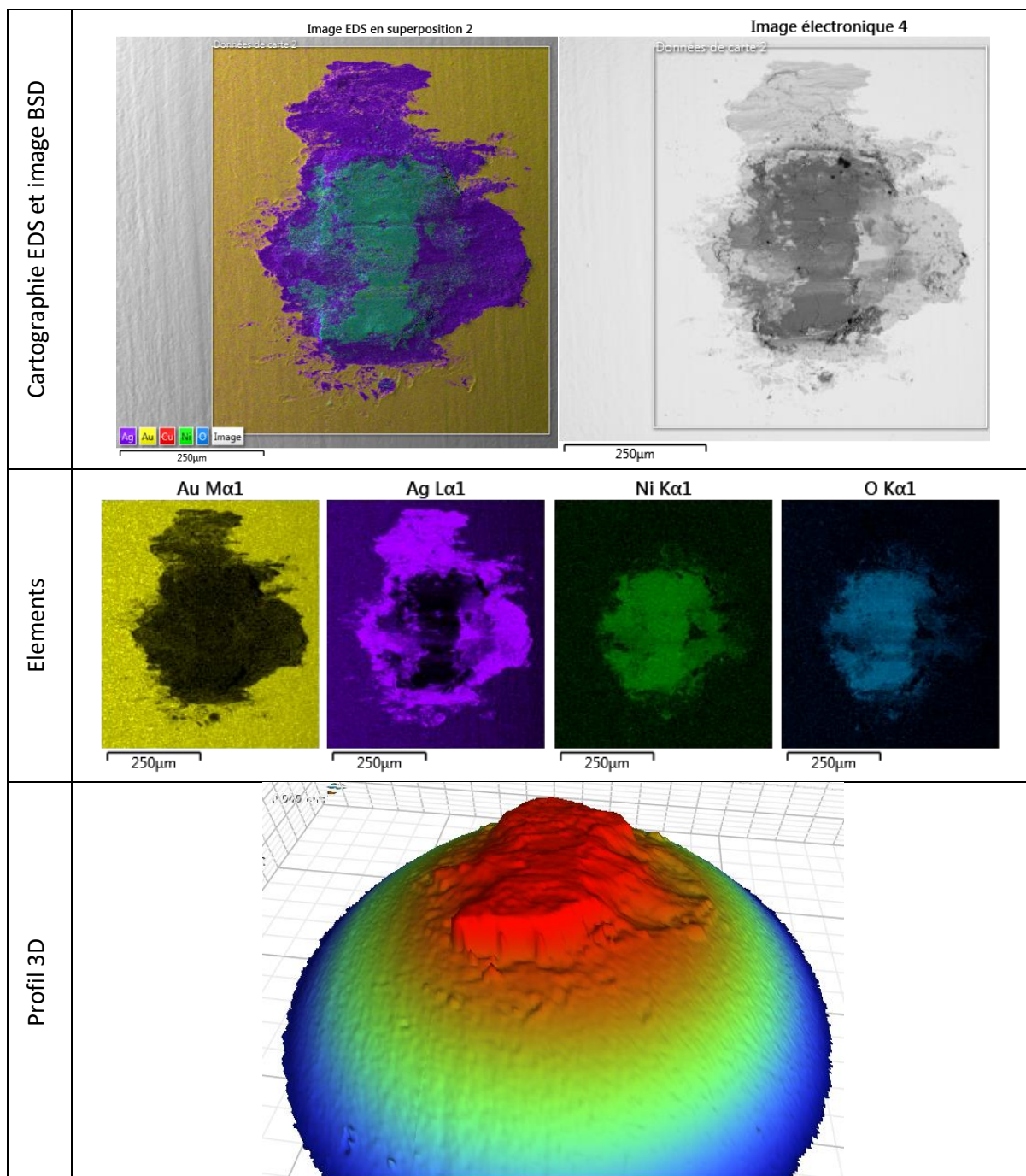


Tableau 30 : Cartographies EDS, image BSD et profil 3D de l'hémisphère nGCS à 600 cycles pour la configuration nGCS / nGCS

Chapitre 5 : Frottements macroscopiques : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques

Annexe 6 : Cartographies EDS et profil 3D de l'hémisphère FG à 300 cycles pour la configuration FG / nAGT

Le Tableau 31 regroupe les cartographie EDS, de l'hémisphère FG à 300 cycles pour la configuration FG / nAGT, ainsi que son profil 3D après avoir extrait le rayon de courbure, le surplus de matière est seulement au bord de la trace d'usure.

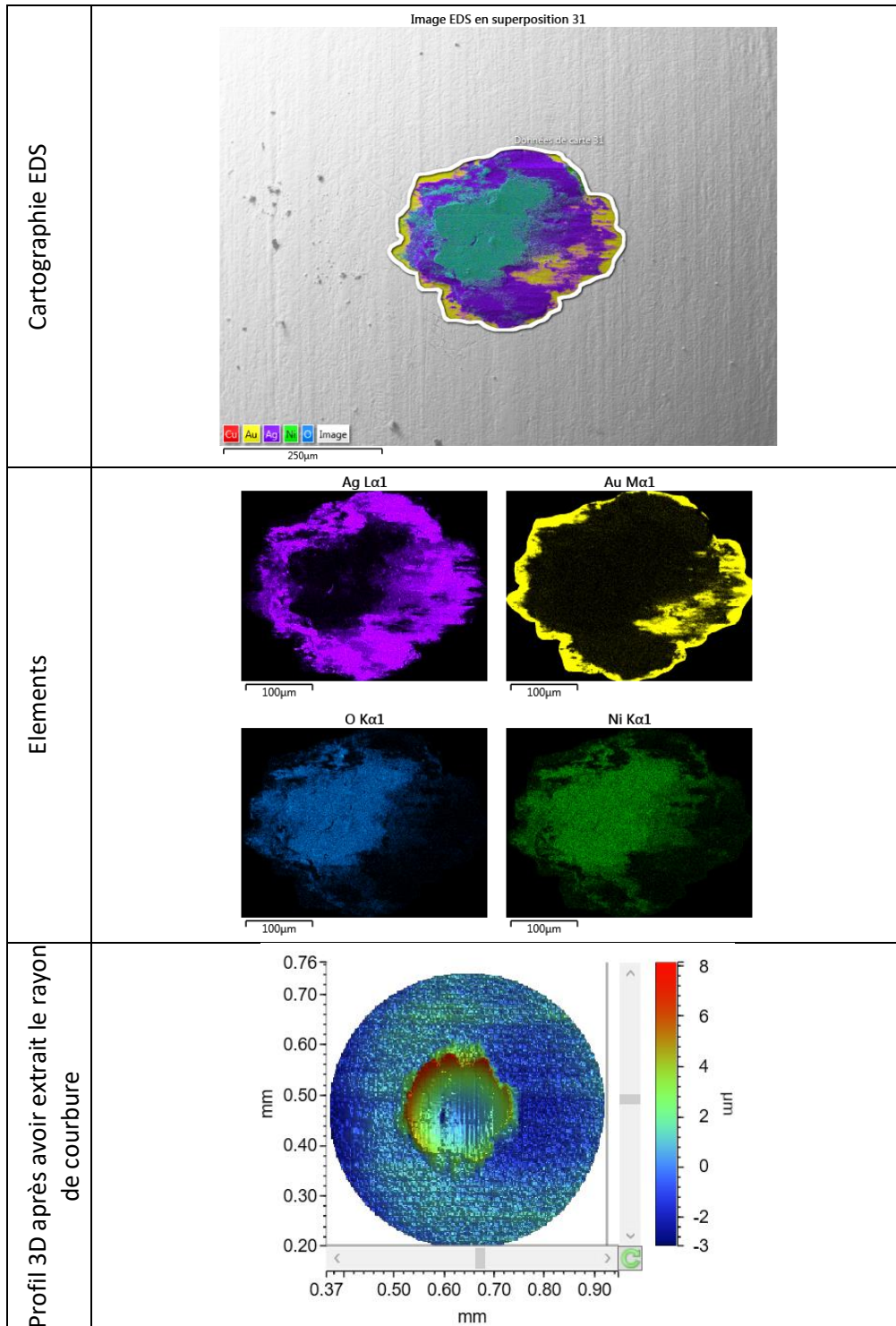


Tableau 31 : Cartographies EDS et profil 3D de l'hémisphère FG à 300 cycles pour configuration FG / nAGT



Annexe 7 : Cartographies EDS, image SE et profil 3D de l'hémisphère GXT à 1200 cycles pour la configuration GXT / nGCS

Le Tableau 32 regroupe les cartographies EDS, l'image SE et le profil 3D de l'hémisphère GXT à 1200 cycles pour la configuration GXT / nGCS

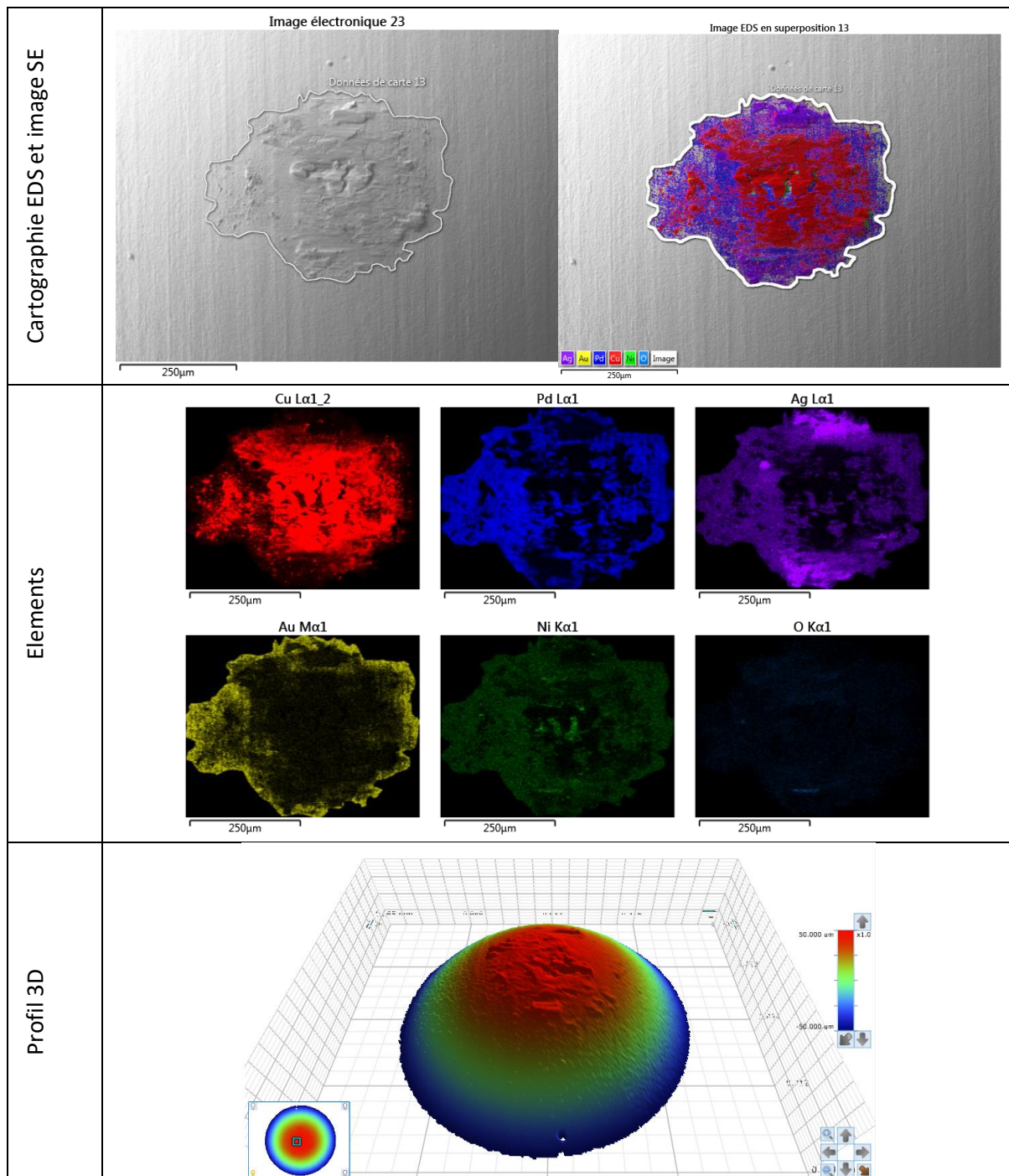


Tableau 32 : Cartographies EDS, image SE et profil 3D de l'hémisphère GXT à 1200 cycles pour la configuration GXT / nGCS

Chapitre 5 : Frottements macroscopiques : différents mécanismes d'usure en fonction des propriétés mécaniques

Annexe 8 : Cartographies EDS de l'hémisphère nGCS à 300 cycles pour la configuration nGCS / GXT

Le Tableau 33 regroupe les Cartographies EDS de l'hémisphère nGCS à 300 cycles pour la configuration nGCS / GXT

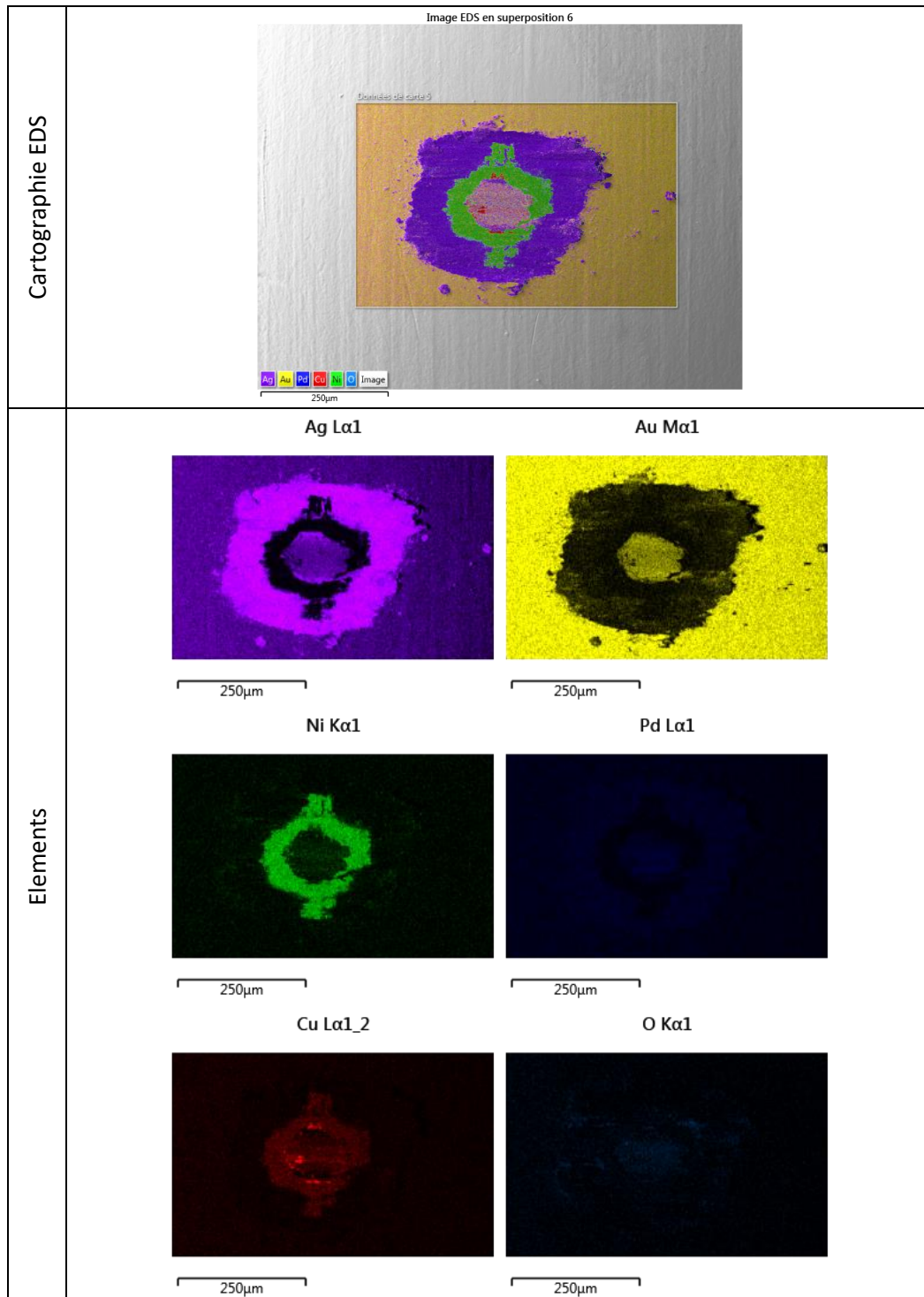


Tableau 33 : Cartographies EDS de l'hémisphère nGCS à 300 cycles pour la configuration nGCS / GXT