



Mécanismes d'accommodation et débits de premiers et de troisième corps à haute température: étude et modélisation phénoménologique

Pauline Lepasant

► To cite this version:

Pauline Lepasant. Mécanismes d'accommodation et débits de premiers et de troisième corps à haute température: étude et modélisation phénoménologique. Autre. Institut National Polytechnique de Toulouse - INPT, 2013. Français. NNT: 2013INPT0027 . tel-04315784

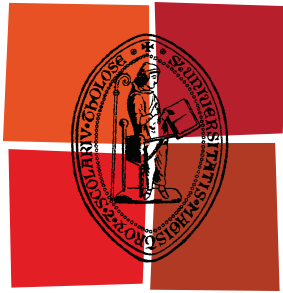
HAL Id: tel-04315784

<https://theses.hal.science/tel-04315784>

Submitted on 30 Nov 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.



Université
de Toulouse

THÈSE

En vue de l'obtention du DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse)

Discipline ou spécialité :

Génie Mécanique, Mécanique des Matériaux

Présentée et soutenue par :

Pauline LEPESANT

le : vendredi 19 avril 2013

Titre :

Mécanismes d'accommodation et débits de premiers et de troisième corps à
haute température :

Etude et modélisation phénoménologique

Ecole doctorale :

Mécanique, Energétique, Génie civil et Procédés (MEGeP)

Unité de recherche :

Institut Clément Ader (ICA) - Albi

Directeur(s) de Thèse :

Christine BOHER - ICA, Mines-Albi

Yves BERTHIER - INSA Lyon

Rapporteurs :

Yannick DESPLANQUES - Ecole Centrale de Lille

Hamid ZAÏDI - Université de Poitiers

Membre(s) du jury :

Jean DENAPE - ENI Tarbes - Président du jury

René GRAS - SUPMECA Paris - Examineur

Christine BOHER - ICA, Mines-Albi + Cv k g l _rcsp

Yves BERTHIER - INSA Lyon + Cv k g l _rcsp

Yannick DESPLANQUES - Ecole Centrale de Lille + P_nnmprcsp

Hamid ZAÏDI - Université de Poitiers + P_nnmprcsp

Mécanismes d'accommodation et débits de premiers et de troisième corps à haute température : Etude et modélisation phénoménologique
--

Lors des procédés de mise en forme à chaud des matériaux métalliques, les surfaces des outillages sont soumises à des sollicitations thermiques, mécaniques et physico-chimiques. Le frottement et l'usure jouent un rôle important dans l'endommagement de ces surfaces. De plus, les couches d'oxyde dues à la haute température influencent les mécanismes d'usure.

L'objectif de ce travail est de définir un modèle phénoménologique des mécanismes activés dans un contact haute température durant les premiers instants de frottement à partir du concept du troisième corps.

Des essais tribologiques pion-disque de très faible durée ont été effectués avec pour particularité la création de pièges à troisième corps à la surface des pions. Ces pièges nous ont permis d'identifier le troisième corps qui circulait dans le contact, et ont mis en avant les différents débits de premiers et de troisième corps qui se sont activés.

A partir d'observations MEB couplées à des analyses EDS, le troisième corps a été identifié, et il apparaît qu'il en existe plusieurs types qui ont cependant tous pour origine commune le pion. Une fois la source du troisième corps connue, les mécanismes de sa formation et de sa circulation ont été déterminés. Enfin, les mécanismes d'accommodation de la différence de vitesse et les débits de particules ont été définis et ont permis d'établir un modèle phénoménologique d'un contact à haute température.

MOTS-CLE : Tribologie, Haute température, Troisième corps, Couches glacées, Aciers à outils.

Accommodation mechanisms, first and third bodies flows in a high temperature contact : Study and phenomenological model
--

In high temperature forming processes, the tool surfaces are the privileged places for thermal, mechanical, and physico-chemical solicitations. Friction and wear play an important part in tool surface damage. Thus, oxide scales due to the high temperature influence the wear mechanisms.

The aim of this work is to define a phenomenological model of the activated mechanisms in a high temperature contact during the first seconds of friction, based on the third body concept.

Very short tribological tests, using a pin-on-disc tribometer were carried out. The main characteristic of these tests was the creation of third body traps on the pin surface. The aim of these traps was to identify the third body which was circulating in the contact, and to highlight the activated flows of the first and third bodies.

SEM observations and EDS investigations have revealed that different types of third body circulate in the contact, but each type was a part of the pin. Once the source of the third body was identified, its formation and circulation mechanisms were determined. Finally, accommodation mechanisms and particles flows were defined and used to develop a phenomenological model of a high temperature contact.

KEYWORDS : Tribology, High temperature, Third body, Glazed layers, Tool steels.

Remerciements

Une thèse est un Travail de longue Haleine, qui nécessite un peu d'Espoir, beaucoup de Sagacité et surtout pas mal d'Energie. C'est pourquoi je voudrais dire merci à toutes les personnes qui m'ont aidée à venir à bout de ce travail. Et plus particulièrement...

Je tiens à remercier tout d'abord Gérard Bernhart et Thierry Cutard, directeurs successifs du CROMEP puis de l'ICA-Albi, pour m'avoir accueillie dans leur laboratoire.

Je remercie mes encadrants de thèse : Christine Boher, qui m'a accompagnée durant toute ma thèse et qui m'a permis d'avancer durant les différentes étapes de ce travail ; ainsi qu'Yves Berthier, co-directeur de cette thèse, pour m'avoir aiguillée et guidée dans mes recherches. Nos nombreuses discussions ont parfois été animées mais elles m'ont toujours beaucoup aidé à avancer. Je tiens à remercier également Farhad Rézaï-Aria, qui, malgré ses digressions scientifiques hautement intéressantes, a été présent pour répondre à chacune de mes nombreuses interrogations.

Je remercie aussi Yannick Desplanques et Hamid Zaïdi, pour avoir accepté de rapporter ma thèse, ainsi que Jean Denape et René Gras, qui, par le biais de leur discussion lors de la soutenance, m'ont aidé à réfléchir sur les différents aspects de mon travail. Cette discussion, abordée avec une légère appréhension, s'est vraiment révélée être un moment plein d'échanges et dont je garderai un excellent souvenir.

Dans un second temps, je voudrais aussi remercier toutes les personnes qui m'ont aidée dans mon travail, que ce soit pour la réalisation de mes essais, ou lors de leur (longue...) caractérisation. Merci donc à tous les techniciens qui ont contribué au bon déroulement de ce travail : Sabine Leroux et ses analyses d'images, Jean-Michel Mouys et ses compétences sur le tribounet (ainsi que sur SolidWorks !) et Thomas Papaïx pour les soudures que je n'aurais pu réaliser moi-même. Je tiens tout particulièrement à remercier Serge Tovar, le seul et l'unique, pour toute son aide au niveau métallographie, découpe, observations MEB... ainsi que pour sa bonne humeur légendaire ! Je voudrais aussi remercier Thierry Martin qui m'a permis de réaliser des mesures de nano-indentation dans le Département de Mécanique des Structures et Matériaux de l'ISAE.

Je remercie également Christine Rolland pour m'avoir aidée à « dompter » le MEB (que je remercie aussi malgré ses sautes d'humeur !).

D'un point de vue moins professionnel mais tout aussi albigeois, je tiens à remercier tous mes collègues sportifs de la pause de midi (volleyeurs, basketteurs, badmintoniens, tennismen, pongistes etc.) pour cette petite heure sportive qui était, généralement, un très agréable moment de détente ! En trois années de thèse (et quelques mois), les jours ont passé et les doctorants aussi... Je voudrais donc remercier tous ceux qui ont fait de ces trois ans des moments inoubliables : Athony et Rémi les

plus grands joueurs de deskball de tous les temps, mais également Florian, Thomas, Vanessa, Laurent, Mimi, Lisa, Auré, Raffaele, Max, Trup, Guy'... Je n'oublie pas ceux qui ont quitté Albi avant moi mais qui ont tout autant participé à ma vie albigeoise, que ce soit Laura, Nico ou Chris.

Merci également à mes copines arcado-parisiennes pour m'avoir encouragée pendant tout ce temps et à Ninie pour avoir (entre autres) égayé quelques week-ends marseillais en fin de thèse.

D'un point de vue plus personnel, je tiens à remercier ma Maman et mon Papa qui m'ont toujours suivie dans mes choix (qu'ils soient judicieux ou pas), ainsi que mon frère et ma sœur (même si elle pose beaucoup de questions), Nana qui ne m'a pas aidée niveau formes mais beaucoup niveau forme, ainsi que toute ma famille.

Je remercie aussi Aurélien, pour m'avoir accompagnée quasiment depuis le tout début de ma thèse, pour avoir été là dans les bons moments et les moins bons, pour avoir toujours cru en moi et avoir tenu sa promesse...

Enfin, je ne pourrais terminer ces remerciements sans remercier le Docteur Shepherd, Barney et Robin, Sheldon et Penny, ainsi que tous leurs acolytes pour m'avoir accompagnée durant cette thèse. Même si vous ne m'avez pas toujours été d'un grand soutien dans mon travail, vous avez rythmé certaines de mes journées !

Bonne lecture !

Sommaire

REMERCIEMENTS	3
INTRODUCTION	9
CHAPITRE 1 : BIBLIOGRAPHIE	11
I Tribologie du contact et des interfaces	11
I.1 Notions de base de la tribologie	11
I.2 Modes de circulation des particules	12
I.3 Concept du troisième corps	15
I.3.1 Le triplet tribologique	16
I.3.2 Le troisième corps	17
I.3.3 Les mécanismes d'accommodation de la différence de vitesse	17
I.3.4 Le circuit tribologique et les débits de particules	19
I.4 Structures Transformées Tribologiquement (STT)	21
II Oxydation	22
II.1 Notions de base de l'oxydation	22
II.2 Oxydation du fer pur	23
II.2.1 La formation des couches d'oxydes	23
II.2.2 La croissance des couches d'oxyde	26
II.3 Oxydation des matériaux métalliques	28
II.4 Propriétés des couches d'oxyde	29
II.4.1 La déformation plastique des matériaux métalliques	30
II.4.2 Des généralités sur les propriétés mécaniques des oxydes	31
II.4.3 Le comportement fragile à basse température : rupture des couches d'oxyde - décohésion interfaciale	33
II.4.4 Le comportement ductile à haute température : déformation plastique des oxydes	35
II.4.5 La pseudoplasticité des oxydes à haute température	41
III Couplage tribologie - oxydation	43
III.1 Oxydation sous sollicitations	43
III.1.1 L'oxydation sous contrainte	43
III.1.2 L'oxydation sous sollicitations tribologiques	44
III.2 Couches glacées	45
III.2.1 La formation et l'agglomération des particules	48
III.2.2 Le frittage des particules	49
III.2.3 La déformation plastique des particules	49
III.2.4 La couche glacée	50
Synthèse	53

CHAPITRE 2 : MATERIAUX ET MISE EN ŒUVRE EXPERIMENTALE 55

I	Matériaux sélectionnés	55
I.1	Matériaux	55
I.2	Justification du choix des matériaux et des conditions d'essai	59
I.3	Comportement à l'oxydation	60
I.4	Comportement thermomécanique du X38CrMoV5	63
I.4.1	L'étude de la fatigue oligocyclique du X38CrMoV5 à haute température	63
I.4.2	L'étude de l'usure du X38CrMoV5 à haute température	64
II	Moyen d'essai	66
II.1	Description du tribomètre pion sur disque à haute température	66
II.2	Pièges à particules	68
II.3	Procédure de préparation des échantillons et procédure d'essai	69
II.4	Evolution des courbes de frottement	70
II.5	Conditions d'essai	72
III	Moyens de caractérisation des essais	73
III.1	Topographie	73
III.2	Observations MEB	74
	Synthèse	77

CHAPITRE 3 : SCENARIO DES PHENOMENES ACTIVES DANS UN CONTACT HAUTE TEMPERATURE 79

I	Comportement tribologique macroscopique	79
I.1	Evolution du facteur de frottement	80
I.2	Etude de l'énergie dissipée	86
I.2.1	Le calcul de l'énergie et de la puissance dissipées : analyse macroscopique	86
I.2.2	La puissance dissipée : analyse microscopique	88
II	Identification des phénomènes tribologiques à la surface du pion	89
II.1	Formation de particules métalliques	91
II.1.1	La déformation plastique du pion	91
II.1.2	La rupture de la couche métallique déformée plastiquement	106
II.2	Oxydation des particules métalliques	114
II.3	Formation d'une couche glacée	119
II.3.1	Le cisaillement des particules oxydées	119
II.3.2	La formation de chevrons oxydés	121
II.3.3	La caractérisation de la couche glacée	123
II.4	Formation de particules d'oxyde	126
II.4.1	Le cisaillement plastique de la couche glacée	127
II.4.2	La rupture de la couche glacée	129
III	Identification des phénomènes tribologiques à la surface du disque	132
III.1	Usure de l'oxyde superficiel	132
III.2	Formation de couches glacées	134
IV	Influence d'un débit source externe de troisième corps	136
	Synthèse	144

CHAPITRE 4 : MODELE DE CIRCULATION DES PARTICULES DE TROISIEME CORPS DANS UN CONTACT HAUTE TEMPERATURE	145
I Identification des mécanismes d’accommodation et débits de troisième corps	146
I.1 Introduction	146
I.2 Définition des sites : application à notre étude	147
I.3 Circulation des particules	148
I.3.1 A la surface du pion	148
I.3.2 A la surface du disque	152
I.4 Situation tribologique après 120 s d’essai	154
I.5 Evolution temporelle des mécanismes et des débits	157
II Modèle phénoménologique de circulation du troisième corps	159
Synthèse	164
CONCLUSION	165
BIBLIOGRAPHIE	167
ANNEXES	173
Annexe A1 : Plans de définition du disque et du pion	175
Annexe A2 : Protocole de réalisation du dépôt électrolytique de nickel	176
Annexe A3 : Données des énergies calculées pour chaque durée d’essai à partir des courbes de frottement	177
Annexe A4 : Mesures de nanodureté	178

Introduction

Les travaux de cette thèse s'inscrivent dans une thématique très vaste qui est l'endommagement des outillages de mise en forme à chaud. Les procédés de mise en forme à chaud des matériaux métalliques sont des procédés où des sollicitations complexes comme le frottement et l'oxydation interagissent à la surface des outillages. La surface et le volume sont soumis à de multiples contraintes (mécanique, physico-chimique et thermique) dont l'un des résultats est l'usure. La compréhension des mécanismes se produisant au contact de deux pièces à haute température constitue un enjeu important pour remédier à l'usure et à une ruine prématurée des outillages à chaud.

De nombreux travaux menés sur ce sujet font ressortir que les interfaces constituent le lieu privilégié de phénomènes expliquant l'usure des matériaux. Afin de pallier à cette usure, il semble donc nécessaire de comprendre ses causes et conséquences et par là-même, d'étudier de manière plus précise les interfaces de contact. Dans ce but, il a semblé important de focaliser ces travaux sur l'étude du troisième corps présent dans un contact. En effet, le concept du troisième corps apporte un éclairage pertinent sur les phénomènes activés au niveau des premiers corps, et les débits activés permettent de comprendre l'action des interfaces sur le contact.

L'objectif de ce travail est de répondre à ces questions en définissant un modèle phénoménologique à partir des notions de mécanismes d'accommodation de la différence de vitesse et des débits des premiers et troisième corps constituant un contact haute température.

Cette étude comporte quatre chapitres. Le premier chapitre présente la tribologie, l'oxydation et leur synergie lorsqu'ils sont associés comme c'est le cas lors de la mise en forme des matériaux métalliques à haute température. En ce qui concerne la tribologie, priorité est donnée à la définition du concept du troisième corps dont les notions de mécanismes d'accommodation et de débits sont utilisées dans la conception de notre modèle phénoménologique. Ce chapitre donne également des éléments sur le comportement mécanique des matériaux métalliques et des oxydes qui se forment à haute température.

Le second chapitre a pour but de décrire les matériaux étudiés, les moyens expérimentaux utilisés ainsi que les caractéristiques principales des essais tribologiques qui sont notamment les très courtes durées d'essai. De plus, dans le but d'identifier le troisième corps et donc de déterminer sa formation, des pièges, sous forme d'indentations, ont été réalisés à la surface du pion. Ces indentations mettent aussi en évidence les débits de premiers et de troisième corps.

Le troisième chapitre définit, via l'exploitation des résultats expérimentaux et des observations MEB, de manière chronologique, les phénomènes activés dans un contact haute température, qui

constituent un scénario phénoménologique. Des essais complémentaires contribuant à la validation de ce scénario sont aussi présentés.

Enfin, dans le dernier chapitre est décrit le modèle phénoménologique d'un contact haute température. Ce modèle a été élaboré à partir des notions de mécanismes d'accommodation et de débits propres au concept du troisième corps qui sont développées dans le premier chapitre.

Chapitre 1 :

Bibliographie

Dans ce chapitre vont être introduites et développées les notions bibliographiques nécessaires pour expliquer les différents phénomènes prenant place dans un contact à haute température et qui peuvent conduire à la circulation de particules. Dans un premier temps nous présenterons la tribologie du contact et des interfaces, et notamment la circulation des particules et le concept du troisième corps dont les notions seront utilisées lors de l'exploitation des résultats. Nous aborderons ensuite l'oxydation, phénomène se produisant lors de nos essais à haute température, en particulier celle du fer pur et des matériaux métalliques. Cette seconde partie sera également consacrée aux différentes propriétés des couches d'oxyde et à leur comportement mécanique aussi bien à haute température qu'à température ambiante. Par la suite, nous évoquerons les effets du couplage de la tribologie et de l'oxydation qui sont les deux principaux phénomènes se produisant lors de nos essais.

I Tribologie du contact et des interfaces

I.1 Notions de base de la tribologie

La tribologie désigne la science qui étudie les phénomènes se produisant lorsque deux corps en contact sont animés d'un mouvement relatif. Elle se définit comme l'étude du frottement, de l'usure et de la lubrification.

Il s'agit d'une science pluridisciplinaire dans laquelle interviennent aussi bien les notions de la mécanique, de la chimie, de la thermodynamique que celles de la science des matériaux. Le

comportement tribologique n'est pas une propriété intrinsèque des matériaux, il dépend de plusieurs paramètres que sont les conditions d'essai (vitesse, charge, environnement), les matériaux étudiés ainsi que les caractéristiques propres au dispositif d'essai (type de contact, raideur du système mécanique, ...) [1]. Ce dernier paramètre est important puisque pour un même couple de matériaux soumis aux mêmes conditions, le comportement tribologique peut ne pas être identique sur deux systèmes mécaniques différents.

Dans les années 1950, la tribologie était étudiée au niveau des volumes mais les propriétés alors utilisées ne permettaient pas de donner d'explications suffisantes sur l'endommagement et l'usure observés au niveau des surfaces. Cette science s'est alors concentrée sur les surfaces (couche dont l'épaisseur est inférieure ou égale à 100 μm) et cela a notamment été facilité grâce aux avancées technologiques en termes d'observation microscopique. L'étude des surfaces n'ayant pas permis d'expliquer tous les phénomènes dus au frottement, la tribologie s'est enfin tournée vers l'étude des interfaces, c'est-à-dire l'épaisseur présente entre les surfaces en contact. L'étude des interfaces [2], qui accommodent le gradient de vitesse et assurent la portance [3], a mis en avant le rôle des particules qui circulent dans un contact.

A notre connaissance, il existe deux « écoles » qui expliquent la circulation des particules dans un contact, celle issue des publications de Jiang et Stott, et celle issue des travaux de Godet et Berthier. Ces deux « écoles » sont expliquées par la suite.

1.2 Modes de circulation des particules

D'après Jiang et al. [4], il existe trois modes qui permettent aux particules de se mouvoir à l'intérieur même d'une couche de particules se trouvant entre deux surfaces en contact. Ces modes sont représentés sur la Figure 1, il s'agit de :

- ✓ La rotation (rotating en anglais) : lorsqu'une particule est piégée face à un obstacle fixe, elle ne peut pas se déplacer avec la surface antagoniste mais elle peut tourner sur elle-même (mécanisme I sur la Figure 1) ;
- ✓ Le dérapage (skidding) : une particule est bloquée à la surface de l'un des antagonistes, une particule fixe sur l'autre antagoniste va alors déraiper (ou glisser) lorsqu'elles se rencontrent (mécanisme II) ;
- ✓ Le roulement (rolling) : la particule peut circuler librement sous l'action du roulement avec la surface opposée sur une certaine distance, contrairement au mécanisme de rotation (mécanisme III).

Le roulement et le dérapage conduisent à l'enlèvement de la particule du contact ce qui contribue à l'usure alors que la rotation ne participe pas à l'usure puisque la particule, bloquée face à un obstacle fixe, ne se déplace pas dans la direction de frottement [5].

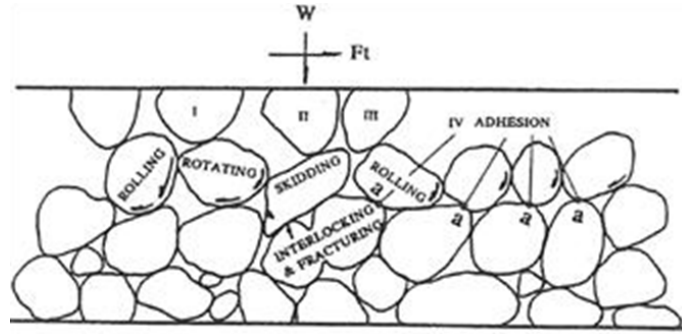


Figure 1 : Représentation schématique des mécanismes de circulation des particules pendant le frottement [4].

Afin de déterminer les conditions d'enlèvement de la particule, Jiang et al. [4] considèrent tout d'abord les conditions d'équilibre des forces au contact de cette particule. A partir des forces décrites sur la Figure 2 [6], les auteurs donnent les conditions d'équilibre suivantes :

$$T_1 + T_2 \sin \alpha - N_2 \cos \alpha = 0 \quad (\text{Equation 1})$$

$$N_1 - N_2 \sin \alpha - T_2 \cos \alpha = 0 \quad (\text{Equation 2})$$

$$T_2 \left(\frac{D}{2} + \frac{D}{2} \sin \alpha \right) - N_2 \left(\frac{D}{2} \right) \cos \alpha = 0 \quad (\text{Equation 3})$$

avec T_1 et T_2 les forces tangentielles de contact fournies par les forces de frottement aux points de contact A et B, N_1 et N_2 les forces normales de contact et D le diamètre de la particule.

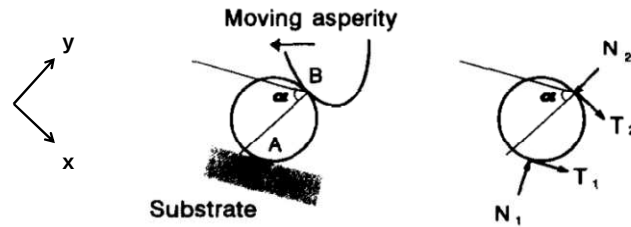


Figure 2 : Représentation schématique des conditions de contact d'une particule sphérique entre une surface plane et une aspérité présente sur la surface opposée [6].

La solution des équations (1) et (3) donne :

$$\frac{T_1}{N_1} = \frac{T_2}{N_2} = \frac{\cos \alpha}{1 + \sin \alpha} \quad (\text{Equation 4})$$

Les forces de frottement maximales pouvant être atteintes sont équivalentes à :

$$T_{1\max} = f_1 N_1 \quad (\text{Equation 5})$$

$$\text{et} \quad T_{2\max} = f_2 N_2 \quad (\text{Equation 6})$$

avec f_1 et f_2 les facteurs de frottement entre les particules.

Ainsi, pour qu'une particule soit enlevée, il faut que les conditions suivantes soient respectées :

- ✓ Enlèvement par roulement : $T_1 < T_{1\max}$ et $T_2 > T_{2\max}$;
- ✓ Enlèvement par dérapage : $T_1 > T_{1\max}$ et $T_2 < T_{2\max}$.

Enfin, si on considère que $f = \min(f_1, f_2)$, alors la condition critique pour que la particule soit éjectée des surfaces en contact, soit par roulement, soit par dérapage, est :

$$\sin \alpha < \frac{1 - f^2}{1 + f^2} \quad (\text{Equation 7})$$

A partir du facteur de frottement, et des conditions de contact entre une particule et un obstacle présent sur la surface opposée, il est donc possible de prédire si la particule sera éjectée de la surface par roulement, par dérapage, ou si elle ne sera pas enlevée.

Afin de compléter leur étude sur la circulation des particules, Jiang et al. [7] ont également défini des critères pour l'enlèvement des particules de la trace d'usure qui sont :

- ✓ Le critère de compactage : la particule est incapable de s'incorporer dans une couche de particules parce que les forces d'adhésion présentes entre les particules ne sont pas suffisamment élevées (ou la particule est trop grosse) ;
- ✓ Le critère de géométrie : si la taille de la particule est trop importante comparée à l'espacement entre les deux surfaces en contact, alors elle est mise en mouvement par les aspérités se trouvant sur la surface opposée.

A partir de ces deux critères, les auteurs ont défini la probabilité P qu'une particule soit éliminée de la trace d'usure en fonction de son diamètre D , la particule étant considérée comme sphérique. Ainsi, la probabilité P_1 d'enlèvement de la particule à cause du critère de compactage dépend notamment de la taille critique de la particule D_{c1} de telle sorte que [6] :

$$\begin{aligned} P_1 &= 1 \text{ quand } D \geq D_{c1} \\ P_1 &= 0 \text{ quand } D < D_{c1} \end{aligned}$$

De la même manière, la probabilité P_2 d'enlever une particule d'après le critère lié à la géométrie du contact est :

$$\begin{aligned} P_2 &= 1 \text{ quand } D \geq D_{c2} \\ P_2 &= 0 \text{ quand } D < D_{c2} \end{aligned}$$

En conclusion, la probabilité P d'enlever une particule du contact par l'un ou l'autre des deux critères est :

$$\begin{aligned} P &= 1 \text{ quand } D \geq D_c \\ P &= 0 \text{ quand } D < D_c \\ \text{avec } D_c &= \min(D_{c1}, D_{c2}) \end{aligned}$$

A partir de la condition d'éjection définie par l'équation 7, des critères d'enlèvement ou de rétention d'une particule dans le contact, mais aussi de la probabilité d'avoir N particules de diamètre D formées à l'instant t , les auteurs [6] ont développé un modèle mathématique qui décrit le

comportement au frottement des matériaux pour toute température, basé sur le contact entre les couches de particules. Ce modèle a pour objectif de quantifier le volume d'usure et le recouvrement de la surface d'usure par une couche de particules compactées. Les auteurs améliorent de façon continue ce modèle depuis 1994, notamment en prenant en compte l'effet de l'oxygène [7].

Nous verrons par la suite que l'équipe de Jiang s'est aussi attachée à expliquer la transition de l'usure sévère vers l'usure douce via la définition d'un processus d'usure et la formation des couches glacées. Cet aspect du travail de Jiang et al. sera décrit dans la partie III.2 qui concerne les couches glacées.

Jiang et al. ont donc défini des modes de circulation des particules une fois que celles-ci étaient formées. Or, le but de notre étude est non seulement d'expliquer la circulation des particules mais également leur formation. Nous avons donc étudié une seconde « école » qui décrit la circulation des particules dans un contact. Celle-ci est liée au concept du troisième corps, valable également quelle que soit la température.

1.3 Concept du troisième corps

De manière générale, lorsque l'usure doit être évaluée, la loi d'Archard, qui permet de calculer la quantité de matière enlevée des surfaces en contact, est utilisée. Celle-ci se définit par :

$$V = K \frac{FL}{H} \quad (\text{Equation 8})$$

avec V le volume de matériau usé (mm³), K le coefficient d'usure, F la force normale appliquée (N), L la longueur de frottement (m) et H la dureté (MPa).

Or, cette loi décrit l'usure comme une perte de matière des surfaces en contact, c'est-à-dire qu'elle est définie par la quantité de particules produites dans le contact. Elle est uniquement valable lorsque la quantité de particules produites pendant le frottement est égale à la quantité de particules éjectées du contact. Le concept du troisième corps, lui, ne décrit pas le processus de production de particules comme de l'usure mais il considère que celles-ci peuvent contribuer à la protection des surfaces.

En effet, ce concept a été introduit par Godet dans les années 1970 [2] puis des notions liées à ce concept ont été développées par Berthier [3,8]. Ils ont créé ce concept mécanique de façon à faire un parallèle entre la théorie de la lubrification et l'action des particules sur le frottement qui peut parfois être assimilée à de la lubrification solide. En effet, ils ont observé que la production de particules dans un contact n'était pas toujours néfaste pour les surfaces mais qu'elle pouvait leur permettre d'être protégées par la circulation de ces particules.

D'après le concept du troisième corps, l'usure n'est donc pas définie comme le mécanisme de détachement des particules mais elle est plutôt décrite comme le processus qui comprend [9] :

- ✓ le détachement des particules ;
- ✓ leur action dans le contact ;

- ✓ et enfin, l'éjection de ces particules du contact, puisque c'est lors de cette éjection que l'usure des surfaces va réellement se produire.

Pour conceptualiser ce troisième corps, différentes notions sont utilisées et décrites par la suite, il s'agit du triplet tribologique dans lequel s'inscrit le troisième corps, des mécanismes d'accommodation de la différence de vitesse ainsi que des débits de troisième corps. A travers ces différentes notions, nous allons voir qu'il est parfois nécessaire pour un matériau de sacrifier sa surface afin de sauvegarder son volume.

I.3.1 Le triplet tribologique

Le triplet tribologique est composé de trois éléments distincts qui constituent le contact et qui sont : le système mécanique, les premiers corps et le troisième corps (Figure 3).

Le système mécanique comprend le contact en mouvement relatif. A l'échelle d'un laboratoire, ce système peut être un tribomètre pion-disque comme dans cette étude. A l'échelle industrielle, il peut s'agir d'une cage de laminage ou bien encore d'un contact roue-rail (bogie-voie) dans le cas du déplacement d'un train. Il intervient, au sens physico-chimique, par l'environnement qu'il impose et mécaniquement, par l'équilibre des forces internes et externes [10] qu'il subit. Sur la Figure 3, nous pouvons voir que le système mécanique est représenté par la combinaison d'un ressort et d'un amortisseur. Ce système intervient donc à travers la raideur mécanique qu'il impose au contact. Par conséquent, le tribomètre impose sa signature au comportement tribologique des matériaux.

Les premiers corps sont les matériaux qui bordent le contact. Ils interviennent par leur géométrie et leurs propriétés thermoélastiques et physico-chimiques, qui, pour les sollicitations transmises par le système mécanique, conduisent à leurs déformations qui vont alors définir les zones élémentaires de contact. L'intervention des matériaux est alors indirecte car elle s'effectue via la géométrie des premiers corps. En revanche, leur action est directe sur les zones élémentaires de contact où cette fois les matériaux répondent aux sollicitations tribologiques telles que la force normale et le déplacement imposés à travers leur déformation, leur usure... [10]. Enfin, le troisième corps est défini comme le volume de matière qui sépare les premiers corps.

Les premiers corps et le troisième corps interviendront dans le concept tribologique en termes de sites d'accommodation, notion définie dans le paragraphe I.3.3.

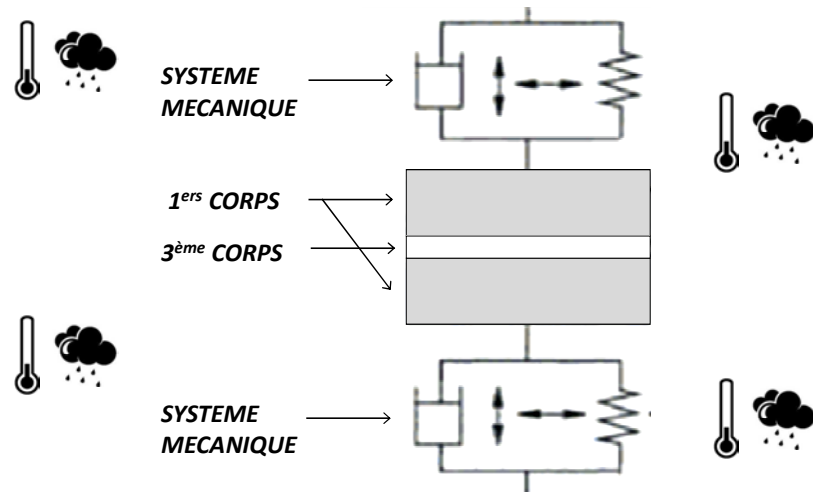


Figure 3 : Représentation schématique du triplet tribologique [11].

I.3.2 Le troisième corps

Dans le concept élaboré par l'équipe de Godet, d'un point de vue matériau, le troisième corps est défini comme la zone où la composition chimique est différente de celle des constituants des premiers corps. D'un point de vue cinématique, le troisième corps est défini comme l'épaisseur dans laquelle la différence de vitesse entre les premiers corps est accommodée, ce qui met en avant son caractère lubrifiant [12].

Le troisième corps a quatre fonctions principales [13] qui sont :

- ✓ La transmission de la charge normale aux premiers corps ;
- ✓ L'accommodation de la différence de vitesse entre les premiers corps ;
- ✓ La séparation des premiers corps, afin d'éviter leur interaction directe ce qui contribue à la diminution de leur dégradation ;
- ✓ La transformation de l'énergie cinétique en chaleur, qui est ensuite dissipée via les premiers corps ou via le débit de troisième corps.

I.3.3 Les mécanismes d'accommodation de la différence de vitesse

Dans le concept du troisième corps, il existe donc une différence de vitesse entre les deux premiers corps qui doit être accommodée au niveau du contact. Pour décrire cette accommodation, Berthier et al. [8] a défini la notion de mécanisme d'accommodation, qui se définit comme la combinaison d'un site et d'un mode d'accommodation. Il existe 6 sites et 4 modes d'accommodation de la différence de vitesse qui sont donnés sur la Figure 4.

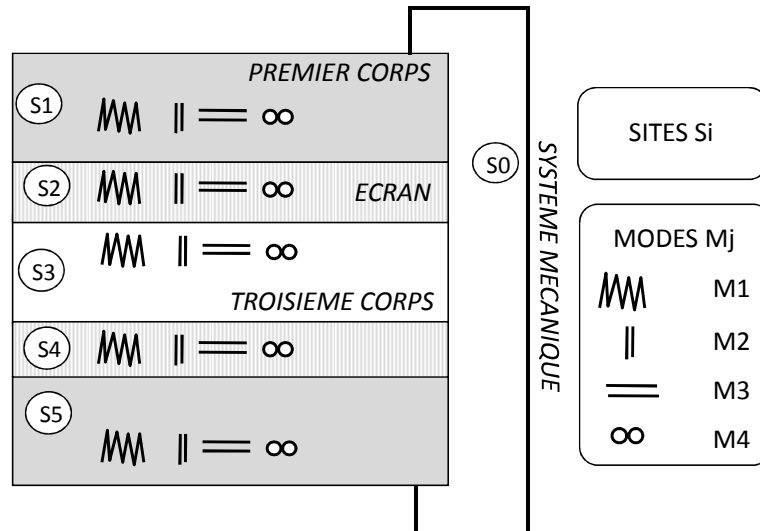


Figure 4 : Représentation schématique des mécanismes d'accommodation de la différence de vitesse entre les premiers corps.

Un site d'accommodation S représente le point dans l'espace, ou le lieu, où la différence de vitesse entre les premiers corps est accommodée, c'est-à-dire où le gradient de vitesse est pris en charge [3].

Les 6 sites sont :

- ✓ S_0 : le système mécanique ;
- ✓ S_1 et S_5 : les premiers corps ;
- ✓ S_2 et S_4 : les écrans ;
- ✓ S_3 : le troisième corps.

Les écrans S_2 et S_4 sont des complexes de surface. Ce sont soit des couches d'oxyde et de contaminants soit des monocouches déposées sur les surfaces dont l'épaisseur n'excède pas 10nm en général [13]. Ils séparent le troisième corps des premiers corps, gouvernent également les conditions d'adhérence entre ces deux éléments, et peuvent aussi contribuer à l'accommodation de la différence de vitesse.

Un mode d'accommodation M décrit le phénomène par lequel la vitesse est accommodée. Les 4 modes sont :

- ✓ M_1 : la déformation élastique ;
- ✓ M_2 : la rupture ;
- ✓ M_3 : le cisaillement ;
- ✓ M_4 : le roulement.

Par exemple, si l'on parle du mécanisme S_1M_3 , cela signifie que le premier corps est cisailé, et si l'on considère le mécanisme S_3M_4 nous évoquerons alors le roulement du troisième corps.

Le mode de déformation élastique M_1 correspond à un mécanisme réversible. Le mode de rupture M_2 est lui irréversible. Excepté dans le cas du fretting où l'ouverture de fissures permet d'accommoder la différence de vitesse, la rupture n'accommode généralement pas cette différence de vitesse en tant que telle, mais elle permet de plus grandes déformations via d'autres modes. Le mode de cisaillement M_3 est également irréversible puisqu'il comprend le cisaillement plastique et

visqueux. Enfin, le mode de roulement M_4 est aussi irréversible puisqu'il est dû à la présence de troisième corps qui roule dans le contact lors du frottement [3].

Ces mécanismes d'accommodation ont été identifiés de manière expérimentale [3]. En considérant les 6 sites et les 4 modes d'accommodation, il existe donc 24 mécanismes d'accommodation possibles. Ce nombre peut être réduit à 12 en cas de symétrie parfaite du contact.

I.3.4 Le circuit tribologique et les débits de particules

Via les mécanismes d'accommodation S_iM_j , la différence de vitesse entre les deux premiers corps est accommodée. Afin d'expliquer la circulation du troisième corps dans le contact, des débits (ou flows en anglais), qui représentent la quantité de troisième corps qui circule pendant un temps donné, sont décrits et constituent le circuit tribologique (Figure 5). Ce circuit décrit les débits activés lors du frottement entre deux premiers corps [14]. Il a été identifié 7 types de débits qui résultent de l'évolution du troisième corps dans le contact, de sa création à son éjection en passant par sa vie.

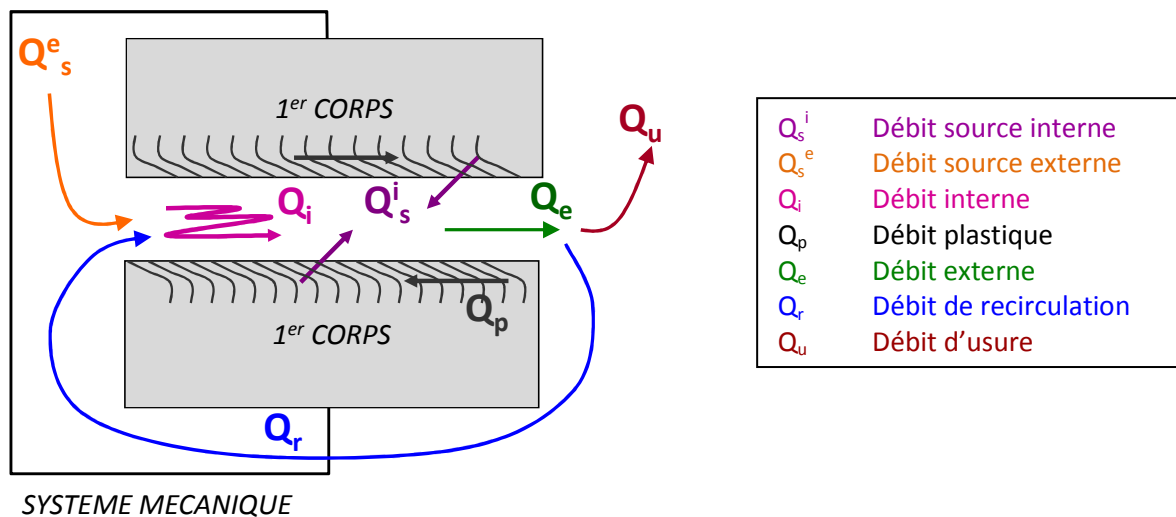


Figure 5 : Circuit tribologique pour un contact élémentaire à deux dimensions [15].

- ✓ Il existe deux types de débit source Q_s de particules conduisant à la formation d'un troisième corps : le débit source interne Q_s^i ou externe Q_s^e .
 Dans le premier cas (Q_s^i), ce débit correspond au détachement de particules de l'un et/ou de l'autre des premiers corps ce qui mène à la formation de troisième corps naturel. Ce débit source interne peut être activé par le débit plastique Q_p , dans le cas où les matériaux sont ductiles.
 Dans le cas du débit source externe Q_s^e , un troisième corps artificiel est introduit dans le contact (exemple du lubrifiant solide).
- ✓ Entre les deux premiers corps circule un débit interne Q_i constitué de particules de troisième corps piégées dans le contact.
- ✓ Le débit externe Q_e représente le débit de troisième corps qui est éjecté du contact. Il se divise en deux débits différents qui sont le débit de recirculation Q_r et le débit d'usure Q_u .
 Le premier est composé de particules qui sont momentanément éjectées du contact mais réintroduites par la suite à tout moment, tandis que le débit d'usure est lui constitué de

particules qui sont définitivement éjectées du contact et ne participent plus à l'accommodation de la différence de vitesse entre les premiers corps.

Il existe une relation entre tous ces débits de troisième corps, basée sur la loi de la conservation de la matière telle que le débit interne Q_i est égal à :

$$Q_i = Q_s - Q_e \leftrightarrow Q_i = Q_s^i + Q_s^e - Q_u - Q_r \quad (\text{Equation 9})$$

A ce jour, il est encore difficile de quantifier les débits de troisième corps de manière expérimentale. Toutefois, des essais ont été réalisés avec un premier corps transparent qui a permis d'observer directement les débits [14] et de définir des caractéristiques dans le but de les qualifier. Ainsi, la rhéologie du troisième corps peut être décrite phénoménologiquement à travers les notions de cohésion et de ductilité des particules. La cohésion d'un troisième corps caractérise sa capacité de compactage de telle sorte que l'on parlera de troisième corps avec une faible cohésion s'il s'apparente à de la poudre. Au contraire, nous parlerons de troisième corps très cohésif s'il est très compact. En ce qui concerne la notion de ductilité, celle-ci permet de caractériser la facilité avec laquelle le troisième corps s'étale dans le contact.

L'évolution du facteur de frottement est fonction de la rhéologie du troisième corps [13] alors que l'usure est liée aux débits de troisième corps. S'il y a un changement au niveau de la rhéologie du troisième corps alors le facteur de frottement va évoluer. S'il y a une variation au niveau du facteur de frottement, alors cela traduit une évolution et/ou un changement du (ou des) mécanisme(s) d'accommodation de vitesse.

D'après le concept du troisième corps, l'usure est définie comme l'éjection du troisième corps. Il s'agit donc d'une compétition entre le débit source Q_s de troisième corps et le débit d'usure Q_u [9], ces deux entités étant reliées à la masse de troisième corps M_i dans le contact par la relation :

$$\frac{dM_i}{dt} = Q_s - Q_u \quad (\text{Equation 10})$$

Ces deux débits n'agissent pas directement l'un sur l'autre mais participent tous les deux à l'évolution de M_i : Q_s est inversement proportionnel à M_i et Q_u peut être décrit comme une fonction linéaire de la quantité de troisième corps dans le contact. Ainsi le processus d'usure résulte de la compétition entre le détachement de particules et leur éjection, comme le montre la Figure 6.

Sur cette figure sont représentés M_i^{stab} la masse de troisième corps quand les deux débits sont à l'équilibre et le débit Q_∞ qui est défini comme le débit à l'équilibre c'est-à-dire lorsque les deux débits Q_s et Q_u sont égaux.

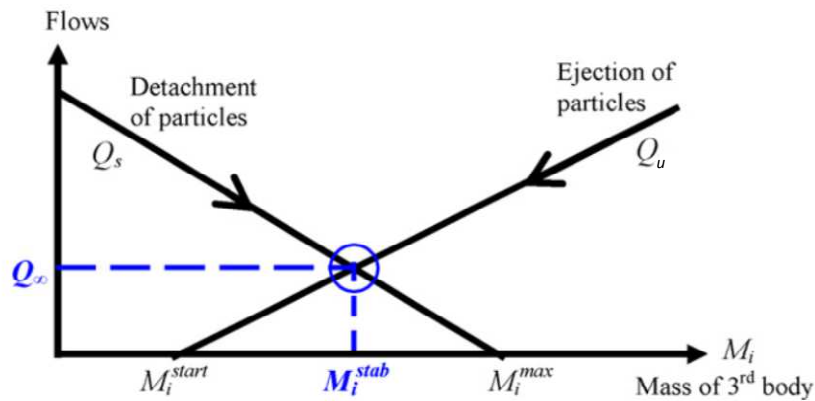


Figure 6 : Comportement qualitatif du débit source et du débit d'usure en fonction de la masse de troisième corps M_i piégée dans le contact [9].

Si l'on considère que la masse M_i de troisième corps était supérieure à M_i^{stab} , alors le débit source Q_s de particules serait inférieur au débit d'usure Q_u . Dans ce cas-là, il y aurait alors plus de particules éjectées que de particules produites, et la masse de troisième corps M_i tendrait de nouveau vers la valeur d'équilibre M_i^{stab} . L'usure a donc un point d'équilibre et lorsque cet équilibre est atteint, il n'y a plus dégradation des surfaces en contact.

Afin de confirmer ce modèle, des essais expérimentaux ont été réalisés avec un premier corps très facilement dégradable et un second non-dégradable (en comparaison avec le premier). Lors de ces essais, la masse détachée du premier corps dégradable, celle de troisième corps présente dans le contact et la masse de particules éjectées étaient mesurées. A partir de ces masses, les différents débits étaient alors calculés et les résultats sont en adéquation avec les résultats du modèle. Ainsi il a été mis en évidence que lorsqu'une particule est éjectée du contact, elle est alors immédiatement remplacée par une particule nouvellement détachée.

Ces travaux montrent donc que si un troisième corps est bénéfique alors il faut éviter son éjection, puisque par son effet lubrifiant, il évite le détachement de nouvelles particules et donc l'usure des surfaces.

1.4 Structures Transformées Tribologiquement (STT)

La création du troisième corps naturel qui constitue le débit source interne Q_s^i est liée à la formation et à la fragmentation de structures transformées tribologiquement ou STT (Tribological Transformed Structures ou TTS en anglais). Les STT sont le résultat des transformations superficielles obtenues pendant le frottement, et sont définies comme des couches submicrométriques structurées et proches de la surface des premiers corps [8] auxquels elles sont reliées par épitaxie [16]. Ces transformations sont le résultat de déformations élevées associées à une forte pression hydrostatique [15,16] et peuvent se produire même pour de faibles températures [17,19]. Afin d'étudier la formation des STT, Busquet et al. [20] et Descartes et al. [21] ont réalisé des essais de torsion sous haute pression pour avoir des conditions de cisaillement et de pression proches de celles d'un contact. Des échantillons en aciers faiblement alliés et en fer pur ont été utilisés et la pression hydrostatique appliquée était comprise entre 0,5 et 1 GPa. Quelle que soit la nature de

l'échantillon, des hétérogénéités de structure ont été identifiées dans l'échantillon, que ce soit dans son rayon ou dans son épaisseur, ce qui amène à penser que les déformations ne sont pas homogènes et qu'il existe un gradient de déformation 3D dans l'échantillon. De plus, les STT ont été localisées dans des zones spécifiques, et cette localisation est liée aux conditions de contact en surface des échantillons (Figure 7) qui peuvent être de deux types : adhésion et glissement.

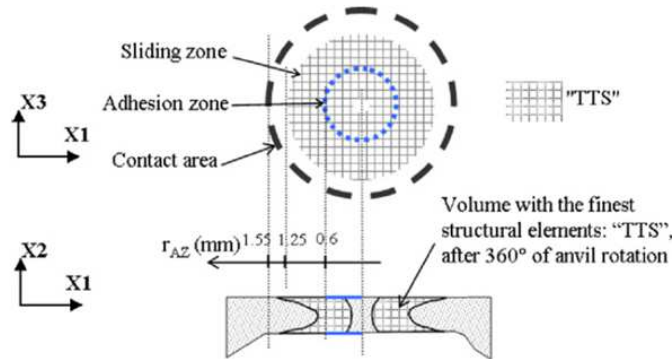


Figure 7 : Localisation schématique des STT [21].

Un modèle par éléments finis a été élaboré pour déterminer le champ de déformations local afin d'expliquer au mieux la formation de ces zones transformées par frottement. Cette modélisation a permis de confirmer que les mécanismes conduisant à la formation de ces STT sont liés à de forts gradients de déformation qui conduisent à l'affinement des grains à l'échelle nanométrique [20].

Après avoir défini les grands axes de la tribologie du contact et des interfaces, et notamment le concept du troisième corps, nous allons aborder le second phénomène qui prend place dans un contact haute température, qui est l'oxydation. Cette oxydation est en effet prépondérante dans notre travail puisque la température d'étude est très élevée.

II Oxydation

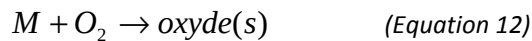
Dans cette partie, les généralités concernant le phénomène d'oxydation vont tout d'abord être données. Ensuite, l'oxydation du fer pur va être abordée étant donné que les matériaux utilisés dans notre étude sont des matériaux métalliques, il est donc intéressant d'avoir une première approche sur l'oxydation de l'élément principal de nos aciers qui est le fer. Par la suite, l'oxydation des matériaux métalliques à proprement parler va être décrite et enfin, des données concernant les propriétés des couches d'oxydes seront discutées.

II.1 Notions de base de l'oxydation

L'oxydation correspond à la réaction d'un métal M (ou d'un alliage) avec un gaz oxydant souvent riche en oxygène comme l'air [22]. La réaction électrochimique est la suivante :



Suivant les conditions d'environnement, l'espèce ionique peut donner naissance à une ou plusieurs nouvelle(s) phase(s) solide(s) qui va se former à la surface du métal ; ainsi, dans le cas de l'oxygène :



C'est le cas de la corrosion par les gaz, ou corrosion haute température, qui se manifeste surtout aux températures moyennes et élevées. C'est principalement là que l'on utilise le terme oxydation.

Dans l'oxydation, il existe des phénomènes de transport, appelés aussi diffusion, qui sont thermiquement activés. Ainsi, plus la température est élevée, plus le métal s'oxyde vite et plus la couche d'oxyde est épaisse pour une durée donnée. Les caractéristiques morphologiques et structurales ainsi que les propriétés physiques et mécaniques de l'oxyde vont déterminer la vitesse d'avancement de la réaction, c'est-à-dire la cinétique de la réaction.

Tout alliage est thermodynamiquement instable dans l'air et réagit avec l'oxygène pour former des oxydes [5]. La vitesse d'oxydation est contrôlée par la diffusion des éléments qui réagissent avec l'oxygène dans la couche d'oxyde et augmente exponentiellement avec la température d'après la loi suivante :

$$k_p = A \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (\text{Equation 13})$$

avec k_p la constante d'oxydation, A une constante, Q l'énergie d'activation, R la constante des gaz parfaits et T la température absolue (en kelvins).

Plus particulièrement à haute température, et dans le cas de l'oxydation du fer, il existe deux régimes d'oxydation [23] : une période de régime transitoire et une autre de régime permanent. Le régime permanent est établi dès que deux conditions sont remplies :

- i. L'épaisseur totale de la couche d'oxyde augmente suivant la loi parabolique qui correspond aux durées d'oxydation moyennes et longues ;
- ii. Les épaisseurs des différentes couches se sont stabilisées à des valeurs constantes aux erreurs d'expérience près.

Le régime permanent dans l'oxydation superficielle du fer s'établit très rapidement aux températures supérieure à 700°C : après 1 h à 700°C et après quelques minutes à 1000°C [24]. Ces données sont à prendre à compte puisque cela signifie, dans le cas du fer par exemple, que la croissance de la couche d'oxyde va être beaucoup plus rapide durant la première heure d'oxydation que par la suite. La quantité d'oxyde produite pendant cette première période transitoire est donc importante.

II.2 Oxydation du fer pur

II.2.1 La formation des couches d'oxydes

Les oxydes de fer qui peuvent se former sont la wüstite FeO, la magnétite Fe₃O₄ et l'hématite Fe₂O₃. Le diagramme d'équilibre fer-oxygène (Figure 8a) permet de déterminer pour une température et

une concentration données, les différentes phases ou oxydes qui peuvent se former. Il permet également de déterminer l'empilement des couches d'oxydes de fer lorsqu'on le regarde par rapport à la surface (Figure 8b). Il est important de noter que ce diagramme peut être modifié sous l'influence de la pression ou d'une contrainte très élevée. C'est pourquoi nous pourrions ajouter à cette figure un troisième axe qui permettrait de mettre en évidence cette influence.

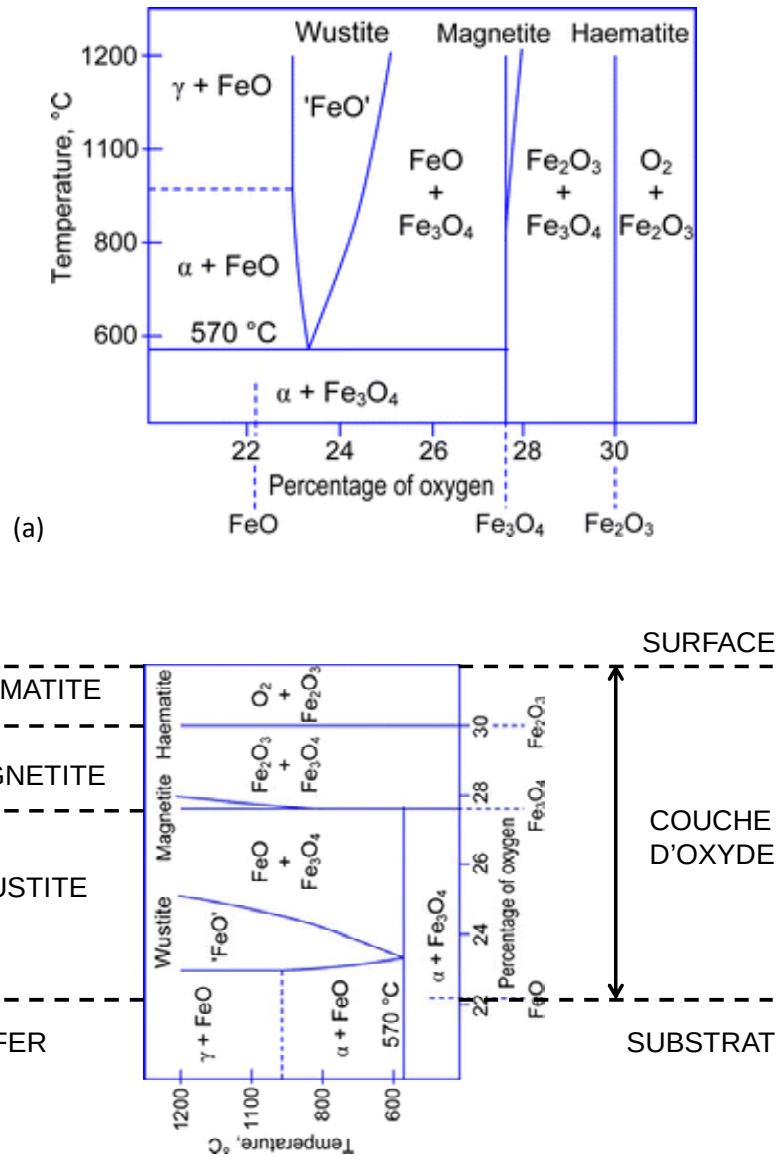


Figure 8 : Diagramme d'équilibre fer-oxygène [25], présenté dans un cas réel.

La wüstite FeO cristallise dans un système CFC (Cubique Faces Centrées), la magnétite Fe_3O_4 a une structure de type spinelle et l'hématite Fe_2O_3 existe sous deux formes cristallographiques différentes qui sont [22] :

- ✓ La forme α de structure rhomboédrique, forme stable ;
- ✓ La forme γ de structure cubique, forme métastable.

Nous verrons par la suite que seule la forme α est observée dans les couches d'oxydes de fer obtenues à haute température.

L'oxygène occupe les sites d'insertion et la diffusion de l'oxygène dans le fer se fait préférentiellement aux joints de grains.

La croissance des différentes couches d'oxyde de fer est contrôlée par la diffusion des divers ions qui y participent [23,25]. En effet sur la Figure 9 nous pouvons voir que les électrons ainsi que les ions Fe^{2+} et Fe^{3+} sont diffusés du substrat vers la surface, alors que les ions O^{2-} circulent eux dans le sens inverse.

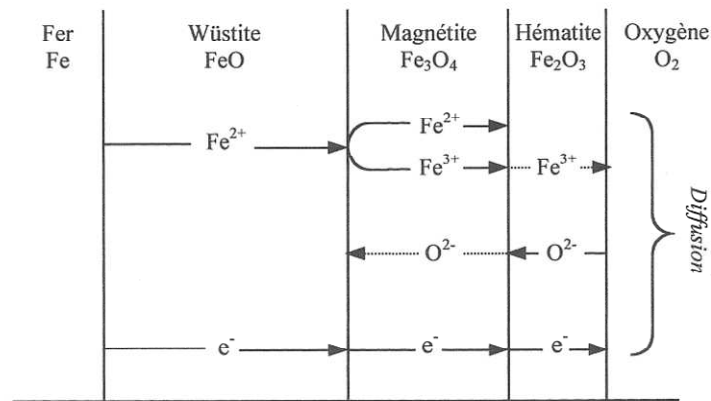


Figure 9 : Représentation schématisée des mécanismes de diffusion lors de l'oxydation du fer [25].

Suivant la température, les oxydes en présence ne sont pas les mêmes, nous allons donc différencier deux gammes de température ayant pour limite la température de 560°C.

II.2.1.1 Entre 20°C et 560°C

Lorsque la température est comprise entre 20 et 560°C, seuls les oxydes de type magnétite Fe_3O_4 et hématite Fe_2O_3 peuvent être présents, la wüstite ne se formant pas en-dessous de 560°C.

A température ambiante, les couches d'oxyde de fer obtenues sont constituées soit uniquement de $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-}\gamma$ soit d'une couche dont la composition peut aller jusqu'à 20% de Fe_3O_4 et 80% de $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-}\gamma$, suivant la pression d'oxygène.

Lorsque la température est comprise entre 80 et 120°C, seul le $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-}\gamma$ apparaît, même pour des durées d'oxydation très longues. A partir de 130°C, une phase $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ peut se former et pour une température supérieure à 200°C, la phase $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-}\gamma$ se décompose en magnétite Fe_3O_4 de telle sorte qu'au-dessus de 350°C, seules l'hématite $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ et la magnétite Fe_3O_4 persistent.

II.2.1.2 Entre 560 et 1250°C

De manière générale, lorsque la température est supérieure à 570°C, les trois oxydes de fer : Fe_2O_3 , Fe_3O_4 et FeO peuvent être observés. Leurs épaisseurs relatives dépendent des températures d'oxydation, mais entre 700 et 1250°C, elles sont considérées comme constantes [24]. Une couche d'oxyde de fer formée dans cette gamme de température présente alors 95% de wüstite FeO , 4% de magnétite Fe_3O_4 et 1% d'hématite Fe_2O_3 . Suivant ces proportions, cette couche d'oxydes est appelée calamine. Si l'on considère un acier plutôt que du fer pur, alors ces épaisseurs relatives varient

légèrement pour atteindre 90% de FeO, 5% de Fe₃O₄ et 2% de Fe₂O₃ avec les 3% restants représentant une couche de fayalite SiO₂ qui apparaît à l'interface métal/oxyde. En première approximation, les proportions des couches sont considérées comme constantes dès les premières minutes de l'oxydation isotherme [23].

Le diagramme (Figure 8) met également en évidence la précipitation de magnétite Fe₃O₄ dans la wüstite FeO quand la température est supérieure à 570°C. Ainsi, lors de l'observation de couches d'oxydes de fer en coupe sur des échantillons, nous pourrions retrouver des précipités de magnétite dans la couche de wüstite.

Ces considérations sur la stabilité et les conditions de formation des oxydes de fer peuvent être mises à profit pour avoir une idée assez précise des conditions de formation des fissures dans les oxydes quand celles-ci sont révélées par examen métallographique à température ambiante. Quand la calamine est composée de plusieurs couches, si la fissure traverse la wüstite FeO sans être accompagnée de modifications structurales, alors on peut conclure sur une formation à froid de la fissure ; si au contraire les lèvres de la fissure sont décorées de magnétite, et a fortiori d'hématite, nous pouvons en déduire que la fissure s'est formée à chaud [24].

II.2.2 La croissance des couches d'oxyde

La prise de masse de l'ensemble de la calamine et de chacune des trois couches qui la constituent croît en fonction du temps, suivant la loi parabolique :

$$\Delta m^2 = k_p t = k_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \cdot t \quad (\text{Equation 14})$$

avec Δm la prise de masse par unité de surface au cours du temps t pour une oxydation à une température T (en kelvins), k_p la constante parabolique d'oxydation, Q l'énergie d'activation et R la constante des gaz parfaits.

Cette relation est valable quand les oxydes formés sont adhérents, soit en régime permanent et en conditions isothermes [23,25]. La Figure 10 représente l'évolution de l'épaisseur de la couche d'oxyde qui se forme à la surface du fer en fonction du temps d'oxydation. Nous pouvons constater deux évolutions :

- ✓ Pour un temps d'oxydation t , l'épaisseur d'oxyde formé sur du fer pur augmente avec la température ;
- ✓ Pour une température d'oxydation T , l'épaisseur augmente de façon linéaire avec la durée d'oxydation.

La cinétique de croissance de l'oxyde augmente donc avec la température [26] et avec la durée d'oxydation. En fait, la valeur de la constante d'oxydation k_p augmente avec la température ce qui explique cette évolution.

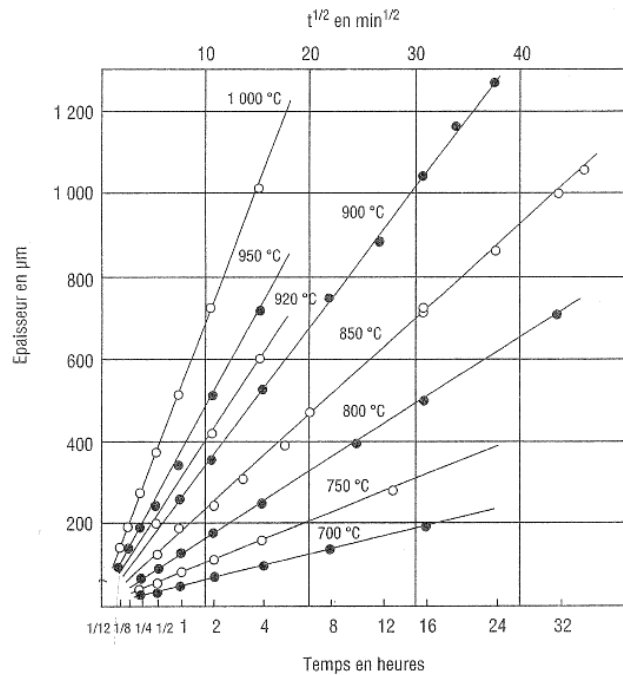


Figure 10 : Variation de l'épaisseur totale oxydée de fer en fonction de la racine carrée du temps entre 700 et 1000°C [22].

Le processus de diffusion dans la couche de calamine est régi par l'énergie d'activation qui traduit indifféremment le processus de croissance de l'une des trois couches et celui de l'ensemble de la couche. La croissance et la constitution des couches d'oxyde adhérentes ne présentent aucune anomalie à la température de 910°C qui correspond à la transition $\alpha \leftrightarrow \beta$ du fer [24]. Cette transformation n'a donc pas d'influence sur la constante de vitesse d'oxydation. En régime permanent, l'oxydation est contrôlée par le processus de transport atomique à travers les oxydes formés [22].

Dans le cas de l'oxydation du fer entre 700 et 1250°C, l'équation 14 présentée précédemment peut s'écrire de la manière suivante [22] :

$$k_{pfer} = 6,0 \exp\left(-\frac{169540 J \cdot mol^{-1}}{RT}\right) \quad (Equation 15)$$

avec la constante égale à 6 et l'énergie d'activation du fer équivalente à environ 170 kJ.mol⁻¹.

Enfin, dans le Tableau 1 sont rapportées des valeurs de constantes d'oxydation k_p pour les couches d'oxydes de fer Fe₂O₃, Fe₃O₄ et FeO à haute température (> 800°C) mais aussi pour un acier C18 à 900°C.

Matériau	Température (°C)	k_p (mg ² .cm ⁻⁴ .s ⁻¹)
C18 [1]	900	0,0180
FeO [25]	800	0,0530
FeO [25]	897	0,2500
Fe ₃ O ₄ [25]	1000	0,0081
Fe ₂ O ₃ [25]	1000	0,0023
Fe ₂ O ₃ [25]	1100	0,0100

Tableau 1 : Valeurs de constantes d'oxydation issues de la bibliographie pour l'acier C18 à 900°C, la wüstite FeO à 800°C, la magnétite Fe₃O₄ et l'hématite Fe₂O₃ à 1000°C.

II.3 Oxydation des matériaux métalliques

Pour connaître les conditions de formation des oxydes dans les matériaux métalliques, il est nécessaire de considérer l'influence de l'espèce oxydante. Dans le cas d'une oxydation sous air, cette espèce oxydante est l'oxygène. Il faut donc considérer l'influence de la pression d'oxygène mais aussi celle de la température [22].

La stabilité thermodynamique des oxydes peut être déterminée à partir de l'enthalpie libre standard de réaction [1]. Dans des conditions standards, la variation d'enthalpie de la réaction s'écrit :

$$\Delta G^0 = RT \ln P_{O_2} \quad (\text{Equation 16})$$

avec ΔG^0 la variation d'enthalpie libre, R la constante des gaz parfaits, T la température (en kelvins) et P_{O_2} la pression partielle d'oxygène.

Il est ainsi possible, à travers l'étude de l'enthalpie, de prévoir les conditions d'oxydation d'un métal donné à une température donnée en termes de pression d'oxygène et également de déterminer la nature de la (ou des) phase(s) formée(s), et ainsi de définir la stabilité des oxydes.

Afin de définir l'oxydation préférentielle d'un métal par rapport à un autre ainsi que ses produits de réaction, il faut construire des diagrammes d'Ellingham (Figure 11), lesquels sont élaborés à partir des enthalpies. Ce type de diagramme permet de prévoir les équilibres entre un métal et ses oxydes en fonction de la température et de la pression environnantes, mais ne prend pas en compte la vitesse de réaction. L'analyse de ce type de diagramme est uniquement thermodynamique. Il faut noter que plus la variation d'enthalpie est faible, plus la réaction d'oxydation va se produire rapidement.

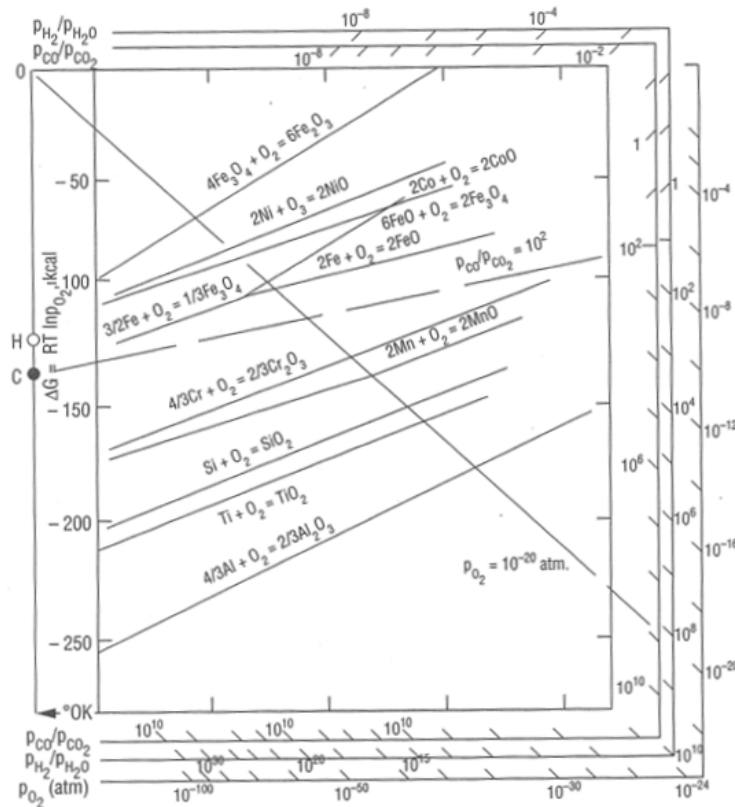


Figure 11 : Variation de l'enthalpie libre de formation de certains oxydes avec la température [22].

Dans le cas de l'oxydation des matériaux métalliques, ces diagrammes sont des outils prévisionnels intéressants puisqu'ils permettent de savoir quels oxydes sont susceptibles de se former. D'après le diagramme présenté sur la Figure 11, nous pouvons voir que l'enthalpie de l'oxyde Al_2O_3 est beaucoup plus faible que celle du Cr_2O_3 , elle-même plus faible que celle du FeO . Cela signifie que l'aluminium présente une plus forte affinité avec l'oxygène que le chrome, et bien plus forte encore que le fer. L'oxyde d'aluminium Al_2O_3 est donc plus susceptible de se former que l'oxyde de chrome Cr_2O_3 , qui lui-même aura tendance à se former plus rapidement que l'oxyde de fer FeO .

Après avoir vu différentes notions liées à l'oxydation du fer mais également des matériaux métalliques, nous allons nous concentrer sur les propriétés des couches d'oxydes.

II.4 Propriétés des couches d'oxyde

Pour certains types de matériaux métalliques, notamment ceux qui présentent une structure ferrito-perlitique ou une structure martensitique, il existe une température de transition ductile-fragile en-dessous de laquelle la déformation élastique domine et au-dessus de laquelle la déformation plastique est prédominante. Cette température de transition est fortement dépendante de la vitesse de déformation et de la taille des défauts [27].

Le comportement des oxydes, que ce soit lorsqu'ils sont déformés élastiquement ou lorsqu'ils sont soumis à une déformation plastique, est explicité par la suite. Dans un premier temps, nous allons tout d'abord rappeler quelques notions liées à la déformation plastique, et plus particulièrement à celle des matériaux métalliques.

II.4.1 La déformation plastique des matériaux métalliques

La déformation plastique d'un matériau correspond à sa déformation irréversible et permanente, par opposition à la déformation élastique qui traduit sa déformation réversible. Cette déformation se produit par un réarrangement de la position relative des éléments constitutifs du matériau. Dans la plupart des cas, la déformation des matériaux métalliques est associée au mouvement des dislocations. Dans cette partie, la notion de dislocations va être définie ainsi qu'une rapide introduction de leurs caractéristiques. Les deux modes de mouvement de dislocations, qui sont le glissement et la montée, vont également être abordés.

II.4.1.1 *Rappels sur les dislocations*

Les dislocations sont définies comme des défauts linéiques présents dans la structure du réseau cristallin des matériaux métalliques. Les dislocations ont deux propriétés importantes :

- ✓ Elles sont caractérisées par deux vecteurs : le vecteur de ligne ξ et le vecteur de déplacement, appelé également vecteur de Burgers b ;
- ✓ Une ligne de dislocations ne peut pas se terminer au sein du matériau, elle doit nécessairement déboucher sur un défaut de la structure, que ce soit la surface, un précipité, etc...

Il existe plusieurs types de dislocations (Figure 12) :

- ✓ La dislocation vis : elle se propage perpendiculairement à la déformation ;
- ✓ La dislocation coin : elle se propage parallèlement à la déformation ;
- ✓ Et la dislocation mixte.

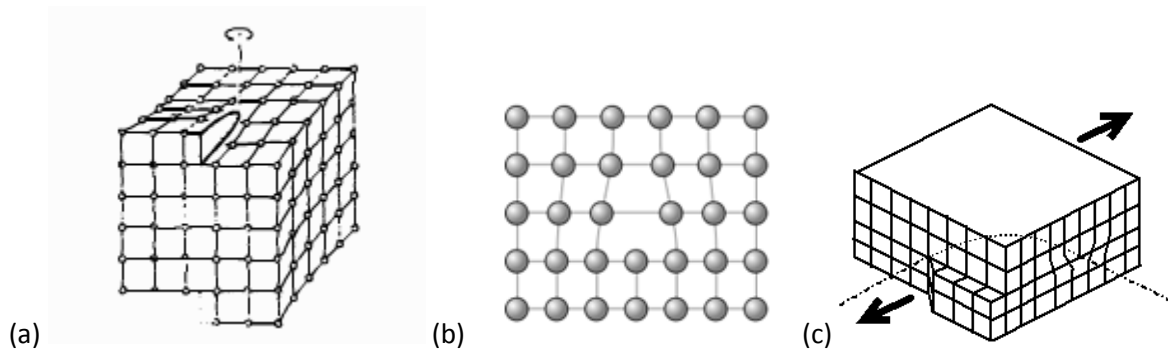


Figure 12 : Représentation schématique des différents types de dislocations : (a) Vis ; (b) Coin ; (c) Mixte.

La distance parcourue par une dislocation à l'intérieur d'un cristal ou d'un grain est nécessairement finie, ce qui signifie que pour continuer à se déformer plastiquement un matériau cristallin doit multiplier les dislocations. Un processus de déformation plastique peut ainsi être défini comme la création de nouvelles dislocations suivie de leur déplacement [28]. Lorsque ces dislocations se sont déplacées, alors elles peuvent être stockées dans le matériau, déboucher à la surface libre en créant une marche ou s'annihiler avec des dislocations déjà présentes dans le cristal.

II.4.1.2 Glissement des dislocations

Le glissement des dislocations est un mode de mouvement des dislocations, qui n'entraîne pas de déplacement des atomes du cristal de plus d'une distance interatomique, il s'agit du mouvement le plus facile à mettre en œuvre. Ce glissement se produit suivant les plans et les directions cristallographiques où la densité atomique est la plus élevée, le couple formé par le plan et la direction de glissement constituant un système de glissement. Ces systèmes de glissement, qui peuvent être activés, sont donc définis par la structure cristalline du matériau étudié.

II.4.1.3 Montée des dislocations

Pour déplacer une dislocation en dehors de son plan de glissement, il est nécessaire de déplacer des atomes sur de longues distances. Ce processus de montée de dislocations se produit via la diffusion de lacunes ou d'atomes interstitiels dans le matériau. Le phénomène de diffusion est donc activé lors de cette montée de dislocations, il paraît donc évident que ce mouvement de dislocations se produit préférentiellement à haute température, contrairement au mouvement de glissement des dislocations.

La notion de dislocations ainsi que leur mouvement, qui permettent d'expliquer la déformation plastique des matériaux métalliques, ont été rappelés. Ces notions sont également utilisées pour expliquer la déformation plastique des oxydes, phénomène qui est décrit par la suite.

II.4.2 Des généralités sur les propriétés mécaniques des oxydes

L'effet protecteur par rapport à l'environnement des couches d'oxyde n'est garanti que si celles-ci sont une barrière dense contre toutes les espèces agressives, c'est-à-dire ne présentant aucune fissure ni décollement. Les limites de l'effet protecteur des couches d'oxyde lorsqu'elles sont soumises à des sollicitations extérieures, comme c'est le cas lors de l'utilisation des matériaux en service à haute température, ont donc un rôle important sur les performances en service des matériaux haute température [29].

Le caractère protecteur de ces couches d'oxyde dépend non seulement de leurs propriétés mécaniques et de leur adhérence, mais leur comportement mécanique dépend également du phénomène d'oxydation qui se produit à haute température et qui permet aux couches d'oxyde d'évoluer [27].

Les propriétés des couches d'oxyde sont donc de deux types : celles considérées comme conventionnelles et celles liées à l'oxydation. Dans les premières, nous retrouverons :

- Les propriétés élastiques (module d'Young, coefficient de Poisson...) ;
- Les propriétés plastiques ou de fluage (température de transition fragile-ductile, relation contraintes-déformations...) ;
- La taille, la distribution et l'orientation des défauts (porosités, microfissures) dans la couche d'oxyde et à l'interface métal-oxyde ;
- La ténacité à rupture de l'oxyde et de l'interface métal-oxyde ;

- La situation géométrique de l'interface.

Pour ce qui est des propriétés plus particulières liées à l'oxydation, il y a :

- Les paramètres caractérisant la pseudoplasticité (distribution des défauts, vitesse d'oxydation...);
- La fin de la situation protectrice ;
- Les cinétiques d'accumulation des contraintes de croissance dans l'oxyde ;
- La possibilité d'un émoussement d'une fissure par oxydation.

Il faut aussi noter que les propriétés mécaniques des oxydes définissent non seulement leur comportement à la déformation mais également les paramètres qui caractérisent leur adhérence. Ainsi, une propriété importante des couches d'oxyde est l'adhérence puisqu'elle conditionne leur caractère protecteur par rapport à l'environnement [22,30]. Celle-ci dépend fortement de l'interface entre le substrat et l'oxyde qui se forme à sa surface.

La littérature rend compte de valeurs de propriétés mécaniques et physiques de quelques couches d'oxydes de fer et de chrome les plus connues. Ces valeurs sont données dans le Tableau 2. Nous pouvons remarquer que pour toutes ces propriétés, mise à part celle de la densité qui est proche pour les trois couches d'oxydes de fer, chaque couche d'oxyde a ses caractéristiques propres. L'oxyde de chrome Cr_2O_3 a par exemple le module d'Young E_{ox} ainsi que le module de cisaillement G_{ox} les plus élevés mais il possède aussi le coefficient de dilatation thermique α le plus faible. Toutes ces valeurs sont issues de la littérature, excepté celles de la ténacité à rupture K_{Ic} qui ont été calculées à partir de l'équation 24.

Oxyde	FeO	Fe_3O_4	Fe_2O_3	Cr_2O_3	FeCr_2O_4
E_{ox} (GPa) à 20°C [31]	130	208	219	283	233
ν à 20°C [31]	0,36	0,29	0,19	0,29	0,31
G_{ox}^0 (GPa) [32]	55,7	-	88,2	130	-
T_m (K) [32]	1643	-	1840	-	2710
γ_0 (J/m ²) [31]	3	4,5	6	5,8	5
K_{Ic} (MPa√m)	0,9	1,4	1,6	1,8	1,5
Densité [22]	5,52-5,70	5,18	5,24	-	-
α (10 ⁻⁶ K ⁻¹) entre 400 et 800°C [31]	15	12	13	8,5	-

Tableau 2 : Propriétés physiques et mécaniques de couches d'oxydes de fer et de chrome.

S'il existe de nombreuses données sur la valeur du module d'Young des oxydes E_{ox} à température ambiante dans la littérature, peu sont disponibles à haute température. Frost et al. [32] ont donné une relation entre le module de cisaillement G_{ox} et la température, telle que :

$$G_{\text{ox}} = G_{\text{ox}}^0 \left(1 + \frac{T - 300}{T_m} \frac{T_m}{G_{\text{ox}}^0} \frac{dG}{dT} \right) \quad (\text{Equation 17})$$

avec G_{ox}^0 le module de cisaillement à 300K, T la température et T_m la température de fusion. Des valeurs de $\frac{T_m}{G_{\text{ox}}^0} \frac{dG}{dT}$ sont disponibles dans la littérature [29].

Ainsi à partir des valeurs du module de cisaillement G_{ox} , il est possible de calculer E_{ox} (en première approximation) à l'aide de la relation [29] :

$$G_{ox} = \frac{E_{ox}}{2(1 + \nu_{ox})} \quad (Equation 18)$$

avec ν_{ox} le coefficient de Poisson de l'oxyde.

II.4.3 Le comportement fragile à basse température : rupture des couches d'oxyde - décohésion interfaciale

Dans un premier temps, nous allons nous intéresser au comportement des couches d'oxydes à basse température (température ambiante). Comme nous nous trouvons en-dessous de la température de transition fragile-ductile, le comportement alors observé sera fragile, et c'est ce que nous allons décrire.

Un critère pouvant être utilisé pour déterminer la rupture de la couche d'oxyde a été donné par Robertson et al. [31], qui considère que l'écoulement plastique de l'oxyde se produit pour une contrainte σ_y qui est :

$$\sigma_y \approx \frac{E_{ox}}{10} \quad (Equation 19)$$

La ductilité de l'oxyde étant un concept dépendant de l'épaisseur de sa couche [29], il est possible de calculer une épaisseur critique d_c en-dessous de laquelle l'oxyde ne fissure pas mais se déforme de manière ductile. Cette épaisseur est liée à la contrainte σ_y par la relation :

$$d_c = \frac{2,8\gamma_0 E_{ox}}{\sigma_y^2} \quad (Equation 20)$$

avec γ_0 l'énergie de rupture à l'interface métal-oxyde lorsque cette dernière est considérée comme parfaite. Si la rugosité de surface augmente, alors l'énergie nécessaire pour séparer l'oxyde et le métal augmente et l'adhérence est donc plus importante. Ainsi, lorsque l'épaisseur de la couche d'oxyde est plus élevée que d_c alors il va y avoir rupture. Nous pouvons également voir à partir de cette relation, que lorsque la contrainte σ_y augmente, alors l'épaisseur critique d_c à partir de laquelle il y a rupture diminue.

La déformation totale ϵ à laquelle peut être soumise une couche d'oxyde est la somme de plusieurs déformations :

$$\epsilon = \epsilon_{ext} + \epsilon_{therm} + \epsilon_{grow,int} + \epsilon_{grow,geo} - \epsilon_{creep} - \epsilon_{pseudoplas} \quad (Equation 21)$$

avec ϵ_{ext} la déformation imposée par le système, ϵ_{therm} la déformation liée aux variations de température, $\epsilon_{grow,int}$ la déformation due à la croissance de l'oxyde, $\epsilon_{grow,geo}$ la déformation de

croissance liée à la géométrie de surface, $\varepsilon_{\text{creep}}$ la déformation due au fluage et $\varepsilon_{\text{pseudoplas}}$ la déformation pseudoplastique. Les deux dernières déformations permettent en fait de diminuer la déformation totale par relaxation des déformations.

Dans la plupart des cas, la déformation la plus importante que subit la couche d'oxyde est la déformation d'origine thermique qui résulte des variations de température et qui, dans le cas de substrats épais et d'oxydes fins, s'exprime par :

$$\varepsilon_{\text{therm}} = \Delta T(\alpha_{\text{met}} - \alpha_{\text{ox}}) \quad (\text{Equation 22})$$

avec α_{met} et α_{ox} les coefficients de dilatation thermique, respectivement du métal et de l'oxyde, et ΔT la variation de la température.

Sur la Figure 13 sont représentés, respectivement par ordre d'apparition, les différents mécanismes de rupture de la couche d'oxyde pouvant se produire lorsqu'il est soumis à des contraintes [30] :

- De traction :
 - ✓ Fissuration à travers l'oxyde ;
 - ✓ Déflexion et délamination.
- De compression :
 - ✓ Délamination ;
 - ✓ Flambage ;
 - ✓ Déflexion ;
 - ✓ Ecaillage-décollement.

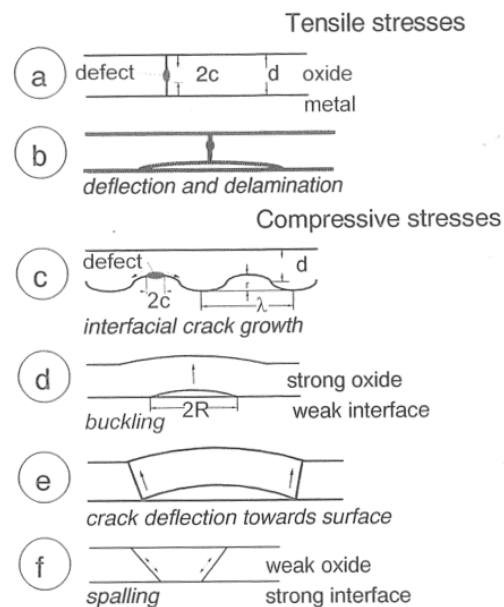


Figure 13 : Représentation schématique des mécanismes de rupture d'une couche d'oxyde sous contraintes de traction ou de compression.

En ce qui concerne la rupture par traction, une approche mécanique simple de rupture peut être utilisée :

$$\varepsilon_c = \frac{K_{Ic}}{fE_{ox} \sqrt{\pi \cdot c}} \quad (\text{Equation 23})$$

avec f , le facteur qui dépend de la forme du défaut, c la taille du défaut et K_{Ic} la ténacité à rupture, qui vaut :

$$K_{Ic} = \sqrt{2\gamma_0 E_{ox}} \quad (\text{Equation 24})$$

Nous verrons par la suite que l'équation 23 peut être utilisée pour définir la contrainte critique σ_c à partir de laquelle une couche d'oxyde va se rompre.

Il est important de noter que non seulement la taille de chaque défaut est importante, mais en général, les défauts qui se situent proches les uns des autres peuvent également interagir de manière mécanique. Les couches d'oxyde qui ont des défauts de petite taille peuvent résister à des déformations plus importantes que celles présentant des défauts de grande taille.

Une technique pour mesurer la valeur de la déformation ε_c qui traduit la déformation à rupture de la couche d'oxyde est celle de la mesure d'émission acoustique couplée à une machine de traction [33]. Ainsi, lors de la déformation, une émission acoustique importante représente l'endommagement de la couche d'oxyde. De la même manière, il est possible de coupler l'émission acoustique à un essai de flexion quatre points [34].

De manière générale, la déformation à la rupture ε_c n'excède pas 0,5% [29]. Elle augmente légèrement avec la température du fait de la contribution limitée de la relaxation des contraintes dans l'oxyde par le processus de fluage local. En général, pour les mêmes raisons, cette déformation à rupture augmente quand le taux de déformation diminue à haute température.

Après avoir vu le comportement fragile des oxydes à basse température, nous allons décrire le comportement ductile de ces oxydes lorsqu'ils sont déformés à haute température.

II.4.4 Le comportement ductile à haute température : déformation plastique des oxydes

A haute température, les oxydes sont « vivants », puisque la diffusion est toujours activée, la couche d'oxyde évolue donc de manière continue. Des propriétés liées à l'oxydation doivent donc également être prises en compte, telles que la pseudoplasticité et l'influence des contraintes de croissance de l'oxyde [29].

La déformation plastique de solides métalliques polycristallins par glissement de dislocations nécessite au moins cinq systèmes de glissement indépendants [35]. Un système de glissement est indépendant si le changement de forme qu'il provoque ne peut pas être produit par une combinaison de glissement d'autres systèmes indépendants. Les systèmes de glissement qui

apparaissent pour les températures ou les contraintes les plus basses sont en général appelés systèmes de glissement primaires. L'activation des systèmes de glissement secondaires impose donc des températures plus élevées [36].

La plupart des oxydes possède moins de cinq systèmes de glissement primaires indépendants (Tableau 3 [27]) ce qui signifie que le mécanisme qu'ils adoptent pour se déformer plastiquement est différent des solides métalliques polycristallins car le seul glissement de dislocations ne peut pas se produire.

Oxyde	Système de glissement primaire	Nombre de systèmes de glissement indépendants
Al ₂ O ₃	(0001) <1120>	2
SiO ₂	(0001) <1120>	2
TiO ₂	(101) <101>	4
Fe ₂ O ₃ [32]	(0001) <1120>	2
Cr ₂ O ₃ [32]	(0001) <1120>	2

Tableau 3: Systèmes de glissement de dislocations [27] de certains oxydes couramment étudiés.

En-deçà d'une certaine température de transition ($0,5T_m$ [26]), les contraintes nécessaires pour activer les systèmes de glissement secondaires sont plus élevées que celles conduisant à l'initialisation de fissures. Ces fissures sont dues à l'empilement de dislocations dans les systèmes de glissement primaires [27]. En-dessous de cette température, l'oxyde ne peut donc se déformer que de manière élastique avant rupture, à moins qu'une pression hydrostatique suffisamment élevée ne soit appliquée pour éviter la fissuration et/ou activer les systèmes de glissement secondaires. Cependant, à haute température, la déformation plastique peut aussi se produire par fluage, dont le mécanisme consiste en du glissement et de la montée de dislocations [37].

Pour déterminer le comportement à la déformation des matériaux, des cartes de mécanismes de déformation ont été développées [34,35] dans le but de définir le mécanisme de déformation prédominant suivant la contrainte et la température appliquées. Sur ces cartes (Figure 14) sont représentés trois mécanismes de déformation qui sont :

- ✓ La plasticité (dislocation glide ou plasticity en anglais) due au mouvement des dislocations ;
- ✓ Le fluage (dislocation creep ou power law creep) qui consiste au mouvement et à la montée des dislocations ;
- ✓ Le flux diffusionnel (diffusional flow ou diffusional creep) qui est expliqué par le fait que lorsqu'un effort mécanique est appliqué, alors les atomes peuvent diffuser soit à travers les grains (fluage de Nabarro-Herring), soit au niveau des joints de grains (fluage de Coble). Ce mécanisme ne nécessite pas de mouvement de dislocations.

L'espace contrainte-température des cartes est donc divisé en champs (Figure 14a) dans chacun desquels un mécanisme de déformation est dominant, c'est-à-dire qu'il conduit à une vitesse de déformation plus importante que les autres mécanismes [38].

Des relations standards entre la contrainte de traction et la vitesse de déformation en traction sont utilisées pour construire ces cartes, la première étant liée à la contrainte de cisaillement par le critère de Von Mises, nous avons donc :

$$\sigma = \tau\sqrt{3} \quad (\text{Equation 25})$$

avec τ la contrainte de cisaillement.

Les cartes sont donc basées sur les contraintes de traction et la vitesse de déformation mais l'axe de la contrainte peut être vu comme une contrainte équivalente, liée à l'état de contraintes multiaxiales dans un corps par le critère de Von Mises.

La carte est donc représentée comme un espace 2D contrainte-température avec sur l'axe des contraintes une contrainte de traction normalisée σ/G (avec G le module de cisaillement) et pour l'axe de la température T/T_m (avec T_m la température de fusion du matériau). Afin de couvrir toutes les valeurs trouvées en pratique [38], l'axe de la contrainte varie entre 10^{-8} et 1, et celui de la température entre 0 et 1.

Deux étapes ont été nécessaires pour construire les cartes de mécanismes de déformation :

- ✓ Il faut définir les limites de chaque champ ;
- ✓ La vitesse de déformation qui permet de définir les contours d'une vitesse de déformation constante sur le diagramme a été calculée à partir des équations délimitant chaque champ (Figure 14b).

Les cartes présentées en exemple sur la Figure 14 concernent le nickel avec une taille de grain de 32 μm . Des cartes pour d'autres matériaux existent [38] tels que le tungstène, l'aluminium ou encore l'argent, cependant, les auteurs ont fait le choix de développer la théorie de la construction de ces cartes à partir du nickel.

Il est intéressant de noter que seul le mécanisme de fluage est fortement dépendant de la taille des grains du matériau étudié. Dans ces cartes, la taille des défauts elle, n'influe pas sur les champs des mécanismes de déformation mais sur la rupture des couches d'oxyde comme nous le verrons par la suite.

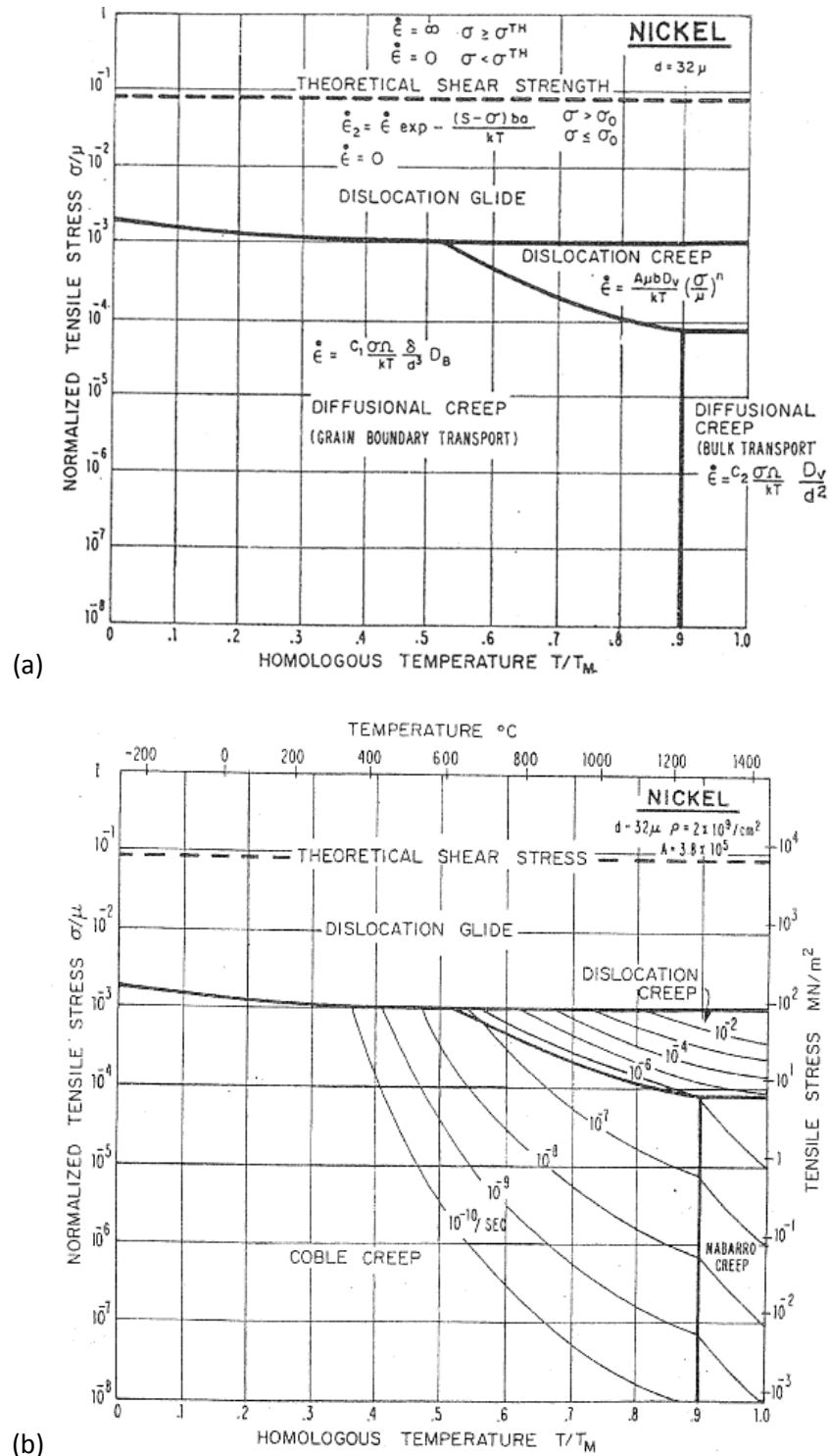


Figure 14 : Cartes des mécanismes de déformation pour du nickel avec une taille de grains de 32 μ m [38] : (a) Définition des différents champs ; (b) Calcul des différentes valeurs de vitesse de déformation.

A partir de ces cartes, lorsque l'on connaît deux des trois variables présentes (vitesse de déformation, contrainte, température), il est possible de localiser un point, et donc de déterminer le(s) mécanisme(s) de déformation dominant(s) ainsi que la valeur de la troisième variable.

En ce qui concerne les cartes de mécanismes de déformation pour les oxydes, leur forme générale est définie par les paramètres τ (déformation de cisaillement qui conduit à l'écoulement plastique) et $\dot{\gamma}$ (vitesse de déformation en cisaillement) [37].

Dans le cas de la plasticité des oxydes, la condition de traction uniaxiale est utilisée, nous avons alors :

$$\tau = \frac{\sigma}{\sqrt{3}} \quad (\text{Equation 26})$$

$$\dot{\gamma} = \frac{\dot{\epsilon}}{\sqrt{3}} \quad (\text{Equation 27})$$

Pour la plupart des oxydes étudiés, seule une faible plasticité des oxydes peut être attendue pour des températures inférieures à 1000°C. Dans le cas de l'oxyde de l'aluminium Al_2O_3 (Figure 15a), seuls les champs de la plasticité et du flux diffusionnel sont apparents, le fluage ne peut donc pas se produire dans les gammes de température et de contrainte données. La carte présentée sur la Figure 15b décrit elle les données concernant le fluage dans le cas de la magnétite Fe_3O_4 entre 500 et 800°C. Cette carte peut être vue comme une partie de la carte globale des mécanismes de déformation.

Dans les cartes de déformation, les auteurs partent du postulat qu'il y a un écoulement en régime permanent, les effets du temps et de la déformation ne sont donc pas inclus ce qui limite l'exploitation de ces cartes [38]. On suppose également que la fissuration est exclue, c'est-à-dire qu'une pression hydrostatique suffisamment élevée est appliquée. Dans les publications associées à la construction de ces cartes de mécanismes, aucun ordre de grandeur n'est donné pour les pressions hydrostatiques, cependant nous pouvons supposer qu'il s'agit de pressions de l'ordre du gigapascal. Si cette hypothèse n'était pas utilisée, alors il y aurait fissuration dès lors que la contrainte σ_c serait atteinte dans l'oxyde [37] avec σ_c définie telle que :

$$\sigma_c = \frac{K_{Ic}}{\sqrt{\pi \cdot c}} \quad (\text{Equation 28})$$

avec K_{Ic} la ténacité à rupture et c la taille du défaut responsable de la rupture. Cette relation est basée sur l'équation 23 donnée précédemment. En effet, σ_c et ϵ_c sont liés par l'équation suivante :

$$\sigma_c = E_{ox} \cdot \epsilon_c \quad (\text{Equation 29})$$

La déformation plastique de l'oxyde est donc uniquement possible pour des contraintes inférieures à σ_c . De plus, à partir de l'équation 28 les contraintes de cisaillement critique peuvent être calculées pour différentes tailles de défaut et elles sont représentées sur les cartes de la Figure 15a par des lignes horizontales en-dessous desquelles la déformation plastique de l'oxyde peut se produire avant fissuration. Par exemple, d'après la Figure 15a, nous pouvons voir que pour des températures inférieures à 800°C et pour une taille de défaut de 100 μm , il y aura rupture de la couche d'oxyde Al_2O_3 dès lors que la contrainte sera supérieure à 10 MN.m^{-2} soit 10 MPa.

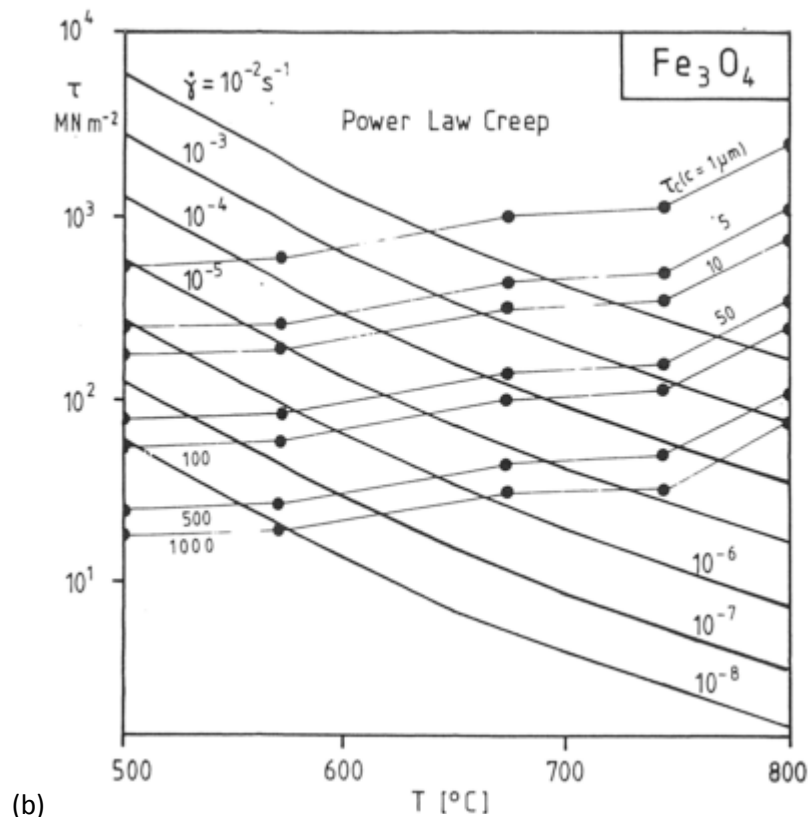
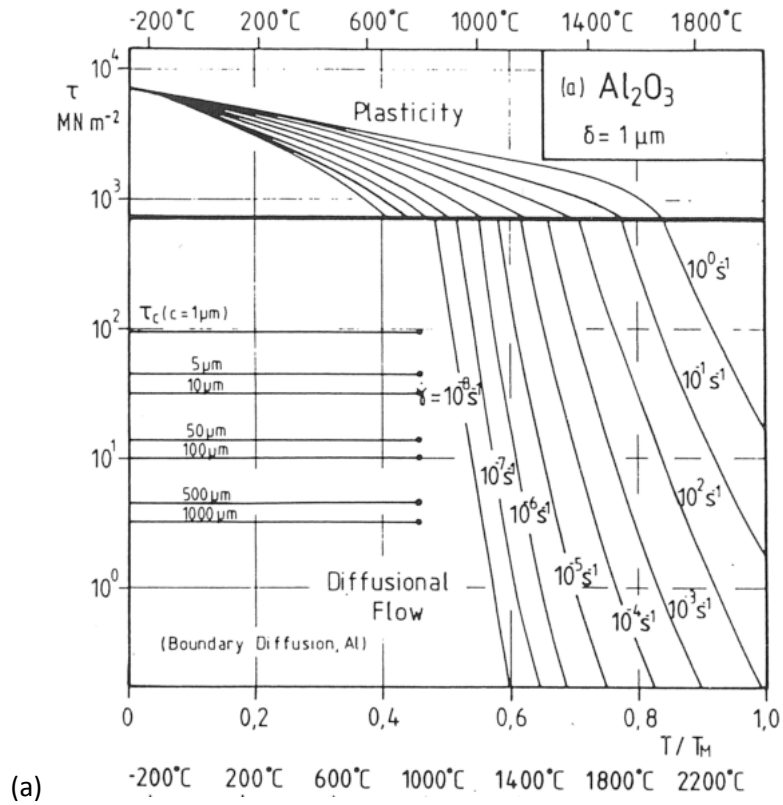


Figure 15 : Carte des mécanismes de déformation et des contraintes de cisaillement critique τ_c auxquelles se produit la fissuration instantanée pour : (a) L'oxyde d'aluminium Al_2O_3 avec une taille de grain de $1 \mu\text{m}$; (b) La magnétite Fe_3O_4 (données issues de [32]).

II.4.5 La pseudoplasticité des oxydes à haute température

La fissuration d'une couche d'oxyde ne mène pas forcément à une perte irréversible du caractère protecteur des couches d'oxyde si le processus de cicatrisation se produit [39]. En effet, une des différences importantes entre un massif d'oxyde « mort » (c'est-à-dire que la température ne permet pas au processus d'oxydation d'avoir lieu) et une couche d'oxyde « vivante » est l'effet de cicatrisation de la couche d'oxyde qui donne un caractère pseudoplastique à cette couche [37]. La pseudoplasticité se définit comme la combinaison simultanée de la fissuration (pour des déformations de l'ordre de la limite élastique) et de la cicatrisation de la couche d'oxydes (Figure 16). Lorsque la vitesse de déformation est faible, la vitesse à laquelle les fronts de la fissure s'écartent est plus faible que la vitesse de croissance de l'oxyde à l'intérieur de la fissure. Ainsi, le mécanisme d'oxydation comble la fissure plus rapidement que la vitesse d'ouverture de celle-ci.

Pour ce faire, la pseudoplasticité nécessite une déformation de compression dans une ou deux directions et la possibilité de mouvement des grains d'oxyde dans au moins une direction perpendiculaire à l'axe de déformation de compression [27]. Dans les conditions de croissance de l'oxyde, les contraintes de compression peuvent être présentes dans le plan parallèle à la surface et les grains peuvent bouger perpendiculairement à ce plan.

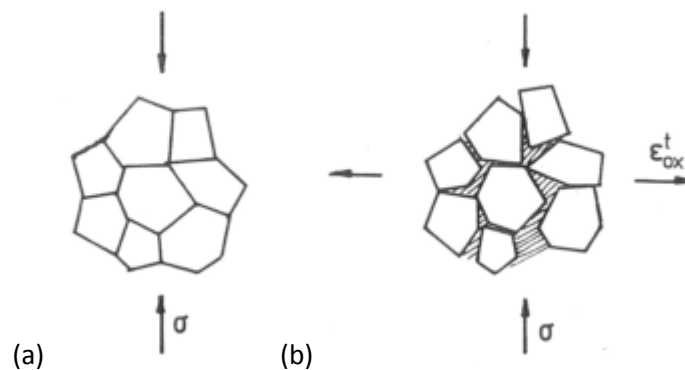


Figure 16 : Représentation schématique du mécanisme de pseudoplasticité [27] : (a) Grains d'oxyde soumis à une contrainte de compression σ ; (b) Grains d'oxyde après fissuration, réarrangement et cicatrisation des fissures par oxydation.

Schütze [28,35] a défini une vitesse de déformation critique $\dot{\epsilon}_c$ en-dessous de laquelle la cicatrisation des fissures peut avoir lieu et qui définit donc la limite de la pseudoplasticité. Cette vitesse de déformation critique peut être estimée à partir du principe que $\dot{\epsilon}_c$ est la vitesse de déformation pour laquelle la croissance de l'oxyde au niveau des fronts de la fissure se produit à la même vitesse que le mouvement des fronts de la fissure. Cette vitesse de déformation critique est donnée par la relation :

$$\dot{\epsilon}_c = \left(\frac{2k_p \dot{\epsilon}_1^m}{dl_1} \right)^{1/(m+1)} \quad (\text{Equation 30})$$

avec k_p la constante d'oxydation, l_1 la distance entre les fissures mesurée à la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}_1$, m l'exposant qui décrit la dépendance de l par rapport à $\dot{\epsilon}$ et d l'épaisseur de la couche d'oxyde.

Schütze a aussi mis en évidence la cicatrisation d'une couche d'oxyde fissurée lors d'une déformation par l'observation de la surface (Figure 17a) et de la coupe des échantillons (Figure 17b). Sur ces micrographies, des fissures en cours de cicatrisation sont montrées. Sur la Figure 17b qui présente une vue en coupe, il est observé que les contours des fissures ne pénètrent pas entièrement la couche d'oxyde, ce qui signifie qu'elles sont en train de cicatriser [39].

Si la couche d'oxyde ne présente pas de fissures en surface, des mesures d'émission acoustique permettent de mettre en évidence la fissuration de cette couche [33]. La « fermeture » d'une fissure dans la couche d'oxyde par cicatrisation est possible si la couche croît essentiellement par la diffusion des cations métalliques vers l'extérieur. Il faut également noter que la cicatrisation s'effectue plus facilement lorsque l'oxyde est adhérent. En effet, si l'oxyde se détache de la surface sur laquelle il s'est formé, alors la quantité d'oxygène fournie pour former un nouvel oxyde sur la surface ne sera pas forcément suffisante.

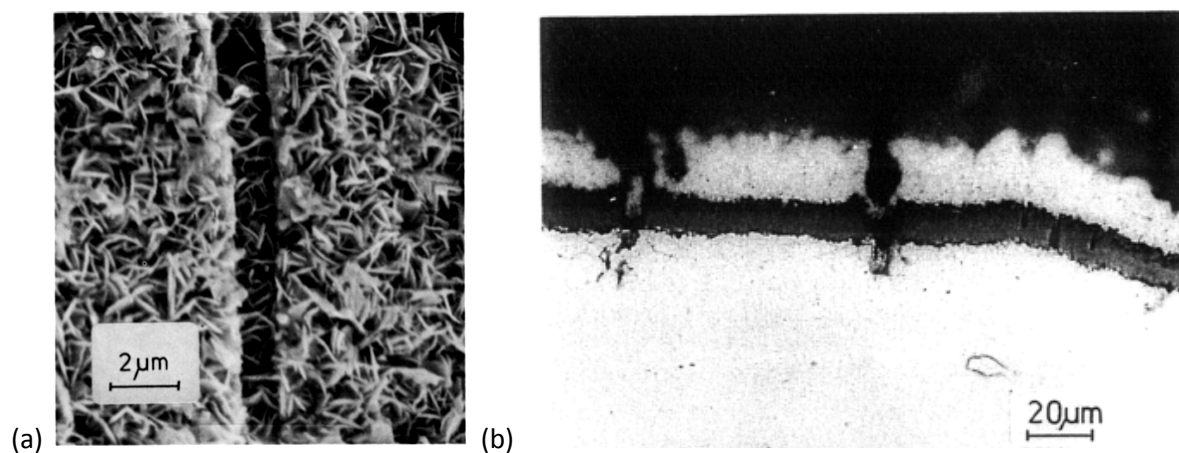


Figure 17 : Observations MEB : (a) D'une fissure partiellement cicatrisée après déformation à 800°C, à une vitesse de déformation de 10^{-6} s^{-1} ; (b) De fissures partiellement cicatrisées sur une vue en coupe [37].

Le processus de pseudoplasticité permet donc des déformations importantes dans la couche d'oxyde sans qu'aucun endommagement ne soit observable macroscopiquement. Les vitesses de déformation critiques évaluées pour la pseudoplasticité (Tableau 4) sont supérieures ou du même ordre de grandeur que celles rencontrées dans des essais de fluage à long terme ou dans des conditions de service. Il n'est donc pas surprenant dans ces cas-là d'observer des couches d'oxyde intactes macroscopiquement alors qu'elles ont en fait été fissurées plusieurs fois.

Oxyde principal/substrat	T (°C)	$k_p (\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1})$	$\dot{\epsilon}_1 (\text{s}^{-1})$	$l_1 (\mu\text{m})$	m	d (μm)	$\dot{\epsilon}_c (\text{s}^{-1})$
$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{acier 24\% Cr}$	800	$9 \cdot 10^{-18}$	10^{-6}	100	-0,27	2	$3,7 \cdot 10^{-8}$
$\text{Cr}_2\text{O}_3/\text{alliage 800}$	800	$2 \cdot 10^{-17}$	10^{-6}	50	-0,26	10	$5,3 \cdot 10^{-8}$

Tableau 4 : Données utilisées pour calculer la vitesse de déformation critique de la pseudoplasticité pour deux exemples de couples oxyde/substrat [37].

De plus, il a été montré que les pressions hydrostatiques associées avec les conditions de frottement permettent la cicatrisation des fissures dans les particules fragiles surtout si elles sont petites [40].

Cependant, les couches protectrices peuvent cicatriser après fissuration uniquement si il y a un apport suffisant vers la surface de l'élément d'alliage qui forme cette couche afin qu'il réagisse avec

l'oxygène de l'environnement. En d'autres termes, une concentration minimale de cet élément est nécessaire en sous-surface du métal pour qu'il y ait une cicatrisation protectrice [27].

Les essais menés dans le cadre de cette étude sont des essais de frottement réalisés à haute température. Il y a donc couplage de l'oxydation et de la tribologie, qui implique notamment une oxydation différente et la prise en compte du comportement mécanique des oxydes. Il a été vu dans différentes études que la présence d'oxyde pouvait influencer l'usure et le frottement [41]. Dans notre cas, il semble donc nécessaire d'étudier le couplage de la tribologie et de l'oxydation qui, associés, pourraient expliquer la circulation des particules dans un contact haute température.

III Couplage tribologie - oxydation

Dans un premier temps va être présenté l'effet de la combinaison de l'oxydation et de sollicitations. Nous allons voir que l'association de ces deux phénomènes mène à la formation de couches glacées auxquelles le paragraphe suivant est consacré.

III.1 Oxydation sous sollicitations

Pour débiter cette partie, l'oxydation sous contrainte est abordée puis nous décrirons l'oxydation sous sollicitations tribologiques c'est-à-dire l'oxydation sous contrainte et avec l'action du frottement.

III.1.1 L'oxydation sous contrainte

Zhou et al. [42] ont étudié l'influence de contraintes, que ce soit de traction ou de compression, sur l'oxydation du nickel pur à 973K sous air pendant 20 h. Différentes charges ont été appliquées (6, 10 et 20 MPa) et dans tous les cas, les prises de masse relevées par ATG étaient plus importantes lorsqu'une contrainte était appliquée que lorsqu'il n'y en avait pas. De plus, pour un même niveau de contrainte, il semble que l'application d'une charge en compression a plus d'influence sur la prise de masse que l'application d'une charge en traction.

A partir de ces prises de masse, Zhou et al. ont ensuite calculé les constantes de vitesse d'oxydation et elles se révèlent plus élevées lorsqu'une contrainte est appliquée. Dans le cas d'une oxydation sans contrainte, la valeur de k_p obtenue est de $4,32 \cdot 10^{-6} \text{ mg}^2 \cdot \text{cm}^{-4} \cdot \text{s}^{-1}$ alors que celle correspondant à une oxydation sous une contrainte de compression de 10 MPa est de $1,49 \cdot 10^{-5} \text{ mg}^2 \cdot \text{cm}^{-4} \cdot \text{s}^{-1}$ soit le triple.

L'explication de ce phénomène est que lorsqu'une contrainte est appliquée, la nucléation de l'oxyde augmente, ce qui signifie que l'oxyde possède plus de nucléi à partir desquels il peut se développer, sa cinétique de croissance est alors plus élevée.

III.1.2 L'oxydation sous sollicitations tribologiques

Pour commencer, il est important de noter que la quantité d'oxyde formée pendant un essai de frottement à haute température est beaucoup plus importante que celle attendue dans le cas d'une oxydation statique [43]. Deux explications sont possibles :

- i. La déformation mécanique pourrait conduire à une oxydation plus importante des surfaces [44]. De plus, l'activité chimique des petites particules métalliques peut être accélérée pendant une déformation, ce qui pourrait expliquer les grosses quantités d'oxyde produit ;
- ii. L'oxyde formé à la surface du métal a été créé dans un régime transitoire rapide [43] c'est-à-dire dans une étape de l'oxydation pendant laquelle la production d'oxyde est très élevée.

La déformation mécanique des particules, ainsi que leur morphologie, affectent certainement le comportement à l'oxydation des surfaces et des particules en présence. Les critères d'oxydation statique ne peuvent donc pas être directement appliqués à des conditions d'oxydation dynamique comme c'est le cas dans les essais de frottement à haute température.

Blau et al. [45] ont mis en avant l'importance de comprendre comment l'endommagement mécanique des surfaces peut influencer la redistribution des éléments chimiques présents dans la composition des matériaux. En effet, lorsqu'une couche d'oxyde est endommagée, il se peut qu'une nouvelle oxydation se produise avec le métal sous-jacent, dont la concentration en éléments chimiques a évolué par rapport à son état initial, et la nouvelle couche d'oxyde alors formée est différente de la première.

Les auteurs ont endommagé par rayure des échantillons d'aciers base fer, nickel et cobalt dont la surface avait été préoxydée, puis leur ont fait subir une nouvelle oxydation avant de les endommager de nouveau. Les espèces alors présentes (oxygène, chrome, et des éléments légers comme le nickel ou l'aluminium) ont été comparées à celles existantes en surface d'échantillons oxydés puis endommagés. Les cartographies DRX réalisées sur ces différents échantillons ont mis en évidence des différences de composition des produits de réaction, les éléments d'alliage ont donc été redistribués, et il semble que les défauts induits mécaniquement accélèrent l'oxydation localement. L'oxydation qui se produit sous sollicitations tribologiques ne peut donc pas être comparée à une oxydation statique.

Les cinétiques d'oxydation à considérer lors d'un essai tribologique sont donc différentes de celles concernant l'oxydation statique [46] puisque le frottement induit des sollicitations complexes et multiaxiales. Il faut également noter que l'énergie d'activation est similaire quel que soit le type d'oxydation (statique ou sous contrainte) puisque c'est une grandeur qui représente une barrière énergétique [46]. La différence au niveau des cinétiques d'oxydation s'exprime via les constantes d'Arrhénius qui, elles, sont différentes.

Une autre étude [47] a permis de mettre en avant des facteurs qui peuvent affecter la réponse de surfaces métalliques lors de leur exposition à haute température et qui sont :

- ✓ Les propriétés mécaniques des produits de réaction sur les surfaces ;
- ✓ La capacité des surfaces à former des couches glacées ;
- ✓ La résistance à la déformation et à la rupture des massifs et des couches glacées.

Ce dernier facteur a été étudié par Wang et al. [48]. En effet, les auteurs ont réalisé des essais de frottement à différentes températures (25, 200 et 400°C), sous différentes charges et avec des échantillons (dont la composition est donnée dans le Tableau 5) ayant subi trois revenus différents ce qui a permis de leur conférer trois microstructures différentes dont deux avec une dureté élevée (50 et 51 HRC) et le troisième avec une faible dureté (30 HRC). Pour toutes les conditions d'essai, Wang et al. ont montré que le taux d'usure (calculé comme le volume d'usure par unité de longueur frottée) est toujours plus élevé pour l'acier dont la dureté est la plus faible. De plus, ils ont observé que l'épaisseur de la zone déformée plastiquement en sous-surface est liée non seulement aux conditions d'essai mais également à la microstructure du matériau (Tableau 6).

Eléments	C	Cr	Mo	V	Si	Mn	P	S
Acier coulé	0,34	3,24	2,16	1,15	0,67	0,73	≤ 0,03	≤ 0,03

Tableau 5 : Composition chimique massique de l'acier étudié.

Conditions d'essai	Niveau de dureté de l'acier	Epaisseur déformée plastiquement en sous-couche (μm)
25°C – 50 N	Faible	60
	Elevé	10
400°C – 300 N	Faible	130
	Elevé	80

Tableau 6 : Mesures des épaisseurs déformées plastiquement en sous-couche pour les deux niveaux de dureté des échantillons sous différentes conditions d'essai.

Pour certains essais, des oxydes supposés protecteurs vis-à-vis de l'usure ont été observés en surface des échantillons qui présentent une faible dureté, or, ces oxydes n'ont pas protégé les surfaces de l'usure. Pour cela, il aurait fallu que le substrat soit suffisamment résistant pour supporter la formation d'une couche protectrice à partir de ces oxydes à sa surface. Les résultats de ces travaux montrent donc que la résistance du substrat doit être prise en compte pour savoir si les oxydes des couches glacées sont efficaces ou non pour protéger les surfaces de l'usure. Dans les cas où celui-ci est suffisamment résistant alors les oxydes qui se forment pendant le frottement ont un effet bénéfique sur l'usure. Si au contraire le substrat n'est pas assez résistant, alors les oxydes des couches glacées ne protègent pas les surfaces de l'usure et ils pourraient même agir comme un troisième corps abrasif.

Ces résultats nous conduisent donc à discuter du rôle des couches glacées et de leur formation.

III.2 Couches glacées

Le frottement à haute température est un phénomène étudié depuis de nombreuses années, notamment par des équipes travaillant sur le thème de la tribologie de la mise en forme à chaud [39,42,43,48,49]. De manière générale, elles s'accordent à dire que le facteur de frottement évolue toujours de la même manière dans le temps : après être passé par un minimum, il tend vers une valeur stable inférieure à celle des premiers instants de frottement [4].

Stott [5] montre qu'il existe une grande corrélation entre la diminution du frottement, celle du taux d'usure et l'évolution croissante de la résistance électrique de contact. Ces trois phénomènes sont liés au développement de couches à l'interface des deux matériaux très résistantes par rapport à l'usure. Ainsi, la valeur minimale du facteur de frottement peut être associée à la transition du contact métal-métal vers un contact oxyde-oxyde. De même, la stabilité de cette valeur de frottement est associée à l'élimination complète du contact métal-métal et résulte d'un contact oxyde-oxyde [50].

Depuis les années 2000, Inman et al. [51–54] définissent des cartes d'usure haute température pour des alliages base nickel, cobalt et fer (Figure 18). Ces cartes sont construites à partir du comportement des matériaux à différentes températures et pour différentes vitesses de frottement. D'après ces paramètres, deux types d'usure peuvent se produire (usure sévère et usure douce) et sont liés à la présence, ou à l'absence, d'une couche dite glacée. En fait, il existe toujours une frontière entre l'usure sévère et l'usure douce, et celle-ci est toujours liée à cette couche glacée.

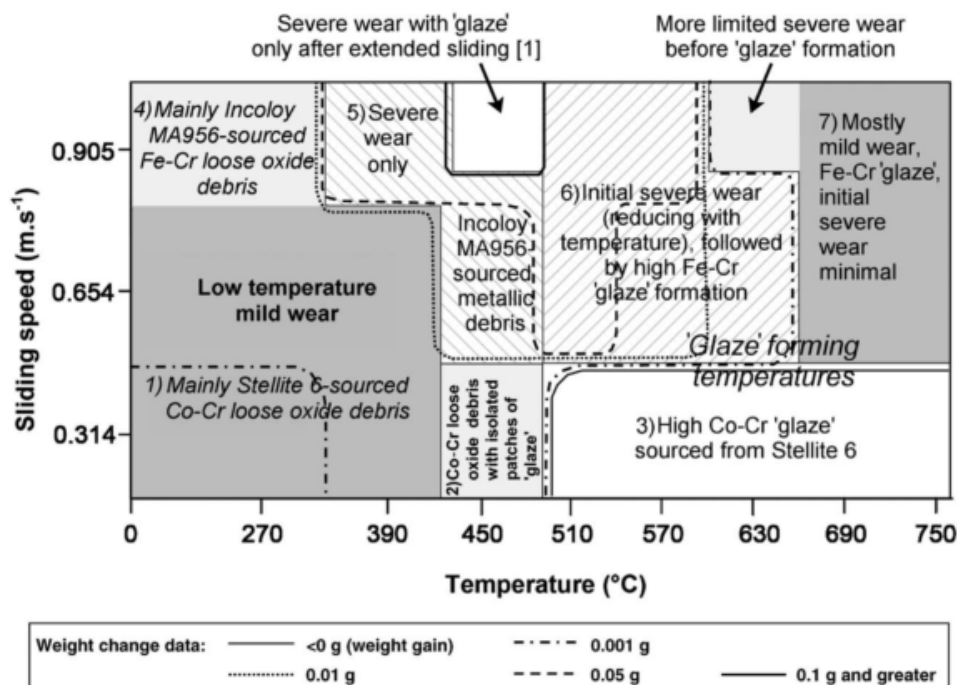


Figure 18 : Carte d'usure du frottement entre de l'Incoloy MA956 et du Stellite 6, sous un chargement de 7 N (avec superposition des données sur la perte de masse) [53].

Ainsi, les couches très résistantes qui se développent lors d'un frottement à haute température sont des couches glacées et sont définies comme des couches d'oxyde protectrices vis-à-vis de l'usure [43] dont la surface est brillante [44] et extrêmement lisse [40].

Nous nous attacherons donc à montrer, au travers de la littérature, le mécanisme de formation de ces couches glacées.

Barnes et al. [44] ont observé (MEB) sur des aciers à 5% de chrome après essai tribologique sous différentes pressions partielles d'oxygène à température ambiante, qu'il y avait formation d'îlots lisses en surface des échantillons, composés de particules compactées de deux types : oxyde et

métallique revêtu d'oxyde. La taille des particules présentes dans ces couches est comprise entre 10 et 50 nm [43].

Stott et al. [40] ont également montré que les traces d'usure sur des aciers base fer avec 12% de chrome ayant frotté à des températures comprises entre 300 et 600°C contenaient de nombreuses zones où de la matière compactée pouvait avoir une épaisseur de 15 μm , et que ces zones étaient élevées par rapport au reste de la trace d'usure, elles constituent donc des zones de portance. De plus, ces îlots de matière étaient souvent observés en surface de l'échantillon où la zone était non usée, ce qui signifie qu'ils étaient formés de particules provenant de zones différentes. Cependant, il a aussi observé qu'il y avait deux types de zones caractéristiques :

- i. Une zone de portance lisse constituée de particules avec une couche fine très compactée en surface, appelée couche glacée, de l'ordre de 0,5-1 μm d'épaisseur ;
- ii. Une zone non-portante constituée de nombreuses particules libres d'environ 1 μm de diamètre.

Ces deux types de couches sont protecteurs vis-à-vis de l'usure mais les couches dites glacées sont plus efficaces [4]. De plus, aux frontières des zones de portance, il peut être observé qu'il y a eu compactage des particules pour former ces couches glacées.

Plus récemment, des observations MET ont été réalisées sur des alliages base cobalt-chrome (Stellite 6) et nickel-chrome (Nimonic N80A) ayant subi du frottement à 750°C afin d'observer plus finement la structure des couches glacées formées lors de ces essais [55]. L'évolution du facteur de frottement, qui se stabilise très rapidement après le début de l'essai, laisse supposer que la couche glacée se forme quasi-instantanément. Une observation MET en coupe (Figure 19) montre que la zone affectée par l'usure est constituée de trois couches qui sont, en partant de la surface :

- ✓ Une couche glacée, de structure uniforme, composée de grains dont la taille varie entre 5 et 15 nm et dans laquelle la densité de dislocations est faible ;
- ✓ Une couche à l'interface couche glacée-substrat constituée de grains de 10 à 20 nm et où la densité de dislocations est importante ;
- ✓ Une couche dans le substrat qui a été déformée et présente des grains allongés. La Figure 19 montre la déformation en sous-couche avec présence de dislocations réorganisées sous forme de réseaux à l'intérieur des grains.

Les auteurs en ont conclu que la déformation due au cisaillement (Figure 19) s'est donc produite dans le substrat qui répond ainsi au frottement.

Le développement [43,56] d'une couche glacée impliquerait donc plusieurs étapes simultanées qui sont : la formation de particules, leur agglomération, leur frittage ainsi que leur évolution dans le contact. Ces différentes étapes sont décrites par la suite.

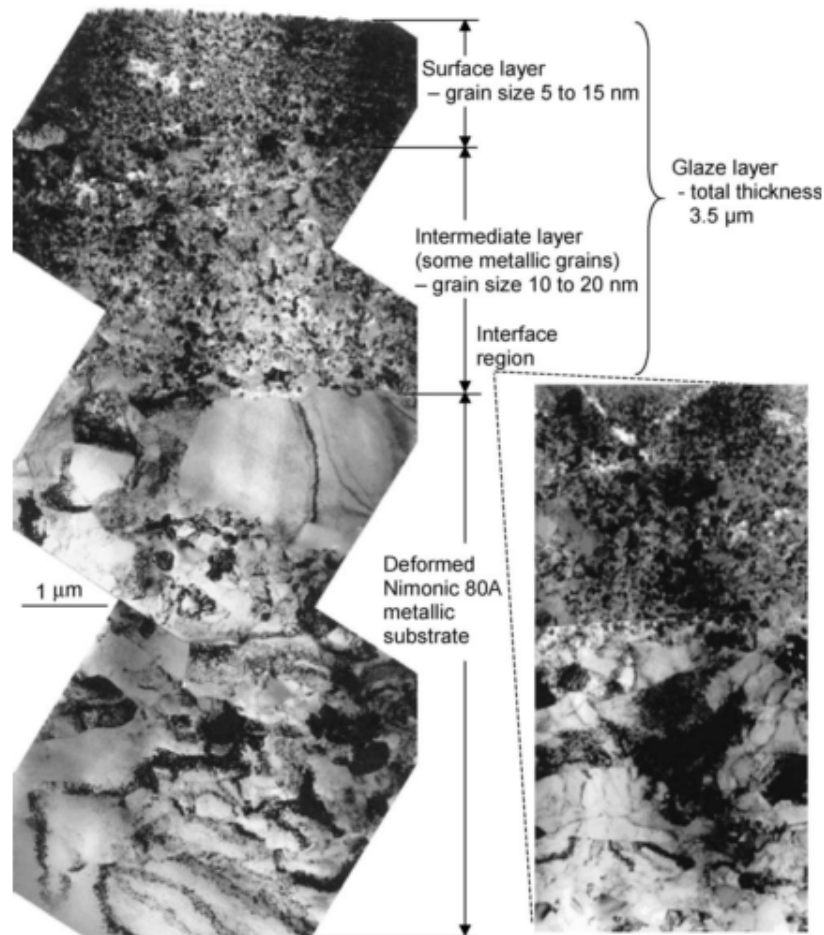


Figure 19 : Observations MET en coupe des couches glacées formées à 750°C [57].

III.2.1 La formation et l'agglomération des particules

Dans un premier temps, la formation des particules d'oxyde qui constituent la couche glacée peut se produire via deux mécanismes [49] :

- i. Une oxydation transitoire de la surface de contact, suivie d'un enlèvement complet ou partiel de cet oxyde qui produit alors des particules, puis réoxydation transitoire de la surface métallique et répétition du mécanisme ;
- ii. Formation de particules métalliques qui se rompent et s'oxydent.

Les particules alors formées vont ensuite se fragmenter sous l'effet du cisaillement lors de leur circulation dans le contact, et vont devenir des particules de taille nanométrique. Ces particules peuvent alors s'agglomérer notamment dans les creux créés lors des premières étapes du frottement [5].

Le mécanisme appelé fragmentation, qui comprend la déformation, la génération de dislocations, la formation de sous-grains et leur affinement est responsable de la formation de grains nanostructurés qui constituent la couche glacée [55]. Tous ces processus sont également accentués par l'oxydation haute température et la diffusion.

III.2.2 Le frittage des particules

Par la suite, ces particules nanométriques d'oxyde vont se fritter. Le phénomène de frittage des poudres d'oxyde est un mécanisme connu pour élaborer des céramiques par compression à chaud. Il est constitué de trois étapes qui sont [43] :

- i. La fragmentation et le réarrangement des particules ;
- ii. L'écoulement plastique de ces particules ;
- iii. La diffusion assistée par contrainte ou le fluage diffusionnel au niveau de ces particules.

Les deux premières étapes sont importantes dans les premiers instants du frittage alors que la diffusion prédomine plutôt à la fin.

Le frittage par compression à chaud des poudres d'oxyde et la formation de couches glacées sont donc des mécanismes similaires mais une différence doit cependant être notée : la température nécessaire pour la compression à chaud est plus élevée que celle nécessaire pour former des couches glacées. En effet, ce type de couches a déjà été observé lors d'essais de frottement à température ambiante. Le fait que la température ne soit donc pas un élément nécessaire à la formation de couches glacées permettrait de mettre en évidence que le cisaillement joue un rôle important dans cette formation.

Des études [58] portant sur le frittage de fines particules de l'ordre de 40 nm ont également montré qu'il se crée des interactions significatives dès que la température dépasse 20°C. De plus, si de fortes pressions de compression sont ajoutées, alors le frittage est amélioré [5] et si la température augmente alors le taux de frittage est amélioré.

III.2.3 La déformation plastique des particules

Les particules d'oxyde qui constituent les couches glacées sont donc compactées mais également déformées plastiquement pendant le frottement. Deux facteurs importants permettent aux particules d'oxyde de se déformer plastiquement :

- ✓ Une pression hydrostatique élevée : la déformation plastique des matériaux fragiles peut se produire lorsqu'une pression hydrostatique élevée est appliquée [59,60] ;
- ✓ Un effet de taille : il a été observé expérimentalement qu'il existe un effet de taille quand des matériaux fragiles sont soumis à des contraintes de compression [43]. En effet, il existe un effet appelé Auerbach qui décrit que dans des zones où il y a de très petites aspérités, des pressions proches de la pression d'écoulement du matériau peuvent être atteintes avant qu'il n'y ait rupture.

Ainsi, lors d'un frottement, les oxydes produits sont très petits et les pressions de contact atteintes sont alors suffisamment élevées pour entraîner leur déformation plastique plutôt que leur rupture [43]. Les particules d'oxyde peuvent donc être déformées plastiquement lors de leur circulation dans un contact.

III.2.4 La couche glacée

Une fois que les couches glacées sont formées, deux nouveaux mécanismes entrent alors en compétition [5] :

- i. Rupture des couches et formation de nouvelles particules, qui peuvent de nouveau s'agglomérer et se compacter pour former de nouvelles couches glacées ;
- ii. Consolidation des couches par frittage des particules.

En conclusion, les particules d'oxyde qui constituent les couches glacées sont de fines particules d'oxyde cristallin compactées qui ont été déformées par frottement et qui fonctionnent dans un régime d'écoulement plastique qui ressemble à des conditions d'écoulement hydrostatique [40]. Les couches glacées se développent plus rapidement à haute température. En effet, plus la température est élevée, plus la production d'oxyde est rapide et plus le compactage, la déformation plastique et le frittage sont facilités.

Pour résumer la formation de ces couches glacées, nous pouvons utiliser les travaux de Jiang et al. [4,6,7] qui ont consacré leurs recherches à la définition d'un modèle phénoménologique qui décrit et explique la formation des couches glacées (Figure 20). Ce modèle a été construit d'après des observations expérimentales menées sur des essais de frottement avec un acier base nickel. Il décrit le processus d'usure et la nature du contact, qui sont tous deux liés au développement de couches glacées. Les étapes de ce modèle sont les suivantes :

- ✓ Le contact est tout d'abord métal-métal : des particules métalliques peuvent alors être formées à partir du mouvement relatif des surfaces. Certaines particules sont éjectées du contact, les autres sont soumises aux étapes suivantes ;
- ✓ Il y a déformation et comminution des particules lorsqu'elles circulent dans le contact. Sous l'effet des différentes contraintes, elles peuvent alors s'oxyder. Ces particules fragmentées et oxydées peuvent adhérer aux surfaces et s'agglomérer dans des zones localisées telles que les creux ;
- ✓ Ces particules agglomérées sont comprimées et compactées, et quand les zones environnantes sont usées, elles deviennent elles-mêmes des zones de portance. Pendant ces processus, les particules sont frittées et forment des couches solides protectrices vis-à-vis de l'usure ;
- ✓ Selon la température, une couche glacée peut se développer en surface de ces couches de particules compactées ;
- ✓ Lorsque le frottement continue, ces couches subissent des contraintes répétées qui peuvent conduire à la formation de fissures et donc à la rupture des couches glacées qui va participer à l'usure. Un contact métal-métal sera alors de nouveau en place, et le processus décrit ci-dessus se réitérera jusqu'à ce qu'une nouvelle couche glacée soit formée.

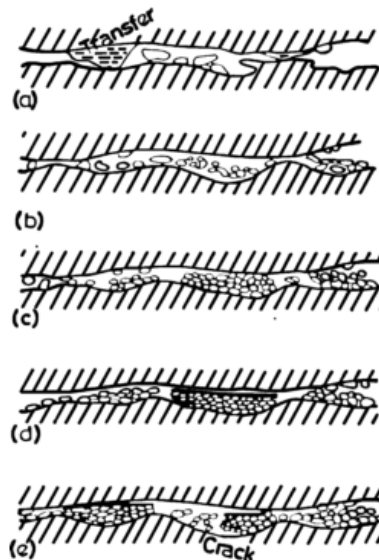


Figure 20 : Représentation schématique du modèle de développement des couches glacées à partir des particules circulant dans le contact : (a) Génération de particules métalliques ; (b) Comminution, oxydation et agglomération des particules ; (c) Compactage ; (d) Développement d'une couche glacée en surface des particules compactées sous certaines conditions ; (e) Rupture des couches glacées et développement de nouvelles couches protectrices dans d'autres zones des surfaces de contact [4].

Ces mécanismes sont résumés dans les Figure 20 et Figure 21 et d'après ces auteurs, la rupture des couches glacées mène obligatoirement à de l'usure. Ils ne prennent donc pas en compte l'effet lubrifiant des particules libérées dans le contact.

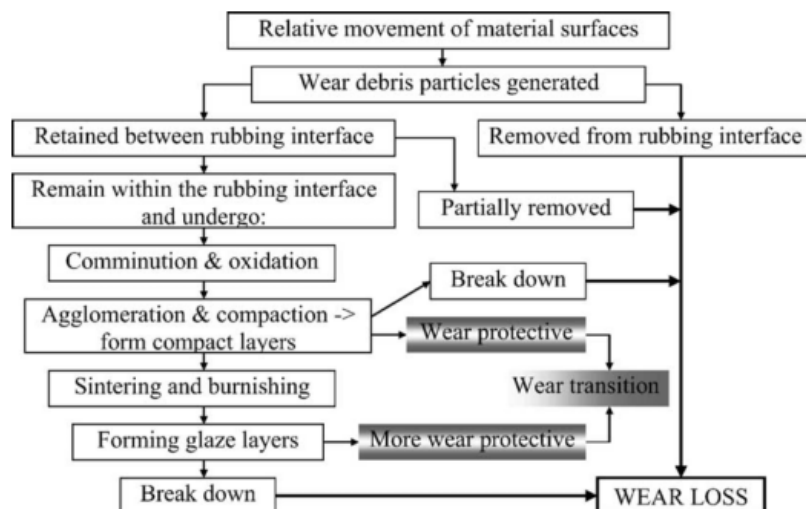


Figure 21 : Diagramme représentant le modèle d'usure pour le frottement des métaux à différentes températures [7].

En complément de ces informations, Kato et al. [61] ont étudié l'effet de l'ajout de particules artificielles d'oxyde dans un contact entre deux aciers C45 (acier non allié à 0,45% en masse de carbone) à température ambiante. Pour cela, il a ajouté entre un pion et un disque différents types de particules d'oxyde de différentes tailles. Sur la Figure 22a il est montré que le volume d'usure en fonction de la distance de frottement n'est pas la même suivant le type de particules d'oxyde introduites dans le contact. En effet, certaines particules comme l' Al_2O_3 et le Mn_2O_3 n'ont pas eu d'effet positif sur l'usure, mais d'autres types de particules telles que le Fe_2O_3 conduisent à une transition vers l'usure douce et donc à une protection des surfaces en contact.

De plus, afin d'étudier l'influence de la taille des particules d'oxyde sur l'usure, des particules de Fe_2O_3 (oxyde qui a un effet positif d'après la Figure 22a) de différentes tailles ont également été introduites dans le contact. Sur la Figure 22b, nous pouvons voir que le volume d'usure se stabilise très rapidement lorsque des particules de 30nm sont introduites dans le contact. Le volume d'usure se stabilise également quand la taille des particules est de 300nm mais il n'y a pas de transition quand les particules sont plus grosses. D'après ces essais, l'auteur conclut que les petites particules sont plus facilement frittées et mènent donc plus rapidement à la formation d'une couche glacée.

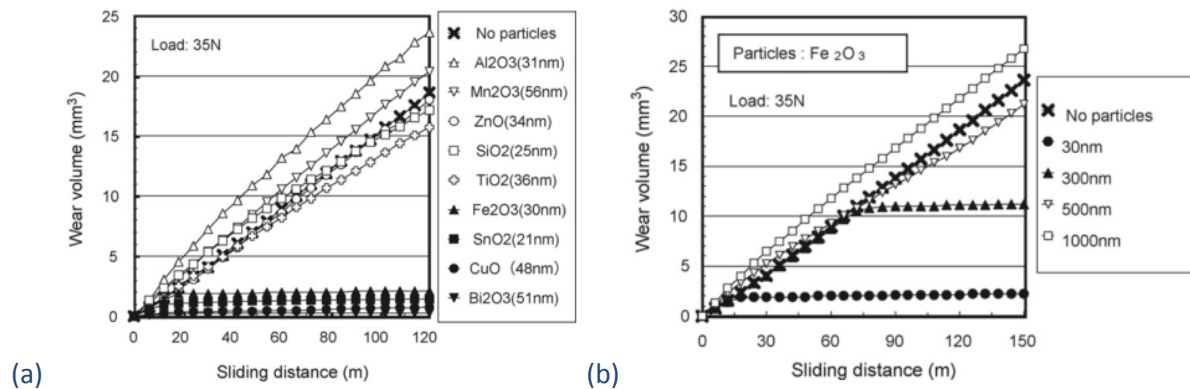


Figure 22 : Effet de l'ajout de particules d'oxyde sur l'usure : (a) pour différents types d'oxyde ; (b) pour un même oxyde avec des tailles de particules différentes.

Enfin, Wood et al. [62] ont réalisé des essais de frottement à 600°C avec un superalliage à base cobalt, matériau capable de former rapidement des couches glacées à sa surface. Après seulement 2 min d'essai, des couches glacées se sont déjà formées en surface du matériau et recouvrent 30% de la trace d'usure. Les essais, d'une durée comprise entre 2 min et 12 h, ont permis d'observer que le recouvrement par la couche glacée des surfaces en contact, augmentait avec le temps. Au niveau des oxydes présents en surface des échantillons, ils varient au cours du temps. En effet, les auteurs ont observé que les premières couches d'oxyde formées étaient enlevées des surfaces au bout d'une certaine durée de frottement, de nouveaux oxydes se formaient alors et se mélangeaient aux précédents. Pour des essais de 12 h, il apparaît que les couches d'oxydes présentent une distribution uniforme des éléments chimiques due aux multiples ruptures et reformations de ces couches d'oxydes. Enfin, les analyses EDS ont montré que la concentration en oxygène était plus faible que celle attendue, il y a donc des particules métalliques dans les couches glacées.

Synthèse

En conclusion de ce chapitre, différentes notions liées à la tribologie, et notamment au concept du troisième corps ont été données. Ces dernières sont particulièrement développées puisque le modèle phénoménologique de circulation du troisième corps défini dans le chapitre 4 repose essentiellement sur ces notions. De plus, l'oxydation du fer et des matériaux métalliques a été décrite puisque les matériaux étudiés sont soumis à ce phénomène lors des essais tribologiques qui se déroulent à haute température. Enfin, la partie portant sur le couplage de ces deux phénomènes (tribologie-oxydation) a mis en avant les interactions qui pouvaient se produire, et les couches glacées ont été décrites plus précisément. Nous verrons par la suite que la formation de ces couches est une étape importante lors de nos essais de frottement à haute température.

Chapitre 2 :

Matériaux et mise en œuvre expérimentale

L'objectif de ce chapitre est de présenter les matériaux utilisés ainsi que la démarche expérimentale mise en place pour étudier les débits de troisième corps dans un contact haute température. Dans un premier temps, les deux matériaux constituant le couple de premiers corps sont décrits et le choix de ces matériaux est justifié. Dans un second temps, le moyen d'essai tribologique et la procédure suivie sont présentés. Enfin, la dernière partie est consacrée aux méthodes d'analyse des essais.

I Matériaux sélectionnés

Il sera donné dans ce paragraphe les éléments théoriques concernant la microstructure, le comportement mécanique, et le comportement à l'oxydation des deux matériaux sélectionnés, soit le X38CrMoV5 et le C38. L'un des objectifs de ce travail est d'expliquer la formation des particules de troisième corps, nous verrons par la suite que le comportement mécanique et plus particulièrement le comportement en déformation plastique du X38CrMoV5 est un élément important pour comprendre cette formation.

I.1 Matériaux

Les matériaux étudiés sont donc le X38CrMoV5 et le C38. Le X38CrMoV5 est une nuance d'acier à outils pour travail à chaud utilisé notamment dans le forgeage à chaud. Les principales propriétés de cet acier sont sa résistance élevée à haute température et à la fatigue thermique ainsi que sa bonne résistance à l'oxydation. Dans le Tableau 7 sont données la composition massique théorique du X38CrMoV5 ainsi que celle mesurée par analyse SEO (Spectrométrie d'Emission Optique par

étincelle) et par analyse EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) à laquelle est associé son spectre (Figure 23).

Eléments	C	Cr	Mn	V	Ni	Mo	Si	Fe
Composition théorique	0,40	5,05	0,49	0,47	0,20	1,25	0,92	Bal.
Analyse SEO	0,37	5,07	0,32	0,46	0,19	1,30	0,31	Bal.
Analyse EDS	N.M.	4,61	0,65	0,68	N.M.	1,36	0,99	Bal.

Tableau 7 : Composition chimique (% massique des principaux éléments) du X38CrMoV5 étudié théorique, mesurée par analyse SEO et par analyse EDS (avec N.M. = non mesuré).

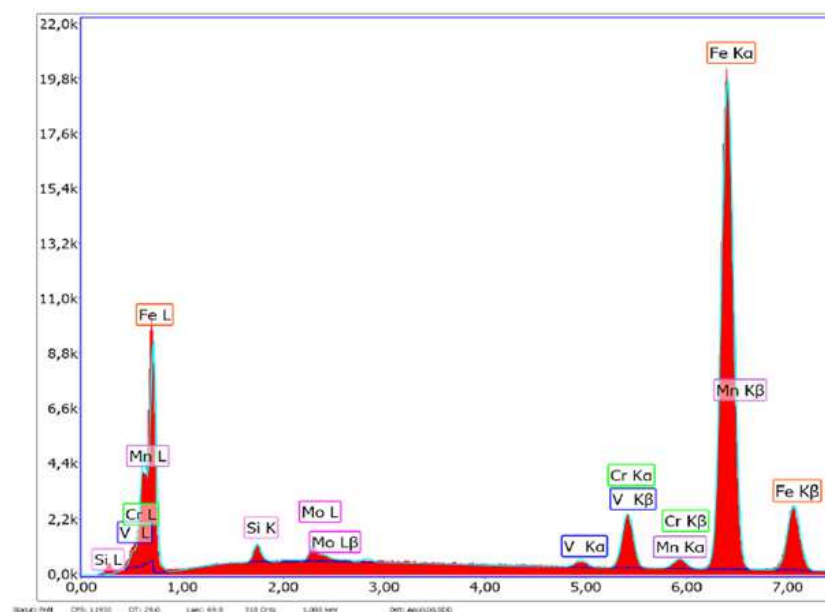


Figure 23 : Analyse EDS du X38CrMoV5.

Cet acier présente une microstructure de type martensitique revenue qui est constituée de ferrite α (structure Cubique Centrée) et de cémentite sous forme de lattes, ainsi que de carbures à l'échelle nanométrique uniformément répartis dans la matrice et qui sont interlattes et intralattes [63] (Figure 24). Les lattes ont une largeur comprise entre 0,1 et 2 μm et une longueur pouvant aller de 0,5 à 15 μm [64].

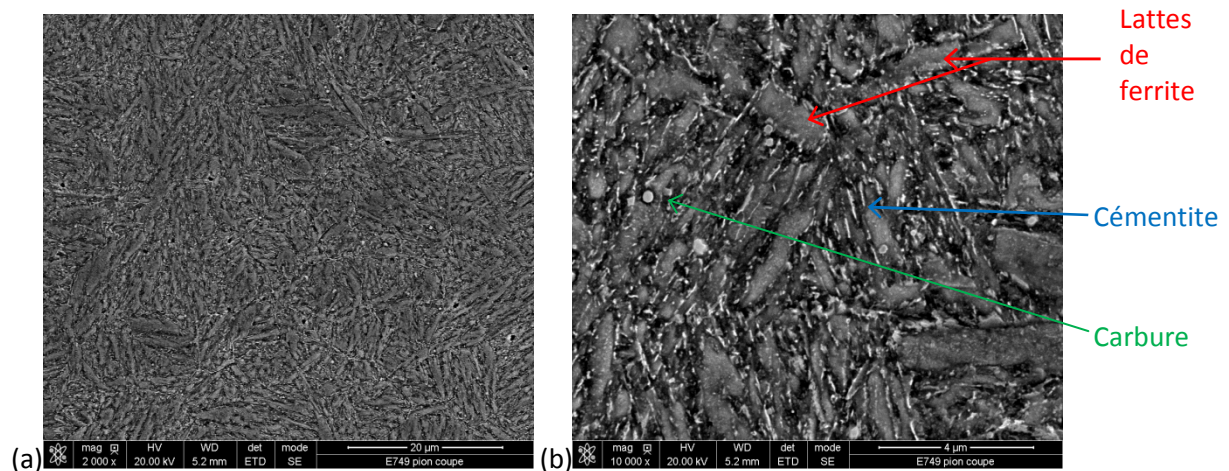


Figure 24 : Observations MEB à différents grossissements de la microstructure martensitique revenue en lattes du X38CrMoV5 après attaque au nital.

La dureté du X38CrMoV5 dépend de la taille et de la répartition des carbures, qui sont conférées par les traitements thermiques subis par l'acier lors de sa mise en œuvre.

Les opérations de traitements thermiques du X38CrMoV5 sont composées du recuit, de l'austénitisation, de la trempe et de deux revenus (Figure 25). Le but de l'étape de recuit est de donner à l'acier une structure uniforme et d'éliminer l'hétérogénéité de structure due aux étapes d'obtention et de mise en forme. Après recuit, la structure obtenue est constituée de ferrite α et de carbures primaires. Le traitement d'austénitisation permet de remettre en solution des carbures et de pouvoir contrôler la taille des grains. La phase de trempe a pour objectif de transformer l'austénite (structure Cubique à Faces Centrées) créée lors de l'étape d'austénitisation, en martensite (structure Quadratique Centrée) [65]. Enfin, deux revenus sont nécessaires pour relaxer les contraintes résiduelles de l'acier brut de trempe et lui conférer les propriétés mécaniques optimales par un durcissement secondaire [66]. Lors du premier revenu, la martensite formée au cours de la trempe est adoucie (c'est-à-dire que sa dureté diminue). La microstructure obtenue est alors constituée de martensite revenue et de carbures secondaires. L'austénite résiduelle se transforme en martensite secondaire au cours du refroidissement ultérieur et cette dernière est adoucie au cours du second revenu.

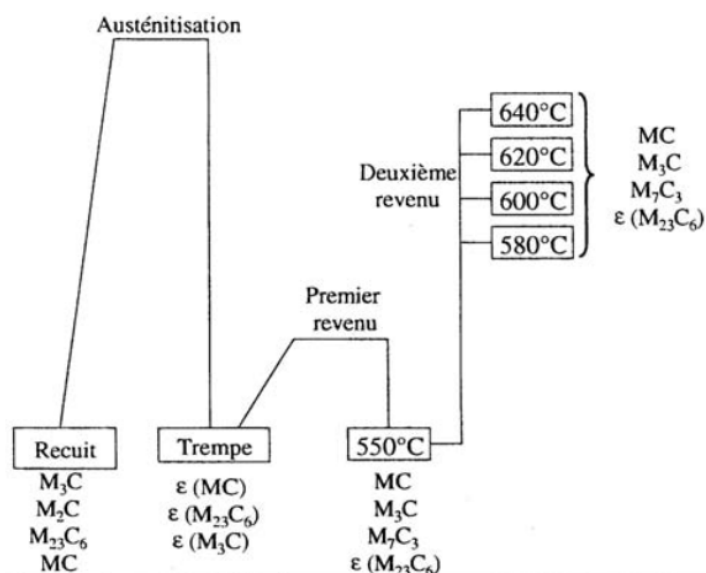


Figure 25 : Séquences des opérations de traitement thermique et origine de la précipitation dans l'acier X38CrMoV5 [63] avec ϵ = faible proportion.

Les principaux carbures présents aux joints de grains dans cet acier ont été identifiés et sont donnés dans le Tableau 8 [63]. La dureté théorique de l'acier X38CrMoV5 étudié est 47 HRC, ce qui correspond à une température de second revenu de 620°C (Figure 26). La dureté réelle de cet acier a été vérifiée à l'aide de mesures de microdureté et elle est de 486 HV soit près de 48 HRC.

Type de carbure	M_7C_3	$M_{23}C_6$	M_3C	MC
Elément(s) constituant(s) prédominant(s)	Cr, Fe	Cr	Fe	V

Tableau 8 : Identification chimique du type de carbures [63].

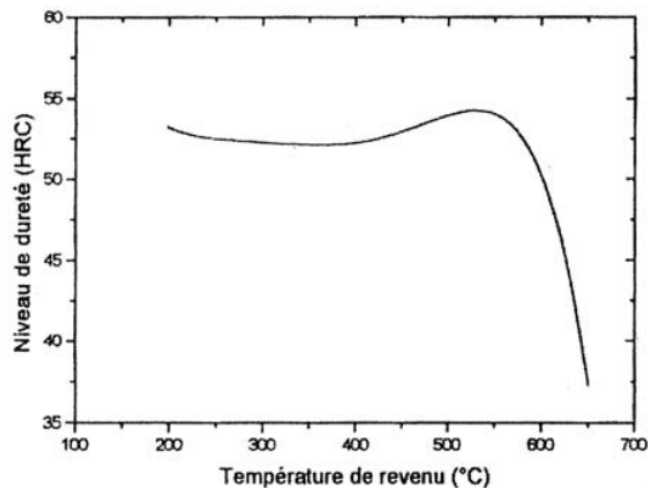


Figure 26 : Niveau de dureté obtenu en fonction de la température du second revenu pour un acier à outils de travail à chaud à 5% de chrome [67].

De plus, ce matériau comprend une très forte densité de dislocations au niveau des lattes, qui sont créées lors de la transformation martensitique du matériau. Cette forte densité de dislocations contribue au niveau élevé de dureté [68].

En ce qui concerne le C38, c'est un acier non allié spécial pour traitement thermique dont la microstructure ferritoperlitique est mise en évidence sur la Figure 27. La composition chimique théorique de cet acier est donnée dans le Tableau 9, ainsi que celle mesurée lors d'analyses SEO et EDS.

Sur la Figure 28 est présenté le spectre correspondant à l'analyse EDS. Enfin, la dureté du C38 mesurée par microdureté est de 220 HV soit 18 HRC.

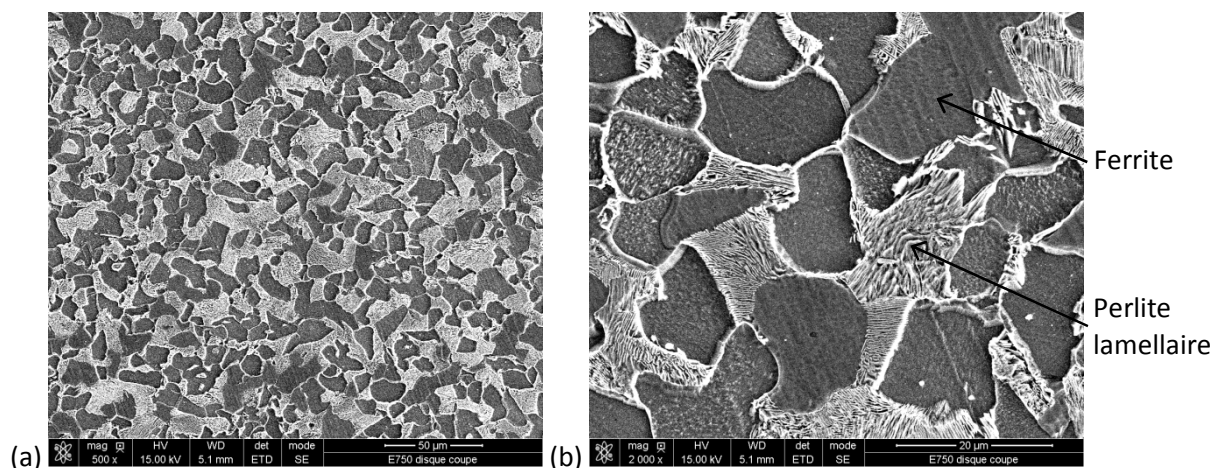


Figure 27 : Observations MEB de la microstructure ferritoperlitique du C38 après attaque à deux grossissements différents : (a) x 500 ; (b) x 2 000.

Eléments	C	Cr	Mn	Ni	Mo	Si	Fe
Composition théorique	0,37	0,18	0,73	0,16	0,04	0,3	Bal.
Analyse SEO	0,37	0,09	0,72	0,07	<0,01	0,26	Bal.
Analyse EDS	N.M.	N.M.	0,78	N.M.	N.M.	0,16	Bal.

Tableau 9 : Composition chimique (% massique des principaux éléments) du C38 étudié théorique, mesurée par analyse SEO et par analyse EDS (avec N.M. = non mesuré).

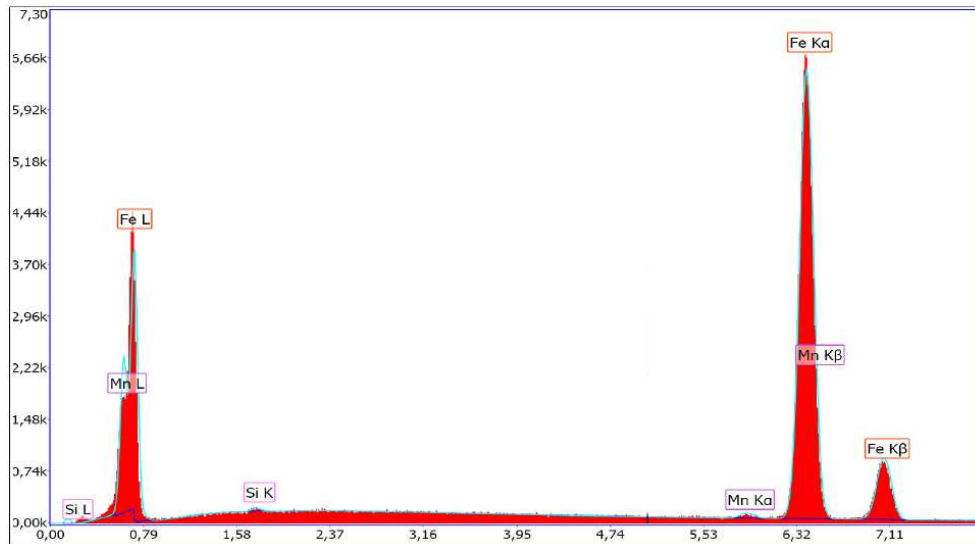


Figure 28 : Analyse EDS du C38.

1.2 Justification du choix des matériaux et des conditions d'essai

Dans cette étude, le X38CrMoV5 a été choisi pour trois raisons principales :

- ✓ Le X38CrMoV5 est un matériau déjà très étudié au centre de recherche ICA-Albi, nous avons donc des informations et des données bibliographiques sur ce matériau, notamment sur son comportement en fatigue [68], à l'oxydation [69] et à l'usure [67] ;
- ✓ Sa microstructure sous forme de lattes peut être utilisée comme marqueur morphologique et permet d'observer et de quantifier l'écoulement plastique du métal [67]. En effet, des écoulements plastiques, avec déformation des lattes dans la direction de frottement, ont pu être largement observés dans les travaux de thèse de Barrau. Dans ces travaux, la ductilité en cisaillement du X38CrMoV5 a également été mesurée via des essais de torsion à chaud puis utilisée dans un modèle de calcul d'usure afin de déterminer le taux de déformation. Ce taux de déformation plastique a aussi été calculé sous sollicitations de frottement, à partir de l'angle initial et final des lattes, en se basant sur le modèle de Dautzenberg [70] ;
- ✓ Enfin, le X38CrMoV5 présente 5% de chrome dans sa composition. Ce chrome sert de traceur chimique puisque l'antagoniste C38 est un acier dont la teneur en chrome est trop faible pour être révélée lors d'analyses (Tableau 9 et Figure 28 ; cet élément permet donc l'identification des particules de troisième corps et leur(s) source(s) puisque seules les particules provenant du X38CrMoV5 révèlent du chrome.

L'intérêt d'associer à ce matériau un acier de type C38 est que ce dernier présente une cinétique d'oxydation beaucoup plus rapide que le X38CrMoV5 (cf. paragraphe 1.3), ce qui donnait à penser au départ qu'il y aurait exclusivement circulation de particules d'oxyde du disque. Nous verrons par la suite (chapitre 3) que les résultats obtenus après essais sont différents de ceux attendus.

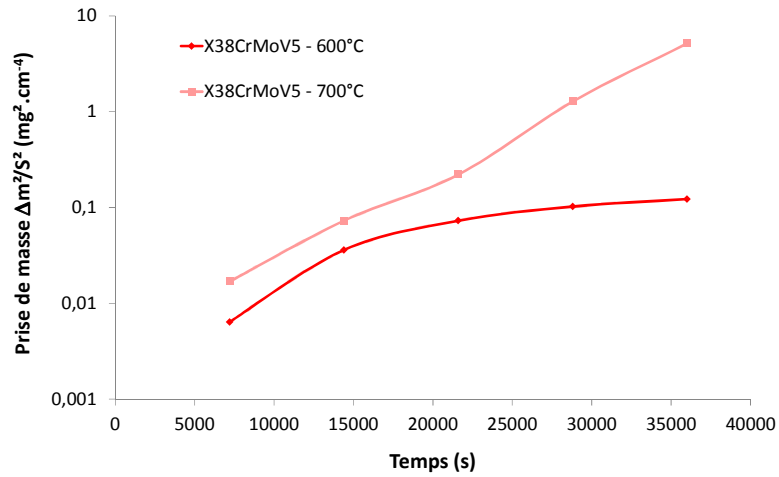
1.3 Comportement à l'oxydation

Les essais effectués dans ces travaux ont été réalisés à haute température, le comportement à l'oxydation de chacun des matériaux constituant nos premiers corps est donc décrit par la suite.

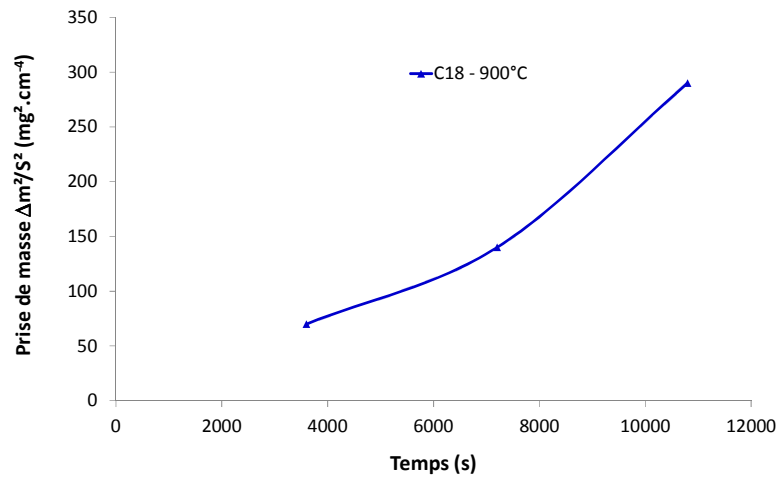
Le C38 a une cinétique d'oxydation beaucoup plus élevée que celle du X38CrMoV5, il s'oxyde donc plus rapidement dans des conditions similaires. Pour la suite, les données concernant les cinétiques d'oxydation statique du C38 sont en réalité issues d'études réalisées sur l'acier C18. Le C18 et le C38 sont des matériaux très proches puisque leurs compositions chimiques ne diffèrent qu'au niveau de la concentration en carbone. Leurs cinétiques d'oxydation ainsi que la morphologie des oxydes présents en surface sont donc tout à fait comparables. Le but de notre travail n'étant pas d'étudier l'oxydation du C38, nous avons donc décidé d'utiliser les données déjà disponibles pour le C18.

La Figure 29 présente l'évolution de la prise de masse en fonction du temps d'oxydation pour le X38CrMoV5 et le C18 ainsi que la comparaison directe entre ces deux aciers. Ces données résultent d'essais ATG (Analyse Thermogravimétrique) effectués à 600 et 700°C pour le X38CrMoV5 entre 7200 et 36000 s [69] et à 900°C pour le C18 entre 3600 et 10800 s [1]. Après 7200 s d'oxydation à 600°C, le X38CrMoV5 révèle une prise de masse de $0,006 \text{ mg}^2.\text{cm}^{-4}$ alors que pour la même durée d'oxydation à 900°C, la prise de masse du C18 est de $140 \text{ mg}^2.\text{cm}^{-4}$. Les prises de masse de ces deux aciers diffèrent donc d'un facteur supérieur à 20000 ce qui signifie que le C18 s'oxyde donc beaucoup plus et de manière plus rapide que le X38CrMoV5. Nous verrons dans le paragraphe II.5 que les températures énoncées pour les deux matériaux dans la Figure 29 correspondent aux conditions de notre étude.

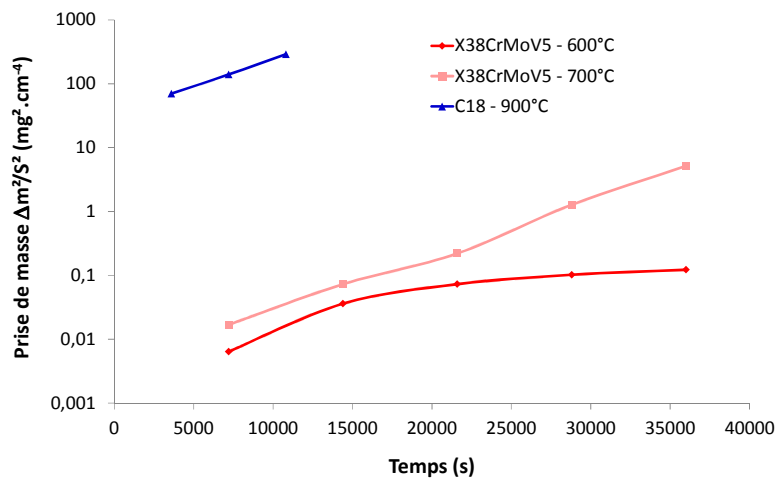
Au niveau de la nature des oxydes, le X38CrMoV5, contrairement à la plupart des alliages à base de fer, ne présente pas de wüstite FeO, même à des températures supérieures à 570°C, quelles que soient les conditions d'oxydation. En effet, sa concentration en chrome est telle que la température de formation de wüstite se décale vers les très hautes températures (autour de 850°C pour des aciers à 5% de chrome [71]).



(a)



(b)



(c)

Figure 29 : Evolution de la prise de masse au carré en fonction du temps d'oxydation lors d'essais ATG : (a) X38CrMoV5 à 600 et 700°C avec une pression partielle de vapeur d'eau de 9 mbar [69] ; (b) C18 à 900°C sous air de laboratoire soit environ 5 mbar de pression partielle de vapeur d'eau [1] ; (c) Comparaison des courbes (a) et (b).

Les couches d'oxyde qui se développent en surface du X38CrMoV5 sont duplex et poreuses [5,7]. Nous pouvons distinguer une couche d'oxydation externe constituée d'oxydes de fer pur Fe_2O_3 (hématite) et Fe_3O_4 (magnétite) (Figure 30). L'oxydation se produit également de manière interne

dans le substrat et la couche d'oxyde est alors spinelle de type $(\text{Fe,Cr})_2\text{O}_3$. L'interface externe/interne est linéaire et correspond à la surface initiale de l'échantillon.

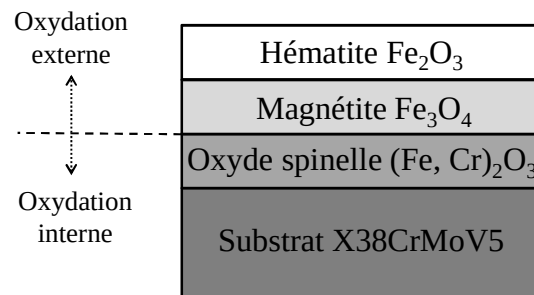


Figure 30 : Représentation schématique de la couche d'oxyde formée en surface du X38CrMoV5.

En ce qui concerne le C38, à 900°C, la couche d'oxyde formée à sa surface se présente sous la forme d'un oxyde multicouche, appelé calamine (Figure 31a). Cette couche d'oxyde est composée, de l'interface métal/oxyde à la surface, de fayalite SiO_2 , de wüstite FeO dans laquelle se trouvent des précipités de magnétite Fe_3O_4 , de magnétite Fe_3O_4 et d'hématite Fe_2O_3 . Dans le cas de nos essais, l'épaisseur d'oxyde en surface du C38 est d'environ 74 μm dont 14 μm de magnétite Fe_3O_4 et d'hématite Fe_2O_3 (Figure 31b).

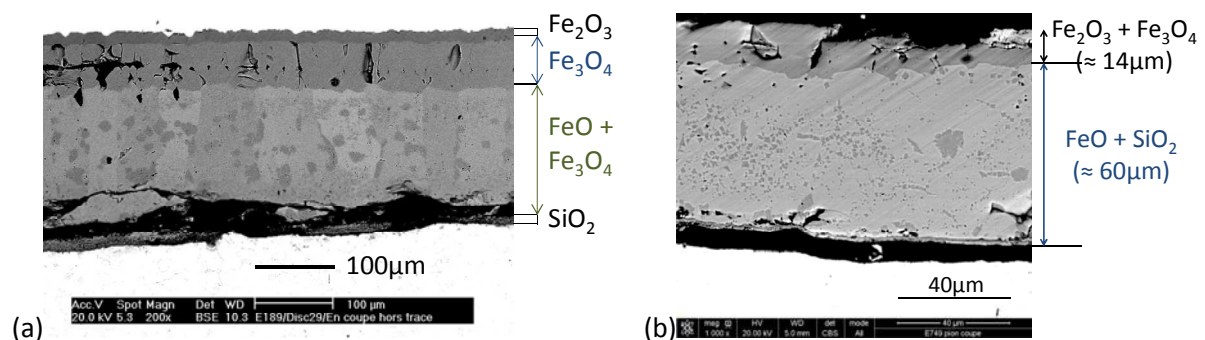


Figure 31 : Observations MEB de la couche d'oxyde formée à la surface : (a) Du C18 après 2 h d'oxydation à 950°C [2] ; (b) Du C38 après 12 min d'oxydation par induction à 900°C.

D'après les données précédentes, le X38CrMoV5 ne s'oxyde donc que très peu lors d'essais statiques comparé au C38. Afin de confirmer cela, un essai d'oxydation a été effectué directement sur notre moyen d'essai (chauffage par induction), dans les mêmes conditions qu'un essai tribologique mais sans rotation du disque donc sans frottement. Pour ce faire, nous avons mis en contact, pendant 120 s, un pion sur un disque lui-même préoxydé pendant 10 min à 900°C. Le pion a alors été chauffé par conduction et rayonnement. Après 120 s de contact et retour à température ambiante, nous avons observé la surface du pion au Microscope Electronique à Balayage (Figure 32a). Grâce au contraste chimique, nous pouvons voir que la surface du pion n'est pas oxydée. Seules quelques traces d'oxydation (zones plus grises) s'observent à la surface de certaines aspérités, essentiellement en entrée et sur les contours du pion, car celui-ci a été poli avant cet essai. Le polissage induit une déformation plastique locale ce qui implique une très légère oxydation. De manière générale, la surface du pion oxydé est comparable à celle d'un pion non oxydé (Figure 32b). Cette observation confirme qu'en 120 s, sans contrainte tribologique, le X38CrMoV5 ne s'oxyde pas.

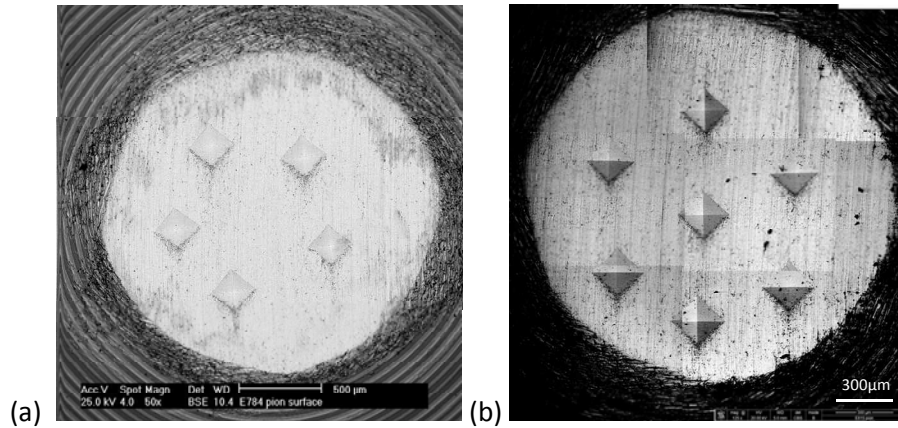


Figure 32 : Observation MEB, en mode BSE, de la surface du pion : (a) Après un essai de conduction et de rayonnement à 900°C pendant 2 min ; (b) Non oxydé.

1.4 Comportement thermomécanique du X38CrMoV5

Le comportement thermomécanique du X38CrMoV5 nous intéresse particulièrement puisque lors de nos essais, ce matériau est soumis à de fortes températures ainsi qu'à des contraintes locales importantes dues au frottement. D'après les travaux de Hirth [72], le réarrangement des dislocations après frottement est similaire à celui observé en fatigue. Il semble donc intéressant de faire un parallèle entre la déformation plastique développée lors d'essais de fatigue et celle qui prend place pendant des essais tribologiques. De nombreuses études ont été effectuées sur ce sujet au laboratoire [63,64,67,68]. Dans ce paragraphe vont être abordées les notions de fatigue du X38CrMoV5 à haute température, ainsi que celles d'usure et de déformation plastique.

1.4.1 L'étude de la fatigue oligocyclique du X38CrMoV5 à haute température

L'endommagement par fatigue se caractérise par la modification des propriétés des matériaux consécutive à l'application de sollicitations cycliques pouvant conduire à la rupture [68]. Le comportement des aciers martensitiques revenus se caractérise par un phénomène d'adoucissement cyclique, qui présente un adoucissement continu jusqu'à rupture. Cet adoucissement cyclique est d'autant plus prononcé, et la durée de vie en fatigue oligocyclique d'autant plus réduite, que la température d'essai et l'amplitude de déformation sont élevées, et la vitesse de déformation faible [63,67].

Le comportement cyclique est non seulement influencé par les conditions d'essai mais également par la microstructure du matériau. En effet, l'adoucissement cyclique des aciers martensitiques est souvent lié à l'évolution des dislocations et des carbures au cours de l'essai. Ce phénomène d'adoucissement cyclique serait dû au deux tiers par la diminution de la densité de dislocations et au tiers par la coalescence des carbures, ceci indépendamment des conditions d'essai [63].

La réduction de la densité de dislocations des lattes martensitiques, soit par annihilation ou par développement de cellules après essai de fatigue oligocyclique, favorise le mouvement plus libre des dislocations et donc une augmentation de la déformation plastique par cycle [63].

Le comportement en fatigue du X38CrMoV5 est également influencé par le type de sollicitation imposé. En effet, lorsque l'essai est piloté en contrainte avec un chargement qui n'est pas purement alterné, une augmentation progressive de la déformation est observée à chaque cycle. Celle-ci peut se stabiliser en quelques cycles (accommodation) ou continuer à augmenter (effet de rochet) (Figure 33 [68]).

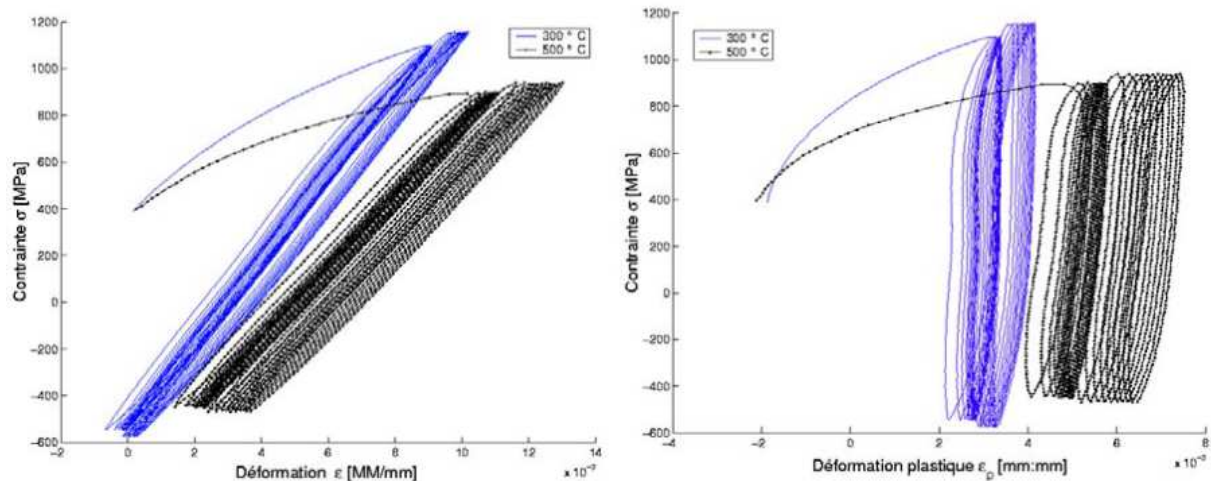


Figure 33 : Essais à contrainte imposée à des températures de 300 et 500°C [68].

I.4.2 L'étude de l'usure du X38CrMoV5 à haute température

Barrau [73,74] et Boher [75] ont étudié le frottement et le comportement à l'usure du X38CrMoV5. Ces études ont permis de montrer que l'usure de ce matériau est contrôlée par la déformation plastique en cisaillement. Ainsi, l'usure se produit lorsque la déformation plastique en cisaillement accumulée en sous-surface excède une déformation critique ou limite à la rupture (ductilité en cisaillement). D'après ces études, un modèle physique basé sur le cumul de l'incrément de déformation plastique en cisaillement a été défini. De plus, ces travaux ont montré que les couches proches de la surface sont soumises à une forte déformation plastique, qui modifie la texture et mène à la formation de Structures Transformées Tribologiquement (TTS).

Ils ont également montré que l'usure est pilotée par un cycle d'endommagement : déformation plastique de la surface en contact, rupture et émission de particules. A partir des expérimentations, il a été déduit qu'il fallait, pour expliquer cela, définir un critère de rupture de fatigue par effet rochet.

Des essais de torsion à chaud, essais les plus représentatifs des sollicitations auxquelles sont soumis les matériaux lors d'essais tribologiques, ont été réalisés dans le but de définir la ductilité en cisaillement du X38CrMoV5 [67]. Les températures des essais de torsion étaient de 550, 600 et 640°C (la machine utilisée ne permettait pas des essais à 700°C). La déformation plastique maximale atteinte à rupture pour chacune de ces températures était respectivement de 237, 212 et 724%, donc des valeurs correspondant à une très grande ductilité. L'effet de rochet, c'est-à-dire le cumul des déformations plastiques à chaque cycle, développé par le X38CrMoV5 permet donc d'atteindre des valeurs de déformation importantes. Ceci est lié à la capacité des lattes à subir une elongation très importante.

Les travaux de Barrau et Boher s'appuient sur la théorie de la délamination de Suh [76], d'après laquelle il existe une zone proche de la surface usée qui est appauvrie en dislocations. Cet appauvrissement permet alors au matériau de subir de grandes déformations plastiques avant rupture. La coalescence des carbures, liée à l'activité thermique, favorise également l'adoucissement cyclique. En effet, la diminution de la densité de carbures accroît la mobilité des dislocations [67].

Enfin, des observations réalisées au Microscope Electronique en Transmission (MET) en extrême surface d'un pion après essai de frottement ont montré la forte déformation des lattes dans la direction de frottement ainsi que leur affinement pouvant aller jusqu'à des épaisseurs de l'ordre de quelques nanomètres (Figure 34). Il y a donc une nanostructuration de la microstructure sous l'effet du frottement. Nous pouvons aussi remarquer qu'une diminution de la densité de dislocations semble avoir eu lieu en extrême surface et pour les lattes les plus fines.



Figure 34 : Observation MET en extrême surface d'un pion après 1 h de frottement à 700°C.

Dans les matériaux nanostructurés il est connu qu'au cours de la nanostructuration les dislocations ont tendance à se réorganiser jusqu'à former des sous-structures accompagnées d'annihilation partielle des dislocations. Sur la Figure 35, il semble même que les lattes soient divisées en sous-cellules caractérisées par des contrastes différents.

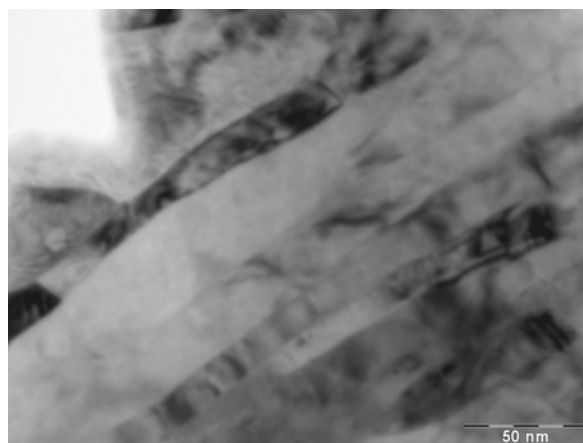


Figure 35 : Observation MET de la nanostructuration des lattes de X38CrMoV5 après frottement à 700°C pendant 1 h.

Une fois nanostructurés, la multiplication et le mouvement des dislocations dans ces matériaux deviennent limités. La dureté augmente alors puisque la plasticité sans dislocations est plus difficile [77]. Cependant, puisque nos essais se déroulent à haute température, il se pourrait que l'affinement des lattes permette un mécanisme de plasticité par glissement aux joints de lattes, ce qui expliquerait la très grande déformation observée.

II Moyen d'essai

Dans ce paragraphe, le moyen d'essai utilisé pour réaliser les essais tribologiques est présenté, ainsi que les caractéristiques propres à l'étude de la circulation des particules de troisième corps. La procédure de préparation des échantillons et celle d'essai suivies sont également décrites. Nous verrons dans le paragraphe II.5 que les durées d'essai sont très courtes, ceci implique que la procédure de préparation des pions avant essai se devait d'être très minutieuse.

II.1 Description du tribomètre pion sur disque à haute température

Le moyen d'essai tribologique pion sur disque développé au laboratoire (Figure 36) ne simule pas les procédés de mise en forme à chaud des matériaux métalliques mais permet en revanche l'étude du comportement tribologique des matériaux utilisés dans ces derniers avec des paramètres contrôlés.

Il a été démontré que même si les conditions d'essai sur le tribomètre ne permettent pas de reproduire les mêmes efforts et contraintes que lors d'un véritable procédé de mise en forme, les mécanismes d'usure des matériaux ont de nombreuses similitudes avec les endommagements observés sur des outillages. Plus particulièrement, dans le cas du forgeage, les matrices d'outil et les pions d'essai présentent tous deux des déformations plastiques importantes [67] ; dans le cas du laminage, le rôle de la microstructure des cylindres de laminoir sur le facteur de frottement a été confirmé [1,78].

La configuration pion plan sur disque permet d'avoir une plus grande surface de frottement qu'une configuration pion hémisphérique sur disque. Elle est donc favorable dans notre cas pour pouvoir étudier la circulation des particules de troisième corps. Dans nos essais, le pion présente une surface plane de diamètre initial de 2 mm. Les plans des pièces (disque et pion) sont donnés en Annexe A1.

Le disque (3) est fixé sur un mandrin directement relié à l'arbre du moteur triphasé autorisant des vitesses de rotation de 10 à 3000 tr/min. Le mode de rotation utilisé est continu et dans le sens horaire. Le départ et l'arrêt de la motorisation sont contrôlés par le manipulateur. Si en toute logique, toutes les durées d'essai sont permises, pour les essais de très courte durée, le temps de réponse du manipulateur est un facteur limitant. Ainsi, la durée minimale des essais est de l'ordre de quelques secondes mais peut varier d'une seconde d'un essai à l'autre.

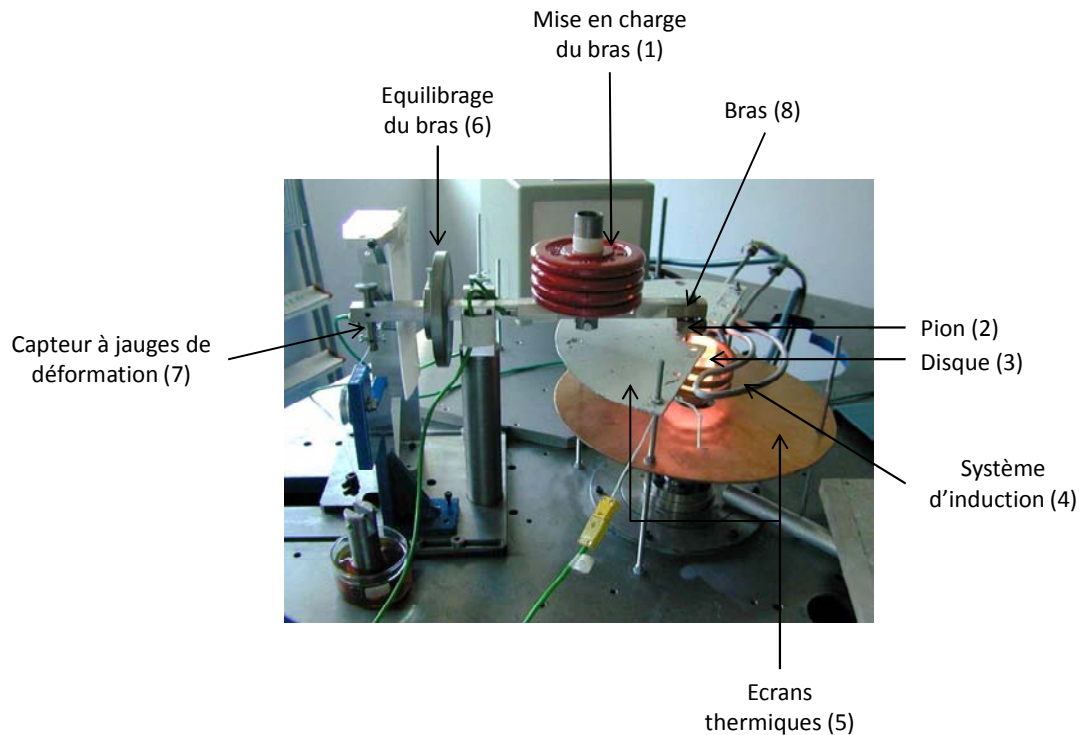


Figure 36 : Photographie du tribomètre utilisé pour les essais.

Des spires d'induction (4) sont placées autour du disque afin de le chauffer à la température de consigne. Les avantages de ce système de chauffage sont une élévation de température rapide même pour des températures élevées et la possibilité de chauffer le disque indépendamment du pignon. L'homogénéité de température à la surface du disque est vérifiée grâce à des essais préliminaires au cours desquels des thermocouples soudés dans la trace de frottement mesurent la température de surface du disque. Parallèlement, cette température de surface est contrôlée par un pyromètre bi-chromatique qui est un capteur de température sans contact. Le facteur correctif d'émissivité du pyromètre est ajusté en fonction de la réponse à la température de consigne des thermocouples soudés. Cette phase d'étalonnage est nécessaire puisque c'est le pyromètre qui régule et contrôle la puissance émise par le générateur d'induction (Eurotherm) et donc la température du disque en fonction de la température de consigne imposée durant l'essai de frottement.

Deux écrans thermiques (5) sont placés au niveau du contact afin d'éviter le chauffage intempestif du milieu environnant et des pièces mécaniques de proximité, en particulier du bras (8). Toujours pour éviter un échauffement trop important, une buse d'air permet de ventiler l'arbre moteur pendant l'essai.

Le pignon (2) est placé dans un porte-pignon fixé en bout de bras. Sur ce bras sont positionnées les masses mortes qui servent à appliquer la charge (1). Afin d'éviter tout défaut de parallélisme entre la surface plane du pignon et le disque, l'équilibre du bras est également vérifié et ajusté, si besoin est, grâce au contrepoids prévu à cet effet (6).

Enfin, opposé au pignon sur le bras, se trouve un capteur à jauges de déformation (7) auquel est retransmis l'effort résistant au mouvement via une articulation. Cet effort résistant est en réalité

l'effort tangentiel à partir duquel le facteur de frottement peut être calculé durant l'essai (cf. paragraphe II.4).

Le capteur de force ainsi que le pyromètre sont connectés à une centrale d'acquisition National Instruments. Les signaux analogiques sont amplifiés et convertis, via des conditionneurs, en des signaux numériques « compréhensibles » par le système d'acquisition Labview®.

II.2 Pièges à particules

La caractéristique principale de nos essais est la présence de pièges à troisième corps en surface des premiers corps. Leur objectif principal est de capter des particules de troisième corps et ainsi de pouvoir les identifier et déterminer le débit interne du contact, à partir duquel il est possible de définir le(s) débit(s) source(s). La présence de ces pièges, via la création de surfaces libres, permet également de mettre en évidence les débits de premiers corps qui s'activent pendant le frottement. Ces pièges instrumentent ainsi directement le contact sans le perturber de manière rédhibitoire. En effet, nous supposons que la présence de pièges ne modifie pas la réalité mais permet de faciliter l'observation des phénomènes.

Sur la surface du pion ($\approx 3,14 \text{ mm}^2$), des pièges **artificiels** sont créés sous la forme d'indentations. Ces indentations sont réalisées à l'aide d'un indenteur Vickers dont le programme utilisé est décrit dans le Tableau 10. De manière générale, sept indentations sont positionnées pour couvrir le maximum de surface et afin d'obtenir le plus d'informations sur la circulation des particules de troisième corps. Nous verrons dans le chapitre 3 que ces pièges ont aussi permis de mettre en évidence l'écoulement plastique du premier corps lors de l'essai de frottement. Enfin, la dimension exacte de chaque indentation (diagonales et profondeur) est connue grâce à des mesures topographiques réalisées avant et après essai. En moyenne, ces indentations ont une longueur de diagonale de l'ordre de $247 \mu\text{m}$ et une profondeur d'environ $31 \mu\text{m}$ (Figure 37).

Pré-charge (kg)	0
Masse (kg)	30
Temps (s)	5
Temps de maintien de la charge (s)	10

Tableau 10 : Conditions expérimentales utilisées pour la réalisation des indentations à la surface des pions.

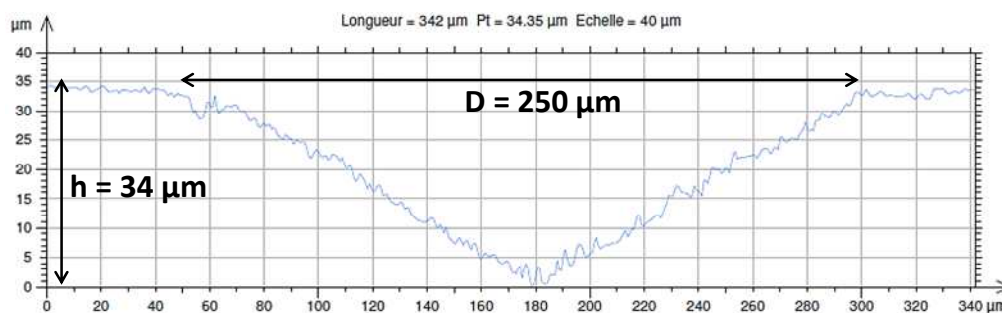


Figure 37 : Exemple de la profilométrie d'une indentation présente en surface d'un pion.

Au niveau de la surface du disque, des pièges **naturels** sont présents (Figure 38). En effet, après 1 h de préoxydation à 950°C, le disque présente à sa surface une couche d'oxyde de structure alvéolée [1]. Ces alvéoles apparaissent comme des cavités dont le diamètre peut atteindre plusieurs centaines de micromètres. C'est en fait la croissance naturelle colonnaire de la couche d'oxyde de fer qui génère en surface une topographie non uniforme. Ainsi, en surface du disque, les particules constituant le débit interne peuvent être piégées dans ces cavités.

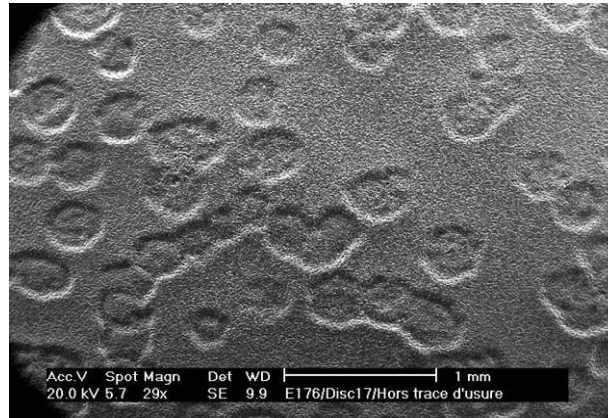


Figure 38 : Observation MEB de la morphologie de surface d'un disque en C18 oxydé en dehors de la trace de frottement après 1 h de préoxydation à 950°C [1].

II.3 Procédure de préparation des échantillons et procédure d'essai

Avant chaque essai, les échantillons sont préparés et nettoyés. En ce qui concerne le disque, il est poli avec différents papiers de polissage (80, 180, 320, 600 et 1200). Sa surface est ensuite nettoyée à l'acétone et à l'éthanol. Pour ce qui est du pion, un premier polissage tribologique est réalisé afin d'enlever toute bavure d'usinage. Ce polissage est directement réalisé sur le tribomètre avec, à la surface du disque, un papier de polissage 1200. Pour cette première étape, le pion est poli pendant 1 min, à une vitesse de rotation de 50 tr/min et sous une charge normale de 10 N. Le pion est ensuite nettoyé dans des bains ultrasons d'acétone puis d'éthanol, tous deux pendant 15 min.

Lorsque le pion est poli et nettoyé, des indentations sont réalisées en surface avec un indenteur Vickers sous une masse de 30 kg. Après indentation, la surface du pion est à nouveau polie, comme précédemment, afin d'éliminer les bourrelets plastiques en périphérie des indentations (Figure 39). Ce nouveau polissage est réalisé sur une durée de 5 tours soit 6 s. La surface du pion présente donc une orientation des stries de polissage qui sera utilisée lors des essais notamment pour définir précisément la zone réelle de contact. Enfin, un dernier nettoyage, semblable à celui réalisé avant les indentations est effectué.

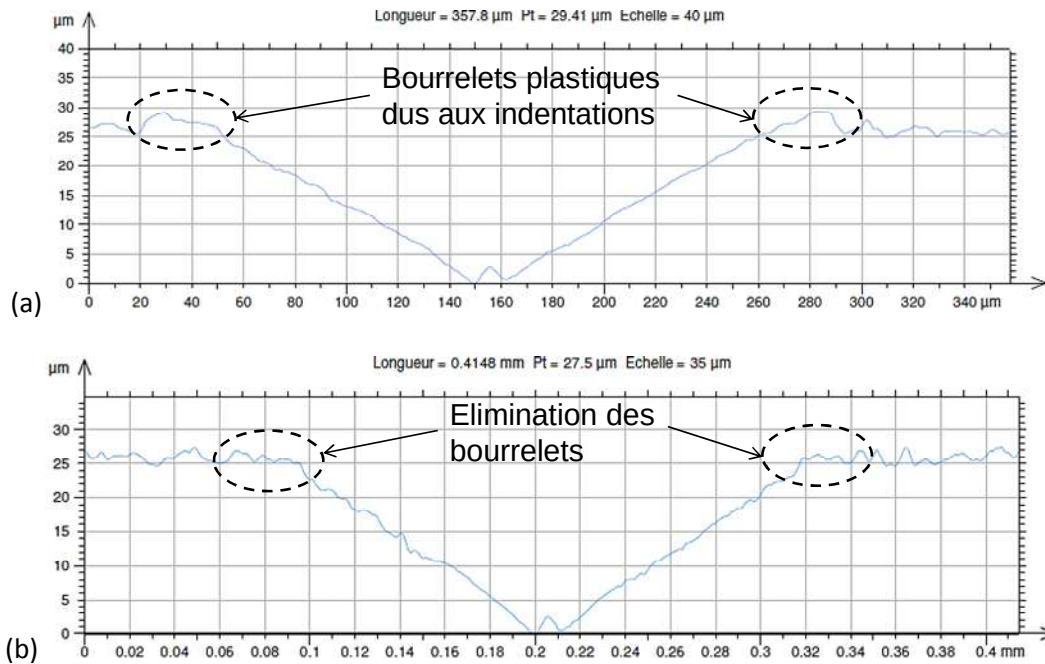


Figure 39 : Mesures profilométriques d'une même indentation : (a) Après indentation sans polissage ; (b) Suite au polissage.

Une fois les échantillons préparés et nettoyés, la mise en place des essais peut se faire. Dans un premier temps, le disque est placé sur son mandrin et son battement est vérifié. Le pion est ensuite placé dans un porte-pion lui-même fixé sur le bras. Nous prêtons alors attention à placer le pion de telle sorte que l'orientation de ses stries de polissage soit connue par rapport à la direction de frottement.

Dans le cadre de notre étude, nous souhaitons un contact initial métal-oxyde, avec d'un côté le pion métallique et de l'autre le disque oxydé. Pour avoir de telles conditions initiales, le disque est chauffé par induction à la température de consigne. Une fois cette température atteinte, le préchauffage dure 10 min supplémentaires afin d'uniformiser la température à la surface et de préoxyder le disque. Durant cette période, le pion est toujours maintenu hors du contact et reste donc à température ambiante. Lorsque la température de consigne est stabilisée, la rotation du disque est arrêtée et le pion est mis au contact du disque sous la charge normale demandée, la rotation est relancée et l'essai de frottement démarre. L'élévation de température du pion lors d'un essai tribologique est donc due à la conduction thermique, au rayonnement du disque ainsi qu'à la puissance dissipée dans le contact par frottement. Une évaluation de cette élévation est donnée dans le paragraphe II.5.

II.4 Evolution des courbes de frottement

A la fin des essais, les courbes de l'évolution de l'effort tangentiel et donc du facteur de frottement en fonction du temps peuvent être définies. En effet, le facteur de frottement f est obtenu par le rapport de l'effort tangentiel F_T sur la charge normale appliquée F_N , 40 N dans notre cas :

$$f = \frac{F_T}{F_N} \quad (\text{Equation 31})$$

Pour exemple, la courbe de la Figure 40a représente l'ensemble des données enregistrées dès la montée en température du disque. Dans l'intervalle 1078-1112 s, nous voyons que le facteur de frottement change, cela est dû à la mise en place du pion sur le disque qui entraîne une variation au niveau du capteur à jauges de déformation. A environ 1112 s, le facteur de frottement atteint une valeur nulle qu'il faut associer à la mise à zéro du conditionneur qui permet l'acquisition des données sur le logiciel Labview®. Dès lors que le facteur de frottement diffère de zéro, cela signifie que l'essai est lancé, c'est-à-dire que la rotation du disque a été réactivée. Pour le traitement de l'évolution du facteur de frottement, seules les courbes de type Figure 40b seront communiquées dans le chapitre 3. Sur ces deux courbes nous pouvons voir que le pyromètre ne détecte que les températures supérieures à 300°C.

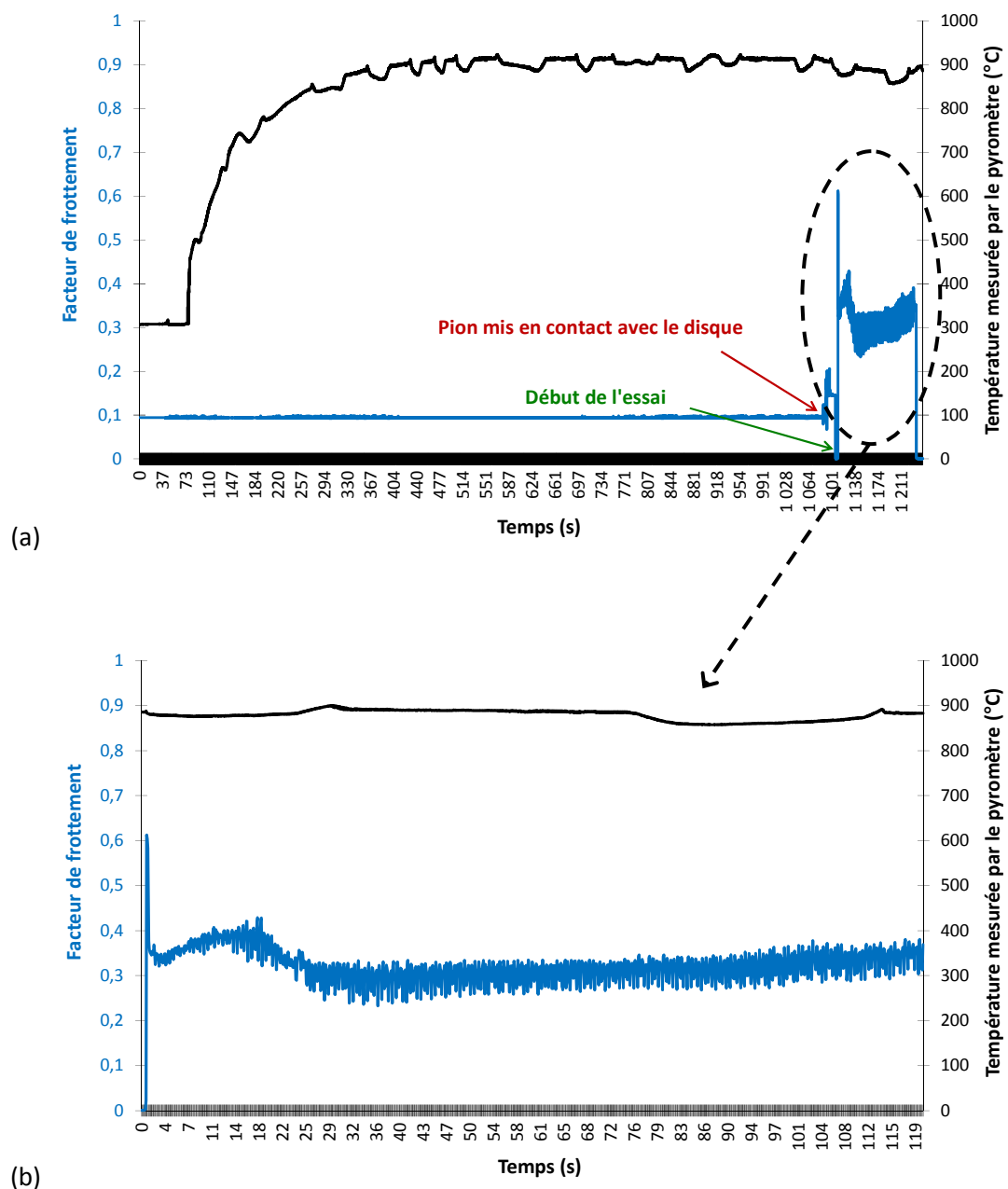


Figure 40 : Evolution du facteur de frottement et de la température à la surface du disque en fonction du temps d'essai :
(a) Pendant toute la durée de la mesure ; (b) Pendant les deux minutes de l'essai de frottement.

II.5 Conditions d'essai

Les conditions d'essai pour cette étude sont résumées dans le Tableau 11. La vitesse de rotation du disque, la température de consigne ainsi que la charge normale appliquée restent constantes pour tous les essais. La durée d'essai est donc la seule variable étant donné que l'objectif de ces travaux est de définir, en fonction du temps, les phénomènes conduisant à l'accommodation de la différence de vitesse. Dans un premier temps, nous avons effectué des essais de 15 min. Les indentations à la surface du pion n'étaient alors plus visibles. En effet, l'épaisseur de la couche d'oxyde développée à la surface du pion était trop importante. Il a alors été décidé de réaliser des essais sur des durées très courtes, de 5 s à 120 s. L'objectif des essais très courts est de pouvoir déterminer l'activation des mécanismes développés à l'intérieur du contact et ainsi de définir la vie du contact étape par étape.

Charge normale appliquée (N)	40
Vitesse de glissement (tr/min ; m/s)	300 ; 0,4
Durée des essais (s)	De 5 à 120
Température en surface du disque mesurée par pyrométrie (°C)	897 ± 11

Tableau 11 : Conditions des essais de frottement.

En ce qui concerne la température d'essai de 900°C, ce n'est pas une température à laquelle l'acier X38CrMoV5 est utilisé en service. Cette température de consigne représente la température à la surface du disque et non celle à la surface du pion. Des essais avec un pion hémisphérique instrumenté de trois thermocouples insérés à différentes distances de la surface du pion ont été effectués dans le but de déterminer la température à la surface du pion [1]. La température de consigne était de 950°C et les thermocouples implantés à 1,1 mm, 3,4 mm et 5,7 mm de la surface du pion. Les températures mesurées ont permis de donner des informations quant à l'augmentation de la température à la surface du pion due au rayonnement du disque et à la conduction (Figure 41). Dans ce but, l'essai a été réalisé en statique, c'est-à-dire sans frottement, mais sous une charge de 20 N de manière à reproduire les conditions de contact le plus réellement possible.

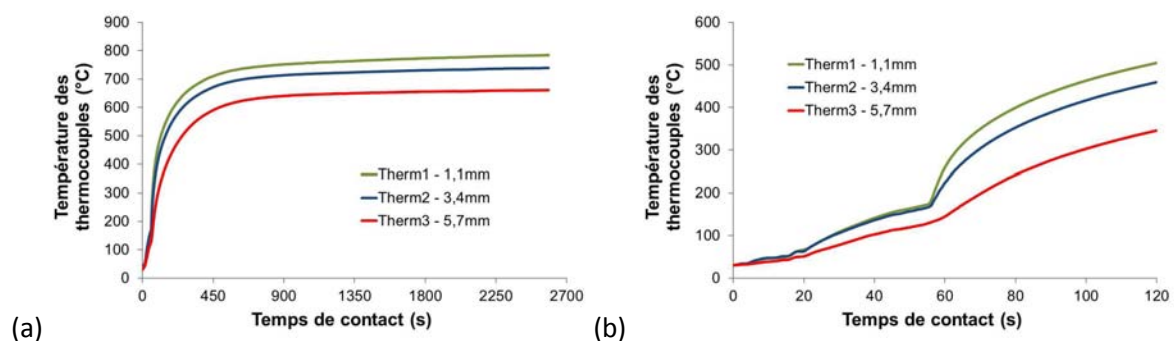


Figure 41 : Températures enregistrées au niveau des trois thermocouples du pion sous l'influence combinée du rayonnement du disque et de la conduction : (a) Pendant toute la durée de l'essai ; (b) Pendant les deux premières minutes [1].

Ainsi, après 120 s d'essai, la température mesurée à 1,1 mm de la surface du pion est d'environ 500°C. Par méthode inverse, la température réelle à la surface du pion a été calculée et elle est d'environ 600°C. Cette température de 600°C est plus en accord avec celle généralement utilisée dans les procédés de mise en forme à chaud des matériaux métalliques que la température de

consigne de 900°C. Le X38CrMoV5 est donc soumis à une température d'essai proche de cas industriels. De plus, les informations concernant l'oxydation du X38CrMoV5 données précédemment (paragraphe I.3) sont cohérentes avec nos essais.

Il faut également noter que les essais réalisés sont très courts et donc réalisés dans un régime thermique transitoire. Il peut donc être considéré que les propriétés mécaniques du massif de X38CrMoV5 ne sont pas modifiées pendant les essais.

III Moyens de caractérisation des essais

Dans ce paragraphe sont décrites les procédures d'observation des échantillons effectuées sur deux moyens principaux et systématiques pour chaque essai qui sont la topographie et les observations MEB.

III.1 Topographie

Des mesures d'état de surface des échantillons sont réalisées avant et après essai pour les pions, et uniquement après essai pour les disques. Ces mesures sont nécessaires pour déterminer les dimensions et le remplissage des indentations. Des mesures profilométriques complémentaires sont utilisées pour déterminer soit des épaisseurs d'usure dans le cas du disque, soit des hauteurs de couches rapportées pour le pion.

Ces mesures sont réalisées à l'aide d'un microscope confocal à champ étendu de marque ALTISURF®. L'avantage de ce rugosimètre (dit optique par abus de langage) réside dans le fait qu'il soit sans contact. Il ne perturbe donc pas les surfaces. Le capteur optique utilisé pour caractériser la surface des pions a une gamme de mesure de 350 µm avec une résolution axiale de 11 nm. Pour nos caractérisations, la surface entière du pion est scannée, et le pas en x et en y est de 1 µm (Figure 42a). Pour les disques, les ondulations de surface dues à la couche d'oxyde ont nécessité l'utilisation du second capteur optique (gamme de mesure de 3 mm et résolution axiale de 90 nm). Quatre portions de la trace d'usure sont scannées correspondant chacune à un carré de 3 mm de côté (Figure 42b). Les pas en x et y sont de 5 et 10 µm. Toutes les surfaces des pions et des disques sont ensuite traitées par le logiciel ALTIMAP® afin d'accéder aux variations dimensionnelles des indentations et des traces d'usure.

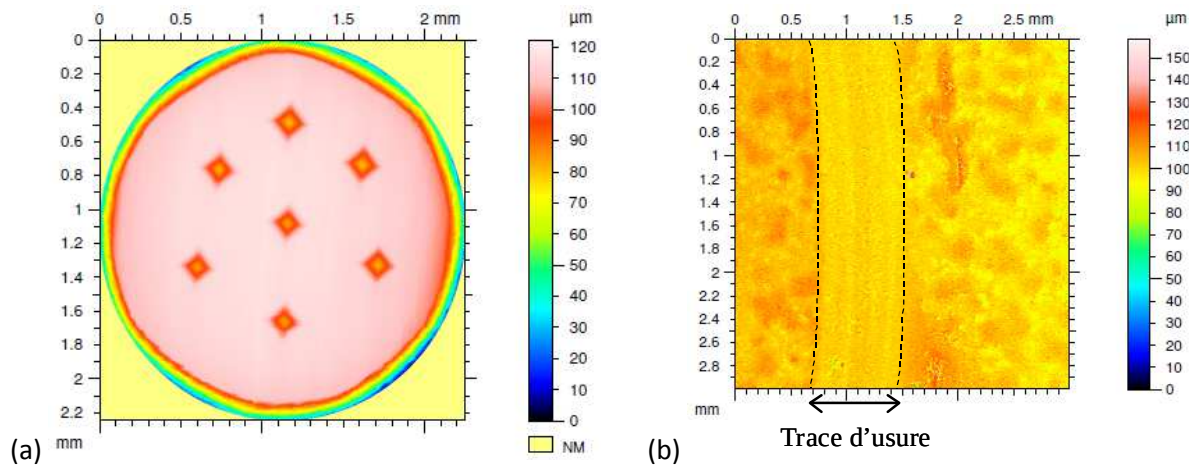


Figure 42 : Mesures topographiques des échantillons : (a) Surface d'un pion avant essai ; (b) Surface d'un disque après essai de 120 s à 900°C.

III.2 Observations MEB

Les surfaces de tous les pions et de tous les disques sont observées après essai au Microscope Electronique à Balayage (MEB). De la même manière que pour les mesures précédentes, la surface entière du pion est traitée alors que les observations faites sur les disques correspondent aux zones mesurées par topographie.

Le but de ces observations est de déterminer une évolution temporelle et spatiale de la production et de la circulation du troisième corps. Elles sont aussi nécessaires pour permettre d'identifier, à partir des phénomènes observés, les mécanismes d'accommodation activés.

Les échantillons sont observés avec les deux modes disponibles sur le MEB : SE et BSE. Le mode SE (Secondary Electrons) permet de voir le contraste topographique de la surface alors que le mode BSE (Back-Scattered Electrons) apporte des informations sur les différences de composition chimique. A ces observations sont couplées des analyses EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) qui nous permettent d'identifier la nature des particules observées, et donc de déterminer l'origine du troisième corps. En ce qui concerne les pions, les deux modes SE et BSE sont utilisés (Figure 43) car il existe à la fois des différences topographiques mais aussi chimiques à leurs surfaces. Les disques, quant à eux, ne sont observés qu'en mode SE puisque les particules présentes en surface sont toutes des particules d'oxyde et le mode BSE n'apporte donc aucune information complémentaire.

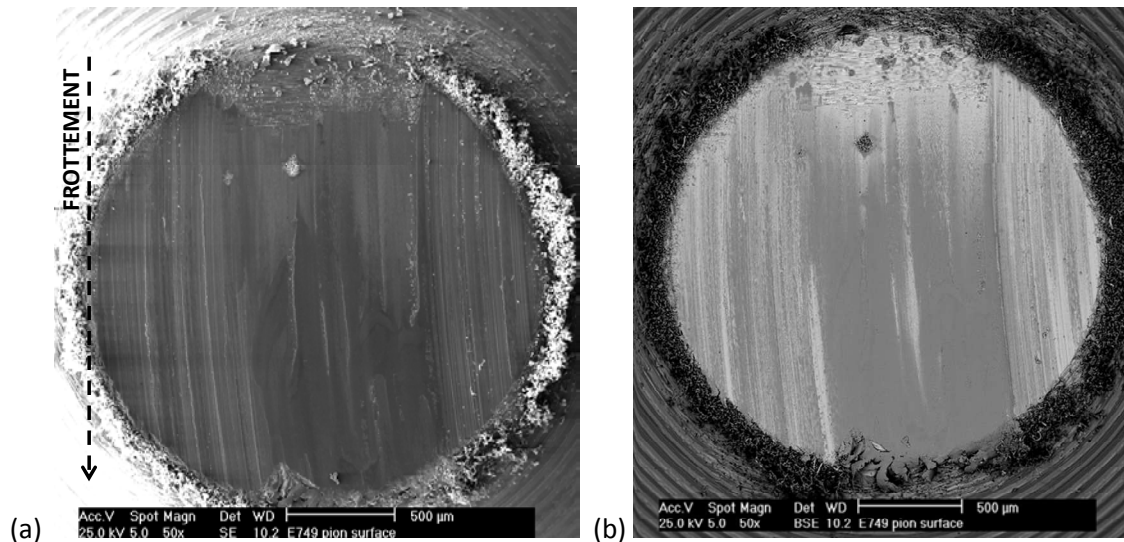


Figure 43 : Observations MEB de la surface d'un pion après un essai de frottement de 2 min à 900°C : (a) Observation en mode SE - contraste topographique ; (b) Observation en mode BSE - contraste chimique.

Des observations en coupe des pions sont indispensables pour connaître le remplissage des indentations et ainsi compléter les observations en surface. Les pions sont nickelés post-mortem via un dépôt électrolytique (Annexe A2), puis enrobés à chaud et enfin, par polissages successifs, différents plans de coupe sont observés au MEB (Figure 44). Le nickelage électrolytique réalisé avant enrobage, par son pouvoir pénétrant, permet de fixer la couche d'oxyde et de garder les particules de troisième corps à l'intérieur des indentations afin d'éviter que celles-ci ne se déplacent lors des nombreux polissages effectués par la suite. Le nickelage s'avère donc indispensable pour s'assurer de la justesse des observations en coupe.

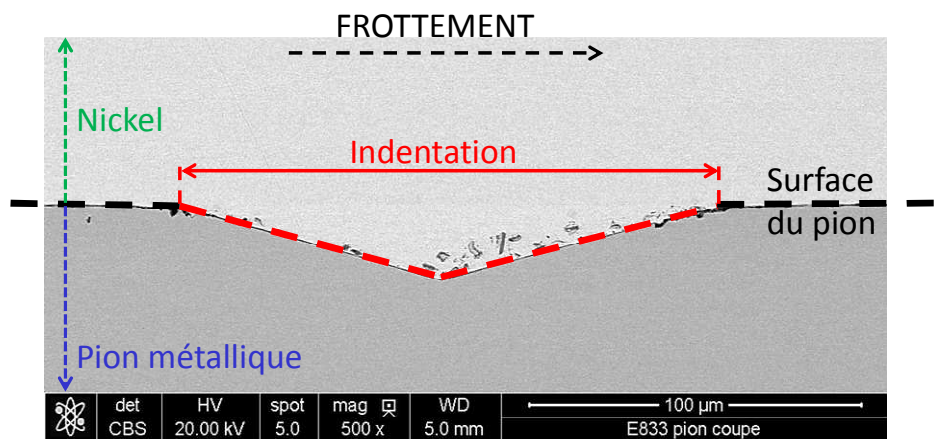


Figure 44 : Observation MEB en coupe d'un pion après essai de frottement de 20 s à 900°C.

Cependant, il faut noter que lors d'un contact, les indentations ne se présentent pas comme sur la Figure 44 mais comme sur la Figure 45, c'est-à-dire que lors des essais tribologiques, la surface du pion en contact avec le disque se trouve en partie inférieure (Figure 45). Ainsi, les particules ne « tombent » pas dans les pièges sous l'effet de la gravité mais elles les remplissent sous l'effet du frottement. Les coupes des indentations seront néanmoins présentées comme sur la Figure 44 étant donné que les observations MEB ont toutes été effectuées de cette manière.

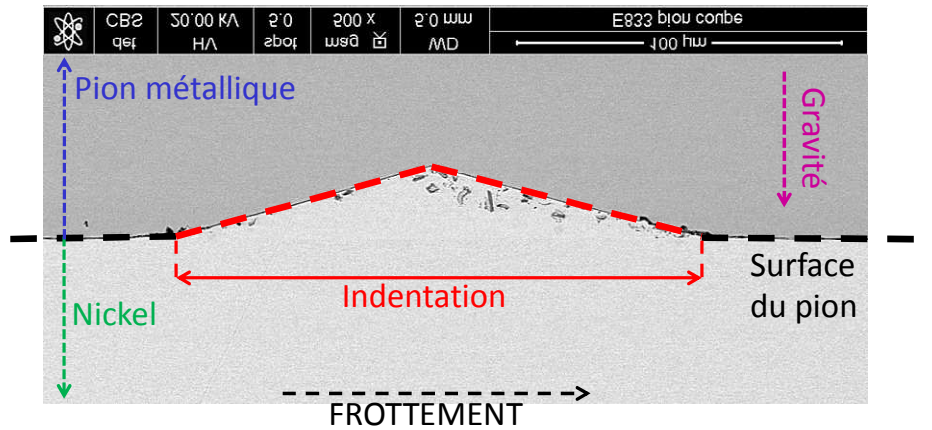


Figure 45 : Observation MEB de la Figure 44 dans le « sens » réel de contact du pion.

Enfin, comme les dimensions des surfaces des pions sont définies grâce aux mesures topographiques, la position des plans de coupe sur les pions peut être facilement repérée et nous pouvons ainsi identifier l'indentation et son niveau de coupe (Figure 46).

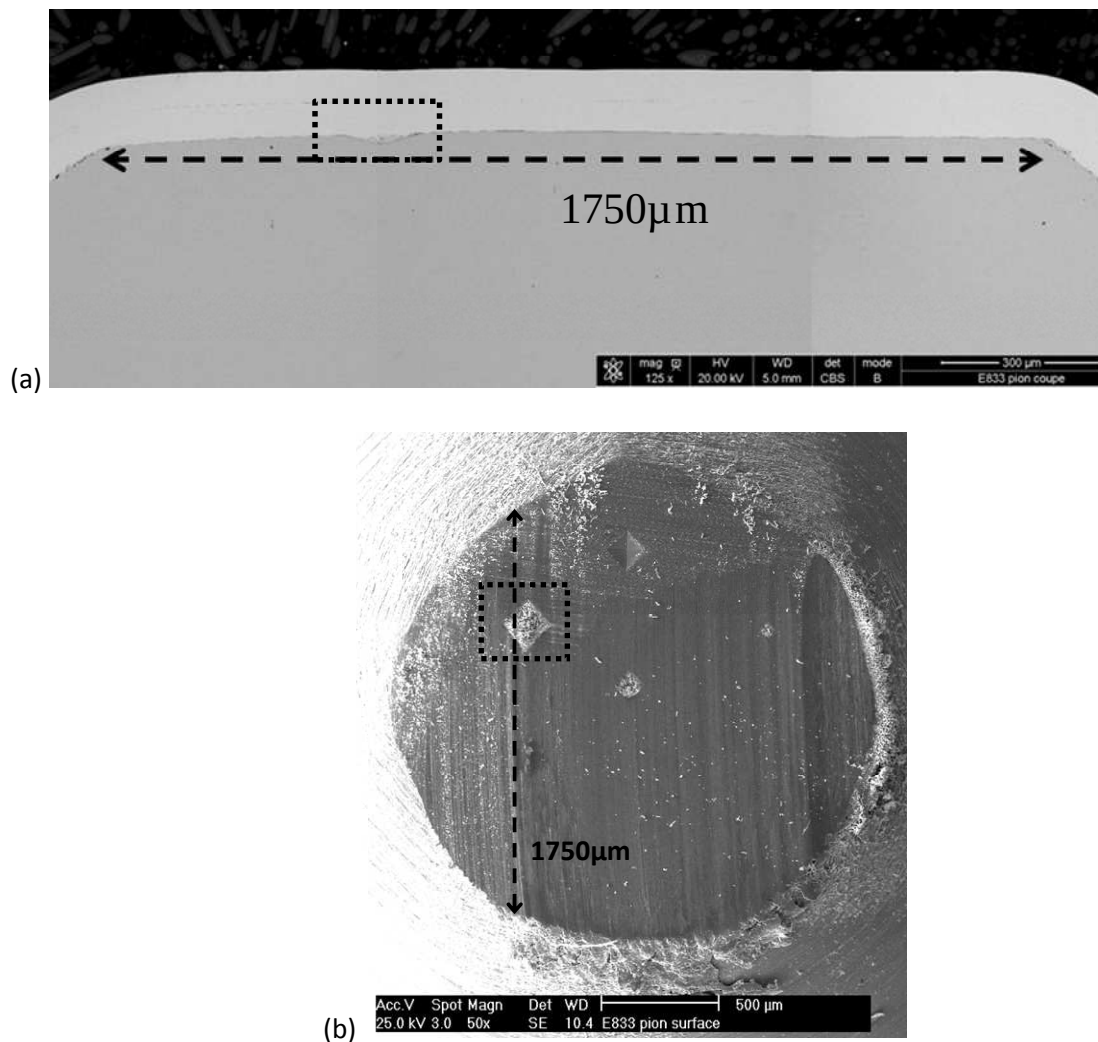


Figure 46 : Observations MEB d'un pion : (a) En coupe ; (b) En surface avec positionnement de la coupe.

Synthèse

Dans ce chapitre ont été présentés les matériaux étudiés dans ces travaux, au niveau de leur composition, de leur comportement à l'oxydation et thermomécanique. La différence de composition chimique entre les deux premiers corps a notamment été mise en avant puisque celle-ci nous permettra d'identifier le type de troisième corps formé lors de nos essais. Le tribomètre pion-disque sur lequel ont été réalisés les essais a également été décrit, tout comme les essais à proprement parler. Leurs deux caractéristiques principales que sont la création de pièges à particules et les très courtes durées de frottement ont été décrites et argumentées. Dans le chapitre suivant vont maintenant être présentés les différents résultats obtenus après essais tribologiques.

Chapitre 3 :

Scénario des phénomènes activés dans un contact haute température

L'objet de ce chapitre est de présenter l'ensemble des résultats expérimentaux qui englobent l'évolution du facteur de frottement et les phénomènes observés sur nos échantillons permettant d'étudier les mécanismes activés pour la circulation du troisième corps. Tous ces résultats permettent de définir un scénario des phénomènes activés dans un contact haute température. Des essais et des analyses complémentaires ont été réalisés dans le but de valider ce scénario mais également pour caractériser les phénomènes activés. Nous allons tout d'abord nous intéresser au comportement tribologique macroscopique du contact, c'est-à-dire aux données relatives à la globalité du contact comme l'évolution du facteur de frottement. Ensuite, nous nous tournerons vers l'étude microscopique du contact à travers les différentes observations présentées en seconde partie.

I Comportement tribologique macroscopique

Dans un premier temps, nous allons décrire le comportement tribologique macroscopique qui a été observé lors de nos essais. Nous allons ainsi étudier l'évolution du facteur de frottement pour chaque durée d'essai, et cette première partie sera complétée par l'étude de l'énergie et la puissance dissipées lors d'un essai, lesquelles ont été calculées à partir des courbes de frottement.

I.1 Evolution du facteur de frottement

Nous avons vu dans le chapitre précédent que le tribomètre était équipé d'un capteur à jauges de déformation qui mesure l'effort tangentiel et, via le logiciel Labview, permet le calcul du facteur de frottement. L'évolution de ce dernier est présentée en fonction du temps, elle permet de mettre en évidence que les interfaces évoluent et qu'un système d'équilibre se met en place.

La variable principale de cette étude est le temps d'essai c'est-à-dire la durée de frottement. En effet, comme expliqué dans le chapitre 2, l'objectif de nos essais était d'observer les débits et la circulation du troisième corps dans le contact. Dans ce but, nous avons décidé d'indenter la surface du pion afin de créer des pièges à particules qui permettraient de faciliter l'identification du troisième corps ainsi que les mécanismes activés. En ce qui concerne les essais à proprement parler, nous n'avions pas d'idée précise quant à la durée optimale permettant d'observer la mise en place des systèmes d'accommodation du contact. Ainsi les premiers essais réalisés ont duré 15 min, mais il s'avéra que pour cette durée, les indentations étaient totalement masquées par la couche d'oxyde, comme le montrent les topographies réalisées avant et après essai (Figure 47). Pour cette durée d'essai, aucune information quant à la circulation des particules à partir d'observations en surface n'était réellement exploitable.

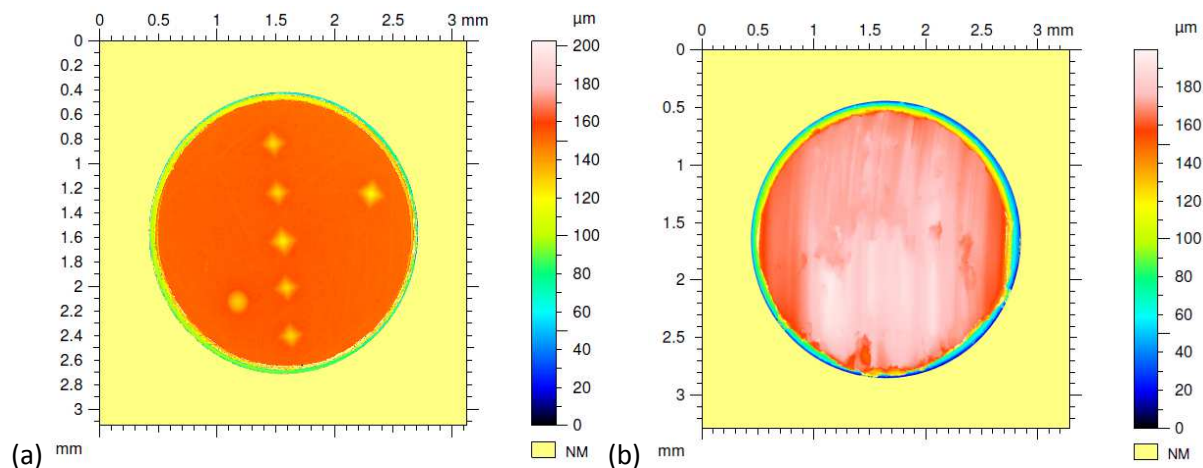


Figure 47 : Relevés topographiques d'un pion : (a) Avant essai ; (b) Après essai de frottement pendant 15 min.

Suite à ces essais de 15 min, nous avons alors décidé de diminuer la durée des essais tribologiques à 120 s et il s'avéra que nous pouvions alors accéder à des informations pertinentes en surface du pion. Cependant, comme nous le verrons par la suite, nous nous sommes rendus compte qu'après 120 s, la majorité des phénomènes conduisant à la stabilité du contact avaient déjà eu lieu, c'est pourquoi nous sommes progressivement passés d'essais de 120 s jusqu'à des essais très courts de 5s.

Dans cette première partie est donc décrite l'évolution du facteur de frottement pour les différentes durées d'essai de façon décroissante. A partir des différentes courbes présentées, il est possible d'observer la reproductibilité de nos essais.

Il faut noter que l'échantillonnage, c'est-à-dire la fréquence à laquelle les points d'acquisition du capteur de l'effort tangentiel sont établis, n'était pas le même suivant la durée d'acquisition (Tableau 12). Ainsi, l'échantillonnage était beaucoup plus élevé pour les durées d'essai très courtes afin d'avoir un temps de mesure très rapide et ainsi d'accéder à un maximum d'informations pour le temps imparti. La fréquence d'échantillonnage pour les essais dont la durée était plus longue était, elle, moins élevée puisque c'était l'évolution globale du facteur de frottement en fonction du temps qui nous intéressait.

Durée d'essai (s)	Echantillonnage (points/s)	Intervalle de temps entre chaque mesure (s)
60 - 120	10	0,1
20	500	0,002
5 - 10	1000	0,001

Tableau 12 : Valeurs de l'échantillonnage des mesures de l'effort tangentiel selon la durée de l'essai.

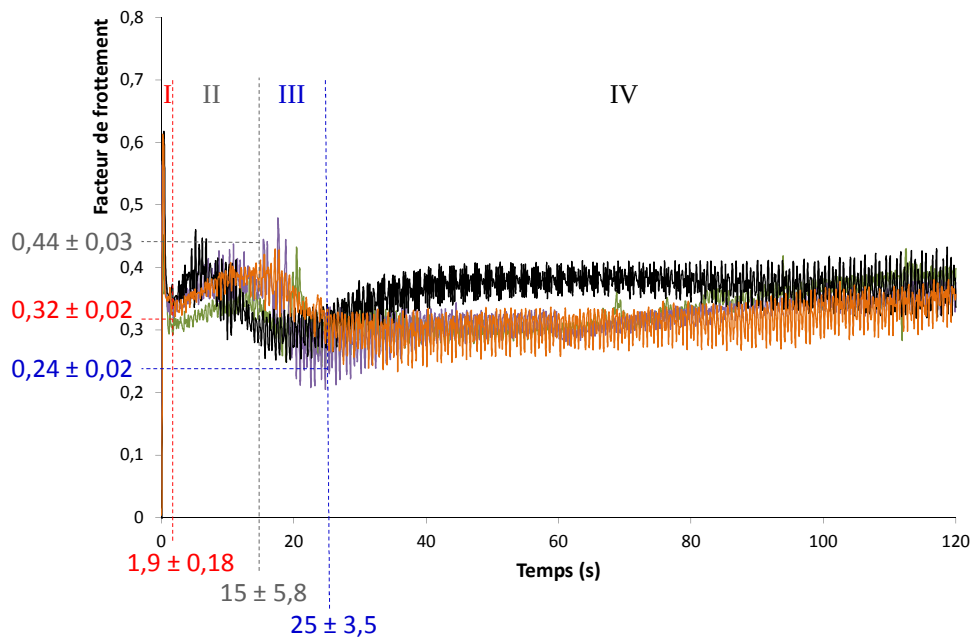
Nous allons maintenant présenter les courbes des essais effectués pendant 120 s. Elles ont l'allure générale donnée en Figure 48a. Dans le but de faciliter la lecture de ces courbes, la Figure 48b représente ces mêmes évolutions mais une moyenne mobile a été calculée. D'après ces courbes nous pouvons remarquer que les 4 essais présentés montrent une bonne reproductibilité, ce qui laisse supposer que les phénomènes se produisant à l'interface sont identiques. Leurs temps de mise en place sont également similaires puisque les variations du facteur de frottement sont semblables. Nous pouvons partager ces courbes en 4 grandes parties suivant l'évolution du facteur de frottement en fonction du temps.

Ainsi, il existe une première partie relativement courte (environ 2 s) pendant laquelle le facteur de frottement atteint très rapidement (après environ 0,3 s) un maximum proche de $(0,60 \pm 0,07)$ puis un minimum d'environ $(0,32 \pm 0,02)$. A partir de ces essais de 120 s et compte-tenu de l'échantillonnage utilisé, nous pouvons déterminer le temps pour lequel la valeur maximale est atteinte uniquement de manière approximative, cette partie I sera donc plus détaillée lors de l'étude des essais plus courts.

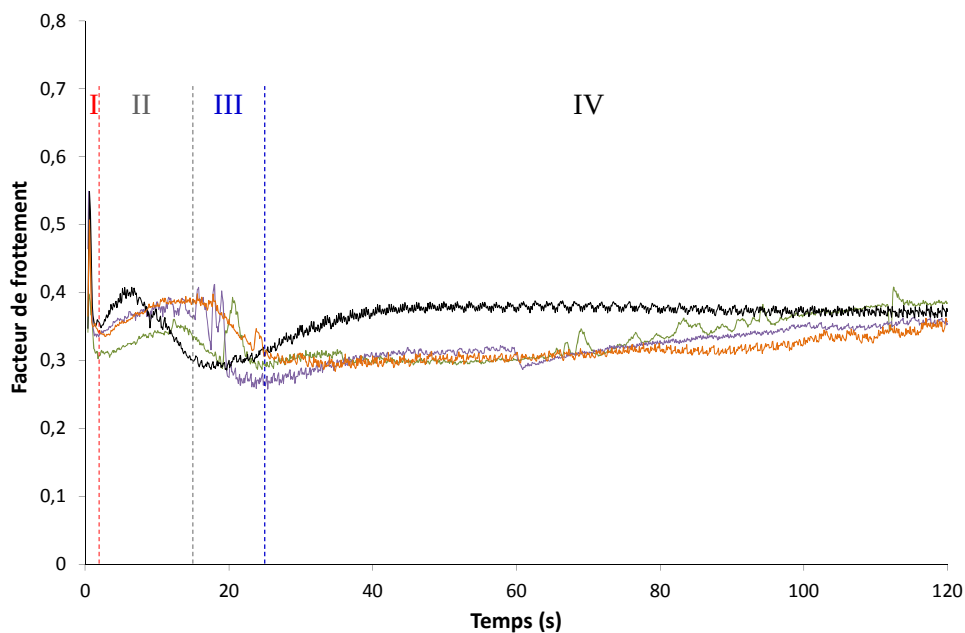
Puis, entre 2 et 15 s, il semble que le facteur de frottement augmente progressivement jusqu'à une valeur d'environ $(0,44 \pm 0,03)$.

La partie III correspond, quant à elle, à la diminution du facteur de frottement vers une valeur de $(0,24 \pm 0,02)$, qui se produit entre 15 et 25 s.

Ensuite, excepté pour l'essai représenté en noir sur la Figure 48 qui évolue de manière légèrement différente des autres, la valeur du facteur de frottement semble s'être stabilisée à une valeur moyenne de $(0,33 \pm 0,04)$. Quant à la valeur moyenne du facteur de frottement sur la durée totale de ces essais, elle est de $(0,34 \pm 0,04)$ c'est-à-dire quasi-équivalente à la valeur stabilisée. Les évolutions définies précédemment ont en effet lieu durant les 25 premières secondes des essais, cette similarité entre les valeurs des facteurs de frottement paraît donc normale.



(a)



(b)

Figure 48 : Evolution du facteur de frottement en fonction du temps pour une durée d'essai de 120 s : (a) Données avec échantillonnage initial ; (b) Courbes représentées par la moyenne mobile sur cinq périodes des courbes de (a).

Dans le Tableau 13 sont données les durées de chaque partie définie précédemment sur la Figure 48, ainsi que le nombre de tours de disque correspondant à cette durée et la distance de frottement associée. En effet, à partir de la vitesse de rotation du disque (300 tr/min) il est possible de calculer le nombre de tours effectués par le pion. Une fois cette valeur connue, il suffit de la multiplier par la distance effectuée par le pion en un tour de disque soit 25π (25 mm étant le diamètre d'usure sur le disque).

Partie	I	II	III	IV
Temps d'activation (s)	0	2	15	25
Durée de la partie (s)	2	13	10	95
Nombre de tours parcourus pendant la partie	10	66	50	475
Distance parcourue pendant la partie (mm)	746	5411	3927	37306

Tableau 13 : Données concernant la durée de chaque partie de l'évolution du facteur de frottement pendant 120 s, le nombre de tours effectués ainsi que la distance parcourue par le pion.

Après avoir réalisé des essais de 120 s, et compte-tenu de l'évolution du facteur de frottement, nous avons effectué des essais de 60 s, durée pendant laquelle toutes les variations du facteur de frottement semblent s'être produites. Sur la Figure 49, nous pouvons observer que la partie I est équivalente à celle observée pour les essais de 120 s :

- ✓ Il existe un pic du facteur de frottement à 0,3 s de l'ordre de $(0,53 \pm 0,07)$;
- ✓ Le facteur de frottement diminue ensuite très rapidement vers $(0,30 \pm 0,02)$ pour une durée d'essai de $(1,4 \pm 0,71)$ s.

Cependant, en ce qui concerne les parties suivantes, il y a des dissimilitudes. En effet, si nous reprenons les durées de chaque partie définie précédemment, il semble que la courbe représentée en rouge sur la Figure 49 atteigne de nouveau un maximum de 0,57 à 16 s. Or la seconde courbe représentée, quant à elle, semble avoir atteint ce maximum à environ 7,3 s de frottement. Pour ce qui est de la fin de la partie III, c'est ici la courbe représentée en noir sur la Figure 49 qui semble correspondre aux essais de 120 s alors que la seconde courbe, quant à elle, n'atteint pas son minimum avant 48 s de frottement. De plus, en ce qui concerne la courbe noire, il y a une évolution « inattendue » entre 31 et 38 s de frottement. Durant cet essai, des bruits de crissement ainsi que des « tremblements » du bras sur le tribomètre se sont produits, et ont peut-être été causés par une évolution anormale des interfaces, ce qui aurait pu entraîner cette hausse du facteur de frottement à 31 s. Cependant, nous verrons par la suite que les phénomènes observés à la surface de ces pions sont similaires et que l'évolution différente du facteur de frottement ne semble pas avoir été causée par des phénomènes différents.

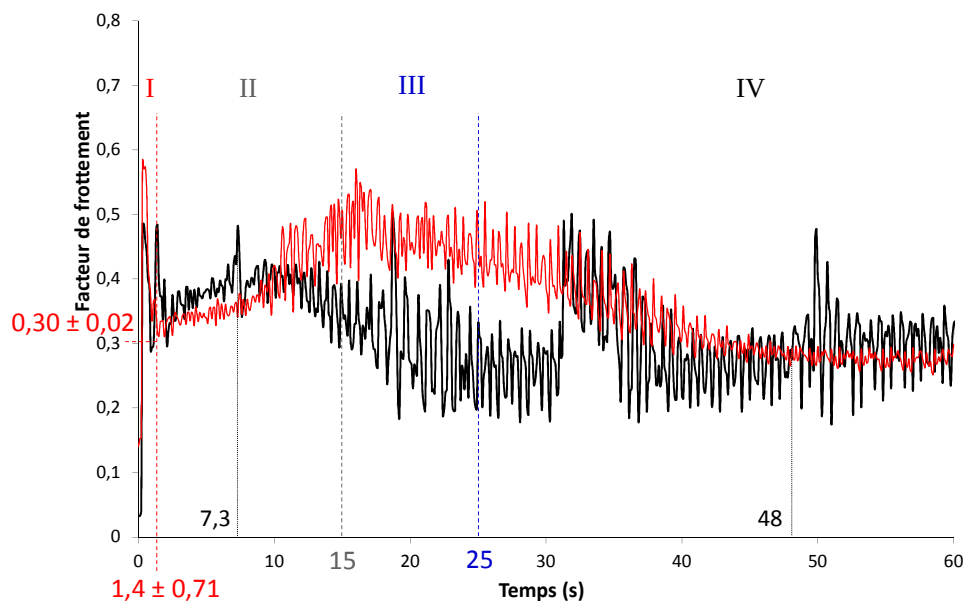


Figure 49 : Evolution du facteur de frottement en fonction du temps pour deux essais d'une durée de 60 s.

A partir des courbes de frottement obtenues après les essais de 60 et 120 s, nous avons décidé de réduire de nouveau le temps de frottement afin de se focaliser sur les tout premiers instants de frottement. En effet, nous verrons par la suite que l'observation des échantillons révélait que de nombreux phénomènes avaient déjà eu le temps de se produire. Ceci est d'ailleurs en accord avec les courbes de frottement puisque nous avons vu qu'après 25 s d'essai, le facteur de frottement s'est stabilisé ce qui pourrait signifier que les interfaces se sont également stabilisées.

Ainsi, des essais de 20 s ont été effectués afin de voir au mieux ce qu'il se passait réellement dès les premières secondes de frottement. L'évolution du facteur de frottement pour cette durée d'essai est donnée en Figure 50. Sur cette figure, la partie I apparaît plus nettement, il est possible de la subdiviser en deux parties Ia et Ib :

- ✓ Ia correspond à la croissance très rapide du facteur de frottement vers un maximum ($0,68 \pm 0,05$ à environ $0,29$ s) ;
- ✓ Ib correspond à la chute très rapide de ce facteur vers une valeur minimale ($0,32 \pm 0,07$ à environ $2,7$ s).

Sur cette figure, nous pouvons aussi constater que les parties II et III définies précédemment ne sont pas clairement identifiables. Il semble que la courbe représentée en noir augmente jusqu'à une valeur de $0,56$ atteinte après environ $7,9$ s puis se stabilise, alors que la seconde courbe (en rouge sur la figure) apparaît en légère mais constante augmentation. De plus, à partir de la partie II jusqu'à la fin de l'essai, il y a une différence moyenne de $0,12$ au niveau du facteur de frottement entre les deux courbes, qui pourrait être expliquée par le fait que les essais ont été réalisés à 7 mois d'intervalle. Les réglages du tribomètre ont pu, de ce fait, évoluer. Cependant, l'intérêt de ces courbes est surtout lié à l'évolution du facteur de frottement qui elle, est reproductible.

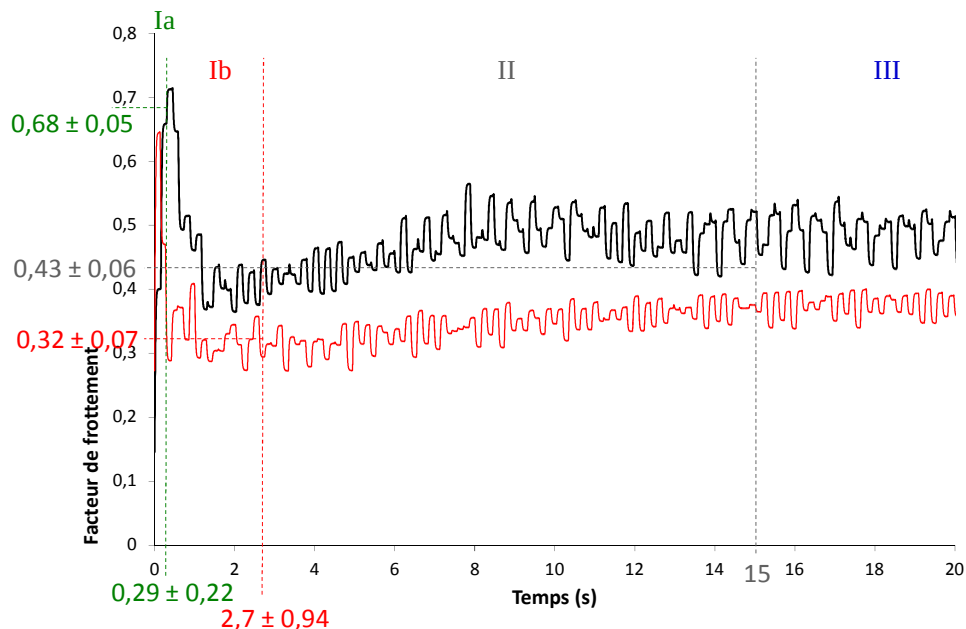


Figure 50 : Evolution du facteur de frottement en fonction du temps pour une durée d'essai de 20 s.

Enfin, des essais très courts ont été réalisés pendant 5 et 10 s afin d'observer plus précisément l'évolution du facteur de frottement durant les toutes premières secondes des essais. Les résultats tribologiques de ces essais sont donnés en Figure 51. De même que pour les essais à 120 s, nous

pouvons observer que l'évolution du facteur de frottement en fonction du temps est reproductible. La fréquence de mesure pour ces essais était très élevée (1000 points/seconde), il a donc été possible de définir avec plus de précision les extremums du facteur de frottement et le temps d'essai associé lors de la partie I. Ainsi, le facteur de frottement a une valeur maximale moyenne de $(0,62 \pm 0,02)$ qui se produit à une durée d'essai moyenne de $(0,28 \pm 0,14)$ s c'est-à-dire qu'il faut environ 1,4 tour de disque pour atteindre cette valeur, soit une distance de frottement d'environ 110 mm. En ce qui concerne la valeur minimale du facteur de frottement, elle est de $(0,28 \pm 0,03)$ et a lieu à $(2,76 \pm 0,82)$ s après le début de l'essai. Cette durée correspond à environ 13,8 tours de disque c'est-à-dire à une distance parcourue par le pion d'environ 1084 mm soit 1,1 m.

Pour ce qui est de la partie II, il semblerait d'après la Figure 51 que le facteur de frottement soit en légère augmentation, ce qui correspond bien à l'évolution observée durant les essais de 120 s.

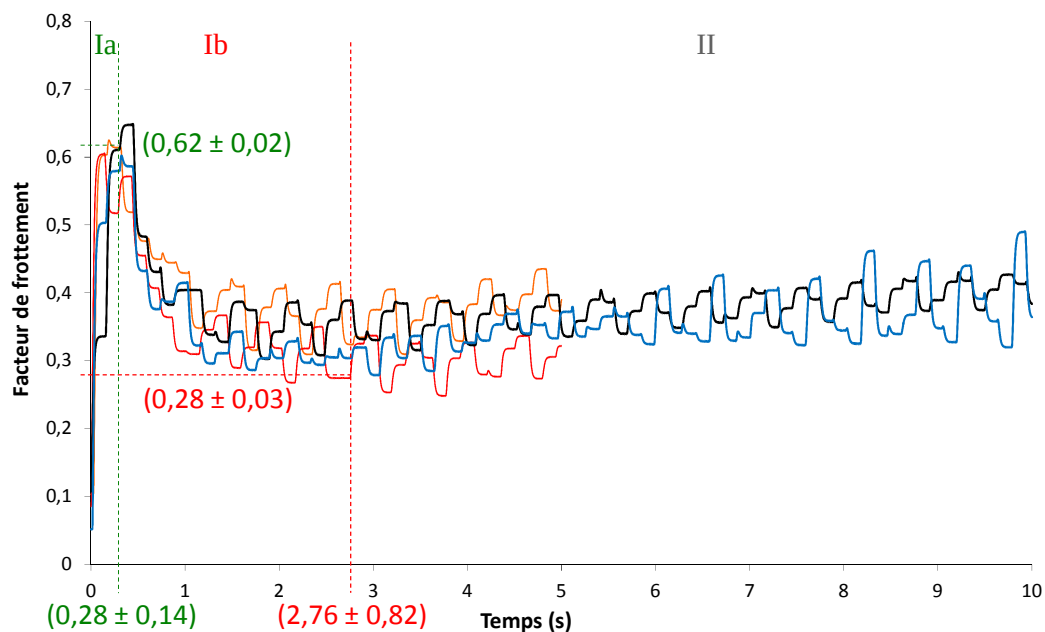


Figure 51 : Evolution du facteur de frottement en fonction du temps pour des durées d'essai de 5 et 10 s.

En conclusion, nous avons vu que l'évolution du facteur de frottement peut se définir en 4 principales parties, avec la première partie pouvant se subdiviser en deux parties, ayant chacune des durées bien définies. Le facteur de frottement se stabilise rapidement après environ 25 s de frottement soit une distance parcourue par le pion de près de 10 m. La valeur maximale du facteur de frottement, quant à elle, est atteinte dès les tout premiers instants de l'essai. La durée nécessaire pour atteindre ce maximum d'une valeur moyenne de $(0,60 \pm 0,07)$ est en moyenne de $(0,29 \pm 0,11)$ s soit une distance de frottement d'environ 114 mm.

A partir des courbes correspondant à l'évolution du facteur de frottement en fonction du temps que nous avons présentées précédemment, nous avons également calculé l'énergie dissipée en fonction du temps et la puissance dissipée dans le contact. Ces calculs et les résultats correspondants sont présentés dans le paragraphe suivant. L'intérêt de l'étude de cette énergie et de cette puissance dissipées était d'exploiter les courbes de frottement d'une autre façon. De plus, nous avons cherché à savoir la dissipation d'énergie et/ou de puissance pouvait permettre de caractériser l'évolution des interfaces et l'activation des phénomènes dans le contact.

1.2 Etude de l'énergie dissipée

Pour calculer l'énergie et la puissance dissipées dans le contact, nous avons tout d'abord procédé au calcul de l'aire sous la courbe du facteur de frottement en fonction de la durée de frottement pour chacun des essais. Afin d'interpréter au mieux les résultats obtenus, nous avons mesuré par analyse d'images sur les surfaces d'échantillons, l'aire de contact, ainsi que l'aire oxydée. Dans un premier temps sont tout d'abord présentés les résultats obtenus à partir des courbes, lesquels seront ensuite utilisés en complément des données recueillies par analyse d'images.

1.2.1 Le calcul de l'énergie et de la puissance dissipées : analyse macroscopique

L'énergie dissipée par frottement (exprimée en joules) dans un contact peut être calculée à partir du facteur de frottement à l'aide de l'équation suivante :

$$E_d = f \cdot F_N \cdot d \leftrightarrow E_d = f \cdot F_N \cdot v \cdot t \quad (\text{Equation 32})$$

avec f le facteur de frottement, F_N la force normale appliquée (ici 40 N), d la distance de frottement, v la vitesse de glissement (0,4 m/s) et t la durée de l'essai.

Dans notre cas, pour calculer l'énergie dissipée durant toute la durée de l'essai, nous pouvons nous servir de l'aire sous la courbe du facteur de frottement en fonction du temps d'essai puisque :

$$E_d = F_N \cdot v \sum_{i=0}^{i=t} f \cdot dt \quad (\text{Equation 33})$$

Ainsi, pour chaque essai, nous avons estimé l'énergie dissipée pour chaque point mesuré et nous avons fait la somme de ces énergies ponctuelles pour les différentes durées d'essai étudiées, soit 5, 10, 20, 60 et 120 s. Nous avons également calculé ces énergies pour des durées de 30 et 50 s afin d'avoir des valeurs intermédiaires. Toutes les valeurs d'énergie sont données en Annexe A3 ainsi que les valeurs moyennes et les écart-types associés à chacun des temps d'essai. Par ailleurs, la Figure 52 présente l'évolution de l'énergie moyenne dissipée dans le contact en fonction du temps calculée à partir de tous les essais. D'après cette courbe, nous constatons que l'énergie dissipée par frottement augmente linéairement avec la durée d'essai (le coefficient de corrélation R^2 est très proche de 1).

Cela signifie que peu importe les phénomènes se produisant à l'intérieur du contact, l'énergie dissipée est toujours similaire pour un même intervalle de temps.

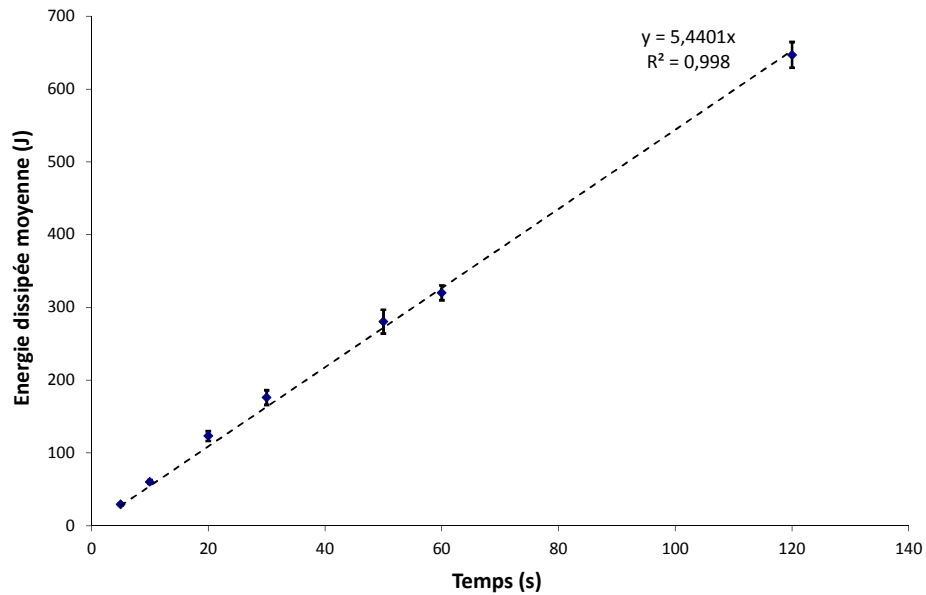


Figure 52 : Evolution de l'énergie moyenne calculée à partir des résultats de tous les essais en fonction du temps de frottement.

Ceci est confirmé par les valeurs de puissance dissipée dans le contact, qui peut être calculée à partir de la relation suivante :

$$P = \frac{E_d}{t} \quad (\text{Equation 34})$$

avec P la puissance moyenne dissipée dans le contact (W), E_d l'énergie dissipée (J) et t le temps de frottement (s).

Ainsi lors de nos essais, cette puissance moyenne n'évolue quasiment pas et elle est en moyenne de $(5,7 \pm 0,3)$ W pendant les 120 premières secondes de frottement (Figure 53).

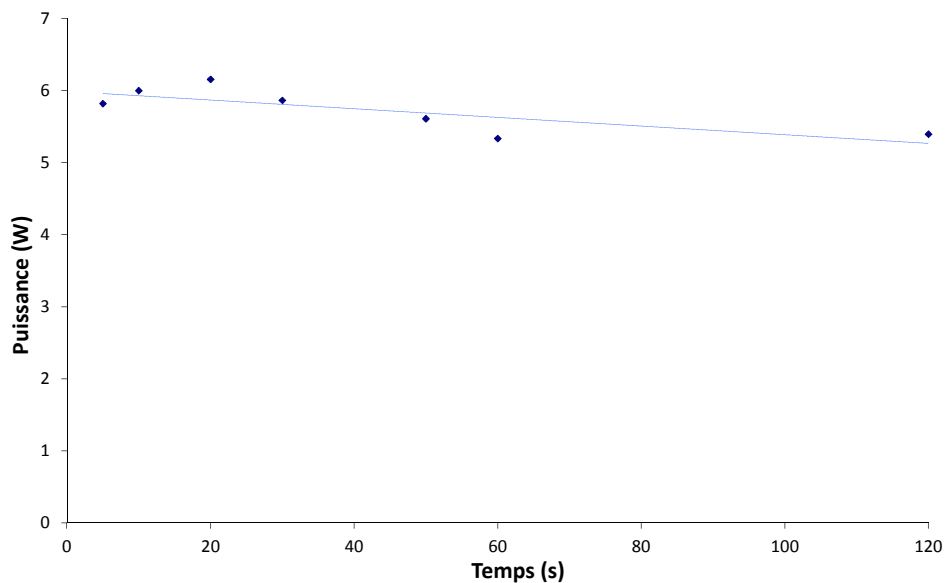


Figure 53 : Evolution de la puissance moyenne calculée à partir des résultats de tous les essais en fonction du temps de frottement.

Afin d'interpréter plus précisément ces différents résultats, les aires de contact ont été identifiées par analyse d'images en surface des échantillons.

I.2.2 La puissance dissipée : analyse microscopique

L'objectif des analyses d'images est d'estimer l'aire totale de contact sollicitée au cours d'un essai, c'est-à-dire la zone ayant effectivement frotté. Il faut noter que pour les essais de 5 à 60 s, une caractéristique topographique a été mise en place en surface des échantillons afin de délimiter plus facilement les zones frottées des zones non frottées. En effet, lors de la préparation des pions, deux polissages tribologiques ont été réalisés (cf. chapitre 2) avant et après indentation, avec les stries de polissage orientées de façon perpendiculaire à la direction de frottement. De cette manière, il est possible de différencier les stries d'abrasion dues au frottement de celles dues au polissage, ce qui s'avère plus compliqué lorsque celles-ci sont orientées dans la même direction. Il faut noter que cette caractéristique topographique n'influe pas les mesures macroscopiques telles que le facteur de frottement.

Dans le Tableau 14 sont présentées les estimations des aires de contact (ou aires apparentes frottées) ainsi que les durées d'essai correspondantes. L'aire totale de contact diminue fortement quand le temps d'essai diminue. La Figure 54 présente les micrographies de pions après 5 et 60s d'essai, sur lesquelles nous pouvons nettement distinguer l'aire totale de contact, ainsi que son évolution avec la durée de frottement.

Durée (s)	120	60	20	10	5
Aire totale de contact (%)	98	100	81	50	49

Tableau 14 : Estimations des surfaces de contact réelles après essai de frottement.

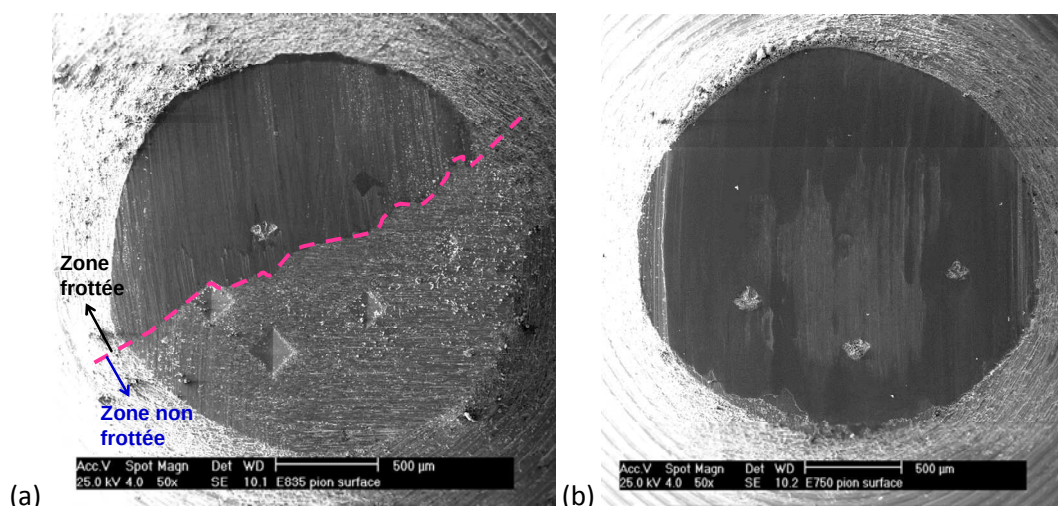


Figure 54 : Observations MEB de pions après : (a) 5 s de frottement ; (b) 120 s de frottement.

A partir de ces données, nous avons calculé le rapport (puissance dissipée/aire apparente frottée), et l'évolution de ce rapport moyen en fonction du temps d'essai, est présentée sur la Figure 55. La courbe de tendance correspondant au mieux à cette évolution est une loi logarithmique, avec laquelle le coefficient de corrélation est de 0,86, la corrélation est donc fiable. D'après cette courbe, nous constatons que le rapport (puissance dissipée/aire apparente frottée) est élevé dans les tout premiers instants de frottement puis il diminue rapidement jusqu'à se stabiliser après environ 60 s.

Nous verrons par la suite que les phénomènes permettant d'accommoder la différence de vitesse entre les premiers corps s'établissent très rapidement. Il semblerait donc que le rapport (puissance dissipée/aire apparente frottée) exprime l'activation des phénomènes au niveau de l'interface, et que le premier phénomène activé soit celui qui dissipe le plus de puissance. Après 60 s de frottement, l'aire apparente frottée n'évolue quasiment plus (cf. Tableau 14), la puissance dissipée est également stable ce qui laisse supposer qu'il n'y a plus d'évolution au niveau des phénomènes régissant l'interface. Cette hypothèse sera vérifiée dans la partie suivante.

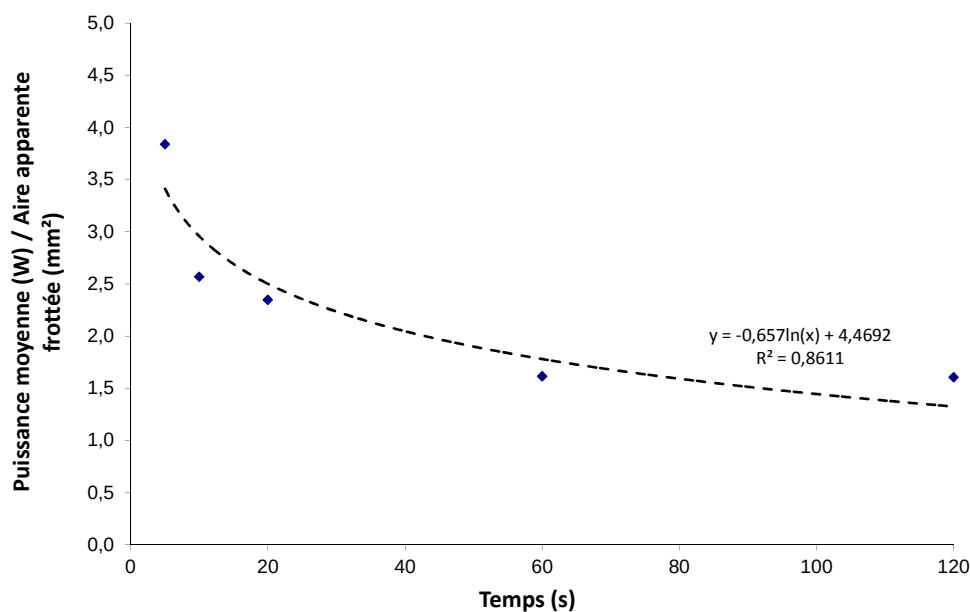


Figure 55 : Evolution du rapport de la puissance dissipée par l'aire apparente frottée en fonction du temps.

II Identification des phénomènes tribologiques à la surface du pion

A partir des courbes de frottement, nous avons pu étudier le comportement tribologique macroscopique du contact. Afin d'expliquer et de comprendre cette évolution en fonction du temps pour les différentes durées d'essai réalisées, des observations microscopiques ont été effectuées sur les échantillons. Celles-ci peuvent nous permettre de mieux comprendre cette évolution et de l'expliquer par rapport aux phénomènes qui se produisent au niveau des interfaces. Cette relation

entre l'évolution du facteur de frottement et l'activation des phénomènes se produisant dans le contact sera présentée dans le chapitre 4.

Après chaque essai, tous les pions et la majorité des disques ont été observés au MEB. De manière générale, et comme nous le verrons par la suite, les particules de troisième corps créées lors de nos essais sont des particules provenant du pion. Il semblerait donc que l'accommodation de la différence de vitesse et de la charge normale ait lieu de manière plus importante au niveau des pions. C'est pourquoi nous allons tout d'abord présenter les phénomènes ayant lieu au niveau de ces premiers corps. Dans un second temps, nous nous concentrerons sur l'autre antagoniste, c'est-à-dire le disque, lequel, nous le verrons, participe également à l'accommodation de la différence de vitesse.

Afin de définir au mieux les phénomènes se produisant dans un contact à haute température, les différents processus conduisant à la formation de troisième corps observés dans ces travaux sont décrits dans un ordre chronologique :

- ✓ La première étape est la formation de particules métalliques ;
- ✓ Ces particules sont ensuite oxydées lors de leur circulation dans le contact ;
- ✓ Une couche glacée se forme en surface des pions ;
- ✓ Cette couche glacée peut se rompre et des particules d'oxyde entrent alors à leur tour dans la circulation du troisième corps dans le contact.

Pour décrire ces étapes, de nombreuses observations micrographiques sont présentées, aussi bien en surface qu'en coupe. Afin de faciliter l'étude des observations microscopiques, il est nécessaire de préciser que sur toutes les observations en surface des pions, la direction de frottement va du haut vers le bas, alors qu'au niveau de toutes les coupes des pions, le frottement a eu lieu de la gauche vers la droite. En ce qui concerne l'observation des disques qui sera décrite dans la partie suivante, les seules observations données sont celles en surface. Quatre zones ayant été définies pour réaliser les micrographies, la direction de frottement varie d'une observation à l'autre, c'est pourquoi elle sera précisée sur chaque figure.

En ce qui concerne les observations en surface des pions, lorsque les dimensions initiales de l'indentation peuvent apporter une information supplémentaire, elles sont représentées en pointillés. Les dimensions ainsi que la position de chaque indentation sont connues grâce aux mesures topographiques réalisées avant essai. Cependant, cette représentation est estimée car plusieurs facteurs ont pu influencer les mesures :

- ✓ Dans certains cas, le pion n'a pas été utilisé uniformément à cause d'instabilités de contact, il est donc difficile d'estimer la hauteur perdue localement ;
- ✓ Lors des mesures topographiques, nous avons positionné les pions de manière la plus similaire possible afin que l'on puisse directement comparer les mesures avant et après essai par superposition. Mais comme les pions étaient positionnés à la main, ils ont pu être placés avec quelques degrés de rotation d'écart, d'où certains décalages.

Enfin, lors de la présentation de coupes d'indentation, des plans de coupe ont été également identifiés à partir des mesures topographiques et pour les raisons citées ci-dessus, il s'agit aussi d'estimations. Une des hypothèses utilisées pour estimer les dimensions initiales des indentations

ainsi que les plans de coupe, est que la forme générale des indentations n'a pas évolué pendant le frottement notamment en profondeur.

Suite à ce préambule, nous allons décrire dans un premier temps l'étape de formation des particules métalliques du pion.

II.1 Formation de particules métalliques

La première étape qui se produit dès les premières secondes lors des essais est la formation de particules métalliques provenant du pion. Pour former ces particules, certaines conditions sont requises :

- ✓ Sous l'effet de la compression et du cisaillement en surface du pion, il y a déformation et écoulement plastique de l'extrême surface du pion ;
- ✓ Quand cette zone écoulée ou cisailée atteint une déformation critique, il y a rupture d'une partie de celle-ci et donc création d'une particule métallique.

Une particule métallique peut aussi se former lorsque la zone cisailée rencontre une surface libre c'est-à-dire une indentation ou en sortie du pion, puisque l'extrême surface du pion déformée peut alors se rompre du fait qu'elle ne soit plus soutenue par un substrat.

Ce sont ces deux phénomènes, c'est-à-dire la déformation plastique et la rupture de la couche fortement déformée en extrême surface du pion, qui sont décrits par la suite à l'aide d'observations.

II.1.1 La déformation plastique du pion

La déformation plastique du pion métallique en X38CrMoV5 a été mise en évidence sur différents échantillons que ce soit en surface ou en coupe. Par la suite, nous parlerons de déformation plastique mais il faut noter qu'en tribologie, les grandes déformées présentées peuvent aussi être qualifiées d'écoulement plastique. Les micrographies de la Figure 56 et de la Figure 57 montrent des indentations en surface de pions après 5 et 10 s de frottement à différents grossissements. A l'intérieur de ces indentations, nous pouvons voir des languettes de métal (pour rappel, les zones claires sont métalliques alors que les zones foncées sont oxydées, contraste dû à l'utilisation du mode BSE du MEB). Par le terme « languette », nous définissons des zones volumiques ou surfaciques déformées (c'est-à-dire de quelques micromètres d'épaisseur minimum).

A partir de l'observation réalisée après 5 s de frottement (Figure 56b) nous pensions que ces languettes reflétaient la déformation des parois de l'indentation mais l'observation effectuée après 10 s de frottement (Figure 57c) a permis de montrer qu'il s'agit en réalité d'une seule et même structure non adhérente à la paroi de l'indentation.

Grâce à la présence des indentations, cette déformation plastique de l'extrême surface du pion métallique est mise en évidence. D'après ces observations et en supposant une dimension de l'indentation réelle comme celle indiquée sur les micrographies nous pouvons voir que les languettes peuvent atteindre une longueur comprise entre 60 et 90 μm après 5 s de frottement et environ 85

μm après 10 s. La longueur de la languette identifiée 1 sur la Figure 57b ne peut être déterminée précisément puisque celle-ci est en réalité courbe et l'image projetée de sa longueur n'est donc pas réaliste. A partir de la longueur de ces languettes et de la durée d'essai correspondante, nous pouvons estimer une vitesse de déformation moyenne $\dot{\varepsilon}_m$ de la languette métallique à partir de l'équation suivante :

$$\dot{\varepsilon}_m = \frac{(l_1 - l_0)}{l_0} \times \frac{100}{t} \quad (\text{Equation 35})$$

avec l_1 la longueur de la languette après essai tribologique, l_0 la longueur initiale d'une latte (en moyenne égale à $8 \mu\text{m}$) et t la durée de l'essai de frottement.

Ainsi, dans les cinq premières secondes la vitesse de déformation moyenne est d'environ $170 \text{ \%}.s^{-1}$ alors que celle estimée après 10 s de frottement est d'environ $100 \text{ \%}.s^{-1}$ ce qui signifierait que la vitesse de déformation du substrat métallique diminue avec la durée de frottement.

Afin d'estimer l'épaisseur de la languette présentée sur la Figure 57b au niveau de son extrémité, une observation avec un tilt de 40° a été effectuée (Figure 58b) et nous pouvons déterminer cette épaisseur à environ $0,5 \mu\text{m}$.

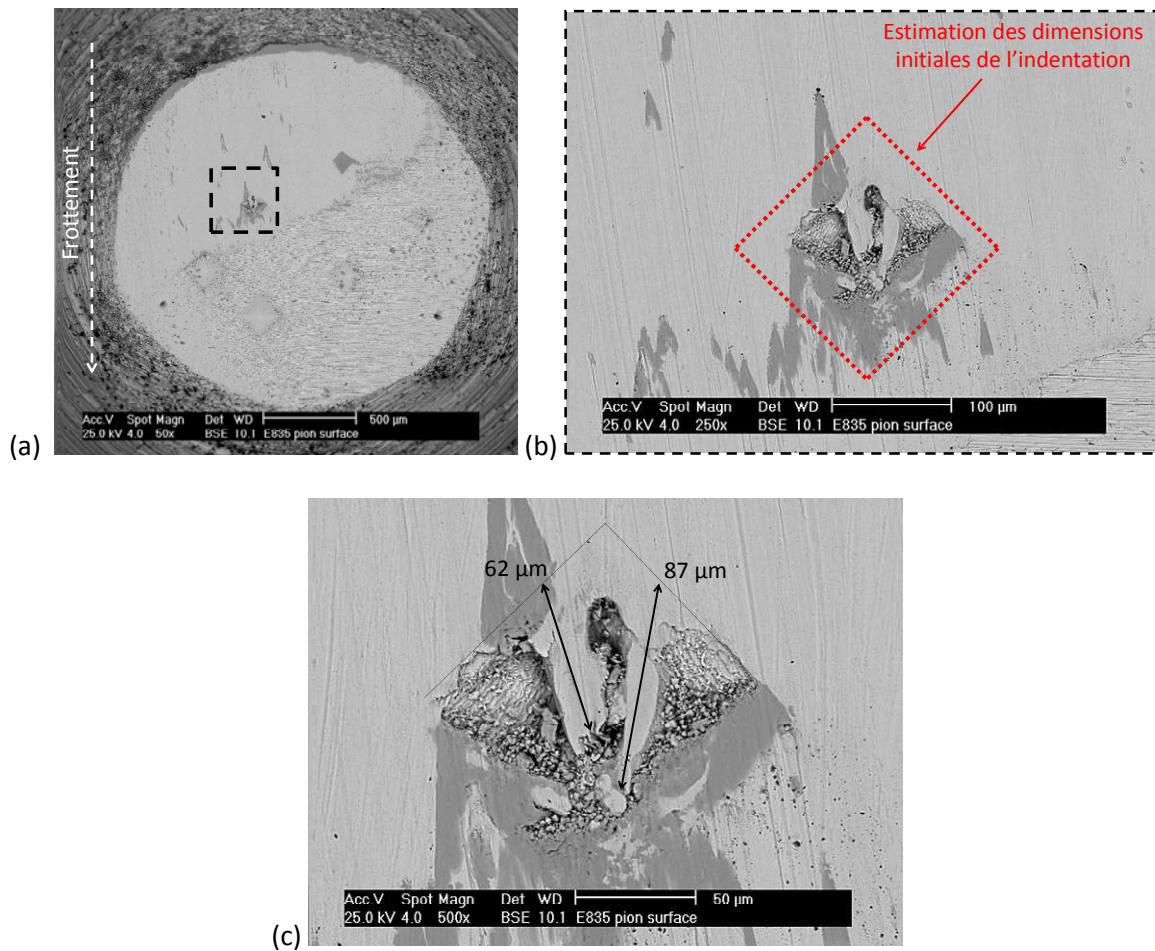


Figure 56 : Observations MEB à différents grossissements, après un essai de 5 s d'une indentation à l'intérieur de laquelle le métal du pion s'est fortement déformé plastiquement.

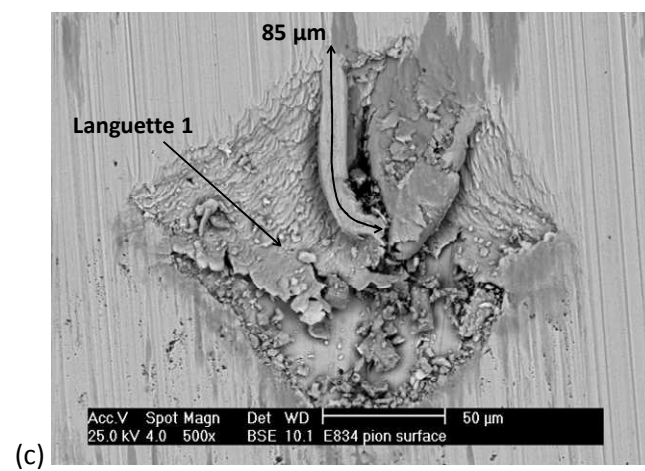
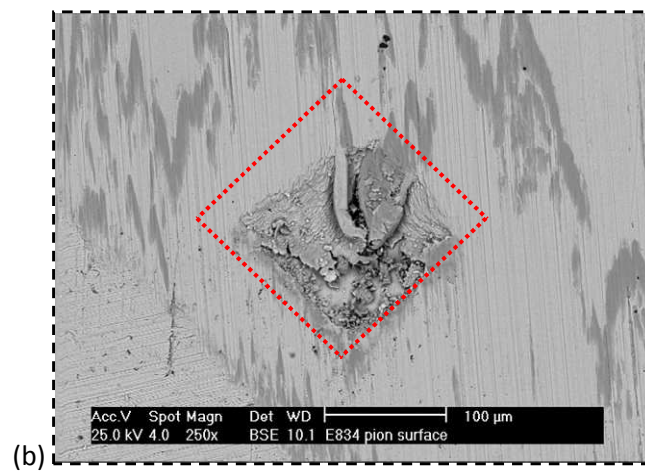
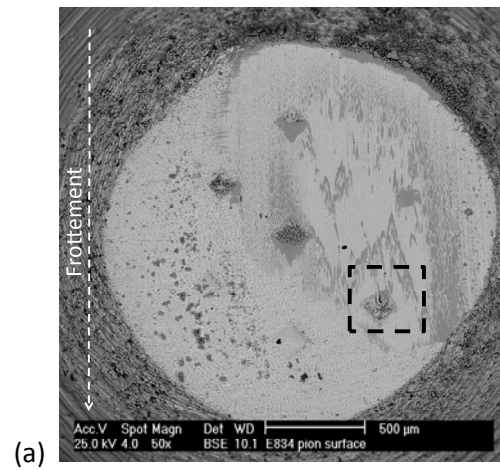


Figure 57 : Observations MEB à différents grossissements de la déformation plastique du métal du pion après 10 s de frottement à l'intérieur d'une indentation.

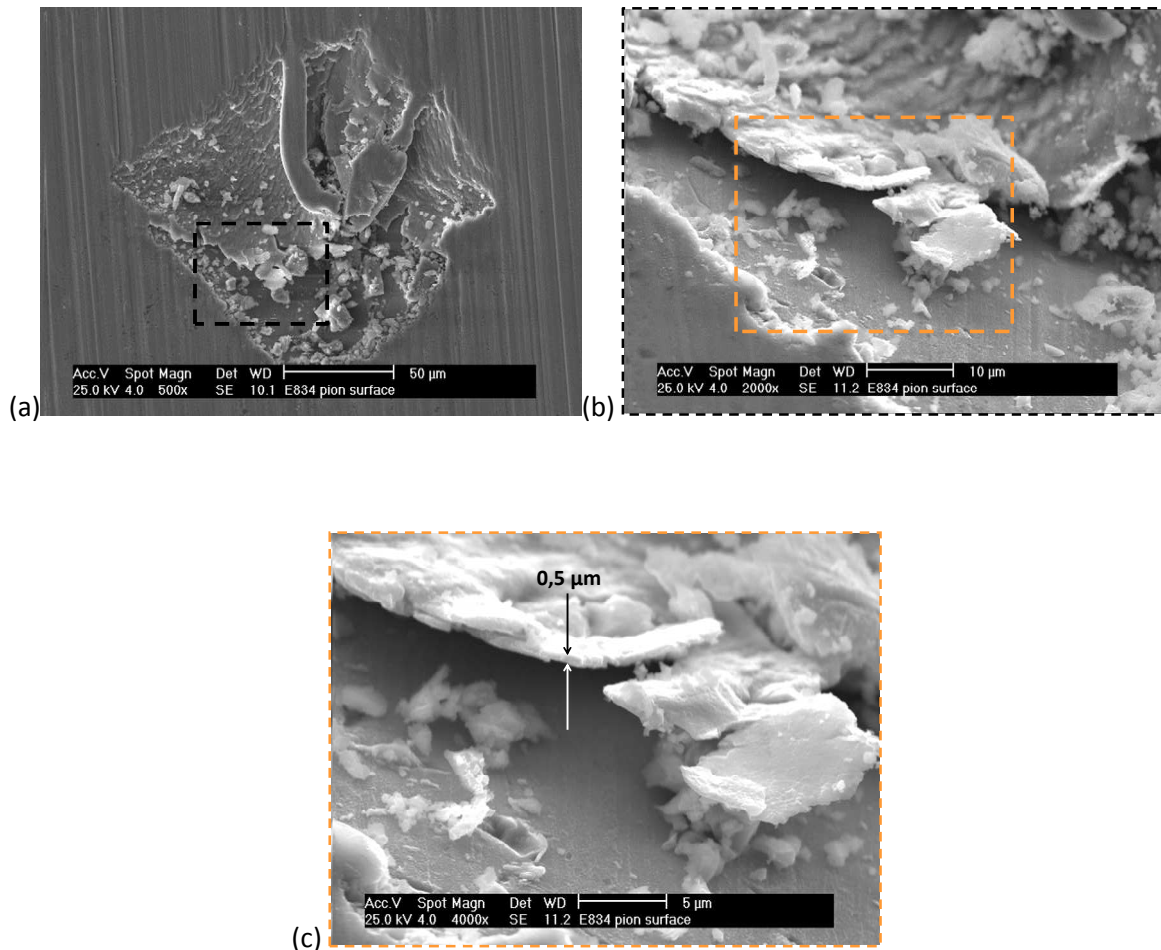


Figure 58 : Observations MEB à différents grossissements de la languette de métal déformée dans une indentation après 10 s de frottement avec un tilt de 40°.

De plus, nous pouvons remarquer sur ces micrographies de surface la présence de marches sur ces languettes dont une observation plus précise est présentée sur la Figure 59b (avec un tilt de 20°). A partir de cette micrographie et d'un profil réalisé à partir des mesures topographiques (Figure 59d) il est possible d'estimer la dimension de ces marches. En effet, il y a 8 marches visibles sur la micrographie, le profil a été réalisé dans une direction perpendiculaire aux marches (comme indiqué sur la Figure 59c), la hauteur mesurée est de 6 μm et la longueur de la zone est d'environ 21 μm. Si l'on considère que les marches sont régulières, alors la hauteur de chaque marche est d'environ 0,8 μm et la largeur proche de 2,6 μm (Figure 59e).

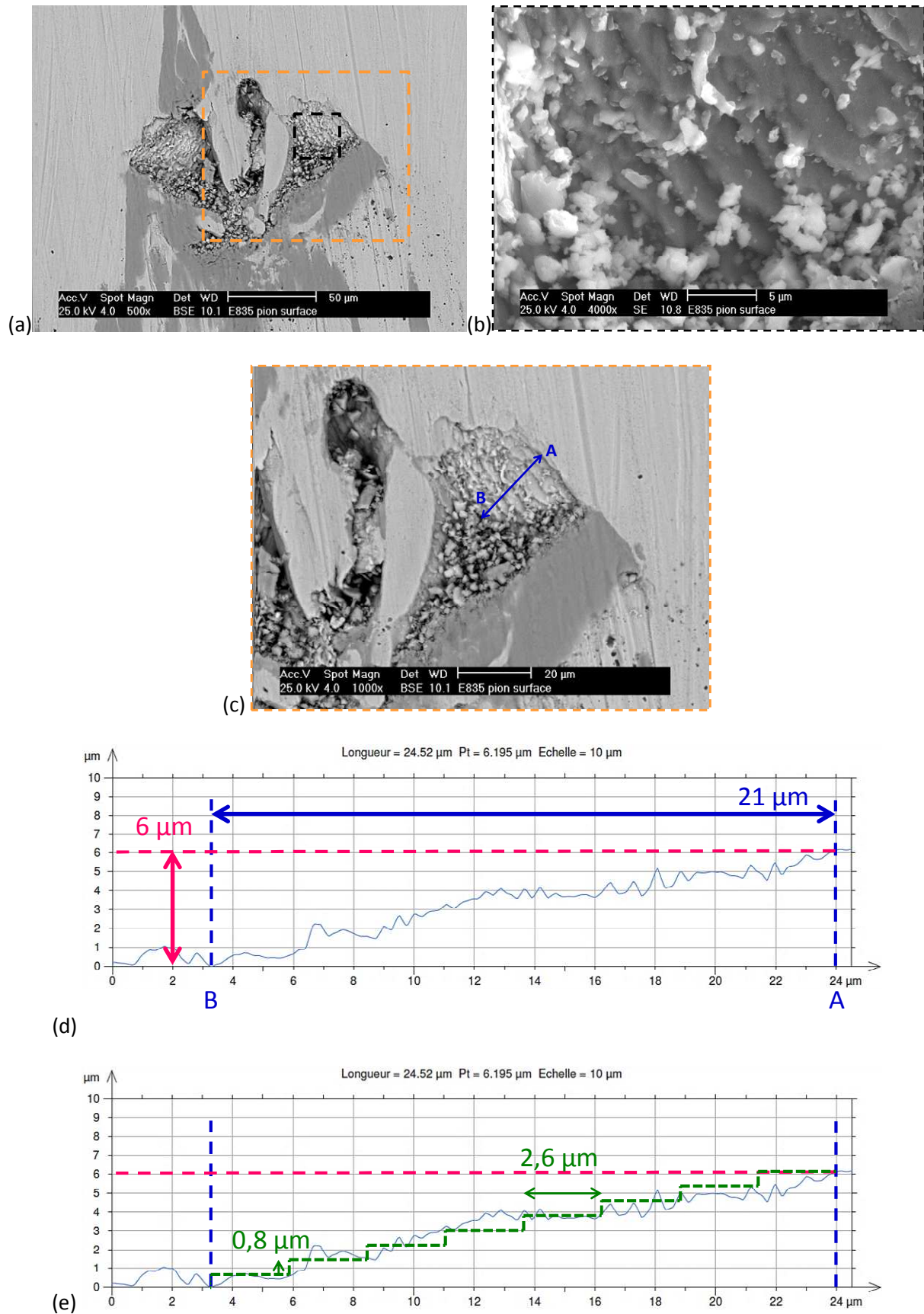


Figure 59 : (a) et (b) Observations MEB des marches présentes à la surface des languettes déformées dans les indentations, après un essai de 5 s avec un tilt de 20° pour la micrographie (b) ; (c) Localisation du profil de ces marches donné en (d) ; (e) Estimation des dimensions moyennes des marches.

Après l'observation en surface de cette déformation plastique, des observations en coupe ont été réalisées. Comme expliqué dans le chapitre 2, un dépôt de nickel a été effectué sur les pions, qui ont ensuite été enrobés à chaud puis, par polissages successifs, différents plans de coupe ont été observés. Afin de voir la microstructure sous forme de lattes martensitiques du pion, une attaque nital a été réalisée sur certains plans de coupe, cette attaque permettant de révéler la microstructure de l'acier.

Dans un premier temps, nous avons observé les indentations dans le but d'expliquer et de compléter les données concernant les languettes et les marches définies précédemment. Pour ce qui est des languettes, plusieurs observations après différents temps d'essai et pour différentes positions de plans de coupe sont données en Figure 60, Figure 61 et Figure 62. Il faut noter que pour les observations en surface, les languettes n'étaient pas visibles dans toutes les indentations mais après observation en coupe, il semble que ce soit en réalité un phénomène récurrent. Les languettes peuvent en effet être recouvertes par des particules ce qui explique qu'elles soient parfois masquées lors des observations en surface. La micrographie de la Figure 60 présente une indentation après 120 s de frottement dont la diagonale est d'environ 76 μm . Ici, la localisation de l'indentation et du plan de coupe ont été faites à partir de mesures topographiques initiales puisque l'indentation n'était plus visible en surface du pion après essai. La longueur de la languette déformée atteint environ 53 μm ce qui représente donc environ 70% de la diagonale de l'indentation. Nous pouvons également voir sur cette figure que la languette s'est déformée le long des parois de l'indentation. En ce qui concerne son épaisseur, elle varie entre 1 et 7 μm , 1 μm représentant l'épaisseur à son extrémité la plus déformée (la plus à droite sur la micrographie, le frottement se faisant de la gauche vers la droite) et 7 μm équivaut à l'épaisseur dans la première partie de l'indentation (à gauche sur la micrographie). De plus, l'épaisseur de la languette au niveau de l'entrée de l'indentation est de 2,4 μm .

La Figure 61 quant à elle présente une indentation après 60 s de frottement. Les micrographies montrent la position de l'indentation en surface après frottement, celle-ci est complètement remplie et ses contours ne sont pas clairement définissables, c'est pourquoi la localisation du plan de coupe a été faite à partir des mesures topographiques initiales présentées en Figure 61c et Figure 61d. La déformation du métal est qualitativement similaire à celle présentée en Figure 60 puisque la languette s'est déformée tout le long de l'indentation, proche des parois. Ici, la diagonale de l'indentation équivaut à 104 μm et la languette est longue d'environ 90 μm soit près de 87% de la diagonale de l'indentation. Son épaisseur maximale est de 8 μm et à son extrémité elle est d'environ 1 μm , ces valeurs sont proches de celles relevées après 120 s de frottement. Pour ce qui est de son épaisseur au niveau de l'entrée de l'indentation, elle est de 4,5 μm .

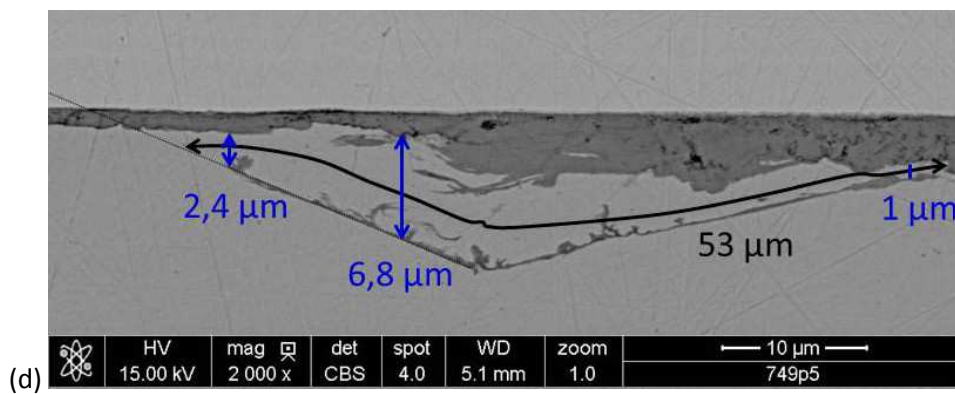
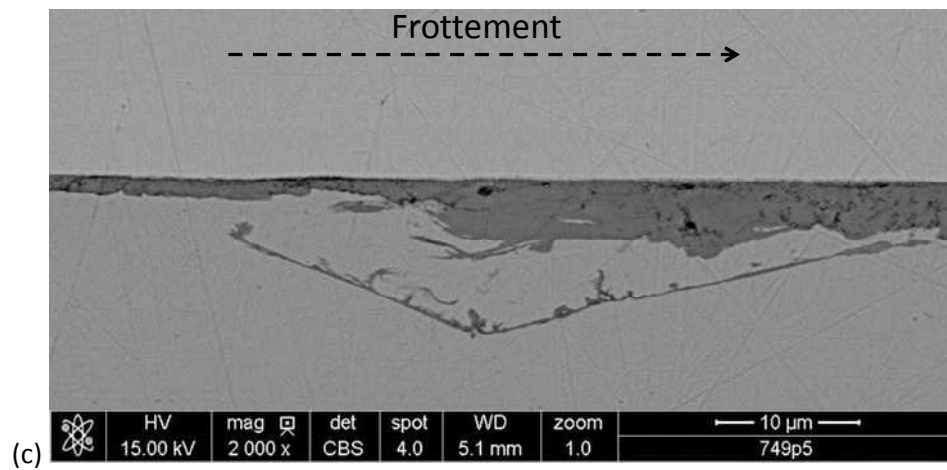
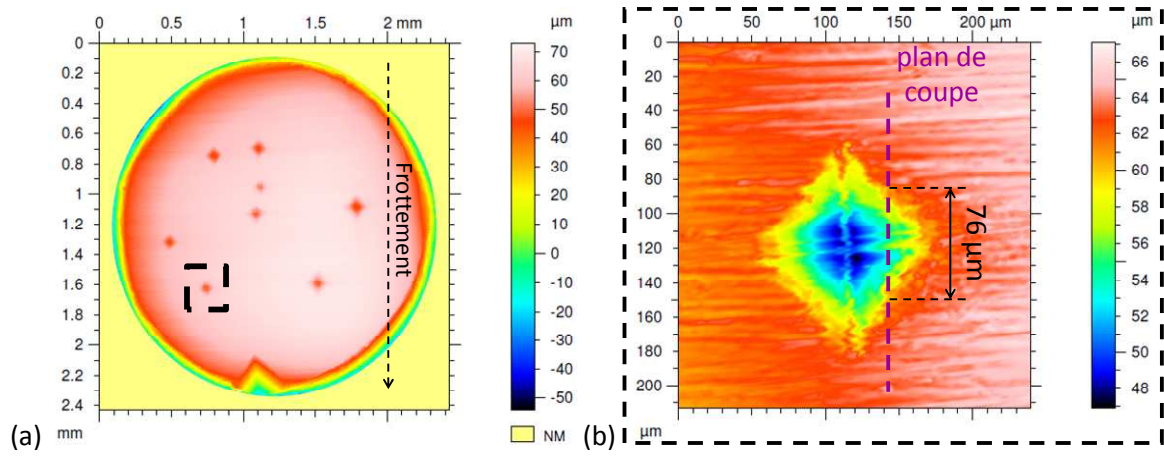


Figure 60 : (a) et (b) Mesures profilométriques de la surface du pion après 120 s de frottement ; (c) et (d) Observations MEB en coupe de la déformation d'une languette métallique dans une indentation au plan de coupe indiqué en (b).

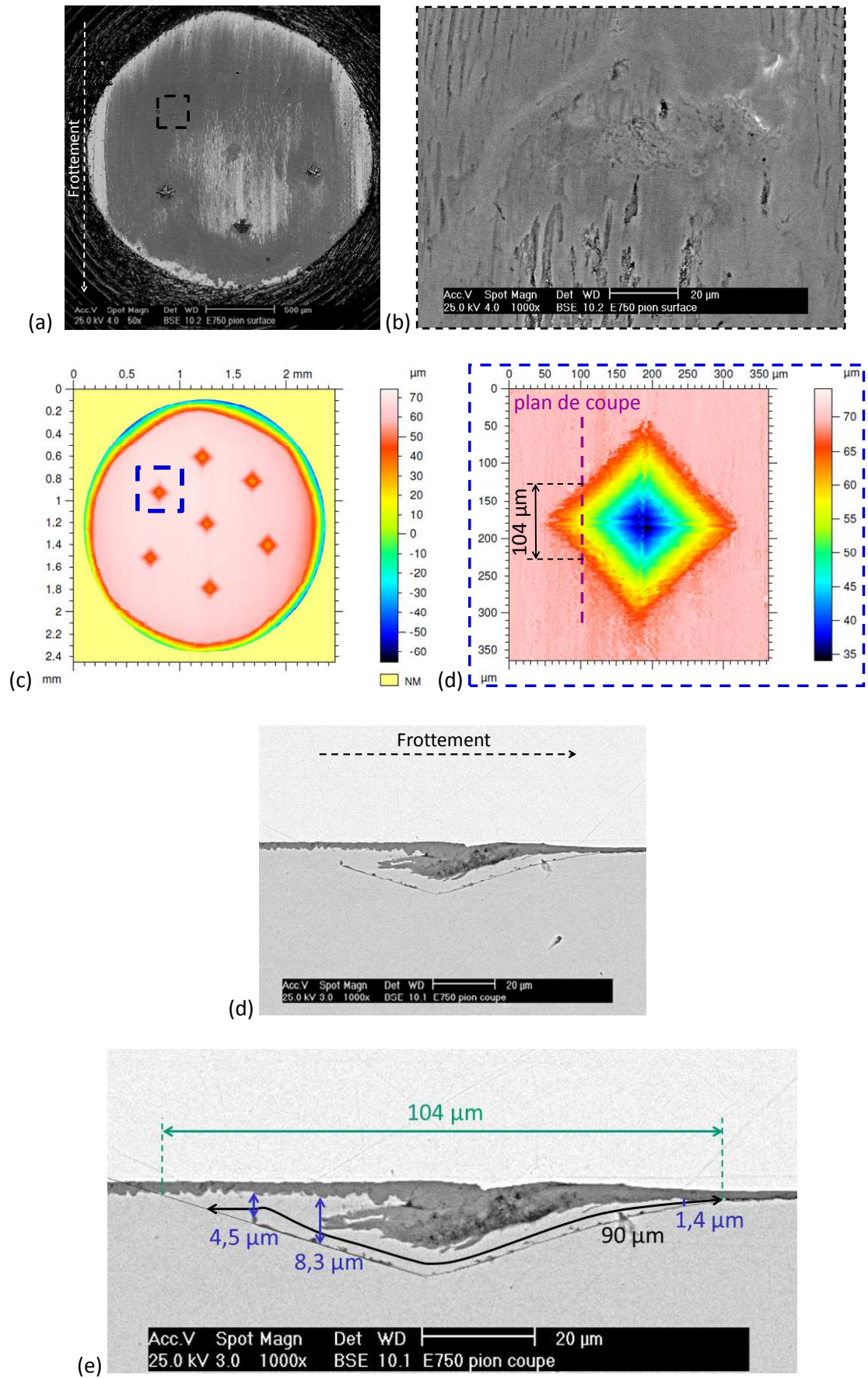


Figure 61 : (a) et (b) Observations MEB en surface d'une indentation complètement remplie après un essai de 60 s ; (c) et (d) Mesures topographiques permettant de localiser le plan de coupe de l'indentation auquel ont été faites les micrographies présentées en (d) et (e).

Enfin, sur la Figure 62 est présentée une indentation dans laquelle une languette métallique s'est aussi déformée, après 10 s de frottement, soit une durée d'essai plus faible que pour les deux essais précédents. Les micrographies (c), (d) et (e) présentent l'échantillon attaqué au nital, attaque nécessaire pour observer la microstructure de l'acier. Ici, la languette s'est rompue en plusieurs parties, ce qui est intéressant de noter relève donc plutôt de la forte déformation apparente à l'intérieur même de la languette. Les observations (d) et (e) ont en effet été effectuées à très fort grossissement et nous pouvons voir que les lattes sont très fortement déformées dans la direction de frottement et elles sont aussi beaucoup plus fines que les lattes présentes en-dehors de l'indentation par exemple. Cela signifie qu'après seulement 10 s de frottement, il y a nanostructuration des lattes de martensite situées en extrême surface du pion. De plus, nous pouvons remarquer que l'épaisseur de la languette en entrée d'indentation est de $1,3\ \mu\text{m}$.

En ce qui concerne les marches présentes en surface des languettes (cf. Figure 59), les Figure 63 et Figure 64 apportent quelques précisions. L'observation présentée en Figure 63d montre l'entrée d'une indentation (par rapport à la direction de frottement) et la languette métallique qui s'y est déformée après 20 s de frottement. Sur cette micrographie, nous pouvons voir trois marches dont les dimensions sont les suivantes : la hauteur de ces marches est comprise entre $1,3$ et $1,6\ \mu\text{m}$ et leur longueur varie entre 4 et $6,7\ \mu\text{m}$. Ces marches semblent être des microlanguettes de métal déformées en extrême surface même de la languette métallique dont l'épaisseur, en extrémité, est en moyenne de $0,3\ \mu\text{m}$, d'où le terme de microlanguettes.

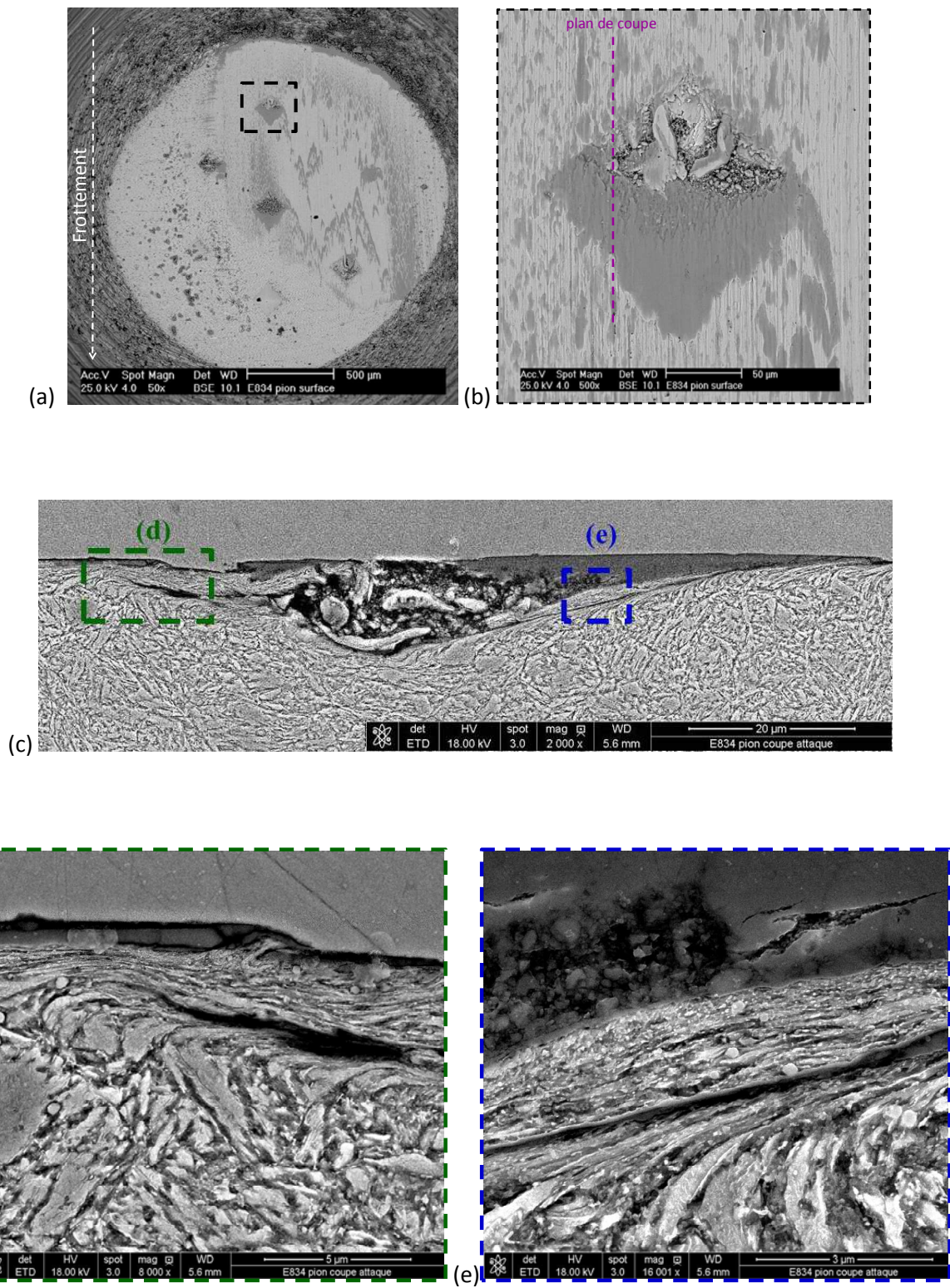


Figure 62 : Observations MEB : (a) et (b) En surface du pion après 10 s de frottement avec localisation de l'indentation et du plan de coupe ; En coupe après attaque nital de la languette fortement déformée plastiquement à l'intérieur d'une indentation : (c) Vue d'ensemble ; (d) et (e) Agrandissements des zones repérées sur la micrographie (c).

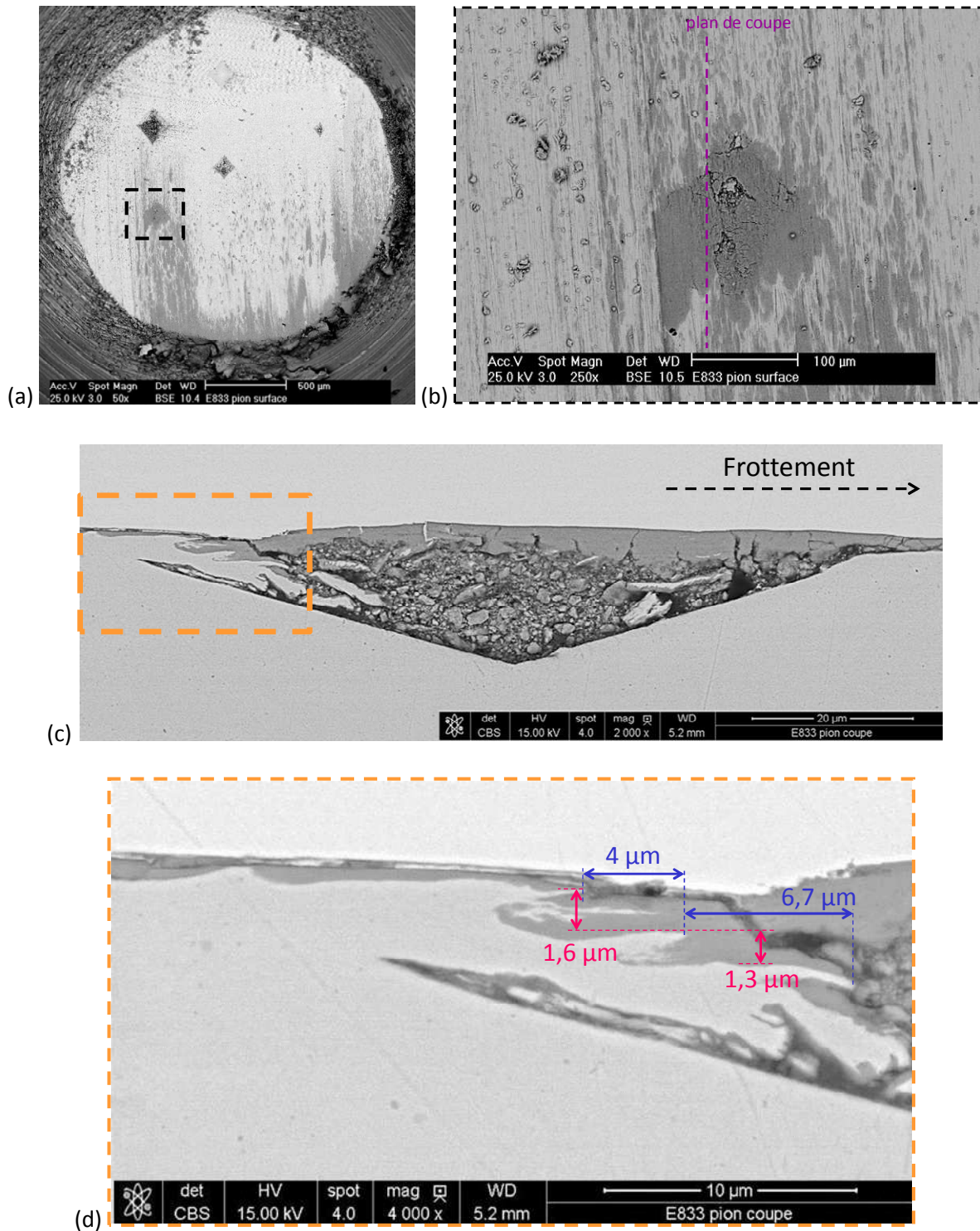


Figure 63 : Observations MEB : (a) et (b) En surface d'un pion après 20 s de frottement ; (c) et (d) En coupe d'une languette déformée dans une indentation avec à sa surface la formation de microlanguettes.

Si l'on regarde en détail ces marches à très fort grossissement comme sur la Figure 64d, après attaque nital, sur un pion après essai tribologique de 10 s, on constate une déformation de l'acier de base avec la présence de la languette et à sa surface, des micro-vagues de déformation que nous appelons microlanguettes. Cela permet de dire que ces marches sont constituées de microlanguettes de surface de lattes de martensite. Il y a donc un écoulement plastique du matériau sans modification de la microstructure, qui initialement, est martensitique. Les dimensions de la marche

observée sont données sur la Figure 64e. Ces dimensions, estimées à partir d'une observation en coupe d'un pion après 10 s de frottement, correspondent bien avec celles mesurées par profilométrie en surface d'un pion ayant frotté pendant 5 s (Figure 59).

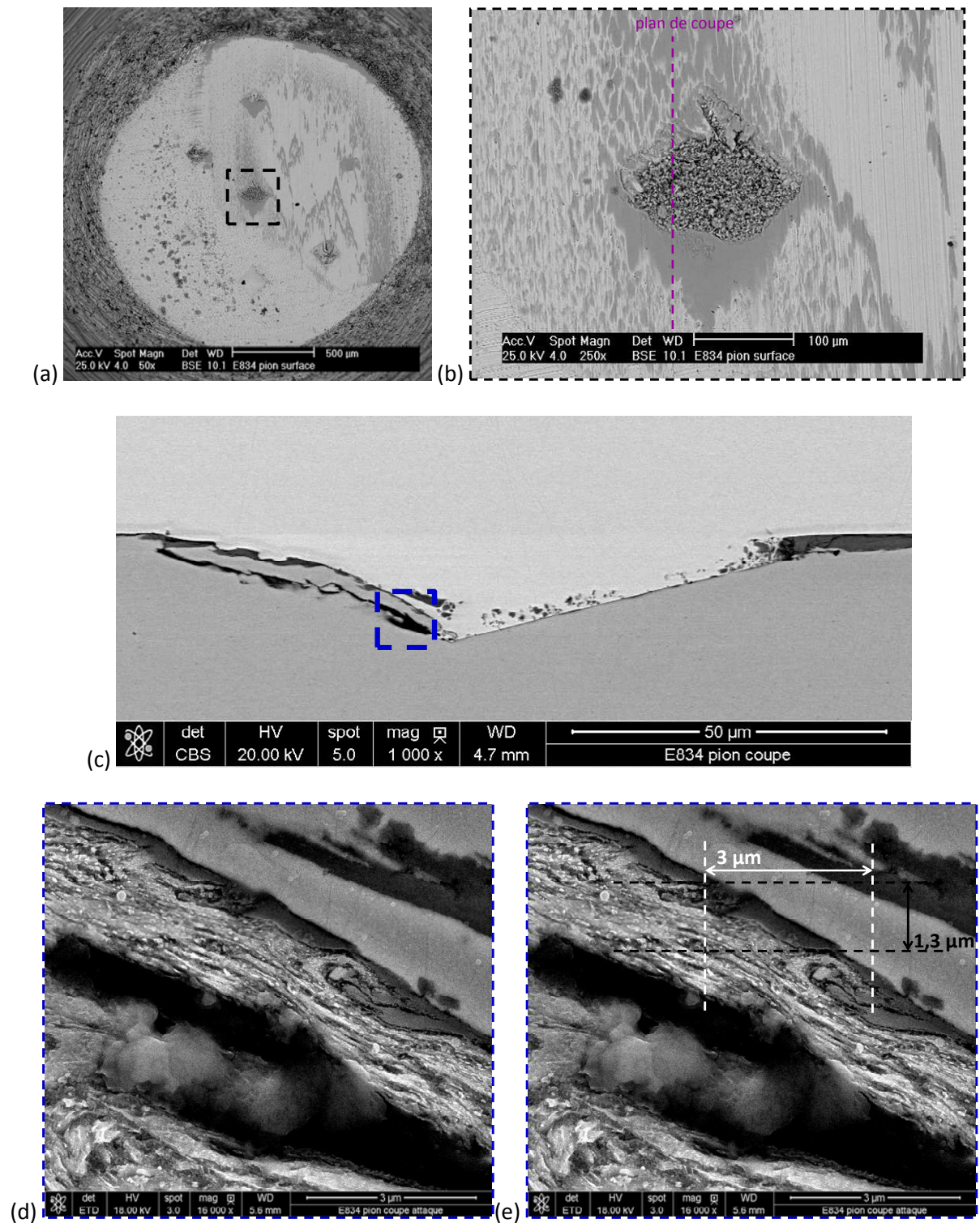


Figure 64 : Observations MEB : (a) et (b) En surface d'un pion après 10 s de frottement ; (c) Vue en coupe de l'indentation au plan de coupe repéré en (b) ; (d) et (e) Observations en coupe après attaque nital d'une marche avec déformation d'une latte martensitique.

Enfin, nous avons étudié la déformation plastique du substrat métallique du pion hors des zones indentées. Pour cela, les échantillons étaient attaqués au nital afin de suivre l'évolution des lattes de martensite qui permettent de donner une information quant à la déformation de la microstructure métallique du pion. Sur la Figure 65 qui présente plusieurs coupes de pion parallèlement au frottement après différentes durées d'essai, on distingue très bien l'orientation et l'allongement des lattes selon la direction de frottement (de gauche à droite). Après seulement 5 s de frottement, l'épaisseur affectée par cette déformation plastique est en moyenne de 3,5 μm . Si l'on estime les épaisseurs affectées par cette déformation plastique sur les pions présentés après 20 et 120 s de frottement, nous voyons que cette épaisseur n'évolue pas avec la durée de frottement puisqu'elle est respectivement de 4 et 3,5 μm , c'est-à-dire qu'elle est stable.

Si nous comparons l'épaisseur déformée plastiquement hors des zones indentées avec l'épaisseur moyenne des languettes en entrée d'indentation observées précédemment, nous remarquons que leurs valeurs sont en général du même ordre de grandeur. Les languettes déformées dans les indentations sont en réalité la représentation de la déformation plastique du substrat métallique dès lors qu'il rencontre une surface libre.

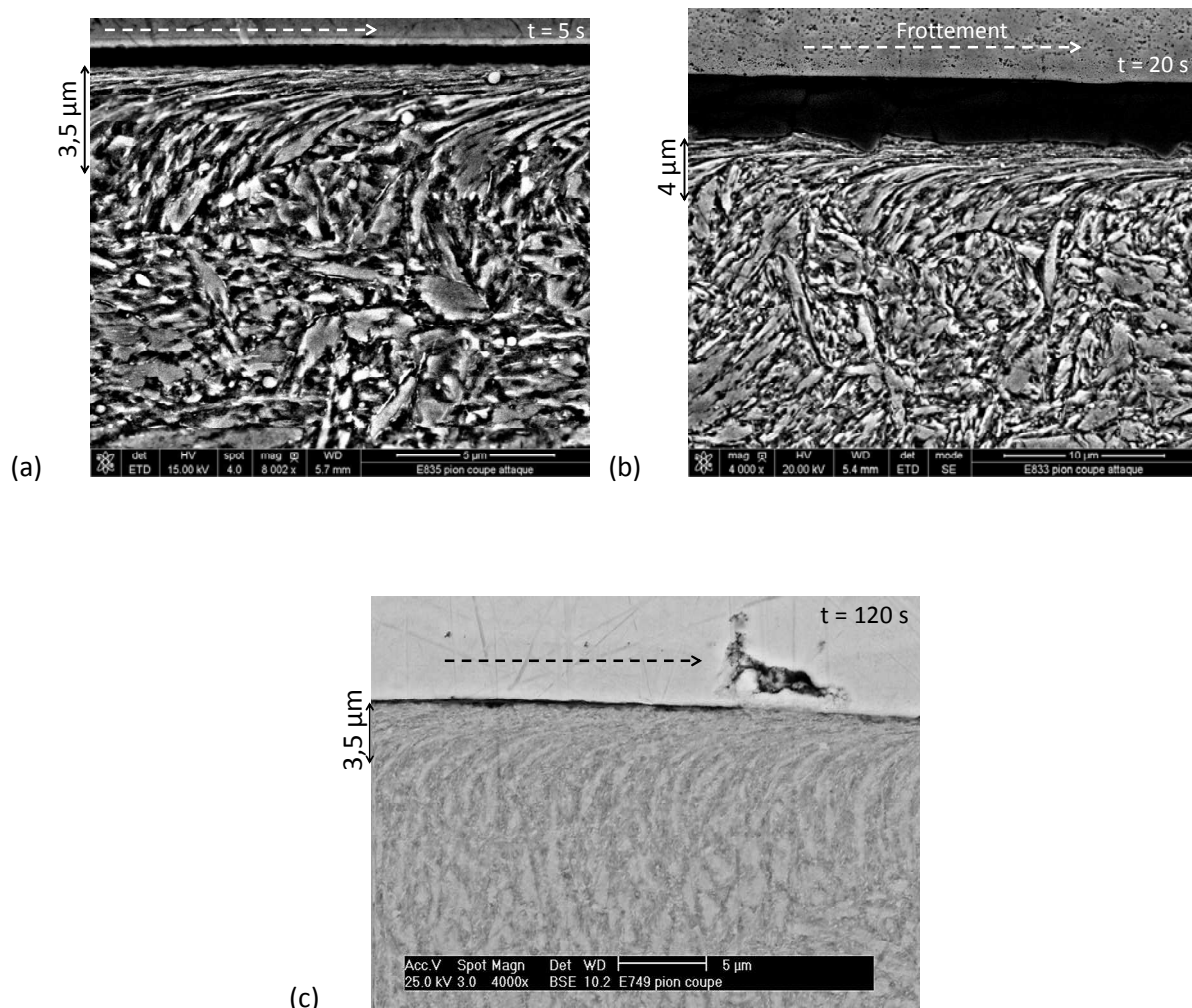


Figure 65 : Observations MEB en coupe de la déformation plastique du substrat métallique après attaque nital hors zones indentées après : (a) 5 s de frottement ; (b) 20 s de frottement ; (c) 120 s de frottement.

Nous pouvons estimer que cette zone déformée est constituée d'environ une dizaine de lattes qui sont impliquées dans le mécanisme de cisaillement. La déformation de ces lattes peut être calculée à partir des travaux de Dautzenberg [70] qui établissent l'équation :

$$\gamma_p = \frac{\tan \theta - \tan \xi}{\sqrt{3}} \quad (\text{Equation 36})$$

avec γ_p la déformation plastique par cisaillement, θ l'angle final de la latte et ξ l'angle initial de cette même latte (le calcul est effectué avec l'hypothèse qu'initialement la latte est perpendiculaire à la surface donc l'angle ξ est égal à 0). Ainsi, à partir de cette équation et des micrographies présentées en Figure 65, il est possible d'estimer la déformation des lattes en fonction de la profondeur affectée par la déformation plastique et du temps d'essai. Ces résultats sont présentés sur la Figure 66 où sont également données les valeurs estimées par Barrau [67] sur des échantillons également en X38CrMoV5 après 3600 s de frottement. Les résultats semblent équivalents quelle que soit la durée d'essai. Ainsi, nous pouvons supposer que la déformation en extrême surface se stabilise dès les premières secondes de frottement et peut atteindre plusieurs centaines de pourcents de déformation. Enfin, ces résultats sont cohérents avec ceux obtenus par Barrau lors d'essais de torsion à chaud (chapitre 2 paragraphe I.4.2) qui montrent que sous de telles sollicitations de cisaillement, la déformation plastique atteinte par le X38CrMoV5 à 640°C est de l'ordre de 724%.

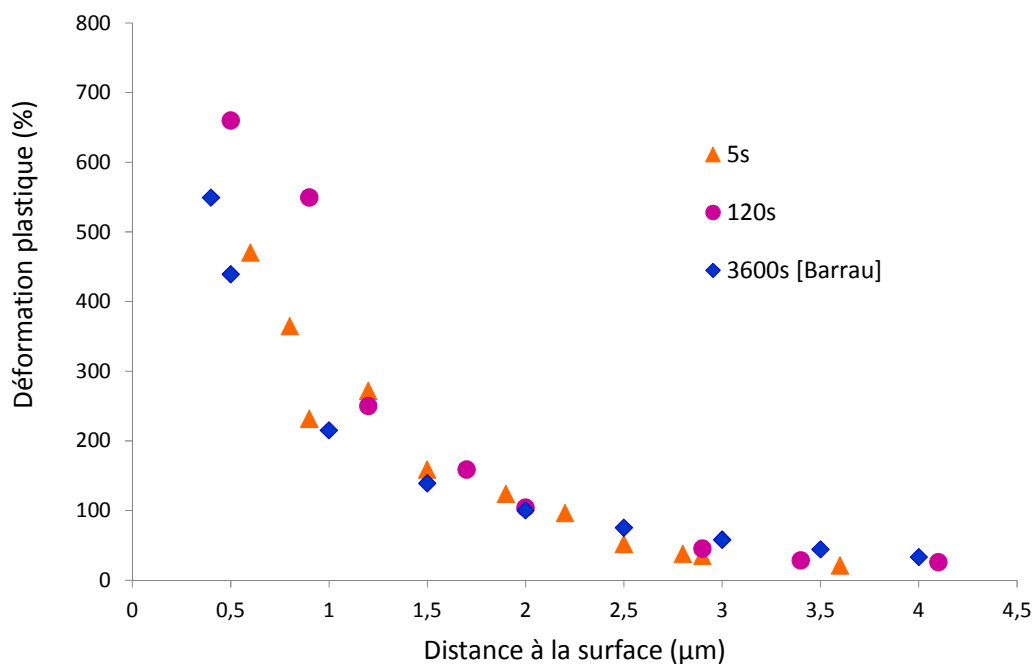


Figure 66 : Evolution de la déformation plastique en fonction de la distance à la surface calculée à partir de l'équation de Dautzenberg pour des essais de 5 et 120 s et les valeurs calculées par Barrau pour des durées d'essai de 3600 s.

Enfin, une information supplémentaire issue de la Figure 65a est le rôle des carbures. On peut ainsi nettement remarquer que les carbures sphériques sont entraînés lors de l'écoulement plastique de lattes martensitiques et ainsi supposer qu'ils ne peuvent pas participer à une quelconque résistance au cisaillement puisqu'ils s'échappent de la matrice une fois arrivés en extrême surface du pion.

Cette hypothèse laisse supposer que la matrice aurait donc tendance à s'adoucir en extrême surface puisque le caractère durcisseur des carbures serait annulé. Dans le but de vérifier cette hypothèse mais également d'évaluer le niveau de déformation plastique du substrat d'une autre manière, nous avons réalisé des mesures de dureté sur un pion après 120 s de frottement.

Dans un premier temps, des mesures de microdureté (avec une charge de 200 g) ont été réalisées et les résultats sont donnés en Figure 67. Pour réaliser ces mesures, nous avons fait des indentations tous les 100 μm durant le premier millimètre à partir de la surface du pion, puis tous les 500 μm par la suite jusqu'à environ 11 mm en profondeur. De la même manière, des mesures de microdureté ont été effectuées sur un pion n'ayant pas frotté (pion neutre) pour mettre en évidence l'influence du frottement sur la dureté de l'acier. En effet, le substrat métallique du pion s'est adouci dans les 500 premiers micromètres à partir de la surface. Or, nous avons vu lors des observations microscopiques du pion que seuls les tout premiers micromètres (3,5 – 4 μm) en extrême surface du pion sont affectés par la déformation plastique, cet adoucissement est donc plutôt lié à l'effet de la température d'essai.

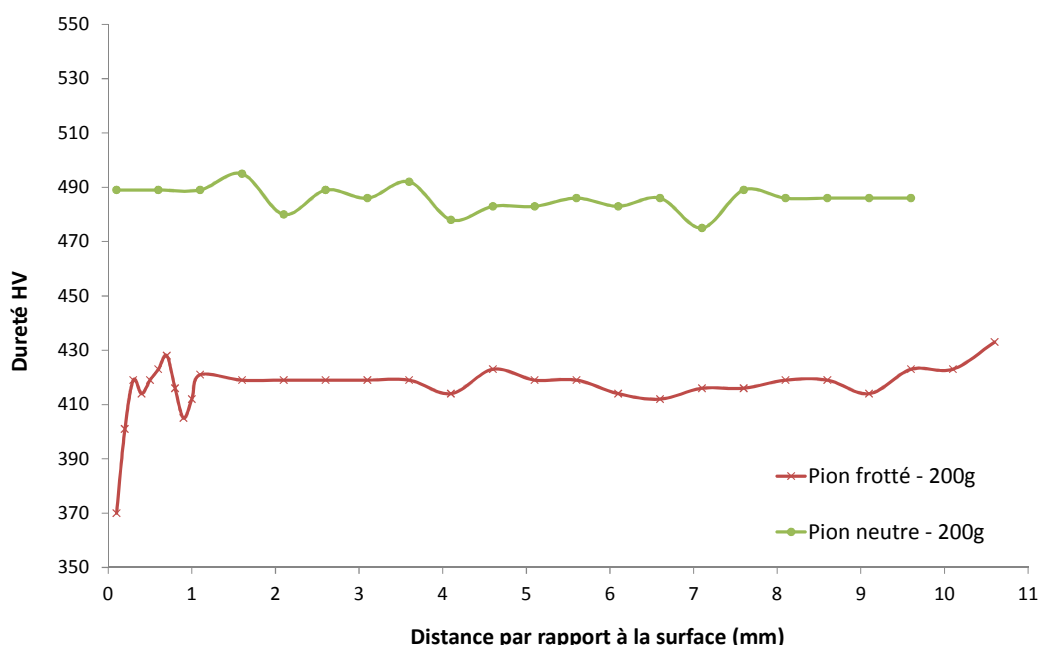


Figure 67 : Evolution de la microdureté en fonction de la distance par rapport à la surface pour un pion après 120 s d'essai.

A la suite de ces résultats, nous avons décidé de faire des mesures de nanodureté (Annexe A4) sur ce même pion pour obtenir des mesures de dureté plus localisées que l'on pourrait relier au niveau de déformation plastique du substrat métallique. De nombreuses mesures ont été réalisées sur plusieurs plans de coupe, et toutes ces mesures sont données sur la Figure 68. Les mesures sont comprises dans une gamme de dureté très importante (150 HV dans les dix premiers micromètres) et il paraît difficile d'extrapoler une courbe de tendance par rapport à l'étendue des mesures obtenues. Cette forte variation entre les différents points de mesure de nanodureté pour une même distance à la surface du pion, peut être expliquée par :

- ✓ Les différents niveaux de déformation plastique atteints en extrême surface du pion, qui peuvent varier d'une coupe à l'autre ;
- ✓ La dimension importante des indentations, même dans le cas de mesures de nanodureté (7 μm de diamètre pour une profondeur de 1 μm) qui ne permet pas de faire des mesures au niveau d'une latte de martensite, mais plutôt d'un amas de lattes, pouvant présenter une déformation non uniforme.

Malgré la dispersion des points dans les premiers micromètres en extrême surface du pion, nous pouvons estimer une épaisseur affectée par la déformation plastique qui semble être égale à 9 μm comme indiqué sur la Figure 68.

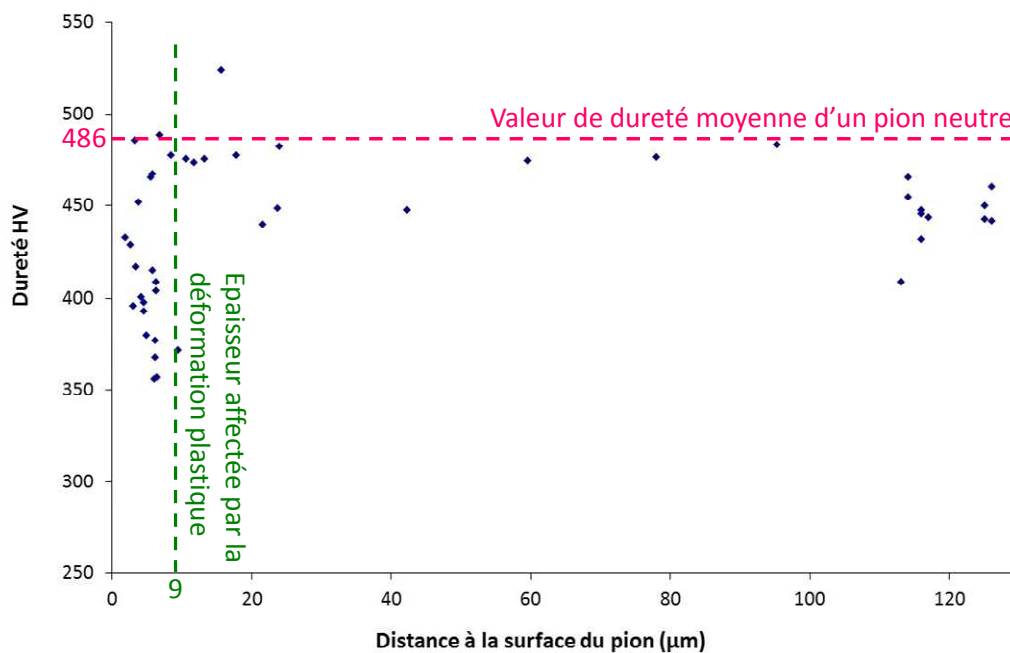


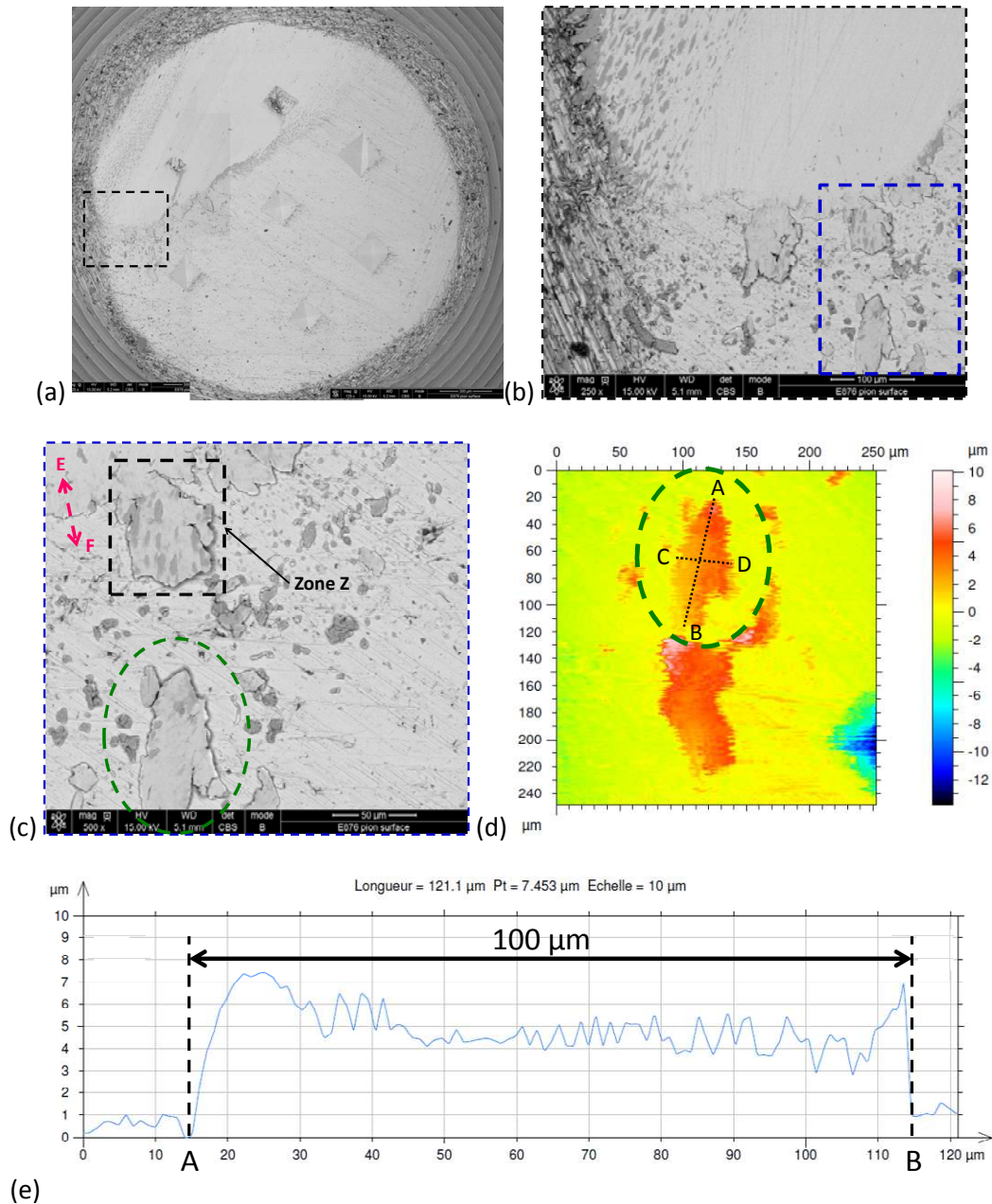
Figure 68 : Evolution des mesures de nanodureté en fonction de la distance à la surface du pion après 120 s de frottement.

Les différents moyens de mesures de dureté utilisés n'ont donc pas permis de mettre en relation la dureté de la microstructure et le niveau de déformation plastique atteint par le substrat en extrême surface du pion. Cependant les observations MEB ainsi que le taux de déformation calculé à partir des travaux de Dautzenberg ont montré que l'extrême surface du pion est extrêmement déformée.

II.1.2 La rupture de la couche métallique déformée plastiquement

Lorsque l'extrême surface du pion a atteint sa déformation plastique maximale (considérée comme équivalente à environ 700% d'après les données précédentes), il y a rupture de cette couche. Cette rupture conduit alors à la formation de particules métalliques qui vont circuler dans le contact. Sur la Figure 69c, nous observons des particules métalliques encore présentes à la surface du pion et qui résultent de la rupture de la couche métallique fortement déformée en extrême surface. Ces micrographies ont été réalisées à la surface d'un pion après un essai de 5 s ce qui signifie que la déformation plastique et la rupture de cette couche en extrême surface du pion se produit très

rapidement. Nous pouvons également voir sur la Figure 69c une zone déformée, qui se serait vraisemblablement également détachée si le temps d'essai avait été plus long (zone identifiée comme zone Z sur la micrographie). Les dimensions de la particule entourée sur la Figure 69c ont été déterminées à l'aide de profils extraits des mesures topographiques. Ainsi, comme nous le voyons sur le profil présenté sur la Figure 69e, la longueur de cette particule est de 100 μm et sa largeur, donnée en Figure 69f, est d'environ 52 μm , ce qui signifie que des particules de taille importante peuvent se former et circuler dans le contact en seulement 5 s de frottement. Enfin, le dernier profil présenté sur la Figure 69g définit l'épaisseur de la couche métallique déformée plastiquement qui s'avère être de l'ordre de 1,5 μm .



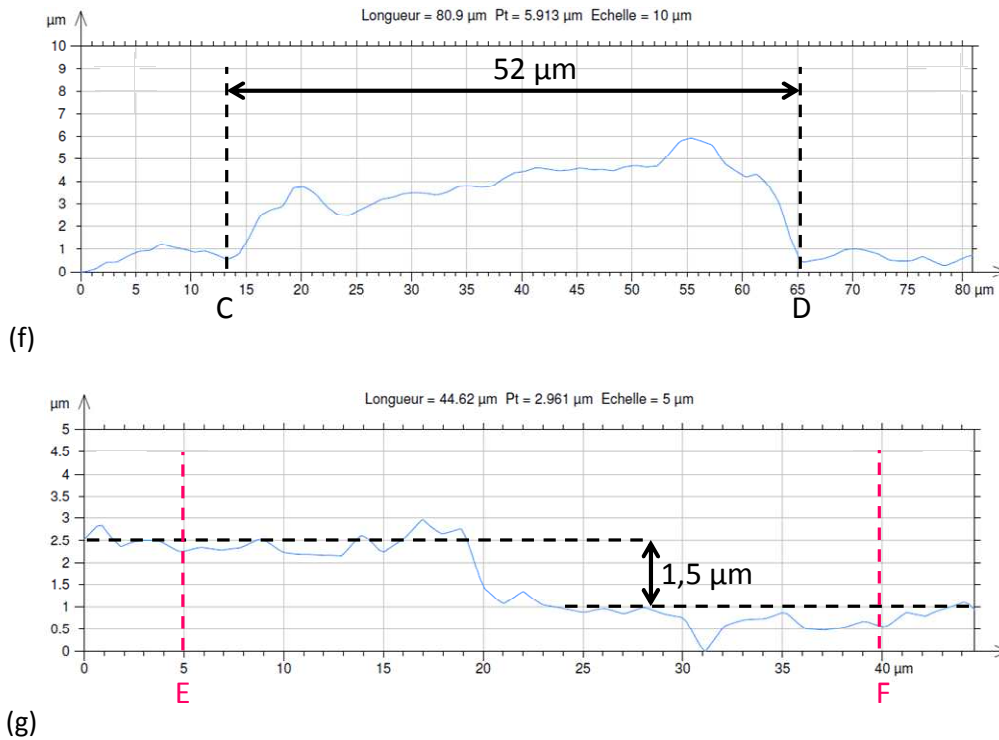


Figure 69 : (a), (b) et (c) Observations MEB de la rupture de la couche métallique fortement déformée plastiquement après 5 s d'essai ; (d) Mesure topographique de la particule entourée en (c) ; (e), (f) et (g) : Profils issus des mesures topographiques dont la localisation est repérée en (c) et (d).

Des particules métalliques sont également observées à l'intérieur d'indentations, même pour des temps d'essai plus longs. La Figure 70 présente ainsi une particule métallique après 120 s de frottement et son analyse EDS associée qui confirme que cette particule est métallique (faible concentration en oxygène) et d'origine du pion (présence de chrome). La particule a des dimensions de l'ordre de $71 \mu\text{m} \times 4,7 \mu\text{m} \times 1,7 \mu\text{m}$, ce qui est faible en comparaison avec la particule identifiée sur la Figure 69c, elle a donc pu se former lors de la comminution d'une particule de taille plus importante formée plus tôt lors de l'essai.

Il est intéressant de noter que cette particule semble s'être enroulée sur elle-même. Cela peut être expliqué par la forte déformation plastique de la particule qui engendre en elle des contraintes internes. Lorsque cette particule est piégée dans une indentation, alors ces contraintes internes se libèrent partiellement ou totalement et il y a un retour élastique, d'où cet enroulement de la particule sur elle-même.

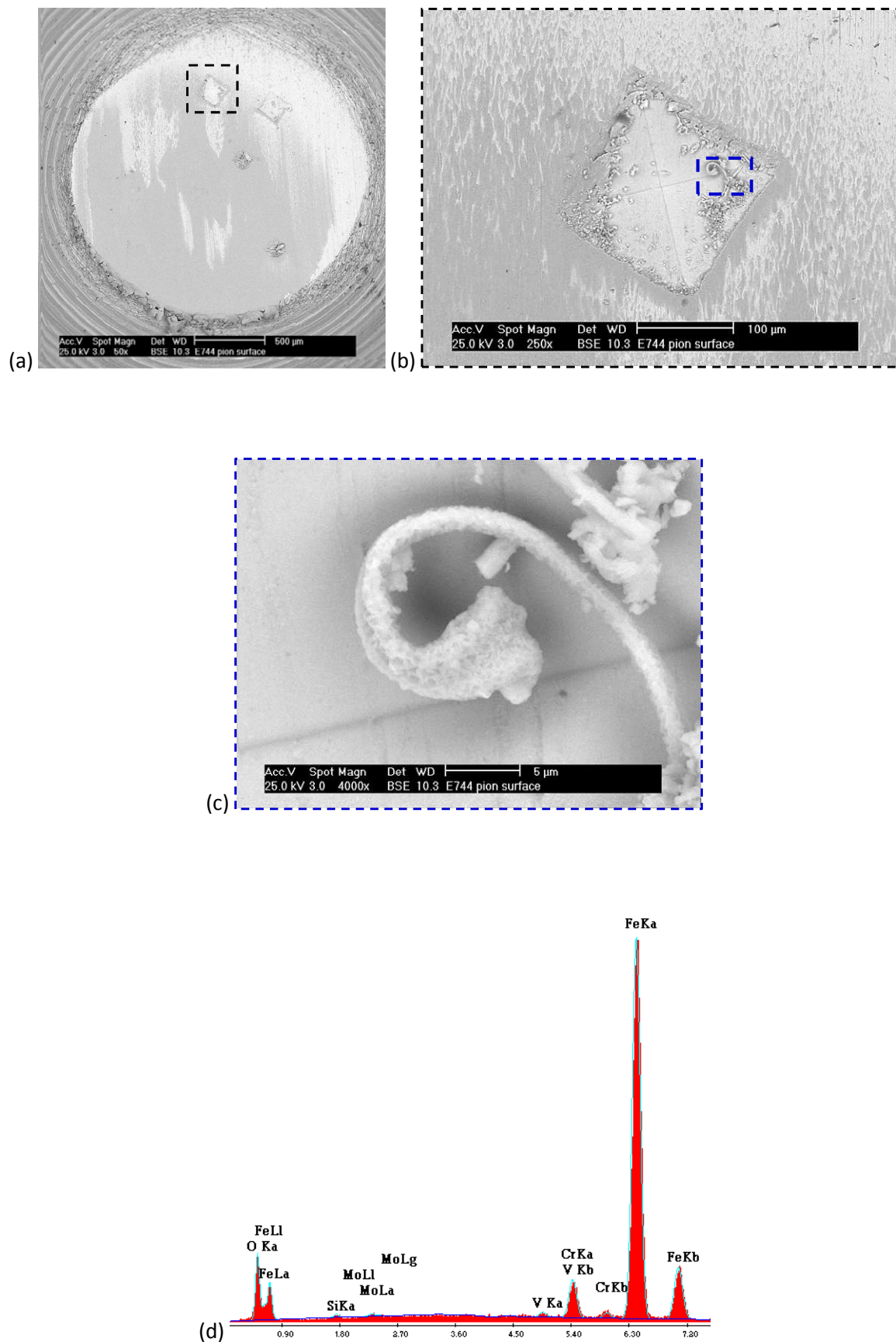


Figure 70 : Observations MEB d'une particule métallique dans une indentation après 120 s de frottement et son spectre EDS associé.

La présence de ces particules métalliques dans le contact a aussi été mise en évidence lors de l'observation en coupe d'indentations. Sur la micrographie de la Figure 71d, nous pouvons voir une de ces particules après 20 s de frottement. Celle-ci a une longueur d'environ 12 μm et une largeur de près de 3 μm . D'autres particules métalliques en partie oxydées (entourées en rose) sont également visibles et sont de moindre taille (4,3 μm x 1,7 μm et 4,6 μm x 1,4 μm). Ces particules sont là aussi de faible dimension comparé à la particule identifiée sur la Figure 69c, elles résultent donc probablement de la rupture lors de sa circulation dans le contact d'une particule initialement plus grosse.

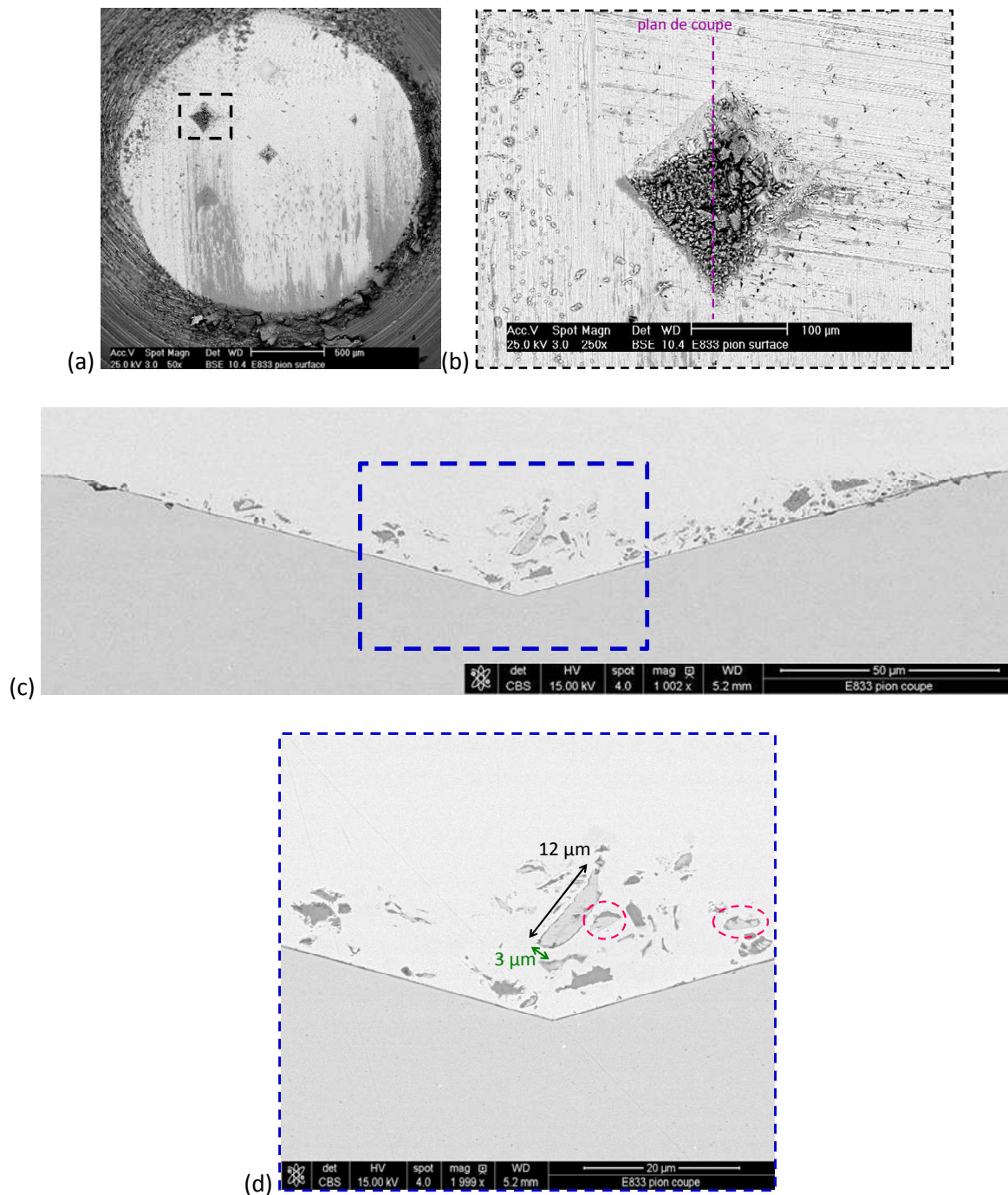


Figure 71 : Observations MEB : (a) et (b) En surface d'un pion après 20 s d'essai ; (c) et (d) En coupe d'une particule métallique à l'intérieur d'une indentation.

De plus, comme observé sur les Figure 72 et Figure 73, il se peut que les particules métalliques observées dans les indentations et formées dans les premiers instants de frottement soient dues à la rupture des languettes déformées plastiquement à l'intérieur des indentations. Ces particules métalliques ainsi formées sont reconnaissables de par leur forme plus étirée due à l'allongement de la languette.

La Figure 72c présente la coupe d'une indentation après un essai de 10 s. La languette déformée plastiquement semble s'être rompue en deux endroits puisqu'il est possible de distinguer trois parties. Les longueurs de chacune de ces parties sont données sur la Figure 72d. Si l'on considère que ces trois parties étaient liées avant rupture, alors il semble que la languette ait pu atteindre une longueur d'environ 86 μm . De plus, l'épaisseur de cette languette a été mesurée en plusieurs endroits répartis sur la totalité de sa longueur et son épaisseur moyenne est de $(2,1 \pm 0,4) \mu\text{m}$.

Pour ce qui est de la Figure 73, elle présente la rupture d'une languette déformée plastiquement dans une indentation après un essai de 20 s. Les micrographies c et d montrent différents plans de coupe représentés sur la Figure 73b, de la même indentation indiquée sur la Figure 73a. Lorsque l'on observe la première coupe, nous observons que la languette fortement déformée plastiquement s'est rompue en plusieurs tronçons qui, mis bout à bout, atteignent une longueur de près de 41 μm soit environ 60% de la diagonale de l'indentation (69 μm). L'épaisseur de l'extrémité de la languette est de 1 μm alors qu'à son point de départ elle est de 1,7 μm , la languette a donc tendance à s'affiner lorsqu'elle se déforme.

Enfin, si nous observons la Figure 73d, la diagonale de l'indentation est ici beaucoup plus importante que sur la coupe précédente. La languette fortement déformée est toujours présente, elle s'est également rompue en plusieurs parties mais sa longueur totale est bien moindre comparée au diamètre de l'indentation (60 μm contre 116). Cependant, il est intéressant de noter que la partie entourée (en vert) semble comprendre deux parties détachées de la languette qui se sont vraisemblablement déplacées de l'autre côté de l'indentation avant que celle-ci ne soit remplie par des particules. Sur cette figure, nous pouvons également voir que l'épaisseur de la languette à son point de départ (3,5 μm) est bien plus importante qu'à son extrémité (0,4 μm), ce qui confirme l'affinement de la languette lors de sa déformation.

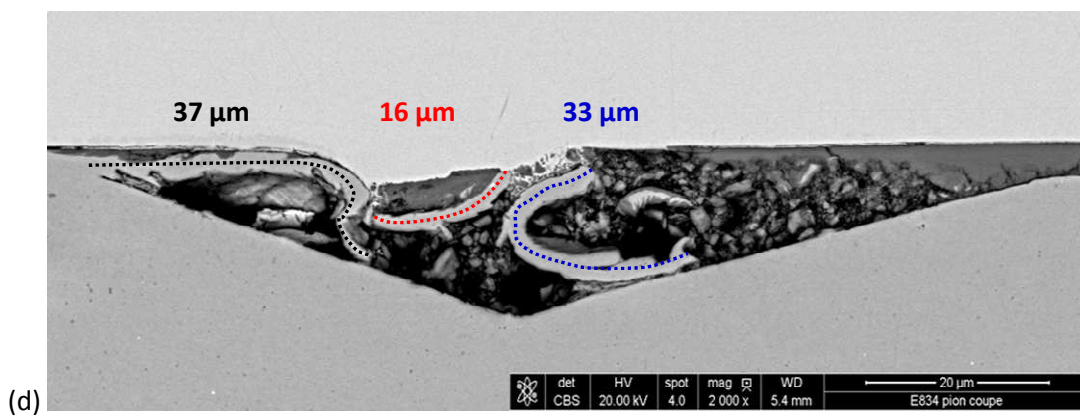
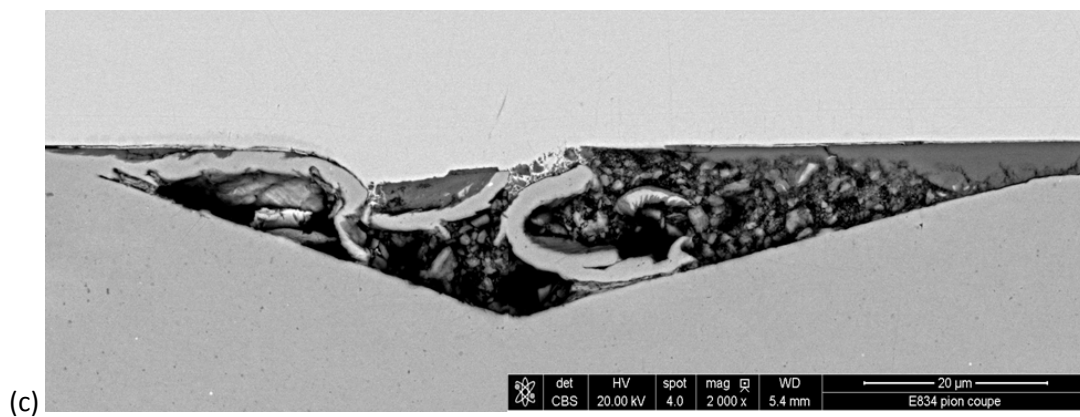
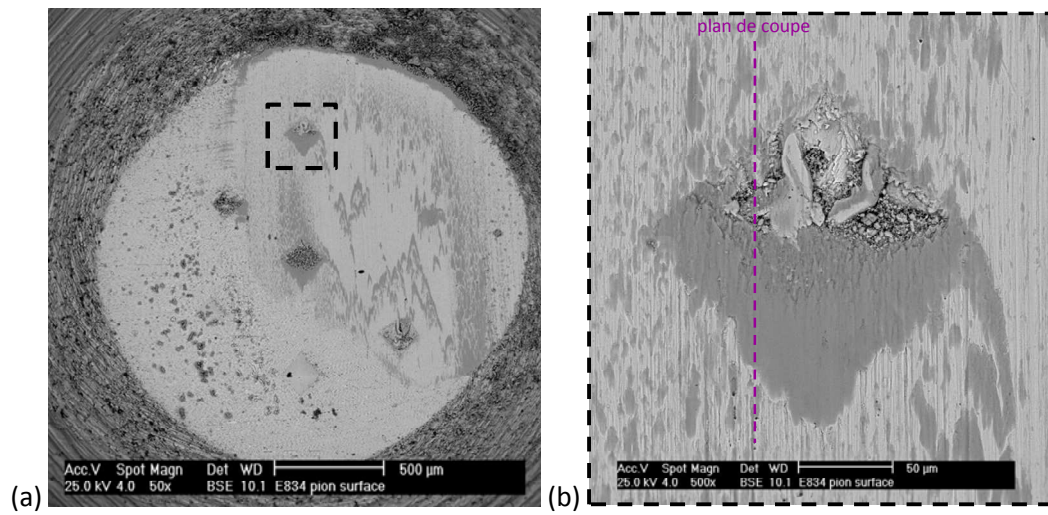


Figure 72 : Observations MEB : (a) et (b) En surface d'un pion après un essai de 10 s ; (c) et (d) En coupe de la rupture des languettes dans une indentation.

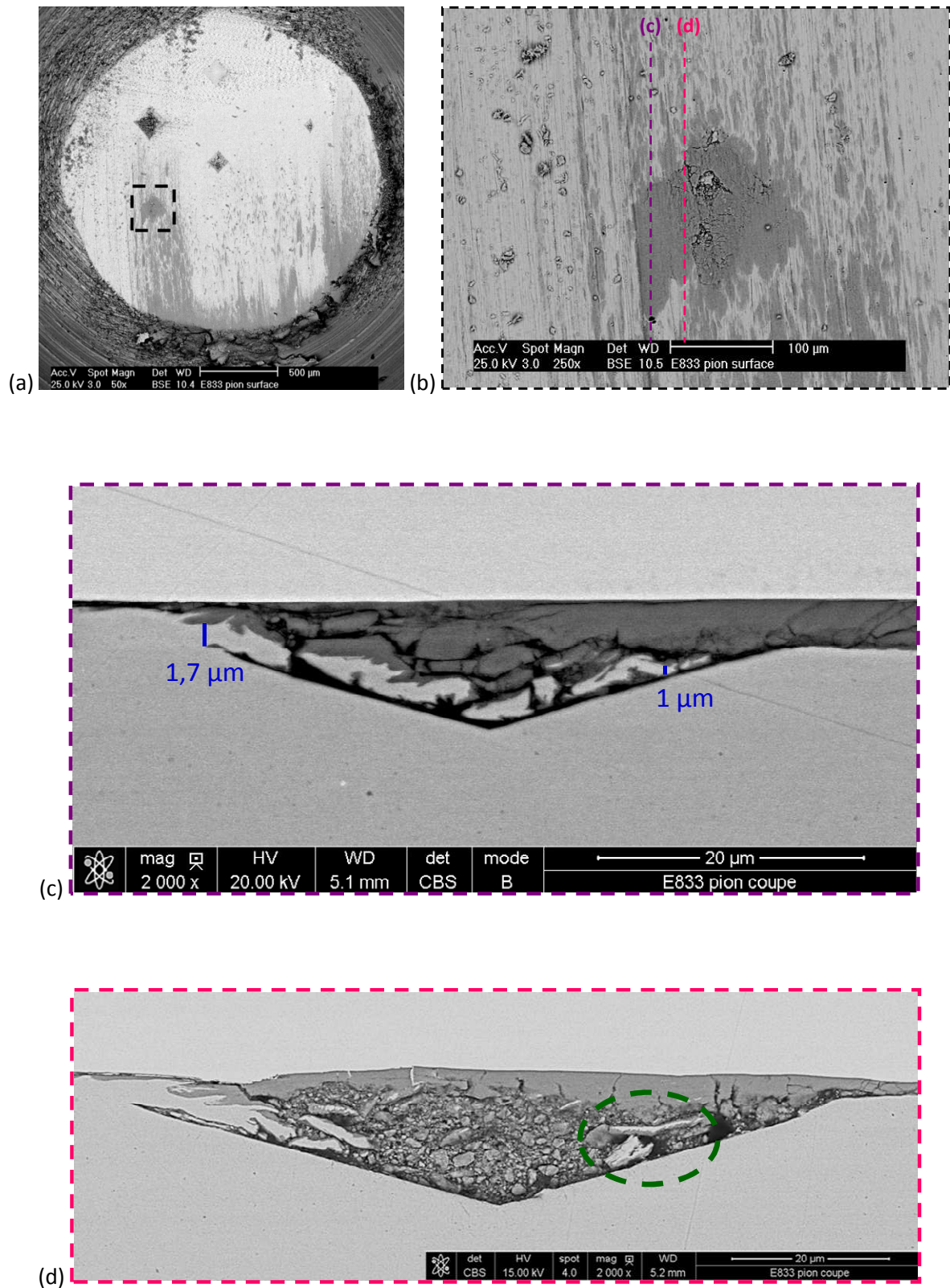


Figure 73 : Observations MEB : (a) et (b) En surface d'un pion après 20 s de frottement ; (c) et (d) En coupe d'une languette métallique déformée et rompue dans une même indentation à deux plans de coupe différents repérés en (b).

II.2 Oxydation des particules métalliques

Une fois ces particules métalliques formées, elles vont débiter leur vie dans le contact, lors de laquelle elles peuvent être oxydées. Ce phénomène d'oxydation des particules métalliques a pu être observé sur différentes micrographies, que ce soit en surface ou en coupe. Sur la Figure 74 qui a été présentée précédemment pour décrire la formation de particules métalliques, nous pouvons voir des particules qui semblent riches en oxygène, puisqu'elles apparaissent plus sombres en mode BSE (repérées par (c) et (d)). Les analyses EDS effectuées sur ces particules sont données en Figure 74c et Figure 74d. Ces analyses sont toutes deux très similaires et présentent un pic de chrome qui révèle leur origine, c'est-à-dire que ces particules proviennent du pion, mais aussi un pic très intense d'oxygène qui confirme leur caractère d'oxyde. Or, en surface de l'échantillon n'apparaît pas de couche d'oxyde (Figure 74a) d'où aurait pu être issues ces particules, ce sont donc des particules métalliques qui se sont oxydées. Cette oxydation est donc très rapide puisque l'échantillon observé n'a frotté que pendant 5 s.

Sur la Figure 75 qui présente également la surface d'un pion après 5 s de frottement, nous pouvons voir une indentation complètement remplie d'oxyde. L'analyse EDS (Figure 75c) montre qu'il y a ici aussi du chrome, l'oxyde provient donc également du pion. A partir de cette observation en surface, nous ne pouvons pas déterminer exactement de quoi est remplie cette indentation. Nous pouvons seulement supposer que l'extrême surface de cette couche est due au compactage et au frittage de particules métalliques du pion qui se sont oxydées dans le contact et ont formé une couche glacée. Cependant, comme précédemment, la surface du pion ne présente pas de couche d'oxyde à sa surface (Figure 75a), l'oxyde de l'indentation est donc le résultat de l'oxydation de particules métalliques.

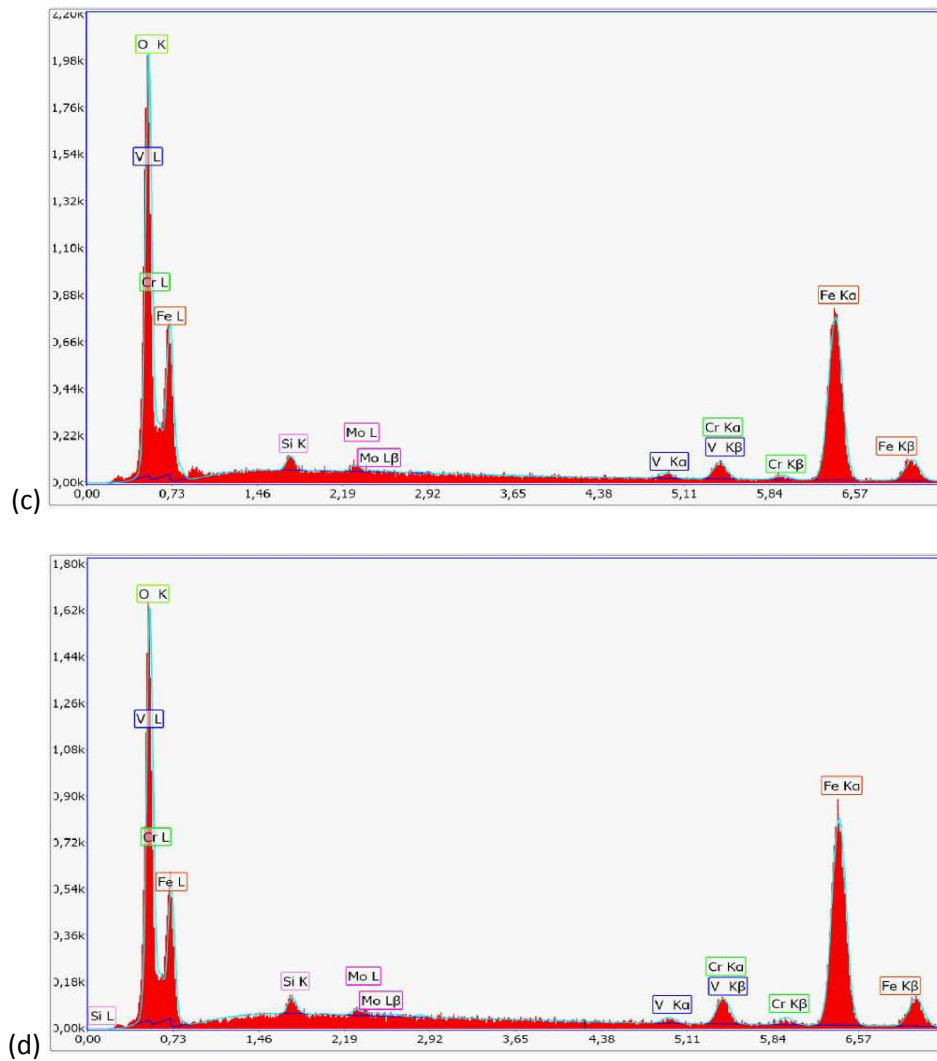
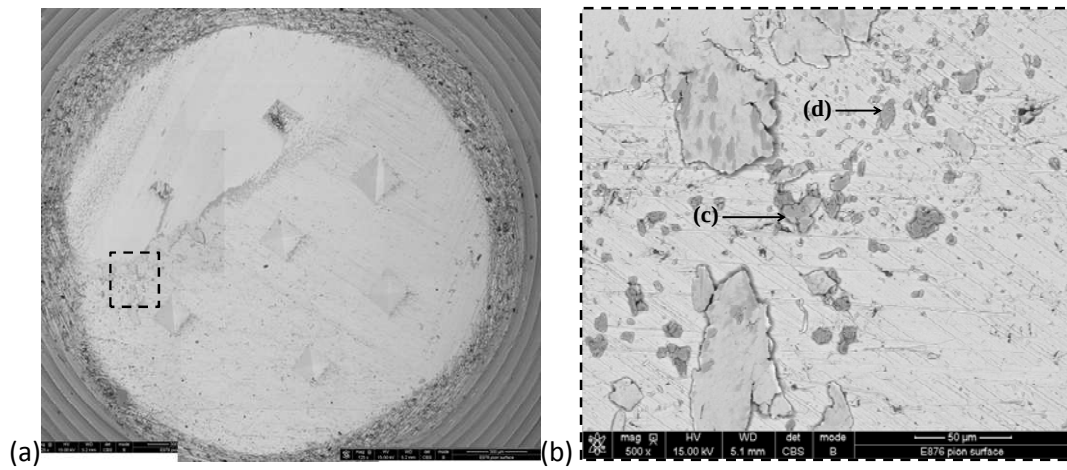


Figure 74 : (a) et (b) Observations MEB en surface de particules métalliques oxydées présentes sur un pion après 5 s de frottement ; (c) et (d) Spectres EDS associés aux particules repérées en (b).

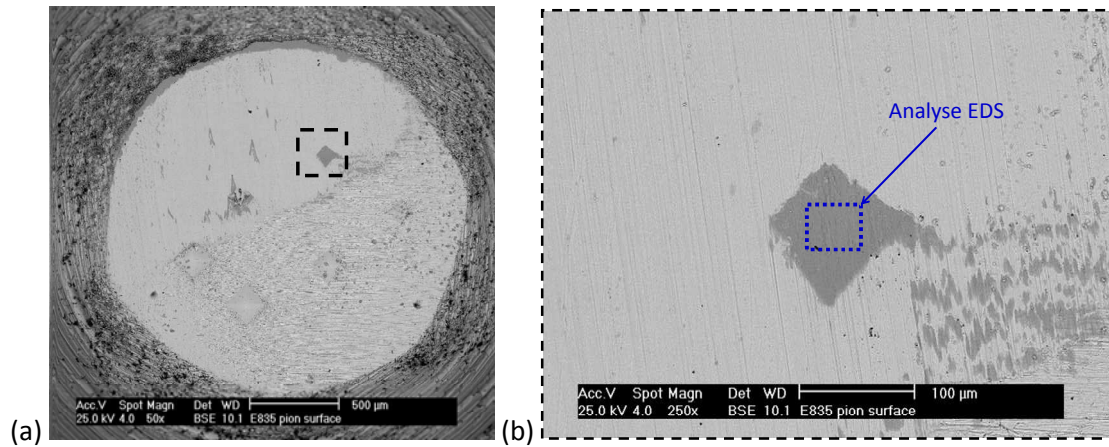


Figure 75 : (a) et (b) Observations MEB après 5 s d'essai d'un pion sur lequel une indentation est complètement remplie d'oxyde ; (c) Spectre EDS associé à l'oxyde présent dans l'indentation.

L'indentation présentée précédemment n'a pas été observée en coupe mais la Figure 76 présente une indentation similaire au niveau de son observation en surface. Cette indentation est également remplie d'oxyde présentant du chrome donc provenant du pion, il y a aussi à sa surface une particule métallique (zone plus claire) dont l'origine est le pion. Cette indentation a été observée en coupe et la Figure 76c révèle une partie de son remplissage. Hormis la déformation plastique du substrat métallique et la présence de particules avec une forte concentration en oxygène, nous pouvons également voir une particule métallique entourée d'oxyde. L'observation plus précise de celle-ci (Figure 76d) semble indiquer qu'elle est en cours d'oxydation. Nous ne considérons pas, ici, les particules entourées (en rose) comme des particules en cours d'oxydation puisque leur forme allongée laisse penser qu'il s'agit en réalité de particules issues de la rupture de la languette métallique déformée à l'entrée de l'indentation.

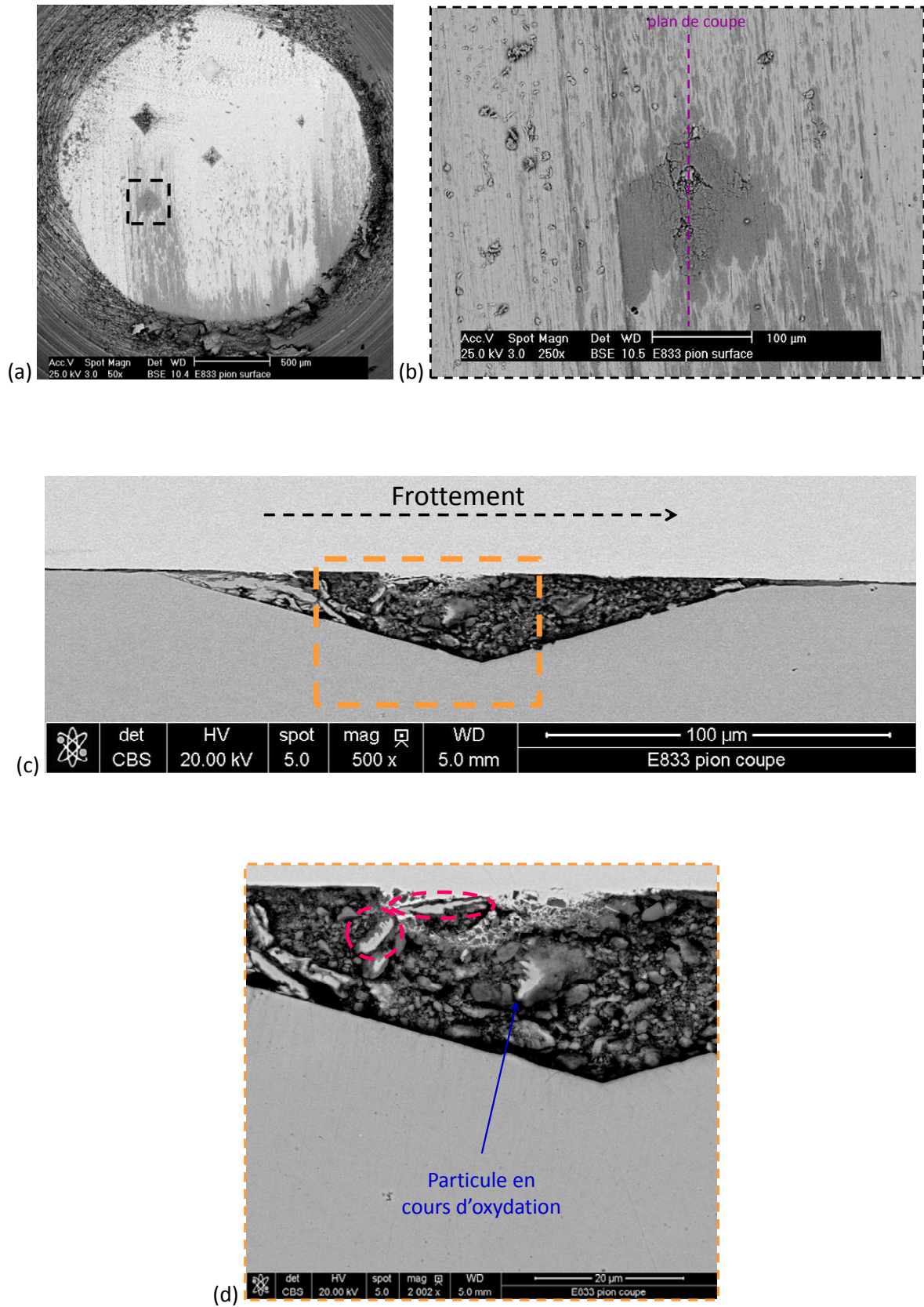


Figure 76 : Observations MEB : (a) et (b) En surface d'un pion après 20 s de frottement ; (c) et (d) En coupe de l'indentation avec présence d'une particule métallique en cours d'oxydation.

L'oxydation de ces particules métalliques s'effectue donc très rapidement lorsqu'elles sont soumises à des contraintes lors de leur circulation dans le contact. Nous avons calculé, en première approximation, la constante d'oxydation k_p du matériau, en considérant qu'une particule métallique de $3,6 \mu\text{m}$ pouvait totalement s'oxyder en 5 s comme le montre la particule encadrée sur la Figure 77. En effet, le spectre EDS associé à cette particule présente une très forte concentration en oxygène, signe que la particule est oxydée. Nous savons que :

$$\frac{\Delta m}{S} = k_p \sqrt{t} \quad (\text{Equation 37})$$

$$\text{et} \quad \rho e = \frac{\Delta m}{S} \quad (\text{Equation 38})$$

$$\text{donc} \quad \rho e = k_p \sqrt{t} \quad (\text{Equation 39})$$

avec Δm la prise de masse (mg), S la surface (cm^2), k_p la constante d'oxydation ($\text{mg}^2.\text{cm}^{-4}.\text{s}^{-1}$), t la durée d'oxydation (s), ρ la masse volumique du matériau ($\text{mg}.\text{cm}^{-3}$), et e l'épaisseur de l'oxyde (cm). Si l'on considère $\rho = 7800 \text{ mg}.\text{cm}^{-3}$ soit la masse volumique de l'acier, $e = 3,6 \mu\text{m}$ et $t = 5 \text{ s}$, alors nous avons $k_p = 1,58 \text{ mg}^2.\text{cm}^{-4}.\text{s}^{-1}$.

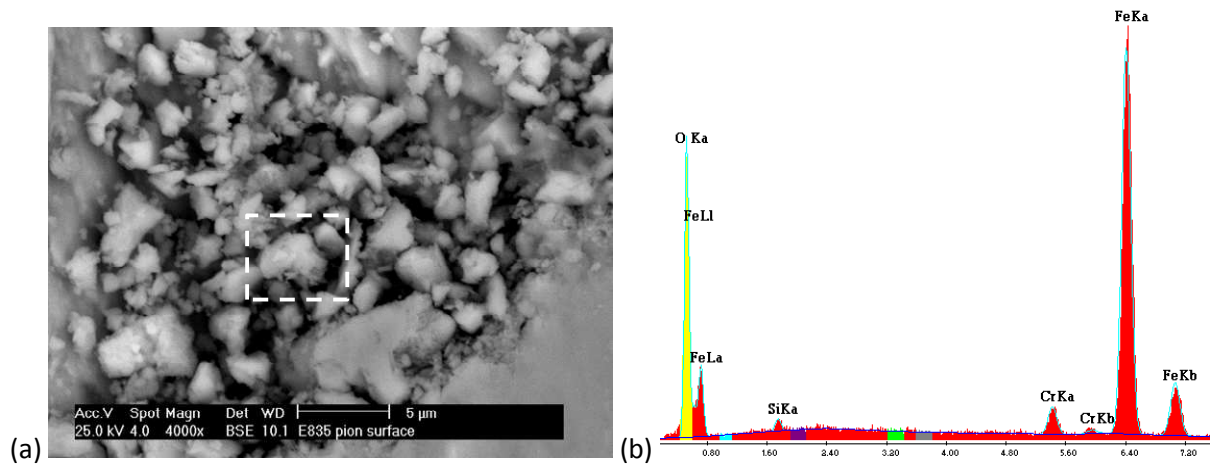


Figure 77 : (a) Observation MEB d'une particule métallique oxydée dans une indentation après 5 s de frottement ; (b) Spectre EDS associé à la particule encadrée en (a).

Le Tableau 1 du chapitre 1 (paragraphe II.2.2) donne quelques exemples de valeurs de constantes d'oxydation k_p à différentes températures, pour l'acier C18 ainsi que les trois types d'oxydes de fer FeO , Fe_3O_4 et Fe_2O_3 . A partir de ces valeurs, nous pouvons voir que la valeur de k_p estimée dans notre étude est très élevée. Cela confirme que le frottement et donc l'application de contraintes de cisaillement, entraîne une forte accélération de l'oxydation, comme cela a été montré dans le chapitre bibliographique (paragraphe III.1).

Afin de confronter cette constante d'oxydation sous contraintes tribologiques à d'autres concernant le même matériau dans des cas d'oxydation statique, nous avons estimé des valeurs de constante d'oxydation k_p pour le X38CrMoV5 à partir des courbes ATG présentées dans le chapitre 2

(paragraphe I.3 - Figure 29), qui sont présentées dans le Tableau 15. A partir de ces estimations, nous constatons que la valeur de constante d'oxydation k_p calculée auparavant à partir de la Figure 77 est très largement supérieure, ce qui confirme nettement l'influence des contraintes sur l'oxydation.

Température d'oxydation (°C)	Durée d'oxydation (s)	Prise de masse mesurée ($\text{mg}^2.\text{cm}^{-4}$)	Valeur d'oxydation k_p estimée ($\text{mg}^2.\text{cm}^{-4}.\text{s}^{-1}$)
600	7200	0,0064	$3,40.10^{-6}$
	36000	0,1225	$8,89.10^{-7}$
700	7200	0,0169	$2,35.10^{-6}$
	36000	5,1529	$1,43.10^{-4}$

Tableau 15 : Estimations de valeurs de constante d'oxydation k_p pour le X38CrMoV5 à 600 et 700°C.

II.3 Formation d'une couche glacée

Dans le chapitre 1 portant sur la bibliographie, il a été expliqué que des couches glacées pouvaient se former en surface d'échantillons lors d'un frottement à haute température. Ces couches sont composées essentiellement de particules d'oxyde qui ont été déformées plastiquement et frittées jusqu'à ce qu'une couche solide se forme, mais la présence de quelques particules métalliques a parfois été observée.

Des couches glacées ont aussi été formées à la surface des pions lors de cette étude et d'après les observations, la formation de ces couches a été initiée par le cisaillement de particules métalliques oxydées en surface du pion, combiné à la formation de ce que nous appellerons des chevrons oxydés. Ces deux phénomènes sont présentés par la suite, puis des observations plus fines de la couche glacée sont décrites.

II.3.1 Le cisaillement des particules oxydées

Sur la Figure 78 sont observés des agrégats d'oxyde en surface de l'extrémité d'une couche métallique fortement déformée. Ces agrégats semblent en surépaisseur par rapport au métal du pion, ce qui laisse supposer que ce pourrait être des particules qui se seraient « étalées » à la surface du métal. Cette micrographie a été réalisée en surface d'un pion après un essai de 5 s. Comme nous l'avons vu précédemment, pour cette durée d'essai, les seules particules formées et présentant un caractère d'oxyde sont des particules métalliques qui se sont oxydées. Ici nous observons donc des particules oxydées du pion qui ont été déformées à la surface du pion métallique. Les dimensions de ces agrégats sont comprises entre 7 et 15 μm ce qui pourrait correspondre aux tailles des particules métalliques oxydées observées précédemment.

A l'aide des mesures topographiques, nous avons essayé de déterminer l'épaisseur de ces particules, mais celle-ci n'était pas mesurable. Sur la reconstruction 3D de la surface (Figure 78c) nous pouvons voir qu'effectivement, sur la surface n'apparaît aucune surépaisseur pouvant correspondre aux particules. Le capteur utilisé pour réaliser ces mesures ayant une résolution axiale de 11 nm, cela

signifie que les agrégats d'oxyde observés sur la Figure 78b présentent une épaisseur inférieure à 11 nm.

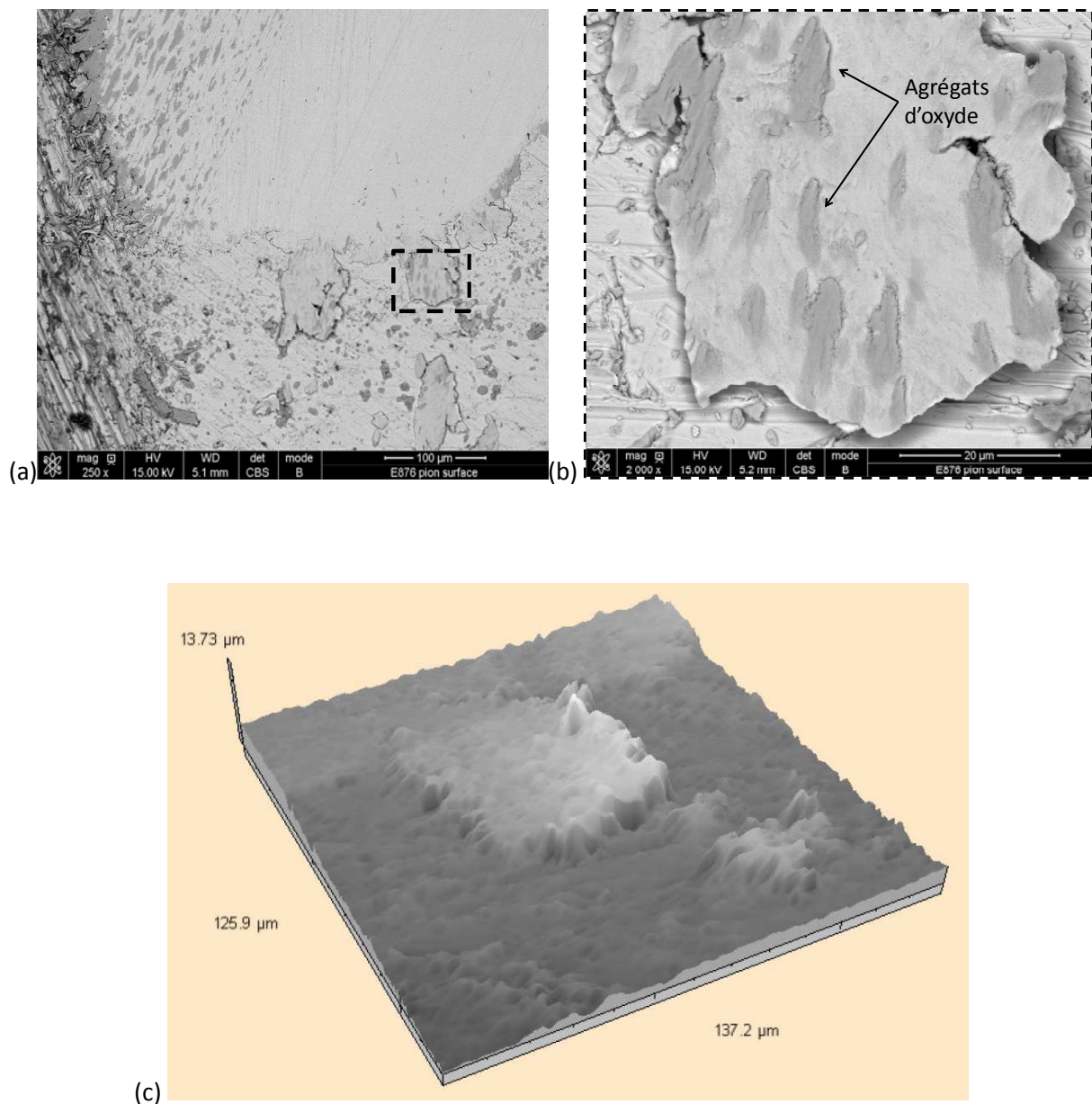


Figure 78 : (a) et (b) Observations MEB de zones oxydées en surface d'un pion après 5 s d'essai ; (c) Reconstruction 3D de la zone montrée en (b) à l'aide des mesures topographiques.

Sur la Figure 79 est observée, après 120 s de frottement, une zone grise traduisant un caractère d'oxyde, à l'avant de laquelle se trouvent des particules de taille micrométrique. Il semble que ces particules, une fois adhérentes à la surface du pion, aient été cisailées, de la même manière que celles vues sur la figure précédente, jusqu'à former une couche d'oxyde à la surface du pion. Cette étape de cisaillement de particules en surface du pion pourrait constituer le premier pas vers la formation de la couche glacée.

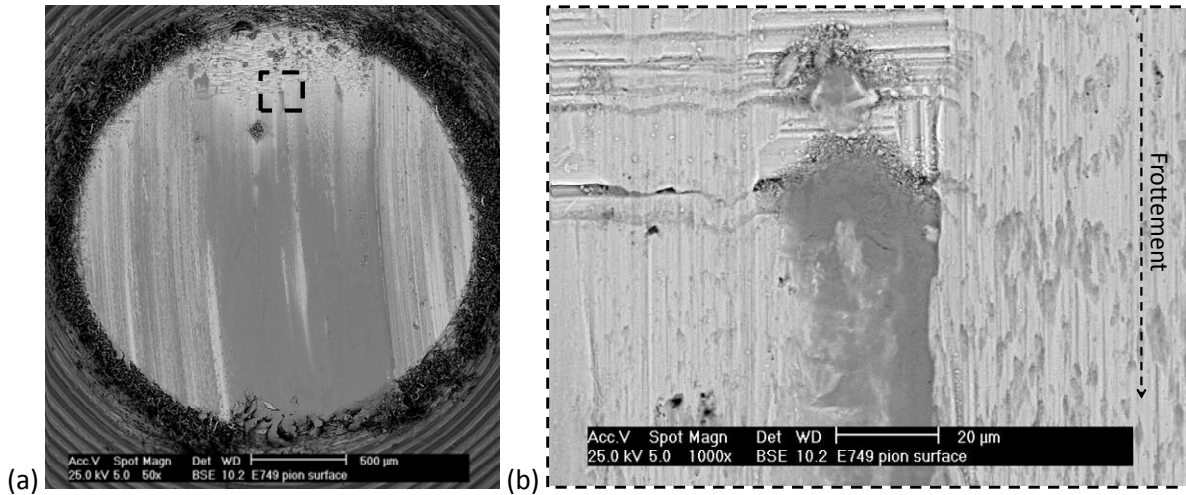


Figure 79 : Observations MEB après un essai de 120 s de la déformation de particules en surface du pion qui mène à la formation d'une couche glacée.

II.3.2 La formation de chevrons oxydés

A la surface des pions, des marques de forme caractéristique ont été observées en particulier après les essais très courts, c'est-à-dire d'une durée de 5 à 20 s. Des exemples de ces marques, appelées chevrons étant donné leur forme, sont présentés sur la Figure 80, qui donne des observations de pions respectivement après 5 et 10 s de frottement. Après 5 s de frottement, seuls quelques chevrons apparaissent et leur nombre augmente avec la durée d'essai. Cependant, après 60 et 120 s de frottement ils sont peu observés, ce qui peut être expliqué par le recouvrement du substrat métallique d'une couche d'oxyde qui les masquerait.

Comme le montre le contraste chimique révélé par le mode BSE, ces chevrons sont oxydés mais ni les observations en mode SE ni les topographies ne permettent de confirmer un caractère surélevé par rapport aux zones environnantes. Nous supposons donc que ces marques ne sont pas causées par l'étalement de particules comme vu précédemment mais il semble plutôt qu'elles soient dans la continuité du substrat métallique. Nous pensons donc que ces marques sont le résultat de l'oxydation de zones localisées très fortement cisillées. En ce qui concerne leurs dimensions, elles sont variées, même pour une durée d'essai similaire, et quelques mesures sont données sur les micrographies (e) et (f).

Il semblerait que la combinaison de ces deux phénomènes présentés précédemment soit responsable de l'initialisation de la formation de la couche glacée.

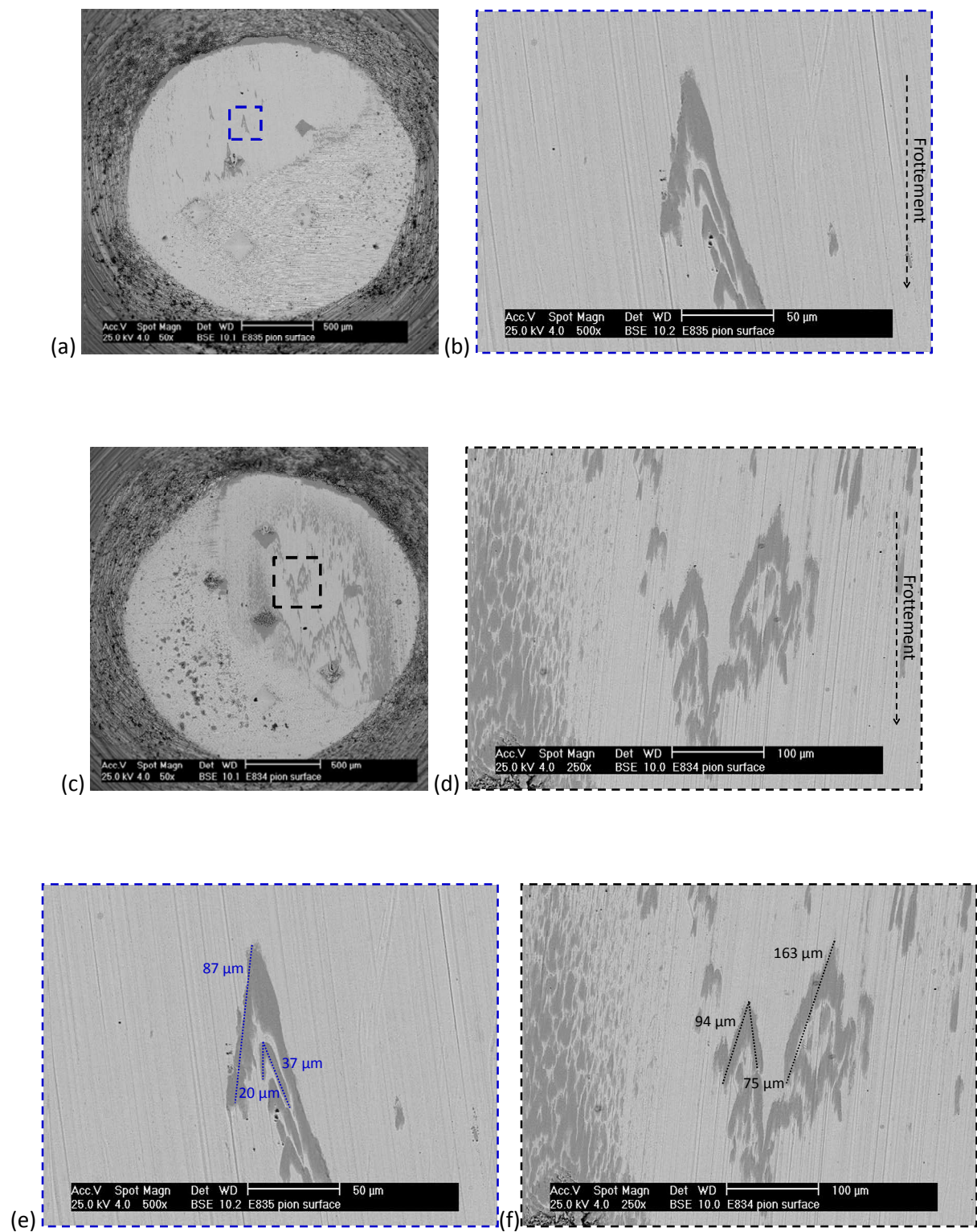
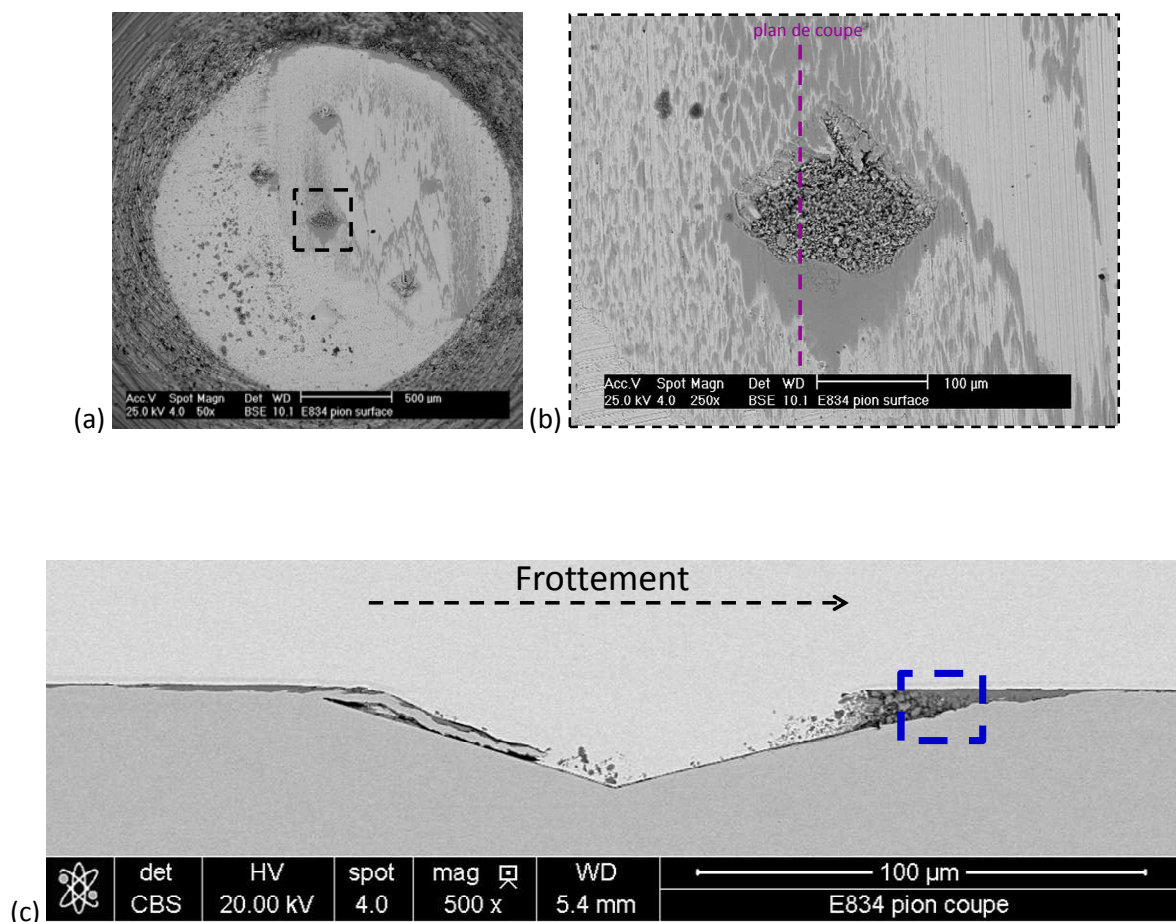


Figure 80 : Observations MEB de chevrons oxydés en surface d'un pion : (a) et (b) Ayant frotté pendant 5 s ; (c) et (d) Après un essai d'une durée de 10 s ; (e) et (f) Mesures de ces chevrons oxydés.

II.3.3 La caractérisation de la couche glacée

Sur les observations présentées en Figure 81 nous pouvons identifier la constitution d'une couche glacée. Près de la paroi de l'indentation, des particules oxydées de taille submicronique voire nanométrique sont agglomérées mais elles présentent toujours des contours nets (Figure 81e) ce qui signifie qu'elles ne sont pas frittées. Par contre, plus l'on se trouve près de la surface de la couche, plus ces particules sont compactées, voire frittées, jusqu'à former une couche solide en extrême surface (Figure 81f). Il est important de noter que ces micrographies ont été réalisées sur un pion après seulement 10 s de frottement ce qui signifie que non seulement le frittage des particules se produit rapidement mais aussi que la couche glacée se forme quasi-instantanément. Ces observations corroborent les définitions de la couche glacée données dans le chapitre 1 qui stipulent que les couches glacées sont formées à partir du compactage et du frittage de particules nanométriques agglomérées et soumises à de fortes contraintes de cisaillement.



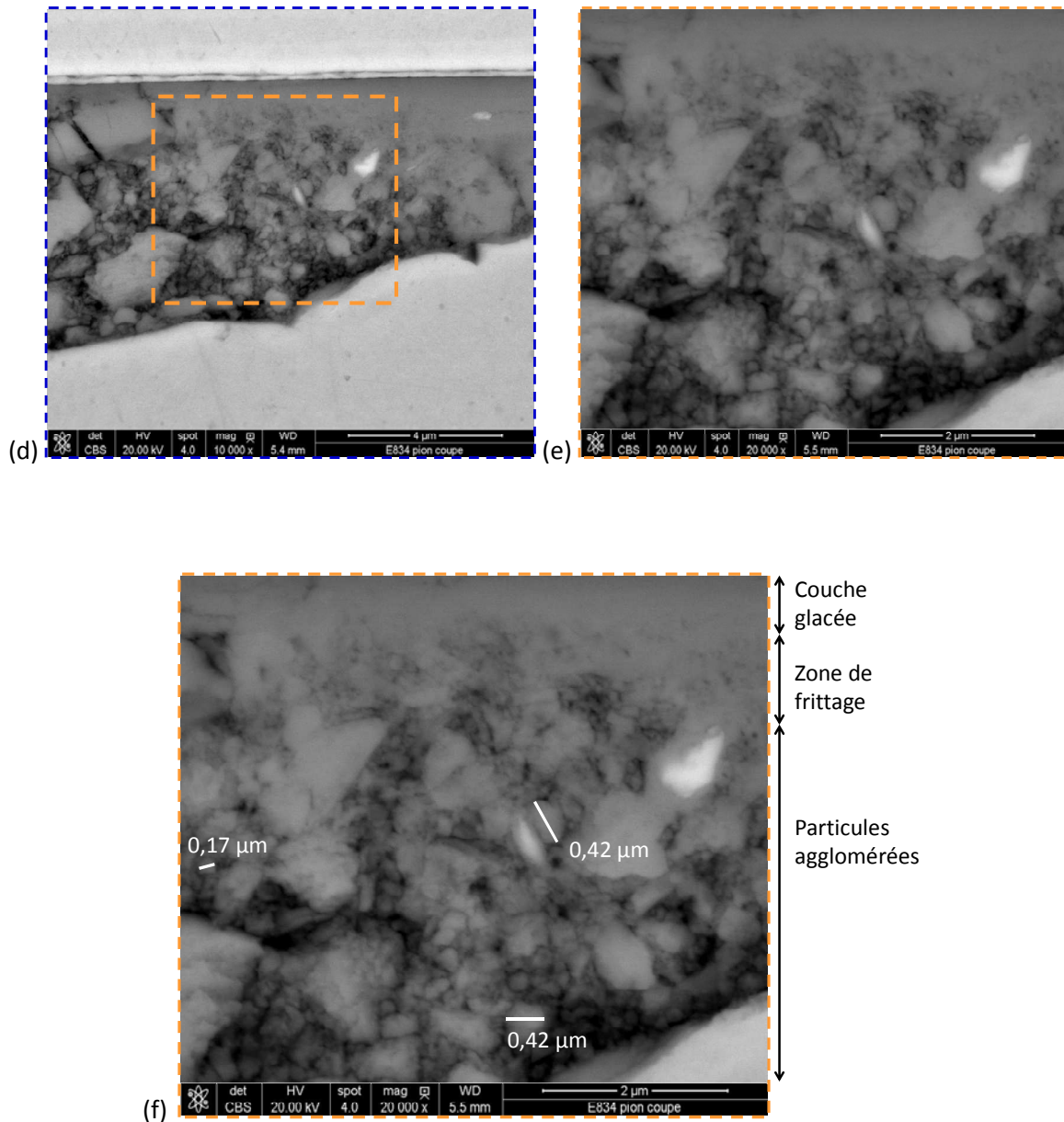


Figure 81 : Observations MEB : (a) et (b) En surface d'un pion après 10 s de frottement ; (c), (d), (e) et (f) : En coupe de la couche glacée présente au niveau d'une indentation.

A partir de la Figure 82 nous pouvons voir que des particules métalliques peuvent venir s'immiscer dans la couche glacée comme c'est le cas sur cette observation d'une indentation en coupe après 10 s de frottement. Compte-tenu de l'homogénéité de la couche glacée autour de cette particule métallique, nous pouvons supposer qu'il s'agit en réalité d'une particule métallique oxydée, dont la couche externe d'oxyde se serait frittée avec les particules adjacentes pour donner lieu à une couche compacte d'oxyde.

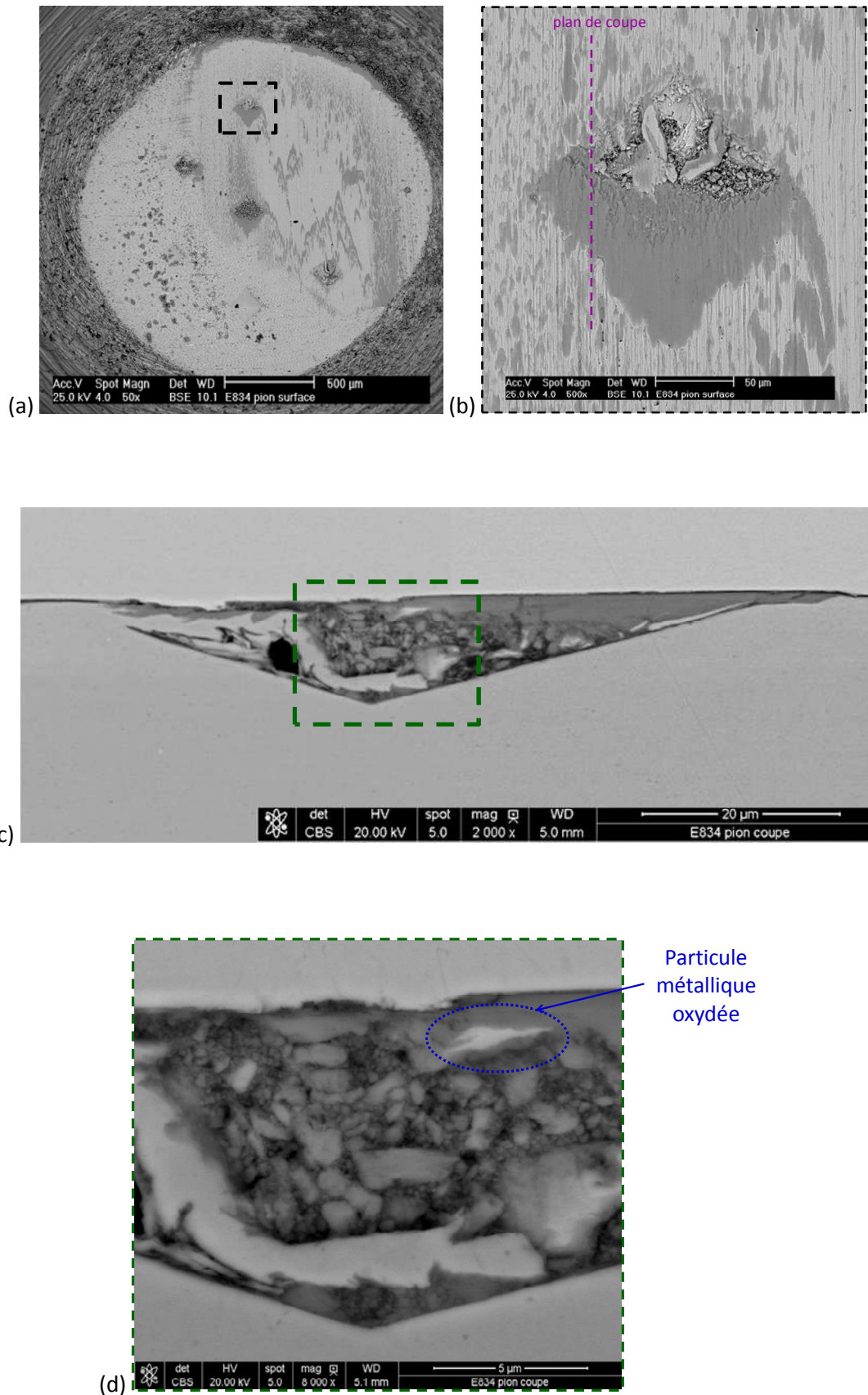


Figure 82 : Observations MEB : (a) et (b) En surface d'un pion après 10 s de frottement ; (c) et (d) En coupe de l'indentation donnée en (b) dans laquelle apparaît une couche glacée contenant une particule métallique.

Au niveau des indentations, il est donc possible de déterminer la transition entre les particules agglomérées et les particules frittées (Figure 81f) c'est-à-dire la limite entre la couche glacée en extrême surface et le lit de particules qui contribue à sa formation. De manière générale, l'épaisseur de la couche glacée au niveau des indentations varie entre 1,6 et 5,5 μm pour toutes les durées d'essai. Cependant, les valeurs les plus élevées concernent les essais de 120 s ; lorsque le temps de frottement est de 10 ou 20 s alors l'épaisseur maximale atteinte par la couche glacée est de 4,7 μm .

Nous constatons donc qu'une couche glacée peut se former en extrême surface des indentations où des particules se font piéger. Il faut noter qu'une couche glacée peut aussi se former en surface du pion hors indentations lorsque la durée d'essai est supérieure ou égale à 20 s. Or, lorsque les observations sont réalisées dans ces zones non indentées, nous ne constatons pas d'agglomération de particules sous la couche glacée. La moyenne de cette épaisseur ainsi que la valeur maximale pouvant être atteinte localement sont données en fonction de la durée d'essai dans le Tableau 16. L'épaisseur de la couche glacée après 20 s d'essai est plus faible que celle mesurée après 60 ou 120 s de frottement, qui, pour ces deux temps de frottement, est équivalente. Il faut noter que la couche glacée n'est pas uniformément répartie en surface des pions, de plus les coupes permettant les mesures sont aléatoires, l'épaisseur moyenne donnée n'est donc qu'une estimation de l'épaisseur de la couche glacée qui se trouve en réalité en surface des pions. Pour ce qui est de l'épaisseur maximale pouvant être atteinte localement, elle ne semble pas affectée par la durée de l'essai. Ces zones où l'épaisseur de la couche glacée est plus importante que la moyenne doivent être le résultat de variations topographiques au niveau de la surface du pion ou d'instabilités de contact.

Durée d'essai (s)	20	60	120
Epaisseur moyenne de la couche glacée (μm)	1,2	2	2
Epaisseur maximale locale de la couche glacée (μm)	4	2,8	3,8

Tableau 16 : Mesures de l'épaisseur de la couche glacée en fonction de la durée d'essai.

Enfin, il est difficile, hors zones indentées, de voir la transition entre particules agglomérées et la couche glacée à proprement parler. Cette différence par rapport à la couche glacée présente dans les indentations est sûrement due au fait que les particules piégées au fond des indentations se trouvent plus éloignées de la zone de contact que celles à la surface des pions, elles ne subissent donc pas les mêmes contraintes, qui ne sont alors pas suffisamment élevées pour permettre leur frittage. Au contraire, en surface du pion hors indentations, les particules sont frittées plus facilement puisqu'elles sont en contact permanent avec la surface de l'antagoniste.

II.4 Formation de particules d'oxyde

De la même manière que pour l'étape de formation des particules métalliques, la formation de particules d'oxyde est due au cisaillement plastique et à la rupture d'une couche d'oxydes. Dans notre cas, cette couche est en réalité une couche glacée qui se trouve en surface des pions. Sa déformation plastique et sa rupture ont pu être observées et ces observations sont décrites ci-après.

II.4.1 Le cisaillement plastique de la couche glacée

Sur l'observation présentée en Figure 83a, nous pouvons voir que la couche glacée en surface du pion après 120 s d'essai s'est fortement déformée, ce qui se traduit par des fronts d'écoulement plastique. Cette observation montre en effet une zone totalement oxydée avec une couche externe (couche glacée) au-dessus du substrat oxydé du pion (limite entre ces deux zones représentée en rouge sur la figure). Cette couche d'oxyde déformée a une épaisseur d'environ 1,4 μm comme le définit le profil présenté en Figure 83d réalisé à partir des mesures topographiques, et dont la position de mesure est donnée sur la Figure 83c.

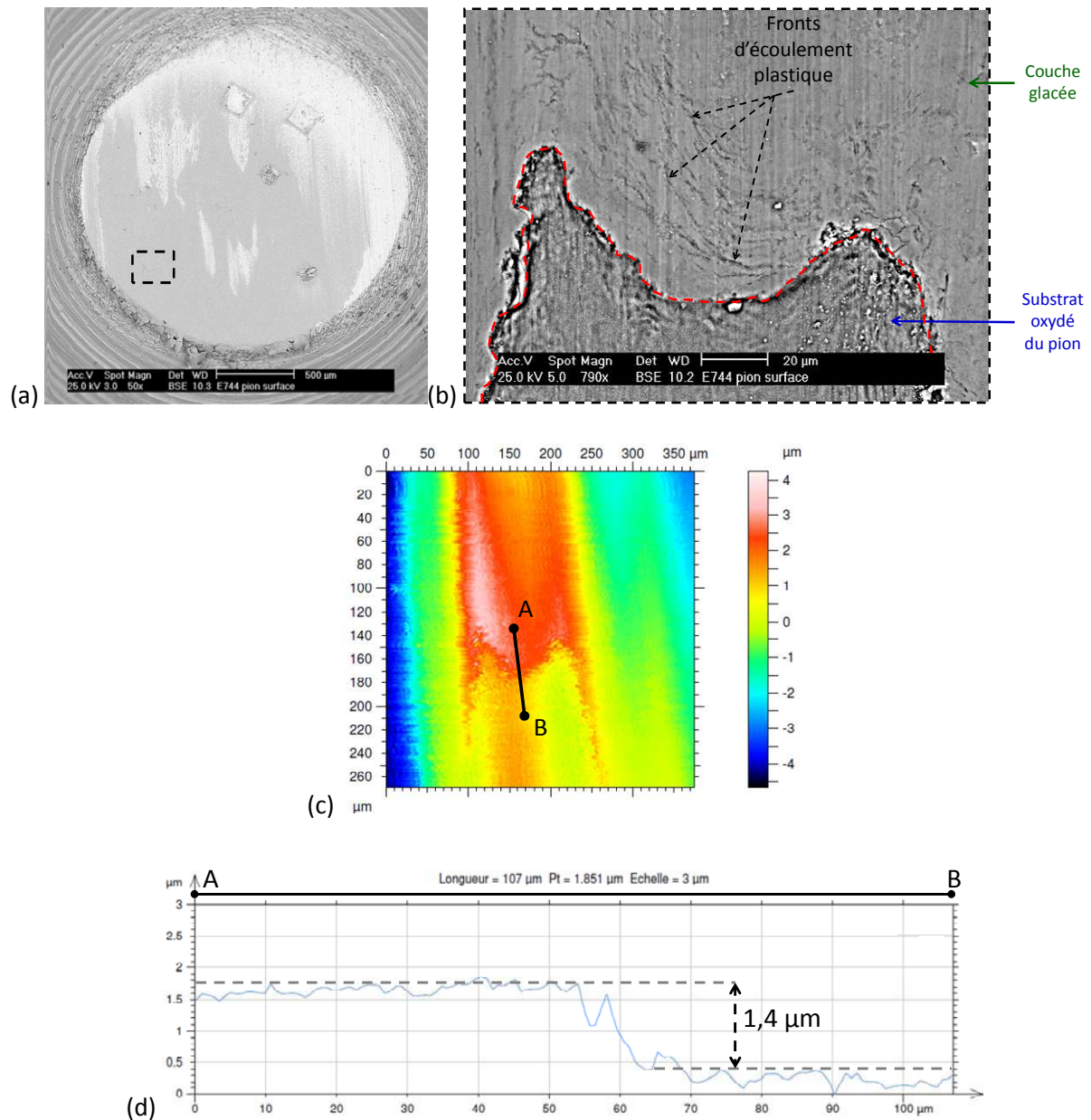


Figure 83 : (a) et (b) Observations MEB de la couche glacée déformée en surface du pion après 120 s de frottement ; (c) Représentation de la zone (b) par les mesures topographiques ; (d) Profil de l'épaisseur de la couche glacée déformée à la surface du pion.

Pour ce qui est de la Figure 84, on peut y voir la délamination (structure en feuillets) par écoulement de la couche glacée en sortie du pion. Cette délamination est facilitée du fait qu'il n'y ait plus d'obstacle pour l'écoulement de la matière compte-tenu de la géométrie du pion. Cette zone délaminée est intéressante de par ses dimensions puisque nous avons pu observer que des écoulements de l'ordre de 350 μm se sont produits en seulement 20 s de frottement. L'intérêt de cette micrographie est aussi de voir la superposition de petites languettes déformées les unes par rapport aux autres ce qui traduit leur empilement, et indiquerait une similitude avec les microlanguettes de métal observées précédemment dans les indentations.

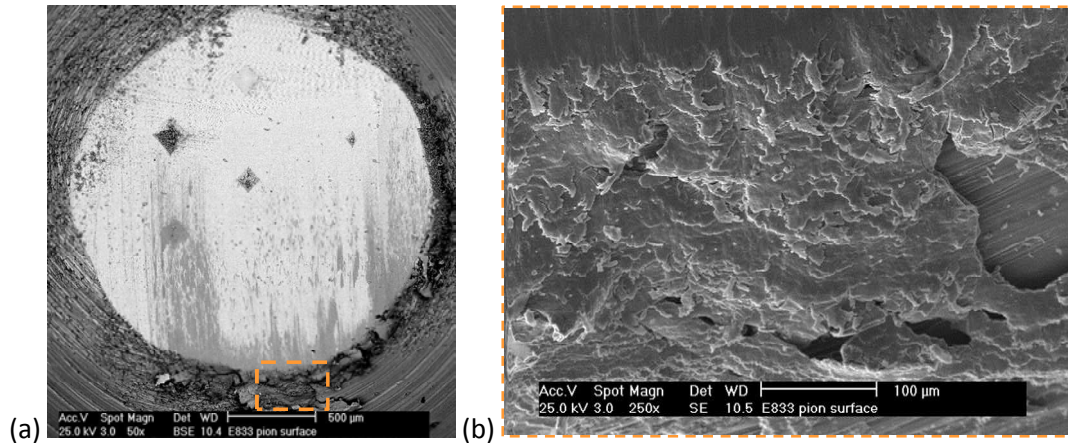


Figure 84 : Observations MEB de la très forte déformation plastique de la couche glacée en sortie du pion après un essai de 20 s.

Un exemple de forte déformation plastique observée en sortie du pion après 120 s de frottement est montré sur la Figure 85b, qui représente une coupe du pion. Sur cette micrographie nous pouvons voir une languette métallique déformée sur plus de 100 μm . L'épaisseur de cette languette à son point de départ est d'environ 2,7 μm ce qui correspond à celle observée dans les sections précédentes au niveau de l'entrée des indentations. Cette languette métallique est recouverte d'une couche glacée d'oxyde, c'est-à-dire que la forte déformation plastique de la couche glacée observée sur la Figure 84 se traduit en réalité par une forte déformation d'une languette métallique en sortie du pion, laquelle présenterait à sa surface une couche d'oxyde.

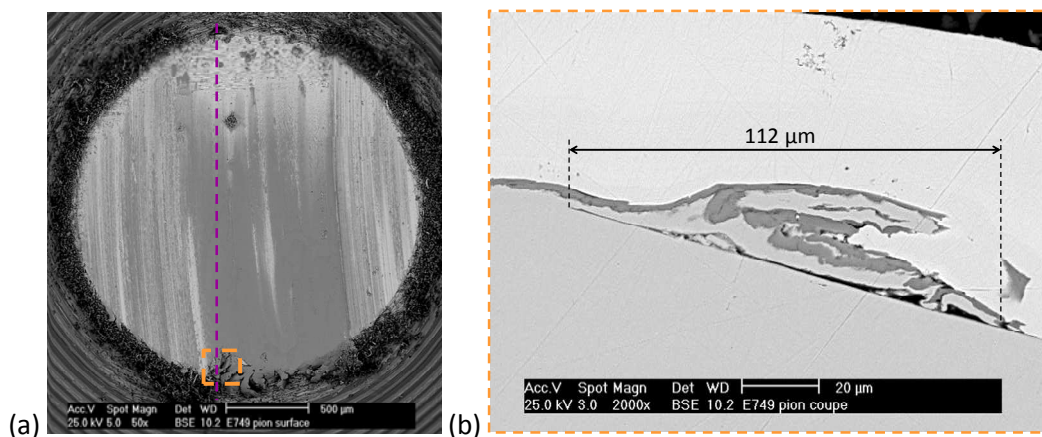


Figure 85 : Observations MEB de la forte déformation plastique en sortie d'un pion après un essai de 120 s.

Pour ce qui est de la Figure 86, celle-ci met en évidence la superposition de deux couches glacées, qui s'écouleraient l'une par rapport à l'autre. Les relevés profilométriques réalisés à l'endroit de cette superposition ont permis de mesurer l'épaisseur de ces différentes couches. Ainsi, comme nous le montre la Figure 86c, la couche externe a une épaisseur de 1 μm et la couche interne a elle une épaisseur de 2 μm environ. Au total, l'épaisseur de la couche glacée pourrait donc être d'environ 3 μm en sortie du pion après 60 s de frottement.

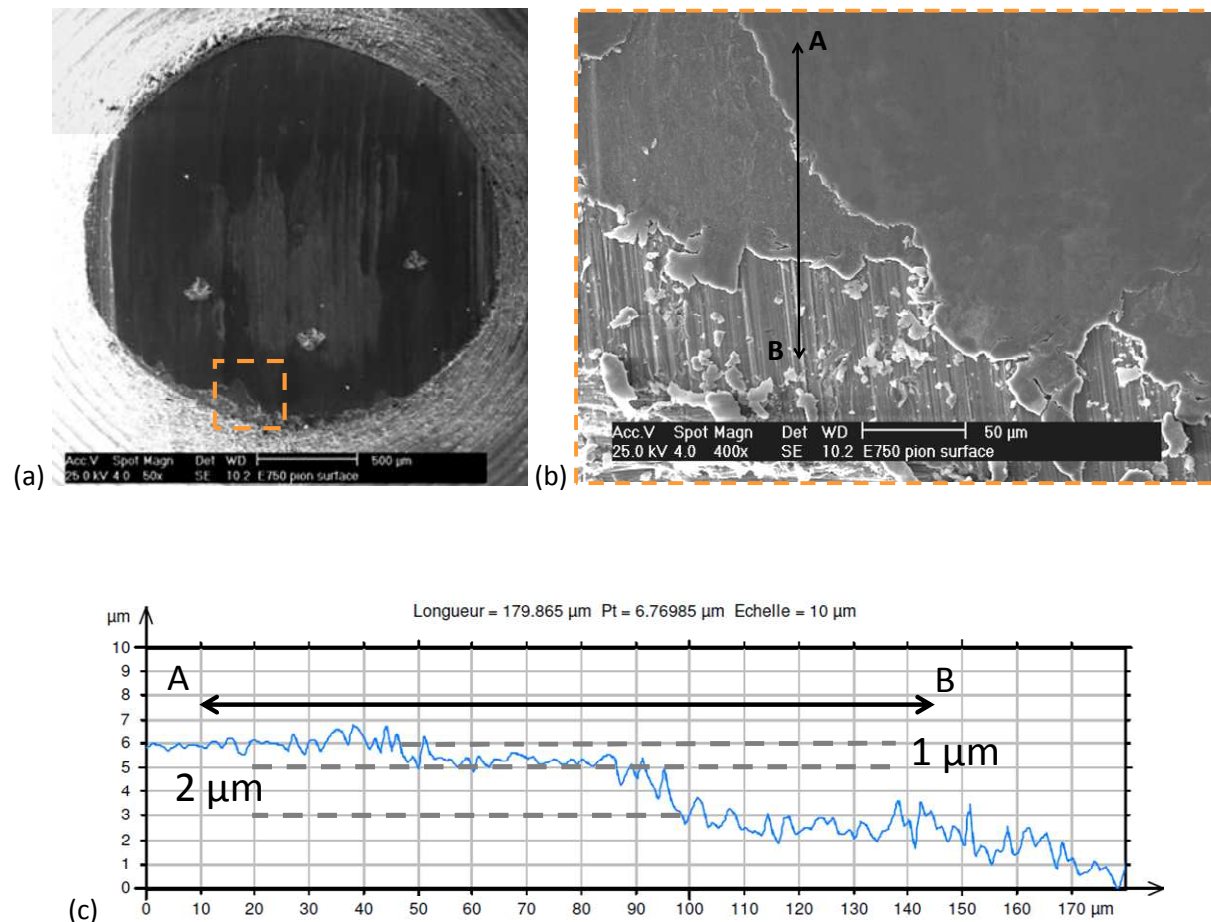


Figure 86 : (a) et (b) Observations MEB d'une couche glacée bicouches présente en surface d'un pion après un essai de 60 s ; (c) Profilométrie de cette couche glacée obtenue à partir des mesures topographiques.

II.4.2 La rupture de la couche glacée

Nous avons vu précédemment que la couche glacée pouvait se déformer très fortement. Lorsque celle-ci atteint sa déformation maximale, elle va alors se rompre pour former des particules d'oxyde. Sur la Figure 87, qui représente une zone en sortie de pion après 120 s de frottement, nous pouvons voir que la couche d'oxyde s'est rompue puisqu'elle laisse apparaître le substrat métallique (partie blanche) sur lequel elle s'est déformée. Ici, l'écart entre les deux parties de la couche glacée est d'environ 30 μm et la fissure s'étend sur près de 130 μm .

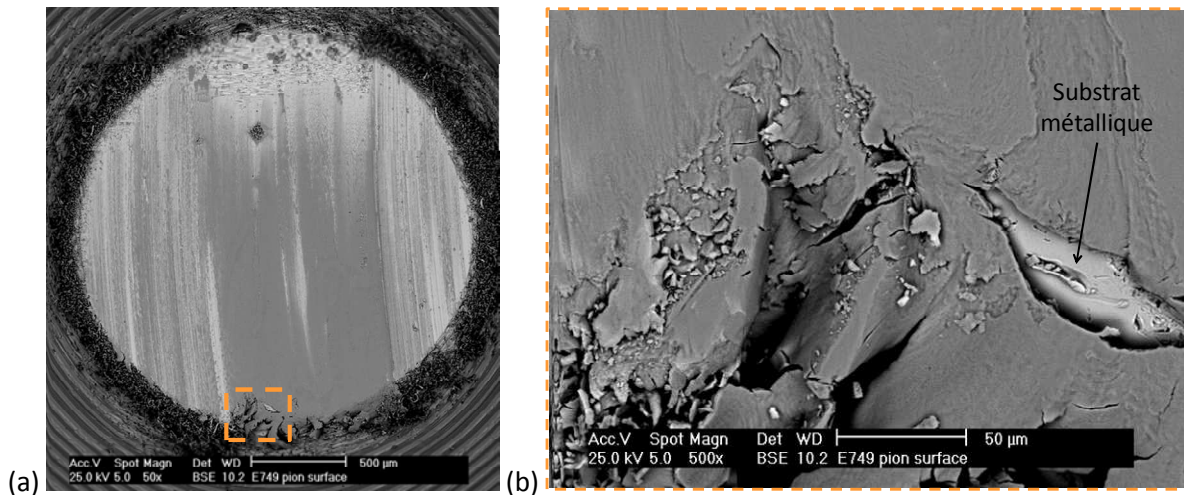


Figure 87 : Observations MEB de la rupture de la couche glacée en surface d'un pion après 120 s de frottement.

Nous pouvons donc penser que ce type de rupture peut se produire au niveau de la couche glacée dès lors qu'elle atteint sa déformation plastique maximale. Dès lors que cette rupture a lieu, des particules d'oxyde du pion interviennent alors dans le débit interne de troisième corps.

En conclusion de cette partie, nous avons observé différents phénomènes en surface du pion qui conduisent à la stabilisation du contact. Dès que l'essai de frottement démarre, l'extrême surface du substrat métallique du pion se déforme puis se rompt, ce qui mène à la formation de particules métalliques. Celles-ci s'oxydent très rapidement dans le contact (< 5 s), puis elles se déforment en surface du pion. Cette déformation, combinée à la formation de chevrons oxydés conduit à la formation d'une couche glacée en surface du pion hors des zones indentées. A l'intérieur des indentations, des particules de troisième corps sont piégées et lorsque leur épaisseur atteint la surface du pion alors des couches glacées se forment en extrême surface. Ces dernières sont ensuite déformées et elles peuvent se rompre ce qui mène à la formation de particules d'oxyde.

Les particules de troisième corps qui sont créées dans le contact ont ainsi été identifiées, il s'agit de particules provenant du pion qui sont de trois types :

- ✓ Métallique ;
- ✓ Métallique oxydée ;
- ✓ Oxyde.

La Figure 88, qui présente une indentation en coupe après 20 s de frottement confirme la présence de ces trois types de particules qui circulent dans le contact, et qui ont ici été piégées dans une indentation.

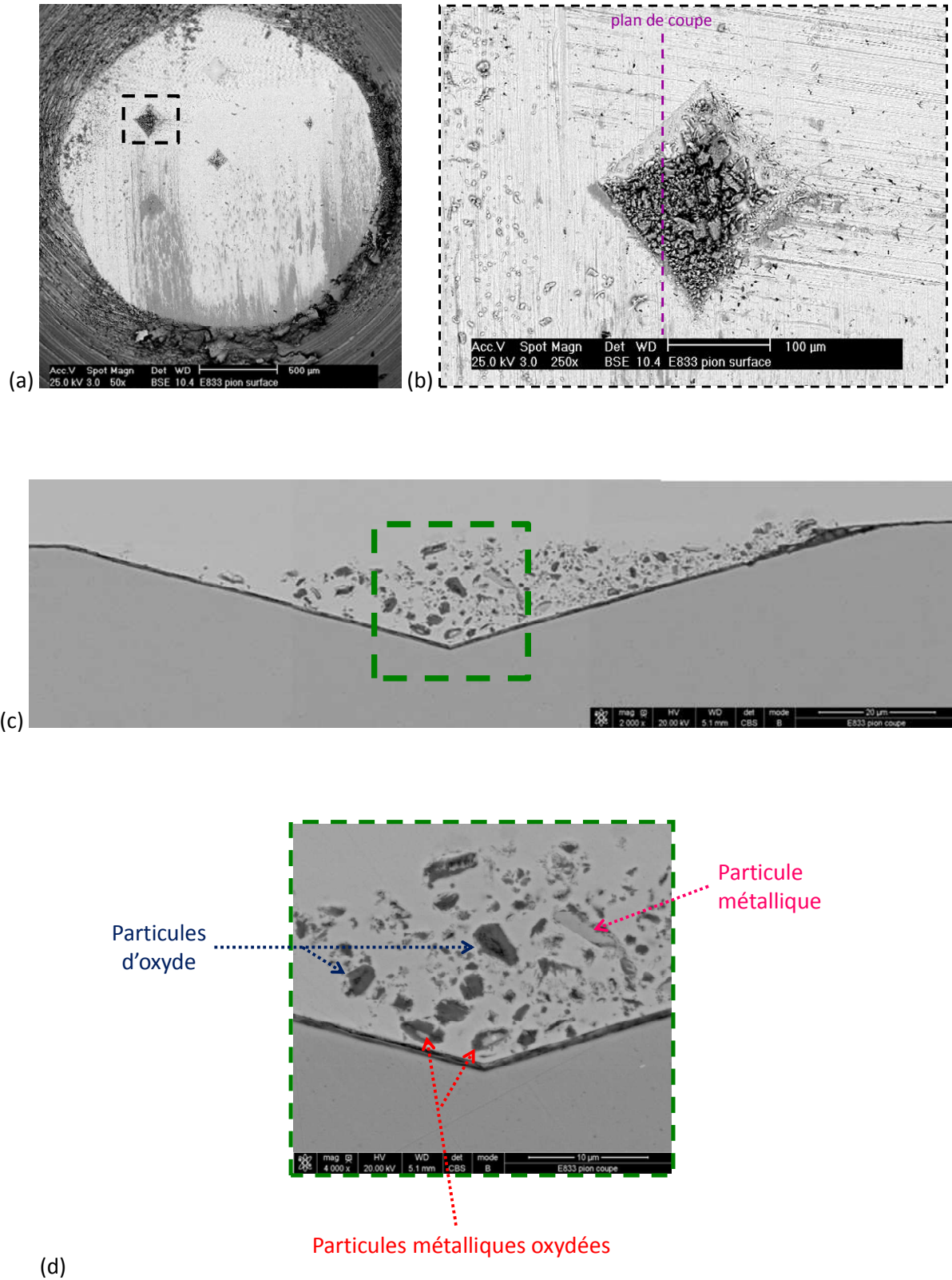


Figure 88 : Observations MEB : (a) et (b) En surface d'un pion après 20 s de frottement ; (c) et (d) En coupe d'une indentation remplie des trois types de particules de troisième corps issues du pion.

Après avoir étudié les phénomènes qui se sont produits à la surface des pions pendant les essais, nous allons nous concentrer sur les observations microscopiques effectuées à la surface des disques.

III Identification des phénomènes tribologiques à la surface du disque

Pour chaque durée d'essai (5, 10, 20, 60 et 120 s) la surface d'un disque a été observée au MEB. Pour rappel, la trace d'usure présente en surface du disque a été étudiée en quatre zones afin d'avoir des informations globales. De plus, les observations présentées par la suite ont toutes été réalisées en mode SE (contraste topographique) puisque la surface entière du disque est oxydée, le mode BSE (contraste chimique) n'apporte donc aucune information complémentaire.

Au niveau de la trace d'usure, deux phénomènes principaux ont été observés : il s'agit de l'usure de l'oxyde superficiel et de la formation localisée de couches glacées. Chacun de ces phénomènes est décrit par la suite.

III.1 Usure de l'oxyde superficiel

Avant chaque essai de frottement, le disque est préoxydé et il se forme alors à sa surface une couche d'oxydes de fer, appelée calamine, qui est composée de wüstite, de magnétite et d'hématite. Cette dernière est la couche en extrême surface, c'est donc elle qui prend en charge le frottement et accommode la différence de vitesse. D'après la Figure 89 qui présente des micrographies d'un disque après 60 s de frottement hors trace d'usure et dans la trace d'usure, il semble que l'hématite soit usée en extrême surface. En effet, cette couche a une croissance colonnaire que l'on retrouve quelles que soient les zones observées : non frottée (Figure 89a) ou frottée (Figure 89b). Cependant, l'extrême surface de ces colonnes est différente selon qu'il y a eu frottement ou non. Il semble que dans le premier cas, l'hématite ait été endommagée et l'extrême surface des colonnes d'hématite présentes dans les zones non frottées ne sont plus visibles dans les zones frottées.

Par contre, à partir des mesures données sur la Figure 89c et la Figure 89d, nous pouvons remarquer que les dimensions des colonnes sont du même ordre de grandeur ce qui signifie que les colonnes d'hématite en elles-mêmes n'ont pas été affectées par le frottement. Ces caractéristiques laissent supposer que les bases des colonnes d'hématite ont pu se déformer élastiquement pendant les essais tandis qu'à leur extrême surface, les sommets ont été déformés de manière plastique ce qui a conduit à leur usure superficielle. Ce phénomène d'usure de l'hématite superficielle a été vu quelle que soit la durée d'essai, aussi bien à 10 s qu'à 120 s (Figure 90). Il semble également que la distance entre chacune des colonnes ait diminué après frottement, ce qui signifierait que les sommets des colonnes se sont en partie écoulés.

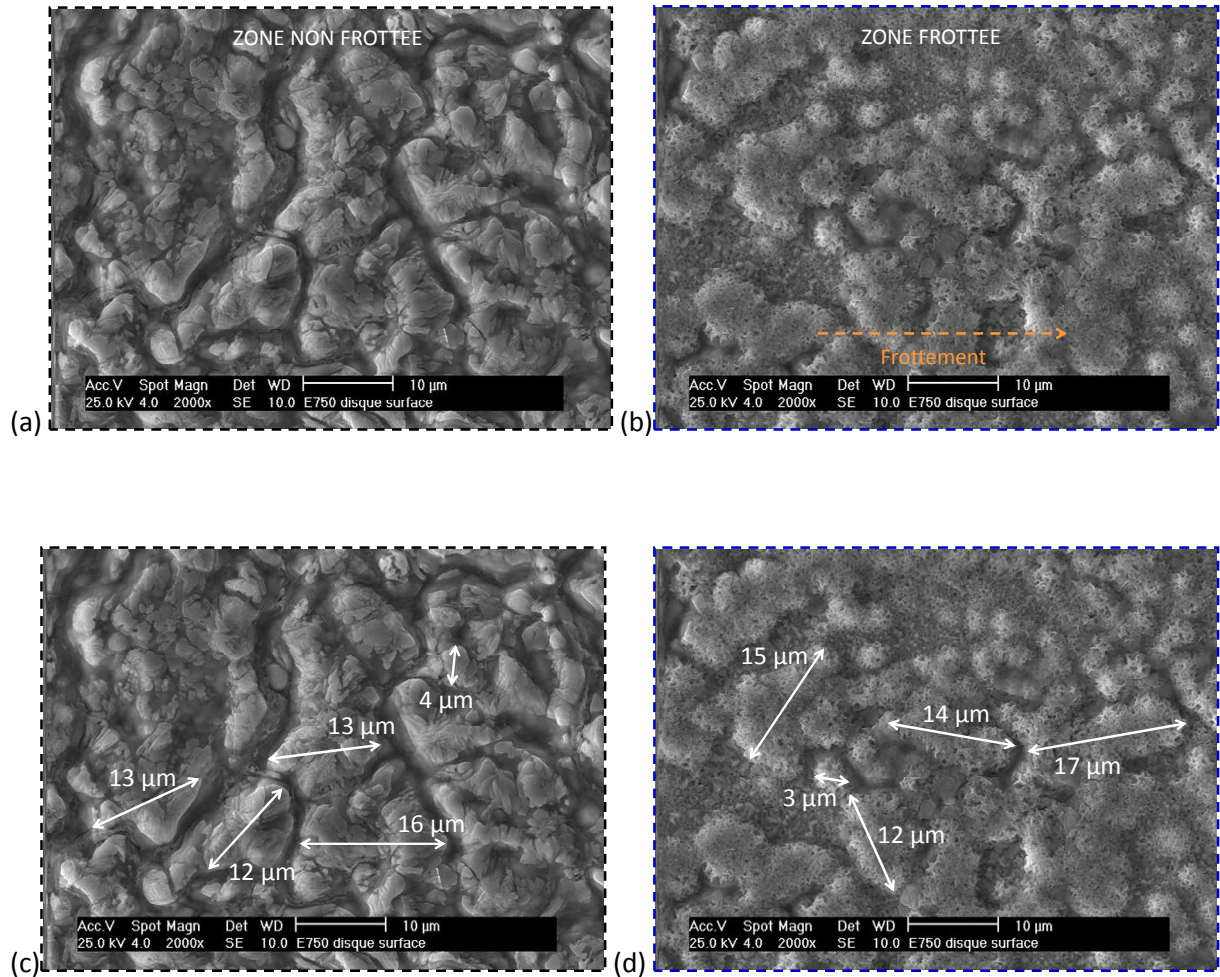


Figure 89 : Observations MEB de la surface d'un disque après un essai de 60 s : (a) Zone non frottée ; (b) Zone frottée avec usure de l'hématite superficielle ; (c) et (d) Mesures des colonnes d'hématite.

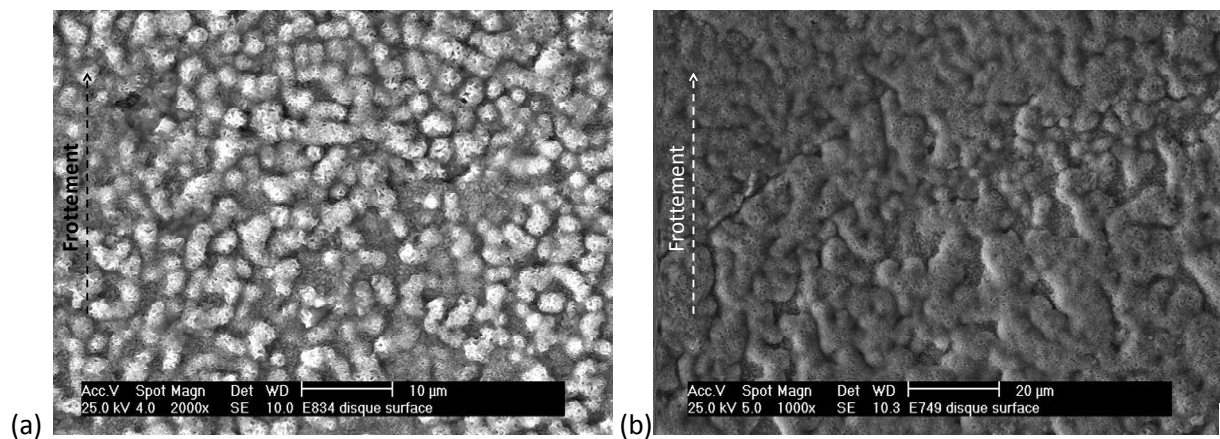


Figure 90 : Observations MEB de l'usure de l'hématite superficielle après : (a) 10 s de frottement ; (b) 120 s de frottement.

Les zones où le sommet des colonnes d'hématite semble avoir été usé sont les zones prédominantes dans les traces d'usure. En plus de ce phénomène, nous avons aussi observé dans les traces d'usure des disques des couches glacées localisées.

III.2 Formation de couches glacées

Le deuxième phénomène observé en surface des disques est donc la formation très localisée de couches glacées dans la trace d'usure. Ces couches ont été observées pour toutes les durées d'essai mais il semble que plus la durée de frottement est longue et plus elles sont nombreuses et couvrent une plus grande superficie, qui reste malgré tout faible par rapport à celle couverte par les zones où l'hématite superficielle est usée. De manière générale, lorsqu'une couche glacée est observée, il y a toujours à ses frontières des particules libres (Figure 91a). Des analyses EDS des zones (c) et (d) identifiées sur la Figure 91a sont données en Figure 91c et d. La composition de la particule analysée et celle de la couche d'oxydes compacte sont similaires ce qui permet de conclure que ce sont bien les particules situées autour de cette couche d'oxydes qui la constituent. De plus, les spectres EDS révèlent tous deux du chrome ce qui signifie que les particules présentes à la surface du disque sont des particules qui proviennent du pion et qui ont donc été transférées lors des essais sur le disque. A une exception près, observée dans la trace d'usure d'un disque après 5 s de frottement, toutes les particules transférées du pion vers le disque présente un caractère d'oxyde, ce sont donc soit des particules métalliques oxydées soit des particules d'oxyde.

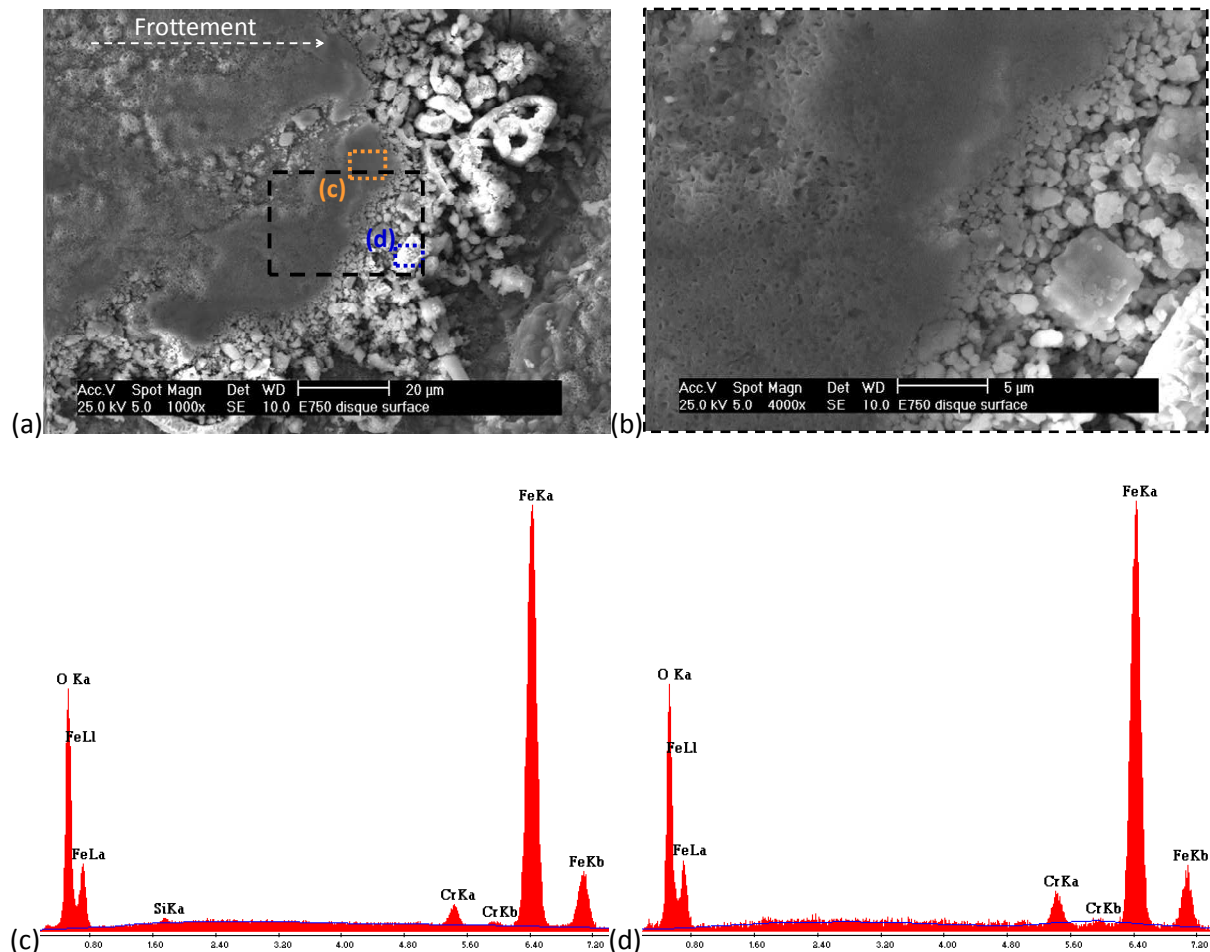


Figure 91 : (a) et (b) Observations MEB de l'agglomération de particules en surface d'un disque après un essai de 60 s ; (c) et (d) Analyses EDS correspondant aux points localisés sur la micrographie (a).

Il a été vu dans le chapitre 2 que la croissance naturelle de la couche d'oxydes de fer en surface du disque lui confère une topographie de surface non uniforme et qu'il y a donc des creux présents en surface du disque préoxydé. Ces creux naturels ont joué leur rôle de piège en captant les particules émises par le pion. Ainsi, celles-ci s'agglomèrent dans les creux, et lorsque l'épaisseur de ces particules atteint la surface du disque en contact avec le pion, alors ces particules se compactent et sont frittées, ce qui conduit à la formation localisée de couches glacées composées de particules du pion à la surface du disque.

Sur la Figure 92b, nous pouvons voir la transition entre les particules agglomérées et la couche glacée en limite de la trace d'usure d'un disque après 20 s de frottement. Les particules les plus proches de cette transition sont de taille micrométrique voire nanométrique (Figure 92c) comme c'était le cas pour les couches glacées observées à la surface du pion. Le mécanisme de formation des couches glacées à la surface du disque ressemble donc à celui qui se produit en surface du pion au niveau des indentations. Il semble que les pièges artificiels créés sur le pion (indentations) ou ceux naturellement présents sur le disque ont bien joué leur rôle par rapport aux particules de troisième corps qui ont ainsi été piégées et dont l'identification a été facilitée.

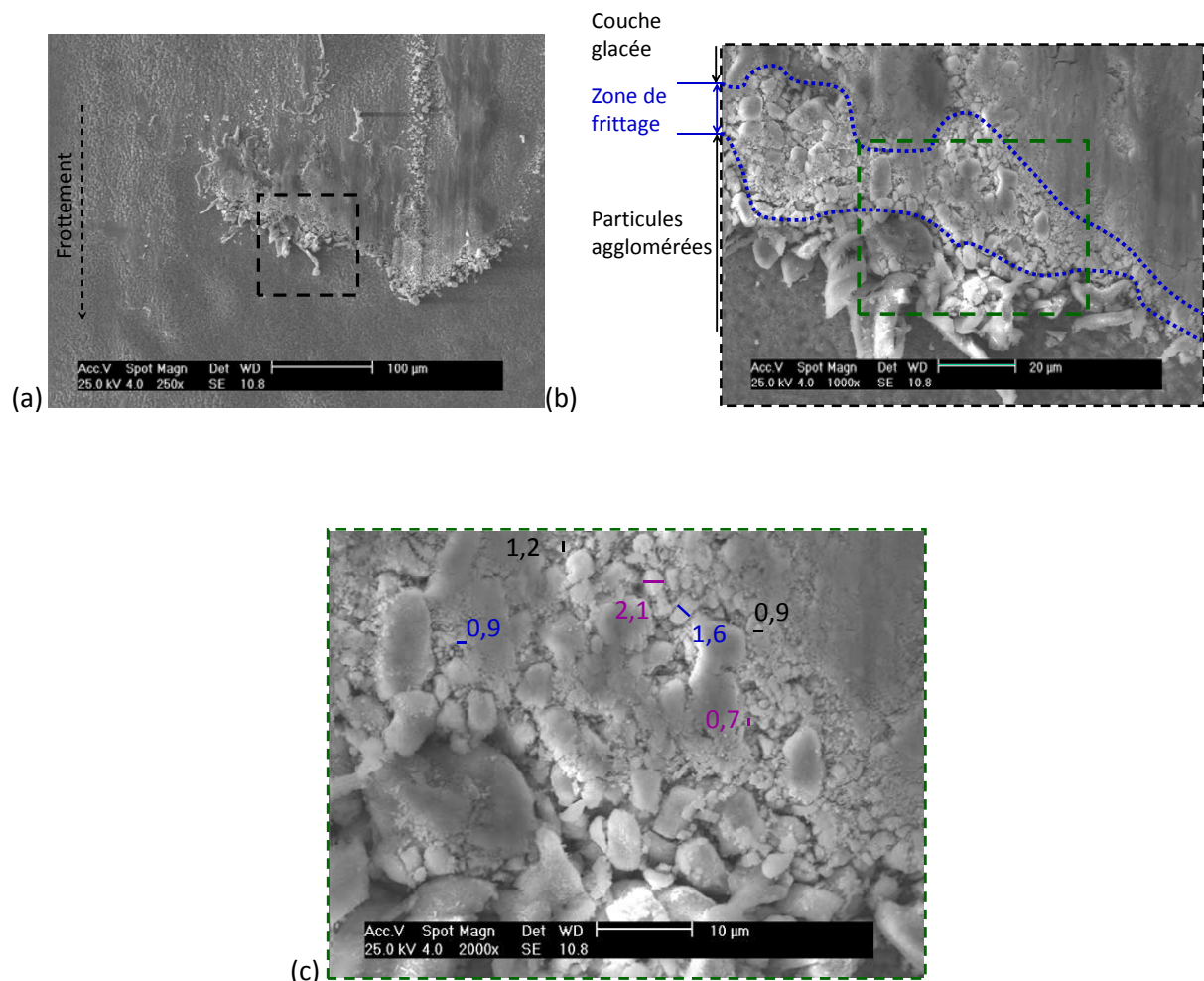


Figure 92 : Observation MEB d'une couche glacée et des particules transférées du pion sur le disque après un essai de 20s.

En conclusion, nous avons vu qu'il y a deux phénomènes qui se produisent à la surface du disque lors de la prise en charge du contact : l'usure de l'hématite superficielle de la couche d'oxydes de fer, et la formation de couches glacées à partir de particules du pion transférées vers le disque pendant le frottement. Ces deux phénomènes se produisent quasi-instantanément puisqu'ils sont observables après 5 s de frottement (Figure 93b).

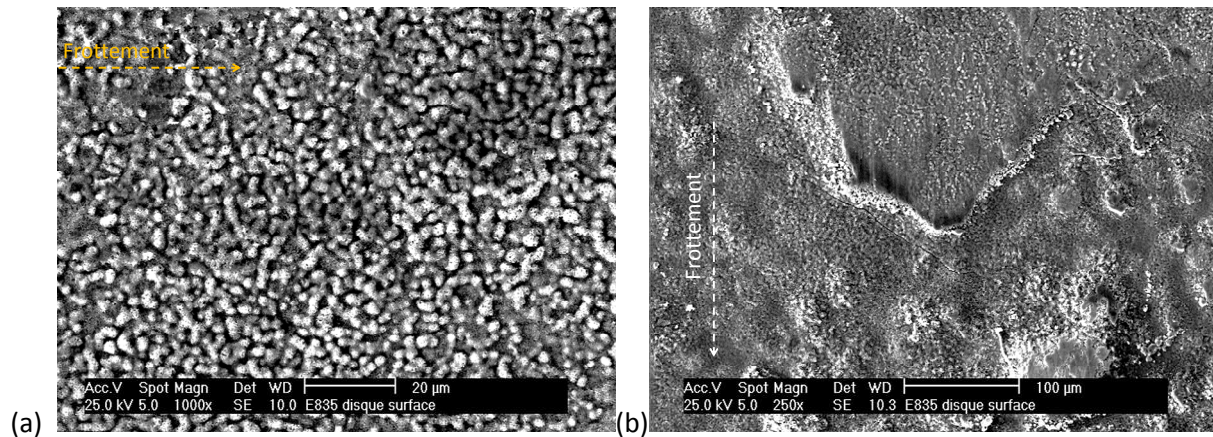


Figure 93 : Observations MEB après 5 s de frottement : (a) De l'usure superficielle de l'hématite ; (b) De la formation localisée de couches glacées.

Après avoir étudié le comportement tribologique macroscopique et microscopique de nos essais, nous avons vu que le contact se stabilise de manière très rapide. De plus, dès lors que des couches glacées composées de particules oxydées et/ou d'oxyde du pion sont formées à la surface du pion, l'accommodation de la différence de vitesse est prise en charge par celles-ci. Il semblerait donc que l'influence du troisième corps sur le contact soit important et que ce soit ce troisième corps qui permette d'accommoder la différence de vitesse entre les deux premiers corps.

Dans le but de valider cette hypothèse d'effet bénéfique du troisième corps sur le contact, nous avons décidé de réaliser des essais avec ajout d'un débit source externe de troisième corps.

IV Influence d'un débit source externe de troisième corps

Des essais avec ajout de particules artificielles d'oxyde dans le contact ont été réalisés dans le but de créer un débit source externe de troisième corps. L'objectif de ces essais est d'étudier l'influence des particules d'oxyde sur le frottement et la formation de la couche glacée. Pour cela, des particules d'oxyde artificielles de chrome Cr_2O_3 ont été ajoutées, à l'aide d'un tamis, de façon uniforme, exclusivement en surface du disque avant montée en température. Le choix de cet oxyde a été fait de manière à ce que sa composition prenne en compte la présence de chrome, élément important dans la composition chimique du pion, qui émet les particules oxydées et d'oxyde lors des essais « classiques » responsables de la formation des couches glacées. Une fois les particules d'oxyde

réparties à la surface du disque, les essais étaient ensuite effectués de la même manière qu'un essai « classique » sous les mêmes conditions : température de consigne de 900°C, charge normale appliquée de 40 N, vitesse de rotation du disque de 300 tr/min... La durée de frottement a été fixée à 60 s car nous avons vu lors des essais « classiques » que le contact était stabilisé à ce moment-là et nous ne voulions pas effectuer des essais plus courts afin de ne manquer aucune variation possible.

L'influence de l'ajout de ces particules d'oxyde est observable sur les courbes présentant l'évolution du facteur de frottement qui, par rapport aux essais « classiques » ne présentent que trois parties (Figure 94). La partie I peut, de la même manière que pour les essais présentés dans la première partie de ce chapitre, se diviser en deux parties :

- ✓ La partie Ia qui traduit une montée très rapide (0,3 s) vers un facteur de frottement maximal ($0,52 \pm 0,11$) ;
- ✓ La partie Ib qui correspond à une décroissance très rapide vers un facteur de frottement minimal ($0,35 \pm 0,04$ à 0,6 s).

La partie Ia est équivalente à celle observée lors des essais « classiques » mais la partie Ib est plus courte (0,6 s contre environ 2 s) c'est-à-dire que le pic de frottement maximal se produit pendant une durée réduite.

La différence principale avec les essais « classiques » présentés précédemment réside donc dans la stabilisation quasi-instantanée du facteur de frottement dans la partie II. En effet, après 0,6 s d'essai, le facteur de frottement ne semble quasiment plus évoluer. En ce qui concerne la valeur moyenne du facteur de frottement, elle est de ($0,37 \pm 0,02$) c'est-à-dire qu'elle est du même ordre de grandeur que celle obtenue lors des essais sans ajout de particules artificielles d'oxyde ($0,34 \pm 0,04$). Il semblerait donc que l'ajout de particules artificielles permettent de stabiliser le contact beaucoup plus rapidement que lorsque les particules sont créées naturellement, mais la valeur du facteur de frottement, quant à elle, n'est pas influencée par ces particules artificielles. Les particules d'oxyde ainsi ajoutées ont donc un effet positif sur l'évolution du facteur de frottement qui se stabilise quasi-instantanément, après seulement 3 tours du disque, soit une distance de frottement de l'ordre de 236 mm (stabilisation après 9817 mm dans le cas des essais « classiques »).

Cette stabilisation très rapide du contact peut s'expliquer du fait que le troisième corps était déjà présent initialement. Les surfaces des premiers corps n'ont donc pas eu à accommoder la différence de vitesse via la production de particules. Le temps nécessaire pour former le troisième corps dans le cas des « essais classiques » est donc nul ici.

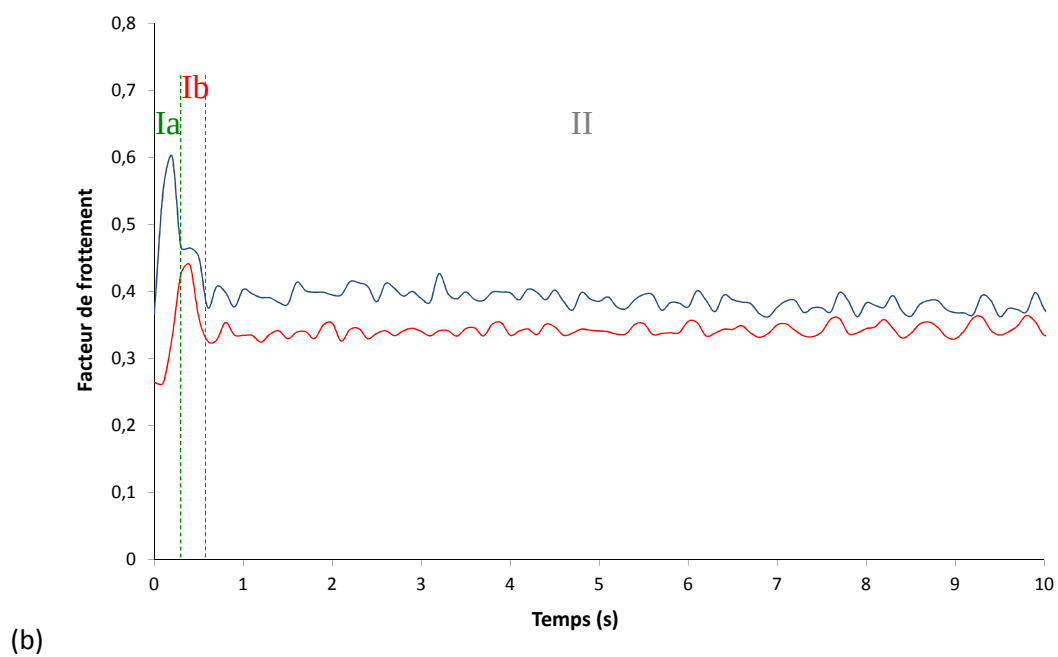
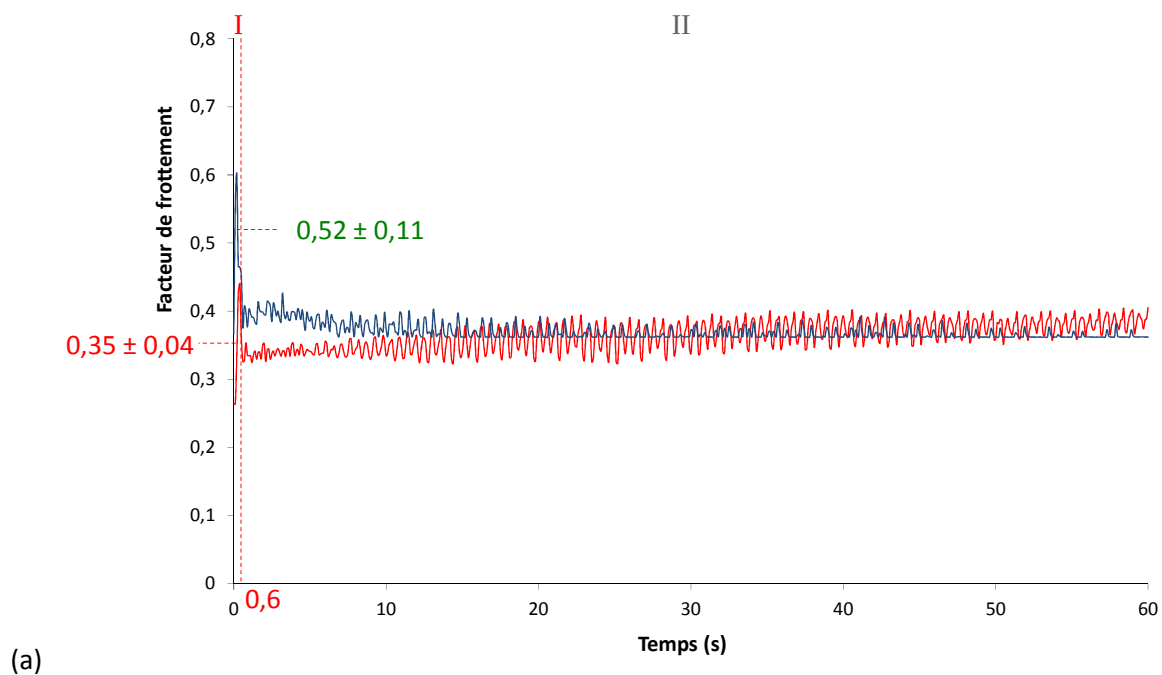


Figure 94 : Evolution du facteur de frottement lorsque des particules artificielles d'oxyde sont ajoutées au contact : (a) Pendant les 60 secondes de l'essai ; (b) Pendant les 10 premières secondes de frottement.

A partir des valeurs de l'effort tangentiel mesurées lors des essais tribologiques, la puissance dissipée dans le contact a été calculée pour les essais avec ajout de particules artificielles d'oxyde de la façon suivante :

$$P(t) = F_T(t) \cdot v \quad (\text{Equation 40})$$

avec P la puissance dissipée, F_T la force tangentielle et v la vitesse de rotation du disque.

Ces valeurs sont données dans le Tableau 17 dans lequel apparaissent également les valeurs calculées à partir de cette équation pour les essais « classiques ». Avec cette méthode de calcul, la puissance dissipée estimée est légèrement plus faible qu'avec la méthode utilisée dans le paragraphe I.2.1 du chapitre 3, mais reste du même ordre de grandeur. Cette différence peut s'expliquer du fait que la méthode de calcul par quadrature de l'énergie puis d'une puissance moyenne aurait tendance à lisser les résultats.

D'après ces données, il semble que la puissance dissipée dans le contact soit fortement influencée par la présence, ou non, d'un troisième corps artificiel. En effet, dans le cas où un débit source externe est activé alors la puissance dissipée est moindre. Cette diminution de la puissance dissipée dans le cas où un troisième corps artificiel est introduit dans le contact pourrait expliquer la relation entre la formation de troisième corps et la stabilisation du contact. En effet, il apparaît que lorsque le troisième corps est déjà formé, la puissance dissipée est très faible et le contact se stabilise quasi-instantanément. Au contraire, dans le cas des essais « classiques », le troisième corps est formé naturellement pendant le frottement. Cette formation de troisième corps se traduit par une forte puissance dissipée, et la stabilisation du contact nécessite alors plus de temps.

Cependant, il semble qu'après stabilisation du contact (≈ 25 s dans le cas des essais « classiques »), la puissance dissipée dans le contact n'évolue que très peu. La présence d'une couche glacée en surface du pion ne paraît donc pas avoir une influence sur la puissance dissipée.

Temps (s)	5	10	20	30	50	60
Puissance moyenne dissipée dans les essais « classiques » (W)	4,39	4,58	4,61	4,78	4,47	4,54
Puissance moyenne dissipée dans les essais avec ajout de particules artificielles d'oxyde (W)	0,96	0,88	0,83	0,83	0,87	0,89

Tableau 17 : Valeurs de la puissance moyenne dissipée dans les essais "classiques" et dans les essais avec ajout de particules artificielles d'oxyde à partir de l'équation 40.

Enfin, pour compléter cette analyse macroscopique, des observations microscopiques ont été réalisées sur un des pions ayant frotté lors de la création d'un débit source externe de particules d'oxyde de chrome Cr_2O_3 . Il faut noter que sur ces observations, la direction de frottement est légèrement en biais (comme représenté sur la Figure 95a). En effet, lors de la mise en place manuelle du pion avant essai tribologique, il semblerait que celui-ci ait été positionné avec quelques degrés d'écart par rapport aux pions observés dans la partie précédente.

Les premières constatations que l'on peut faire à partir de l'observation globale de la surface du pion (Figure 95) sont :

- ✓ Le pion n'a frotté que sur la deuxième moitié de sa surface, ce qui n'est pas inhérent à l'ajout de particules mais probablement à des instabilités de contact ;
- ✓ Toutes les indentations sont remplies, même celles présentes au niveau de la partie non frottée. Cette différence avec les « essais classiques » est due au débit interne de troisième corps qui est plus important du fait de la création d'un débit source externe.

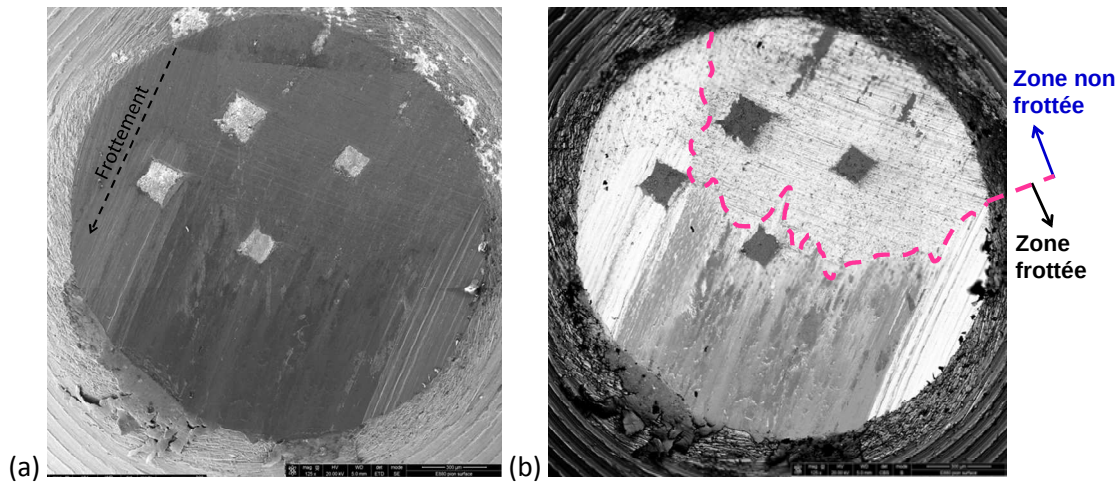
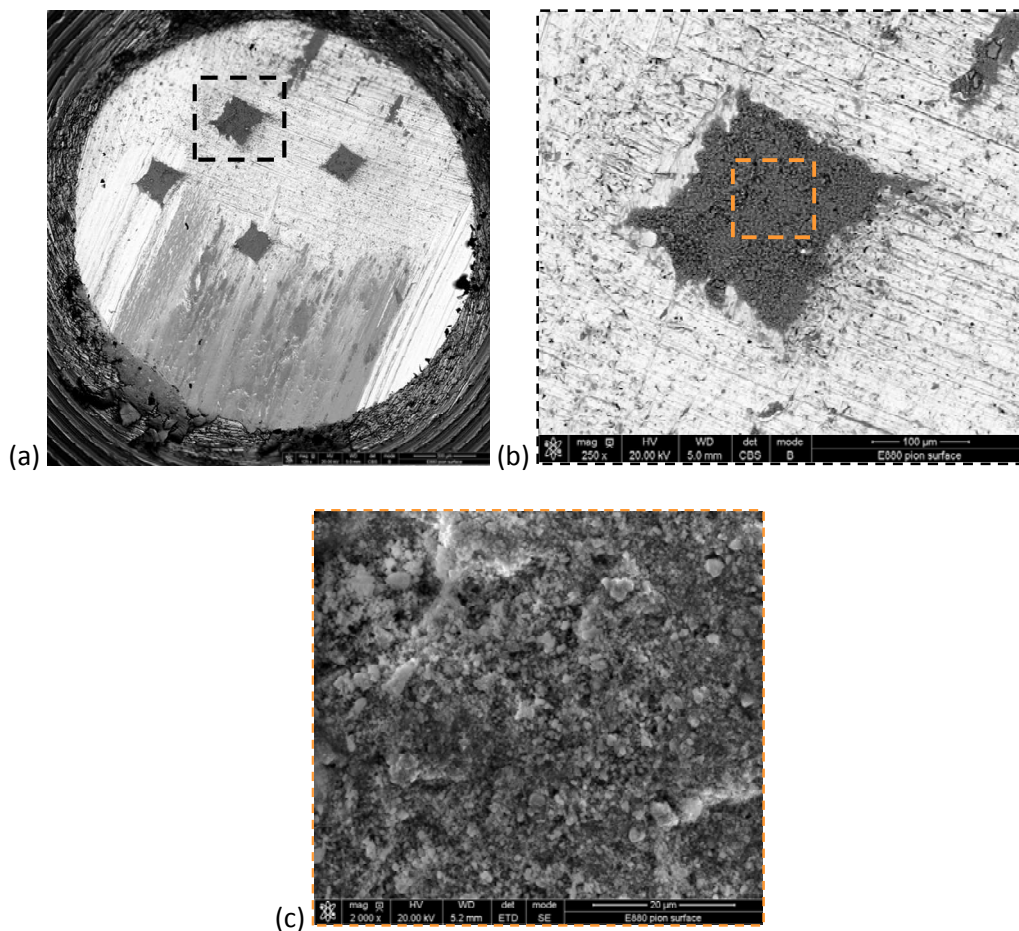


Figure 95: Observations MEB de la surface d'un pion après 60 s d'essai lors d'ajout de particules artificielles d'oxyde de chrome : (a) En mode SE ; (b) En mode BSE.

La Figure 96b présente quant à elle une indentation remplie de particules d'oxyde (grises à cause du mode BSE) qui semblent s'être simplement agglomérées mais qui n'ont pas été déformées en extrême surface. Ces particules se sont faites piéger par l'indentation et le spectre EDS associé à l'ensemble de ces particules est donné en Figure 96d. D'après cette analyse qui présente uniquement du chrome et de l'oxygène, ces particules piégées sont les particules qui ont été ajoutées artificiellement dans le contact.



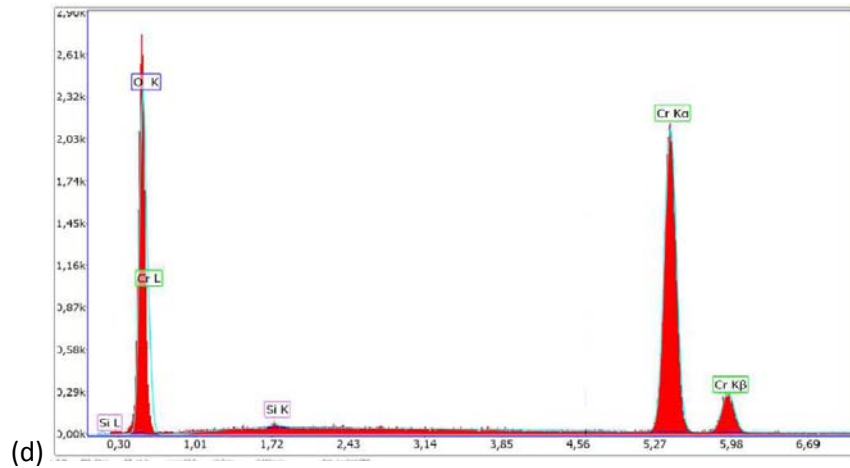


Figure 96 : (a), (b) et (c) Observations MEB d'un pion après 60 s de frottement et ajout de particules artificielles d'oxyde ;
(d) Spectre EDS des particules présentes dans l'indentation.

Nous avons également étudié le dépôt à caractère d'oxyde qui se trouve en entrée du pion (Figure 97b) et l'analyse EDS de ces particules a également révélé essentiellement du chrome et de l'oxygène (Figure 97c) ce qui signifie qu'il est aussi composé de particules ajoutées de manière artificielle. Pour rappel, cette zone n'a pas frotté mais les particules déposées à la surface du disque ont été transférées localement à la surface du pion.

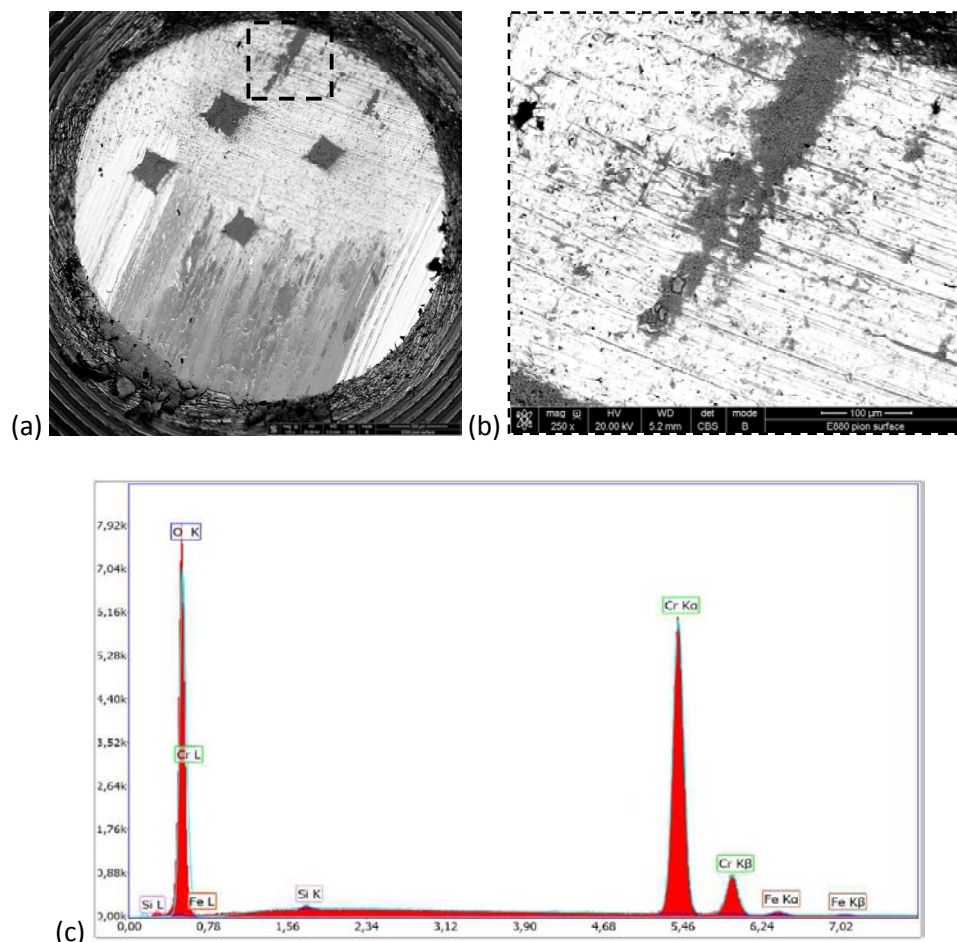


Figure 97 : (a) et (b) Observations MEB de la surface d'un pion après 60 s de frottement et d'une zone présentant un amas de particules ; (c) Analyse EDS des particules.

Pour ce qui est de la Figure 98, elle présente une agglomération de particules à la surface du pion qui semble être en partie adhérente. Une analyse EDS (Figure 98c) a aussi été effectuée et elle donne une composition de chrome, d'oxygène, mais également de fer dans une moindre mesure. Ces résultats indiquent qu'il s'agit donc d'un amas de particules ajoutées artificiellement qui reposent sur le substrat du pion riche en fer. D'après ces observations, nous avons donc vu que dès lors que des particules agglomérées mais présentant un caractère pulvérulent à la surface du pion ont été localisées, il s'agissait de particules d'oxyde ajoutées artificiellement dans le contact.

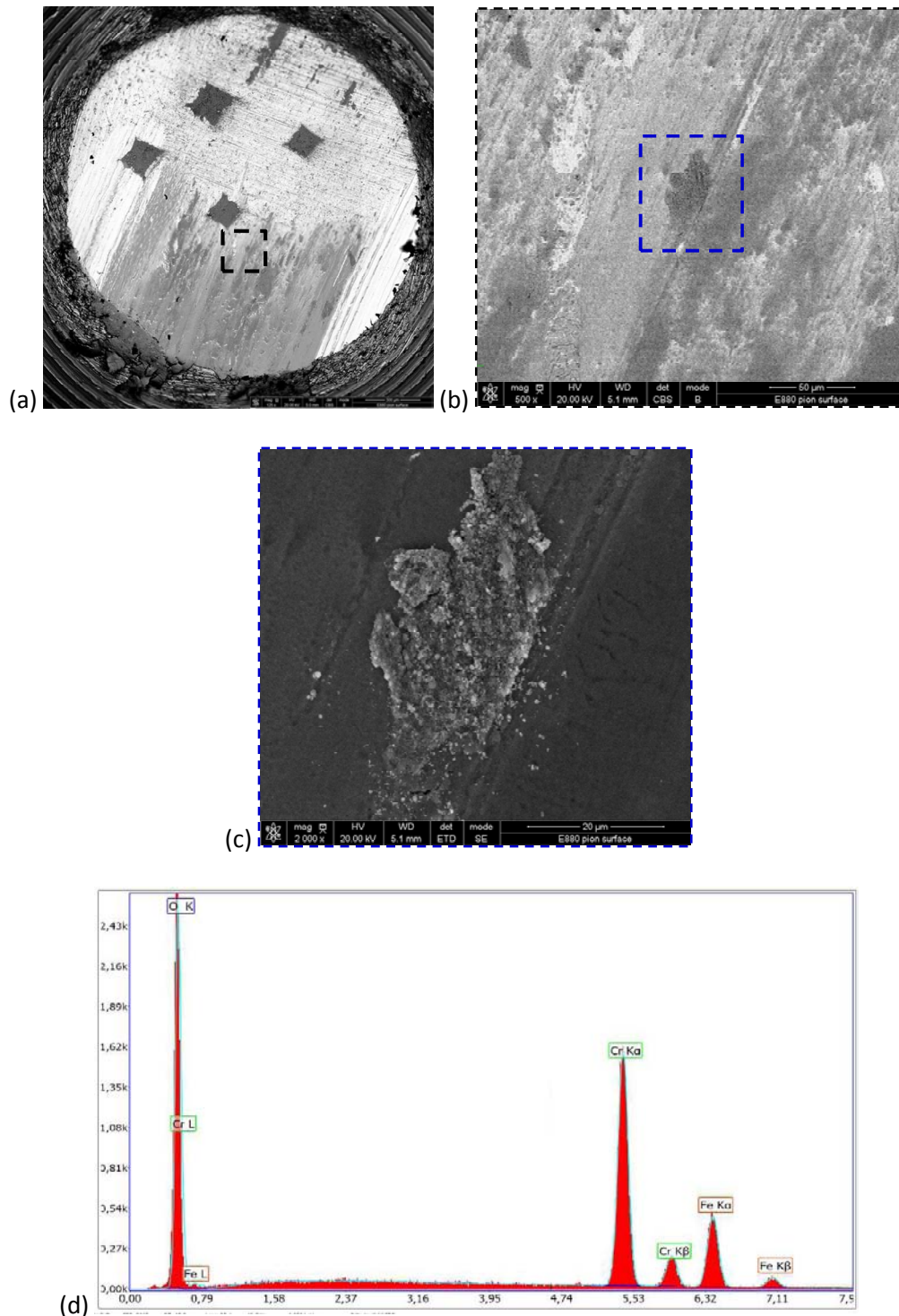


Figure 98 : (a), (b) et (c) Observations MEB à la surface d'un pion après 60 s de frottement d'une agglomération de particules dans la zone frottée ; (d) Spectre EDS de ces particules.

Enfin, nous pouvons voir en Figure 99 la sortie du pion et la forte déformation plastique qui s'y est produite et qui ressemble à celle observée lors des essais « classiques » avec la superposition de couches déformées. Une analyse EDS a été faite sur cette zone (Figure 99c) et elle révèle une composition chimique très riche en oxygène et en fer, avec une concentration en chrome moindre. Cette analyse met donc en évidence que la forte déformation plastique observée est en réalité la déformation du substrat du pion qui est recouvert d'une couche d'oxydes en partie constituée des particules d'oxyde artificielles ajoutées au contact. Le fait d'ajouter des particules d'oxyde dans le contact n'a donc pas évité la déformation plastique du substrat métallique du pion. Il semblerait donc que les mécanismes développés lors des essais « classiques » se reproduisent lors des essais avec ajout de particules et que ces particules n'influencent que la couche d'oxyde présente en surface du pion.

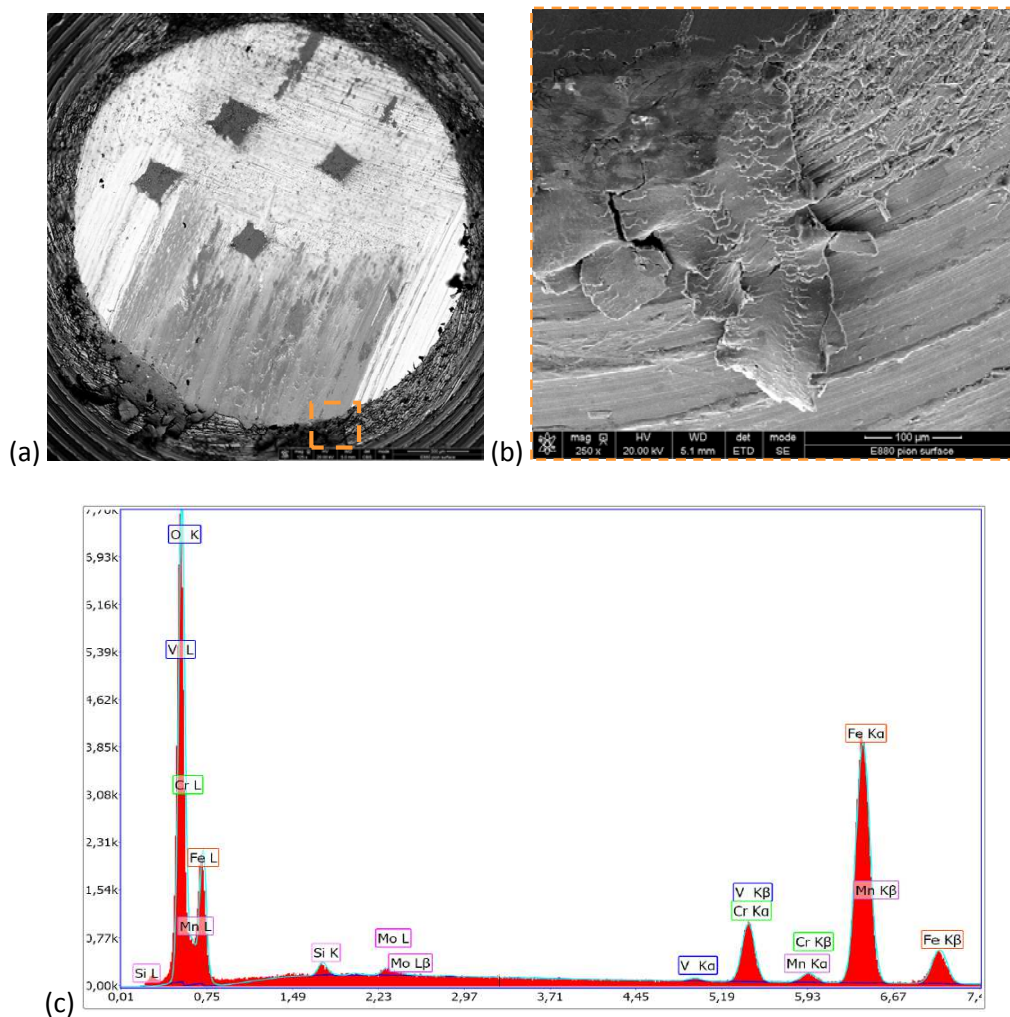


Figure 99 : (a) et (b) Observations MEB à la surface d'un pion après un essai de 60 s, d'une zone fortement déformée ; (c) Analyse EDS de cette zone.

Synthèse

En conclusion de ce chapitre, nous avons étudié le comportement macroscopique et microscopique des essais tribologiques réalisés lors de cette étude, qui nous ont permis de :

- ✓ Définir l'évolution temporelle du facteur de frottement en fonction de la durée d'essai, lequel se stabilise en moyenne après environ 25 s de frottement ;
- ✓ Identifier les particules de troisième corps qui circulent dans le contact : ce sont toutes des particules qui proviennent du pion et elles sont de trois types : métallique, métallique oxydée et oxyde. Ces particules peuvent aussi être transférées dans la trace d'usure à la surface du disque ;
- ✓ Observer la formation d'une couche glacée à la surface des pions à partir de 20 s de frottement, durée qui correspond à la stabilisation du facteur de frottement, laquelle est donc sûrement due à la mise en place d'un système d'équilibre au niveau des interfaces ;
- ✓ Comprendre les mécanismes de formation d'une couche glacée à la surface du pion via les observations en coupe au niveau des indentations qui permettent d'avoir une vue en profondeur de cette couche glacée ;
- ✓ Déterminer l'influence de la création d'un débit source externe de troisième corps via l'ajout de particules artificielles d'oxyde dans le contact : la stabilisation du facteur de frottement est alors quasi-instantanée.

Chapitre 4 :

Modèle de circulation des particules de **troisième corps dans un contact haute** **température**

Après avoir discuté des résultats expérimentaux obtenus lors des essais de frottement dans le chapitre 3, un modèle phénoménologique de circulation du troisième corps dans un contact à haute température est maintenant développé. Ce modèle est basé sur les observations présentées dans le chapitre 3 et pour le définir, le concept du troisième corps est appliqué. Chaque phénomène observé et décrit précédemment est le résultat de l'activation d'un mécanisme d'accommodation, qui va être défini pour chacune des étapes se produisant lors de nos essais. En complément de ces mécanismes, le circuit tribologique existant dans notre contact va être exprimé à partir des débits de troisième corps. L'association des mécanismes, des débits et de la durée des phénomènes va permettre de définir le modèle phénoménologique de circulation des particules de troisième corps qui se produit dans notre contact.

I Identification des mécanismes d'accommodation et débits de troisième corps

I.1 Introduction

Dans un premier temps, nous allons faire quelques rappels des notions liées au concept de troisième corps qui vont être utilisées pour définir notre modèle. Il y a tout d'abord la notion de mécanismes d'accommodation activés dans le contact, à partir desquels nous pouvons expliquer les différents phénomènes observés que ce soit à la surface du pion ou à la surface du disque. Pour rappel, un mécanisme d'accommodation tel que défini dans le concept du troisième corps résulte de la combinaison d'un site et d'un mode d'accommodation. Il existe 6 sites qui sont :

- ✓ S_0 le système mécanique ;
- ✓ S_1 et S_5 les premiers corps ;
- ✓ S_2 et S_4 les écrans ;
- ✓ S_3 le troisième corps.

Le site S_0 est en réalité un site d'accommodation à part. La réponse de ce site au frottement ne se traduira pas via le comportement des matériaux en contact. Nous ne considérerons donc ici que les 5 sites S_1 à S_5 .

Pour ce qui est des modes d'accommodation auxquels doivent être associés les sites pour former un mécanisme d'accommodation, il en existe théoriquement quatre qui sont :

- ✓ M_1 la déformation élastique ;
- ✓ M_2 la rupture ;
- ✓ M_3 le cisaillement ;
- ✓ M_4 le roulement.

Nous verrons par la suite que tous ces modes de déformation ont participé plus ou moins et à un instant donné à l'accommodation du contact entre les deux premiers corps. Il faut noter que différents mécanismes peuvent coexister dans un contact. Ainsi, l'activation d'un nouveau mécanisme qui accommodera spécifiquement la différence de vitesse à un instant donné n'entraîne pas nécessairement la désactivation du mécanisme précédent.

Comme énoncé dans le chapitre 1, les débits de troisième corps activés dans un contact permettent de définir le circuit tribologique. Ces débits, dans le cas d'un contact élémentaire, sont rappelés en Figure 100. Dans le contact étudié dans ce travail, l'identification des débits a été facilitée par la création de pièges en surface des premiers corps, qui, en captant les particules ont permis de déterminer leur origine. Pour rappel, ces pièges sont artificiels en surface du pion puisqu'il s'agit d'indentations que nous avons réalisées. Au niveau du disque, ces pièges sont naturels puisque l'oxyde présent croît naturellement de manière non uniforme ce qui se traduit par l'apparition de creux en surface.

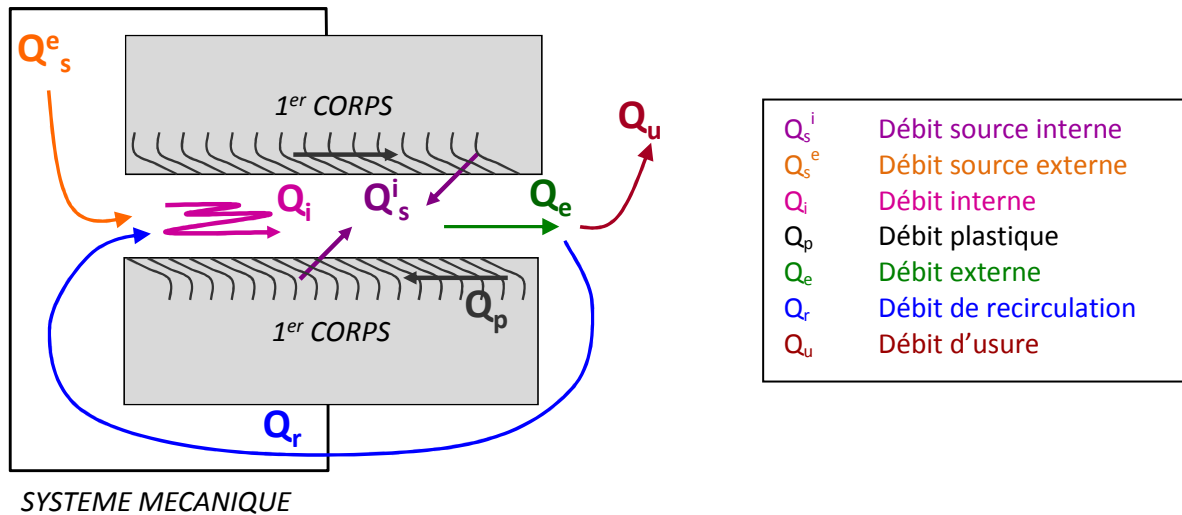


Figure 100 : Circuit tribologique pour un contact élémentaire à deux dimensions.

I.2 Définition des sites : application à notre étude

En appliquant le concept de site d'accommodation à notre étude, alors existent initialement avant tout frottement les sites présentés en Figure 101, qui sont :

- ✓ Le site S_1 : le pion ;
- ✓ Le site S_4 : la couche superficielle d'hématite présente en extrême surface de la couche d'oxydes du disque. Nous distinguons l'hématite du reste de la couche d'oxydes de fer car nous avons vu dans le chapitre 3 que seule la couche d'hématite semble jouer un rôle dans l'accommodation de la différence de vitesse entre le pion et le disque ;
- ✓ Le site S_5 : l'ensemble composé du disque, ainsi que le « massif » de la couche d'oxydes de fer présente à sa surface (constituée de la wüstite et de la magnétite).

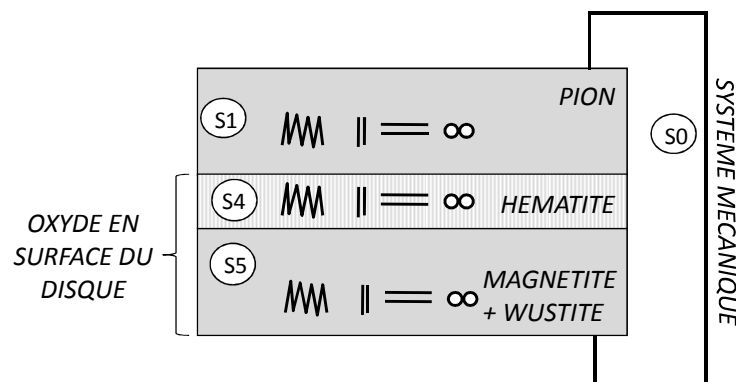


Figure 101 : Sites d'accommodation présents initialement dans notre contact.

A partir des différentes étapes qui se produisent en surface des premiers corps, il a ainsi été possible d'associer à chaque phénomène un mécanisme d'accommodation qui lui-même a pu conduire à un débit de troisième corps. Durant le frottement, des nouveaux sites d'accommodation sont créés, il

s'agit de l'écran S_2 en surface du pion et du troisième corps S_3 . La création de ces sites a été observée dans le chapitre 3 et ils peuvent être définis de la manière suivante :

- ✓ S_2 est l'écran présent à la surface du pion : il s'agit d'oxydes qui sont créés via la forte déformation plastique localisée et qui prennent la forme de chevrons. Ces chevrons semblent croître directement à la surface du pion et leur composition chimique est différente de celle du substrat, de ce fait, ils sont considérés comme un écran ;
- ✓ S_3 est le troisième corps qui existe dans le contact, il en existe quatre types dans nos essais qui sont :
 - S_{3m} les particules métalliques du pion ;
 - S_{3mo} les particules métalliques oxydées du pion ;
 - S_{3c} la couche glacée ;
 - S_{3ox} les particules d'oxyde du pion.

À partir des observations décrites dans le chapitre 3, un scénario de circulation du troisième corps applicable à notre contact à haute température a été déterminé. Les différentes étapes constituant ce scénario seront décrites dans un ordre chronologique au niveau du pion et du disque, même si il s'avère que pour ce dernier, il y a peu d'évolution, selon les observations faites entre 5 s de frottement et celles réalisées après 120 s.

1.3 Circulation des particules

1.3.1 A la surface du pion

La Figure 102 présente les mécanismes d'accommodation qui sont successivement activés au niveau du pion. À chacun des mécanismes activés est associée une observation réalisée en surface du pion, à partir de laquelle nous avons pu identifier ce mécanisme.

Dans un premier temps, l'extrême surface du substrat métallique du pion est déformée plastiquement (S_1M_3 - Figure 103a) ce qui mène à l'activation du débit plastique Q_p , et lorsqu'elle atteint sa déformation ultime (de l'ordre de quelques centaines de pourcents en extrême surface), cette couche fortement cisailée plastiquement se rompt. Le mécanisme qui traduit ce phénomène est défini comme (S_1M_3) M_2 c'est-à-dire que l'apparition de particules du pion (Figure 103b) n'intervient que si son extrême surface est déformée par cisaillement.

Ceci conduit à l'obtention de particules métalliques S_{3m} du pion qui constituent alors le débit source interne Q_s^i . Lors de leur vie dans le contact, c'est-à-dire lorsqu'elles font partie du débit interne Q_i , ces particules métalliques peuvent être soumises aux quatre modes d'accommodation M_1 , M_2 , M_3 et M_4 .

Pour ce qui est de la variété des modes d'accommodation de ces particules S_{3m} , la Figure 104 présente une particule sous forme de rouleau présente dans une indentation après 120 s de frottement, sa forme particulière met en évidence que cette particule a été accommodée via le mécanisme de roulement M_4 qui est donc bien activé lors de nos essais même s'il reste « mineur ».

En ce qui concerne le mode d'accommodation M_2 (rupture), nous avons vu que les particules métalliques S_{3m} initialement formées sont de taille plus importante que les particules métalliques

oxydées S_{3mo} observées par la suite (100 μm contre quelques micromètres). Cette différence de taille met en évidence la fragmentation des particules lors de leur circulation dans le contact, et donc l'activation du mode d'accommodation M_2 qui est fortement présent.

Pour ce qui est des autres modes d'accommodation M_1 et M_3 , il n'y a pas d'observation qui prouve directement leur activation. Néanmoins, le cisaillement M_3 des particules est supposé également prépondérant du fait même du frottement.

Ainsi, les modes majoritairement activés qui concernent l'accommodation de la différence de vitesse par les particules métalliques S_{3m} sont la rupture M_2 et le cisaillement M_3 . Le fait que ces particules S_{3m} soient déformées et fragmentées lors de leur circulation va augmenter leur réactivité par rapport au milieu environnant, et nous avons vu dans le chapitre 1 que les cinétiques d'oxydation étaient accrues lorsqu'une contrainte était appliquée. Ainsi, lors de leur circulation dans le contact, les particules métalliques S_{3m} vont s'oxyder rapidement pour former progressivement des particules métalliques oxydées S_{3mo} . Comme le montre la Figure 105, de telles particules métalliques oxydées sont observées après seulement 5 s d'essai, ce qui traduit la rapidité avec laquelle l'oxydation de ces particules métalliques se produit. Le spectre EDS associé à ces particules piégées dans l'indentation révèle un pic d'oxygène qui confirme le caractère « oxyde » des particules.

Après seulement 5 s de frottement, le débit interne Q_i est alors composé de particules métalliques S_{3m} et de particules métalliques oxydées S_{3mo} .

Nous avons vu que dès lors que des particules métalliques oxydées étaient créées, elles sont cisailées à la surface du pion via le mécanisme $S_{3mo}M_3$ (Figure 106a). En parallèle à cela, des chevrons sont observés (Figure 106b) et résultent probablement d'une forte déformation plastique locale du substrat métallique du pion qui peut être exprimée par le mécanisme S_1M_3 . Ces chevrons présentent un fort caractère « oxyde », c'est-à-dire qu'ils n'ont pas la même composition chimique que le substrat métallique sous-jacent et c'est pourquoi nous les considérons comme un écran S_2 qui se forme à la surface du pion.

La durée d'activation du mécanisme S_1M_3 est en réalité équivalente à la durée pendant laquelle le pion présente une surface métallique. Ainsi, nous avons vu dans le chapitre 3 qu'après 120 s de frottement, selon nos conditions d'essais en charge, la surface du pion est presque entièrement recouverte d'oxydes, il semble alors peu probable que des particules métalliques S_{3m} puissent encore se former et les chevrons sont également difficilement observables puisque recouverts d'oxydes.

Comme vu dans le chapitre 3, la combinaison de la formation des chevrons et de la déformation des particules métalliques oxydées conduit à la formation d'une couche glacée S_{3c} . En effet, selon la littérature (chapitre 1 paragraphe III.2), pour qu'une telle couche se développe, il est nécessaire que des particules circulent entre les deux premiers corps. Les particules qui constitueront alors les couches glacées sont de taille nanométrique car fragmentées lors de leur circulation dans le contact. Sous l'effet du fort cisaillement en surface, elles vont être compactées et ensuite frittées.

Cette couche glacée est elle aussi soumise à de la déformation plastique ($S_{3c}M_3$) lors du frottement (Figure 107a) et lorsqu'elle atteint sa déformation ultime, elle se rompt ($(S_{3c}M_3)M_2$ - Figure 107b) et sa rupture conduit à la formation de particules d'oxyde S_{3ox} . Après 120 s de frottement, le débit interne Q_i qui circule dans notre contact est donc exclusivement constitué de particules métalliques oxydées S_{3mo} et de particules d'oxyde S_{3ox} . Les particules métalliques S_{3m} quant à elles ont soit été piégées dans les indentations, soit été oxydées lors de leur circulation dans le contact ; elles n'entrent donc plus directement dans le débit interne Q_i .

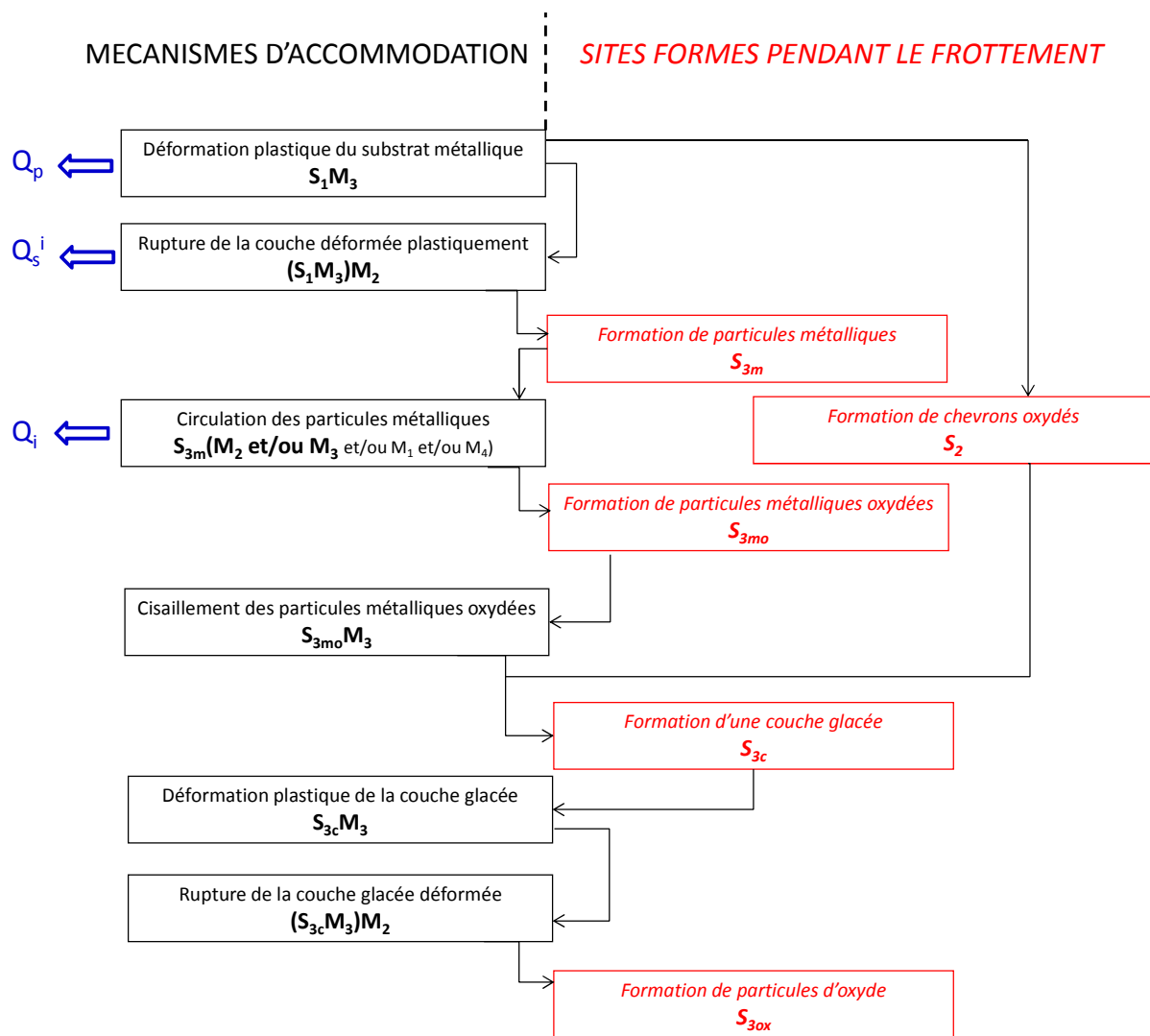


Figure 102 : Représentation schématique de l'activation des mécanismes d'accommodation lors de nos essais de frottement au niveau du pion.

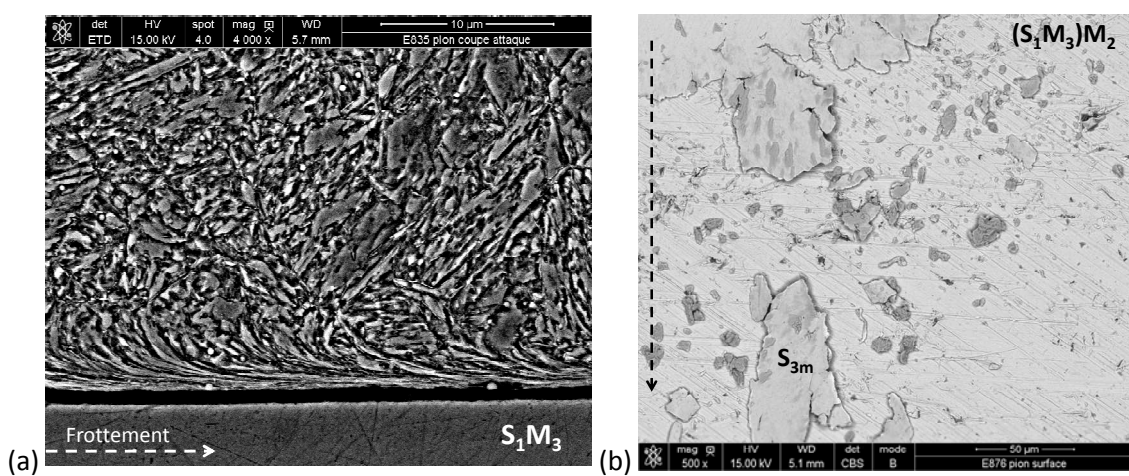


Figure 103 : Observations MEB après 5 s d'essai : (a) En coupe : déformation plastique du substrat métallique ; (b) En surface : formation de particules métalliques S_{3m} via la rupture de la couche fortement déformée.

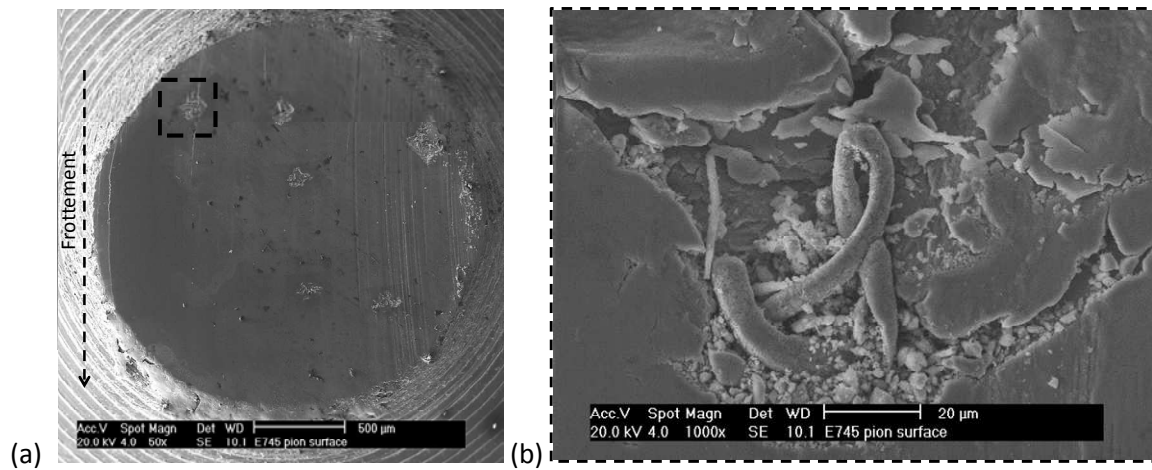


Figure 104 : Observations MEB d'un pion après 120 s de frottement : (a) Surface entière ; (b) Particule de troisième corps sous forme de rouleau piégée dans une indentation ; (c) Analyse EDS de la particule présentée en (b).

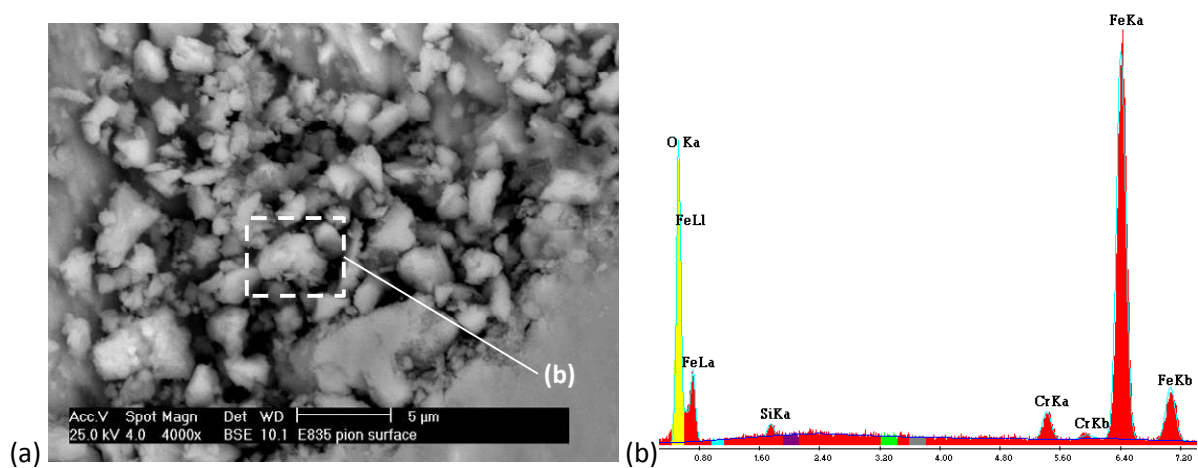


Figure 105 : (a) Observation MEB en surface d'un pion après 5 s de frottement avec des particules oxydées présentes dans l'indentation ; (b) Analyse EDS des particules oxydées.

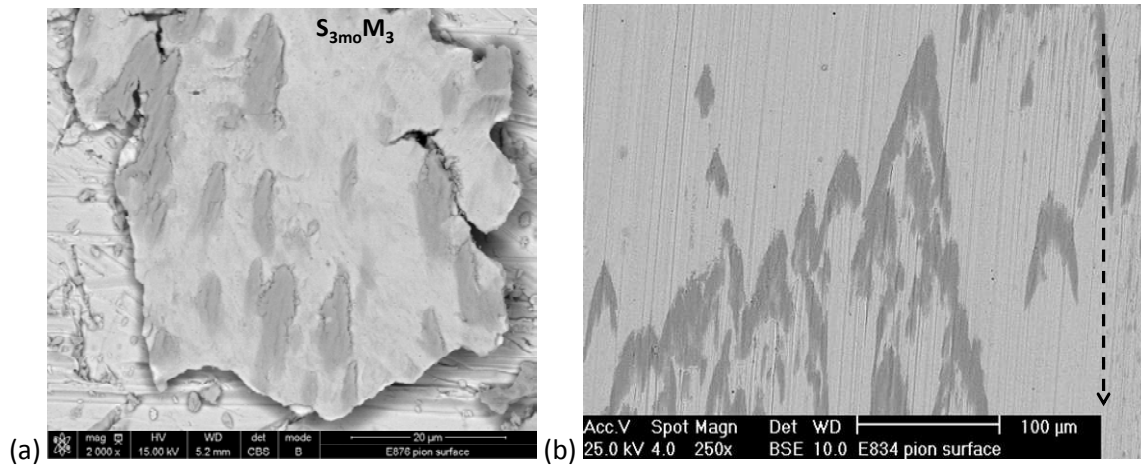


Figure 106 : Observations MEB en surface de pions : (a) Après 5 s de frottement, déformation plastique de particules oxydées en surface du substrat métallique ; (b) Après un essai de 10 s, formation de chevrons oxydés.

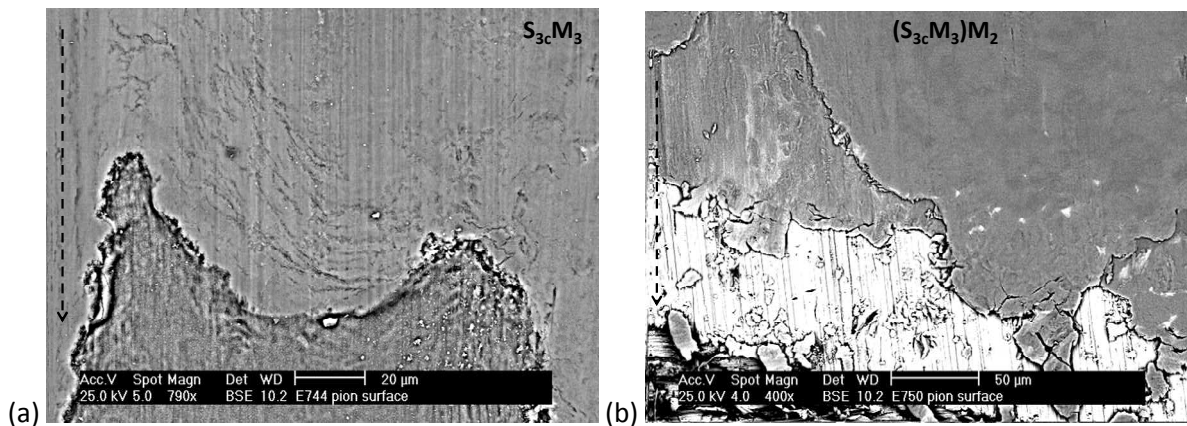


Figure 107 : Observations MEB en surface de pions : (a) Déformation plastique de la couche glacée après 120 s ; (b) Rupture de la couche glacée déformée après un essai de 60 s.

I.3.2 A la surface du disque

Pour ce qui se produit à la surface du disque, deux étapes ont été observées et décrites dans le chapitre 3, il s'agit de :

- ✓ L'usure de l'hématite superficielle ;
- ✓ La formation de couches glacées à partir de particules du pion transférées à la surface du disque.

Autrement dit, les mécanismes d'accommodation qui sont activés sur le disque sont :

- ✓ La déformation plastique de l'hématite S_4M_3 (Figure 108a) ;
- ✓ Une fois que les particules émises par le pion ont été transférées à la surface du disque, elles s'agglomèrent dans les creux naturels présents en surface de la couche d'oxyde. Quand la hauteur de ces particules est suffisante pour que les particules de l'extrême surface soient soumises au frottement, alors elles se cisailent et se compactent. Sous l'effet du cisaillement et de la température, ces particules sont alors frittées jusqu'à former des couches glacées via le mécanisme S_3M_3 (Figure 108b). Les particules ainsi observées en surface du disque

présentent un caractère oxyde ce qui signifie que le site S_3 représente ici des particules métalliques oxydées S_{3mo} ou des particules d'oxyde S_{3ox} .

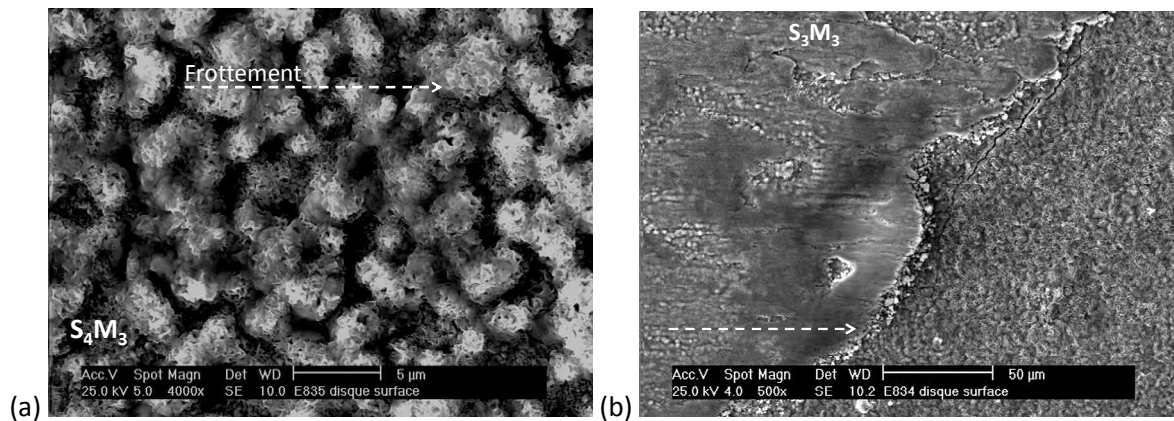


Figure 108 : Observations MEB en surface de disques : (a) Après 5 s d'essai, usure de l'hématite superficielle ; (b) Après 10 s de frottement, déformation plastique des particules métalliques oxydées.

Le site S_5 du disque composé de la magnétite et de la wüstite n'a pas fait l'objet d'observations particulières. D'après Vergne [1] l'épaisseur de la couche d'hématite superficielle (écran S_4) diminue dans la trace d'usure et selon elle, il est donc possible que la couche de magnétite ait subi une plastification. Cependant, les essais réalisés par Vergne duraient 60 min, ils étaient donc beaucoup plus longs que les essais effectués dans cette étude. Ainsi, nous supposons que pour des essais de durée maximale de 2 min, étant donné que la surface du disque n'est pas soumise en continu au frottement (essais en rotation) alors seule la couche superficielle d'hématite est affectée.

Pour ce qui est des débits activés par le disque, nous pouvons noter qu'il y a eu création d'un débit plastique au niveau de l'hématite superficielle. Ce débit plastique aurait pu conduire à l'activation d'un débit source interne Q_s^i comme sur le pion mais nous n'avons pas observé de particules issues du disque. Nous pouvons tout de même supposer que des particules d'hématite ont été émises par le disque mais dans une quantité bien moindre que les particules émises par le pion, c'est pourquoi aucune observation directe n'a pu être faite.

En conclusion, sur la Figure 109 sont représentés les mécanismes d'accommodation activés sur le disque, ainsi que le site formé pendant le frottement et les débits de troisième corps activés.

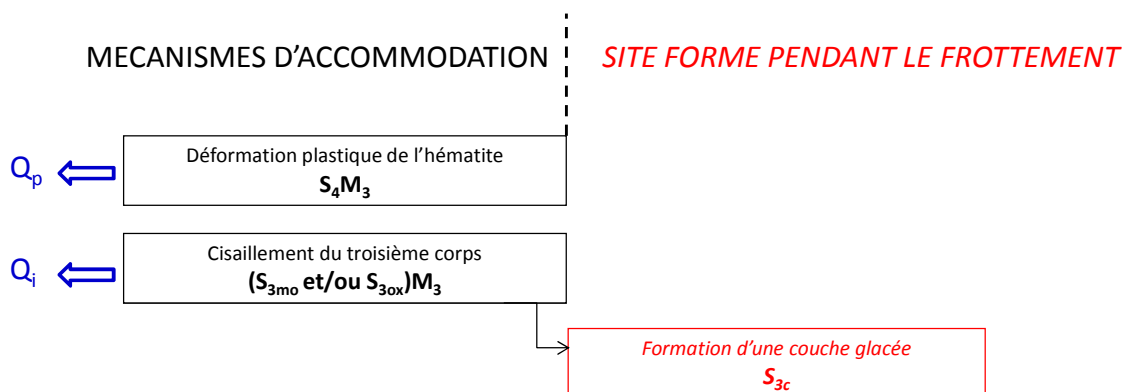


Figure 109 : Représentation schématique de l'activation des mécanismes d'accommodation lors de nos essais de frottement au niveau du disque.

I.4 Situation tribologique après 120 s d'essai

Pour résumer la situation tribologique de notre contact après 120 s d'essai, la Figure 110 présente les sites d'accommodation qui ont permis de prendre en charge, à un instant donné, la différence de vitesse et le chargement. Une observation correspondant à chaque site est aussi présentée.

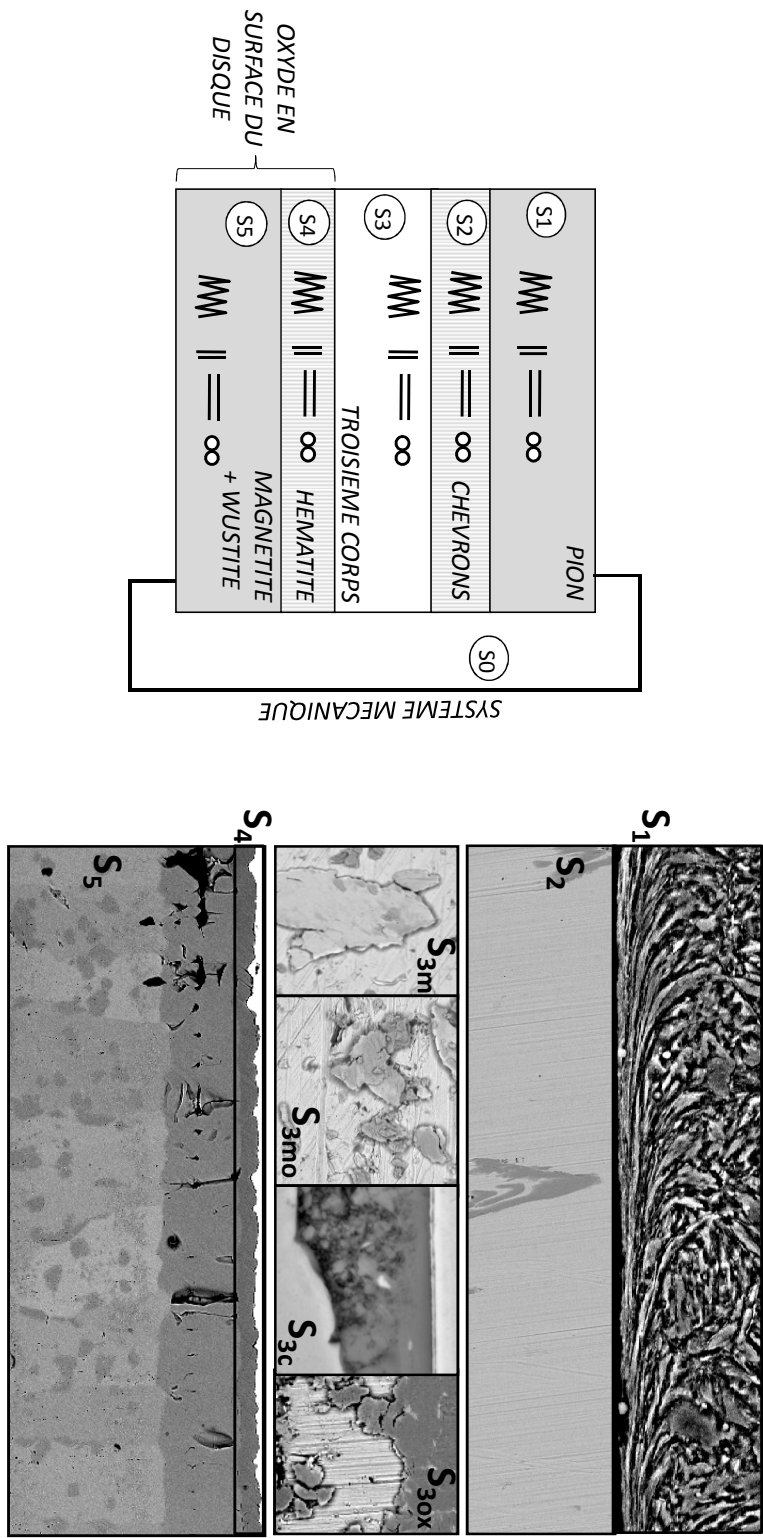


Figure 110 : Sites d'accommodation existants après 120 s de frottement dans notre contact.

De même, le circuit tribologique mis en place lors de nos essais est résumé par les débits activés présentés sur la Figure 111. Nous retrouvons donc :

- ✓ Un débit plastique Q_p au niveau du pion et de l'hématite du disque ;
- ✓ Un débit source interne Q_s^i qui provient du substrat métallique du pion ;
- ✓ Un débit interne Q_i et un débit externe Q_e . Le débit d'usure Q_u , qui se compose de particules définitivement éjectées du contact, a été avéré puisque des particules ont été observées notamment autour de la surface usée du pion comme le montre la Figure 112. Sur celle-ci, nous pouvons voir qu'il y a des particules en périphérie d'un pion après 120 s de frottement qui ont probablement été éjectées du contact, activant de ce fait le débit d'usure Q_u . Quant au débit de recirculation Q_r , nous pouvons voir sur la Figure 113b des particules qui se trouvent à l'entrée d'un pion après seulement 5 s d'essai et qui pourraient circuler dans le contact. L'analyse EDS (Figure 113c) de la particule entourée montre qu'il s'agit d'une particule oxydée de par sa concentration élevée en oxygène. Etant donné la position de la particule sur le pion, cela laisse supposer que dès 5 s de frottement, le débit de recirculation Q_r est activé.

Si l'on compare ces différents débits, étant donné que le troisième corps observé provient du pion, le débit plastique Q_p au niveau du pion est plus important que celui qui se produit sur le disque. De plus, le débit externe Q_e semble être moindre comparé au débit interne Q_i puisque seulement quelques particules ont été observées en dehors des traces d'usure. Pour ces raisons, le débit Q_p du pion, le débit source interne Q_s^i et le débit interne Q_i sont mis en évidence sur la Figure 111.

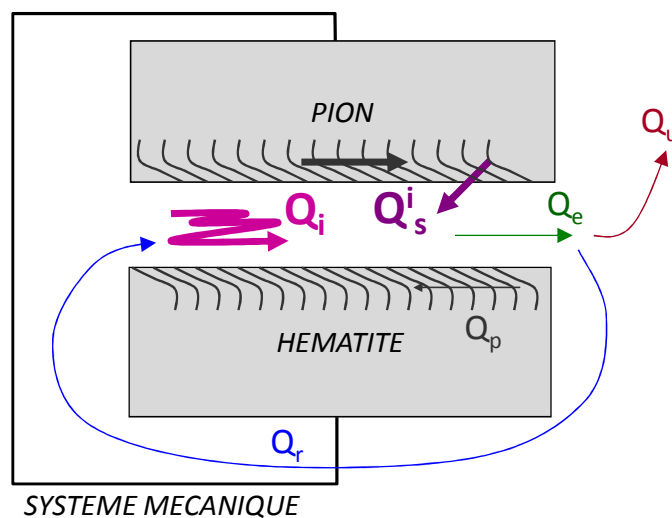
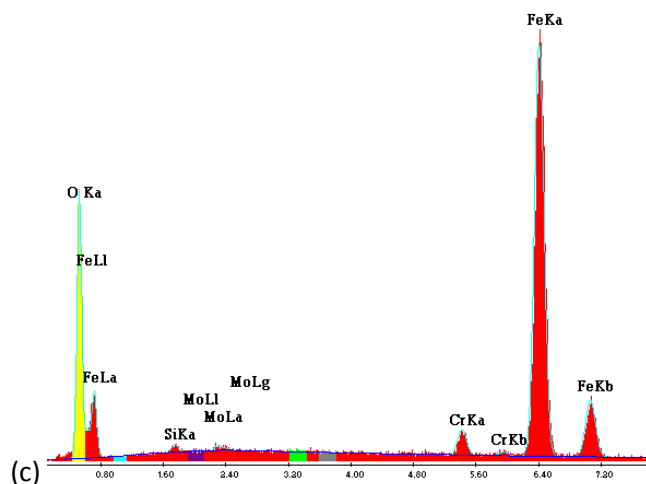
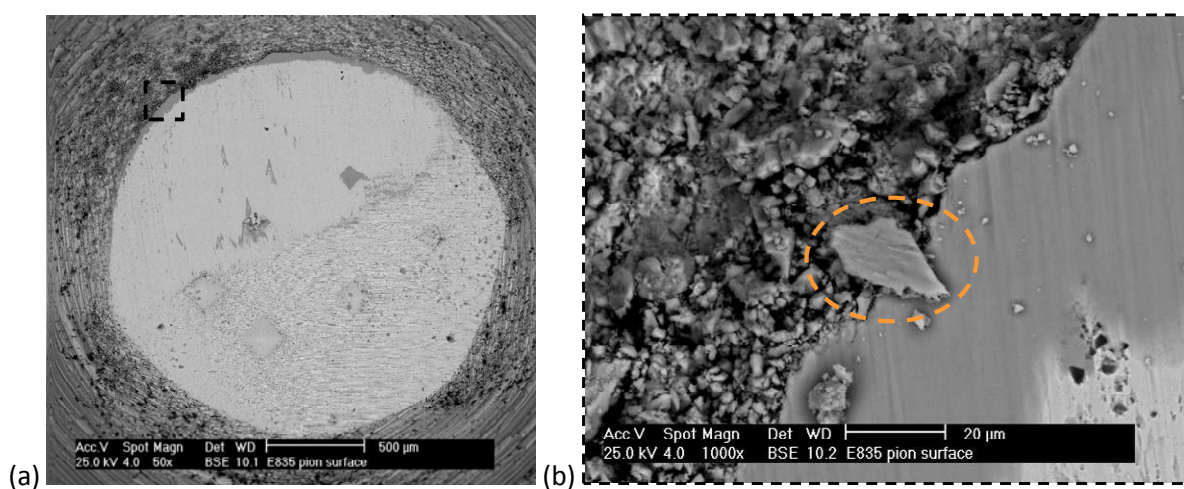
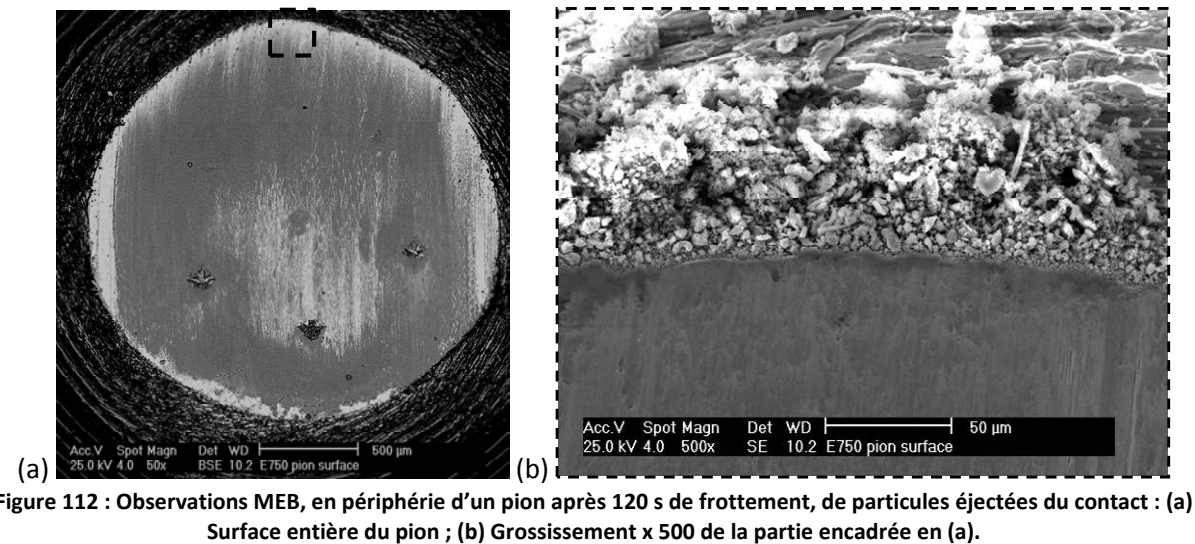


Figure 111 : Circuit tribologique pour notre contact à haute température.



1.5 Evolution temporelle des mécanismes et des débits

Les différents mécanismes d'accommodation de vitesse et les débits activés ont donc été déterminés de manière chronologique lors de nos essais mais aucune indication temporelle n'a été donnée. Sur la Figure 114 sont présentés l'évolution du facteur de frottement ainsi que les mécanismes d'accommodation en fonction du temps. Ces données sont décrites pour les 60 premières secondes de frottement étant donné que tous les phénomènes que nous avons observés se produisent durant les tout premiers instants de frottement.

En ce qui concerne le disque, les mêmes phénomènes sont observés après 5 s ou 120 s de frottement, c'est-à-dire que tous les mécanismes développés par le disque pour accommoder la différence de vitesse se font quasi-instantanément.

Pour ce qui est du pion, nous observons que le cisaillement plastique de l'extrême surface du substrat métallique (S_1M_3), sa rupture ($(S_1M_3)M_2$), la circulation des particules métalliques formées ($S_{3m}M_x$ avec $M_x=M_2$ et/ou M_3 de manière prédominante) et la déformation des particules métalliques oxydées en surface du pion ($S_{3mo}M_3$), se produisent durant les tout premiers instants de frottement (5 premières secondes selon nos essais), et aucun mécanisme supplémentaire n'est activé entre 5 et 10 s d'essai.

Entre 10 et 20 s de frottement, la couche glacée en surface du pion commence à se former, à se plastifier ($S_{3c}M_3$), et se rompt également ($(S_{3c}M_3)M_2$) pour créer des particules d'oxyde, qui, lors de leur circulation dans le contact, permettent également l'accommodation entre les deux premiers corps.

Ce qui est intéressant de voir sur cette figure est l'évolution du facteur de frottement en fonction des mécanismes d'accommodation qui sont activés. Ainsi, sur cette figure ont été représentées deux échelles de temps :

- ✓ Les différentes parties de l'évolution du facteur de frottement en fonction du temps, définies dans le chapitre 3 ;
- ✓ Les différentes durées d'essais pour lesquelles chacun des mécanismes d'accommodation observés est donné ; en effet, nous avons pu déterminer, à partir des observations effectuées, un espace de temps pendant lequel les mécanismes étaient activés.

Si l'on décrit l'évolution du facteur de frottement en fonction des parties définies dans le chapitre précédent, alors :

- ✓ Dans la partie I (de 0 à 2 s) c'est-à-dire lors du démarrage de l'essai, le pic de frottement maximal de l'ordre de 0,6 atteint à 0,3 s (soit 118 mm de frottement) traduit une augmentation de la surface de contact liée à une plastification des surfaces en contact [67]. Ainsi, dès les tout premiers instants, le cisaillement plastique du substrat métallique du pion se produit.
- ✓ Dans la partie II (de 2 à 15 s soit une distance de 785 à 5890 mm), nous observons une évolution lente mais constante de la valeur du facteur de frottement. Cette augmentation est liée à la formation de particules métalliques qui circulent alors dans le contact et de par leur caractère métallique, elles entraînent une résistance au niveau du contact. Nous voyons également que dans cette partie les particules métalliques sont oxydées et certaines de ces particules métalliques oxydées se déforment en surface du pion, ce qui crée des zones

locales d'oxyde en surface des premiers corps. La circulation de ces particules en cours d'oxydation et des zones localisées d'oxyde pourraient expliquer que le facteur de frottement n'augmente que faiblement.

- ✓ Dans la partie III, c'est-à-dire à partir de 15 s d'essai, le facteur de frottement diminue jusqu'à environ 25 s puis semble tendre vers une valeur stable. Pendant cette même période, la couche glacée se forme en surface du pion, et le contact évolue d'un contact métal-oxyde vers un contact oxyde-oxyde ce qui explique la décroissance du facteur de frottement. Il semble donc que dès lors que la couche glacée est formée à la surface du pion, le facteur de frottement tend à se stabiliser. Cette stabilisation traduit une stabilisation au niveau des interfaces ce qui signifie qu'une fois la couche glacée formée, le contact est stable.

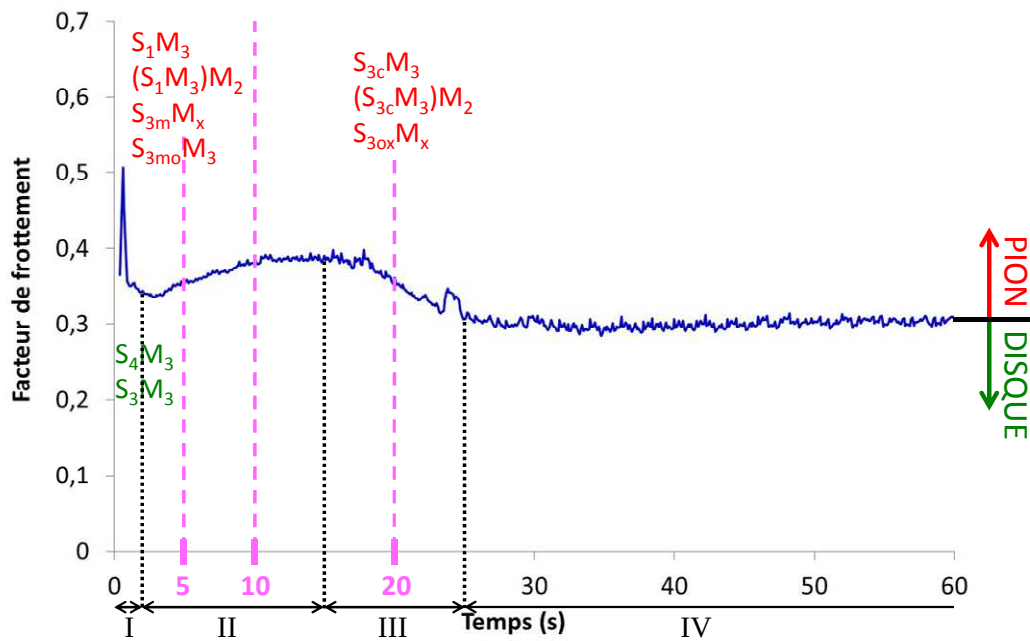


Figure 114 : Evolution type du facteur de frottement en fonction de la durée d'essai et visualisation de l'apparition des mécanismes d'accommodation activés sur le pion et sur le disque.

Les différents mécanismes d'accommodation activés au niveau des premiers corps, ainsi que les débits de troisième corps qui permettent de décrire le circuit tribologique ont été identifiés, précisés quant à leur apparition chronologique et comparés à l'évolution du facteur de frottement. Nous allons donc maintenant définir le modèle phénoménologique de circulation du troisième corps qui a lieu dans notre contact à haute température à partir de toutes ces notions.

II Modèle phénoménologique de circulation du troisième corps

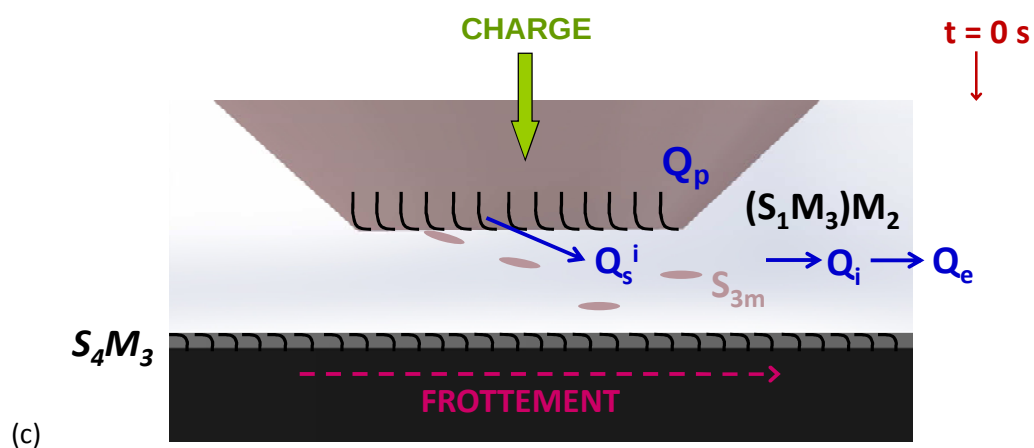
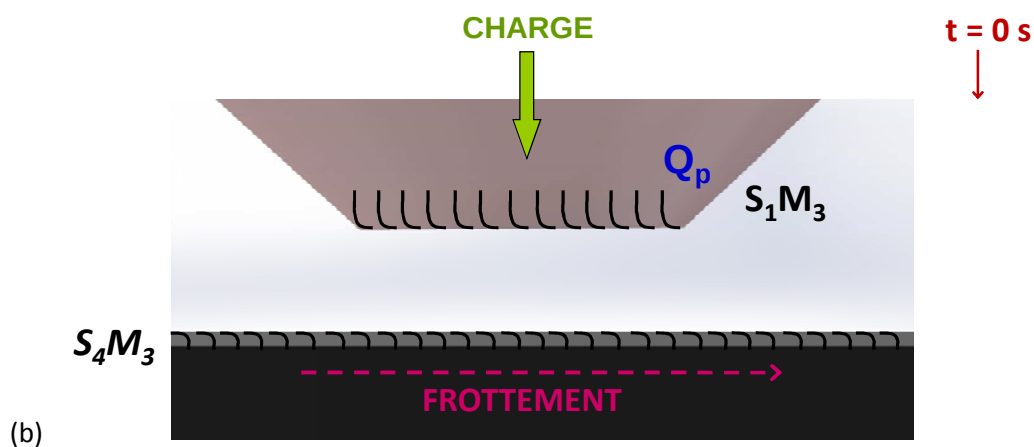
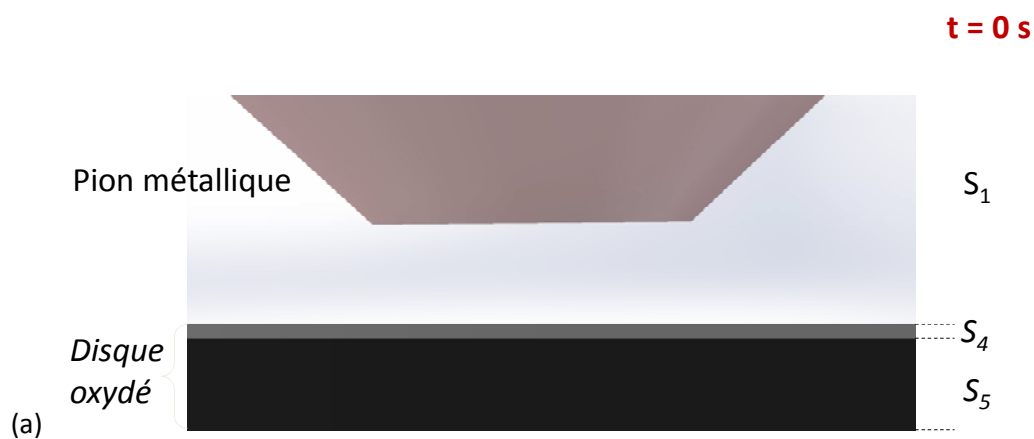
Pour définir ce modèle, une représentation schématique de chaque étape va être donnée. Afin de faciliter la visualisation des débits de troisième corps, les deux premiers corps sont espacés sur l'ensemble des schémas de la Figure 115 alors qu'en réalité ils sont en contact.

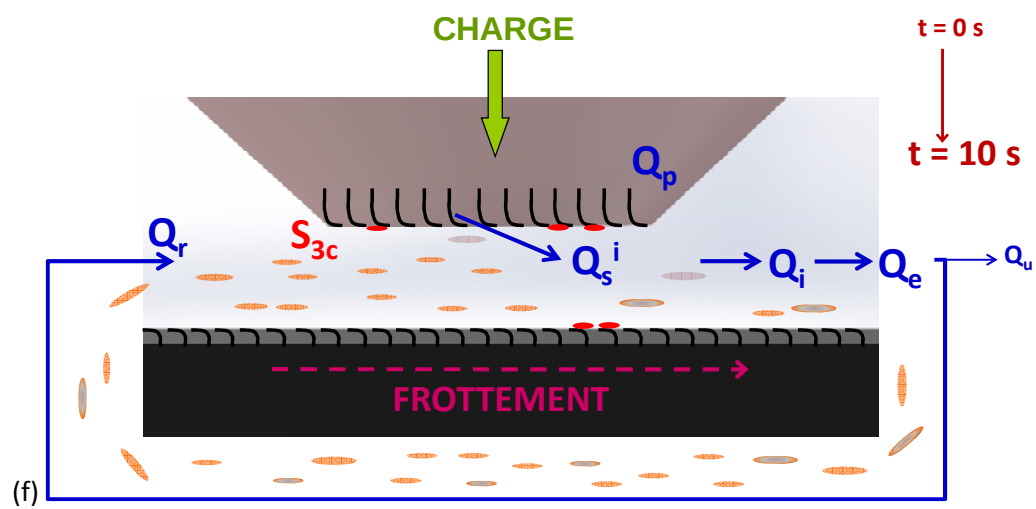
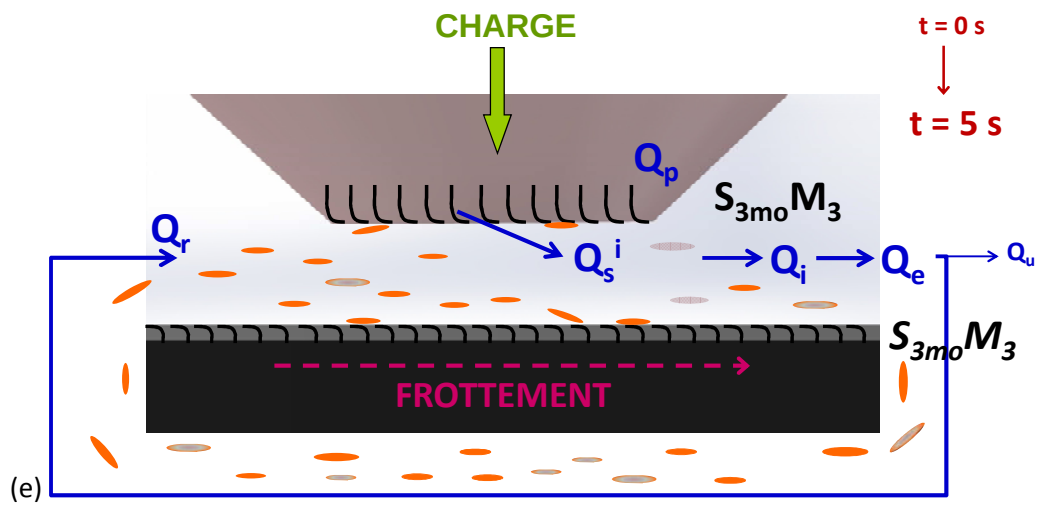
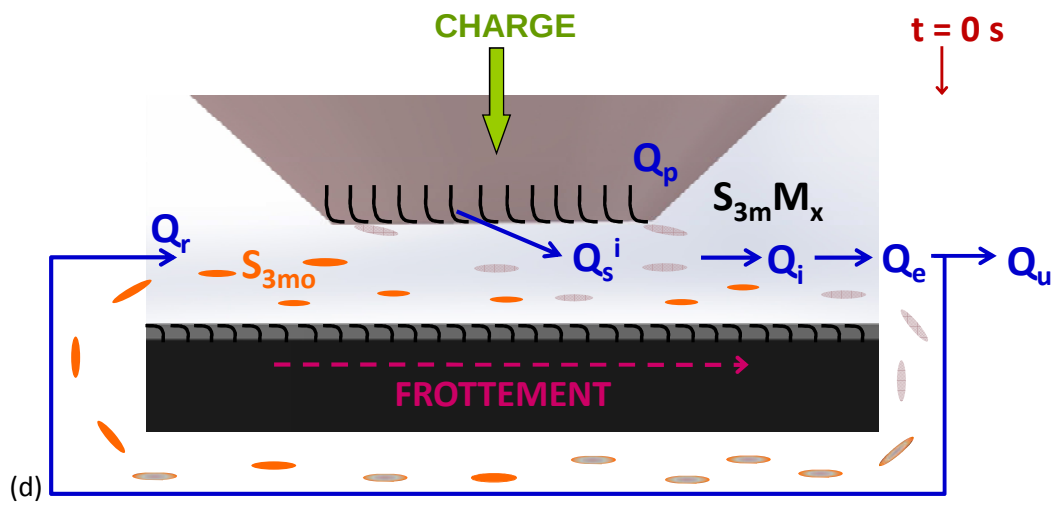
Ainsi, la Figure 115a représente l'état initial de notre contact, avec le pion métallique (site S_1) et la couche d'oxydes de fer formée à la surface du disque. Pour rappel, nous considérons que l'hématite superficielle représente le site S_4 tandis que le reste de la couche d'oxydes (magnétite et wüstite) ainsi que le disque constituent le premier corps S_5 .

À $t = 0$, le pion et le disque sont mis en contact et la charge est appliquée. Dès lors que l'essai est lancé, c'est-à-dire lorsque le disque est mis en rotation, le substrat métallique du pion se déforme en extrême surface ainsi que l'hématite superficielle présente sur le disque, et le débit plastique Q_p est activé (Figure 115b). A la suite de la déformation plastique au niveau du pion, des particules métalliques S_{3m} sont formées (Figure 115c) via la rupture de la couche fortement déformée plastiquement. Le débit source interne Q_s^i originaire du pion est alors activé et va entraîner la formation d'un débit interne Q_i qui conduit à l'activation du débit externe Q_e . Ce débit interne composé à l'origine de particules métalliques S_{3m} du pion inclut très rapidement (en 5 s de frottement) des particules métalliques oxydées S_{3mo} (Figure 115d) qui se sont oxydées lors de leur vie dans le contact via des modes d'accommodation M_x (et donc lors de l'activation, entre autres, du débit de recirculation Q_r). Une fois ces particules métalliques oxydées en circulation entre les deux premiers corps, elles se déforment en surface du disque et du pion (Figure 115e). Cette déformation se traduit par le mécanisme d'accommodation $S_{3mo}M_3$. L'ensemble de ces phénomènes se déroule très rapidement puisque tous ces mécanismes ont été observés dans les cinq premières secondes de frottement. Par la suite, entre 5 et 10 s de frottement, l'initialisation de la formation de la couche glacée S_{3c} a été observée en surface des deux premiers corps (Figure 115f). Au niveau du pion, la formation de la couche glacée résulte de la déformation des particules métalliques oxydées décrite précédemment, associée à la présence de chevrons oxydés (S_2) dus à la forte déformation plastique locale du substrat métallique. Au niveau du disque, des particules du pion sont transférées dans les creux naturels présents en surface de la couche d'oxydes. Ces particules, après s'être agglomérées, se déforment en extrême surface jusqu'à former une couche glacée. Cette couche glacée est alors très localisée. Plus le temps d'essai augmente et plus la surface recouverte par la couche glacée est importante. Après 20 s de frottement, la couche glacée a été déformée plastiquement (Figure 115g). Lorsque cette couche atteint sa déformation ultime, alors elle se rompt et ceci conduit à la formation de particules d'oxyde S_{3ox} qui, via leur circulation dans le contact, participent à leur tour à la formation des couches glacées (Figure 115h).

Lorsque la couche glacée recouvre finalement l'ensemble de la surface du pion (Figure 115i), le contact est stabilisé. Le débit source interne Q_s^i de troisième corps est alors uniquement activé par la formation de particules d'oxyde S_{3ox} issues de la rupture de la couche glacée. En effet, les particules métalliques S_{3m} ne peuvent plus être formées puisque la surface du pion en contact ne présente plus qu'une couche glacée, qui protège le substrat métallique du pion. Les particules qui constituent alors

le débit interne Q_i sont alors de deux types : des particules métalliques oxydées S_{3mo} et des particules d'oxyde S_{3ox} .





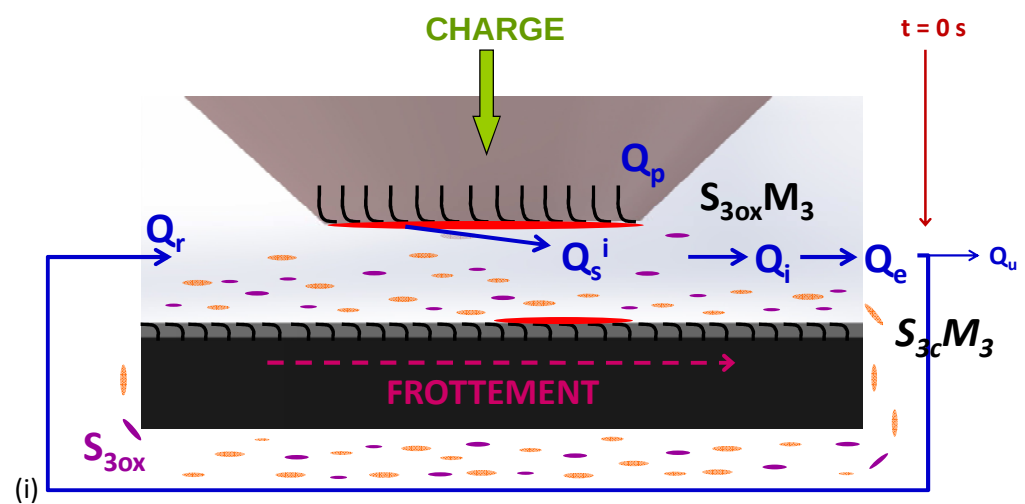
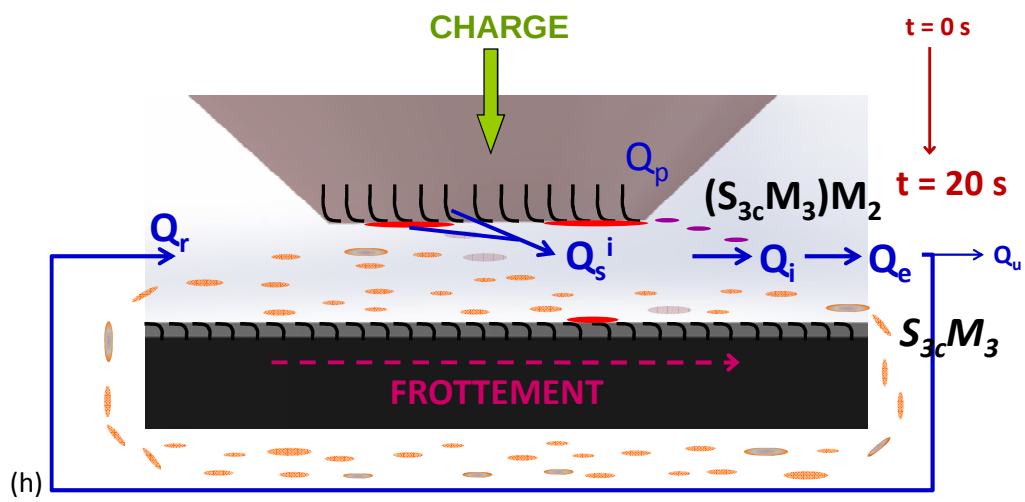
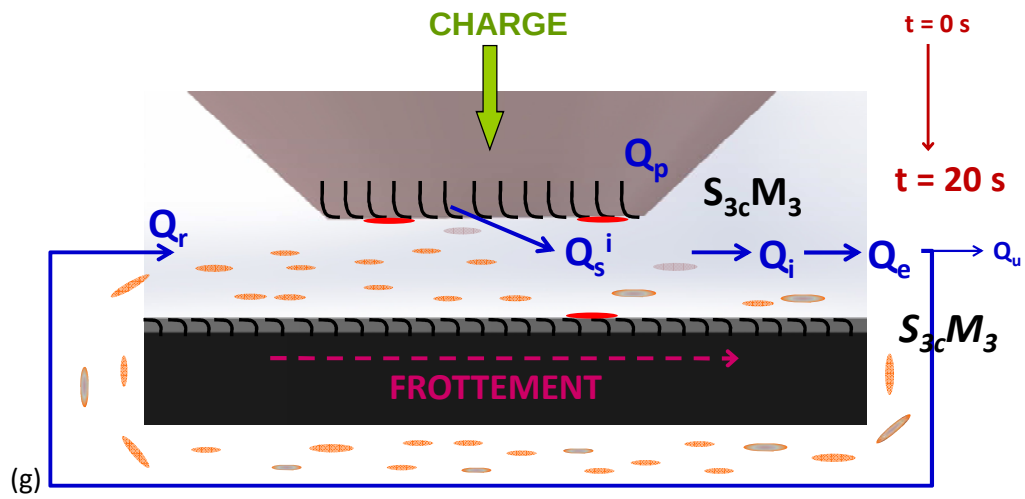


Figure 115 : Représentation schématique de la circulation des particules de troisième corps dans un contact à haute température pendant les 120 premières secondes de frottement.

Dans nos conditions d'essai, il faut noter que lorsque la couche glacée est formée alors elle semble protéger les surfaces des premiers corps. Si nous regardons les travaux de Barrau [67], ce dernier a montré que la hauteur usée des pions plans en X38CrMoV5 lors d'essais tribologiques à 700°C augmente de manière continue pendant 3600 s (Figure 116). Les essais de Barrau sont réalisés avec une température en surface du disque de 700°C, température à laquelle l'hématite, présente à la surface du disque, serait plus abrasive qu'à notre température d'essai de 900°C. Cette abrasivité pourrait expliquer qu'à 700°C, la couche glacée en surface du pion ne soit pas suffisamment protectrice, elle est éliminée du contact et le pion continue à s'user. À 900°C, l'hématite est sûrement plus ductile et peut être ainsi moins abrasive. Elle a donc tendance à moins user la couche glacée, et celle-ci pourrait donc protéger, au moins temporairement, le massif du premier corps sur lequel elle réside.

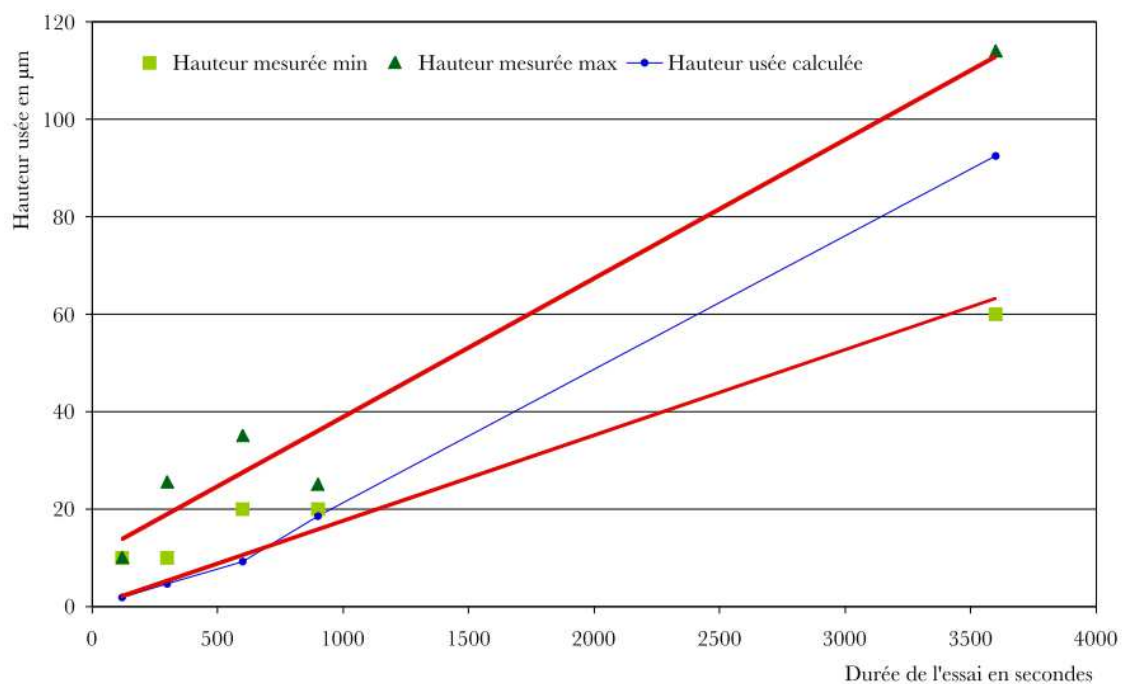


Figure 116 : Comparaison des hauteurs calculées avec les hauteurs usées expérimentales maximales et minimales pour chaque durée d'essai sur les pions plans [67].

Synthèse

En conclusion de ce chapitre, un modèle de circulation du troisième corps dans un contact à haute température a été défini à partir :

- ✓ Des mécanismes d'accommodation déterminés par les observations microscopiques réalisées ;
- ✓ Des débits de troisième corps qui ont été identifiés notamment grâce aux pièges présents en surface des premiers corps (indentations artificielles pour le pion, creux naturels au niveau de la surface oxydée du disque).

Enfin, le fait d'avoir réalisé des essais dont la durée de frottement était variable (de 5 s à 120 s) a permis de donner des gammes de temps qui viennent compléter ce modèle phénoménologique. Nous pouvons donc voir que la mise en place d'un contact stabilisé s'effectue de manière très rapide. En effet, il semble que dès lors que la couche glacée se forme à la surface du pion, alors les interfaces évoluent peu. L'initialisation de la formation de cette couche est observée après 20 s de frottement mais n'était pas visible après 10 s d'essai. D'après les courbes de l'évolution du facteur de frottement en fonction du temps, il existe une durée « limite » d'environ 15 s à partir de laquelle le facteur de frottement diminue puis se stabilise. Il semblerait donc que la formation de la couche glacée soit à l'origine de cette évolution, ce qui signifie qu'elle se formerait localement après 15 s de frottement jusqu'à recouvrir presque entièrement la surface après 120 s d'essai.

Conclusion

Il a été vu dans le chapitre bibliographique que le concept du troisième corps avait été développé dans le but d'étudier l'endommagement des surfaces non pas comme une dégradation mais plutôt comme un mécanisme nécessaire permettant de protéger les surfaces en contact. D'après ce concept, l'usure n'est donc pas définie uniquement comme le détachement de particules mais est associée à l'éjection de ces particules du contact. En effet, le volume de matière qui sépare les premiers corps, appelé aussi troisième corps, peut permettre d'accommoder la différence de vitesse entre les premiers corps et les séparer de telle sorte qu'ils n'interagissent plus directement entre eux et se retrouvent protégés.

La compréhension de la formation de ce troisième corps et de sa circulation dans un contact devient donc importante, c'est pourquoi nous nous sommes intéressés à ces phénomènes. Ces travaux avaient pour objectif de définir un modèle phénoménologique d'un contact haute température en utilisant des notions propres au concept du troisième corps que sont les mécanismes d'accommodation et les débits de premiers et de troisième corps.

Pour cela, des essais de frottement pion-disque ont été réalisés à haute température pendant des durées très courtes. En effet, nous nous sommes rendu compte que la formation du troisième corps se produit très rapidement et nous avons voulu définir chaque étape le plus précisément possible. Dans le but d'identifier ce troisième corps et d'évaluer les débits de premiers et de troisième corps, des pièges ont été créés à la surface des pions sous forme d'indentations. Les observations MEB réalisées après essai, en surface et en coupe, ainsi que les analyses EDS complémentaires effectuées, ont permis de déterminer la source du troisième corps et donc d'expliquer sa formation.

Ainsi, un scénario phénoménologique a tout d'abord été défini, puis les mécanismes d'accommodation et les débits ont été associés à ce scénario de manière à conceptualiser un modèle phénoménologique.

Il apparaît d'après nos essais que la surface du pion est la plus affectée par le frottement et que l'extrême surface s'écoule très fortement, dès les premières secondes d'essai. Cet écoulement a notamment été mis en évidence lors des observations en coupe à l'intérieur des indentations mais également en-dehors des indentations. Dans ce cas, l'attaque de la microstructure a permis de révéler l'écoulement des lattes de martensite présentes initialement. L'épaisseur déformée plastiquement dans ces zones est du même ordre de grandeur que celle observée dans les indentations ce qui signifie que la création de ces pièges n'influence pas l'activation des phénomènes mais permet uniquement de les mettre en évidence.

Lors de l'analyse du troisième corps présent dans les indentations, nous avons identifié plusieurs types de particules, métalliques et oxydes, ayant cependant toutes la même source : le pion. En effet, la composition chimique du pion différait de celle du disque essentiellement de par sa teneur en chrome, qui a donc servi de traceur chimique.

A l'aide des observations réalisées après essais de différentes durées, nous avons vu que le premier type de troisième corps créé était composé de particules métalliques issues de l'écoulement important de l'extrême surface du pion. Lors de leur circulation dans le contact, sous l'effet du cisaillement et de la température, ces particules s'oxydent pour former des particules métalliques oxydées. Après 10 s de frottement, dans les indentations, sont observées des couches glacées qui résultent du compactage et du frittage de ces particules. Hors zones indentées, ces couches glacées apparaissent après 20 s d'essai, durée à partir de laquelle le facteur de frottement commence à tendre vers une valeur stable. Il apparaît donc que la formation de cette couche glacée, composée de particules métalliques oxydées, transformerait le contact initialement métal-oxyde vers un contact oxyde-oxyde ce qui explique la stabilité du facteur de frottement.

A partir du moment où la couche glacée est formée, elle prend alors en charge le frottement, et participe à l'accommodation de vitesse à travers son cisaillement. Celui-ci a été mis en évidence par l'observation de fronts d'écoulement plastique à la surface de la couche glacée, et également en sortie de pion où cette couche semblait s'être extrudée. Nous avons également vu que la forte déformation plastique de cette couche conduisait à la formation de particules d'oxyde qui entraient alors en circulation dans le contact et permettaient à leur tour l'accommodation de vitesse entre les premiers corps.

Dans cette étude, nous avons donc montré que la formation de troisième corps n'est pas néfaste pour les premiers corps en contact, puisque leur circulation et leur action en surface des premiers corps permettaient de protéger ces derniers et de stabiliser le facteur de frottement assez rapidement. L'hypothèse d'un effet positif du troisième corps a été validée par des essais avec ajout de particules artificielles dans le contact, où la stabilisation du facteur de frottement intervient beaucoup plus rapidement. Cependant, il faut noter que la nature du troisième corps est primordiale puisque tous les oxydes n'ont pas nécessairement d'effet positif sur le frottement, notamment si ils sont abrasifs par exemple.

Bibliographie

- [1] C. Vergne, "Analyse de l'influence des oxydes dans le frottement d'une fonte pour outil de travail à chaud," Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.
- [2] M. Godet, "The third-body approach: A mechanical view of wear," *Wear*, vol. 100, no. 1–3, pp. 437–452, Dec. 1984.
- [3] Y. Berthier, "Experimental evidence for friction and wear modelling," *Wear*, vol. 139, no. 1, pp. 77–92, Jul. 1990.
- [4] J. Jiang, F. H. Stott, and M. M. Stack, "Some frictional features associated with the sliding wear of the nickel-base alloy N80A at temperatures to 250 °C," *Wear*, vol. 176, no. 2, pp. 185–194, Aug. 1994.
- [5] F. H. Stott, "High-temperature sliding wear of metals," *Tribology International*, vol. 35, no. 8, pp. 489–495, Aug. 2002.
- [6] J. Jiang, F. Stott, and M. M. Stack, "A mathematical model for sliding wear of metals at elevated temperatures," *Wear*, vol. 183, pp. 20–31, 1995.
- [7] J. Jiang, F. H. Stott, and M. M. Stack, "A generic model for dry sliding wear of metals at elevated temperatures," *Wear*, vol. 256, no. 9–10, pp. 973–985, May 2004.
- [8] Y. Berthier, M. Godet, and M. Brendle, "Velocity accommodation in friction," *Tribology Transactions*, vol. 32, no. 4, pp. 490–496, 1989.
- [9] N. Fillot, I. Iordanoff, and Y. Berthier, "Wear modeling and the third body concept," *Wear*, vol. 262, no. 7–8, pp. 949–957, Mar. 2007.
- [10] S. Descartes and Y. Berthier, "Frottement et usure étudiés à partir de la rhéologie et des débits de 3ème corps solide : Cas d'un 3ème corps issu d'un revêtement de MoSx," *Matériaux et techniques*, vol. 89, no. 1–2, pp. 3–14.
- [11] J. Denape, Y. Berthier, and L. Vincent, "Wear particle life in a sliding contact under dry conditions : Third body approach," in *Conference of the NATO*, 2000, pp. 393–411.
- [12] M. Godet, D. Play, and D. Berthe, "An attempt to provide a uniform theory of tribology through load-carrying capacity, transport and continuum mechanics," *Journal of Lubrication Technology*, vol. 102, pp. 153–164, 1980.
- [13] Y. Berthier, "Third body reality - Consequences and use of the third body concept to solve friction and wear problems," in *Wear, Materials, Mechanisms and Practice*, 2005.
- [14] S. Descartes and Y. Berthier, "Rheology and flows of solid third bodies: background and application to an MoS_{1.6} coating," *Wear*, vol. 252, pp. 546–556, 2002.

- [15] I. Iordanoff, B. Seve, and Y. Berthier, "Solid third body analysis using a discrete approach: influence of adhesion and particule size on macroscopic properties," *ASME Journal of tribology*, vol. 124, pp. 530–538, 2002.
- [16] S. Descartes, C. Desrayaud, E. Niccolini, and Y. Berthier, "Presence and role of the third body in a wheel–rail contact," *Wear*, vol. 258, no. 7–8, pp. 1081–1090, Mar. 2005.
- [17] C. Colombié, Y. Berthier, A. Floquet, L. Vincent, and M. Godet, "Fretting: load carrying capacity of wear debris," *Journal of tribology*, vol. 106, no. 2, pp. 194–201, 1984.
- [18] D. A. Rigney, "Comments on the sliding wear of metals," *Tribology International*, vol. 30, no. 5, pp. 361–367, 1997.
- [19] Z. R. Zhou, E. Sauger, J. J. Liu, and L. Vincent, "Nucleation and early growth of tribologically transformed structure (TTS) induced by fretting," *Wear*, vol. 212, pp. 50–58, 1997.
- [20] M. Busquet, S. Descartes, and Y. Berthier, "Formation conditions of mechanically modified superficial structures for two steels," *Tribology International*, vol. 42, no. 11–12, pp. 1730–1743, Dec. 2009.
- [21] S. Descartes, M. Busquet, and Y. Berthier, "An attempt to produce ex situ TTS to understand their mechanical formation conditions – The case of an ultra high purity iron," *Wear*, vol. 271, no. 9–10, pp. 1833–1841, Jul. 2011.
- [22] G. Béranger, "Oxydation," in *Le Livre de l'Acier*, 1994.
- [23] J. Païdassi, "Sur la cinétique de l'oxydation du fer dans l'air dans l'intervalle 700-1250°C," *Acta Metallurgica*, vol. 6, no. 3, pp. 184–194, 1958.
- [24] J. Païdassi, "Contribution à l'étude de l'oxydation du fer dans l'air dans l'intervalle 700-1250°C," *Revue de métallurgie*, vol. 8, p. 569, 1957.
- [25] J. Bénard, *L'oxydation des métaux - Tome I : processus fondamentaux*, Gauthier. Villars: , 1962.
- [26] P. a Munther and J. G. Lenard, "The effect of scaling on interfacial friction in hot rolling of steels," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 88, no. 1–3, pp. 105–113, Apr. 1999.
- [27] M. Schutze, "An approach to a global model of the mechanical behaviour of oxide scales," *Materials at high temperatures*, vol. 12, pp. 237–247, 1994.
- [28] B. Viguier, "Plasticité : rappels de base et aspects microscopiques," *PlastOx 2007 - Mécanismes et Mécanique des Interactions Plasticité - Environnement*, pp. 1–21, Mar. 2009.
- [29] M. Schutze, "Mechanical properties of oxide scales," *Oxidation of metals*, vol. 44, pp. 29–61, 1995.
- [30] M. Schutze, M. Malessa, D. Rensch, P. Tortorelli, I. Wright, and D. RB, "Mechanical properties and adherence of oxide scales," *Materials Science Forum*, vol. 522–523, pp. 393–400, 2006.
- [31] J. Robertson and M. I. Manning, "Limits to adherence of oxide scales Limite de l'adhérence des calamines d'oxydes," *Materials science and technology*, vol. 6, no. 1, pp. 81–91, 1990.

- [32] H. J. Frost and M. F. Ashby, *Deformation-mechanism maps*. 1982.
- [33] M. Schutze, "Deformation and cracking behavior of protective oxide scales on heat-resistant steels under tensile strain," *Oxidation of metals*, vol. 24, no. 3, pp. 199–232, 1985.
- [34] M. M. Nagl, S. R. J. Saunders, W. T. Eva, and D. J. Hall, "The tensile failure of nickel oxide scales at ambient and at growth temperature," *Corrosion science*, vol. 35, no. 5, pp. 965–977, 1993.
- [35] R. V. Mises, "Mechanik der plastischen Formänderung von Kristallen," *Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik*, vol. 8, no. 3, pp. 161–185, 1928.
- [36] J.-M. Haussonne, J. L. Barton, P. Bowen, Carry, and C. Paul, *Céramiques et verres : principes et techniques d'élaboration*, Presses Po. 2005, p. 830.
- [37] M. Schutze, "Plasticity of protective oxide scales," *Materials science and technology*, vol. 6, pp. 32–38, 1990.
- [38] M. F. Ashby, "A first report on deformation-mechanism maps," *Acta Metallurgica*, vol. 20, no. 7, pp. 887–897, 1972.
- [39] M. Schutze, "The Healing Behavior of Protective Oxide Scales on Heat-Resistant Steels After Cracking Under Tensile Strain," *Oxidation of metals*, vol. 25, pp. 409–421, 1986.
- [40] F. H. Stott, J. Glascott, and G. C. Wood, "The sliding wear of commercial Fe-12%Cr alloys at high temperature," *Wear*, vol. 101, no. 4, pp. 311–324, Feb. 1985.
- [41] H. Utsunomiya, S. Doi, K. Hara, T. Sakai, and S. Yanagi, "Deformation of oxide scale on steel surface during hot rolling," *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, vol. 58, no. 1, pp. 271–274, Jan. 2009.
- [42] C. H. Zhou, H. T. Ma, and L. Wang, "Comparative study of oxidation kinetics for pure nickel oxidized under tensile and compressive stress," *Corrosion Science*, vol. 52, no. 1, pp. 210–215, Jan. 2010.
- [43] F. H. Stott and G. C. Wood, "The influence of oxides on the friction and wear of alloys," *Tribology International*, vol. 11, no. 4, pp. 211–218, Aug. 1978.
- [44] D. J. Barnes, J. E. Wilson, F. H. Stott, and G. C. Wood, "The influence of oxide films on the friction and wear of Fe-5% Cr alloy in controlled environments," *Wear*, vol. 45, no. 2, pp. 161–176, Nov. 1977.
- [45] P. J. Blau, T. M. Brummett, and B. a. Pint, "Effects of prior surface damage on high-temperature oxidation of Fe-, Ni-, and Co-based alloys," *Wear*, vol. 267, no. 1–4, pp. 380–386, Jun. 2009.
- [46] T. F. J. Quinn, J. L. Sullivan, and D. M. Rowson, "Origins and development of oxidational wear at low ambient temperatures," *Wear*, vol. 94, no. 2, pp. 175–191, Mar. 1984.
- [47] P. J. Blau, "Elevated-temperature tribology of metallic materials," *Tribology International*, vol. 43, no. 7, pp. 1203–1208, Jul. 2010.

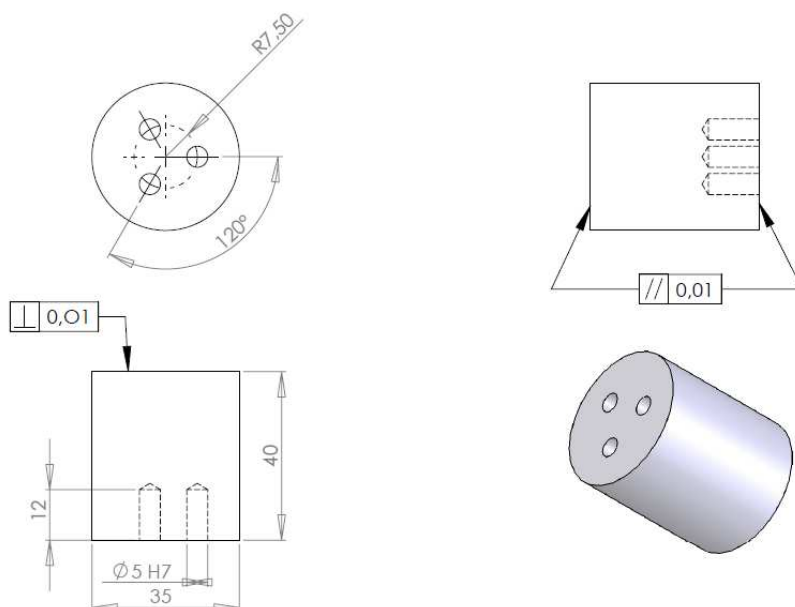
- [48] S. Q. Wang, M. X. Wei, and Y. T. Zhao, "Effects of the tribo-oxide and matrix on dry sliding wear characteristics and mechanisms of a cast steel," *Wear*, vol. 269, no. 5–6, pp. 424–434, Jul. 2010.
- [49] F. H. Stott, J. Glascott, and G. C. Wood, "Factors affecting the progressive development of wear-protective oxides on iron-base alloys during sliding at elevated temperatures," *Wear*, vol. 97, no. 1, pp. 93–106, Aug. 1984.
- [50] J. Glascott, F. H. Stott, and G. C. Wood, "The transition from severe to mild sliding wear for Fe-12%Cr-base alloys at low temperatures," *Wear*, vol. 97, no. 2, pp. 155–178, Aug. 1984.
- [51] I. A. Inman and P. S. Datta, "Development of a simple 'temperature versus sliding speed' wear map for the sliding wear behaviour of dissimilar metallic interfaces II," *Wear*, vol. 265, no. 11–12, pp. 1592–1605, Nov. 2008.
- [52] I. A. Inman and P. S. Datta, "Studies of high temperature sliding wear of metallic dissimilar interfaces IV: Nimonic 80A versus Incoloy 800HT," *Tribology International*, vol. 44, no. 12, pp. 1902–1919, Nov. 2011.
- [53] I. A. Inman, S. R. Rose, and P. K. Datta, "Studies of high temperature sliding wear of metallic dissimilar interfaces II: Incoloy MA956 versus Stellite 6," *Tribology International*, vol. 39, no. 11, pp. 1361–1375, Nov. 2006.
- [54] I. A. Inman and P. S. Datta, "Studies of high temperature sliding wear of metallic dissimilar interfaces III: Incoloy MA956 versus Incoloy 800HT," *Tribology International*, vol. 43, no. 11, pp. 2051–2071, Nov. 2010.
- [55] I. A. Inman, S. Datta, H. L. Du, J. S. Burnell-Gray, and Q. Luo, "Microscopy of glazed layers formed during high temperature sliding wear at 750 °C," *Wear*, vol. 254, no. 5–6, pp. 461–467, Mar. 2003.
- [56] X. Y. Li and K. N. Tandon, "Microstructural characterization of mechanically mixed layer and wear debris in sliding wear of an Al alloy and an Al based composite," *Wear*, vol. 245, pp. 148–161, 2000.
- [57] I. A. Inman, P. K. Datta, H. L. Du, J. S. Burnell-Gray, S. Pierzgalski, and Q. Luo, "Studies of high temperature sliding wear of metallic dissimilar interfaces," *Tribology International*, vol. 38, no. 9, pp. 812–823, Sep. 2005.
- [58] Y. H. Zhou, M. Harmelin, and J. Bigot, "Sintering behaviour of ultra-fine Fe, Ni and Fe-25wt%Ni powdersComportement en frittage de poudres ultrafines de Fe, Ni et Fe-25% mass. Ni," *Scripta metallurgica*, vol. 23, no. 8, pp. 1391–1396, 1989.
- [59] P. Bridgman, "The effect of hydrostatic pressure on the fracture of brittle substances," *Journal of applied physics*, vol. 18, no. 2, pp. 246–258, 1947.
- [60] P. W. Bridgman, *Studies in large plastic flow and fracture*. New York: , 1952.
- [61] H. Kato and K. Komai, "Tribofilm formation and mild wear by tribo-sintering of nanometer-sized oxide particles on rubbing steel surfaces," *Wear*, vol. 262, no. 1–2, pp. 36–41, Jan. 2007.

- [62] P. D. Wood, H. E. Evans, and C. B. Ponton, "Investigation into the wear behaviour of Triballoy 400C during rotation as an unlubricated bearing at 600°C," *Wear*, vol. 269, no. 11–12, pp. 763–769, Oct. 2010.
- [63] N. Mebarki, "Relation microstructure-propriétés mécaniques d'aciers martensitiques revenus destinés aux outillages de mise en forme d'alliages légers," Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2003.
- [64] D. Delagnes, "Comportement et tenue en fatigue isotherme d'aciers à outil Z38CDV5 autour de la transition oligocyclique-endurance," Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1998.
- [65] J. Barralis and G. Maeder, *Précis de métallurgie : élaboration, structures-propriétés et normalisation*, Nathan, 6è. 1991.
- [66] G. E. Totten and M. A. H. Howes, *Steel Heat Treatment Handbook*. 1997.
- [67] O. Barrau, "Etude du frottement et de l'usure d'acier à outils de travail à chaud," Institut National Polytechnique de Toulouse, 2004.
- [68] V. Velay, "Modélisation du comportement cyclique et de la durée de vie d'aciers à outils martensitiques," Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2003.
- [69] P. Bruckel, "Oxydation de l'acier à outils X38CrMoV5 à 600-700°C et en présence de vapeur d'eau," Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2003.
- [70] J. H. Dautzenberg and J. H. Zaat, "Quantitative determination of deformation by sliding wear," *Wear*, vol. 23, no. 1, pp. 9–19, Jan. 1973.
- [71] M. Schutze, *Protective oxide scales and their breakdown*, The instit. 1997.
- [72] J. P. Hirth and D. A. Rigney, "The application of dislocation concepts in friction and wear," in *Dislocations in Solids : Application and recent advances*, F. R. N. Nabarro, Ed. North-Holland Publishing Company, 1983.
- [73] O. Barrau, C. Boher, R. Gras, and F. Rezai-Aria, "Analysis of the friction and wear behaviour of hot work tool steel for forging," *Wear*, vol. 255, no. 7–12, pp. 1444–1454, Aug. 2003.
- [74] O. Barrau, C. Boher, R. Gras, and F. Rezai-Aria, "Wear mechanisms and wear rate in a high temperature dry friction of AISI H11 tool steel: Influence of debris circulation," *Wear*, vol. 263, no. 1–6, pp. 160–168, Sep. 2007.
- [75] C. Boher, O. Barrau, R. Gras, and F. Rezai-Aria, "A wear model based on cumulative cyclic plastic straining," *Wear*, vol. 267, no. 5–8, pp. 1087–1094, Jun. 2009.
- [76] N. P. Suh, "An overview of the delamination theory of wear," *Wear*, vol. 44, pp. 1–16, 1977.
- [77] M. Umemoto, "Nanocrystallization of Steels by Severe Plastic Deformation," *Materials Transactions*, vol. 44, no. 10, pp. 1900–1911, 2003.
- [78] O. Joos, "Compréhension des mécanismes d'endommagement couplés des cylindres de travail pour le laminage à chaud des alliages ferreux et non-ferreux," Mines ParisTech, 2009.

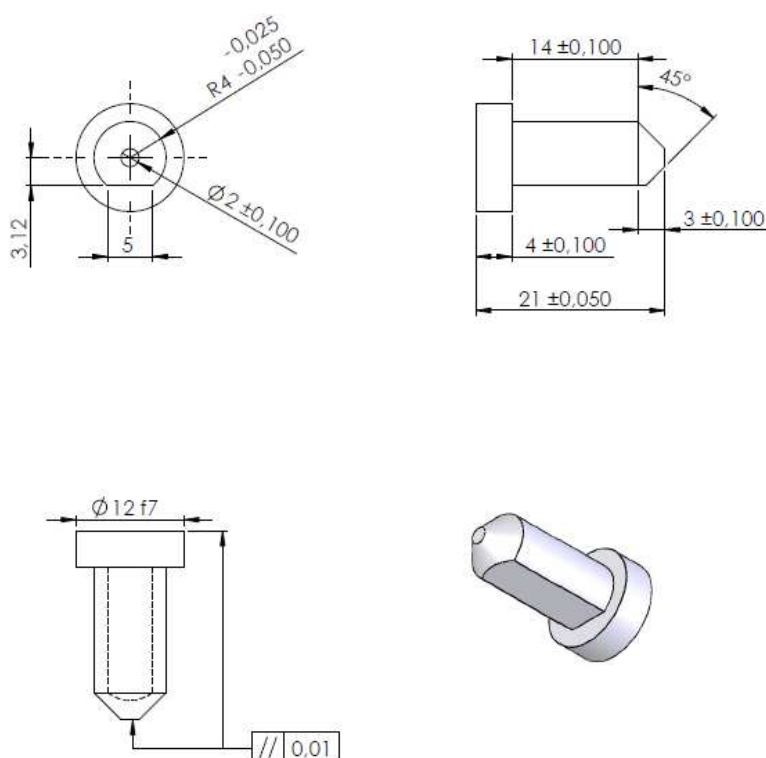
Annexes

Annexe A1 : Plans de définition du disque et du pion

Plan de définition du disque :



Plan de définition du pion :



Annexe A2 : Protocole de réalisation du dépôt électrolytique de nickel

Dans le but d'effectuer des observations en coupe des pions après essai de frottement, un dépôt électrolytique de nickel a été réalisé. Le but de ce dépôt était de stabiliser la surface du pion, et d'éviter que suite aux polissages successivement effectués pour atteindre différents niveaux de coupe, les particules de troisième corps ne soient en mouvement.

Pour réaliser ce dépôt électrolytique, un bain de nickelage de Watts est nécessaire. Cette solution est réalisée à partir de sulfate de nickel (300 g/L), de chlorure de nickel (60 g/L), d'acide borique (50 g/L), de sodium dodécyl sulfate (0,2 g/L), ainsi que de coumarine (0,2 g/L) et de saccharine (1 g/L).

Une fois la solution prête, le pion est alors mis dans le bain de nickelage, au centre d'une électrode en nickel. Pour réaliser le dépôt électrolytique, un courant doit circuler. Pour ce faire un générateur est utilisé, le pion est alors relié à la cathode de l'alimentation et l'électrode en nickel est reliée, elle, à l'anode.

La première étape de ce dépôt consiste à créer une très fine couche de nickel en surface du pion, de manière à ce qu'elle adhère au mieux aux contours de l'échantillon. Un courant très faible ($\approx 0,03$ A) est appliqué pendant environ 1 h. A la suite de cette première étape, le courant appliqué est augmenté à environ 0,2 A pendant 2 h de manière à ce qu'une couche plus conséquente soit formée en surface du pion.

Annexe A3 : Données des énergies calculées pour chaque durée d'essai à partir des courbes de frottement

Essai	Durée (s)	E _d 5s (J)	E _d 10s (J)	E _d 20s (J)	E _d 30s (J)	E _d 50s (J)	E _d 60s (J)	E _d 120s (J)
E739	120	26	52	106	155	252	300	636
E744	120	29	59	118	162	259	309	629
E745	120	30	61	111	161	279	339	699
E749	120	28	58	119	170	265	314	623
E750	60	29	60	117	160	257	305	-
E773	10	28	62	-	-	-	-	-
E833	20	34	73	151	-	-	-	-
E834	10	30	61	-	-	-	-	-
E835	5	32	-	-	-	-	-	-
E846	50	30	62	135	204	342	-	-
E847	30	31	63	129	192	-	-	-
E875	60	28	57	131	202	307	351	-
E876	5	27	-	-	-	-	-	-
E877	10	28	57	-	-	-	-	-
E878	20	26	54	113	-	-	-	-
Moyenne		29	60	123	176	280	320	647
Ecart-type		2,2	5,1	13	20	33	21	35

Annexe A4 : Mesures de nanodureté

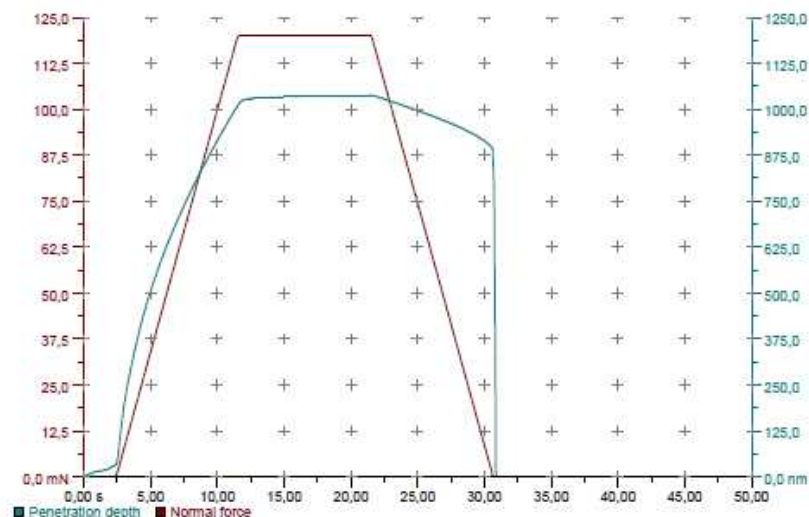
Des mesures de nanodureté ont été réalisées dans le but de déterminer le niveau de déformation plastique en extrême surface des pions. Ces mesures ont été réalisées sur plusieurs plans de coupe d'un même échantillon après 120 s de frottement.

L'indenteur utilisé pour réaliser ces mesures était de type Berkovich (pyramidal à trois faces) en diamant. A la différence des mesures de dureté où la charge est fixée, ici le paramètre fixé est celui de la profondeur de l'indentation : 1 μm dans notre cas, ce qui conférait à l'empreinte des diagonales de près de 7 μm . La vitesse de chargement était également fixée et dans nos essais elle était de l'ordre de 800 mN/min.

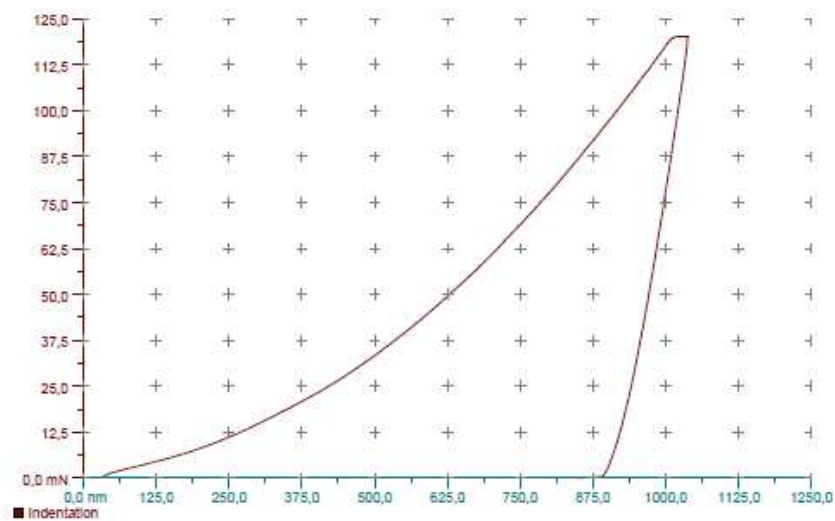
Avant toute mesure, une calibration de l'indenteur est effectuée. Cette calibration permet aussi de recalibrer la table sur laquelle se situe l'instrument, qui est équipé d'objectifs et permet donc de capturer des images de l'indentation.

Lorsque l'on a effectué une mesure (ou une filiation), deux courbes sont données :

- ✓ la courbe de profondeur de pénétration ainsi que la force normale appliquée en fonction de la durée de l'essai,



- ✓ la courbe de la force en fonction de la profondeur de pénétration.



A partir de ces courbes et par la méthode d'Oliver et Pharr, des données sont estimées et retransmises à l'utilisateur, il s'agit de :

- ✓ HIT : la dureté de pénétration ;
- ✓ EIT : le module de pénétration (analogue au module d'Young) ;
- ✓ Er : le module réduit de contact ;
- ✓ HV : la dureté.