

Titre: Mesure du coefficient de friction statique à haute température et
Title: mécanismes d'adhésion

Auteur: Julien Schmitt
Author:

Date: 2018

Type: Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

Référence: Schmitt, J. (2018). Mesure du coefficient de friction statique à haute température et mécanismes d'adhésion [Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal]. PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/3058/>
Citation:

Document en libre accès dans PolyPublie

Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: <https://publications.polymtl.ca/3058/>
PolyPublie URL:

Directeurs de recherche: Ludvik Martinu, & Jolanta-Ewa Sapieha
Advisors:

Programme: Génie physique
Program:

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

MESURE DU COEFFICIENT DE FRICTION STATIQUE À HAUTE TEMPÉRATURE ET
MÉCANISMES D'ADHÉSION

JULIEN SCHMITT

DÉPARTEMENT DE GÉNIE PHYSIQUE
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES
(GÉNIE PHYSIQUE)

AVRIL 2018

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé :

MESURE DU COEFFICIENT DE FRICTION STATIQUE À HAUTE TEMPÉRATURE ET
MÉCANISMES D'ADHÉSION

présenté par : SCHMITT Julien

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

M. MARLEAU Guy, Ph. D., président

Mme KLEMBERG-SAPIEHA Jolanta-Ewa, Doctorat, membre et directrice de recherche

M. MARTINU Ludvik, Ph. D., membre et codirecteur de recherche

M. TURENNE Sylvain, Ph. D., membre

REMERCIEMENTS

Mes remerciements s'adressent tout d'abord à mes directeurs de recherche, Jolanta Sapieha et Ludvik Martinu, qui m'ont offert la possibilité de réaliser ma maîtrise à l'École Polytechnique au sein du Laboratoire de Revêtements Fonctionnels et d'Ingénieries de Surfaces (LaRFIS). La diversité des domaines impliqués dans la tribologie ainsi que les projets variés réalisés au LaRFIS m'ont apporté énormément de connaissances.

Je tiens à adresser un remerciement particulier à mon encadrant, mais avant tout mon frère, Thomas Schmitt, qui m'a donné les moyens de venir étudier à Montréal. Ses conseils et son sens critique aiguisé m'ont sans aucun doute permis de faire aboutir ce projet et d'acquérir de nouvelles compétences.

Je remercie le soutien technique ainsi que financier provenant de Velan à travers la chaire industrielle MIC-CSE ainsi que du CRSNG. Je tiens notamment à remercier Fadila Khelfaoui, Luc Vernhes, Vahe Najarian et James Mehta.

Mes remerciements s'adressent aussi à Marwan Azzi et Élie Bittar-Nehme pour leurs collaborations sur le développement du tribomètre.

Je remercie aussi Jack Lengaigne et Étienne Bousser pour les nombreuses discussions constructives réalisées autour d'un café.

Finalement, je tiens à remercier Francis Turcot et Sébastien Chénard, pour leur soutien technique indispensable et polyvalent.

RÉSUMÉ

Un effort international est actuellement mené afin d'augmenter le rendement thermodynamique des centrales thermiques jusqu'à 50 %. Pour atteindre cet objectif, il est nécessaire d'augmenter la température des vapeurs entraînant les turbines. De nouveaux matériaux sont donc développés afin de pouvoir supporter les efforts mécaniques à des températures jusqu'à 760°C. Il existe donc une nécessité de développer de nouveaux équipements et méthodologies permettant de caractériser les matériaux à haute température. Les valves MSBV (Metal-Seated Ball Valves) sont des dispositifs permettant de couper ou d'ouvrir un flux et sont couramment utilisés dans les centrales thermiques. De par leur utilisation, elles peuvent être exposées à de longues périodes d'immobilité.

C'est dans le but d'étudier ce type particulier de contact « statique » que le tribomètre haute température (HTT800) a été développé. Cet équipement unique permet de mesurer le coefficient de frottement statique entre un pion et un plan jusqu'à une température de 800°C. Pour cela, une méthodologie de mesure non conventionnelle a été développée. Cette dernière a été appliquée sur un contact pion-plan composé de stellite 6 massif et d'un revêtement de chrome dur. Ces matériaux sont classiquement utilisés dans l'industrie des valves. L'évolution du coefficient de friction statique a été mesurée en fonction de trois paramètres : la pression de contact (170 et 1000 MPa), la température (20, 500 et 800°C), et le temps de maintien (de 30 secondes à 16 heures). Les contacts ont ensuite été analysés en termes de microstructure, de composition chimique, et de topographie.

L'utilisation de cette méthodologie montre, qu'à température ambiante, le coefficient de frottement statique n'est pas affecté ni par la pression de contact ni par le temps de maintien. À haute température, le coefficient de frottement statique dépend à la fois de la pression de contact et du temps de maintien. À 500°C, deux comportements sont observés en fonction de la pression de contact. À faible pression de contact, le coefficient de frottement statique diminue avec le temps de maintien alors qu'il augmente dans le cas d'une forte pression de contact. À cette température, le coefficient de frottement statique le plus élevé est obtenu pour la plus haute pression de contact. À 800°C, le comportement est caractérisé par une augmentation du coefficient de frottement statique en fonction du temps de maintien jusqu'à des valeurs supérieures à 1. De plus, un endommagement adhésif beaucoup plus prononcé qu'aux autres températures est observé. À cette

température, le coefficient de frottement statique le plus élevé est obtenu pour la pression de contact la plus faible, contrairement à 500°C.

Toutes ces observations ont été attribuées à l'évolution du contact en fonction des conditions d'essai. Notamment, la formation d'un oxyde mixte dans le contact dont les propriétés seraient influencées par le temps de maintien à haute température semble avoir une influence primordiale sur la réponse tribologique du système. Finalement, un mécanisme d'adhésion est proposé afin d'expliquer l'origine de l'évolution du coefficient de frottement statique en fonction du triptyque représenté par la pression de contact, le temps de maintien et la température.

ABSTRACT

An international effort is being made currently in order to increase the thermodynamic efficiency of thermal power plants up to 50%. To achieve this goal, it is necessary to increase the temperature of the vapors driving the turbines. New materials are therefore developed to withstand mechanical stresses at temperatures up to 760°C. This rise in temperature leads to a need to develop new equipments and methodologies to characterize materials under such severe conditions. MSBV valves (Metal-Seated Ball Valves) are devices that are able to close or open a flow and are commonly used in thermal power plants. By their use, they can be exposed to long periods of immobility.

A new tribometer has been developed in order to be able to study this particular "static" contact. This unique equipment is able to measure the coefficient of static friction between a pin and a plane up to a temperature of 800°C. A methodology has been developed to simulate the contact in a valve consisting of cast stellite 6 and a hard chrome plating. These materials are typically used in the valve industry. The evolution of the static coefficient of friction was measured according to three parameters: the contact pressure (170 and 1000 MPa), the temperature (20, 500 and 800 ° C), and the holding time (from 30 seconds to 16 hours). The contacts were then analyzed in terms of microstructure, chemical composition, and topography.

The use of the methodology showed that, at ambient temperature, the coefficient of static friction is not affected either by the contact pressure or by the duty time. At high temperatures, the coefficient of static friction depends on both the contact pressure and the holding time. At 500 ° C, two behaviors are observed depending of the contact pressure. The coefficient of static friction decreases with the holding time at low contact pressure, while it increases at higher contact pressure. At this temperature, the highest coefficient of static friction is obtained for the highest contact pressure. At 800 ° C, the behavior is characterized by an increase in the static friction as a function of the holding time to values greater than 1. In addition, a much more pronounced adhesive damage is observed compared to the other temperatures. Also, the highest static friction is obtained for the lowest contact pressure, unlike at 20 and 500°C.

All those observations were attributed to the evolution of the contact as a function of the testing conditions. In particular, the formation of a mixed oxide inside the contact seems to have a major influence on the tribological response of the system. Finally, an adhesion mechanism is proposed

to explain the origin of the evolution of the static coefficient of friction as a function of the three parameters: the contact pressure, the holding time and the temperature.

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS	iii
RÉSUMÉ.....	iv
ABSTRACT	vi
TABLE DES MATIÈRES	viii
LISTE DES TABLEAUX.....	xiv
LISTE DES FIGURES	xv
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS	xx
LISTE DES ANNEXES.....	xxi
CHAPITRE 1 INTRODUCTION.....	1
1.1 Objectifs de recherche	2
1.2 Contenu du mémoire	3
CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE	4
2.1 Base de la tribologie.....	4
2.1.1 Les lois du frottement.....	4
2.1.2 Friction dynamique et friction statique	6
2.2 La mécanique du contact.....	8
2.2.1 Aire de contact	8
2.2.1.1 Aire de contact réelle / apparente	8
2.2.1.2 La théorie du contact de Hertz	9
2.2.1.3 Limite des déformations élastiques	11
2.2.1.4 Le modèle de Greenwood et Williamson.....	13
2.2.2 Mécanismes d'adhésion	14

2.2.2.1	Le modèle de Coulomb	14
2.2.2.2	Théorie de l'adhésion	14
2.2.3	Mécanismes d'usure	15
2.2.3.1	L'usure adhésive	16
2.2.3.2	L'usure abrasive	16
2.3	Les tribomètres statiques	18
2.3.1	Les plans inclinés	18
2.3.2	Tribomètre à force centrifuge	19
2.3.3	Tribomètres instrumentés	20
2.3.3.1	Conception générale et type de contact	20
2.3.3.2	Force normale	21
2.3.3.3	Force tangentielle	21
2.3.3.4	Vitesse d'acquisition	22
2.3.3.5	Chauffage	22
2.4	Les stellites	23
2.4.1	Compositions et microstructures	23
2.4.2	Propriétés mécaniques	25
2.4.3	Transformation allotropique	25
2.4.4	Impact de la phase hexagonale sur la réponse tribologique	28
CHAPITRE 3	MATÉRIELS ET MÉTHODES	31
3.1	Échantillons	31
3.1.1	Alumine et acier	31
3.1.2	Stellite 6	32
3.1.3	Chrome dur	33

3.2	Techniques d'analyse	33
3.2.1	Microstructure et analyses chimiques	33
3.2.2	Analyse topographique.....	34
3.2.3	Cristallographie	35
3.2.4	Propriétés mécaniques.....	36
3.3	Le tribomètre haute température	38
3.3.1	Présentation du tribomètre	38
3.3.1.1	Configuration et fixation des échantillons	39
3.3.1.2	Actionneurs linéaires	40
3.3.1.3	Capteurs de forces	42
3.3.1.4	Système de chauffage.....	42
3.3.1.5	Fréquence d'acquisition	43
3.3.1.6	Logiciel.....	44
3.3.2	Exemple de courbe statique.....	46
3.3.3	Considérations pour la mesure du coefficient de friction statique	47
3.3.3.1	Préparation des surfaces	47
3.3.3.2	Fixation des échantillons	47
3.3.3.3	Paramètres de test.....	47
3.3.3.4	Analyse des données	48
CHAPITRE 4 OPTIMISATION DE LA MESURE DE FRICTION STATIQUE		49
4.1	Bras de chargement	49
4.1.1	Bras perpendiculaire à l'actionneur.....	50
4.1.2	Bras parallèle à l'actionneur.....	50
4.1.2.1	Bras en porte à faux.....	50

4.1.2.2	Bras symétrique.....	51
4.2	Contrôle du taux de chargement tangentiel.....	52
4.3	Stabilisation thermique.....	54
4.4	Sources d'incertitudes sur la mesure.....	56
4.4.1	Alignement	56
4.4.2	Mesure du déplacement.....	56
4.4.3	Influence de la régulation de la température	57
CHAPITRE 5 DÉVELOPPEMENT DE LA MÉTHODOLOGIE		59
5.1	Essais statiques simples.....	59
5.1.1	Séquence d'essai	59
5.1.2	Courbes de friction	60
5.1.3	Coefficients de friction statique	60
5.2	Essais statiques multiples	61
5.2.1	Essais statiques unidirectionnels	62
5.2.1.1	Séquences d'essai	62
5.2.1.2	Courbes de friction	62
5.2.1.3	Coefficients de friction statique	63
5.2.2	Impact d'une sollicitation dynamique.....	64
5.2.2.1	Séquence d'essai	64
5.2.2.2	Courbes de friction	65
5.2.2.3	Coefficients de friction statique	66
5.3	Méthodologie finale	66
5.3.1	Séquence d'essai	67
5.3.2	Courbes de friction	67

5.3.3	Coefficients de friction statique	68
5.3.4	Comparaison des méthodes	68
5.3.5	Application pour l'étude du temps de maintien	69
5.4	Conclusion	70
CHAPITRE 6 APPLICATION SUR STELLITE 6		71
6.1	Échantillons	71
6.1.1	Préparation des échantillons	71
6.1.1.1	Plans	71
6.1.1.2	Pions	72
6.1.1.3	Rayons de courbure	73
6.1.2	Propriétés mécaniques	74
6.2	Essais de friction	75
6.2.1	Conditions d'essais	76
6.2.2	Régime stable de friction statique	76
6.2.3	Courbes de friction statique	78
6.2.4	Impact du temps de maintien	81
6.2.5	Évolution du coefficient de friction dynamique	82
6.3	Analyse des contacts	84
6.3.1	Description des contacts	84
6.3.1.1	Description macroscopique	84
6.3.1.2	Zones d'adhésion	86
6.3.1.3	Phase du cobalt	91
6.3.2	Étude dimensionnelle	91
6.3.2.1	Surface de contact	92

6.3.2.2	Coefficient d'usure dynamique.....	94
6.3.2.3	Profils des pions	95
6.3.2.4	Volumes d'adhésion	96
6.4	Mécanismes d'adhésion	97
6.5	Conclusions	101
CHAPITRE 7 CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES.....		103
BIBLIOGRAPHIE		107
ANNEXES		113

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2-1 : Composition des stellites 1, 6 et 21, en % massique.	23
Tableau 3-1 : Composition en % massique des pions en stellite 6.	32
Tableau 4-1 : Taux de chargement de la force tangentielle en contrôle par force.	53
Tableau 6-1 : Rugosités moyennes des pions après préparation des surfaces.	73
Tableau 6-2 : Dureté et module d'Young des matériaux étudiés.	75
Tableau 6-3 : Forces normales des essais de friction statique. (RS indique le pion qui a été utilisé pour définir le régime stable).	76
Tableau 6-4 : Paramètres généraux des essais.	76
Tableau 6-5 : Régimes stables de friction statique pour les essais répétés.	78
Tableau 6-6 : Pourcentages massiques et ratio Co/Cr.	90
Tableau 6-7 : Pressions de contact surfacique.	93

LISTE DES FIGURES

Figure 1-1 : Exemple de dommage après service sur la sphère d'une MSBV [5].....	2
Figure 2-1 : Schéma des dispositifs permettant de mesurer la friction provenant d'un cahier de Leonard de Vinci (codex Forster).	5
Figure 2-2 : Schéma d'un banc d'essai de friction de Coulomb [2].	6
Figure 2-3 : Évolution de la force de friction en fonction de la force tangentielle.	7
Figure 2-4 : Schéma d'un contact entre une sphère et un plan.	10
Figure 2-5 : Évolution typique de la courbe de traction pour les matériaux ductiles.	12
Figure 2-6 : Les différents modèles d'ancrage de Coulomb.	14
Figure 2-7 : Surface d'un alliage Al-Si endommagée par usure adhésive [8].	16
Figure 2-8 : Surface d'un acier après une usure abrasive [7].	17
Figure 2-9 : Tribomètre à plan incliné proposant un système de charge normale variable [25]....	19
Figure 2-10 : Tribomètre à force centrifuge [29].	20
Figure 2-11 : Force tangentielle en fonction du temps [7].	22
Figure 2-12 : Diagramme de phase pseudo-binaire extrait du système Co-Cr-C-W. La composition d'un stellite 6 est indiquée par C_0 [39].....	24
Figure 2-13 : Microstructure (500x) des stellites 1, 6 et 21 (respectivement de gauche à droite) [36].	24
Figure 2-14 : Dureté à chaud des stellites 1, 6 et 21 [36].....	25
Figure 2-15 : Réseau cristallin CFC et HCP.	26
Figure 2-16 : Observation des fautes d'empilement par MEB après traitement thermique [47]. ..	27
Figure 2-17 : Microscopie électronique en transmission à haute résolution d'une coupe d'un stellite 6 après un test d'usure [53]	28
Figure 2-18 : Schématisation du mécanisme de réduction de l'usure par transformation de phase sous contrainte.....	28

Figure 2-19 : Effet de la microstructure d'un alliage Co-Cr-Mo-C sur le volume d'usure pendant un essai de friction. Pression de contact de 3 MPa, vitesse linéaire de 300 mm/s [55].	29
Figure 3-1 : Photo et dimensions d'un pion en stellite 6.....	32
Figure 3-2 : Plan (non poli) en acier recouvert de chrome dur	33
Figure 3-3 : Photo du profilomètre optique.....	35
Figure 3-4 : Vue en coupe de l'indentation (à gauche) et courbe de charge-déplacement (à droite) [58].	37
Figure 3-5 : Schéma du HTT800.....	39
Figure 3-6 : Vue rapprochée de la zone de contact (couvercle du four ouvert).	40
Figure 3-7 : Photo montrant le détail de l'actionneur mécanique ainsi que le four.	41
Figure 3-8 : Photographie du four ouvert à 800°C et cliché infrarouge des parois externes du four également à 800°C (respectivement gauche et droite).	43
Figure 3-9 : Fenêtre principale du logiciel.	44
Figure 3-10 : Séquenceur d'étape du HTT800.....	45
Figure 3-11 : Évolution du coefficient de friction statique en fonction du temps (gauche) et du déplacement (droite) d'une bille d'alumine sur un plan d'acier sous une pression de contact de 1.4 GPa ($F_n=7$ N) à température ambiante.	46
Figure 4-1 : Les trois différentes versions du bras de chargement. De gauche à droite : Bras perpendiculaire, bras en porte à faux et bras symétrique (parallèles).	49
Figure 4-2 : Couplage entre la force normale et la force tangentielle lors du chargement normal pour le bras en porte à faux.	50
Figure 4-3 : Simulations par éléments finis du déplacement du bras en porte à faux (gauche) et du bras symétrique (droite) à pleine charge (200 N).....	51
Figure 4-4 : Couplage entre la force normale et la force tangentielle pour le bras symétrique.	52
Figure 4-5 : Évolution des taux de chargement pour les consignes de 0.1, 1 et 10 N/s en contrôle de courants et en contrôle de force avec boucle de rétroaction, respectivement gauche et droite.	53

Figure 4-6 : Évolution de la force tangentielle pendant la période de maintien lorsque le système n'est pas thermiquement stable.	54
Figure 4-7 : Évolution de la force tangentielle lorsque le contact est ouvert et le four à 800°C. La courbe noire est une moyenne.	55
Figure 4-8 : Évolution de la force tangentielle due aux effets thermiques pendant une période de maintien.	55
Figure 4-9 : Essai de friction statique à 800°C et haute charge ($F_n = 45$ N).	57
Figure 4-10 : Impact de l'amplitude de la régulation de la température sur les forces normales et tangentielles. Charge normale de 42 N et température de 800°C.	58
Figure 5-1 : Séquence d'un essai de friction statique simple.	59
Figure 5-2 : Évolution du coefficient de friction 20 et 500°C (respectivement haut et bas) pour le couple alumine / acier. La flèche indique la rupture principale ($\mu_s = 0.57$).	60
Figure 5-3 : Résultat des essais statiques simple à 20 et 500°C.	61
Figure 5-4 : Évolution de coefficient de friction lors de la dernière passe à 20 et 500°C (respectivement haut et bas).	62
Figure 5-5 : Évolution de μ_s en fonction du nombre de répétitions pour 20 et 500°C.	63
Figure 5-6 : Schéma de la séquence de test.	64
Figure 5-7 : Évolution des coefficients de friction à la fin des séries à 20 et 500°C (respectivement haut et bas).	65
Figure 5-8 : Évolution du coefficient de friction statique en fonction du nombre de passes dynamique pour 20 et 500°C.	66
Figure 5-9 : Évolution du coefficient de friction à 20 et 500°C (respectivement haut et bas) dans leurs régimes stables.	67
Figure 5-10 : Coefficients de friction statique mesurés dans le régime stable à 20 et 500°C.	68
Figure 5-11 : Comparaison des coefficients de friction statique obtenus par les différentes méthodes de test.	69

Figure 6-1 : Surfaces modélisées et profils d'un plan avant et après préparation de la surface, respectivement gauche et droite. La ligne indique l'emplacement du profil.....	72
Figure 6-2 : Surfaces modélisées de pions présentant des défauts d'usinage et de sphéricité	72
Figure 6-3 : Surface 3D d'un pion et profil redressé, avant et après la préparation de la surface, respectivement gauche et droite. Le cercle blanc indique l'aire de contact approximative des pions. La ligne noire indique la provenance du profil.....	73
Figure 6-4 : Distribution des rayons de courbure des pions en stellite 6. Rayon de courbure de 10 mm (à gauche) et 50 mm (à droite).	74
Figure 6-5 : Courbes de force-pénétration obtenue pendant les essais de micro-indentation.....	75
Figure 6-6 : Évolution des coefficients de friction statique en fonction du nombre passes pour les trois températures de contact (20, 500 et 800 °C).....	77
Figure 6-7 : Courbes de friction statique en fonction du temps (gauche) et du déplacement (droite) obtenues pour une température de 20, 500 et 800°C pour une pression de contact de 170 MPa, et 4 h de maintien.	79
Figure 6-8 : Courbes de friction en fonction du temps (gauche) et du déplacement (droite) obtenues pour une température de 20, 500 et 800°C pour une pression de contact de 1000 MPa, et 4 h de maintien.	80
Figure 6-9 : Évolution des coefficients de friction statique en fonction du temps de maintien et de la pression de contact pour les 3 températures et comparaison.....	81
Figure 6-10 : Évolution des coefficients de friction dynamique en fonction des nombres de passes et des pressions de contact à 20, 500 et 800°C.....	83
Figure 6-11 : Coefficients de friction dynamique en fonction de la température et de la pression de contact.	83
Figure 6-12 : Micrographies optiques de la surface des pions et des plans après les essais statiques (4 h de maintien).	85
Figure 6-13 : Cliché MEB des pions et plans après les essais statiques (4 h de maintien). La flèche indique un cas évident de transfert de matière.	86

Figure 6-14 : Défauts typiques à 20°C et 170 MPa sur un pion et un plan (respectivement gauche et droite). Les numéros correspondent aux spectres EDS.....	87
Figure 6-15 : Défauts typiques à 500°C et 170 MPa sur un pion et un plan (respectivement gauche et droite).	88
Figure 6-16 : Défauts typiques à 800°C et 170 MPa sur un pion et un plan (respectivement gauche et droite).	89
Figure 6-17 : Marque typique de grippage (800°C, 1000 MPa, 1 h).	89
Figure 6-18 : Diffractogramme de la zone de contact d'un pion (800°C, 1000 MPa, 16 h).	91
Figure 6-19 : Exemple de surface modélisé en 3D des pions à température ambiante, 4h de maintien, 170 MPa (gauche) et 1000 MPa (droite).	92
Figure 6-20 : Surface des contacts.	93
Figure 6-21 : Coefficient d'usure dynamique.....	94
Figure 6-22 : Profils des contacts en milieu de trace, perpendiculairement à la direction de test.	95
Figure 6-23 : Illustration de la mesure du volume d'adhésion sur un profil de pion.....	96
Figure 6-24 : Volume d'adhésion en fonction de la température et du temps de maintien pour une pression de contact de 170 MPa et 1000 MPa (respectivement gauche et droite).	97
Figure 6-25 : Mécanismes à 20°C pour la faible et la haute charge, respectivement à gauche et à droite. (Indépendant du temps de maintien).....	98
Figure 6-26 : Mécanismes à 500°C pour la faible et la haute charge, respectivement à gauche et à droite. (Indépendant du temps de maintien).....	99
Figure 6-27 : Mécanismes à 800°C et faible charge pour les temps de maintien de 1h et 4h, respectivement à gauche et à droite.....	99
Figure 6-28 : Mécanismes à 800°C et haute charge pour les temps de maintien de 1 h et 4 h, respectivement à gauche et à droite.....	100

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

ASTM	American Society for Testing Material
A-USC	Advanced-Ultra Super Critical
CCD	Charge Coupled Device
CFC	Cubique à Face Centrée
CRSNG	Conseil de Recherches en Sciences Naturelles et en Génie du Canada
DRX	Diffraction des Rayons X
EDS	Spéctroscopie Dispersive en Énergie
HCP	Hexagonal Close-Packed
IEA	Agence Internationale de l'Énergie
MEB	Microscopie Électronique à Balayage
MIC-CSE	Multisectorial Industrial Research Chair in Coatings and Surface Engineering
MSBV	Metal-Seated Ball Valve

LISTE DES ANNEXES

Annexe A – Spectre EDX	113
------------------------------	-----

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

La production d'énergie est l'une des fondations sur laquelle notre société s'appuie. Depuis l'installation de la première centrale thermique par Thomas Edison en 1882, la production d'électricité n'a cessé d'augmenter. Par exemple, la production mondiale d'électricité a augmenté de 7000 à 25000 TWh, soit une augmentation de 350 %, dans la période 1975 – 2015 selon l'IEA (Agence Internationale de l'Énergie) [1]. En 2017, environ 66 % de la production mondiale d'électricité a été réalisée par combustion d'énergies fossiles (charbon, gaz, pétrole) [1]. Lorsque ces matériaux fossiles sont brûlés, ils relâchent dans l'atmosphère des gaz à effet de serre, tel que le CO₂. Bien qu'une transition vers les sources d'énergies renouvelables soit engagée, la production d'électricité à l'aide des centrales thermiques est encore largement majoritaire dans le monde.

C'est dans ce contexte industriel qu'un effort international est mené afin de développer la prochaine génération de centrale thermique dite A-USC (Advanced Ultra Super Critical). Ces dernières utilisent un procédé de capture du CO₂ afin de baisser les émissions ainsi qu'un fluide à l'état supercritique permettant d'augmenter le rendement. Ainsi, la technologie A-USC permettrait de fournir un rendement thermodynamique d'environ 50% en utilisant une vapeur à température élevée et à haute pression (760°C et 35 MPa) [2, 3]. Dans de telles conditions, les matériaux sont soumis à d'importantes contraintes mécaniques et thermiques pouvant mener à des défaillances.

De nombreuses valves sont utilisées dans les centrales thermiques afin de gérer les flux de vapeurs et représentent un des points critiques de ces systèmes. Ces pièces mobiles sont en effet soumises aux effets de la friction en plus de la température et de la pression. Le succès de l'implémentation de la technologie A-USC est donc étroitement lié aux performances des matériaux dans ces conditions extrêmes. Ce sont actuellement des alliages à base de nickel qui sont étudiés pour cette application en raison leur bonne résistance au fluage sous haute température [2, 4].

Les valves métalliques MSBV (pour "Metal-Seated Ball Valve") sont couramment utilisées pour des applications de sécurité sur des services critiques car elles permettent une fermeture rapide du flux. Leur conception repose sur l'utilisation d'une sphère perforée mobile qui prend appui sur un siège fixe afin d'assurer l'étanchéité. Une rotation de 90° de la sphère permet de couper ou d'ouvrir le flux. L'utilisation de ces valves les expose donc naturellement à de longues périodes d'immobilité avant un mouvement. Actuellement, afin de prévenir l'usure jusqu'à une température maximale de 650°C, le stellite 6 est utilisé dans la majorité des cas pour ses propriétés

tribologiques. Cependant, plusieurs modes de défaillance incluant, l'abrasion, l'adhésion et le grippage sont responsable de la perte de performance de ces valves qui se traduit par une augmentation de la force nécessaire pour l'actionner et/ou une mauvaise étanchéité [5] (Figure 1-1).

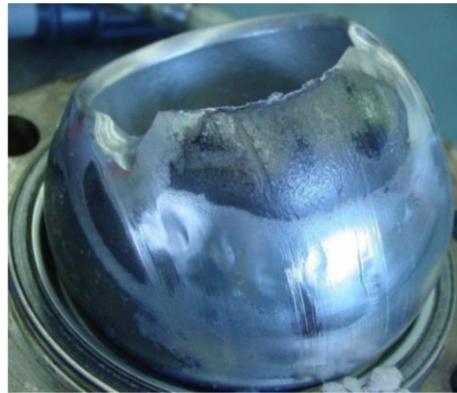


Figure 1-1 : Exemple de dommage après service sur la sphère d'une MSBV [5].

L'entreprise Velan, qui est un des principaux manufacturiers de valves industrielles, est un des acteurs du projet des centrales A-USC. Cette entreprise dispose de bancs d'essai permettant de tester le comportement tribologique en régime dynamique sur des échantillons ou des valves entières. Néanmoins, aucun instrument n'est disponible pour évaluer les mécanismes tribologiques intervenant lors des premiers instants du mouvement dans un contact chargé mécaniquement et sous haute température. C'est afin de répondre à ce besoin que le tribomètre haute température (HTT800) a été développé en partenariat avec l'entreprise Tricomat. Ce projet s'inscrit par ailleurs dans le cadre d'une chaire industrielle multisectorielle (MIC-CSE).

1.1 Objectifs de recherche

L'objectif principal de cette étude est de développer un tribomètre ainsi qu'une méthodologie de mesure du coefficient de frottement statique à haute température. Cette méthodologie a pour but de simuler les défauts observés sur les valves afin d'être en mesure de prédire les comportements tribologiques de nouveaux matériaux.

Un second objectif est d'appliquer cette méthodologie sur des matériaux utilisés actuellement dans l'industrie des valves. Ainsi, un couple formé de stellite 6 et d'acier 410 recouvert de chrome dur a été sélectionné par Velan afin d'illustrer la méthodologie développée dans cette étude.

1.2 Contenu du mémoire

Le deuxième chapitre de ce mémoire présente une revue de littérature sur la tribologie avec un accent sur la friction statique. De nombreux thèmes sont abordés afin de comprendre les mécanismes qui peuvent intervenir lorsque deux matériaux sont mis en contact sous charge normale et qu'une force tangentielle est appliquée. Une section est dédiée à l'étude comparative de quelques tribomètres statiques dont les capacités peuvent se rapprocher de celles nécessaires à cette étude. Enfin, une section est consacrée aux alliages de type stellites afin de présenter leurs propriétés ainsi que leur comportement tribologique.

Le troisième chapitre présente les matériaux qui ont été utilisés durant cette étude ainsi que les outils permettant de caractériser les surfaces de contact. Une section est dédiée à la présentation du tribomètre. Ses caractéristiques ainsi que les éléments qui le composent y sont détaillés.

Le quatrième chapitre regroupe certains points spécifiques du tribomètre qu'il a été nécessaire d'optimiser afin d'assurer un fonctionnement contrôlé et répétable. Certaines limitations de cet équipement y sont également abordées.

Le développement de la méthodologie de mesure est présenté dans le cinquième chapitre. Dans cette partie, c'est notamment la réponse du tribomètre qui a été analysée afin d'élaborer une séquence d'essai non conventionnelle et spécifique à la réplique du contact s'opérant dans les valves.

Finalement, le sixième et dernier chapitre est dédié à l'application de la méthodologie sur des matériaux utilisés dans l'industrie des valves. Après avoir réalisé les essais, les surfaces de contact sont caractérisées en utilisant des techniques telles que la microscopie optique et électronique, la spectroscopie dispersive en énergie, la diffraction des rayons X ainsi que la profilomètre optique. L'objectif étant de proposer un mécanisme permettant de décrire l'adhésion se produisant dans un contact stellite 6-Cr.

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE

La tribologie est un domaine d'étude pluridisciplinaire qui s'appuie sur la compréhension de la matière de l'échelle macroscopique à l'échelle atomique. Cette science est en constante évolution du fait de l'amélioration des techniques d'analyse et d'observation. Ce chapitre va permettre de poser les fondements sur lesquels cette étude s'appuie. Dans un premier temps les concepts de base de la tribologie ainsi que de la mécanique du contact vont être définis. Ensuite un état de l'art des tribomètres statiques va être dressé. Enfin, la dernière partie va présenter les propriétés des alliages stellite.

2.1 Base de la tribologie

La tribologie est définie comme l'étude des phénomènes intervenant entre deux surfaces en contact, immobiles ou en mouvement relatif. Elle comprend le domaine du frottement, de l'usure ainsi que la lubrification. La résistance à un déplacement est rapportée au frottement tandis que la dégradation des surfaces par la perte de matière est caractéristique de l'usure. La lubrification consiste quant à elle à utiliser les propriétés d'un liquide (ou un solide) à l'interface du contact afin de modifier son comportement en frottement et en usure. La lubrification ne sera pas abordée ici, car ce domaine est en dehors du cadre de cette étude.

2.1.1 Les lois du frottement

Le terme "tribologie" a été proposé par Hans Peter Jost dans un rapport en 1966 [6]. Ce mot trouve ses racines dans le grec ancien, il est formé des termes "tribein" signifiant "frotter" et "logos" signifiant l'étude ou la science. La tribologie est donc de fait l'étude des frottements.

Ce terme trouve son origine dans l'histoire contemporaine, mais ce domaine d'étude est quant à lui bien plus ancien. Leonard de Vinci (1452 – 1519) fut le premier à étudier le phénomène de frottement en essayant de traduire ses observations par des raisonnements mathématiques. Une partie de ses travaux a porté sur l'analyse de la force nécessaire pour mettre en mouvement relatif deux corps en bois dont l'un est fixe et l'autre est relié à système de poulie et de poids. Une illustration de ce tribomètre ancestral est représentée sur la Figure 2-1. Les travaux de Vinci ne seront malheureusement jamais publiés et les lois du frottement sont associées à ses successeurs.

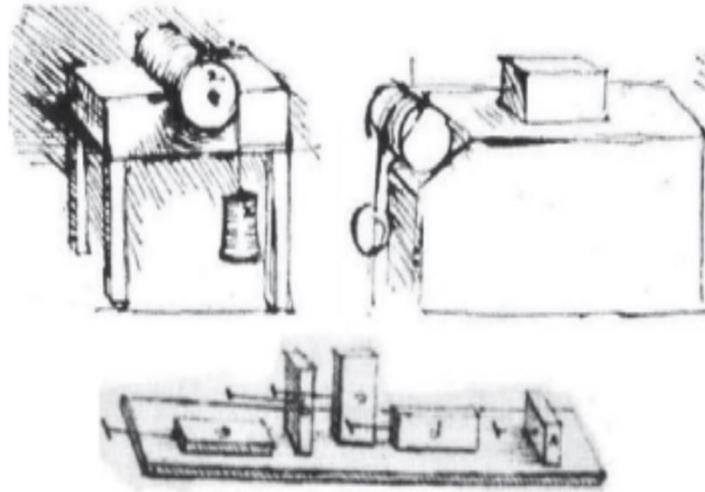


Figure 2-1 : Schéma des dispositifs permettant de mesurer la friction provenant d'un cahier de Leonardo de Vinci (codex Forster).

L'étude de la friction a ensuite été poursuivie par Guillaume Amontons (1663 – 1705) qui a publié en 1699 des relations entre la charge, l'aire de contact et la friction :

- 1) *La force de friction (F) est directement proportionnelle à la charge appliquée (F_n).*
- 2) *La force de friction est indépendante de l'aire de contact.*

Il est possible d'exprimer ces deux lois à travers une formule mathématique :

$$F = \text{Constante} * F_n$$

La constante est alors un paramètre qui dépend uniquement du contact (matériaux, état de surface, etc..). Cette constante a par la suite été nommée par Leonhard Euler (1707 – 1783) qui a répandu l'utilisation du terme de coefficient de friction, symbolisé par la lettre μ .

Les travaux d'Amontons ont ensuite été vérifiés par Charles Augustin Coulomb (1736 – 1806) qui étudia la friction en faisant varier un grand nombre de paramètres : la nature des matériaux, l'état de surface, la présence de lubrifiant, la force normale, le temps de maintiens, la géométrie des surfaces, la température et l'humidité. Un exemple de tribomètre conçu par Coulomb est représenté sur la Figure 2-2. Finalement, ses recherches lui ont permis d'ériger une 3^{ème} loi :

- 3) *La force de friction est indépendante de la vitesse de frottement.*

Ces trois relations sont connues sous le nom des lois d'Amontons-Coulomb.

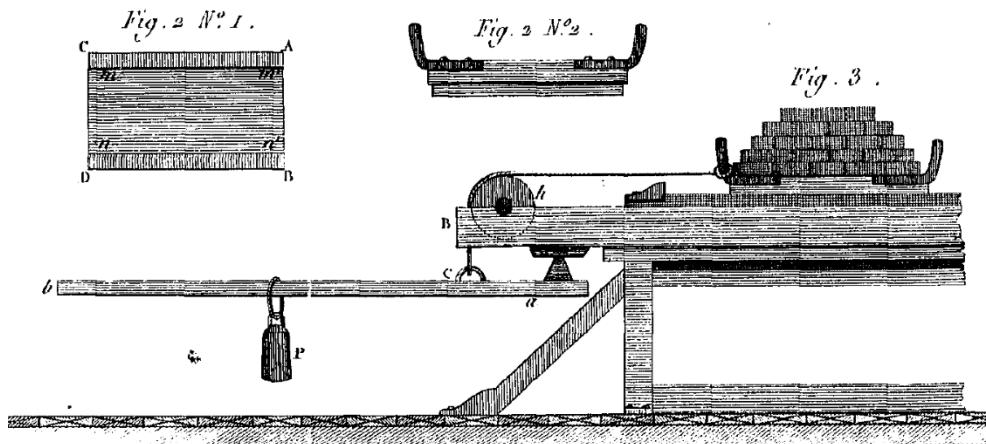


Figure 2-2 : Schéma d'un banc d'essai de friction de Coulomb [2].

Les recherches de Coulomb ont aussi permis de mettre en lumière les limites de ces lois, qui ne sont plus valables dans le cas des contacts lubrifiés.

2.1.2 Friction dynamique et friction statique

Il existe plusieurs modes de friction, lubrifiés ou non, par roulement, ou par glissement par exemple [7]. Le but de cette section est de donner des similitudes et distinctions existantes entre la friction dynamique et la friction statique, pour un glissement sec et non lubrifié.

Le coefficient de friction (μ) est une grandeur sans dimension qui représente le ratio entre la force tangentielle (F_t) et la force normale (F_n) :

$$\mu = \frac{F_t}{F_n} \quad (\text{Eq. 2-1})$$

Sa valeur est généralement comprise entre 0 et 1 et peut être considérée comme représentant la difficulté avec laquelle deux corps en contact vont se déplacer l'un par rapport à l'autre. Le coefficient de friction peut cependant dépasser l'unité en présence d'adhésion. Il ne doit pas être considéré comme une propriété d'un matériau, car il représente la réponse d'un couple de matériau à une sollicitation externe dans un environnement donné. De nombreux facteurs peuvent modifier la force de friction comme les propriétés mécaniques des matériaux, les paramètres de surfaces ou encore les paramètres environnementaux [7, 8]. De ce fait le coefficient de friction est une grandeur relativement instable. D'un point de vue énergétique la friction est un phénomène dissipatif, et l'énergie est libérée par la rupture des liaisons adhésive, par la fracture ou encore la déformation des aspérités ou de la surface.

Leonhard Euler fut le premier à poser la distinction entre la friction statique et dynamique. La force de friction statique représente la force qu'il est nécessaire de surpasser afin de mettre deux corps en mouvement relatif tandis que la force de friction dynamique est la force qui s'oppose à la direction de mouvement et qui ralentit le mouvement. Mathématiquement, ces relations s'expriment ainsi :

$$F_s = \mu_s * F_n \quad (\text{Éq. 2-2})$$

$$F_k = \mu_k * F_n \quad (\text{Éq. 2-3})$$

Avec μ_s et μ_k les coefficients de friction statique et dynamique et F_s et F_k les forces de friction statiques et dynamiques et F_n la charge normale. En général, la force de friction statique est supérieure ou égale à la force de friction dynamique, comme représentée sur la Figure 2-3. Ce sont principalement les forces d'adhésion qui sont responsables de ce phénomène et ce phénomène est discuté plus en détail dans la section sur les mécanismes d'adhésion (2.2.2).

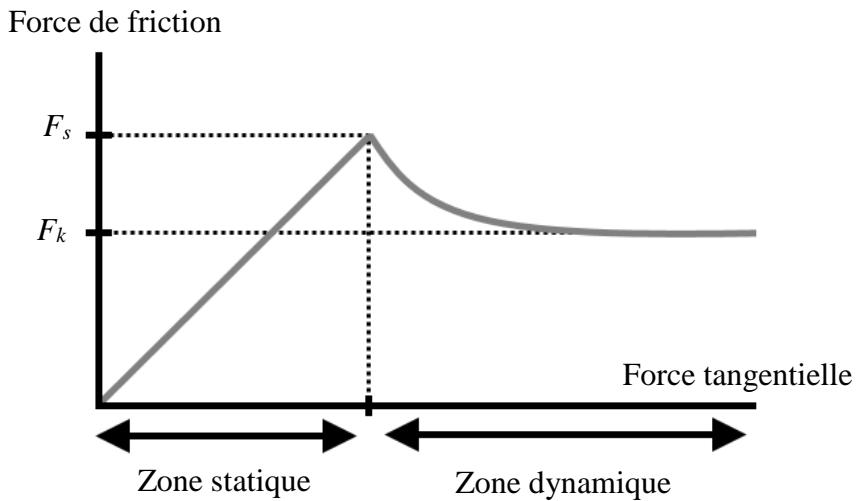


Figure 2-3 : Évolution de la force de friction en fonction de la force tangentielle.

Dans le domaine statique le contact s'initie et se développe. Soumises à la force normale, les aspérités qui sont en contact peuvent se déformer et augmenter l'aire de contact réelle. La surface des zones d'interactions augmente et des liaisons fortes peuvent être créées [7–9]. Dans le domaine dynamique, ces interactions mécaniques et chimiques n'ont pas le temps de s'établir et la force de friction dynamique est donc en général plus faible.

2.2 La mécanique du contact

La volonté de compréhension des phénomènes se produisant dans un contact a poussé les chercheurs à se concentrer sur les concepts d'adhésion, de déformation élastique et plastique, de formation de contact, d'usure, de frottement, d'indentation ou encore de dureté. Aidés par les techniques d'observation par microscopie et profilométrie, de nombreux modèles ont été élaborés se basant sur les travaux de Hertz. Les travaux de Bowden et Tabor sur le contact localisé font partie des contributions les plus célèbres [9]. De nombreux modèles du contact non conforme ont aussi été développés, les plus connus sont attribués à Johnson, Kendall et Roberts (JKR) [10], Derjaguin, Muller et Toporov (DMT) [11] et enfin Maugis-Dugdale (MD) [12]. La théorie du contact surfacique la plus célèbre est celle de Greenwood et Williamson (GW) [13]. Ces modèles sont de plus en plus raffinés afin de se rapprocher de la réalité, en prenant en compte la distribution des aspérités, leurs déformations élastiques et plastiques ainsi que les effets d'adhésion.

Dans cette section, le concept d'aire de contact réelle va être abordé et illustré avec la théorie du contact non conforme de Hertz et le modèle de contact surfacique de GW. Ensuite seront abordés les mécanismes responsables de l'adhésion et de la déformation.

2.2.1 Aire de contact

Ce concept avait déjà été mis en valeur par Amontons et Coulomb dans leur 2^{ème} loi. Cependant à l'époque la distinction entre l'aire réelle et l'aire apparente n'avait pas encore émergé. L'aire de contact réelle est un concept important car c'est à travers cette surface que se produisent les interactions.

2.2.1.1 Aire de contact réelle / apparente

Lorsque deux matériaux sont mis en contact sous une force normale, la charge est supportée au niveau des aspérités en contact. La somme de ces jonctions est l'aire de contact réelle et elle ne représente souvent qu'une fraction de l'aire de contact apparente [7–9]. Plusieurs techniques *in* ou *ex situ* ont été élaborées afin de déterminer l'aire de contact réelle d'un contact tribologique. Certaines peuvent être réalisées lorsque le contact est fermé, comme les techniques basées sur la mesure de la résistance électrique, ou la propagation d'ondes acoustiques [7]. D'autres méthodes sont basées sur l'observation du contact après un essai pour être analysées par microscopie. Dans

le cas d'un contact métallique, les techniques *in-situ* peuvent être difficiles voire impossibles à mettre en place. En effet, la résistivité d'un contact est très influencée par la présence d'oxydes et les méthodes optiques nécessitent d'avoir au moins une surface transparente. Les techniques basées sur la propagation d'ultrasons peuvent être employées sur des contacts métalliques, mais l'analyse est complexe et reste limitée par la longueur d'onde. Certaines techniques basées sur l'observation *post mortem* utilisent la capacité d'un revêtement déposé sur une surface à se transférer sur la contrepartie aux points de contact. Ce revêtement peut être métallique ou composé de polymères [14, 15].

Face à la difficulté et l'incertitude sur les mesures d'aire de contact réelle, une solution est d'utiliser des modèles mathématiques. Ces derniers sont basés essentiellement sur la théorie du contact de Hertz.

2.2.1.2 La théorie du contact de Hertz

Un tournant majeur dans la compréhension de la friction et de la mécanique du contact est apparu suite aux travaux de l'ingénieur et physicien allemand Heinrich Hertz (1857 – 1894). Sa théorie du contact a permis de relier l'aire de contact, la pression de contact ainsi que les déformations élastiques à la charge normale, le module d'Young et la géométrie des corps en contact.

Hertz a décrit le comportement d'un contact ponctuel élastique, c'est-à-dire lorsqu'une zone de contact représente une ligne ou un point, et que les déformations sont restreintes au domaine élastique. Afin de simplifier le problème il a donc formulé des hypothèses suivantes [16, 17].

- *Les matériaux sont isotropes et homogènes.*
- *La dimension de l'aire de contact est très faible devant le rayon de courbure.*
- *Le contact est sans frottement.*
- *Les surfaces en contact se comportent linéairement dans le régime élastique.*

Ces hypothèses ne sont que rarement vérifiées. Par exemple, les métaux ne sont généralement pas homogènes et isotropes du fait de leur microstructure et/ou orientations cristallines. Un autre exemple intervient lors de grandes déformations, qui peuvent mettre en défaut la seconde hypothèse. Cependant d'un point de vue macroscopique, la théorie du contact de Hertz reste une bonne approximation.

Pour un contact entre une sphère et un plan, Hertz a évalué la limite du rayon de contact comme devant être [16, 17].

$$a \leq 0.1R$$

Avec (a) le rayon du contact circulaire et (R) le rayon de courbure de la sphère.

La configuration sphère-plan n'est qu'un cas particulier de la théorie du contact de Hertz qui permet de simplifier les équations. Un schéma du contact sphère plan est présenté Figure 2-4.

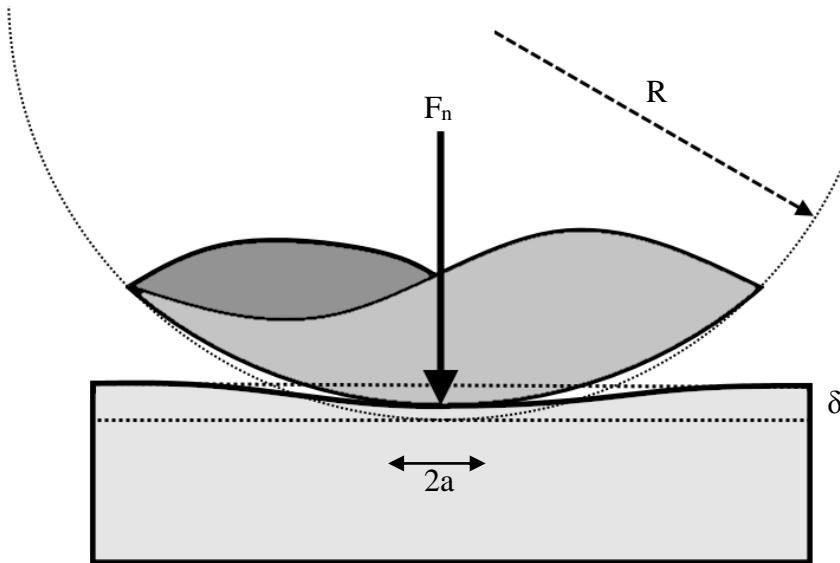


Figure 2-4 : Schéma d'un contact entre une sphère et un plan.

Le contact d'une sphère de rayon (R) avec un plan, sous une charge normale F_n , produit une surface de contact circulaire dont le rayon (a) est donné par :

$$a = \sqrt[3]{\frac{3F_nR}{4E'}} \quad (\text{Éq. 2-4})$$

Où E' représente le module d'élasticité équivalent, défini comme :

$$\frac{1}{E'} = \frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2} \quad (\text{Éq. 2-5})$$

Le module d'élasticité équivalent permet de prendre en compte les déformations élastiques des deux matériaux en contact à travers leur module d'Young (E) et leur coefficient de Poisson (ν) respectifs.

La pression de contact (p) entre les deux solides est donnée en fonction du rayon de la sphère et du rayon du contact circulaire :

$$p(R) = p_0 \sqrt{1 - \frac{R^2}{a^2}} \quad (\text{Éq. 2-6})$$

Où (p_0) représente la pression maximale hertzienne au centre du contact, définie par :

$$p_0 = \frac{3F_n}{2\pi a^2} \quad (\text{Éq. 2-7})$$

La pression moyenne de contact (p_m) est exprimée par :

$$p_m = \frac{F_n}{\pi a^2} = \frac{2}{3} p_0 \quad (\text{Éq. 2-8})$$

Le rapprochement (δ) des deux solides sous l'effet de la déformation élastique induite par la force normale (F_n) est donné par :

$$\delta = \frac{a^2}{R} = p_0 \frac{\pi a}{2E} \quad (\text{Éq. 2-9})$$

Finalement, l'aire de contact (A_c) peut être calculée simplement en utilisant le rayon du contact ou le déplacement :

$$A_c = \pi a^2 = \pi \delta R \quad (\text{Éq. 2-10})$$

Lorsque la limite d'élasticité des matériaux est dépassée, les déformations plastiques sont alors irréversibles. Les critères de plasticité de Tresca et Von Mises permettent d'évaluer cette transition en fonction des pressions de contact.

2.2.1.3 Limite des déformations élastiques

La limite de la zone élastique est déterminée expérimentalement lors d'un essai de traction. L'analyse des courbes de contraintes-déformation permet de déterminer la contrainte maximale à partir de laquelle le matériau se déforme plastiquement. La Figure 2-5 présente l'évolution typique d'une courbe de contrainte-déformation pour un matériau ductile comme les métaux. La limite élastique (R_e) détermine le passage de la zone élastique à la zone plastique. Le maximum de contraintes (R_m) représente la résistance à la traction du matériau.

Dans les métaux et plus généralement les matériaux cristallins, les déformations plastiques sont dues aux mouvements des dislocations sur des plans de glissement ou au maclage, résultant d'un

phénomène de cisaillement. La principale différence entre ces deux processus étant la distance sur laquelle les atomes se déplacent. C'est pourquoi les critères de plasticité sont essentiellement basés sur les composantes de cisaillements.

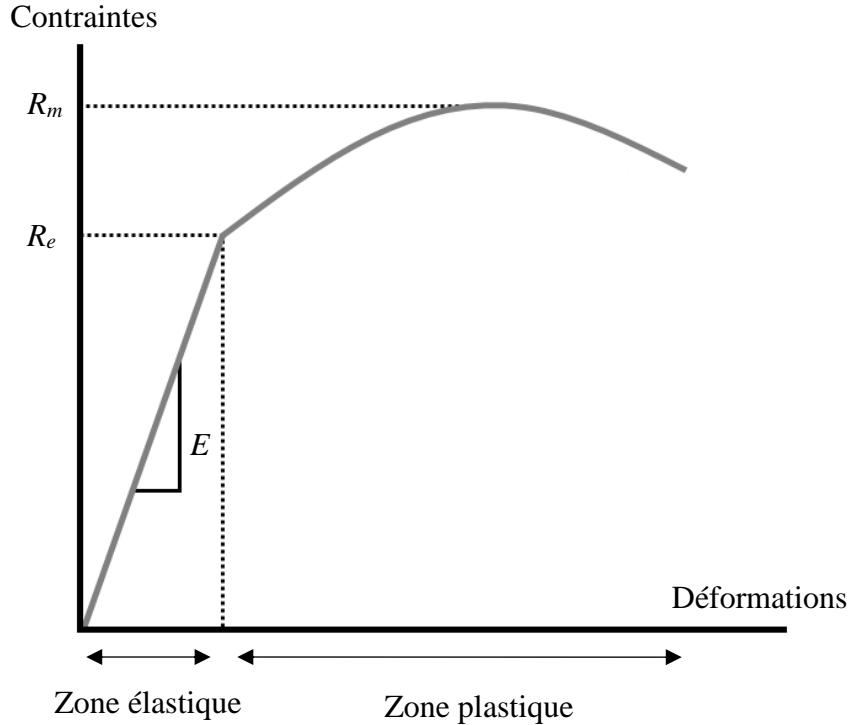


Figure 2-5 : Évolution typique de la courbe de traction pour les matériaux ductiles.

Le point où débute la plasticité, si la limite élastique est dépassée, est appelé point de Hertz. Pour un coefficient de Poisson de 0.3, les contraintes de cisaillement sont maximales à une profondeur d'environ la moitié du rayon de contact (0.48 en réalité) [7, 17]. La contrainte de cisaillement (τ_{max}) au point de Hertz est donnée en fonction de la pression hertzienne maximale :

$$\tau_{max}(Z = 0.48a) \approx 0.31 p_0 \quad (\text{Éq. 2-11})$$

Les critères de Tresca et de Von Mises permettent d'évaluer le début de la plasticité suivant différente approche. Le critère de Tresca est basé sur la contrainte maximale de cisaillement tandis que celui de Von Mises est basé sur l'énergie maximale du cisaillement. Ces deux critères s'expriment mathématiquement de la façon suivante [7] :

$$\tau_{max} \leq \frac{R_e}{2} \quad (\text{Tresca}) \quad (\text{Éq. 2-12})$$

$$\tau_{max} \leq \frac{R_e}{\sqrt{3}} \quad (\text{Von Mises}) \quad (\text{Éq. 2-13})$$

2.2.1.4 Le modèle de Greenwood et Williamson

Le modèle de Greenwood et Williamson (GW) [7, 13] développé en 1966, est basé sur la théorie de Hertz afin de décrire le contact entre deux surfaces. C'est le premier modèle de contact élastique à prendre en compte l'effet de la rugosité. Certaines hypothèses doivent être formulées :

- *Le contact s'effectue entre un plan lisse et une surface rugueuse isotrope.*
- *L'extrémité des aspérités est sphérique et de rayon de courbure constant.*
- *La hauteur des aspérités varie aléatoirement.*
- *Chaque aspérité se déforme indépendamment.*

Le modèle est basé sur la probabilité (P) qu'une surface plane située à une distance (d) entre en contact avec une aspérité d'une hauteur (z) :

$$P(z > d) = \int_d^{\infty} \phi(z) dz \quad (\text{Éq. 2-14})$$

L'aire de contact pour cette aspérité peut être calculée avec la théorie de Hertz. Afin d'évaluer l'aire de contact réelle de la surface, le modèle prévoit d'intégrer tous les contacts pour l'ensemble des positions des aspérités.

Comme le modèle est basé sur la théorie de Hertz il ne reste valide que pour les déformations élastiques. Greenwood et Williamson ont alors défini un critère permettant de juger le degré de plasticité. Ce paramètre regroupe les données topographiques ainsi que les propriétés mécaniques des solides en contact. L'indice de plasticité est défini de la façon suivante :

$$\psi = \frac{E'}{H} \left(\frac{\sigma_s}{R} \right)^{1/2} \quad (\text{Éq. 2-15})$$

Avec (H) la dureté du matériau le plus dur, (E') le module d'Young réduit et (σ_s) l'écart-type des altitudes des aspérités.

Lorsque l'indice de plasticité ψ est inférieur à 0.6, les déformations surfaciques sont majoritairement élastiques. Si l'indice est supérieur à 1 les déformations sont alors essentiellement plastiques. Il est à noter que lorsque $\psi > 1$, les déformations plastiques peuvent se produire même à de très faibles forces normales. À l'inverse, pour $\psi < 0.6$, une déformation plastique ne pourra être atteinte que pour une charge normale extrêmement élevée. La majorité des surfaces ont un indice de plasticité supérieur à 1 [13]. Il en résulte une déformation plastique inévitable des

aspérités, même pour de très faibles pressions de contact. D'une manière générale les surfaces lisses et les matériaux durs ont un indice de plasticité faible alors que les matériaux rugueux et ductiles ont un indice de plasticité élevé. Les valeurs d'indice de plasticité comprises entre 0.6 et 1 ne permettent pas de conclure avec certitude quant au mode de déformation.

Ce modèle a ensuite été amélioré afin d'intégrer une distribution des aspérités plus réaliste par Bush, Gibson et Thomas ainsi que par Persson [18, 19].

2.2.2 Mécanismes d'adhésion

2.2.2.1 Le modèle de Coulomb

À son époque, Coulomb a expliqué ses observations sur la friction du bois comme résultant d'un mécanisme d'ancrage mécanique, comme représenté sur la Figure 2-6. Afin de mettre les pièces de bois en mouvement, il est nécessaire de "vaincre" cet effet d'ancrage.

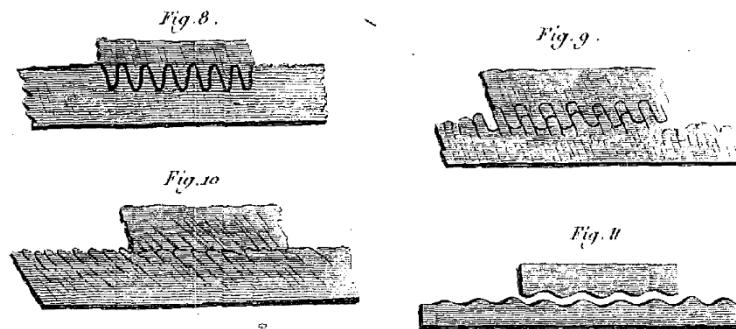


Figure 2-6 : Les différents modèles d'ancrage de Coulomb.

Ce modèle est très simpliste et incomplet, mais il offrait à l'époque une explication macroscopique convenable. Cependant il souffre de plusieurs lacunes. Il ne permet pas d'expliquer la seconde loi de la friction et très peu d'énergie est dissipée. L'action d'une force tangentielle provoque le déplacement relatif des deux surfaces et la majeure partie du travail effectué lors de la montée d'une aspérité est restituée lors de la redescente. Ainsi seulement une fraction de l'énergie est dissipée par friction.

2.2.2.2 Théorie de l'adhésion

En 1950, les deux physiciens Franck Philip Bowden et David Tabor ont axé leurs recherches sur l'étude des contacts non conforme. Ils ont émis l'hypothèse que si deux surfaces rugueuses sont

mises en contact, alors seulement certains points très localisés vont être si proches que les atomes d'une surface vont rentrer en contact avec ceux de l'autre surface, et éventuellement donner naissance à des forces d'adhésion. Sur la grande majorité de la surface apparente, les distances vont être suffisamment grandes pour qu'il n'y ait aucune interaction atomique [9].

Durant leurs travaux ils ont simulé le contact entre une aspérité et un plan à l'aide de bille d'indium. Ce métal, très ductile et inerte, leur a permis de constater que l'aire apparente augmentait proportionnellement à la charge normale. Ceci implique que le nombre de contacts, donc l'aire réelle, est aussi proportionnel à la charge. Par ailleurs, ils ont observé qu'après avoir retiré la charge normale, une force était nécessaire afin de séparer la bille du plan, signe que des liaisons interfaciales s'étaient créées. Ils ont également noté un écoulement plastique de l'indium lorsque les deux corps étaient en mouvement relatif. Cette déformation plastique s'ajoutera donc aux forces d'adhésions. Ces observations leur ont permis de proposer un modèle simple, en supposant qu'il n'y ait pas d'interaction entre les forces d'adhésion (F_a) et de déformation (F_d) [7, 9] :

$$F = F_a + F_d$$

La proximité des aspérités induit alors un contact adhésif dont les forces d'interaction peuvent être d'origine physique (Van der Walls) ou chimique (liaison métallique, ionique et hydrogène). Si un mouvement est imposé, le cisaillement de ces jonctions nécessite de l'énergie. Si la force d'adhésion est suffisamment grande elle peut entraîner la fracture dans le matériau le moins tenace. L'énergie est donc dissipée par la rupture des liaisons ou la déformation plastique des aspérités.

2.2.3 Mécanismes d'usure

L'usure concerne les mécanismes chimiques et mécaniques qui sont responsables d'une perte ou d'un déplacement de matière généralement dus au frottement entre deux surfaces. Après un essai tribologique, l'observation des deux corps au niveau du contact permet de définir le type d'usure auquel ils ont été soumis. Typiquement, les mécanismes d'usure considérés sont les suivants : adhésion, abrasion, chimique, fatigue et érosion [7]. L'usure implique généralement un ou plusieurs de ces phénomènes. Seulement deux types d'usures seront abordés ici, l'usure adhésive et l'usure abrasive. L'usure par fatigue concerne surtout le contact par roulement, l'usure par érosion implique un enlèvement de matière par l'impact de particules à hautes vitesses et l'usure chimique est essentiellement due à la corrosion.

D'un point de vue macroscopique, les déformations peuvent être causées par les aspérités du matériau le plus raide, provoquant labourage, fracture ou arrachement de matière. Dans ces cas une trace résiduelle ou encore des débris sont généralement visibles à l'œil nu dans le matériau le plus tendre. Dans le cas d'un contact métallique, si les surfaces sont relativement rugueuses l'énergie nécessaire pour déformer la surface représente la contribution majoritaire à la force de friction [7].

2.2.3.1 L'usure adhésive

Ce type d'usure produit des surfaces très rugueuses, irrégulières et hétérogènes. C'est ce phénomène qui est à l'origine du grippage de pièce métallique en frottement. Comme vu précédemment, ce type d'usure se produit au niveau d'un contact intime. Sous l'effet du cisaillement, un fragment du matériau peut se détacher d'une surface et se transférer à l'autre. Généralement ce transfert s'effectue du matériau le plus tendre vers le plus dur, mais la présence de défauts (fissure, porosité) ou de transformations métallurgiques peuvent modifier ce comportement. Un exemple d'usure adhésive est présenté sur la Figure 2-7.

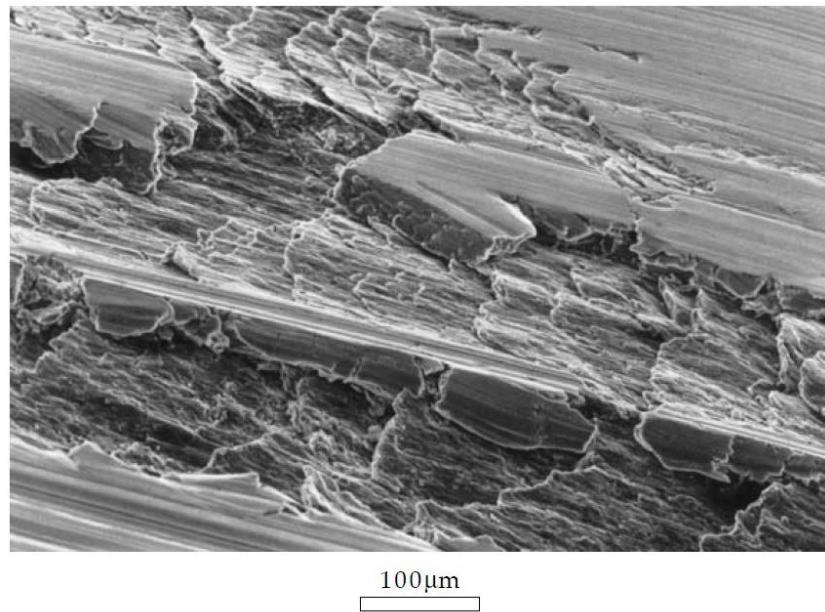


Figure 2-7 : Surface d'un alliage Al-Si endommagée par usure adhésive [8].

2.2.3.2 L'usure abrasive

Ce type d'usure se produit lorsque les aspérités d'une surface dure, ou une particule, glissent sur une surface ductile et endommage sa surface par déformation plastique ou fracture. Généralement deux cas sont considérés suivant la cause de l'usure. Si le corps abrasif provient des aspérités de

l'une des surfaces, alors l'usure est dite à deux corps. Si la particule est de nature différente aux matériaux du contact alors l'usure est dite à 3^{ème} corps. Dans ce cas, le corps abrasif peut être une particule oxydée, plastifiée ou encore provenir de l'environnement ambiant. Celle-ci va participer à l'usure, mais deux phénomènes peuvent être différenciés. Si la particule roule sur elle-même elle va causer des dommages généralement moindres que pour l'usure abrasive à deux corps. Cependant, si cette particule est plus dure que les deux matériaux, adhère ou est emboutie dans l'une des surfaces, elle peut augmenter l'usure [7, 20].

L'usure abrasive est caractérisée morphologiquement par la présence de rayures parallèles qui sont majoritairement situées sur la surface la moins dure. Un exemple de surface ayant subi une usure abrasive est présenté sur la Figure 2-8. Ces déformations apparaissent lorsque la limite d'élasticité du matériau le plus ductile a été dépassée et peuvent être formées par labourage, coupe ou fracture. Ces rayures peuvent être locales ou sur toute la surface en contact, en fonction de la distribution de contraintes. L'effort répété fragilise la surface et aboutit souvent à la formation de débris, notamment pour les matériaux durs comme les métaux ou les céramiques.

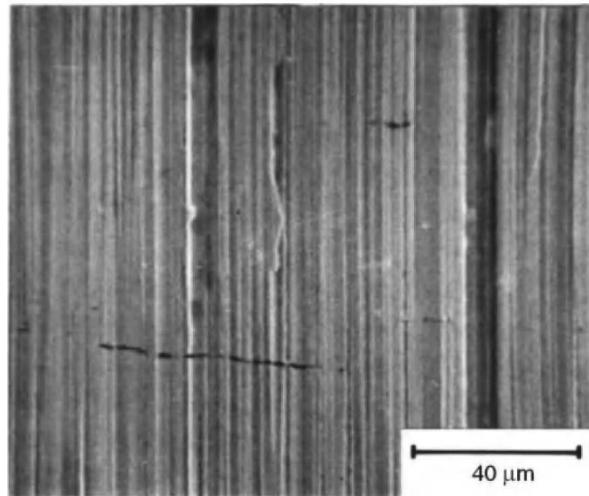


Figure 2-8 : Surface d'un acier après une usure abrasive [7].

La mécanique du contact pour les matériaux métalliques est toujours soumise à une part d'incertitude du fait de l'impossibilité d'observer les contacts lorsqu'ils sont fermés et du nombre de paramètres qui entrent en jeu. Les modèles de contact permettent cependant de contourner cette limitation à condition de formuler certaines hypothèses. À cela s'ajoutent les propriétés des

matériaux, qui peuvent présenter des microstructures complexes et des transformations de phases comme c'est le cas pour les alliages stellite. C'est pourquoi un banc d'essai de friction doit être capable d'opérer dans des conditions contrôlées et reproductibles afin de limiter l'incertitude de mesure.

2.3 Les tribomètres statiques

Un tribomètre est un appareil permettant de mettre en mouvement relatif deux corps sous charge. Généralement, la force normale et la force tangentielle sont mesurées. Les tribomètres permettant de mesurer la force de friction statique sont de conception similaire aux tribomètres dynamiques, mais la mise en place d'un essai obéit à des règles légèrement différentes. Il est par exemple nécessaire de contrôler le taux de chargement latéral pour un essai statique, alors qu'un essai dynamique est régulé par la vitesse de déplacement.

Les normes ASTM ne font pas référence à la mesure du coefficient de friction statique pour les matériaux durs. Quelques références sont disponibles, mais les domaines d'application sont très différents, comme la friction de tissu [21], de feuilles de polymères [22] ou encore d'une semelle de chaussure [23]. Une référence était disponible pour la mesure du coefficient de friction statique de pièces en céramique, mais elle a été retirée en 2014 [24]. Cela implique une certaine liberté sur les choix faits pour la conception d'un tribomètre statique, ce qui est bien représenté par la diversité des bancs d'essai répertoriés dans la littérature.

Afin d'obtenir une meilleure compréhension sur le fonctionnement et les paramètres importants d'un tribomètre, cette section va passer en revue différentes solutions afin de mesurer le coefficient de friction statique. Plusieurs types de tribomètres statiques peuvent être identifiés en fonction de leurs technologies. Ainsi les tribomètres à plan incliné, utilisant la force centrifuge et les tribomètres instrumentés seront présentés.

2.3.1 Les plans inclinés

Le premier, et le plus simple, tribomètre statique fût inventé par Léonard de Vinci il y a près de 5 siècles. Il consistait simplement en un plan inclinable sur lequel reposait l'échantillon. Le plan était progressivement relevé jusqu'à l'observation d'un mouvement et l'angle d'inclinaison (α) était alors noté. Ce type de tribomètre possède l'avantage d'être extrêmement simple et ne nécessite pas

d'instrumentation. La force latérale est appliquée de manière contrôlée et dépend de l'angle d'inclinaison. Les échantillons sont limités à l'étude des plans et la gamme de chargement normale est réduite par des facteurs pratiques, mais ce ne sont pas les défauts principaux. Son défaut majeur réside dans le fait que la composante normale au plan de glissement évolue à mesure que l'angle d'inclinaison augmente, l'échantillon n'étant soumis qu'à sa propre masse. De ce fait la charge normale n'est pas constante tout au long du test.

Ce type de tribomètre est toujours utilisé et a été amélioré afin de pouvoir contrôler la charge normale par un système mécanique [25, 26] ou afin de pouvoir étudier la friction statique en fonction de la température [27]. L'utilisation d'une caméra permet aussi d'avoir une meilleure lecture de l'angle au début du glissement [28].

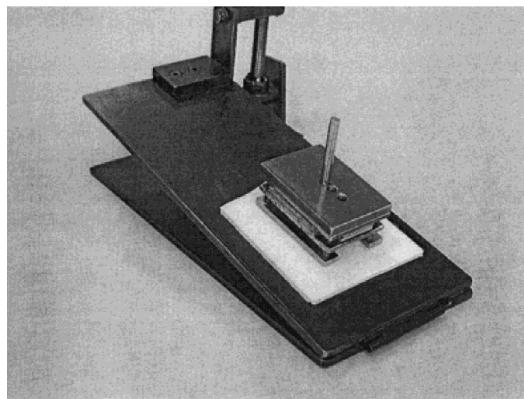


Figure 2-9 : Tribomètre à plan incliné proposant un système de charge normale variable [25].

Ces tribomètres peuvent être performants pour mesurer le coefficient de friction statique, mais pour un certain type de contact seulement, c'est-à-dire un contact surfacique et sous de faibles pressions de contact. En effet, la pression de contact peut varier du pascal [25, 27, 28] à quelques centaines de mégapascals [26]. Ce qui en fait des tribomètres bien adaptés à l'étude des forces d'adhésions, car les pressions de contact sont suffisamment faibles pour n'entrainer aucune déformation plastique macroscopique.

2.3.2 Tribomètre à force centrifuge

Une seule référence à ce type de tribomètre a pu être trouvé dans la littérature [29] et ce dispositif est présenté Figure 2-10. Ce n'est donc pas un système couramment employé. Son fonctionnement est astucieux et permet d'appliquer la force latérale de manière contrôlée en utilisant la force centrifuge. Dans ce cas, l'échantillon n'est soumis qu'à sa masse pour la contrainte normale, et la force latérale est appliquée en fonction de la vitesse de rotation du plateau. Le contrôle de

l'accélération de la vitesse de rotation permet de aussi de gérer le taux de chargement de la force latérale. Un système d'acquisition vidéo permet d'enregistrer et de suivre le déplacement.

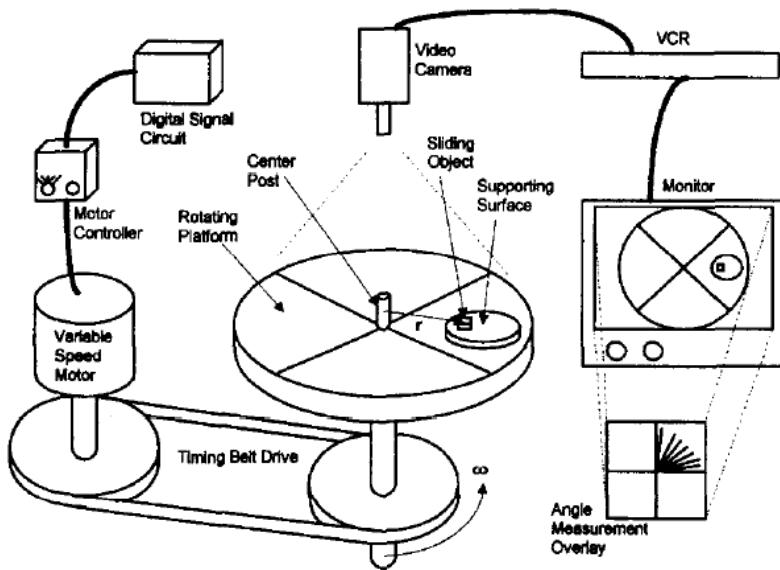


Figure 2-10 : Tribomètre à force centrifuge [29].

Ce tribomètre est destiné à l'étude des forces d'adhésion sous de faibles pressions de contact, de 1 à 500 pascal. La gamme de chargement est restreinte, car elle est limitée par les dimensions de l'échantillon mobile.

2.3.3 Tribomètres instrumentés

Cette section a pour but de passer en revue la conception de plusieurs tribomètres statiques référencés dans la littérature afin de dresser un portrait des conceptions existantes [25, 30–34]. Ces tribomètres sont équipés d'un ou de plusieurs capteurs de force qui permettent d'enregistrer l'évolution des forces normale et tangentielle pendant l'essai. L'analyse de ces données permet de réaliser une analyse bien plus fine de la réponse tribologique qu'avec un plan incliné.

2.3.3.1 Conception générale et type de contact

Les tribomètres étudiés proposent tous d'appliquer la charge normale par la partie supérieure du contact qui est immobile. La partie inférieure est mobile et fixée à un système permettant d'appliquer la force latérale.

Les configurations de contact sont celles classiquement retrouvées en tribologie, à savoir plan-plan ou bille-plan. Dans le cas d'un contact plan-plan, la configuration ne permet pas d'atteindre de très

grandes pressions de contact [25], à moins d'appliquer de très grandes forces [31]. Afin d'avoir accès à une large gamme de pression de contact, du mégapascal au gigapascal, il convient particulièrement bien d'utiliser des billes [30, 33, 34]. Celles-ci possèdent en plus l'avantage d'éliminer les légers problèmes d'alignement, chose très difficile à réaliser pour une configuration plan-plan.

2.3.3.2 Force normale

Afin d'appliquer la charge normale, deux solutions existent, l'utilisation de masses mortes [30, 33, 34] ou d'un système de compression par l'utilisation de vis ou d'actionneur linéaire [25, 31, 32]. L'avantage majeur de l'utilisation de masses mortes est qu'aucun système de régulation ou de mesure de la charge n'est nécessaire. En contrepartie, la gamme de chargement est souvent limité à quelques dizaines de newtons [25, 30]. Cette limite est principalement pratique, il n'est pas forcement aisé ni sécuritaire de placer des masses d'une centaine de newton.

L'utilisation d'un système de serrage par vis, où l'échantillon est pris en étau par deux surfaces, permet d'atteindre de très haute charge, jusqu'à 20 kN. Mais ce système n'offre pas de régulation de la charge. Afin de limiter l'impact des déformations dues au fluage par exemple, il est possible d'ajouter un ressort dans le système de compression [32]. Il est enfin possible d'utiliser des actionneurs linéaires. Le mouvement peut être actionné par un système d'engrenage et de crémaillère (actionneurs mécaniques) ou un système magnétique (actionneurs électromagnétiques). Ces dispositifs permettent d'appliquer une grande gamme de chargement et de réguler la charge normale [25]. L'utilisation de vis ou d'actionneur linéaire nécessite d'utiliser un capteur de force afin de mesurer la charge normale.

2.3.3.3 Force tangentielle

Dans les tribomètres étudiés la force tangentielle est majoritairement appliquée par le déplacement linéaire de la platine sur laquelle le plan est fixé. Ce déplacement est assuré par un actionneur linéaire, mécanique ou magnétique, et la valeur de la force résultante est enregistrée par un capteur. Un actuateur magnétique offre un contrôle plus fin du fait de l'absence d'engrenage [29]. Le contrôle du taux de chargement tangentiel est un point qui est souvent reproché aux tribomètres statiques. Certains équipements fonctionnent avec un contrôle en vitesse, et dans ce cas la force

tangentielle n'est pas contrôlée [30, 32]. D'autres tribomètres utilisent un contrôle en force [25, 31, 33, 34].

2.3.3.4 Vitesse d'acquisition

Un point essentiel de la mesure du coefficient de friction statique est la vitesse d'acquisition des capteurs. En effet, la rupture du contact est un phénomène brutal, et peut se produire en une fraction de seconde selon Bushan (Figure 2-11). Sur ce point les systèmes étudiés montrent une grande diversité avec des vitesses d'acquisition allant de 50 Hz [32] à 500 kHz [30], mais il n'est que rarement précisé.

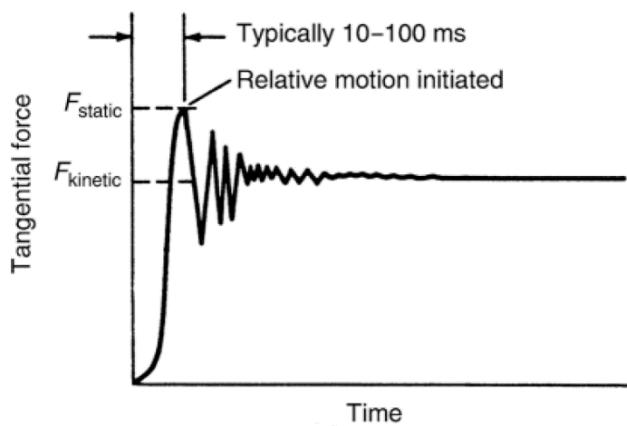


Figure 2-11 : Force tangentielle en fonction du temps [7].

2.3.3.5 Chauffage

Un des objectifs de ce projet est d'étudier les forces de friction statiques à haute température, jusqu'à 800°C. La revue de littérature n'a permis de trouver qu'un seul tribomètre statique à haute température, permettant d'atteindre 577°C [32]. Dans cette étude, les auteurs ont modifié un appareil destiné à mouler des lentilles en verre de haute précision afin de pouvoir mesurer des forces de friction. Le chauffage, déjà présent pour assurer le moulage, fonctionne par induction. L'avantage d'un tel système est la rapidité du cycle de température. Ainsi ce chauffage permet d'atteindre une température en surface de 500°C en 10 secondes [32]. Le contrôle de la température est assuré par deux thermocouples.

2.4 Les stellites

Le développement du tribomètre haute température de cette étude est destiné, entre autres, à l'étude de la réponse tribologique sous haute température de matériaux constituant des valves métalliques. Les stellites sont des alliages à base de cobalt qui sont très utilisés dans le domaine des valves pour leurs propriétés en friction. Cette section a pour but de présenter quelques propriétés de cette famille d'alliage en comparant trois d'entre eux, les stellites 1, 6 et 21.

2.4.1 Compositions et microstructures

Les stellites sont des alliages principalement formés d'une base de cobalt avec du chrome, du carbone, du tungstène et du molybdène. Ces alliages sont différenciés par leurs compositions qui leur apportent des propriétés différentes en termes de dureté, résistance à la corrosion et à l'usure notamment. Le Tableau 2-1 présente la composition de trois types de stellite commercialement disponible sous forme de poudre, élaborée pour un soudage par Plasma Transferred Arc (PTA) [35].

Tableau 2-1 : Composition des stellites 1, 6 et 21, en % massique.

Alliage	Co % mass.	Cr % mass.	W % mass.	C % mass.	Ni % mass.	Mo % mass.	Fe % mass.	Si % mass.
Stellite 1	Bal.	30	13	2.5	< 2.0	< 1.0	< 2.0	< 2.0
Stellite 6	Bal.	28.5	4.6	1.2	< 2.0	< 1.0	< 2.0	< 2.0
Stellite 21	Bal.	27.5	-	0.25	2.6	5.4	< 2.0	< 2.0

La teneur en carbone est associée avec la formation de carbures eutectiques durant la solidification de l'alliage. Les principaux carbures à précipiter sont de la forme M_7C_3 où M représente un métal ou un mélange de métaux. Les compositions $M_{23}C_6$ et M_6C peuvent aussi être formées [36, 37]. Ils contiennent majoritairement du chrome du fait de la haute teneur en cet élément. La proportion des carbures peut atteindre une part importante du volume de l'alliage, notamment pour les hautes teneurs en carbone. Ainsi, pour un alliage contenant 2.4 % massique de carbone, le volume des carbures représente environ 30 % de la matière [36]. Pour un stellite 6, ce volume est plus faible, de l'ordre de 13 % [38].

Frenk *et al.* [39] ont schématisé le diagramme de phase d'un alliage de stellite 6, représenté Figure 2-12, dont la composition est extrêmement proche de celle du Tableau 2-1. Afin de réduire l'analyse à un système quaternaire, ils n'ont considéré que les 4 éléments principaux dont la

composition est 66.4Co-28Cr-4.5W-1.1C. Ils ont ensuite évalué les compositions des deux phases majoritaires, c'est-à-dire une phase riche en cobalt (γ -Co), de composition 74Co-21.6Cr-4.4W et une phase de carbure M_7C_3 , de composition 12Co-74Cr-5W-9C. Il apparaît alors que pour un stellite 6, la phase riche en cobalt se solidifie en premier suivi des carbures eutectiques qui précipitent à une température de 1572 K.

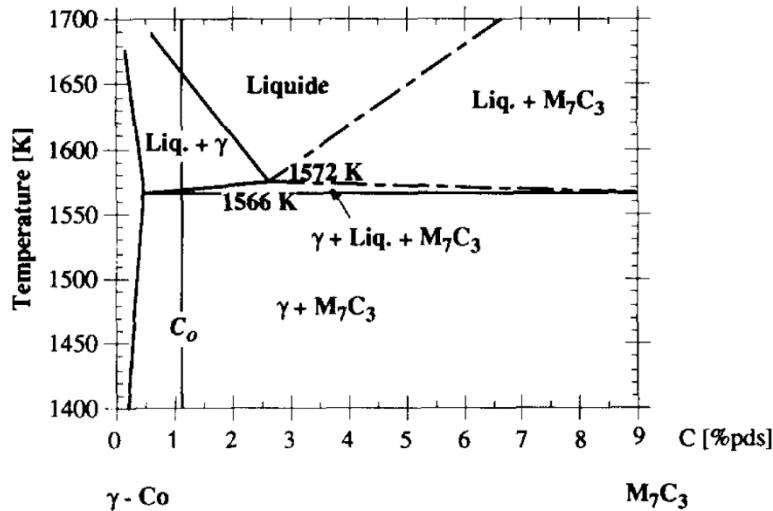


Figure 2-12 : Diagramme de phase pseudo-binaire extrait du système Co-Cr-C-W. La composition d'un stellite 6 est indiquée par C_0 [39].

La Figure 2-13 présente les microstructures des 3 stellites étudiés. La structure dendritique est bien visible pour les stellites 1 et 6, car la teneur en carbone est bien plus élevée. La microstructure est influencée par la composition, les techniques de mise en forme ou de dépôt ou encore de la vitesse de refroidissement.

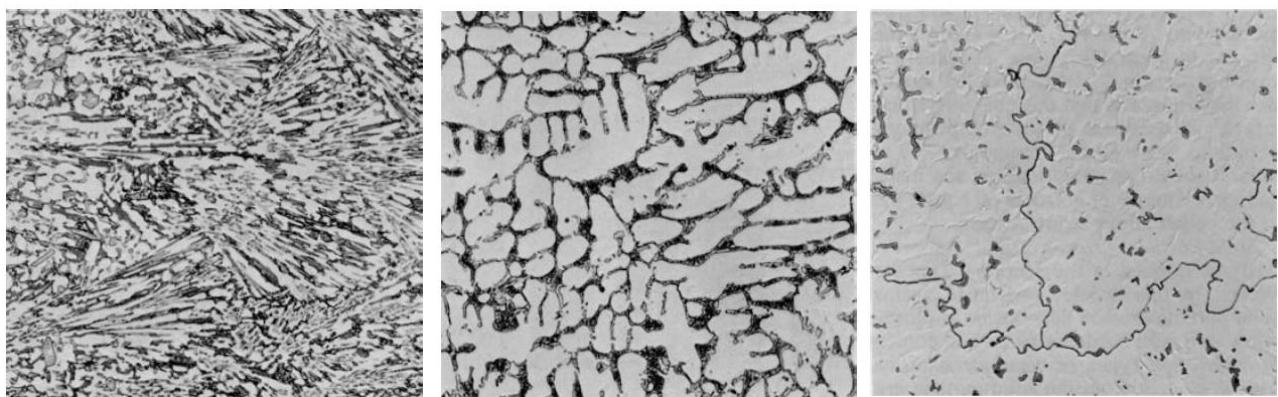


Figure 2-13 : Microstructure (500x) des stellites 1, 6 et 21 (respectivement de gauche à droite)

[36].

Les carbures sont essentiellement concentrés dans la région interdendritique et sont noyés dans la matrice riche en cobalt. Ce sont eux qui assurent au stellite leurs bonnes propriétés mécaniques.

2.4.2 Propriétés mécaniques

La dureté généralement obtenue à température ambiante pour les stellites 6 est comprise entre environ 4 et 5 GPa [40–42]. Le module d'Young est quant à lui situé dans la gamme de 210 – 240 MPa [43]. Les stellites ont aussi la particularité de maintenir leurs propriétés mécaniques avec la température. La Figure 2-14 présente l'évolution des duretés à chaud, les valeurs sont extraites de la littérature [36].

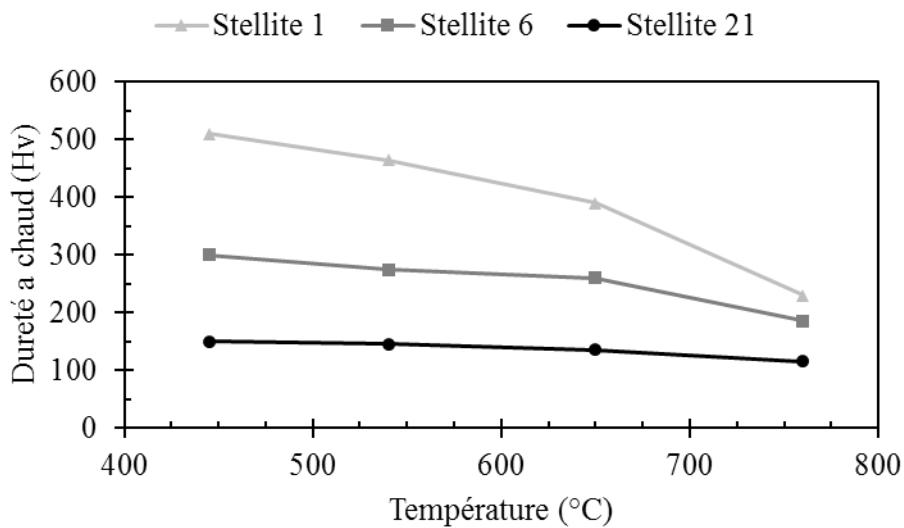


Figure 2-14 : Dureté à chaud des stellites 1, 6 et 21 [36]

Les valeurs élevées de dureté sont attribuées aux carbures de chrome et tout particulièrement Cr_7C_3 qui possède une dureté d'environ 16 GPa, et permet de renforcer la matrice plus ductile de cobalt, de la même façon que pour un matériau composite [38]. Le stellite 1 possède une teneur en carbone plus importante et va alors former plus de carbures, ce qui lui permet d'obtenir une dureté plus élevée.

2.4.3 Transformation allotropique

Le cobalt pur existe sous deux formes allotropiques. Thermodynamiquement, la phase stable du cobalt à température ambiante est de type hexagonal compact (HCP) et la phase stable à haute température est cubique à face centrée (CFC) jusqu'à sa température de fusion de 1495°C. Les

mailles CFC et HCP sont représentées sur la Figure 2-15. La température de transformation allotropique du cobalt est de 417°C lors du refroidissement. Cependant, les éléments d'alliage présents dans les stellites modifient le comportement de la matrice riche en cobalt et la transformation est alors infiniment lente. Ainsi, c'est principalement sous la forme métastable CFC que la matrice est retrouvée à température ambiante [36]. La température de transition de phase est aussi affectée et sa valeur est généralement plus élevée pour la plupart des alliages à base de cobalt. Par exemple, pour un alliage Co-27Cr-5Mo-0.05C, dont la composition est proche de celle d'un stellite 21, la phase CFC est thermodynamiquement stable à partir de 970 °C [44]. Certains éléments d'alliage comme le chrome et le molybdène tendent à augmenter le domaine de stabilité de la phase HCP, ce qui augmente la température de la transformation de phase [37]. D'une façon générale, dans les stellites, le changement de phase peut être déclenché par un vieillissement isotherme de plusieurs heures à haute température, entre 650 et 950 °C [44, 45]. La transformation allotropique peut aussi être déclenchée sous contraintes mécaniques par friction [46, 47] ou par essais de traction [48, 49] à des pressions comprises entre 470 et 880 MPa. C'est essentiellement la composition de l'alliage ainsi que le mode de sollicitation qui vont influencer la quantité de contraintes nécessaire.

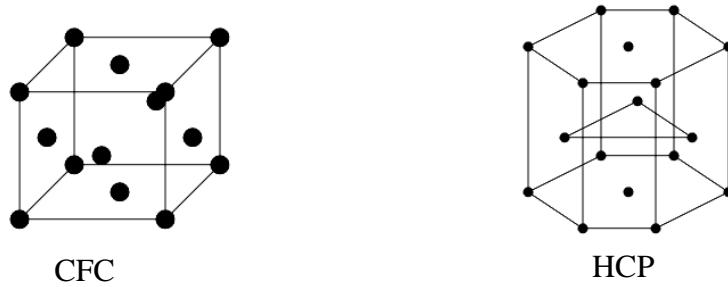


Figure 2-15 : Réseau cristallin CFC et HCP.

La transformation de phase est de type martensitique, ou dite displacive, c'est-à-dire qu'elle se produit par un déplacement coopératif et coordonné des atomes et sans diffusion. Dans le cas d'une contrainte mécanique, le déplacement des atomes intervient dans la direction du cisaillement. La distance sur laquelle ils se déplacent est très faible, et par définition inférieure au paramètre de maille. Du fait qu'il n'y ait pas de diffusion, cette transformation est quasi-instantanée [36].

Les alliages de cobalt sont connus pour avoir une faible énergie de fautes d'empilement, généralement entre 10 et 30 mJ/m² [36, 38]. Cela permet la création de haute densité de défaut

d'empilement, du fait de leurs faibles mobilités [50]. L'énergie des défauts d'empilement représente l'énergie nécessaire pour cisailier deux plans atomiques adjacents. Les fautes d'empilement sont un type important de défauts planaires, ils sont caractérisés par un défaut sur la séquence d'empilement des atomes d'un cristal et sont bornés par des dislocations dites partielles ou de Shockley [36]. L'accumulation de ces défauts a pour effet de promouvoir la ductilité et la ténacité sans compromettre la résistance mécanique de l'alliage [50]. Du fait de leurs faibles mobilités, les cristallites peuvent s'aligner selon une orientation préférentielle et facilitent alors la germination des sites pour la transformation de phase.

Les éléments d'alliage permettent d'apporter un certain contrôle sur l'énergie des fautes d'empilement. Minimiser l'énergie de ces défauts revient à promouvoir la stabilité de la phase HCP ce qui permet d'améliorer la résistance en usure par glissement. L'addition de Mo, W et Cr permet de stabiliser la phase hexagonale alors que l'ajout de Ni, Fe et Mg augmente l'énergie des fautes d'empilement, et donc tend à stabiliser la phase cubique [38]. La mesure de cette énergie est fastidieuse et dispendieuse, car elle nécessite l'utilisation d'un microscope électronique à transmission (MET) afin de mesurer les distances entre les dislocations partielles. Certaines études ont été menées afin de trouver des méthodes alternatives de mesures, notamment à l'aide de la diffraction par rayons X, cependant cette mesure est indirecte [51]. Une étude a montré la possibilité d'observer la morphologie de ces défauts en effectuant un traitement thermique à 950 °C pendant 15 minutes afin de promouvoir la germination des carbures de type $M_{23}C_6$ dans les défauts d'empilement [47, 52]. Après une gravure électrolytique au HNO_3 à 5 %, il apparaît des séries de stries rendues observables au microscope grâce aux carbures (Figure 2-16).

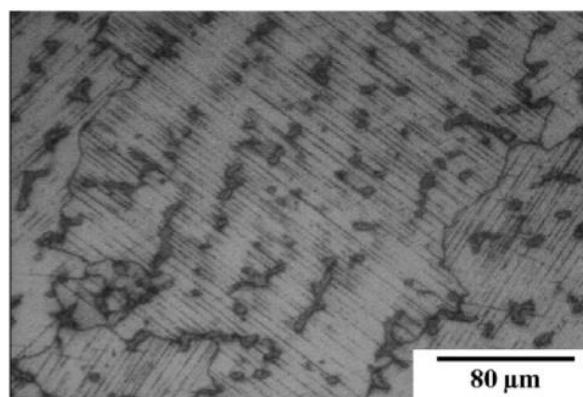


Figure 2-16 : Observation des fautes d'empilement par MEB après traitement thermique [47].

2.4.4 Impact de la phase hexagonale sur la réponse tribologique

La phase hexagonale du cobalt a un effet bénéfique sur les propriétés tribologiques en permettant de réduire le taux d'usure par rapport à la phase cubique [39–41]. Bowden et Tabor ont défini le mécanisme responsable de cette performance lors d'un essai de friction à haute charge [9]. Sur les premiers nanomètres, la phase HCP formée sous contrainte mécanique va posséder les plans (0001) orientés préférentiellement parallèlement à la surface usée (Figure 2-17).

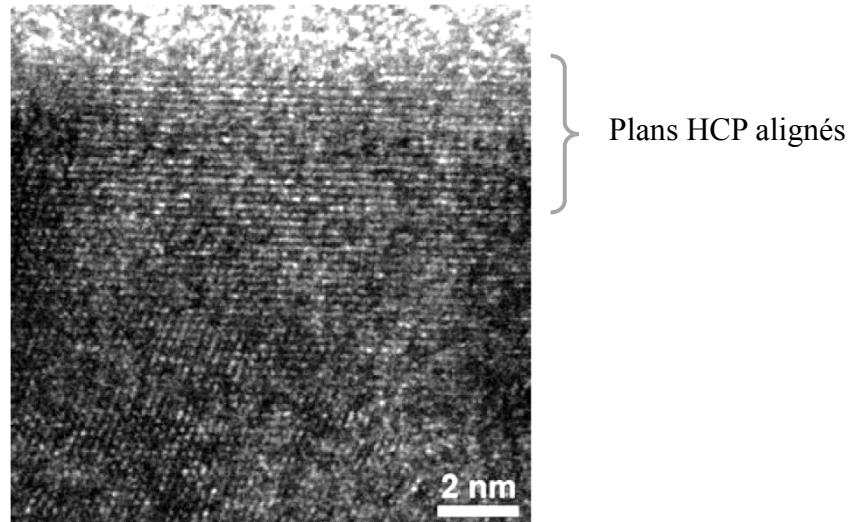


Figure 2-17 : Microscopie électronique en transmission à haute résolution d'une coupe d'un stellite 6 après un test d'usure [53]

Ces plans possèdent une faible résistance en cisaillement et peuvent donc être facilement transférés à la contrepartie. Le contact devient alors de type métal-métal, c'est à dire du stellite en friction avec lui-même, ce qui permet de réduire le taux d'usure. Une schématisation de ce mécanisme est présentée sur la Figure 2-18.

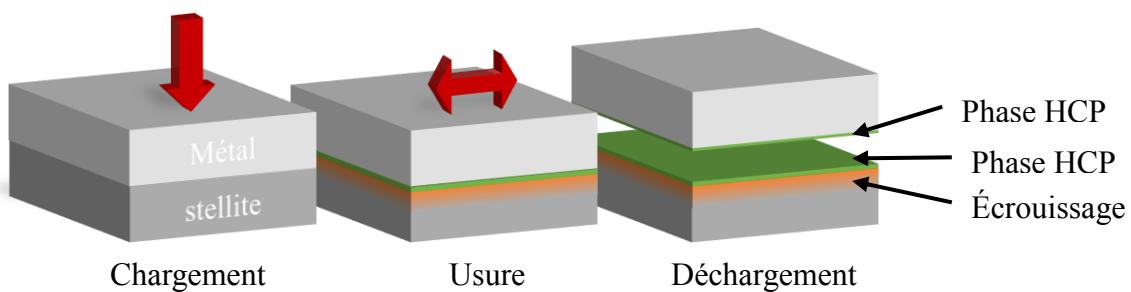


Figure 2-18 : Schématisation du mécanisme de réduction de l'usure par transformation de phase sous contrainte.

Saldívar-García *et al.* ont montré que le volume de matière usée, dans un contact de type métal-métal d'un alliage Co-Cr-Mo-C, peut être réduit d'environ 40 % si les deux corps en contact sont en phase hexagonale [55]. À l'inverse le plus haut taux d'usure est obtenu pour une microstructure de type cubique à faces centrées. La Figure 2-19 présente ces résultats, obtenus lors d'essais de pion sur disque où pion et plan ont été traités thermiquement pour obtenir les différentes phases.

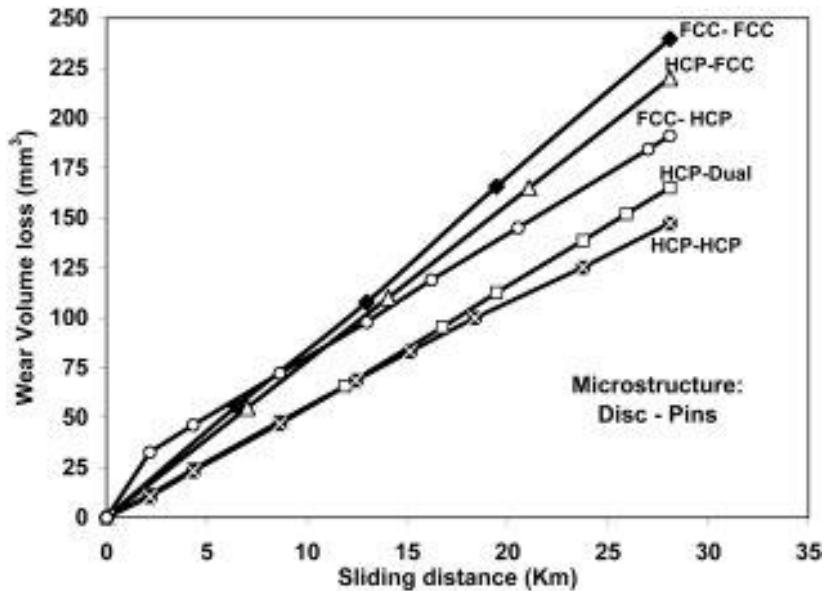


Figure 2-19 : Effet de la microstructure d'un alliage Co-Cr-Mo-C sur le volume d'usure pendant un essai de friction. Pression de contact de 3 MPa, vitesse linéaire de 300 mm/s [55].

Les différentes configurations cristallographiques, HCP ou FCC, permettent de contrôler le taux d'usure. Cependant, si le plus faible taux d'usure est obtenu pour une configuration où les deux corps sont de type HCP, le plus faible coefficient de friction est quant à lui obtenu pour la configuration où pion et disque n'ont pas la même phase. Dans ce dernier cas le coefficient de friction est de 0.22 contre 0.25 pour une configuration entièrement HCP. La production de débris semble être responsable de ce comportement, mais les phénomènes ne sont pas encore totalement élucidés du fait de la complexité des paramètres en jeu.

Bien que la formulation des stellites remonte à un siècle, ces alliages sont encore considérés comme des références de nos jours pour les applications où frottement et corrosion sont critiques. Certains efforts ont été effectués afin de trouver des matériaux de remplacement à ces alliages à base de cobalt, notamment pour l'industrie nucléaire où cet élément est problématique du fait de l'éventuel

relargage de cobalt pouvant former l’isotope Co-60 dont les radiations sont très énergétiques et non désirables [56, 57]. Les mécanismes recherchés pour ces matériaux restent les mêmes que ceux décrits précédemment.

CHAPITRE 3 MATÉRIELS ET MÉTHODES

Cette section est dédiée à la présentation des instruments de mesure utilisés dans cette étude. Dans un premier temps, les différents outils et méthodes utilisés pour caractériser les échantillons en termes de topographie, chimie de surface, microstructure et propriétés mécaniques seront présentés. Ensuite les matériaux utilisés afin de développer et tester la méthodologie seront décrits. Finalement, le tribomètre haute température, l'instrument au cœur de cette étude, sera présenté en détail. Les différents éléments cruciaux de sa conception seront abordés en respect des points qui ont déjà été soulignés dans la revue de littérature. Les considérations à prendre en compte afin de mesurer le coefficient de friction statique, du point de vue machine et échantillons seront aussi abordées.

3.1 Échantillons

Deux couples de matériaux sont utilisés dans cette étude. Le premier couple, composé d'alumine et d'acier inoxydable, est utilisé afin de développer la méthodologie de mesure. Une étude de l'influence du temps de maintien est par la suite menée sur un couple formé de stellite 6 et de chrome dur.

3.1.1 Alumine et acier

Le contact est formé d'une bille d'alumine et d'un plan en acier inoxydable. Les billes utilisées ont un diamètre de 6.35 mm avec une sphéricité contrôlée à 99.99 %. Les plans sont en acier inoxydable grade 316 et ont une dimension de 50 x 25 x 2 mm³. Ces matériaux ont été choisis pour leurs disponibilités commerciales, et la bonne répétabilité de leurs propriétés géométriques, chimiques et mécaniques.

Les billes en alumine ont subi un nettoyage dans un bain à ultra-sons d'acétone et un rinçage à l'isopropanol avant les essais.

Les plans ont été polis sur des disques de carbure de silicium avec des tailles de particule de 22, 18, et 15 µm. La vitesse de rotation utilisée pour ces étapes est de 150 rpm. Les plans ont ensuite été nettoyés de la même façon que les billes.

3.1.2 Stellite 6

Le stellite 6 est un des matériaux de choix pour les applications tribologiques. C'est afin d'étudier son comportement à haute température que ce matériau a été choisi. Les échantillons ont été coulés sous la forme de cylindre d'un diamètre de 6.35 mm et d'une longueur de 12.7 mm (Figure 3-1). La composition des alliages a été donnée par le fournisseur, Kennametal Sellite, et est reportée dans le Tableau 3-1.

Tableau 3-1 : Composition en % massique des pions en stellite 6.

Co	Cr	W	C	Ni	Mo	Fe	Si
59.69	28.88	4.83	1.22	1.98	0.59	1.69	1.12

Afin de garantir l'accès à une large gamme de pression de contact, une des extrémités du cylindre a été usinée avec un rayon de courbure de 10 ou de 50 mm. Un nombre total de 284 pions sont disponibles, les 2/3 d'entre eux ayant un rayon de courbure de 10 mm. Les résultats présentés dans le chapitre 6 portent sur 42 pions.

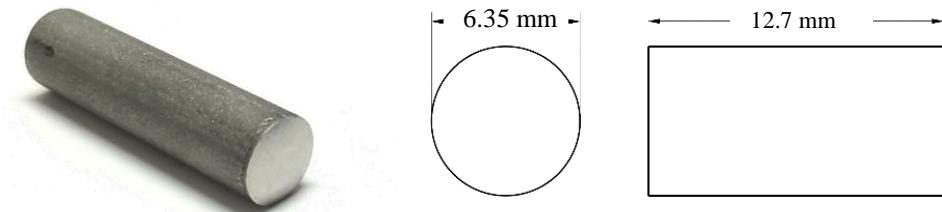


Figure 3-1 : Photo et dimensions d'un pion en stellite 6.

Afin de réaliser les essais de friction avec une surface la plus uniforme possible, il a été choisi de polir les surfaces des pions à la main. Cette étape a été réalisée avec un grand soin afin de ne pas facetter la surface. Le polissage a été effectué avec un papier abrasif en carbure de silicium avec des particules de 15 et 12 μm . L'étape finale a été réalisée sur un tapis imprégné d'une suspension de particule de diamant de 6 μm . Ces étapes ont été réalisées avec une vitesse de rotation de 150 rpm pendant 4 minutes chacune.

Avant chaque test, les pions ont été nettoyés dans un bain d'acétone à ultra-sons pendant 5 minutes et rincés à l'isopropanol.

3.1.3 Chrome dur

Les plans sont en acier inoxydable grade 410 recouvert d'une épaisse couche d'environ 220 µm de chrome dur déposé par bain électrolytique. Leur dimension est de 20 x 50 x 12.7 mm³. Un total de 284 plans sont aussi disponibles. Afin de conserver l'historique thermique des échantillons, seul un essai est réalisé par plan. Une photo d'un des plans est présentée sur la Figure 3-2.



Figure 3-2 : Plan (non poli) en acier recouvert de chrome dur

La surface de contact des plans a été systématiquement polie à l'aide de papier abrasif en carbure de silicium et en utilisant une taille de particule de 46, 30, 22, 18 et 15 µm. Le polissage final a été effectué à l'aide d'une solution de suspension de particule de diamant d'une taille de 6 µm. Une vitesse de rotation de 300 rpm a été utilisée pour chaque étape du polissage et le passage d'un disque à l'autre s'est fait à la suite d'un contrôle visuel.

Avant chaque test, les échantillons ont été systématiquement nettoyés dans un bain d'acétone à ultra-sons pendant 5 minutes, puis rincés à l'isopropanol.

3.2 Techniques d'analyse

Afin de caractériser les surfaces avant et après les tests tribologiques, plusieurs techniques d'analyse ont été utilisées. Les caractérisations ont été effectuées en termes d'observations microscopiques, d'analyses chimiques de surface, de topographie, de microstructure et de propriétés mécaniques.

3.2.1 Microstructure et analyses chimiques

La microscopie électronique à balayage (MEB) permet d'observer la surface des matériaux conducteurs avec un grossissement qui dépasse nettement la limite de résolution d'un microscope

optique du fait de l'utilisation d'électrons. Des lentilles électromagnétiques et électrostatiques sont utilisées afin de pouvoir focaliser et diriger le faisceau d'électrons sur la surface de l'échantillon qui est placé dans une enceinte sous vide. Les MEB sont équipés de plusieurs types de détecteurs afin de mettre en valeur la topographie (électrons secondaires) ou le contraste chimique (électrons rétrodiffusés).

Afin de réaliser des cartographies ou de simples mesures ponctuelles d'éléments chimiques, une analyse EDS a été réalisée sur certains échantillons. L'émission de rayons X caractéristiques résulte de l'interaction entre les électrons du faisceau incident et ceux du nuage électronique d'un atome. Si l'énergie des électrons incidents est suffisante, un électron des couches K ou L peut être arraché et l'atome passe dans état excité. Lors de la relaxation, un électron d'une couche supérieure va combler ce défaut électronique et émettre un photon X caractéristique de la transition électronique. L'analyse des énergies de ces photons permet alors de déterminer de quels éléments ils proviennent.

Le MEB utilisé est un JSM 7600F (JEOL, Japon) équipé d'un détecteur X-maxⁿ (Oxford Instruments, Royaume-Uni) permettant de réaliser une analyse de spectrométrie en énergie dispersive (EDS). Afin de réaliser les clichés, une tension de 10 kV et une distance de travail de 15 mm ont été utilisées. Ces conditions assurent de pouvoir récolter suffisamment de photons X pour réaliser l'analyse EDS.

3.2.2 Analyse topographique

Un profilomètre optique a été utilisé afin d'observer la topographie des échantillons. Cet appareil utilise le principe de l'interféromètre de Michelson afin de déterminer des distances. Un faisceau de lumière blanche est envoyé à travers une lame séparatrice qui dirige une partie du faisceau sur l'échantillon, et l'autre sur un miroir de référence. Après réflexions, les faisceaux sont recombinés et focalisés sur une caméra CCD. Un phénomène d'interférence apparaît éventuellement lorsque les chemins optiques de l'échantillon et le miroir sont égaux. L'interférence ne se produisant que dans un plan et il est nécessaire de déplacer l'échantillon progressivement suivant la hauteur afin de reconstruire sa topographie.



Figure 3-3 : Photo du profilomètre optique.

Cette technologie à l'avantage de permettre une acquisition très rapide et précise d'une grande surface. L'acquisition d'une surface de 1 mm^2 ne prend que quelques secondes. Ces images topographiques permettent d'extraire de nombreuses informations comme le rayon de courbure et les paramètres de rugosités. Ce sont notamment les paramètres Sa et Sq qui ont été reportées. Ces paramètres désignent la moyenne arithmétique des écarts au plan moyen et la racine carrée de la moyenne arithmétique des carrés des écarts au plan moyen, autrement dit, l'écart-type.

Les rayons de courbure ainsi que les paramètres de surface Sa et Sq ont été mesurés systématiquement après la préparation des échantillons. Ces relevés ont été effectués sur un profilomètre optique Contour GT-K (Bruker, USA).

3.2.3 Cristallographie

La diffraction des rayons X (DRX) permet de déterminer les dimensions et l'orientation d'une maille cristalline. Un faisceau de rayons X est dirigé sur la surface, et dans certaines conditions définies par la loi de Bragg, ce faisceau est diffracté selon l'équation :

$$n\lambda = 2ds\sin\theta \quad (\text{Éq. 3-1})$$

Avec n l'ordre de la réfraction (entier positif), λ la longueur d'onde des rayons X, d la distance entre deux plans cristallographiques, et θ l'angle d'incidence par rapport au plan de diffraction.

Lorsque la loi de Bragg est vérifiée il se produit une interférence constructive qui se traduit par un pic d'intensité enregistré sur un capteur de photons X. Le balayage des angles permet alors de construire un diffractogramme et éventuellement de définir quels éléments cristallins composent ce diffractogramme. Cette technique permet de discerner les différentes phases cristallines d'un même élément chimique ainsi que sa texture, c'est-à-dire une orientation préférentielle des cristallites. C'est notamment pour différencier la phase CFC de la phase HCP dans le stellite 6 que cette technique a été utilisée.

L'analyse de diffraction des rayons X a été réalisée sur les pions en stellite et les plans en chrome avec diffractomètre Discover D8 (Bruker, USA) en configuration θ - 2θ et en utilisant la radiation $K\alpha$ du cuivre ($\lambda = 15.406$ nm). La taille des traces d'usure étant restreinte, un collimateur a été utilisé afin de réduire la dimension du faisceau de rayons X à 500 μm . La gamme d'angles 2θ analysés a été de 40 à 55° car la majorité des pics de diffraction du stellite dans cette région [53].

3.2.4 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques, dureté et module d'Young, ont été déterminées par micro-indentation à en appliquant la méthodologie d'Oliver et Pharr [58].

Durant un essai d'indentation, la charge est progressivement appliquée jusqu'à sa valeur maximale puis rétractée, laissant une trace résiduelle sur la surface testée comme schématisée sur la Figure 3-4. La profondeur de pénétration est continuellement enregistrée et permet alors d'établir les courbes de charge – déplacement, représentés sur la Figure 3-4, qui sont nécessaires pour extraire les propriétés mécaniques. La courbe de déchargement représente la réponse élastique du matériau et permet alors de calculer le module d'Young. La dureté est définie quant à elle par rapport à la charge maximale atteinte lors de l'essai.

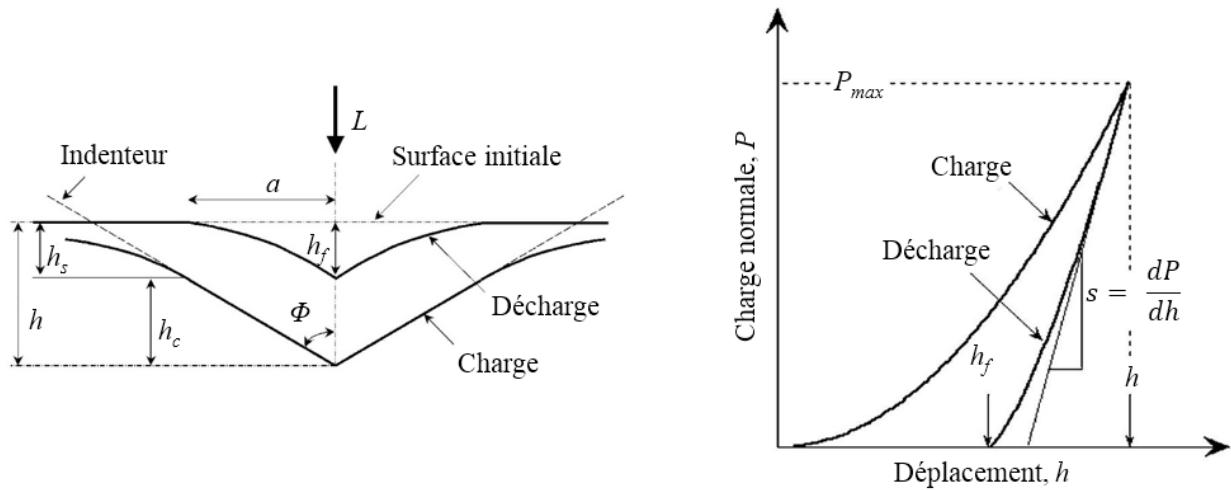


Figure 3-4 : Vue en coupe de l'indentation (à gauche) et courbe de charge-déplacement (à droite) [58].

Sur la Figure 3-4, h représente le déplacement total, h_c la profondeur de contact, h_s la distance entre le premier point de contact et la surface initiale et h_f la profondeur de la trace résiduelle.

Une pointe en diamant de type Berkovich a été utilisée lors de ces essais. Cette géométrie est de forme pyramidale à base triangulaire et dont l'angle au sommet vaut 142.3° . Le diamant est utilisé du fait de son coefficient de Poisson et de son module élastique, qui valent respectivement 0.07 et 1140 GPa. Ces caractéristiques confèrent au diamant une très grande rigidité, ce qui permet de limiter son influence sur la mesure.

Il est possible de déterminer l'aire de contact projetée (A) à l'aide une relation polynomiale faisant intervenir la profondeur de pénétration (h_c). Cette relation s'appelle la fonction d'aire :

$$A(h_c) = 24.5h_c^2 + C_1h_c^1 + C_2h_c^{1/2} + C_3h_c^{1/4} + \dots + C_8h_c^{1/128} \quad (\text{Eq. 3-2})$$

Le premier terme décrit une pointe Berkovich parfaite, tandis que les coefficients C_1 à C_8 , qui sont des constantes, permettent de caractériser le fait que le sommet de la pointe s'émousse en fonction de l'utilisation de celle-ci.

Comme il est relativement aisé de déterminer la profondeur avec une très bonne précision, cela permet d'obtenir une mesure fiable de l'aire de contact à condition que la fonction d'aire caractérise correctement la pointe.

Grâce à la fonction d'aire, la dureté H et le module réduit E' , peuvent être calculés suivant les formules suivantes :

$$H = \frac{P_m}{A(h_c)} \quad (\text{Éq. 3-3})$$

$$E' = \frac{S\sqrt{\pi}}{2A(h_c)} \quad (\text{Éq. 3-4})$$

Avec $S = \frac{dP}{dh}$, la rigidité du matériau à la charge maximale et P_m la charge maximale.

L'avantage de la technique décrite par Oliver et Pharr est qu'elle prend en compte la déformation élastique intervenant lors du retrait. L'indentation Vickers par exemple prend en compte uniquement la déformation plastique, l'analyse étant effectuée après l'indentation et donc après le recouvrement élastique.

Les essais d'indentation ont été réalisés sur un Micro Combi Tester (Anton Paar, Suisse) aux charges maximales de 2, 4 et 6 N. Après avoir atteint la consigne, la charge reste appliquée pendant 30 secondes avant d'être retirée.

3.3 Le tribomètre haute température

Cet appareil de mesure est au cœur de la présente étude. Sa conception, son assemblage et sa mise en service ont été effectués en collaboration avec l'entreprise Tricomat. Dans le cadre de ce projet, c'est la mise en service et l'optimisation du système qui ont été réalisées. La versatilité de ce tribomètre le rend unique. Il est en effet capable de mesurer le coefficient de friction statique et dynamique sur une grande gamme de forces, de 5 à 200 N, et ce jusqu'à une température de 800°C. Ce tribomètre est piloté par un logiciel spécialement conçu afin que l'utilisateur ait un contrôle fin sur les paramètres et la séquence de chacune des étapes d'un test, tel que les taux de chargement des forces normale et tangentielle, la vitesse de déplacement, la position ou encore la température.

3.3.1 Présentation du tribomètre

Le tribomètre haute température (ou HTT800, pour High Temperature Tribometer) est présenté sur la Figure 3-5. Ce schéma présente les différents éléments importants de cet appareil. Le HTT800 est connecté à un ordinateur, non représenté sur le schéma, afin de le piloter et d'enregistrer les données. L'écran tactile permet d'afficher en direct les valeurs des différents capteurs, à savoir la

force normale et tangentielle, la température ainsi que la position des actuateurs. Certains éléments vont être détaillés, comme la fixation des échantillons, les propriétés des actionneurs mécaniques et électromagnétiques, les capteurs de forces, le système de chauffage, la fréquence d'acquisition ainsi que le logiciel.

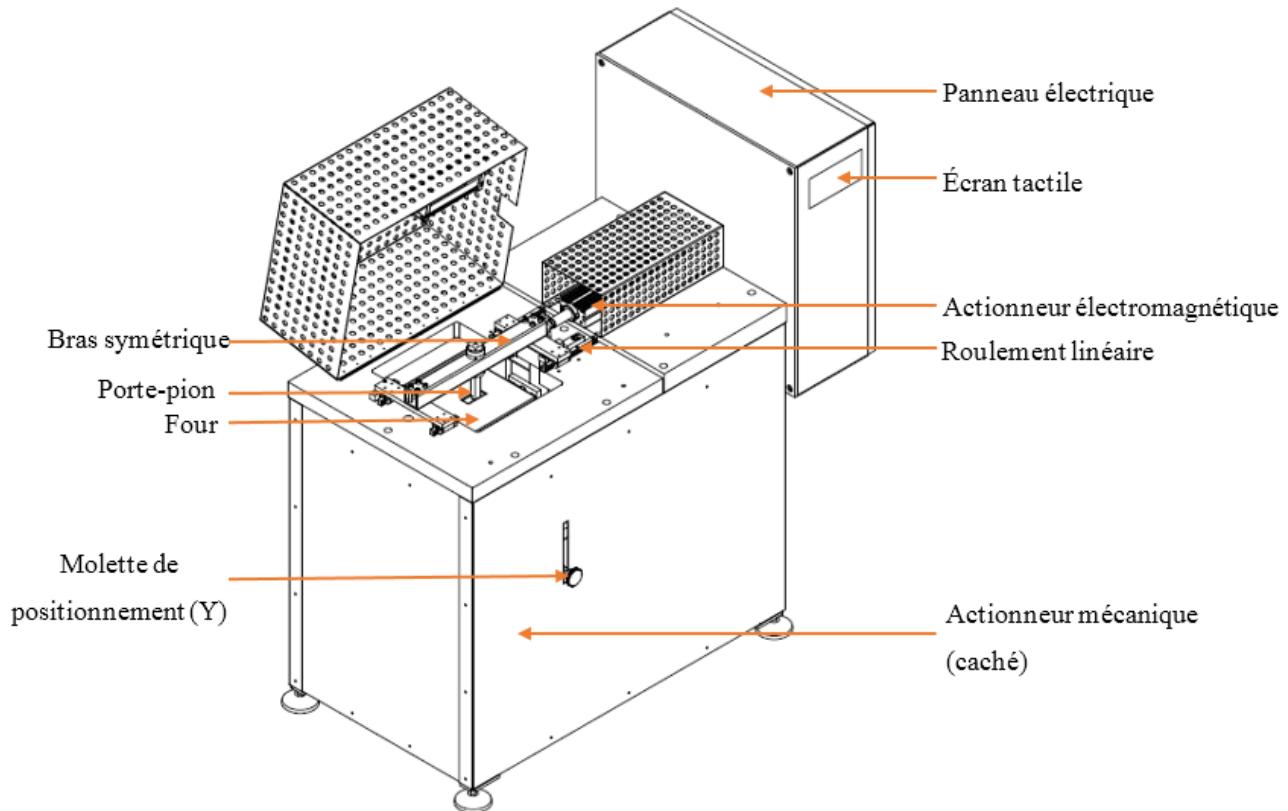


Figure 3-5 : Schéma du HTT800.

3.3.1.1 Configuration et fixation des échantillons

Le HTT800 est un tribomètre à mouvement linéaire réciproque qui utilise une configuration pion sur plan. Les pions doivent avoir un diamètre de 6.35 mm et une longueur d'au moins 20 mm. La taille maximale des plans est de 50 x 50 mm². Une vue rapprochée de la zone de contact est présentée sur la Figure 3-6.

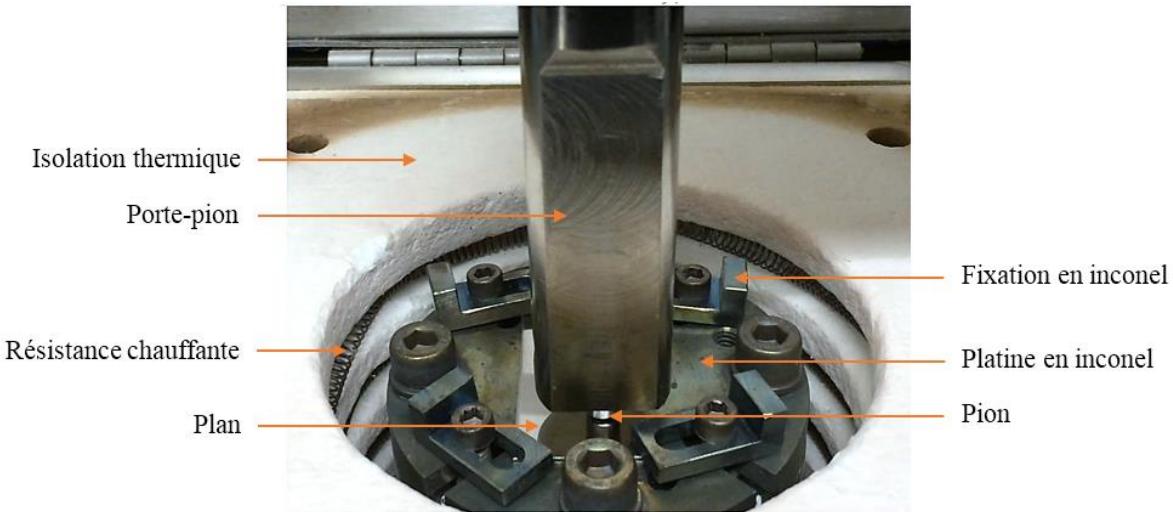


Figure 3-6 : Vue rapprochée de la zone de contact (couvercle du four ouvert).

La partie mobile du contact est le pion, c'est lui qui va se déplacer sur la surface du plan. Le pion est maintenu dans le porte-pion à l'aide de 2 vis. Le bras symétrique a deux fonctions, il permet de maintenir le porte-pion perpendiculairement à la surface de contact et de transmettre la force tangentielle appliquée par l'actuateur électromagnétique.

La géométrie des pièces et les matériaux ont été sélectionnés afin de pouvoir supporter la haute température et les efforts mécaniques. Le porte pion est composé de deux parties. La partie fixée au bras symétrique est un cylindre creux en acier inoxydable. Tandis que la partie qui est immergée dans le four est un cylindre massif en inconel qui a été usiné afin de limiter au mieux les pertes thermiques via l'ouverture dans le couvercle du four.

Le plan est la partie immobile du contact. Il est situé au centre du four, maintenu sur une large platine en inconel à l'aide de fixations en inconel. Le plan est donc solidaire de tout le bloc four.

3.3.1.2 Actionneurs linéaires

Deux types d'actionneurs linéaires sont utilisés dans le HTT800. Un premier actionneur mécanique (Exlar, USA) est situé sous le four (Figure 3-7). Il utilise un système de vis sans fin afin de convertir le mouvement rotatif du moteur en mouvement linéaire. C'est lui qui permet d'appliquer et de réguler la charge normale en déplaçant tout le bloc four. La charge normale maximale applicable

est de 200 N et les vitesses de déplacement lors du chargement et du déchargement sont fixées à 1 mm/s. Le déplacement est mesuré avec une précision de 2 μm .

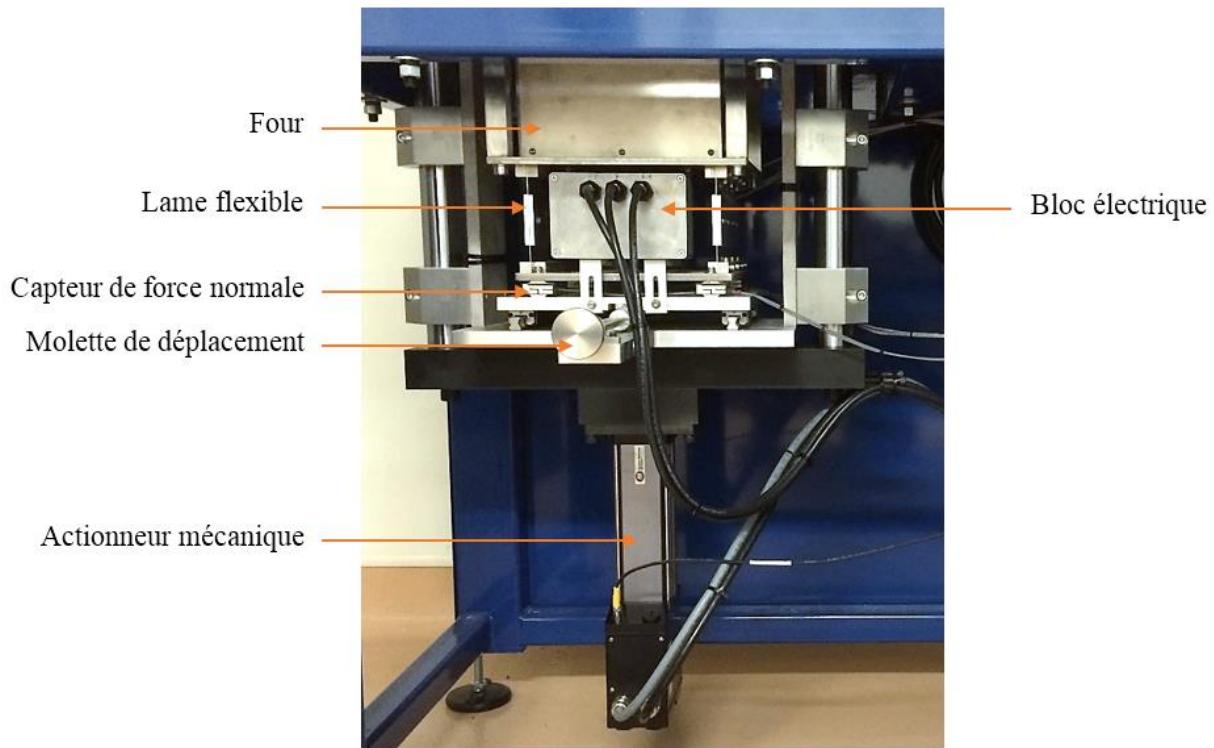


Figure 3-7 : Photo montrant le détail de l'actionneur mécanique ainsi que le four.

Le deuxième actionneur linéaire, visible sur la Figure 3-5, permet d'appliquer la force tangentielle. Afin de limiter au mieux les variations de hauteur inhérentes à un système de vis sans fin, un actionneur électromagnétique (LinMot, Suisse) a été utilisé. Cet actionneur est composé d'un cylindre dans lequel se trouvent des aimants au néodyme, le glisseur, qui est placé au centre d'une bobine, le stator. Un champ électromagnétique est créé lorsque la bobine est parcourue par un courant ce qui entraîne le cylindre magnétique. Le contrôle de l'intensité du courant permet de gérer la force sans contact mécanique.

La force maximale de cet actionneur est de 400 N et son débattement maximal est de 20 mm. Deux modes de contrôle du taux de chargement tangentiel sont disponibles, par force ou par déplacement. Le premier mode est celui destiné à la mesure de la friction statique, car il permet d'imposer un taux de chargement tangentiel. La gamme de taux de chargement s'étend de 0.1 à 10 N/s. Le contrôle par déplacement est adapté pour la mesure du coefficient de friction dynamique après la rupture du contact, car il permet d'imposer une vitesse de déplacement. Il est ainsi possible

d'utiliser une vitesse de 0.1 à 1 mm/min. Dans ce mode le taux de chargement est contrôlé à travers l'accélération fournie par l'actionneur.

Le déplacement latéral est mesuré par l'actionneur électromagnétique et la résolution de mesure est de 2 μm .

3.3.1.3 Capteurs de forces

Plusieurs capteurs de forces sont utilisés afin de mesurer la force normale et la force tangentielle. Ce sont des jauge de déformations qui permettent de convertir la force en courant électrique.

Quatre cellules de chargement sont utilisées pour la force normale (MLP-25, Transducer Techniques, USA). Les capteurs de forces normales sont situés entre le four et l'actuateur mécanique (Figure 3-7), et permettent de mesurer et de réguler la force normale pendant tout l'essai. Chacun de ces capteurs a une capacité maximale d'environ 110 N. La valeur totale peut sembler élevée, mais les capteurs doivent également supporter la masse du four en plus de la charge normale.

Un seul capteur est utilisé pour la force tangentielle (LCEB-50, Omega, UK). Cette cellule de charge a une capacité maximale de 220 N et permet de travailler en compression et en traction. Ce capteur est situé sur le même plan que l'échantillon, et il est relié au four par une lame de métal. Afin de pouvoir mesurer la force latérale il est nécessaire de permettre au bloc four de se déplacer sur quelques centaines de μm dans le sens du test. Deux lames flexibles soutiennent le four, et sont orientées perpendiculairement à la direction de test afin d'autoriser ce déplacement (Figure 3-7).

3.3.1.4 Système de chauffage

Le système de chauffage permet d'atteindre une température maximale de 800°C au niveau de la zone de contact. La Figure 3-8 montre une photographie du four ouvert à 800°C ainsi qu'un cliché infrarouge des parois du four, lorsque le four est à pleine puissance.

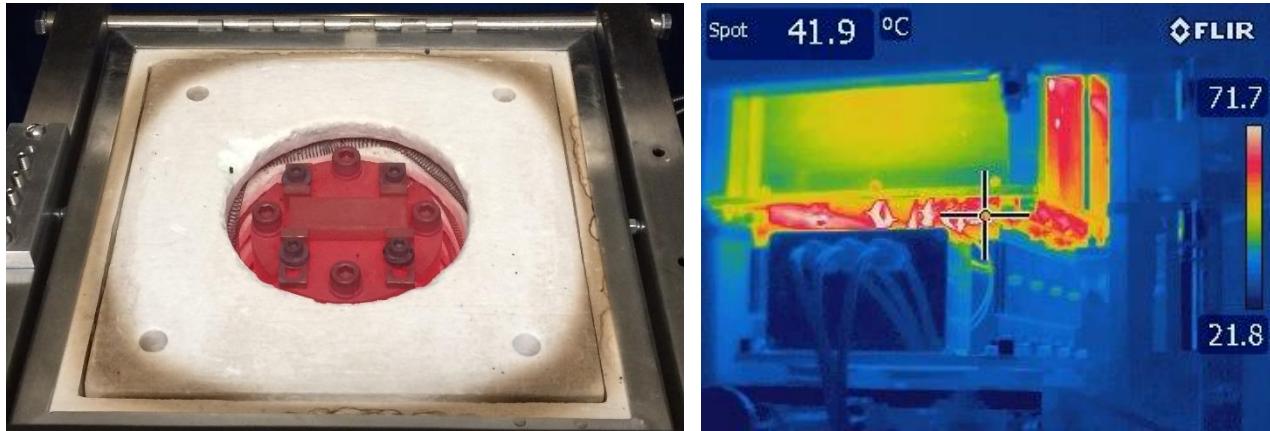


Figure 3-8 : Photographie du four ouvert à 800°C et cliché infrarouge des parois externes du four également à 800°C (respectivement gauche et droite).

Le chauffage est assuré par plusieurs éléments. Une résistance, visible sur la Figure 3-6, est située autour du cylindre en inconel sur lequel est fixé le plan. De plus, quatre cartouches chauffantes sont situées à l'intérieur du cylindre. Toutes les parois du four sont isolées avec une épaisseur de matériaux réfractaire suffisante pour maintenir les parois externes à environ 70°C à pleine puissance (Figure 3-8). Afin de pouvoir insérer et déplacer le porte-pion, un trou oblong est présent au centre du couvercle.

La température est mesurée en trois points par des thermocouples situés dans le cylindre. Ces derniers permettent de réguler la température à l'aide d'une boucle de rétroaction. Par ailleurs, un de ces capteurs est placé au plus proche de l'échantillon, sous la platine en inconel.

Finalement, l'inconel a été sélectionné afin de résister aux cycles de température que ces pièces vont subir. Il permet aussi de limiter l'expansion due à la température.

3.3.1.5 Fréquence d'acquisition

Toutes les données générées par les capteurs sont enregistrées (forces, déplacements, températures) et à chaque essai, deux fichiers sont créés. Un premier fichier contient toutes les données à une fréquence maximale de 200 Hz. Du fait de la cinétique élevée des essais statiques, un second fichier à haute fréquence d'acquisition (1 kHz) contient uniquement les données d'essais statiques (coefficient de friction, déplacement, temps).

3.3.1.6 Logiciel

Le logiciel a été spécialement développé pour ce tribomètre. Il permet de préparer une séquence d'essai, de communiquer avec la machine, d'enregistrer et d'afficher les données en temps réel. La Figure 3-9 présente la vue de la fenêtre principale, sur laquelle sont affichés les valeurs de tous les capteurs ainsi que les représentations graphiques de la charge normale, tangentielle, et le coefficient de friction.

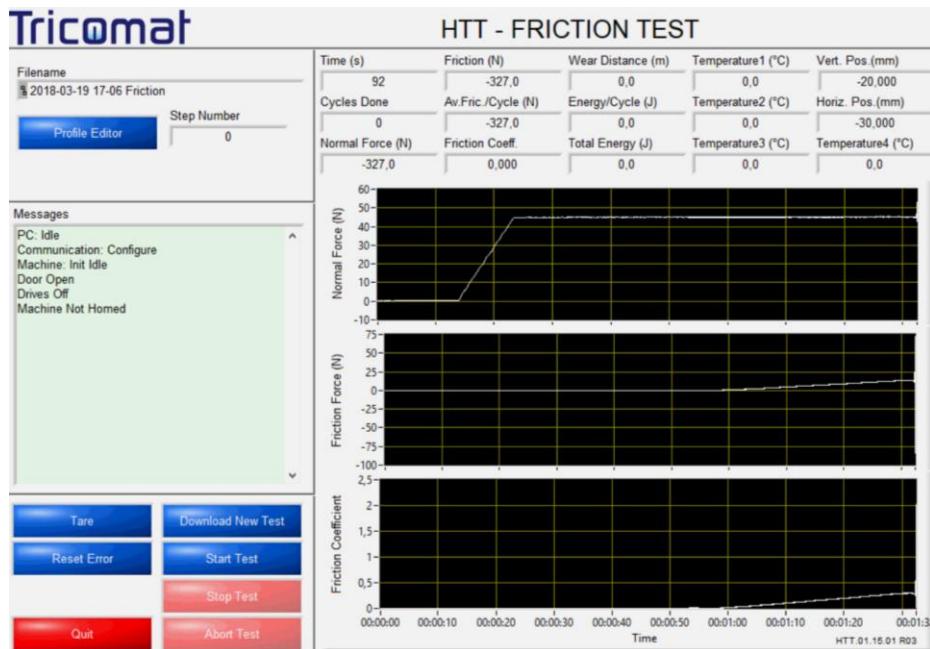


Figure 3-9 : Fenêtre principale du logiciel.

Un élément important du logiciel est le séquenceur d'étape. Cet outil permet d'éditer la séquence d'un essai de friction étape par étape, chaque étape étant paramétrable. Cet outil apporte un contrôle fin de tous les paramètres de l'essai et permet de concevoir des séquences de test complexe. La Figure 3-10 présente la fenêtre de cet éditeur.

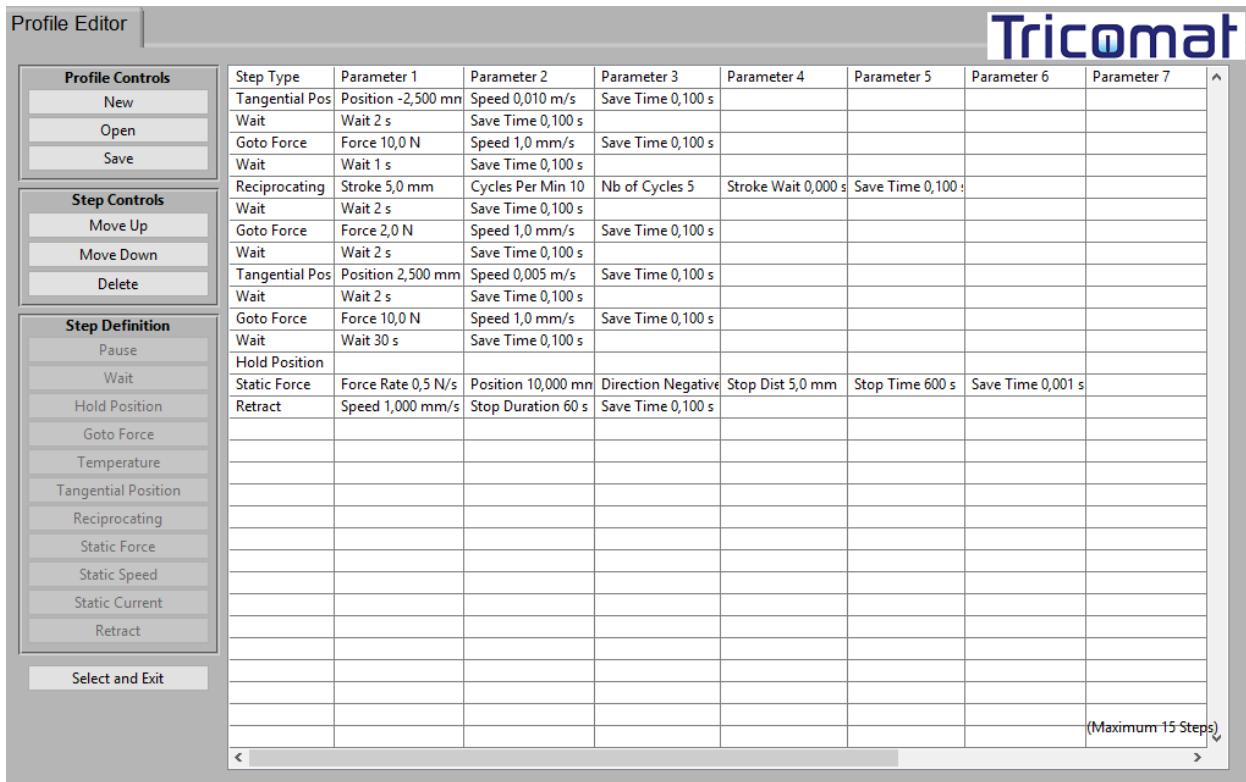


Figure 3-10 : Séquenceur d'étape du HTT800.

Les différentes fonctions paramétrables sont :

- "Pause" : Mets le système en pause pendant une durée indéterminée.
 - "Wait" : Mets le système en pause pendant une durée définie.
 - "Hold Position" : Arrêt de la régulation normale. L'actionneur maintient sa position. Si cette fonction n'est pas spécifiée, la force normale est régulée.
 - "Goto Force" : Applique une force normale définie.
 - "Temperature" : Augmente la température à la valeur de consigne.
 - "Tangential Position" : Déplace le pion à la valeur de consigne.
 - "Reciprocating" : Effectue un test de friction dynamique à une vitesse donnée.
 - "Static Force", "Static Speed" et "Static Current" : Réalise un test de friction statique en contrôle par force, vitesse ou courant.
 - "Retract" : Rétracte la position du four.

3.3.2 Exemple de courbe statique

La Figure 3-11 présente l'évolution typique de la force de friction statique, tracée en fonction du temps ou du déplacement, les deux courbes provenant du même essai. Ces représentations graphiques sont complémentaires. Elles permettent chacune de déterminer la valeur maximale de la force de friction statique, matérialisée par une chute brusque de la force tangentielle et/ou un déplacement latéral significatif. Le tracé en fonction du temps permet de vérifier qu'il n'y a pas de rupture pendant le chargement, tandis que le tracé en fonction du déplacement permet de vérifier que le contact n'a pas glissé avant la rupture.

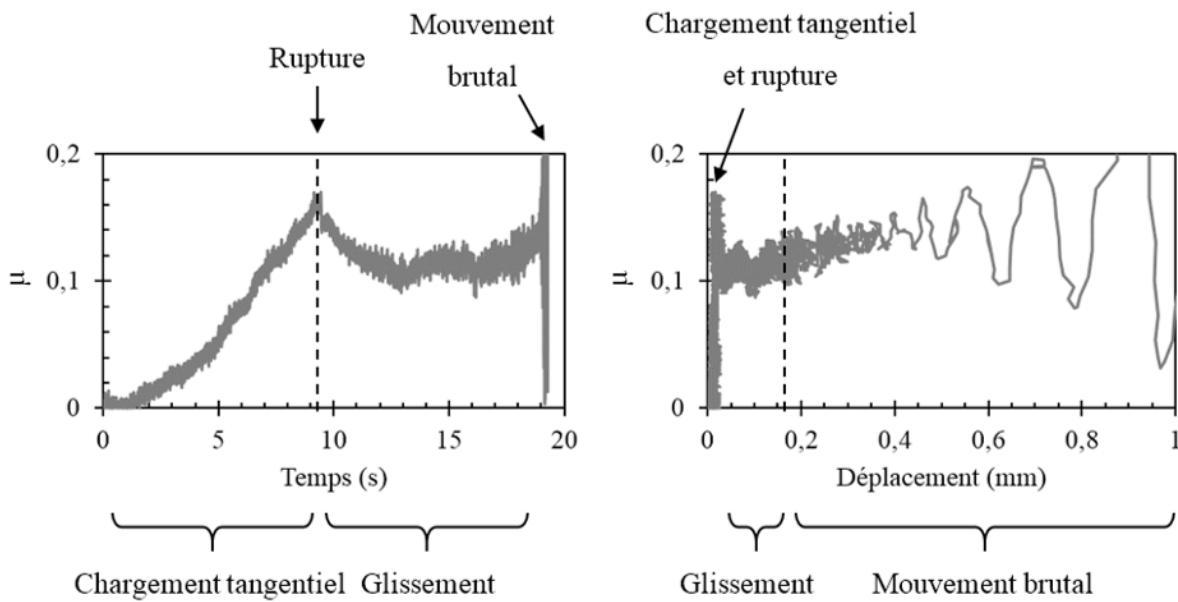


Figure 3-11 : Évolution du coefficient de friction statique en fonction du temps (gauche) et du déplacement (droite) d'une bille d'alumine sur un plan d'acier sous une pression de contact de 1.4 GPa ($F_n=7$ N) à température ambiante.

Dans l'exemple de la Figure 3-11, la valeur du coefficient de friction statique est de 0.17. Cette valeur a été reportée dans la littérature pour un contact dans des conditions similaires [34]. Avant la rupture du contact aucun déplacement significatif n'est mesuré, signe que le contact n'a pas glissé. Le chargement tangentiel augmente d'une façon relativement linéaire avec le temps et ne présente pas de signe de micro-rupture.

Au moment de la rupture une chute brutale est observée sur les deux courbes. Ensuite, le contact glisse sur environ 200 μ m alors que la force latérale se stabilise. Cette période dure plusieurs secondes. Les derniers instants de l'essai sont quant à eux très chaotiques. Le pion parcourt les 5

mm prévus pour cet essai en environ 0.25 seconde. Les signaux provenant des capteurs normaux et tangentiels oscillent beaucoup durant cette période et aucune information n'est extraite de cette partie des données.

3.3.3 Considérations pour la mesure du coefficient de friction statique

De nombreux concepts sur la mesure de la friction statique ont été abordés jusqu'à présent. Le but de cette section est de dresser un bilan des paramètres à prendre en compte afin de mesurer le coefficient de friction statique d'un contact métallique dans de bonnes conditions sur le tribomètre haute température.

Quatre étapes sont déterminantes : la préparation des échantillons, la fixation des échantillons, le choix des paramètres de test et l'analyse des données.

3.3.3.1 Préparation des surfaces

Comme vu précédemment, les surfaces polies ont un effet d'ancrage mécanique moindre, la pression de contact va être mieux réparties et l'aire de contact réelle augmentée. Afin d'éviter une trop grande influence due aux variations de rugosité, il est nécessaire de la contrôler pour obtenir une rugosité similaire sur les deux surfaces et constante d'un échantillon à l'autre. Les surfaces doivent être parfaitement nettoyées pour limiter la présence de graisses et de contaminants organiques.

3.3.3.2 Fixation des échantillons

Afin d'avoir un alignement optimal entre le plan et la partie mobile, les échantillons doivent être montés soigneusement et le plan doit être parallèle à la zone de contact. L'utilisation d'une géométrie sphère-plan permet d'accéder à une large gamme de pression de contact et facilite l'alignement.

3.3.3.3 Paramètres de test

La charge normale doit être sélectionnée en fonction du rayon de courbure du pion et de la pression de contact désirée. Du fait de certaines limitations dues à la régulation de la température pendant les périodes de maintien, il est nécessaire de ne pas choisir une force normale trop faible. En général, le seuil va dépendre des matériaux.

La période de maintien est un paramètre important d'une étude de friction statique. Pendant cette période il faut contrôler et réguler toutes les forces qui agissent sur le contact.

Le taux de chargement tangentiel doit être appliqué en contrôle de force pour mesurer la force de friction statique ou en contrôle par déplacement afin de mesurer la force de friction dynamique. Afin de limiter l'incertitude sur ce taux de chargement, il convient de prendre une valeur plutôt faible, inférieure à 1 N/s. Lors de l'application de la force tangentielle, il est nécessaire de limiter au mieux les fluctuations de la charge normale pour éviter une rupture du contact dû à un déchargement normal.

La rupture de contact est un phénomène qui peut être brutal, notamment si les forces impliquées sont grandes. Il est nécessaire d'avoir un taux d'acquisition élevé, d'au moins 1 kHz.

3.3.3.4 Analyse des données

Afin de valider un test statique il convient d'effectuer une série de vérifications à l'aide des graphiques représentant le coefficient de friction en fonction du temps et du déplacement. Deux phénomènes peuvent se produire avant la rupture, un glissement ou des micro-ruptures. Le test est invalidé si un déplacement significatif est observé avant la rupture principale. Les micro-ruptures n'entraînent pas nécessairement de déplacement mesurable dans les conditions actuelles d'acquisition du déplacement latéral.

CHAPITRE 4 OPTIMISATION DE LA MESURE DE FRICTION STATIQUE

Le but de l'optimisation est de pouvoir contrôler toutes les forces qui agissent sur le contact. Ce travail a été effectué lors de la mise en service du HTT800 et a concerné le bras de chargement, l'actionneur électromagnétique ainsi que la stabilisation thermique. L'alignement du bras et la régulation des forces et de la température assurent une mesure de bonne qualité et limitent les risques de rupture non contrôlée du contact. Ces points vont être abordés dans cette section. Afin d'optimiser une mesure avec un système, il est également nécessaire d'en connaître les limites techniques. Ce thème sera abordé dans la dernière partie de ce chapitre.

4.1 Bras de chargement

Le bras de chargement est une pièce essentielle sur le HTT800 et possède plusieurs fonctions. Il permet de maintenir le porte-pion perpendiculairement à la surface de test, de transférer la force latérale ainsi que de supporter la charge normale. C'est donc un élément qui est soumis à de nombreuses contraintes. De plus, il est directement exposé à la température à travers l'ouverture dans la porte du four et subit donc une contrainte thermique.

Trois versions de ce bras ont été étudiées, elles sont représentées sur la Figure 4-1, mais seulement deux d'entre elles ont été réalisées et testées. Elles sont différencierées notamment par leurs orientations par rapport à l'actionneur tangentiel, perpendiculaire ou parallèle.

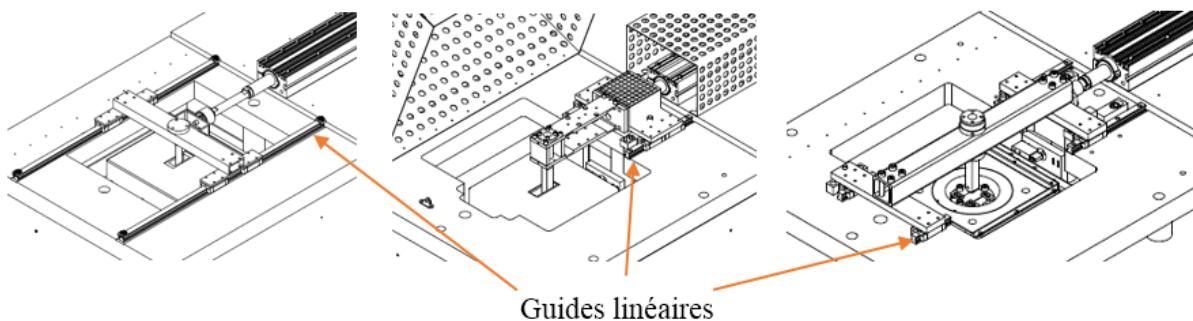


Figure 4-1 : Les trois différentes versions du bras de chargement. De gauche à droite : Bras perpendiculaire, bras en porte à faux et bras symétrique (parallèles).

4.1.1 Bras perpendiculaire à l'actionneur

Dans une première version du tribomètre, le bras était maintenu perpendiculairement à l'actionneur à l'aide de deux guides linéaires. L'inconvénient majeur de cette solution est que la dilatation du bras sous l'action de la température peut provoquer une force de cisaillement sur les roulements. Des simulations effectuées par Tricomat ont montré qu'une élévation de 50°C dans le bras pouvait induire une force de l'ordre de 50 N dans les roulements. La conception de ces guides linéaires leur permet de très bien résister aux efforts normaux, mais ils ne peuvent pas supporter de trop grandes contraintes de cisaillement latéral. Cette géométrie a donc été abandonnée.

4.1.2 Bras parallèle à l'actionneur

4.1.2.1 Bras en porte à faux

Dans la deuxième version, le bras est maintenu en porte à faux par deux guides linéaires placés en sortie de l'actionneur latéral, comme représenté sur la Figure 4-1. Dans cette configuration la dilatation du bras n'affecte pas les guides linéaires. Cependant cette configuration entraîne un couplage entre la force normale et la force tangentielle, comme illustré sur la Figure 4-2 lors d'une montée en charge normale de 100 N entre une bille d'alumine et un plan en acier.

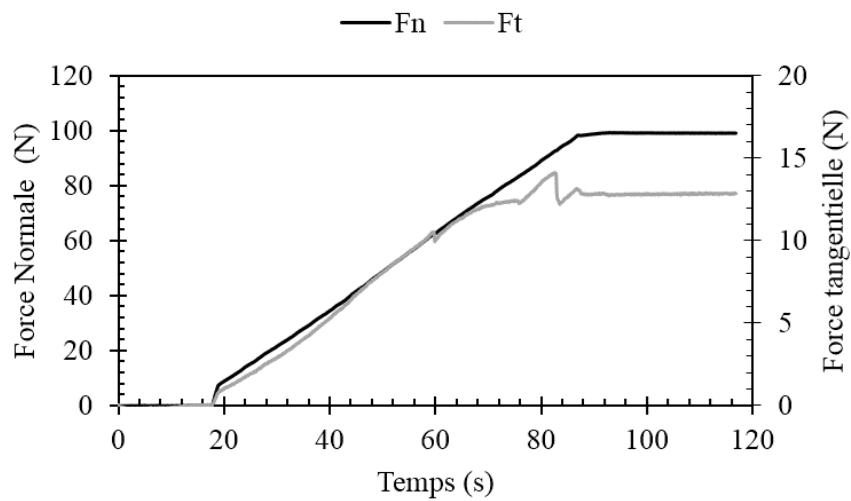


Figure 4-2 : Couplage entre la force normale et la force tangentielle lors du chargement normal pour le bras en porte à faux.

Il faut noter que lors de cet essai, aucune force latérale n'est exercée de la part de l'actionneur. La force tangentielle est uniquement due à un couplage avec la force normale. Ce phénomène est dû

à la déformation du bras lors du chargement normal, qui entraîne un mouvement de pivot du porte-pion (Figure 4-3). Il en résulte une force latérale équivalente à environ 15% de la charge normale. Les chutes de force tangentielle observées à 60 et 80 secondes sont des signes de la rupture du contact.

4.1.2.2 Bras symétrique

Ce bras est la version qui est actuellement utilisée sur le HTT800. Dans cette version, le bras est maintenu par ses deux extrémités à l'aide de 4 guides linéaires. Lors de l'application de la charge normale, le bras se déforme symétriquement limitant les mouvements non désirables du porte-pion. Des simulations par éléments finis réalisées par Tricomat ont permis de valider cet effet (Figure 4-3).

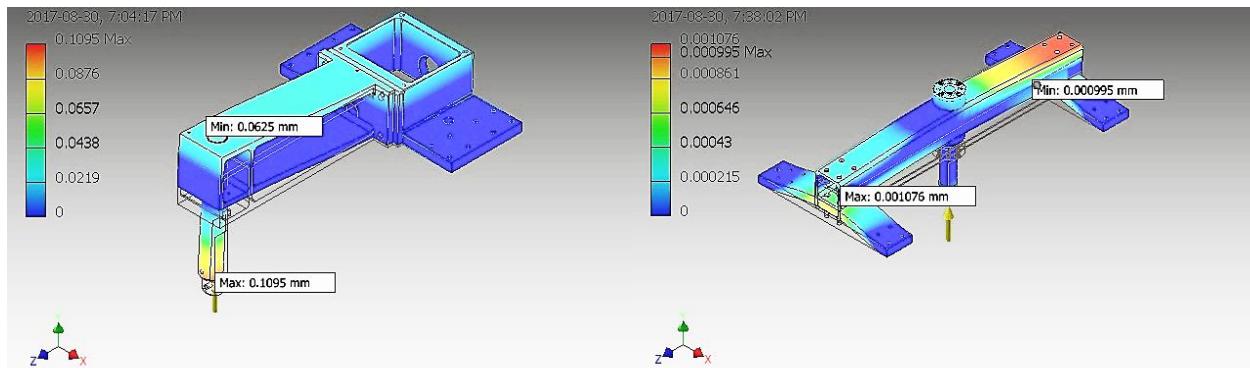


Figure 4-3 : Simulations par éléments finis du déplacement du bras en porte à faux (gauche) et du bras symétrique (droite) à pleine charge (200 N).

Les simulations montrent une réduction du déplacement dans la direction tangentielle de test d'un facteur 100 comparé au bras en porte à faux. Avec le bras symétrique le couplage n'est donc pas totalement éliminé, mais il est très fortement réduit. La Figure 4-4 présente une montée en charge normale de 100 N avec le bras symétrique, de la même manière que précédemment. Il apparaît alors que le couplage est contenu à environ 1.3 % de la charge normale.

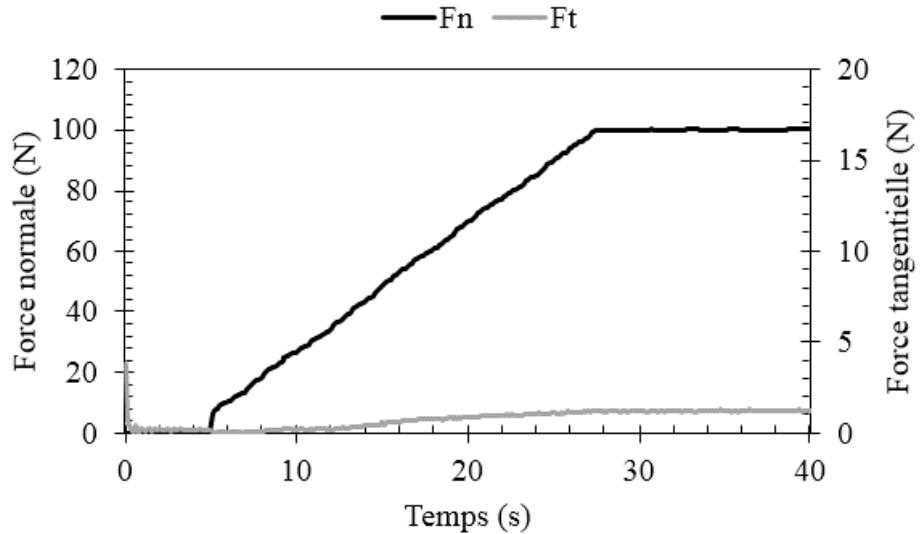


Figure 4-4 : Couplage entre la force normale et la force tangentielle pour le bras symétrique.

Il est crucial de limiter cette force indésirable afin de ne pas solliciter le contact d'une façon non contrôlée. Le bras symétrique permet de réduire considérablement le couplage entre la force normale et la force tangentielle. Ce phénomène n'a pas totalement disparu car l'alignement ne peut pas être parfait. La planéité de l'échantillon ou les défauts d'usinage des pions peuvent également contribuer à l'apparition de cette force.

4.2 Contrôle du taux de chargement tangentiel

Le taux de chargement était initialement contrôlé à travers l'intensité du courant distribué dans l'actionneur électromagnétique. Après vérification des taux de chargement il est apparu qu'il n'était pas possible de procéder de cette façon car le taux de chargement ne suivait pas la consigne et n'était pas linéaire. Afin de gérer correctement la cinétique de chargement il est nécessaire de réaliser un contrôle incluant une boucle de rétroaction. La régulation est assurée par un module fourni par le constructeur de l'actionneur électromagnétique. Les données du capteur de force latéral sont lues et comparées avec la valeur de consigne afin d'ajuster la force. L'évolution de la force tangentielle avec et sans la boucle de rétroaction est présentée sur la Figure 4-5.

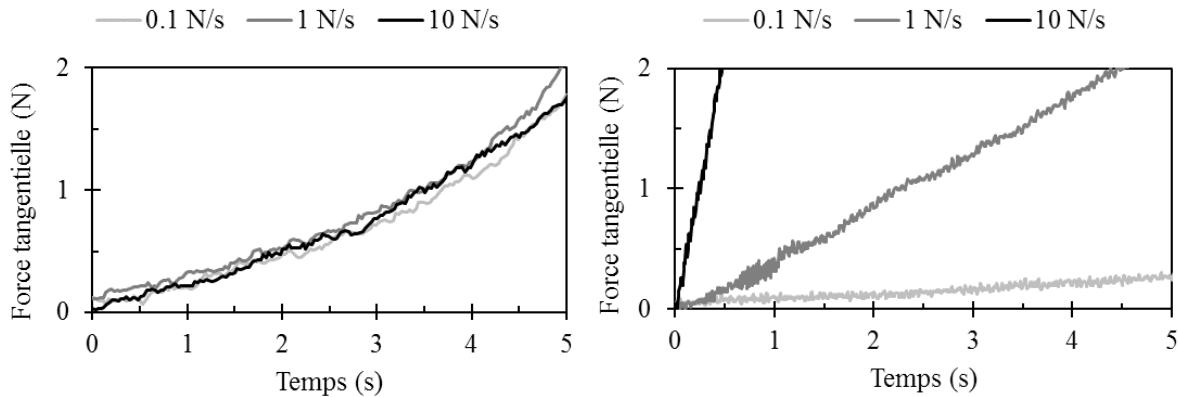


Figure 4-5 : Évolution des taux de chargement pour les consignes de 0.1, 1 et 10 N/s en contrôle de courants et en contrôle de force avec boucle de rétroaction, respectivement gauche et droite.

Il apparaît que la boucle de rétroaction permet effectivement de réguler la force tangentielle. La vérification des taux a cependant mis en valeur une incertitude sur la répétabilité ainsi qu'une erreur systématique d'environ 20 % par rapport à la valeur de consigne. Ces valeurs sont reportées dans le Tableau 4-1.

Tableau 4-1 : Taux de chargement de la force tangentielle en contrôle par force.

Valeur de consigne N/s	Valeur mesurée N/s	Incertitude	
0.1	0.08	±	0.003
1	0.79	±	0.045
10	6.80	±	0.55

À mesure que le taux de chargement augmente, l'incertitude augmente et la valeur effective s'éloigne de la valeur de consigne. Cependant, l'impact de ce facteur devrait être minime dans le cas des métaux du fait de leurs faibles propriétés viscoélastiques. Le taux de chargement tangentiel maximal devrait être inférieur à 1 N/s ce qui permet d'obtenir une période de cisaillement d'une durée convenable ainsi que de limiter les incertitudes.

Un autre avantage de ce module est le fait qu'il offre aussi la possibilité de travailler en contrôle par déplacement. Ce mode permet de mesurer un coefficient de friction dynamique, où la vitesse est constante. Cette régulation intervient donc après la rupture du contact. Ce mode n'a pas été utilisé dans cette étude.

4.3 Stabilisation thermique

L'isolation du four n'est pas parfaite et les parois externes peuvent atteindre 70°C (Figure 3-8). Cette élévation de température affecte la structure sur laquelle repose le four ainsi que les pièces avoisinantes.

Il est alors nécessaire d'attendre un certain temps après avoir atteint la température de consigne afin que les phénomènes thermiques se stabilisent. Durant cette période, si le contact est chargé, la température provoque l'apparition d'une force tangentielle dont l'amplitude peut dépasser 10 N. Ce phénomène est présenté sur la Figure 4-6.

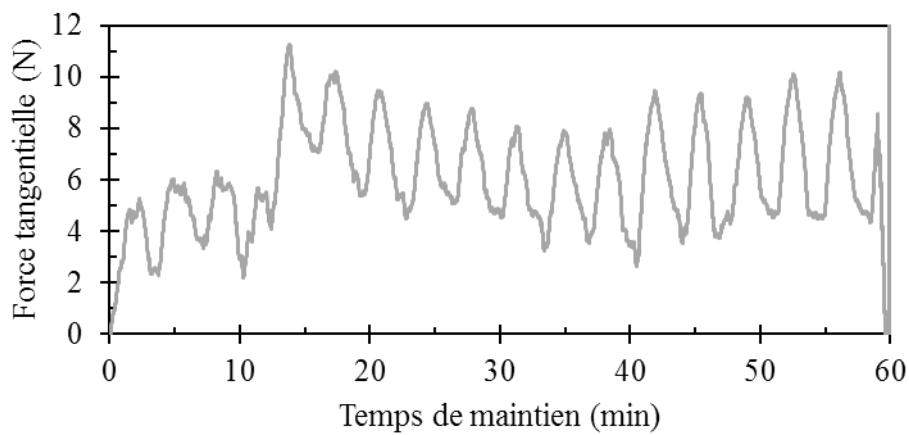


Figure 4-6 : Évolution de la force tangentielle pendant la période de maintien lorsque le système n'est pas thermiquement stable.

L'amplitude de cette force peut aboutir dans certains cas à la rupture du contact. Il est donc nécessaire d'attendre que le HTT800 atteigne un régime thermiquement stable avant de fermer le contact. Afin d'évaluer la durée de cette période, la valeur de la force de friction a été suivie pendant plusieurs heures à 800°C alors que le contact était ouvert. Son évolution est présentée sur la Figure 4-7.

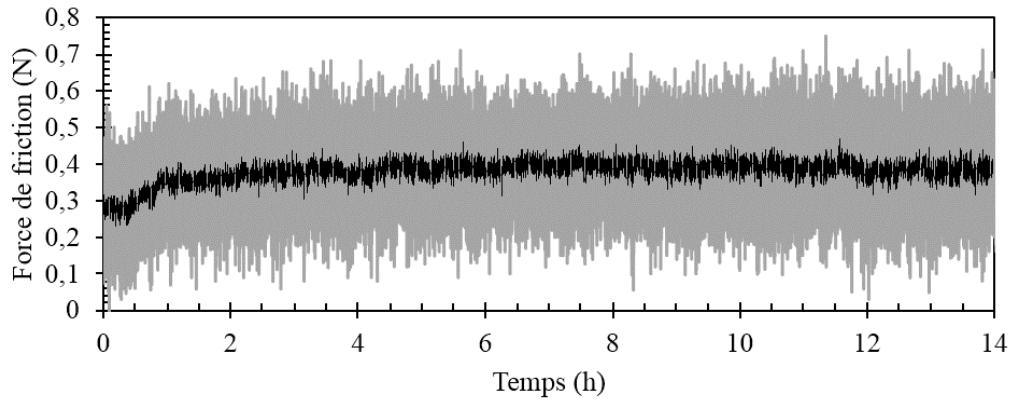


Figure 4-7 : Évolution de la force tangentielle lorsque le contact est ouvert et le four à 800°C. La courbe noire est une moyenne.

Il apparaît que force latérale évolue même si le contact n'est pas fermé. Celle-ci augmente progressivement pendant 1 heure puis se stabilise avec cependant quelques variations. De ce fait, il est nécessaire d'attendre au moins 60 minutes que les effets thermiques se stabilisent avant de fermer le contact à haute température. La Figure 4-8 présente l'évolution de la force tangentielle lorsque le contact est fermé et après une période de stabilisation de 90 minutes.

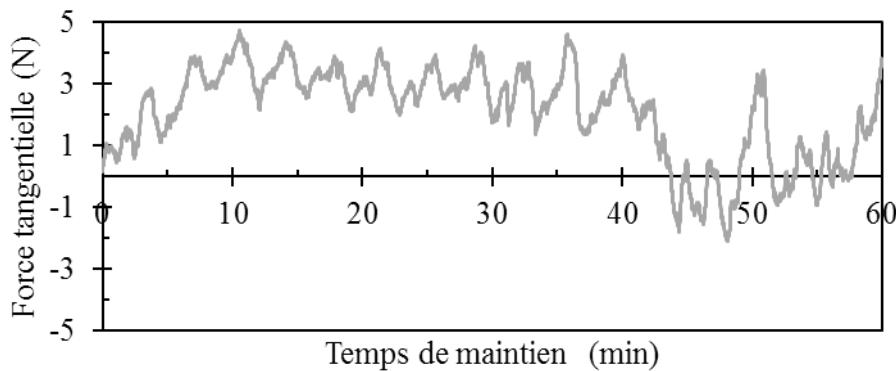


Figure 4-8 : Évolution de la force tangentielle due aux effets thermiques pendant une période de maintien.

La période de stabilisation ne permet pas de supprimer complètement cette force, mais son amplitude est moins importante ce qui permet de limiter le risque de rupture du contact pendant le maintien. Les petites variations sont quant à elle dues à l'amplitude de la régulation de la température.

4.4 Sources d'incertitudes sur la mesure

Les éléments présentés précédemment sont ceux pour lesquels une solution a été trouvée et appliquée avec un impact positif sur la qualité de la mesure. Les aspects présentés dans la section suivante sont dus à des événements sur lesquels l'utilisateur n'a pas de contrôle et qui peuvent induire une incertitude dans la mesure.

Ces points concernent l'alignement, la mesure du déplacement ainsi que la régulation de la température. Il est important d'avoir connaissance de ces limitations afin d'avoir un recul sur les données générées par le tribomètre.

4.4.1 Alignement

L'alignement du porte-pion, perpendiculairement au plan de l'échantillon, est un élément important sur le HTT800. Il est assuré par le bras symétrique qui supporte le porte-pion perpendiculairement. Des faibles variations au niveau de cet alignement peuvent augmenter l'effet de couplage entre les forces normales et tangentielles. Ce phénomène a été contenu à environ 1 %, mais il peut occasionnellement augmenter jusqu'à 10 %. Un soin particulier doit donc être apporté à la fixation des échantillons et du bras symétrique afin d'éviter tout souci d'alignement.

4.4.2 Mesure du déplacement

La mesure du déplacement latéral, prise par l'actionneur électromagnétique, comporte deux aspects limitants. Tout d'abord la valeur fluctue constamment sur une amplitude d'environ $30 \mu\text{m}$, ce qui peut masquer de faibles déplacements. Mais la principale limitation provient du fait que la mesure au niveau de l'actionneur prend en compte les déformations du bras et du porte-pion. Ce phénomène est surtout marqué à haute température et haute charge du fait de la baisse de rigidité du porte-pion, comme illustré sur la Figure 4-9.

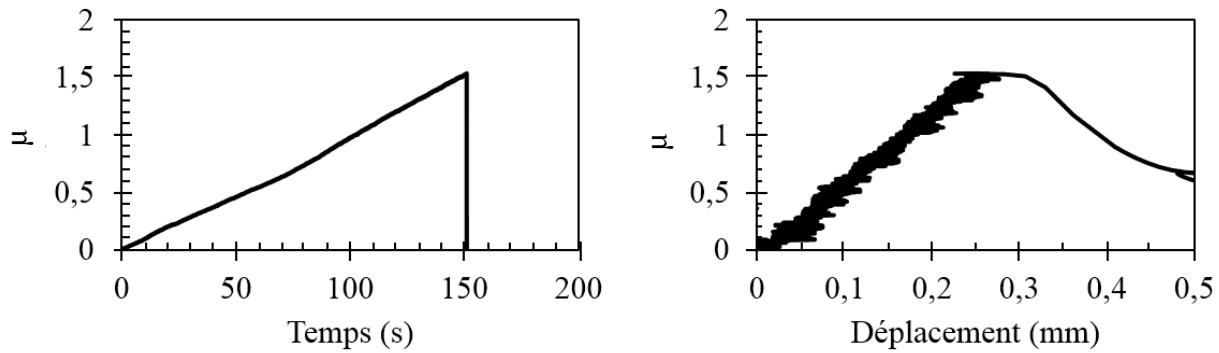


Figure 4-9 : Essai de friction statique à 800°C et haute charge ($F_n = 45$ N).

Il a été observé que pour un essai statique sous un chargement normal de 50 N et à une température de 800°C, le déplacement dû à la déformation du système pouvait atteindre environ 250 μm . Ces déformations sont relativement répétables et sont alors faciles à repérer. Mais il faut prendre en compte qu'une partie du déplacement mesuré ne correspond pas à un mouvement réel sur l'échantillon.

4.4.3 Influence de la régulation de la température

Le dernier élément perturbateur sur ce système concerne la température. Lorsque la température de consigne est atteinte, son maintien est effectué avec une variation d'une amplitude d'environ 10°C centrée sur la valeur sélectionnée. Cette amplitude est suffisante pour avoir un impact mesurable au niveau des capteurs de forces avec une variation de 1 N sur la force normale et de 5 N pour la force tangentielle. Ces valeurs sont indépendantes de la force normale. La Figure 4-10 présente ce phénomène, capturé pendant une période de maintien et après stabilisation thermique.

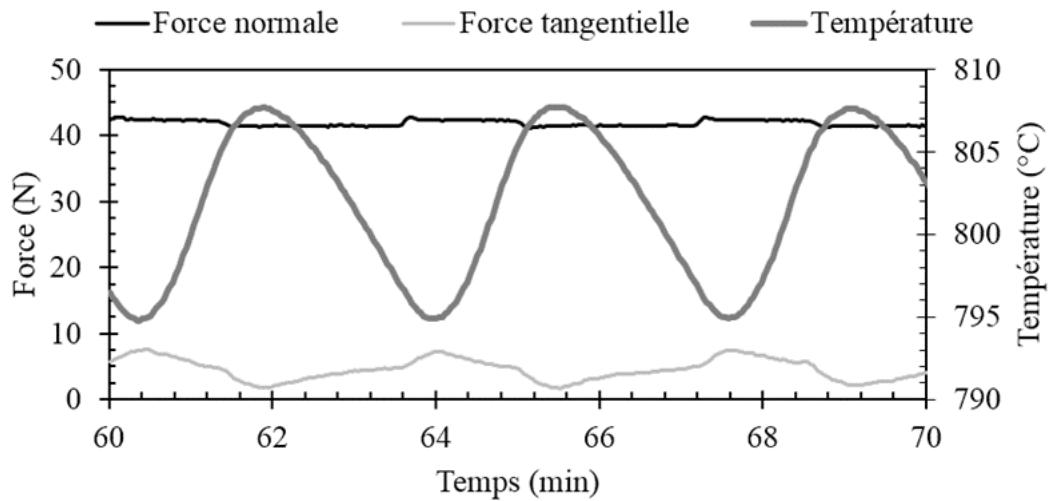


Figure 4-10 : Impact de l'amplitude de la régulation de la température sur les forces normales et tangentielles. Charge normale de 42 N et température de 800°C.

Cet effet est indépendant de la stabilisation thermique et son amplitude reste constante. Cette contrainte cyclique perturbe probablement la mesure, notamment pour de longues périodes de maintien, mais son impact est difficile à évaluer.

CHAPITRE 5 DÉVELOPPEMENT DE LA MÉTHODOLOGIE

Le développement de la méthodologie a été effectué de manière empirique basé sur l'analyse des données de friction. L'objectif étant de mesurer le coefficient de friction statique à haute température avec une bonne répétabilité tout en prenant en compte les limitations imposées par le tribomètre. Plusieurs approches ont été développées et testées sur le couple alumine / acier et vont être présentées dans cette section.

5.1 Essais statiques simples

Les premiers essais ont été réalisés avec l'approche la plus simple. Les matériaux sont mis en contact sous une force normale et le test statique débute après une période de maintien.

5.1.1 Séquence d'essai

Les essais ont été effectués avec une force normale de 7 N, équivalent à une pression de Hertz maximale de 1.4 GPa. Les essais statiques sont effectués après une période de maintien de 30 secondes. Le taux de chargement latéral a été fixé à 0.5 N/s en contrôle de force. Les essais ont été réalisés à deux températures, 20 et 500 °C et répétés 3 fois pour évaluer la stabilité de la mesure. Un schéma de la séquence de test est présenté sur la Figure 5-1.

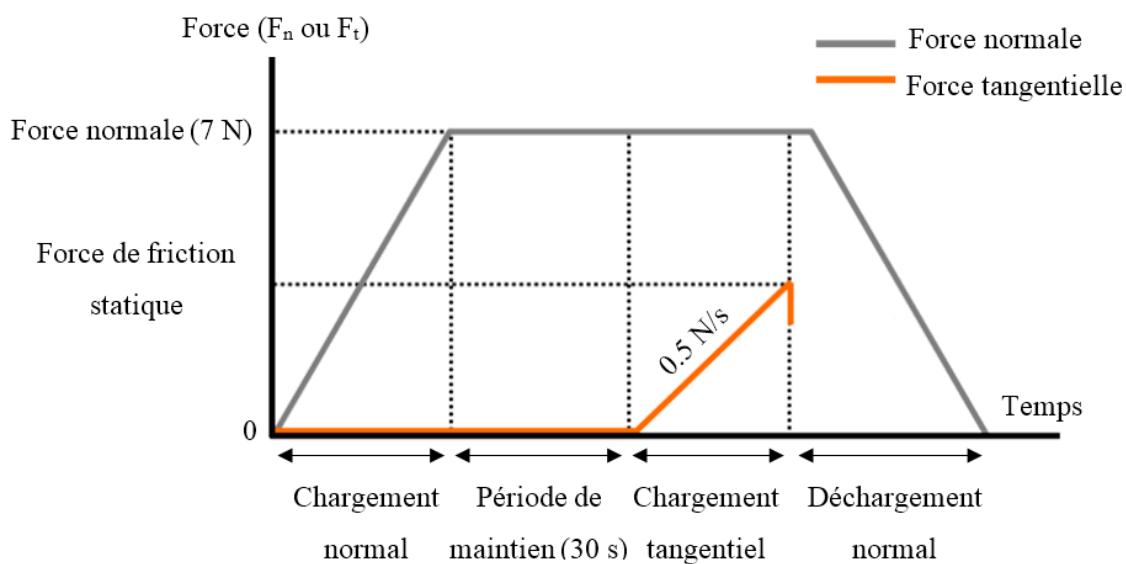


Figure 5-1 : Séquence d'un essai de friction statique simple.

5.1.2 Courbes de friction

Deux exemples de courbes de friction pour les températures de 20 et 500°C sont présentés sur la Figure 5-2. À température ambiante, les courbes ne montrent pas de signe de micro-rupture et la forme typique d'un essai de friction statique est obtenue. À 500°C, le comportement est plus complexe. Après la rupture principale, la force tangentielle continue d'augmenter avec une succession de phase de micro-déplacement et de rupture. Du fait de l'incertitude sur le déplacement, ces petites variations sont difficiles à repérer.

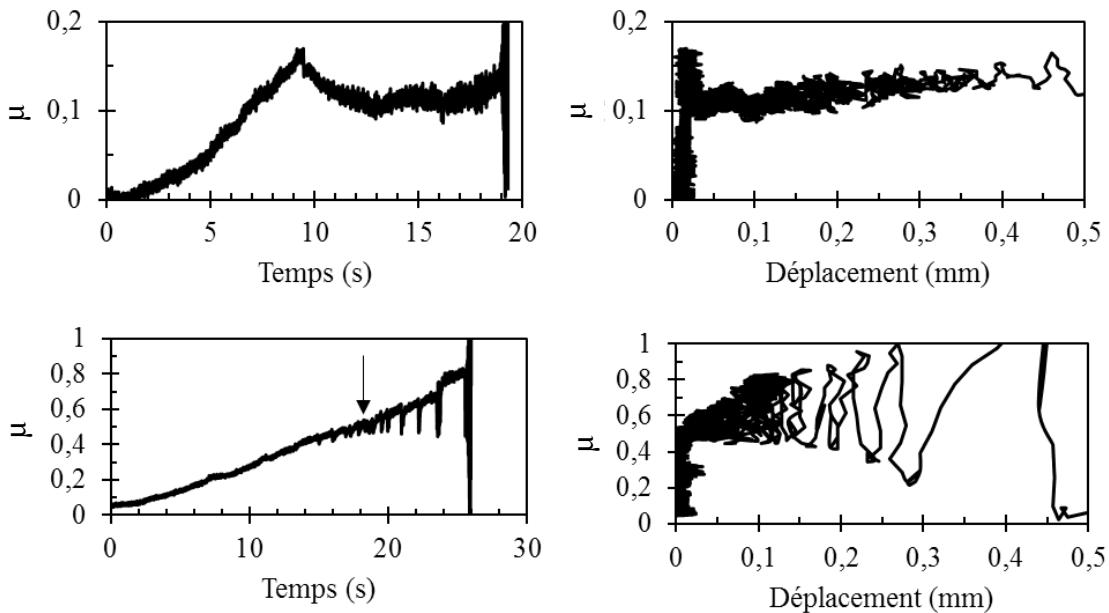


Figure 5-2 : Évolution du coefficient de friction 20 et 500°C (respectivement haut et bas) pour le couple alumine / acier. La flèche indique la rupture principale ($\mu_s = 0.57$).

5.1.3 Coefficients de friction statique

Les résultats des coefficients de friction statique pour les deux températures sont présentés dans la Figure 5-3. À température ambiante, deux essais ont été répétables, avec un coefficient de friction statique de 0.17, mais pour un essai, le coefficient de friction statique a atteint une valeur bien plus haute, de 0.45. À 500°C, les valeurs sont globalement plus élevées qu'à la température ambiante, mais aussi plus variables. Il est à noter que pour l'essai où $\mu_s = 0.73$, aucune micro-rupture n'a été observée pendant l'essai, ce qui diffère du comportement des deux autres essais.

Dans les deux cas, les valeurs mesurées ne sont pas répétables et l'amplitude de mesure est supérieure à 0.25.

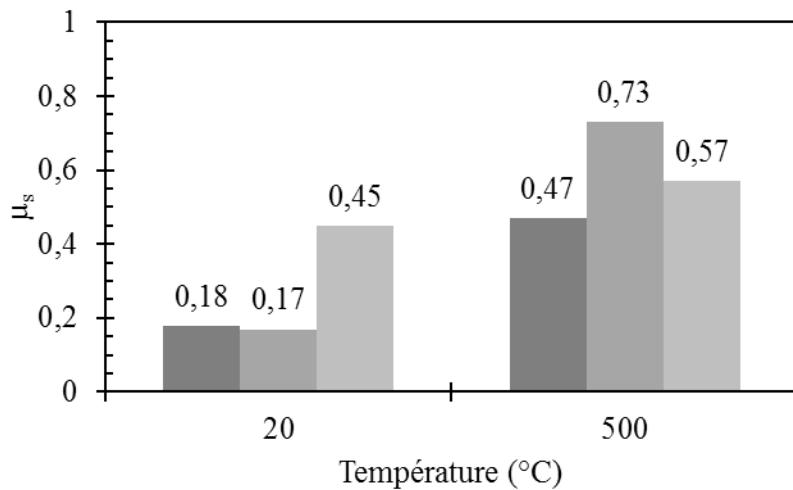


Figure 5-3 : Résultat des essais statiques simple à 20 et 500°C.

Afin d'obtenir une valeur stable du coefficient de friction statique, une solution est de répéter les essais sur la même position afin d'obtenir un régime stable [26, 59].

5.2 Essais statiques multiples

Le coefficient de friction dynamique présente généralement une période transitoire avant d'atteindre un régime stable. C'est aussi le cas pour le coefficient de friction statique si les essais sont répétés à la même position [26, 59]. Ce procédé, assimilable à un rodage, permet d'augmenter la conformité d'un contact. Les aspérités les plus hautes vont se déformer et ainsi augmenter la surface de contact réelle. Le fait de maximiser cette aire de contact permet d'augmenter les interactions et ainsi potentiellement permettre une identification plus évidente de la rupture.

Deux méthodes ont été envisagées en fonction du mode de sollicitation. Dans la première, les essais de friction statique sont répétés à la même position et de façon unidirectionnelle. La seconde fait appel à une période de frottement dynamique entre les essais statique et la sollicitation est donc réciproque.

5.2.1 Essais statiques unidirectionnels

5.2.1.1 Séquences d'essai

Dans cette série d'essais, les tests sont répétés à la même position et dans des conditions identiques. Les paramètres sont gardés constants par rapport aux essais précédents (charge normale de 7 N, taux de chargement de 0.5 N/s et 30 secondes de maintien). Les essais sont répétés jusqu'à la stabilisation du coefficient de friction statique pour les températures de 20 et 500°C.

5.2.1.2 Courbes de friction

La forme des courbes de friction évolue progressivement entre le début et la fin des séries d'essais (Figure 5-2 et Figure 5-4). Dans le régime stable à température ambiante, la rupture du contact se produit sans baisse de la friction et elle est suivie par un glissement à force constante sur 0.3 mm (Figure 5-4). Dans ce cas, la force de friction statique est égale à la force de friction dynamique, ce qui entraîne la disparition de la chute de friction au moment de la rupture. À température élevée, les courbes de friction dans le régime stable ne présentent pas les signes de micro-rupture qui étaient initialement observés (Figure 5-2). Après la rupture, marquée ici par une chute de friction, le contact glisse pendant environ 0.2 mm. La détection du coefficient de friction statique est donc globalement améliorée lorsque la mesure est effectuée dans la zone de stabilité.

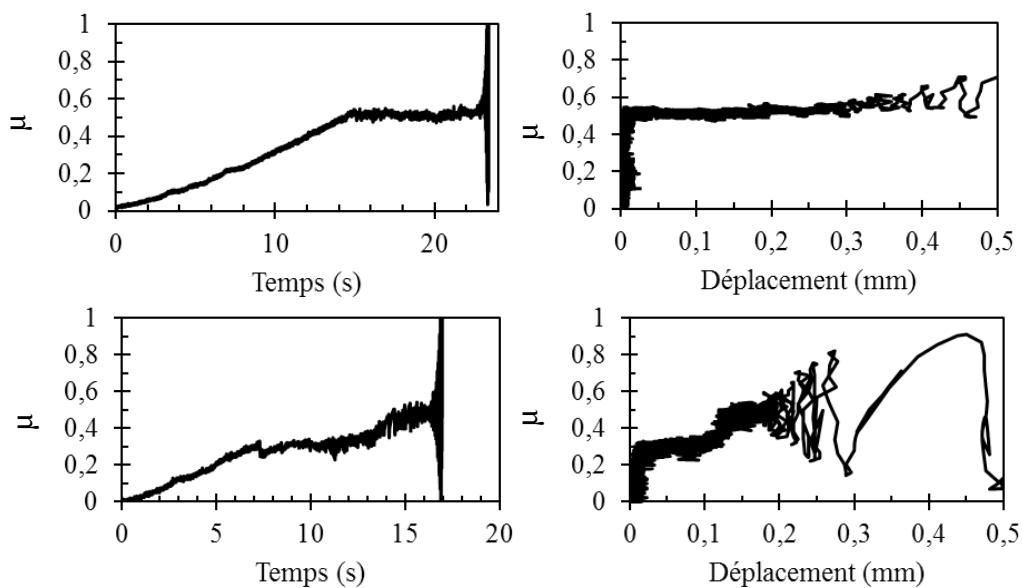


Figure 5-4 : Évolution de coefficient de friction lors de la dernière passe à 20 et 500°C (respectivement haut et bas).

5.2.1.3 Coefficients de friction statique

L'évolution du coefficient de friction statique en fonction du nombre de passes est présentée sur la Figure 5-5 pour les deux températures étudiées. À 20°C, la valeur du coefficient de friction statique augmente progressivement et atteint une valeur maximale de 0.73 après une dizaine de passes. Le coefficient de friction statique décroît ensuite lentement et se stabilise après environ 40 passes à une valeur de 0.56.

Le comportement à 500°C est très similaire. Le coefficient de friction statique augmente pendant la première dizaine de passes pour atteindre sa valeur maximale autour de 1. Il chute ensuite lentement jusqu'à une valeur stable d'environ 0.50, atteinte à partir de 80 passes. Les données produites à haute température sont significativement plus dispersées que pour le cas ambiant, notamment avant la stabilisation, ce qui est cohérent avec les observations des essais statiques simples.

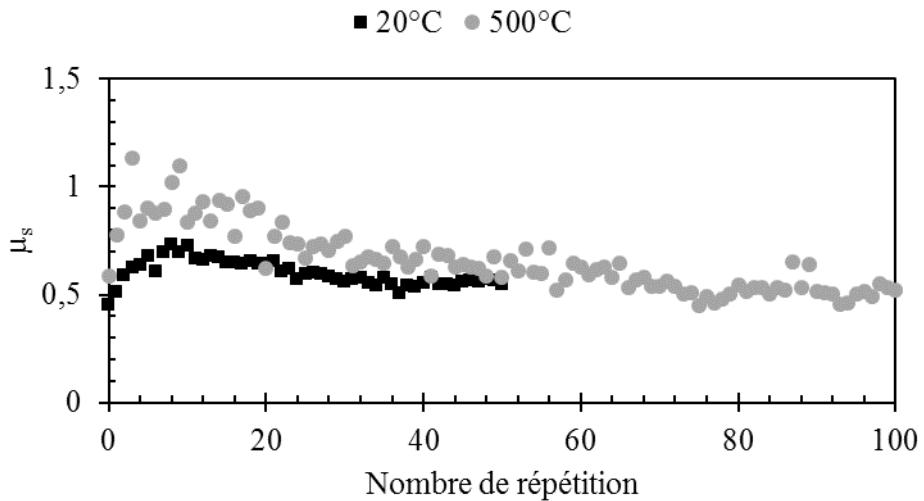


Figure 5-5 : Évolution de μ_s en fonction du nombre de répétitions pour 20 et 500°C.

Il n'est malheureusement pas possible de programmer ce genre de série avec le séquenceur du logiciel, car le nombre d'étapes est limité. Il est donc nécessaire de réaliser ces tests les uns à la suite des autres, ce qui entraîne donc une coupure du chauffage à la fin de chaque essai. Dans ces conditions il n'est pas possible de garder un intervalle de temps rigoureusement constant entre chaque essai ce qui peut contribuer à l'incertitude de la mesure. De plus, chaque point de la Figure 5-5 représente un essai de friction statique pour un temps de maintien de 30 secondes et dans ces conditions la réalisation de ces courbes ne prend que quelques heures. Mais si la période de

maintien est augmentée à plusieurs heures, ou même jours, cette méthodologie ne devient plus réalisable. Afin de résoudre cet aspect, il a été décidé de remplacer certains essais statiques, par des passes dynamiques.

5.2.2 Impact d'une sollicitation dynamique

Une séquence d'essai a été spécialement conçue afin d'évaluer l'impact de la période de frottement dynamique sur la mesure du coefficient de friction statique. Cette séquence mélange donc essais dynamiques réciproques et essais statiques. Dans un premier temps, l'évolution du coefficient de friction statique a été suivie systématiquement à intervalle régulier.

5.2.2.1 Séquence d'essai

Il a été choisi de procéder par étapes de 10 passes réciproques alternatives. Les 9 premières sont des passes dynamiques, et la dernière est réalisée lors de l'essai statique. Ce processus a été répété jusqu'à stabilisation du coefficient de friction statique. Le schéma de la séquence de test est représenté sur la Figure 5-6.

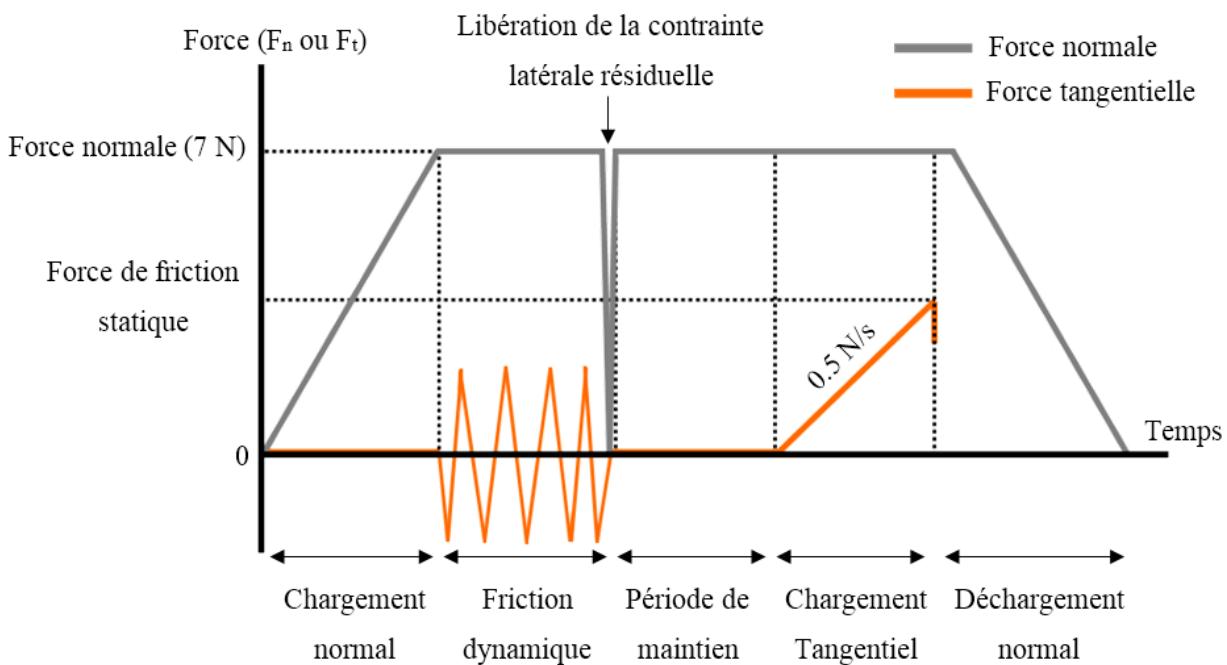


Figure 5-6 : Schéma de la séquence de test.

Les passes dynamiques sont effectuées après avoir atteint la consigne de force normale, sur une amplitude de 5 mm et à une fréquence de 20 passes par minute. Il est à noter qu'après avoir réalisé

la séquence dynamique, et lorsque le mouvement s'arrête, une force tangentielle résiduelle est présente et il est nécessaire de la relaxer. Le fait de retirer la charge normale permet de supprimer cette contrainte résiduelle. Le contact est ensuite instantanément refermé. Enfin, le test de friction statique est réalisé avec les conditions précédemment utilisées (charge normale de 7 N, taux de chargement de 0.5 N/s et 30 secondes de maintien).

5.2.2.2 Courbes de friction

Les courbes de friction obtenues à la fin des séries sont présentées sur la Figure 5-7. Leur forme présente les mêmes caractéristiques que celles obtenues avec les essais statiques unidirectionnels. Les maximums de friction sont bien définis et après rupture, le contact glisse pendant 0.3 mm à 20°C et 0.2 mm à 500°C.

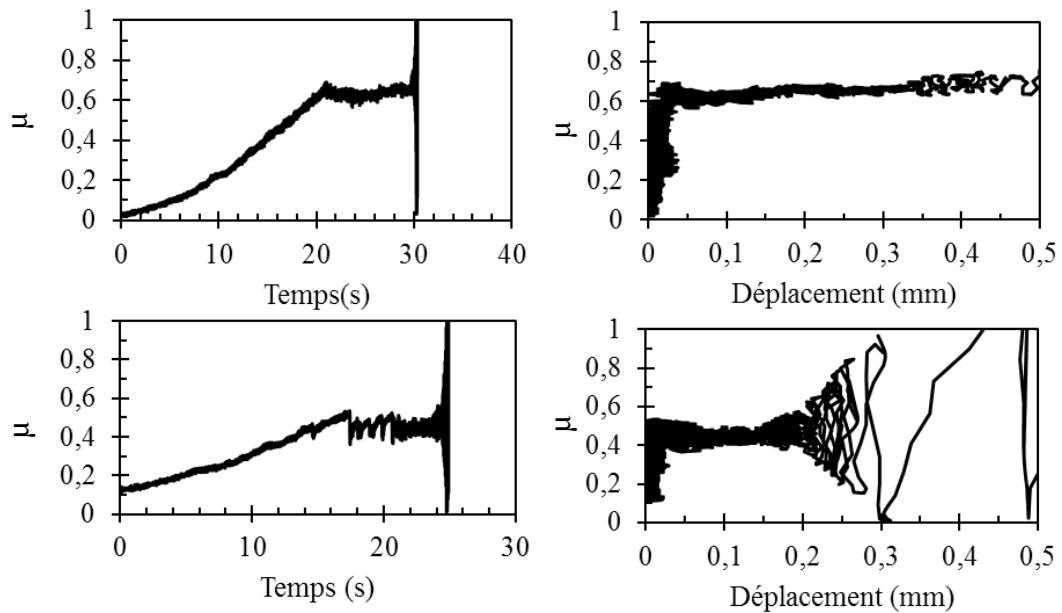


Figure 5-7 : Évolution des coefficients de friction à la fin des séries à 20 et 500°C (respectivement haut et bas).

5.2.2.3 Coefficients de friction statique

Cette méthodologie a été appliquée au couple alumine / acier pour les deux températures étudiées et les résultats sont présentés sur la Figure 5-8.

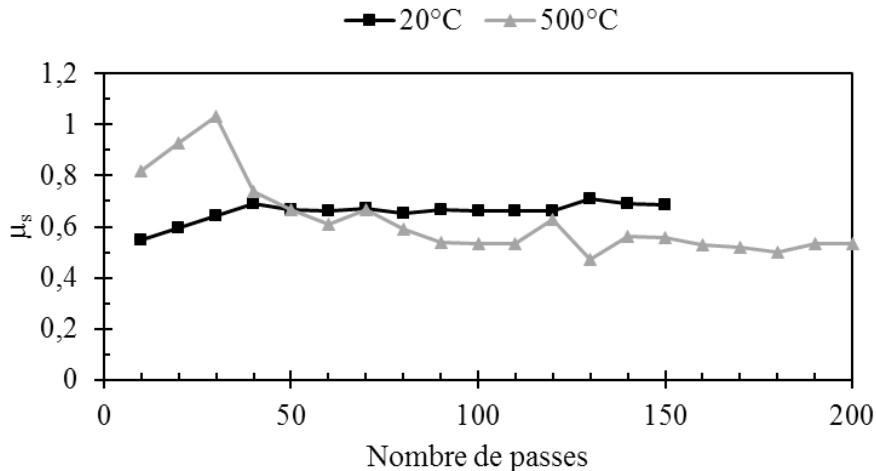


Figure 5-8 : Évolution du coefficient de friction statique en fonction du nombre de passes dynamique pour 20 et 500°C.

La forme de ces courbes est très similaire à celle des courbes de la Figure 5-5. Une valeur stable d'environ 0.68 est atteinte après 50 passes à température ambiante. À 500°C, le coefficient de friction statique augmente pendant les 30 premières passes puis décroît et se stabilise à partir de 100 passes à une valeur d'environ 0.53. Ces valeurs sont très proche de celles des régimes stables lorsque la sollicitation est uniquement statique (0.56 et 0.50 pour 20°C et 500°C respectivement).

Du fait des similitudes tant du point de vue des courbes de friction que des valeurs, et toujours dans le but d'obtenir une méthodologie permettant de réaliser des essais de plusieurs heures de maintien, un dernier type d'essai a été conçu.

5.3 Méthodologie finale

La méthodologie finale ne fait appel qu'à un test statique unique réalisé après une série de passes dynamique. À la fin de la période dynamique, le contact est supposé être dans un état qui permet d'avoir accès au coefficient de friction statique dans le régime stable. Le nombre de passes nécessaires est alors déterminé à l'aide des essais réalisés dans la section précédente.

5.3.1 Séquence d'essai

La séquence d'essais est identique à celle présentée sur la Figure 5-6 à la seule différence que le nombre de passes dynamiques est choisi pour avoir accès au régime stable de friction statique. Respectivement, un total de 50 et 100 passes qui ont été effectuées pour les températures de 20 °C et 500 °C. Afin d'évaluer la stabilité, les essais statiques ont été répétés 3 fois dans les mêmes conditions.

5.3.2 Courbes de friction

Les courbes de friction représentatives des essais sont présentées sur la Figure 5-9. À la température ambiante, la rupture du contact est caractérisée par un glissement sur 0.5 mm pour une force égale au coefficient de friction statique. C'est la forme qui a été observée pour les essais dans le régime stable des différentes méthodologies. À haute température, la rupture est marquée par une chute de friction brutale et un glissement sur environ 0.1 mm. Ce sont des caractéristiques qui ont aussi été retrouvées dans les précédents essais.

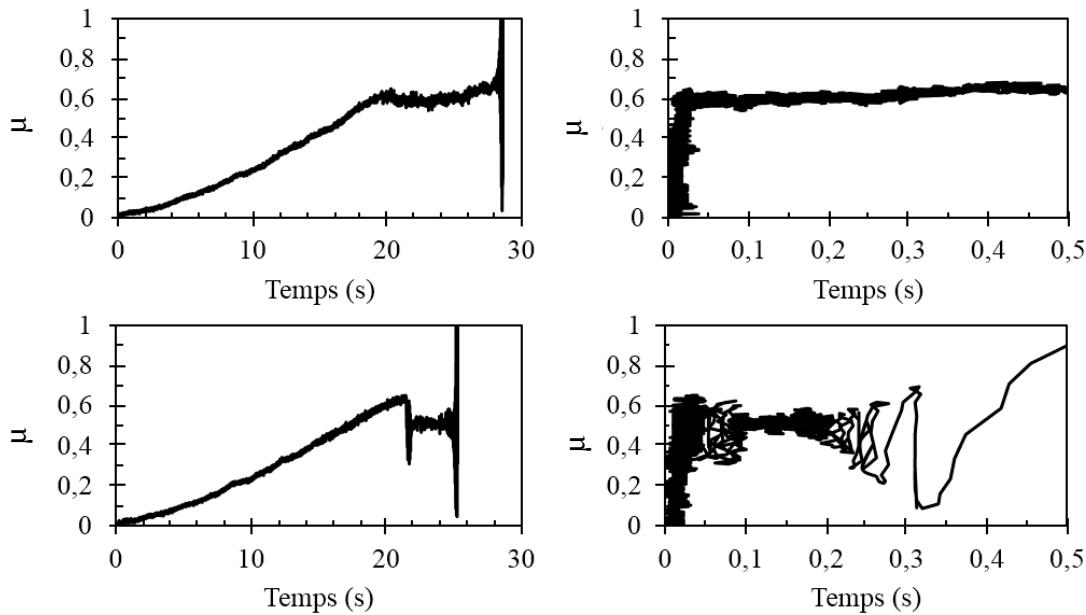


Figure 5-9 : Évolution du coefficient de friction à 20 et 500°C (respectivement haut et bas) dans leurs régimes stables.

5.3.3 Coefficients de friction statique

Les résultats des coefficients de friction statique sont présentés sur la Figure 5-10. Il apparaît alors que la mesure du coefficient de friction statique dans le régime stable permet d'augmenter la répétabilité des essais, aussi bien à température ambiante qu'à 500°C. Les valeurs obtenues sont très proche, en moyenne 0.65 à 20°C et 0.67 à 500°C. Cette faible différence ne permet pas à elle seule de distinguer les deux conditions et il est donc nécessaire d'inspecter les courbes de friction.

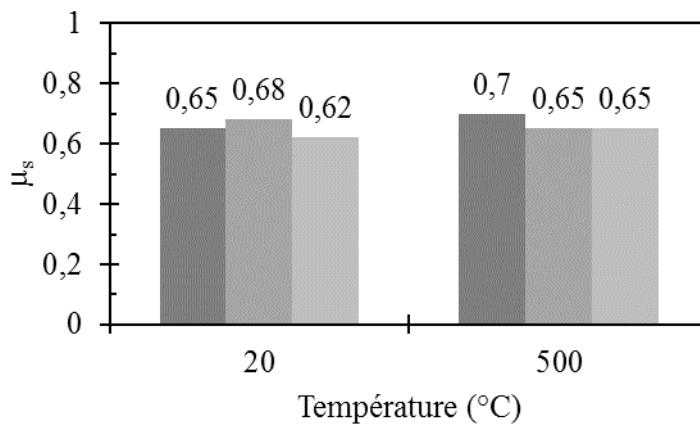


Figure 5-10 : Coefficients de friction statique mesurés dans le régime stable à 20 et 500°C.

L'utilisation de cette méthodologie permet d'obtenir un coefficient de friction statique mieux défini que pour les essais statiques simples. Cette différence est surtout remarquable pour les essais à haute température.

5.3.4 Comparaison des méthodes

La Figure 5-11 présente les valeurs des coefficients de friction en fonction du nombre de passes qui ont été obtenus en appliquant les différentes méthodes d'essais présentés précédemment. À température ambiante, la cinétique d'évolution du coefficient de friction statique est significativement différente entre les sollicitations unidirectionnelles et réciproques. Les courbes sont bien plus similaires pour les essais à 500°C. Les différences observées entre ces courbes peuvent avoir plusieurs origines. Les sollicitations unidirectionnelles ou réciproques entraînent nécessairement une évolution différente de contact. De plus, le fait de répéter les essais entraîne une variation sur le positionnement, la force normale, ainsi que l'intervalle de temps entre deux mesures. C'est pourquoi les différences entre les coefficients de friction statique provenant de chaque méthode sont jugées acceptables.

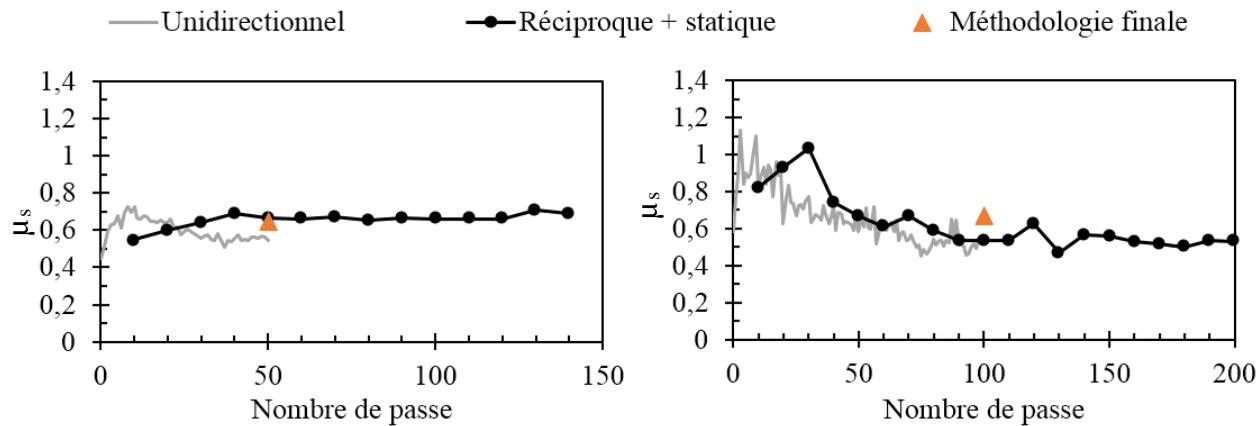


Figure 5-11 : Comparaison des coefficients de friction statique obtenus par les différentes méthodes de test.

5.3.5 Application pour l'étude du temps de maintien

Cette méthodologie peut être appliquée pour étudier l'influence du temps de maintien à haute température. Il est alors nécessaire de procéder en deux étapes.

Dans un premier temps, il faut définir les régimes stables de friction statique pour chaque couple de matériaux ainsi que chaque condition de température et pression de contact. Ces régimes peuvent être définis rapidement en utilisant une combinaison de passe dynamique et de passe statique. Une succession de 9 passes dynamiques avant la mesure statique permet d'obtenir une résolution suffisante. Ce processus est répété jusqu'à la stabilisation du coefficient de friction statique. Le temps de maintien durant ce processus est conservé à une valeur fixe de 30 secondes.

Le nombre de passe défini pour obtenir le régime stable de friction statique peut être ensuite réalisé consécutivement afin d'étudier l'influence du temps de maintien. La séquence est identique à celle présentée sur la Figure 5-6. À la fin de cette phase dynamique il est nécessaire de relaxer la force latérale résiduelle en déchargeant la force normale puis en la réappliquant immédiatement. Le contact est ensuite gardé fermé pendant un temps variable puis l'essai de friction statique est réalisé. Il est à noter que si les essais sont effectués à hautes températures, il est nécessaire d'attendre un période de 90 min après avoir fixé l'échantillon et fermé le four afin que le HTT800 soit dans un régime thermiquement stable.

5.4 Conclusion

Le développement de la méthodologie a été réalisé en vue de mesurer un coefficient de friction statique de manière répétable, notamment à haute température. Une grande dispersion des résultats a été observée lors des essais de friction statique. Lors de la répétition de ces essais sur la même position il a été possible de mettre en évidence l'existence d'une zone de stabilité du coefficient de friction statique. Par la suite, il a été montré que l'accès à cette zone pouvait s'effectuer après une série de passes dynamiques. Enfin, lorsque les essais statiques sont réalisés dans cette zone, les valeurs obtenues sont répétables, autant à température ambiante qu'à 500°C. Dans ces deux cas les coefficients de friction statique obtenus sont très similaires, mais des différences de comportement restent observables sur les courbes de friction.

CHAPITRE 6 APPLICATION SUR STELLITE 6

Ce chapitre est dédié à l'étude du coefficient de friction statique entre du stellite 6 et du chrome dur, à l'aide de la méthodologie présentée dans le chapitre précédent. Les essais ont été réalisés aux températures de 20, 500 et 800°C. Deux pressions de contact ont été sélectionnées et représentent les pressions de contact moyennes et maximales utilisées dans certains types de valves métalliques à boisseau sphérique produites par Velan.

Dans la première partie, la méthode de préparation des échantillons est présentée et les surfaces sont caractérisées en termes de géométrie et propriétés mécaniques. Ensuite les résultats de friction statique sont présentés en regard des températures ainsi que des temps de maintien. Dans la section suivante, les contacts sont analysés à l'aide d'observation microscopique, chimique, et de caractérisations tribologiques. Finalement, un modèle d'adhésion est proposé afin d'expliquer les observations en friction statique.

6.1 Échantillons

Afin d'étudier l'influence du temps de maintiens en fonction de la température et de la pression de contact, un total de 42 couples de pion et plan ont été nécessaires. Les échantillons ont été soigneusement sélectionnés et préparés afin qu'ils présentent tous un état de surface similaire au niveau du contact. Leurs rayons de courbure, ainsi que la rugosité ont été déterminés par profilomètre optique. Leurs propriétés mécaniques ont ensuite été évaluées par micro-indentation instrumentée.

6.1.1 Préparation des échantillons

Plusieurs étapes d'usinage et de polissage ont été nécessaires afin de mettre en forme les pions et les plans. La préparation des surfaces a pour objectif d'aboutir à un état de surface homogène entre les différents échantillons.

6.1.1.1 Plans

Les plans présentent d'importantes traces d'usinage sous forme de rainures parallèles d'une amplitude d'environ 3 μm de profondeur. La préparation des surfaces suivant la méthode décrite dans le chapitre 3 permet de diminuer l'amplitude de ces traces comme illustrées sur la Figure 6-1.

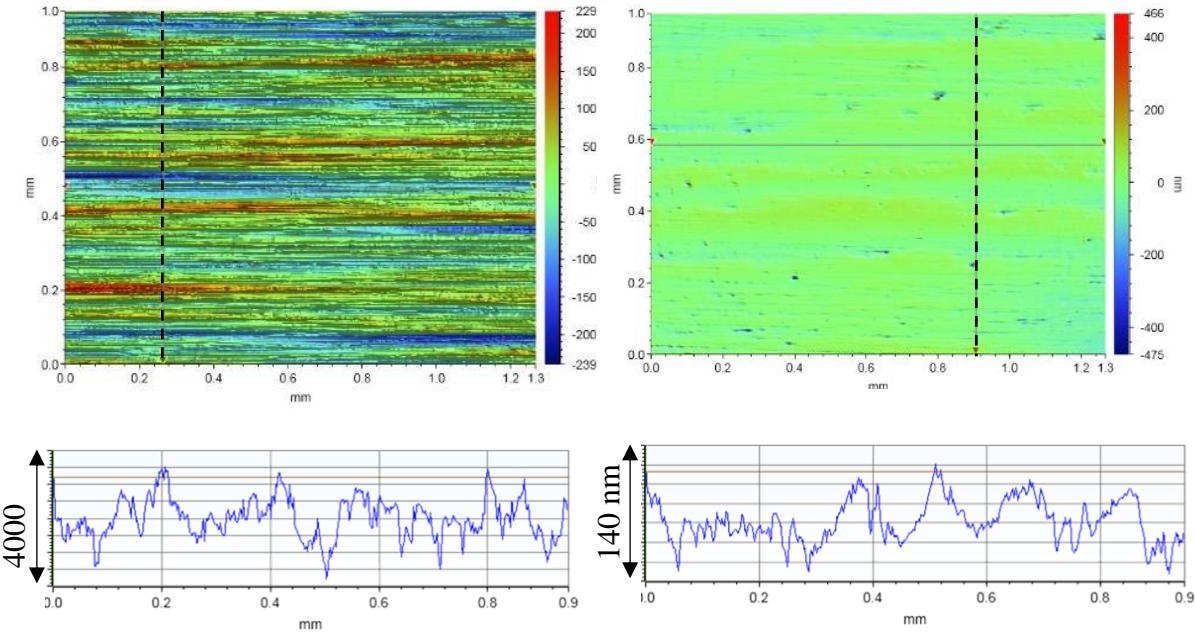


Figure 6-1 : Surfaces modélisées et profils d'un plan avant et après préparation de la surface, respectivement gauche et droite. La ligne indique l'emplacement du profil.

Les traces résiduelles ne sont pas complètement éliminées, mais le polissage permet de diminuer l'amplitude des rainures à environ 100 nm. Les valeurs moyenne de Sa et Sq obtenues après polissage valent respectivement 65 ± 20 nm et 90 ± 30 nm.

6.1.1.2 Pions

La surface des pions avant préparation a également été observée par profilomètre optique, et quelques exemples sont présentés sur la Figure 6-2.

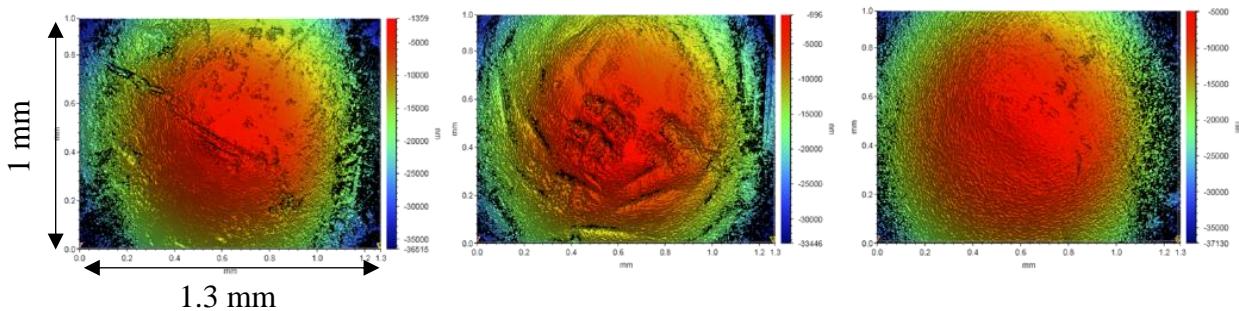


Figure 6-2 : Surfaces modélisées de pions présentant des défauts d'usinage et de sphéricité.

L'usinage nécessaire à l'obtention des rayons de courbure désirés a laissé de nombreux défauts tels que des rayures, des arrachements de matière, ou une mauvaise sphéricité. La préparation des pions

avec le protocole décrit au chapitre 3 permet d'éliminer la plus grande partie de ces anomalies (Figure 6-3).

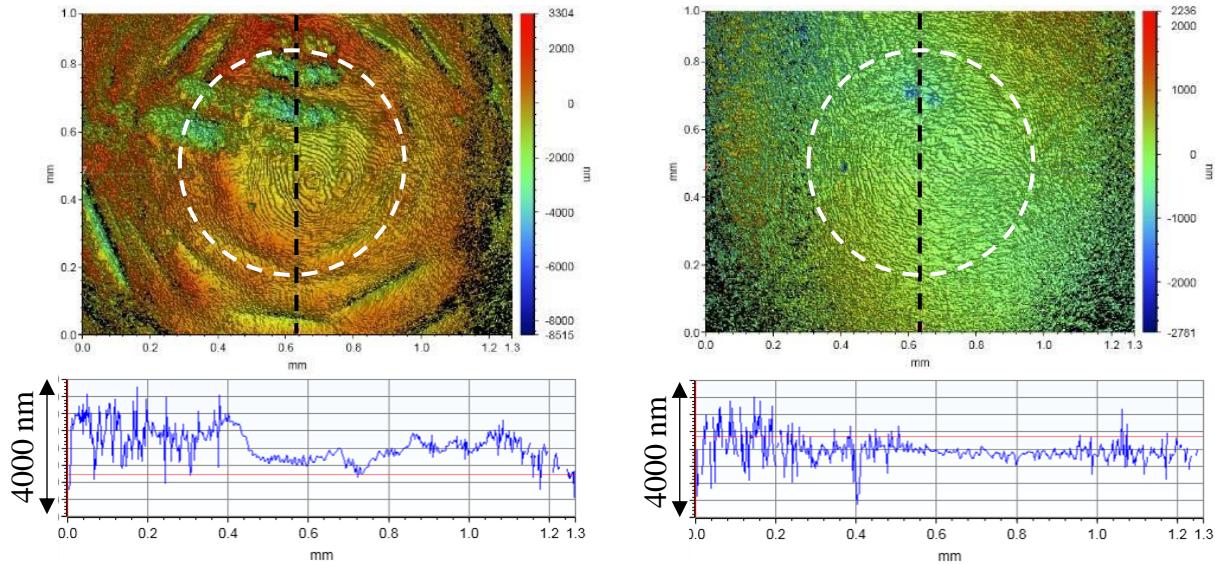


Figure 6-3 : Surface 3D d'un pion et profil redressé, avant et après la préparation de la surface, respectivement gauche et droite. Le cercle blanc indique l'aire de contact approximative des pions. La ligne noire indique la provenance du profil.

Le polissage est donc réalisé à la main, en essayant d'exposer uniformément toute la surface courbe du pion sur le disque abrasif. Cette étape est très délicate, car il ne faut pas produire de facette, mais elle permet d'obtenir une surface bien plus homogène. Les paramètres de surface, Sa et Sq , sont présentés dans le Tableau 6-1.

Tableau 6-1 : Rugosités moyennes des pions après préparation des surfaces.

Rayon de courbure mm	Sa nm	Sq nm
10	266 ± 74	341 ± 90
50	116 ± 380	165 ± 50

6.1.1.3 Rayons de courbure

Les rayons de courbure de tous les pions disponibles ont été évalués par profilomètre. Cette étape a été nécessaire car ils présentent une grande dispersion, comme illustré sur la Figure 6-4. À l'aide du modèle de Hertz, il est possible d'adapter la force normale en fonction du rayon de courbure pour obtenir la pression de contact désirée. Cependant si les rayons de courbure ne sont pas constants d'un pion à l'autre, l'aire de contact apparente est modifiée. Afin de limiter la variation

d'aire de contact il est donc nécessaire de sélectionner des pions ayant des rayons de courbure proche.

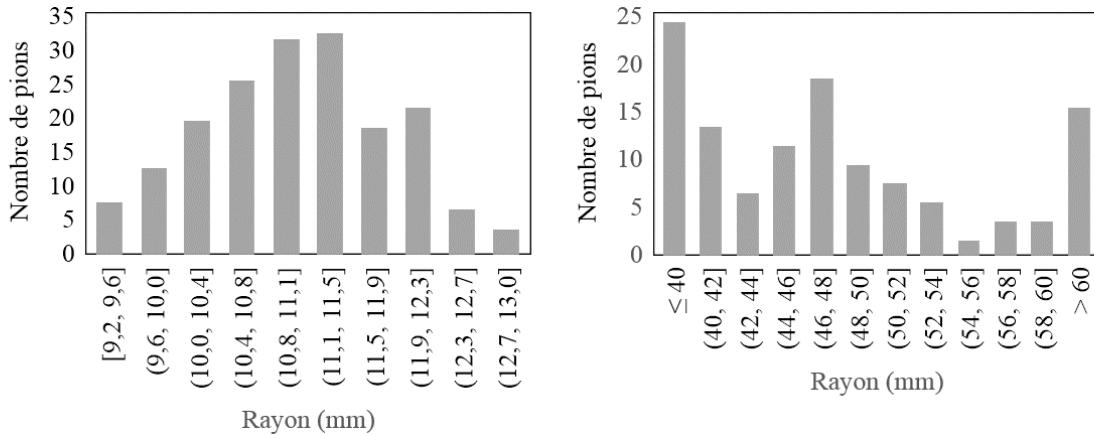


Figure 6-4 : Distribution des rayons de courbure des pions en stellite 6. Rayon de courbure de 10 mm (à gauche) et 50 mm (à droite).

Les 42 pions utilisés dans cette étude ont été sélectionnés en fonction de leurs propriétés géométriques afin de réduire la dispersion de rayon de courbure. Ainsi, les rayons de courbure moyens des échantillons étudiés sont de 52.1 ± 5.0 mm et de 10.6 ± 0.4 mm.

6.1.2 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques (module d'Young et dureté) ont été déterminées en suivant la méthode d'Oliver et Pharr, comme présenté dans le chapitre 3. Les essais ont été répétés 4 fois pour chaque force normale (2, 4 et 6 N). Un exemple de courbe de charge-déplacement pour chacune de ces forces est présenté sur la Figure 6-5.

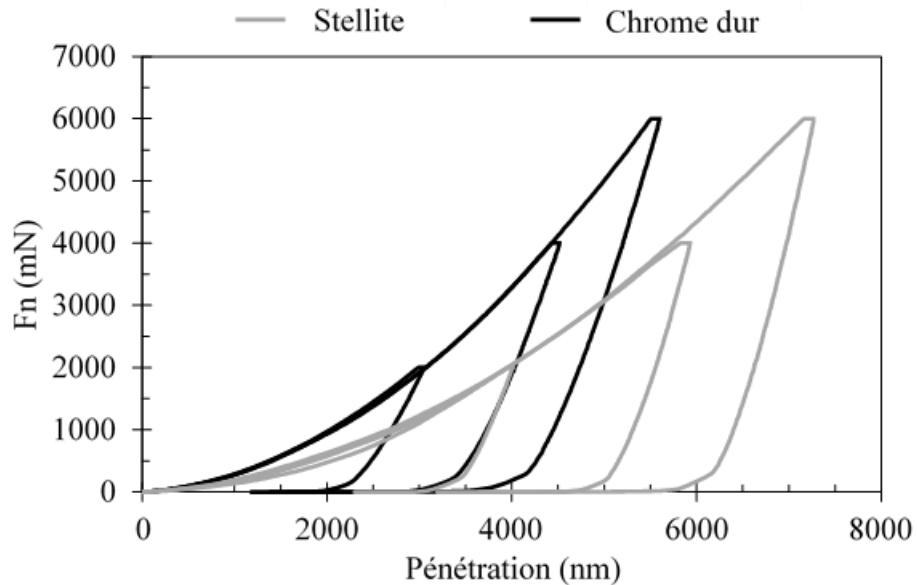


Figure 6-5 : Courbes de force-pénétration obtenue pendant les essais de micro-indentation.

À partir des courbes précédentes, la dureté et le module d'Young ont été calculés (Tableau 6-2). Les duretés entre les matériaux sont significativement différentes, environ 5 GPa pour le stellite et 10 GPa pour le chrome. Leurs modules d'Young sont quant à eux très similaires.

Tableau 6-2 : Dureté et module d'Young des matériaux étudiés.

Matériau	H GPa	E GPa
Stellite 6	5.3 ± 0.2	220 ± 12
Chrome dur	10.6 ± 0.6	228 ± 8

Les propriétés mécaniques ainsi que les paramètres géométriques des échantillons permettent de calculer les pressions de contact hertziennes et ainsi de prévoir les séries d'essais.

6.2 Essais de friction

La méthodologie présentée au chapitre 5 a été appliquée sur les pions en stellite 6 et les plans en chrome. En premier lieu, il est nécessaire de définir le régime stable de friction statique pour chaque condition. Ensuite l'évolution du coefficient de frottement en fonction de la température, du temps de maintien et de la pression de contact est évaluée.

6.2.1 Conditions d'essais

Les essais de friction statique sont réalisés sous deux pressions de contact, 170 et 1000 MPa, et pour trois températures, 20, 500 et 800°C. L'influence du temps de contact a été évaluée en maintenant le contact fermé pendant une durée de 30 secondes à 16 heures. Pour compenser les variations du rayon de courbure, la force normale est adaptée afin d'obtenir les pressions de Hertz désirées. Le Tableau 6-3 présente les valeurs des forces normales utilisées pour les différentes conditions d'essai.

Tableau 6-3 : Forces normales des essais de friction statique. (RS indique le pion qui a été utilisé pour définir le régime stable).

P_c MPa	t_c h	T (°C)			P_c MPa	t_c h	T (°C)		
		20	500	800			20	500	800
			F_n (N)					F_n (N)	
170	RS	5.2	4.3	5.2	0.008	41.7	44.4	40.5	
	0.008	4.2	4.0	4.9		45.5	44.4	42.5	
	1	4.8	4.0	4.2		1	46.8	45.9	40.5
	2	6.7	3.5	5.8	1000	2	45.2	45.9	41.9
	4	6.3	4.1	4.6		4	46.1	45.2	46.3
	8	6.7	5.2	4.8		8	47.6	47.6	46.5
	16	4.2	4.0	4.4		16	48.4	49.2	45.2

Les conditions utilisées pour la phase dynamique et la phase statique sont les mêmes que celles utilisées pour développer la méthodologie. Elles sont résumées dans le Tableau 6-4 où L représente la longueur de déplacement, V la vitesse de déplacement et τ le taux de chargement.

Tableau 6-4 : Paramètres généraux des essais.

T °C	Dynamique		Statique
	L mm	V mm/min	τ N/s
20 / 500 / 800	5	100	0.5

6.2.2 Régime stable de friction statique

Afin de définir les régimes stables, une séquence d'essais combinant 9 cycles dynamiques et un essai statique est répétée, comme décrite dans la méthodologie. Le temps de maintien est fixé à 30 secondes pour cette étape. Les résultats de ces mesures sont présentés dans la Figure 6-6.

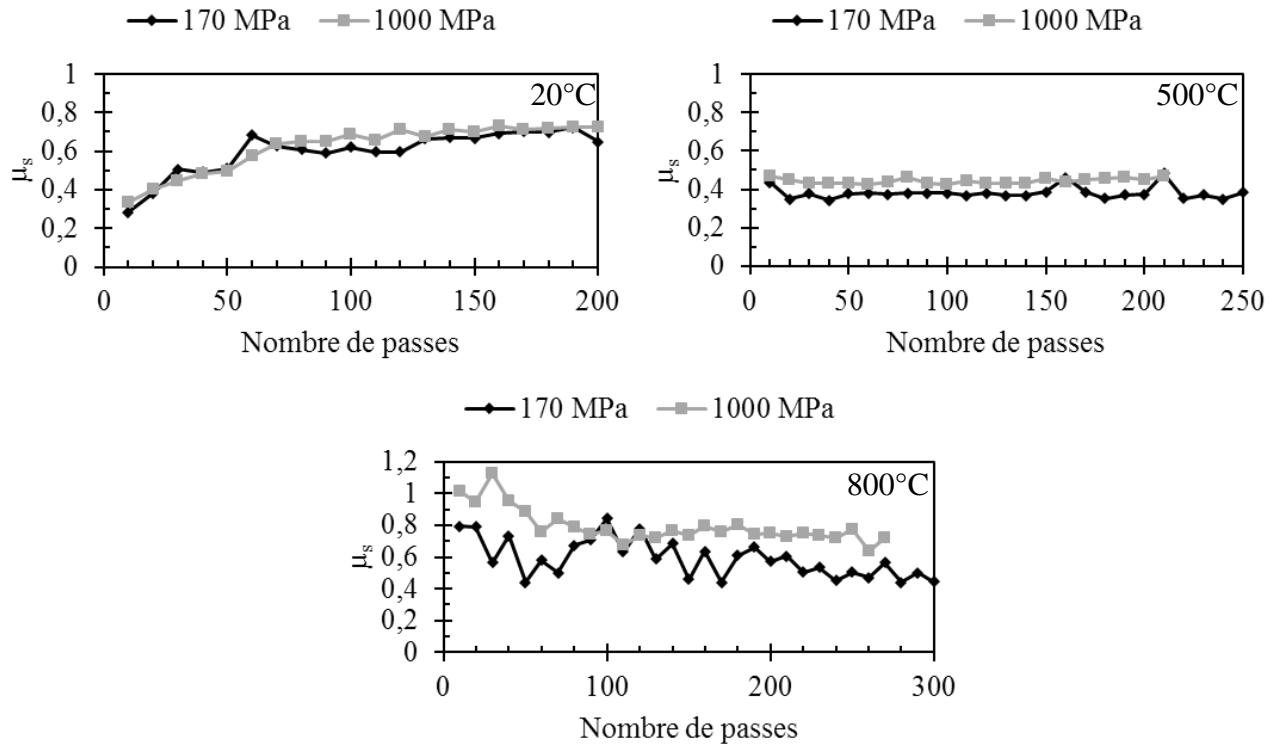


Figure 6-6 : Évolution des coefficients de friction statique en fonction du nombre passes pour les trois températures de contact (20, 500 et 800 °C).

D'après les graphiques précédents, il est clair que la température de contact a une influence marquée sur le coefficient de frottement statique.

À la température ambiante, les deux courbes de coefficient de frottement statique en fonction du nombre de passes, pour les deux conditions de pression de contact (170 et 1000 MPa), évoluent de la même manière et augmentent progressivement de $\mu_s \sim 0.3$ avant de se stabiliser autour de $\mu_s \sim 0.7$. À 500°C, les courbes de coefficients de frottement statique à faible et haute pression de contact restent relativement stables ($\mu_s \sim 0.4$) sur toute la durée des essais. Les valeurs obtenues pour les tests effectués à 1000 MPa sont tout de même légèrement supérieures ($\mu_s = 0.43$). À 800°C, les résultats montrent une décroissance du coefficient de friction statique de 1.0 jusqu'à 0.75 pour la haute pression de contact et de 0.8 jusqu'à 0.5 pour la faible pression avant la stabilisation. Ici encore, les coefficients de friction statique les plus élevés sont obtenus pour la pression de contact la plus élevée (1000 MPa). Les valeurs obtenues pour 170 MPa sont significativement plus dispersées avant la stabilisation.

Les coefficients de frottement statique ainsi que le nombre de passes pour accéder au régime stable sont résumés dans le Tableau 6-5.

Tableau 6-5 : Régimes stables de friction statique pour les essais répétés.

T °C	P_c MPa	μ_s	N_{exp}	N	d m
20	170	0.69	130	200	1
	1000	0.72	130	200	1
500	170	0.37	30	150	0.75
	1000	0.43	30	150	0.75
800	170	0.5	240	350	1.75
	1000	0.75	150	200	1

Le nombre de passes pour accéder au régime stable retenu (N) est majoré d'un coefficient d'environ 1,5 par rapport au nombre de passes expérimental (N_{exp}). Cela permet de prendre en compte l'influence de la variation des rayons de courbure et d'être certain d'être en régime stable. Cependant, les essais à 500°C n'obéissent pas à cette règle, car les régimes stables ont été atteints beaucoup plus rapidement. Afin de garder des conditions similaires par rapport aux autres essais, le nombre de passes a été fixé à 150 pour cette température. Les distances de frottement totales (d) correspondant aux nombres de passes retenues (N) varient entre 0.75 et 1.75 m.

6.2.3 Courbes de friction statique.

Dans la deuxième partie de la méthodologie, les essais de friction statique sont réalisés dans le régime stable après un temps de maintien variable (30 s, 1 h, 2 h, 4 h, 8 h et 16 h). Les conditions de températures et de pressions de contact sont gardées identiques aux essais précédents. Un exemple représentatif des courbes de friction statique obtenues pour les essais à 170 MPa et 1000 MPa après 4h de maintien et en fonction des températures sont présentés à la Figure 6-7 et à la Figure 6-8.

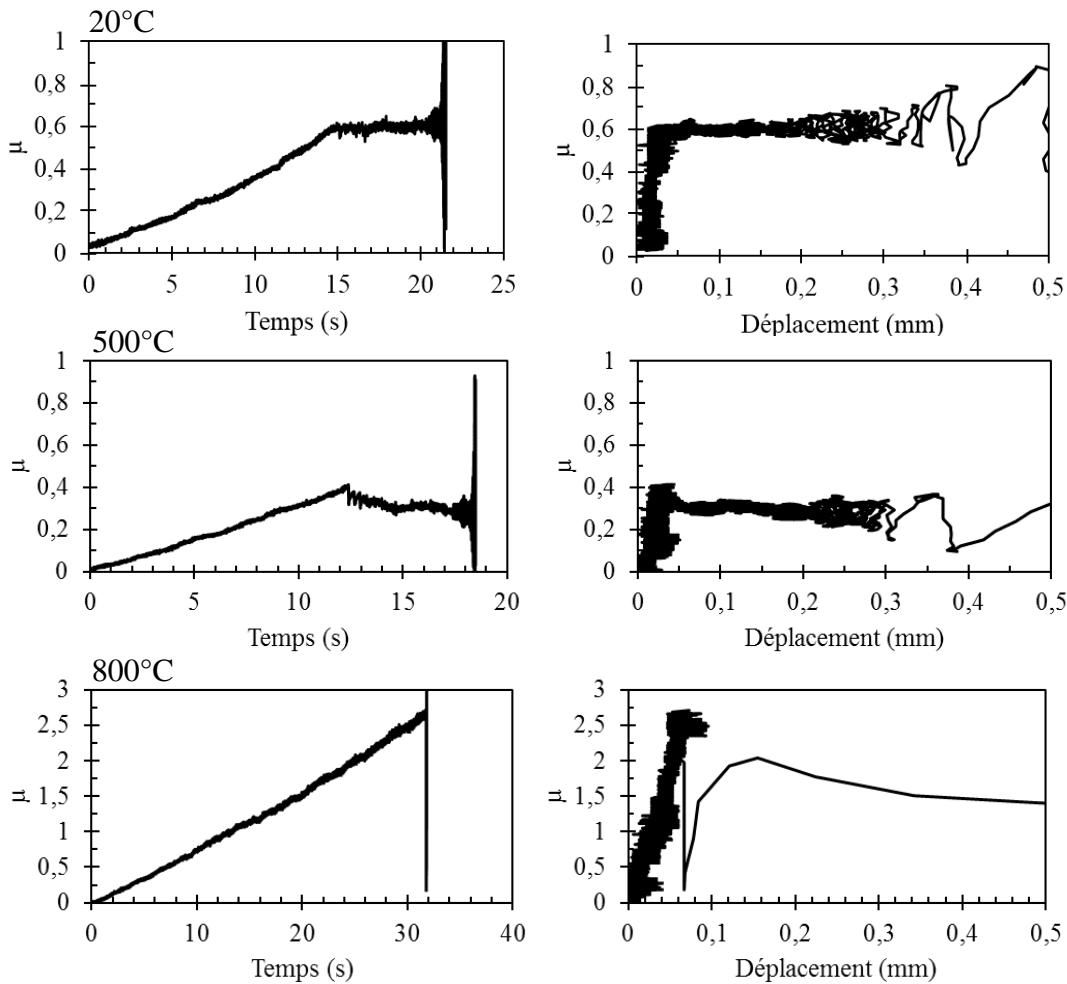


Figure 6-7 : Courbes de friction statique en fonction du temps (gauche) et du déplacement (droite) obtenues pour une température de 20, 500 et 800°C pour une pression de contact de 170 MPa, et 4 h de maintien.

À faible pression de contact et à température ambiante, le contact glisse sur une distance de 150 μm sans chute de friction après avoir atteint la force latérale maximale. À 500°C, le comportement est similaire, mais une légère chute brutale de friction est observée au moment de la rupture. Le contact glisse ensuite sur environ 200 μm . À 800°C, la rupture du contact est très violente et s'accompagne d'une importante chute du coefficient de frottement.

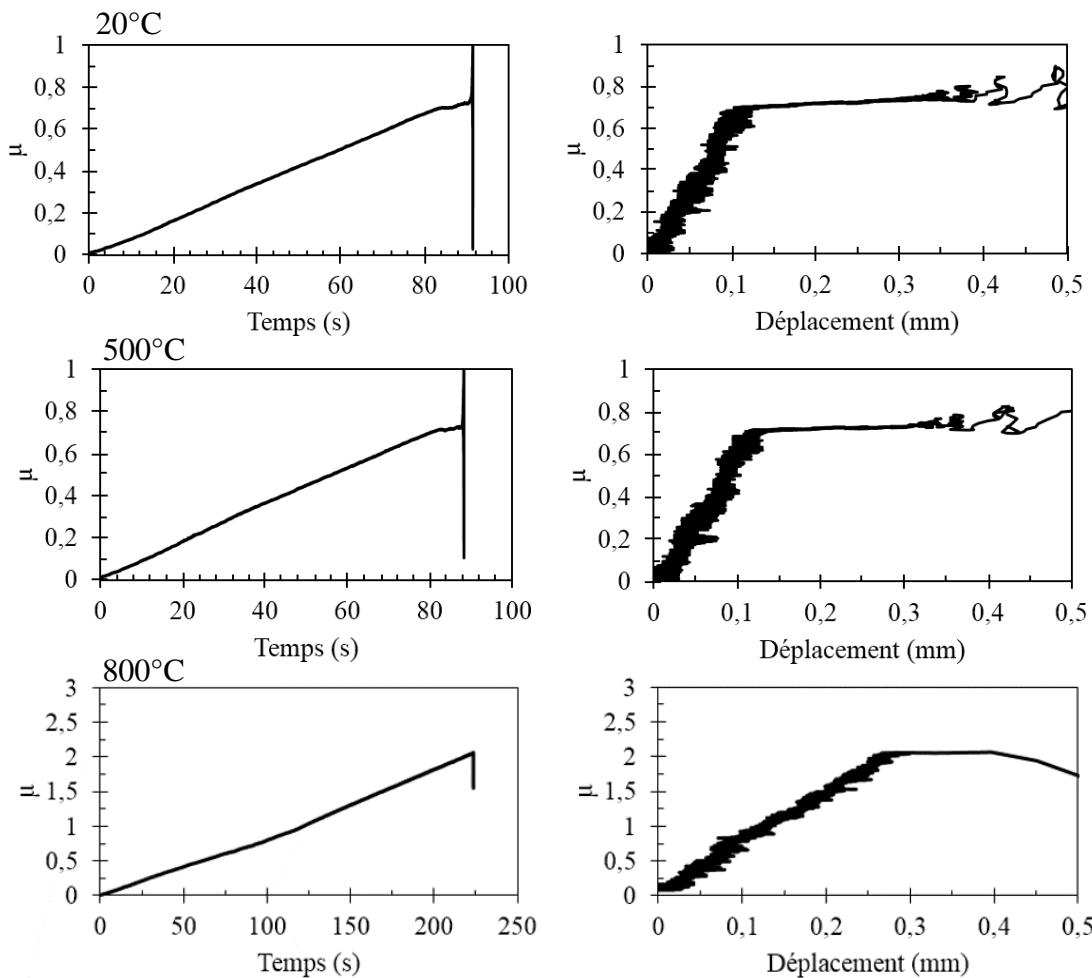


Figure 6-8 : Courbes de friction en fonction du temps (gauche) et du déplacement (droite) obtenues pour une température de 20, 500 et 800°C pour une pression de contact de 1000 MPa, et 4 h de maintien.

À haute pression de contact, les courbes de friction obtenues à 20 et 500°C sont identiques. La rupture du contact est douce, marquée par l'absence d'une chute de friction, et s'accompagne d'un glissement sur 200 µm. À 800°C, la rupture est violente et s'accompagne d'une chute brutale du coefficient de friction pour la même raison que celle exprimée à 170 MPa.

Pour toutes les courbes à haute pression de contact et pour celles à 800°C à 170 MPa, un déplacement progressif est mesuré pendant la période de chargement tangentiel. Ce déplacement est attribué à la déformation élastique du porte-pion qui est influencée par la température et par la

force tangentielle. Cette dernière force est très grande dans le cas des essais à 800°C. Par exemple, si $\mu_s = 2$ sous une force normale de 45 N, alors $F_t = 90$ N.

6.2.4 Impact du temps de maintien

Les essais de friction statique ont été réalisés dans les régimes stables et après un temps de maintien qui varie de 30 secondes à 16 heures. Cette gamme de temps est suffisante pour observer des différences de comportement entre les trois températures testées. L'évolution des coefficients de frottement statique en fonction des temps de maintien et des températures est représentée dans la Figure 6-9.

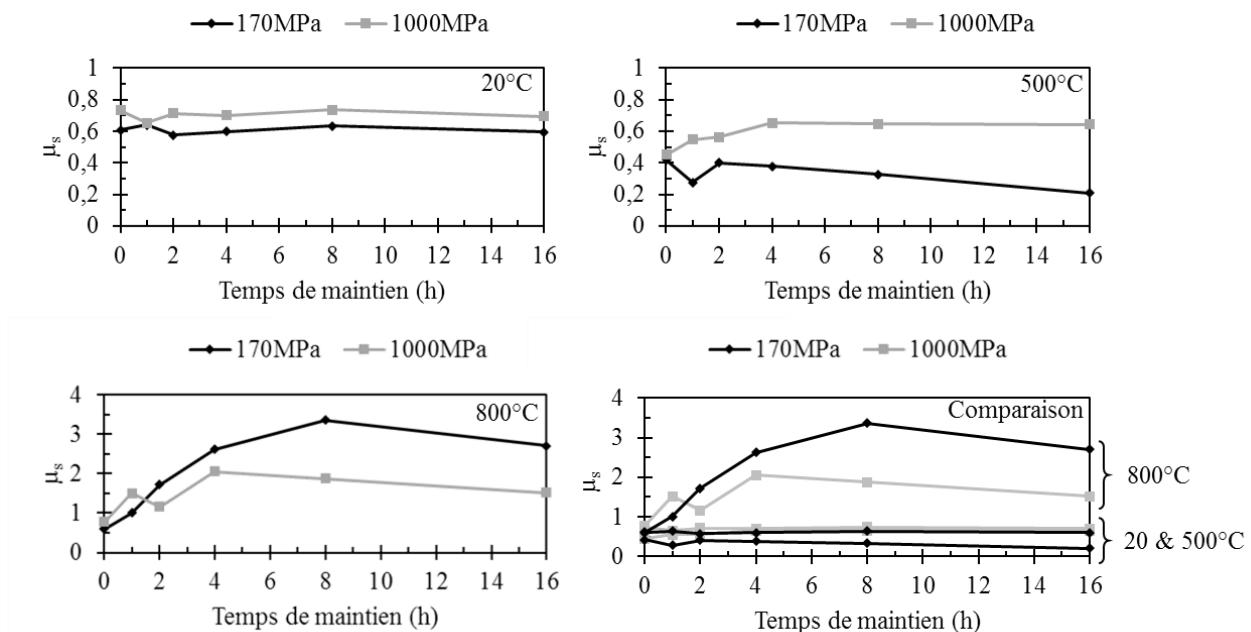


Figure 6-9 : Évolution des coefficients de friction statique en fonction du temps de maintien et de la pression de contact pour les 3 températures et comparaison.

À température ambiante, les coefficients de friction statique sont stables sur toute la période de maintien et très proche entre les deux pressions de contact ($\mu_s \sim 0.6$ pour 170 MPa et $\mu_s \sim 0.7$ pour 1000 MPa).

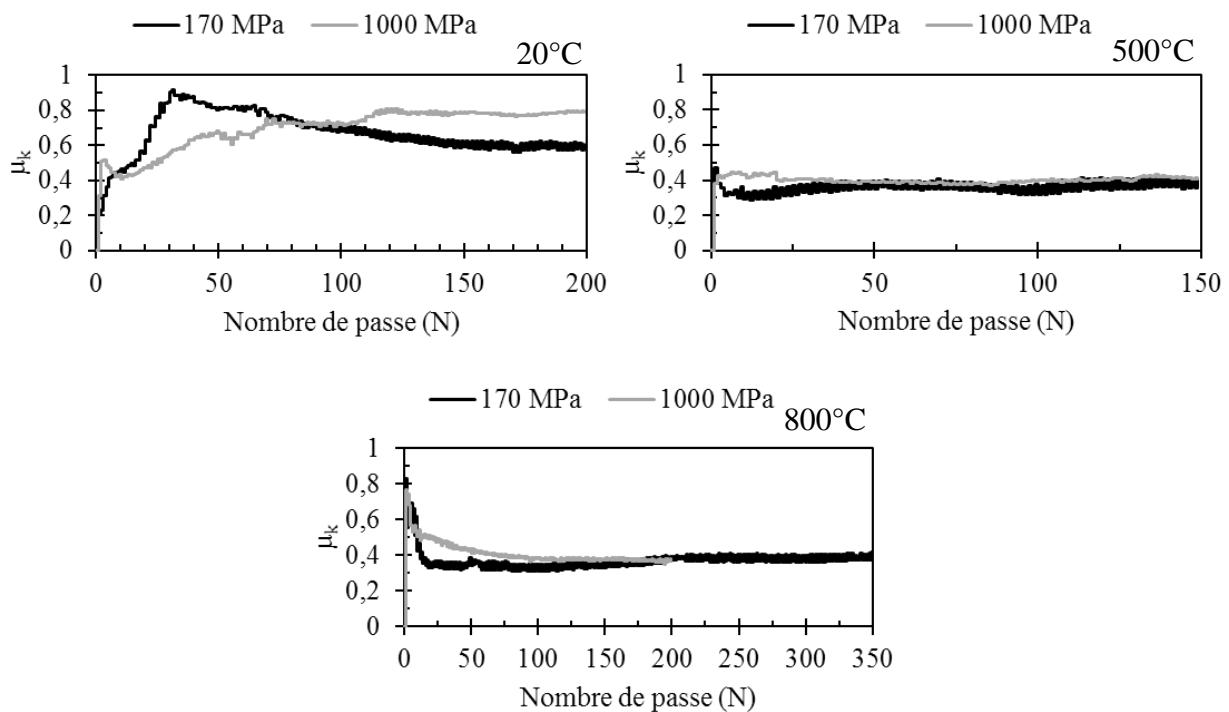
À partir de 500°C, l'influence de la pression de contact et du temps de maintien commence à apparaître. À cette température, le coefficient de friction statique à 170 MPa chute progressivement à mesure que la période de maintien s'étend, et passe de $\mu_s = 0.4$ à $\mu_s = 0.2$ pour un temps de 16

heures. À 1000 MPa, le coefficient de friction statique augmente de $\mu_s = 0.45$ à $\mu_s = 0.65$ sur les 4 premières heures et se stabilise à cette dernière valeur jusqu'à un temps de maintien de 16 heures.

Finalement, à 800°C les coefficients de frottement statique obtenus à partir d'une heure de maintien sont très élevés et dépassent l'unité à partir d'une heure de maintien. Le maximum atteint pour 170 MPa est de $\mu_s = 3.36$ après 8 heures de contact et représente la plus haute valeur mesurée lors de cette étude. À 1000 MPa le maximum est obtenu pour un temps de 4 heures et vaut $\mu_s = 2.05$. Après avoir atteint leurs maximums respectifs, les coefficients de friction ont tendance à chuter légèrement. Cependant, les valeurs obtenues pour le temps de maintien maximal restent très élevées avec $\mu_s = 2.70$ à 170 MPa et $\mu_s = 1.52$ à 1000 MPa. Cette température est aussi marquée par une inversion de la tendance entre les deux pressions de contact. C'est en effet la seule condition où le frottement statique est supérieur pour les essais à basse charge.

6.2.5 Évolution du coefficient de friction dynamique

Un avantage de la méthodologie appliquée et qu'elle permet d'accéder à des valeurs de coefficient de frottement dynamique. Bien que ce type de friction ne soit pas le sujet d'étude principal il permet néanmoins d'apporter un niveau de compréhension supplémentaire. L'évolution typique des



coefficients de friction dynamique (μ_k) en fonction du nombre de passes pour les différentes conditions d'essais est présentée sur la Figure 6-10.

Figure 6-10 : Évolution des coefficients de friction dynamique en fonction des nombres de passes et des pressions de contact à 20, 500 et 800°C.

À température ambiante, le coefficient de friction dynamique est faible au début des essais, $\mu_k = 0.2$ à 170 MPa et $\mu_k = 0.5$ à 1000 MPa, et augmente progressivement avant de se stabiliser. Les valeurs stables obtenues pour la haute pression de contact sont légèrement supérieures à celle de la basse pression, respectivement $\mu_k = 0.79$ contre $\mu_k = 0.63$. À 500°C, le frottement dynamique reste stable sur la durée de l'essai et les valeurs sont similaires pour les deux pressions de contact avec $\mu_k \sim 0.35$. Finalement, à 800°C, le coefficient de frottement dynamique débute avec des valeurs élevées, environ $\mu_k \sim 0.8$, qui chutent rapidement pour se stabiliser à une valeur similaire à celle obtenue pour 500°C.

Ces essais ont été répétés pour chaque temps de maintien ce qui permet de calculer des valeurs moyennes dans les régimes stables ainsi que l'écart-type. Ces valeurs sont représentées en fonction de la température sur la Figure 6-11.

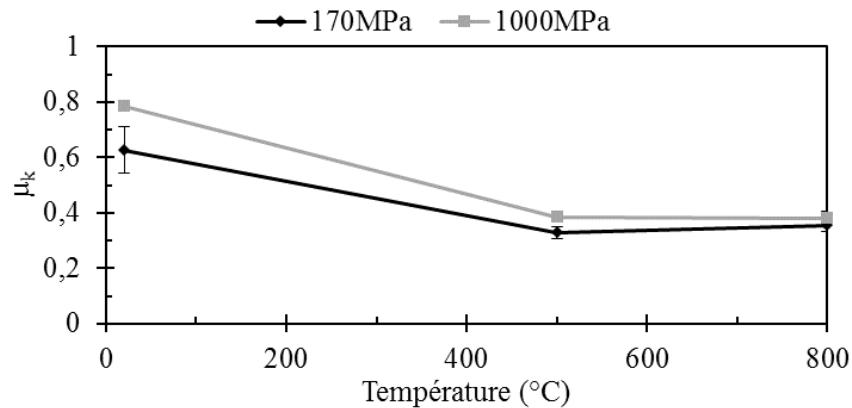


Figure 6-11 : Coefficients de friction dynamique en fonction de la température et de la pression de contact.

Il apparaît que les coefficients de frottement dynamique diminuent fortement avec la température, pour les deux pressions de contact.

Un comportement similaire a été reporté pour un contact entre du stellite 6 et un alliage Incoloy à 500°C [60]. Ce dernier est composé essentiellement de fer allié avec du chrome et de l'aluminium.

Dans cette étude, la baisse du coefficient est accompagnée d'une baisse de l'usure. Ce phénomène a été attribué à la formation d'une couche d'oxyde protectrice composée de chrome et de cobalt.

6.3 Analyse des contacts

Afin de comprendre les mécanismes mis en jeu durant les essais, les zones de contacts ont été observées à l'aide de plusieurs techniques d'imagerie. La profilomètre optique permet d'analyser le contact en termes de dimensions et de volumes de matière. Les techniques de microscopie optique et électronique permettent d'observer le contact sous différents grossissements afin de réaliser une analyse visuelle. Enfin la composition chimique des éléments susceptibles de participer à la friction statique a été évaluée par EDS.

6.3.1 Description des contacts

6.3.1.1 Description macroscopique

La Figure 6-12 présente des micrographies optiques de la surface des pions en stellite et des plans recouverts de chrome dur pour les différentes conditions de pressions et de températures étudiées.

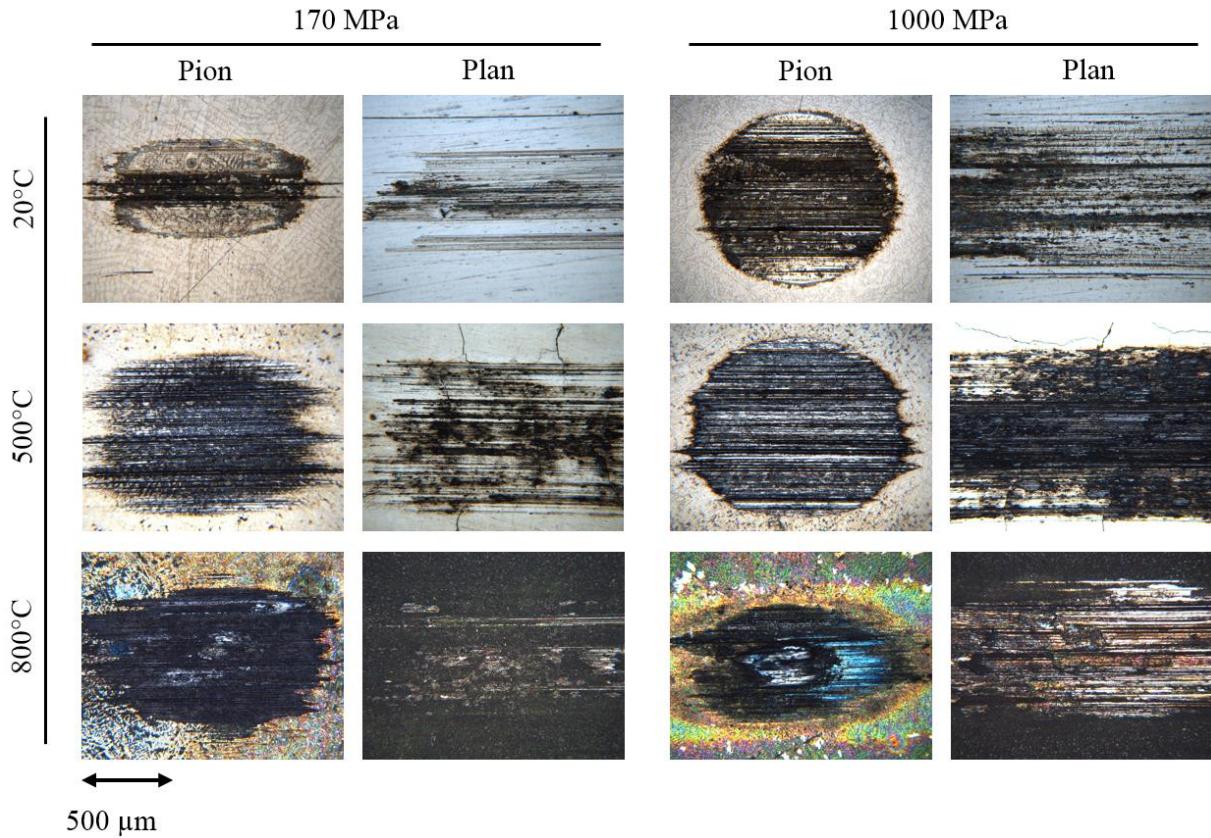


Figure 6-12 : Micrographies optiques de la surface des pions et des plans après les essais statiques (4 h de maintien).

Tous les contacts présentent de nombreux signes d'usure par abrasion provenant majoritairement de la période de friction dynamique. Ces rayures sont visibles sur les pions ainsi que sur les plans. Les micrographies montrent la présence d'un tribofilm dans le contact pour toutes les conditions d'essais et visible sur les deux matériaux antagonistes. La continuité de cette couche augmente avec la température et la pression de contact. À 800°C, les observations montrent la présence d'une surface très irrégulière au niveau du contact, marqué par la présence d'arrachement de matière principalement visible sur les plans. Dans les cas les plus évidents, la zone arrachée sur le plan est visible sur le pion. Ce phénomène est un signe d'usure adhésive. À cette température, la surface du plan est notamment recouverte d'une épaisse couche de couleur verte caractéristique de l'oxyde de chrome Cr_2O_3 . Il est à noter que cette couche d'oxyde, en dehors du contact, n'est pas adhérente à la surface du chrome dur et délamine très facilement.

L'observation des contacts par MEB permet de mettre en évidence le contraste topographique qu'il est difficile d'apprécier par microscopie optique. Les microographies MEB à faible grossissement sont présentées sur la Figure 6-13.

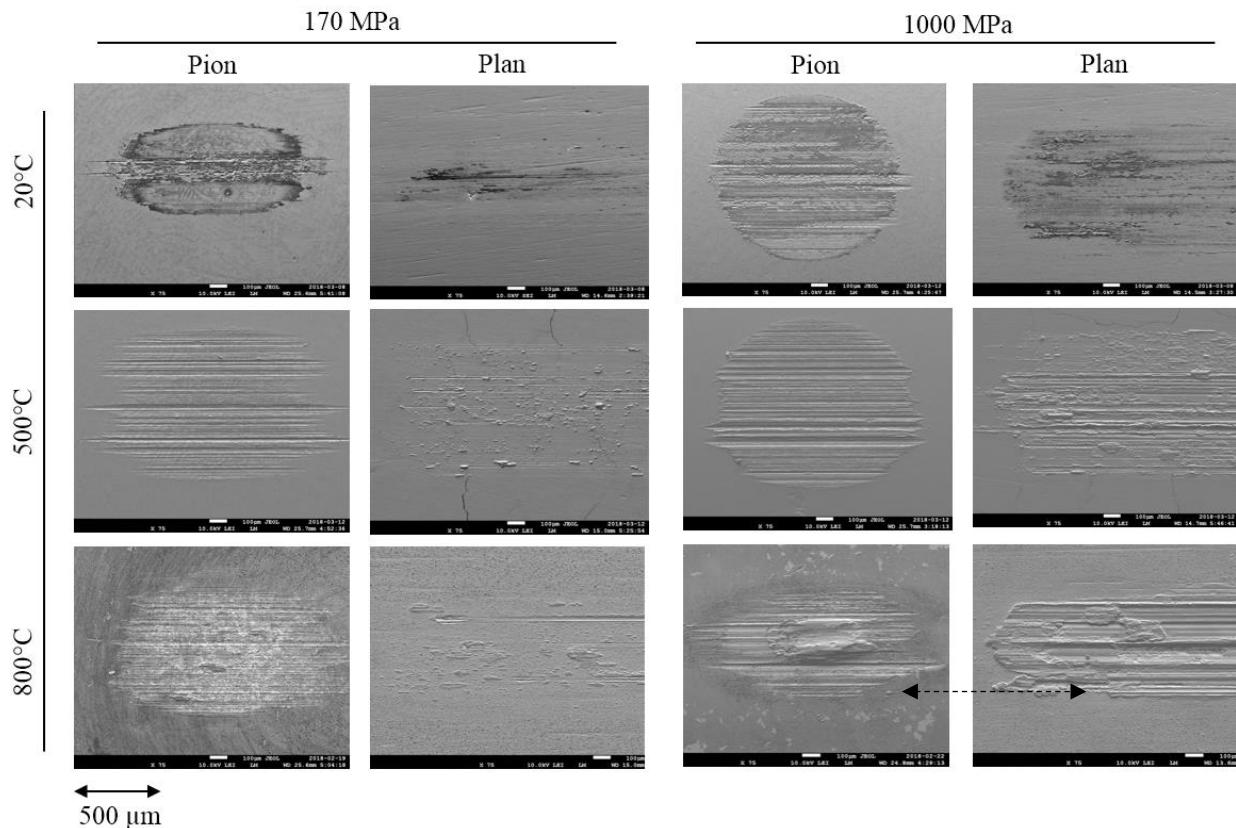


Figure 6-13 : Cliché MEB des pions et plans après les essais statiques (4 h de maintien). La flèche indique un cas évident de transfert de matière.

Ce faible grossissement permet d'observer la présence de zones où de la matière semble s'être accumulée, arrachée ou adhérée. D'une manière générale, les défauts sont similaires entre les deux pressions de contact et pour une même température. La haute pression de contact a comme principale conséquence d'augmenter l'usure du pion, ce qui crée une couche d'oxyde plus importante. Les volumes de matière impliqués sont alors plus importants dans ce cas. Afin de déterminer l'origine de la rupture des contacts, l'analyse de la composition chimique au niveau des zones d'adhésion a été réalisée.

6.3.1.2 Zones d'adhésion

Les éléments susceptibles d'avoir contribué à la friction statique ont été observés par MEB sur les pions et les plans à différents grossissements. Les observations ont été effectuées sur les

échantillons de 1 et 4 heures de temps de maintien et pour toutes les conditions de température et de pression de contact. Cependant seules les images concernant les basses pressions de contact sont présentées dans cette section.

À température ambiante (Figure 6-14), le pion est recouvert d'un film d'oxyde discontinu (spectre 1), contenant majoritairement du cobalt. La surface du pion non oxydée est visible sur le reste du contact (spectre 2). L'examen des deux parties du contact montre que le film se transfère du pion vers le plan et de nombreuses traces d'adhésion sont visibles et correspondent à l'oxyde de cobalt (spectre 3). Le reste de la surface du plan ne présente pas de trace de cobalt (spectre 4).

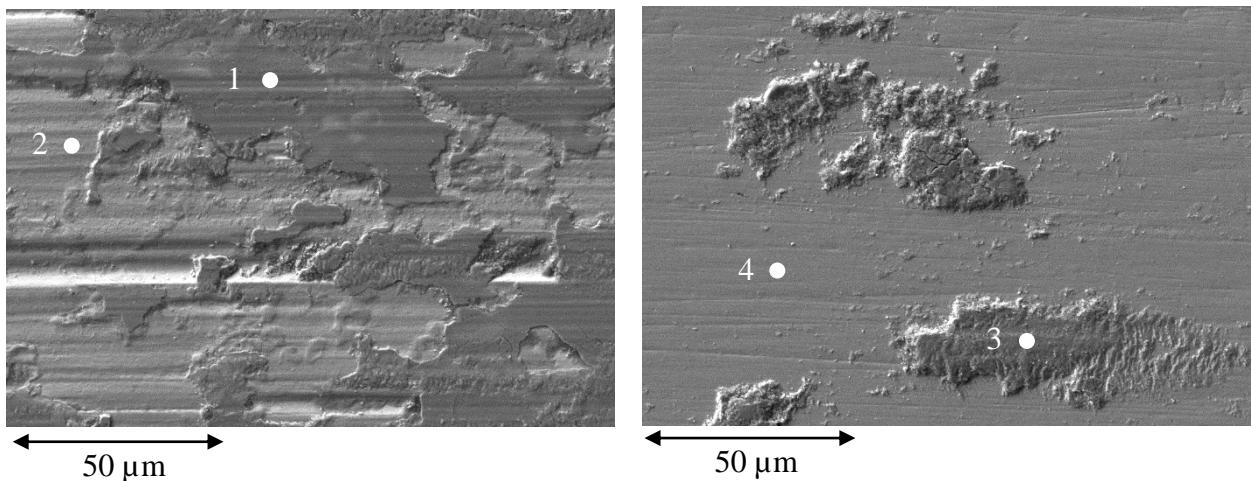


Figure 6-14 : Défauts typiques à 20°C et 170 MPa sur un pion et un plan (respectivement gauche et droite). Les numéros correspondent aux spectres EDS.

À 500°C (Figure 6-15), les deux corps sont recouverts d'une couche d'oxyde (spectre 5, 6 et 9). Sur quelques zones ponctuelles des pions il est possible de retrouver de l'oxyde de chrome provenant du plan (spectre 7). Cependant c'est majoritairement l'oxyde de cobalt provenant du pion qui est transféré sur le plan (spectre 8).

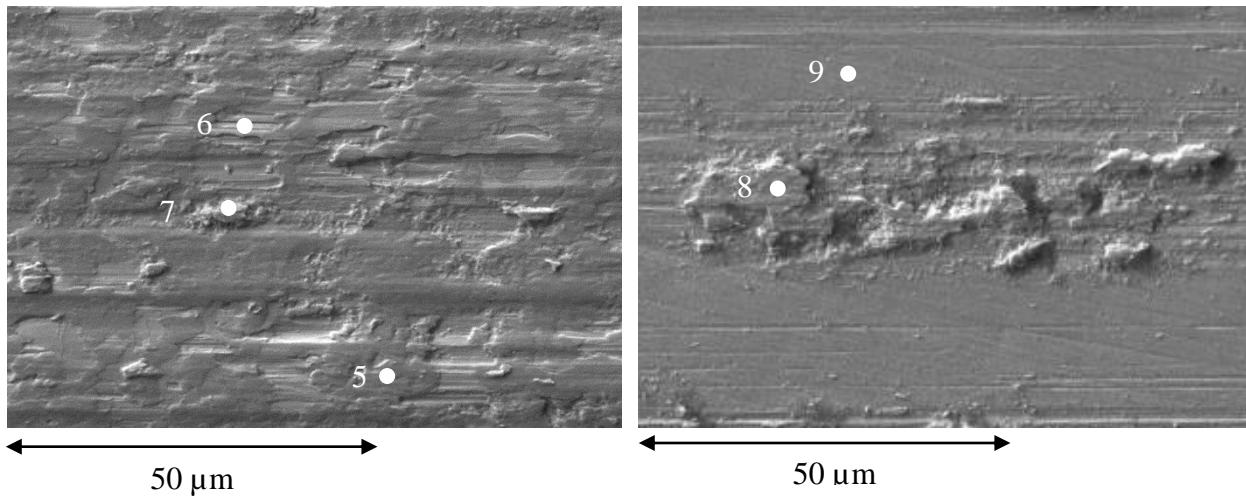


Figure 6-15 : Défauts typiques à 500°C et 170 MPa sur un pion et un plan (respectivement gauche et droite).

À 800°C (Figure 6-16), le pion présente à sa surface de larges particules d'oxyde de chrome provenant du plan (spectre 10). Ces particules semblent composées de plusieurs couches d'oxydes de compositions différentes (spectre 12). Le reste de la surface est recouvert d'oxyde de cobalt dans ce cas (spectre 11). Des trous sont visibles sur les plans et signifient que de la matière a été arrachée, laissant apparaître l'oxyde de chrome (spectre 14). L'extrémité de cette zone est marquée par la présence d'oxyde de cobalt (spectre 13) présentant un front de fracture. Le reste de la zone de contact est recouvert d'oxyde de chrome (spectre 15). L'endommagement est bien supérieur à cette température, notamment pour les essais à haute pression de contact.

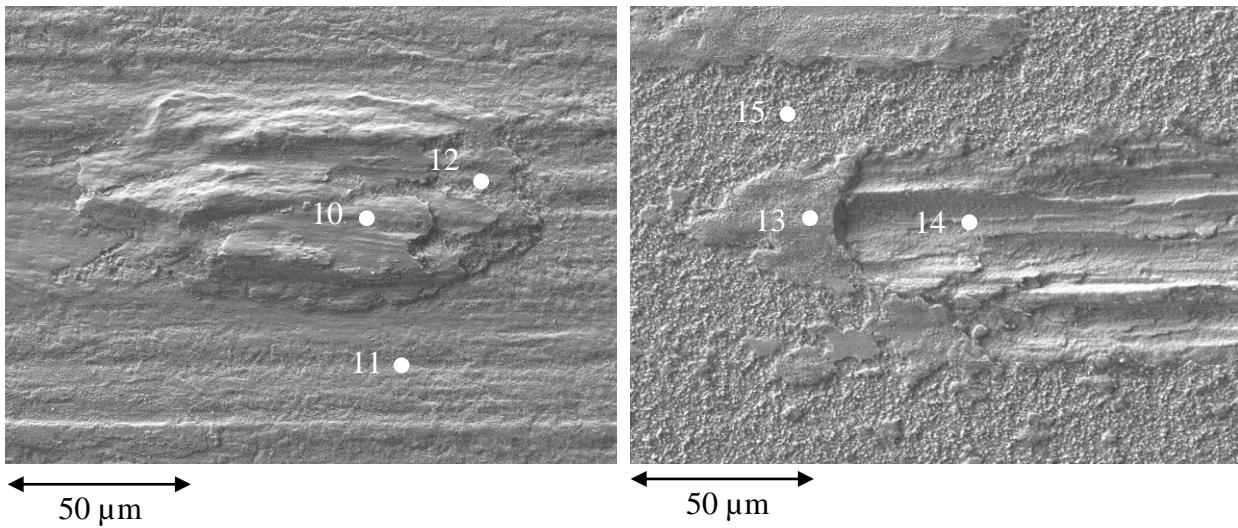


Figure 6-16 : Défauts typiques à 800°C et 170 MPa sur un pion et un plan (respectivement gauche et droite).

À titre de comparaison, un exemple d'une importante trace d'adhésion relevée à 800°C et 1000 MPa est présenté sur la Figure 6-17. Le sommet du pion est formé d'oxyde de chrome (spectre 16). Autour de la zone d'arrachement c'est un oxyde mixte qui est retrouvé (spectre 17). Le plan présente une importante marque de grippage et laisse apparaître de l'oxyde de chrome (spectre 18). Le reste de la surface est recouvert d'oxyde mixte (spectre 19).

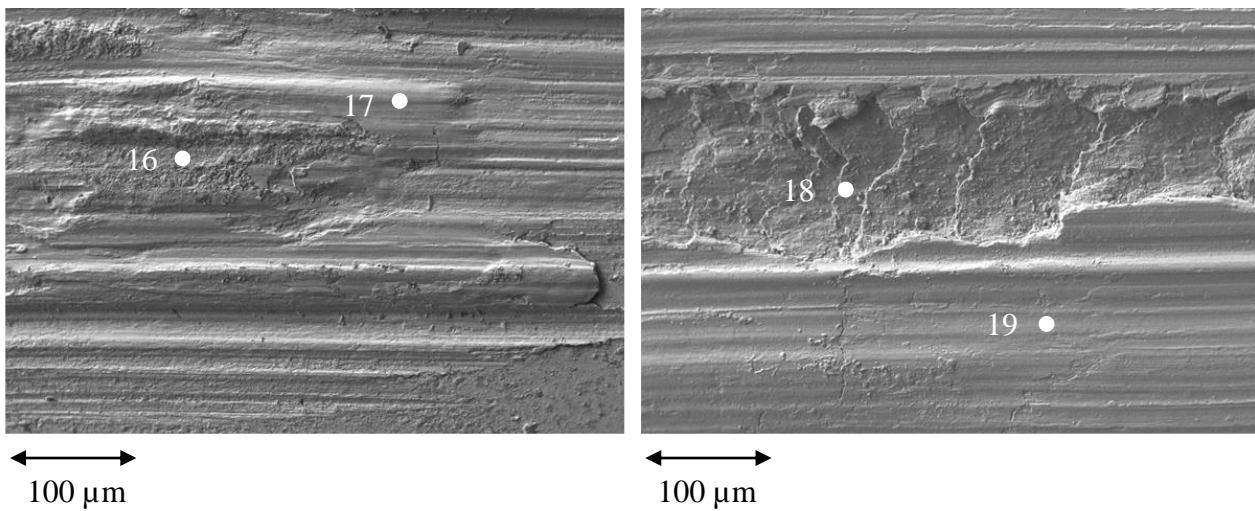


Figure 6-17 : Marque typique de grippage (800°C, 1000 MPa, 1 h).

Le Tableau 6-6 résume les concentrations massiques qui ont été déterminées lors des analyses par EDS ainsi que les valeurs du ratio Co/Cr.

Tableau 6-6 : Pourcentages massiques et ratio Co/Cr.

Spectre N°	Co % mass.	Cr % mass.	W % mass.	C % mass.	O % mass.	Co/Cr
1	45.7	18.1	5.1	1.5	29.7	2.5
2	68.9	23.0	5.9	1.6	0.7	3.0
3	43.2	14.2	4.5	1.5	36.6	3.0
4	0.0	98.2	0.0	1.0	0.8	0.0
5	69.0	23.0	5.5	1.7	0.8	3.0
6	40.6	20.7	5.0	2.2	31.6	2.0
7	38.4	33.6	4.5	2.5	21.0	1.1
8	44.7	19.1	3.9	2.6	29.8	2.3
9	0.0	96.8	0.0	1.0	2.2	0.0
10	10.7	53.4	0.6	2.1	33.1	0.2
11	57.8	9.5	0.6	2.0	30.2	6.1
12	35.3	31.4	2.2	3.0	28.1	1.1
13	51.0	17.1	1.2	1.6	29.1	3.0
14	0.0	71.5	0.0	0.9	27.6	0.0
15	8.2	63.2	0.0	1.4	27.2	0.1
16	1.0	79.1	0.0	1.2	18.7	0.0
17	23.7	43.1	1.4	1.3	30.5	0.6
18	0.0	60.4	0.0	0.8	38.8	0.0
19	13.5	53.1	1.0	1.7	30.7	0.3

L'analyse des défauts pour la haute pression de contact a montré que les mécanismes d'adhésion étaient similaires à ceux retrouvés à basse pression de contact. Il est cependant à noter qu'à 1000 MPa, la présence de l'oxyde de composition mixte est beaucoup plus marquée. Afin de déterminer la présence de cet oxyde, le ratio entre la teneur en cobalt et chrome est calculé. Dans le stellite 6, ce ratio est de 2 et dans le chrome il est de 0. Lorsque des valeurs sont obtenues entre 0 et 2, cela signifie qu'une certaine quantité de chrome a été rajoutée et provient donc du plan, comme c'est le cas pour les spectres 7, 10, 12, 15, 17 et 19. Un ratio supérieur à 2 peut s'expliquer par un appauvrissement en chrome dû à sa diffusion.

Cette analyse n'a été effectuée que sur les échantillons d'un temps de maintien de 1 et 4 heures. Ces temps ont été sélectionnés, car l'évolution du coefficient de friction statique à haute température

est plus marquée sur les premières heures. Les échantillons ont cependant tous été observés par profilomètre afin de déterminer les dimensions ainsi que les volumes de matière ayant adhéré sur les pions.

6.3.1.3 Phase du cobalt

Une analyse par DRX a été effectuée afin de détecter la présence de la phase HCP, notamment à haute température. Malgré des conditions de température et de contrainte favorables à la transformation de la phase FCC en HCP, la présence de cette phase n'a pas été mise en évidence. Un diffractogramme de la zone de contact d'un pion dans les conditions d'essais les plus sévères est présenté sur la Figure 6-18.

Le pic attendu pour confirmer la présence de la phase HCP n'est pas présent. Cependant il est probable que le volume de matière transformée soit si faible qu'il ne puisse pas être détecté par XRD.

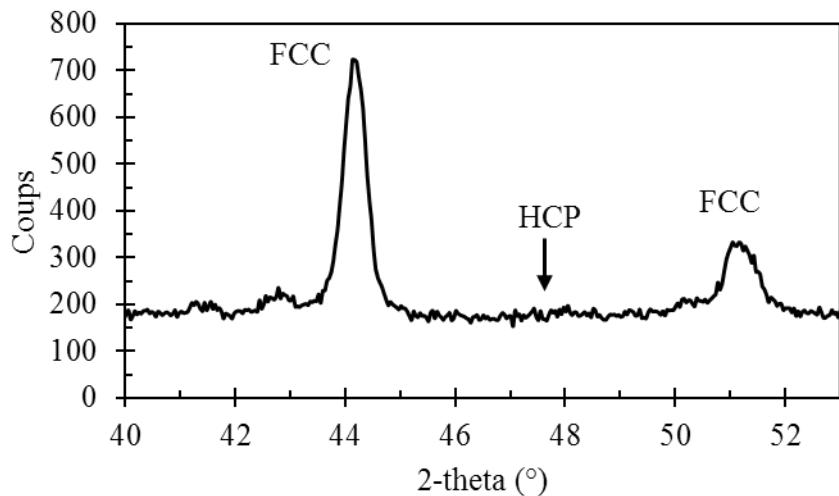


Figure 6-18 : Diffractogramme de la zone de contact d'un pion (800°C, 1000 MPa, 16 h).

6.3.2 Étude dimensionnelle

Les surfaces des pions ont été modélisées en 3D à l'aide des mesures par profilomètre optique. L'acquisition de la surface a été réalisée avec une résolution latérale de 2 μm et une résolution en hauteur de 3 nm. Ces conditions permettent d'effectuer une analyse dimensionnelle dans de bonnes

conditions. Un exemple des modèles 3D produits à l'aide du profilomètre optique est présenté sur la Figure 6-19.

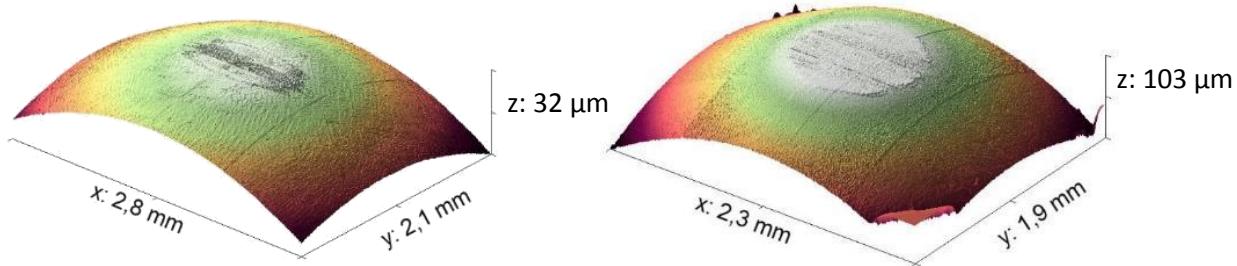


Figure 6-19 : Exemple de surface modélisé en 3D des pions à température ambiante, 4 h de maintien, 170 MPa (gauche) et 1000 MPa (droite).

Les analyses ont été effectuées à partir des modèles 3D en utilisant le logiciel libre et gratuit Gwyddion. Ce dernier permet de visualiser et d'analyser les fichiers provenant du profilomètre à l'aide de nombreuses fonctions. Outre le fait d'extraire des profils des contacts, la modélisation des pions a notamment été utilisée afin de déterminer les dimensions ainsi que les volumes de matière ayant adhéré aux pions.

6.3.2.1 Surface de contact

Les surfaces des contacts ont été déterminées afin d'évaluer les pressions de contact surfacique finale. Pour une même condition de température et de pression, les surfaces de contacts en fonction des temps de maintien ne montrent pas de signe évident de fluage. C'est pourquoi les valeurs reportées dans la Figure 6-20 représentent les moyennes de ces dimensions, déterminées à partir des surfaces obtenues pour les différents temps.

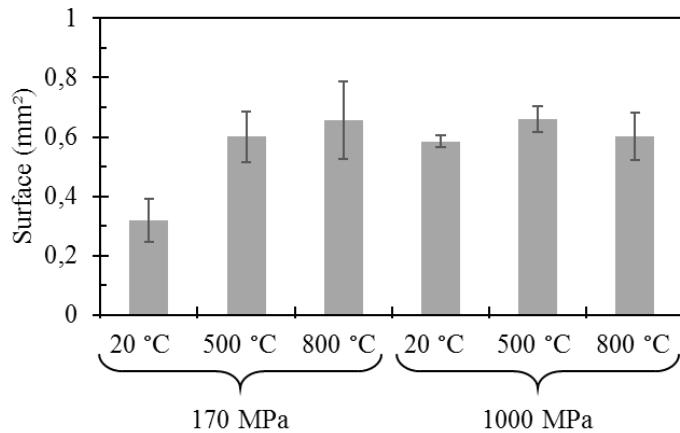


Figure 6-20 : Surface des contacts.

Les surfaces de contact sont calculées à partir des dimensions moyennes des traces résiduelles. Les valeurs sont relativement constantes, à l'exception des essais à 20°C et 170 MPa qui présentent les plus petites surfaces, comme illustrées sur la Figure 6-20. À l'aide de la surface des traces résiduelle et de la force normale, il est possible d'évaluer les pressions de contacts surfaciques. Ces valeurs sont consignées dans le Tableau 6-7.

Tableau 6-7 : Pressions de contact surfacique.

T °C	P_c (Hertz) MPa	P_c (surfacique) MPa
20	170	17
	1000	80
500	170	7
	1000	70
800	170	7
	1000	73

Il apparaît que l'influence de la phase dynamique sur la pression de contact avec le test statique est importante. Cependant, ces pressions de contact surfacique doivent être lues comme la limite inférieure des pressions de contact réelles, car la répartition des forces n'est pas homogène sur l'étendue du contact. Bien que ces valeurs soient éloignées des consignes, l'usure fait partie du mécanisme permettant de conditionner le contact et est inévitable.

6.3.2.2 Coefficient d'usure dynamique

La période dynamique utilisée dans la méthodologie conditionne les contacts et participe aux mécanismes d'adhésion. Afin de quantifier cette contribution, les coefficients d'usure (k) ont été déterminés à l'aide de la formule de Archard [61] :

$$v = k \frac{F_n d}{H} \quad \text{Éq. 6-1}$$

Où v est le volume usé, F_n la force normale, d la distance parcourue et H la dureté.

L'avantage de cette équation est qu'elle permet de prendre en considération les variations de dureté dues à la température, mais aussi les variations de force normale et de distance. Les valeurs de duretés à chaud proviennent de la littérature [36]. Le volume usé a été calculé à l'aide de la dimension moyenne des traces résiduelles et du rayon de courbure des pions. Les résultats des coefficients d'usure sont représentés sur la Figure 6-21.

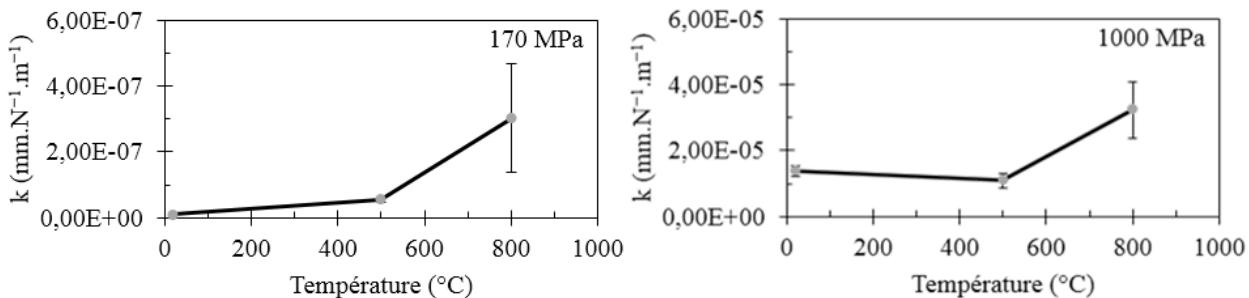


Figure 6-21 : Coefficient d'usure dynamique.

Les coefficients d'usure sont significativement différents entre les deux pressions de contact et deux ordres de grandeur les séparent, le maximum étant atteint à 1000 MPa. Des valeurs similaires à celles obtenues à haute pression de contact ont été reportées dans la littérature [62]. En revanche, les coefficients d'usure à basse pression de contact semblent faibles.

À basse pression de contact, le coefficient d'usure augmente avec la température. L'usure est beaucoup plus prononcée à 800°C que pour les autres températures. À haute pression de contact, le plus faible coefficient d'usure est obtenu à 500°C, mais reste très proche de la valeur à température ambiante. À cette pression de contact, l'usure est aussi plus importante à 800°C que pour les températures inférieures.

La Figure 6-21 montre que l'usure est contenue jusqu'à 500°C. Ce phénomène est attribué à la couche d'oxyde qui se forme sur le pion et le protège, ce qui est en accord avec les observations

microscopiques. À 800°C, contrairement aux autres températures, toute la surface du plan est recouverte d'un oxyde peu adhérent avant les essais. Lorsque cet oxyde de chrome est piégé dans le contact, il peut amplifier l'abrasion par un processus d'usure à 3 corps. Cette hypothèse permet d'expliquer l'augmentation du coefficient d'usure observée à 800°C.

6.3.2.3 Profils des pions

Les profils ont été extraits au centre de la trace résiduelle, perpendiculairement à la direction de déplacement, et sont présentés sur la Figure 6-22.

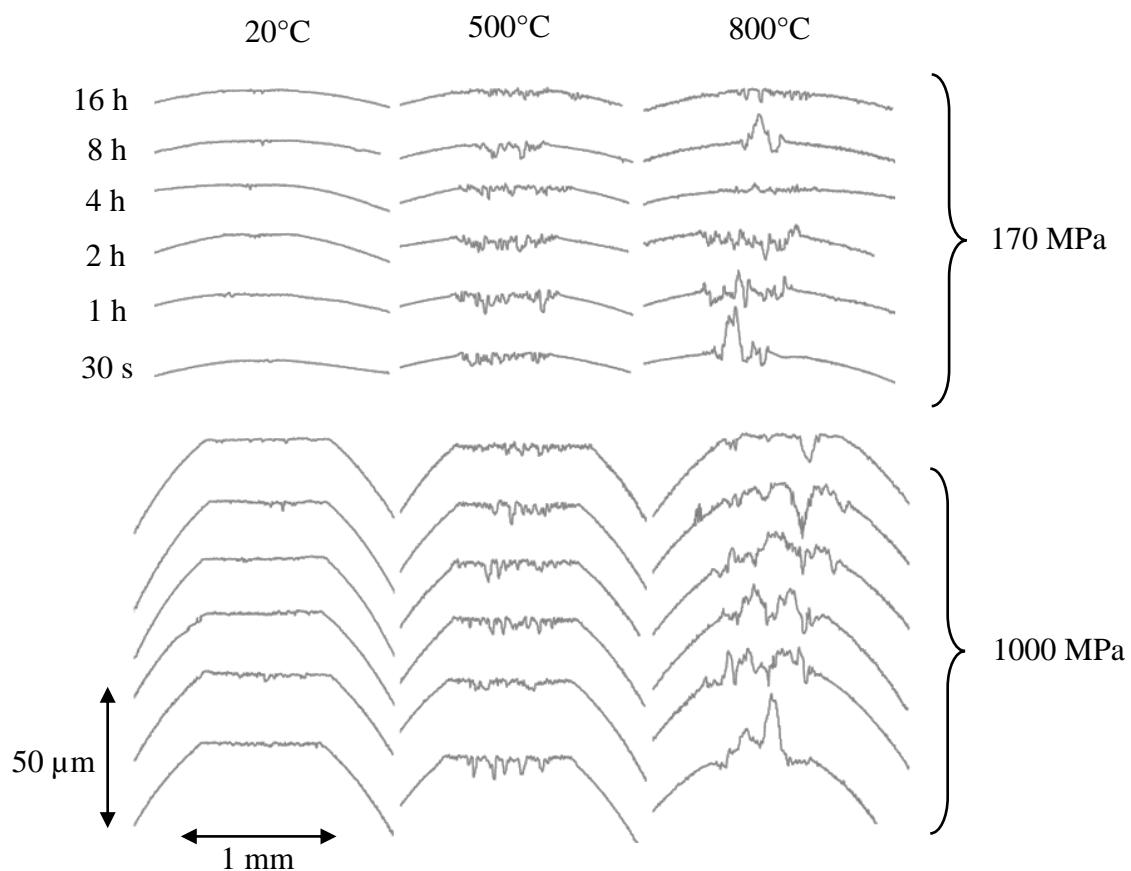


Figure 6-22 : Profils des contacts en milieu de trace, perpendiculairement à la direction de test.

À température ambiante, les profils présentent des surfaces identiques entre les différents temps de maintien. Les traces résiduelles sont bien plus importantes pour la haute pression de contact, mais dans les deux cas, la forme du pion semble essentiellement dominée par l'usure lors de la phase dynamique.

À 500°C, les profils montrent des traces d'usure bien plus importante qu'à 20°C. Ce sont notamment les empreintes d'abrasion qui sont responsables de cette forme. À cette température, des différences apparaissent sur l'évolution des profils en fonction du temps de maintien. À faible pression de contact, la surface du pion semble de moins en moins endommagée à mesure que le temps augmente. Ce qui est en accord avec les observations sur le coefficient de friction statique.

Les profils obtenus pour les essais à 800°C présentent des surfaces beaucoup plus irrégulières pour les deux pressions de contacts. L'adhésion de matière est alors clairement visible comparativement aux autres températures. Afin d'évaluer la quantité de matière s'étant transférée sur le pion, les volumes d'adhésion ont été déterminés.

6.3.2.4 Volumes d'adhésion

Le volume de matière ayant adhéré au contact est évalué en déterminant le volume présent au-dessus du plan créé durant la phase dynamique. Ce processus est réalisé sur les modèles en 3D, mais afin d'illustrer ce concept, une illustration est présentée sur la Figure 6-23.

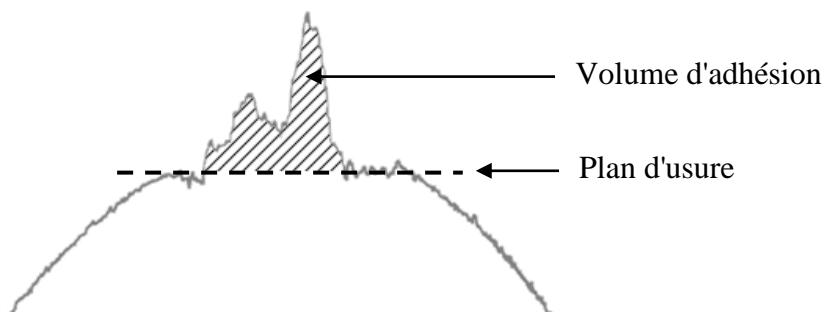
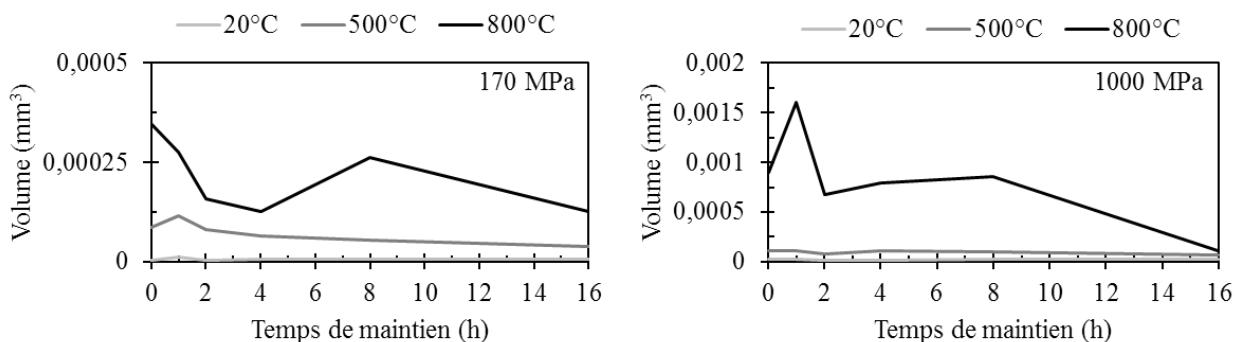


Figure 6-23 : Illustration de la mesure du volume d'adhésion sur un profil de pion.

Cette mesure est largement influencée par la hauteur du seuil à partir duquel le volume est calculé ainsi que par la planéité de la surface de contact. Une attention particulière a donc été portée sur



ces deux éléments. Néanmoins, cette mesure permet de comparer le comportement des échantillons ainsi que d'observer les tendances. Les résultats de ces mesures sont présentés sur la Figure 6-24.

Figure 6-24 : Volume d'adhésion en fonction de la température et du temps de maintien pour une pression de contact de 170 MPa et 1000 MPa (respectivement gauche et droite).

À température ambiante, le volume d'adhésion est inférieur à 1.10^{-5} mm³ et reste stable pour les deux pressions de contact. À 500°C, les volumes d'adhésion sont augmentés d'un ordre de grandeur et présentent encore des valeurs similaires pour les deux pressions de contact. À ces températures aucune tendance n'apparaît à l'exception des essais à 500°C et 170 MPa. Dans ces conditions, le volume chute légèrement à mesure que le temps de maintien augmente.

C'est à 800°C que les différences sont les plus marquées avec un volume environ 4 fois plus important pour les essais à 1000 MPa. Néanmoins la tendance est similaire entre les deux pressions de contact avec une baisse du volume d'adhésion pour les longs temps de maintien.

6.4 Mécanismes d'adhésion

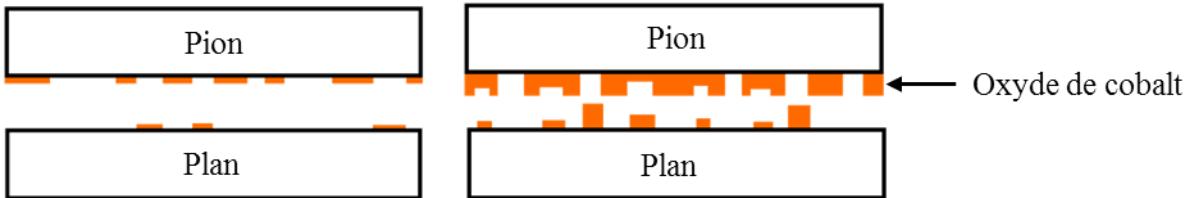
L'observation des contacts par les différentes techniques de microscopie ainsi que les analyses effectuées en termes de composition chimique, topographie et de volume permettent finalement de proposer des mécanismes d'adhésion responsables de l'évolution du coefficient de friction statique dans les conditions d'essais.

À température ambiante et basse pression de contact, la rupture du contact se produit majoritairement à l'interface entre l'oxyde de cobalt et le chrome. Une partie de la couche d'oxyde peut cependant être transférée sur le plan, laissant apparaître une surface non oxydée de stellite côté pion. Le mécanisme est similaire à haute pression de contact, mais la quantité d'oxyde de cobalt formée est plus importante. Une plus grande quantité de matière est donc transférée sur le plan et certains contacts semblent rompre dans la couche d'oxyde de cobalt. Les mécanismes pour les deux pressions de contact sont représentés sur la Figure 6-25. Le temps de contact n'a pas

d'influence dans ces conditions car la température et la quantité d'oxyde dans le contact sont trop faibles pour initier une réaction de diffusion.

Figure 6-25 : Mécanismes à 20°C pour la faible et la haute charge, respectivement à gauche et à droite. (Indépendant du temps de maintien).

À 500°C les surfaces se recouvrent de leurs oxydes respectifs pendant la phase de stabilisation thermique du tribomètre et donc avant de fermer le contact. À cette température, la diffusion du



cobalt dans son oxyde est rapide, et permet donc la formation d'une couche dense et protectrice pendant la phase dynamique [63]. À faible charge, la rupture s'effectue principalement à l'interface entre l'oxyde de cobalt et l'oxyde de chrome. Quelques zones très localisées du pion présentent des particules qui proviennent de la couche d'oxyde de chrome. Mais ce sont principalement des fragments du film d'oxyde de cobalt qui sont transférés sur le plan. Une légère chute du coefficient de friction statique avec le temps de maintien a été observée à cette pression de contact. Cette baisse peut être causée par une évolution des propriétés mécaniques de la couche d'oxyde de cobalt sous l'effet du temps et de la température, similaire à un frittage.

À haute pression de contact, les analyses chimiques ont montré la présence d'un oxyde de composition en chrome et cobalt variable et intermédiaire à celles correspondantes aux matériaux des pions et des plans. Ce dernier semble donc être un mélange des oxydes provenant des deux corps. Cet oxyde mixte a été retrouvé sur les deux parties du contact, mais ne compose pas la majorité du contact. Le coefficient de friction statique augmente légèrement durant les premières heures du contact avant de se stabiliser. Ce comportement est opposé à celui observé à basse pression de contact pour la même température. Si la densification de la couche d'oxyde de cobalt semble diminuer la force de frottement statique, la couche d'oxyde mixte semble quant à elle l'augmenter. Une compétition entre ces deux phénomènes permet d'expliquer les observations faites sur la friction statique. Les mécanismes pour ces deux pressions de contact sont représentés sur la Figure 6-26.

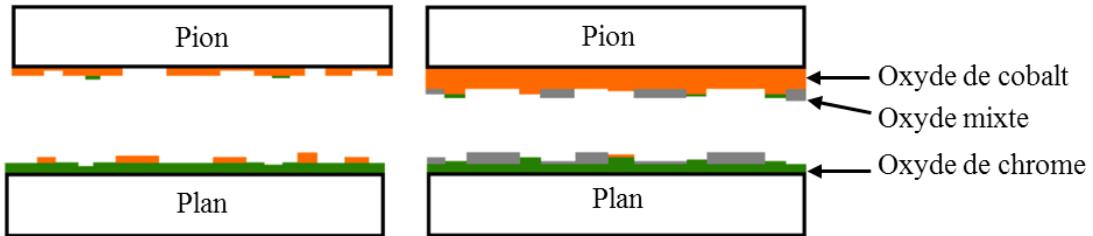


Figure 6-26 : Mécanismes à 500°C pour la faible et la haute charge, respectivement à gauche et à droite. (Indépendant du temps de maintien).

Le comportement à 800°C est plus complexe et, en plus d'être différencié par les pressions de contact, il évolue grandement en fonction du temps de maintien. À cette température l'oxyde mixte semble jouer un rôle prépondérant dans l'évolution du coefficient de friction statique.

À faible pression de contact et pour un temps de maintien d'une heure, la rupture se produit majoritairement dans la couche d'oxyde mixte. Dans certaines zones du pion, un transfert d'oxyde de chrome a été détecté. Un transfert d'oxyde de cobalt est aussi visible sur le plan. Cependant ces zones restent minoritaires. Pour un temps de maintien de 4h, la majorité de l'oxyde mixte est retrouvé sur le plan. Cette couche semble donc plus cohésive et la rupture se produit à l'interface de l'oxyde de cobalt et de l'oxyde mixte. La diffusion du chrome dans son oxyde est trop faible pour former une couche dense dans des conditions dynamiques [63]. Cependant, lorsque le contact est maintenu, la mobilité du chrome semble suffisante pour affecter la couche d'oxyde. La densification de la couche d'oxyde mixte semble donc être la cause principale responsable de l'augmentation de la friction statique. Ce mécanisme est représenté sur la Figure 6-27.

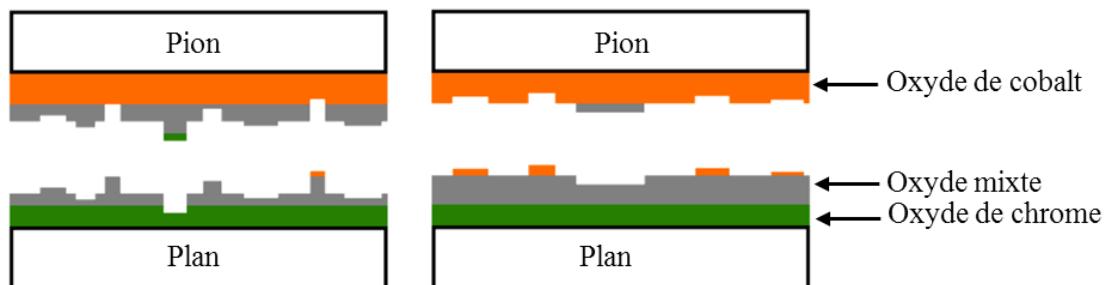


Figure 6-27 : Mécanismes à 800°C et faible charge pour les temps de maintien de 1h et 4h, respectivement à gauche et à droite.

À haute pression de contact, le volume de matière ayant adhéré sur le pion est bien supérieur mais le mécanisme impliqué reste similaire à celui observé pour 170 MPa. Pour un temps de maintien d'une heure, la rupture se produit dans la couche d'oxyde mixte avec une partie de l'oxyde de

chrome ayant adhéré au pion. Après 4 h de maintien, la surface du plan est recouverte d'une couche d'oxyde mixte cohésive. Le volume d'adhésion est plus faible que pour une heure de contact et semble indiquer que la rupture s'est produite plus proche de l'interface entre l'oxyde de cobalt et l'oxyde mixte. Un schéma de ce mécanisme est présenté sur la Figure 6-28. Cependant, les valeurs du coefficient de friction statique sont bien plus faibles dans ces conditions par rapport à la faible pression de contact et ce comportement n'est observé qu'à 800°C. Par exemple, pour un temps de maintiens de 8 h, le coefficient de friction statique est environ 2 fois plus faible et vaut $\mu_s = 1.87$. Un mécanisme permettant d'expliquer cette observation serait la transformation de la phase CFC du cobalt en phase HCP, à l'interface du pion et de son oxyde. Les conditions de température et de pression de contact sont favorables pour entraîner cette transformation de phase [44, 45, 46, 47]. Bien que la présence de cette phase n'ait pas été détectée par DRX, cette hypothèse reste la plus probable afin d'expliquer ce comportement. Cependant, et notamment parce que l'échantillon n'a pas été retiré du four à la fin des essais les plus long (8 et 16 heures), il est possible que le cobalt HCP soit oxydé après sa formation ce qui rend sa détection impossible à température ambiante.

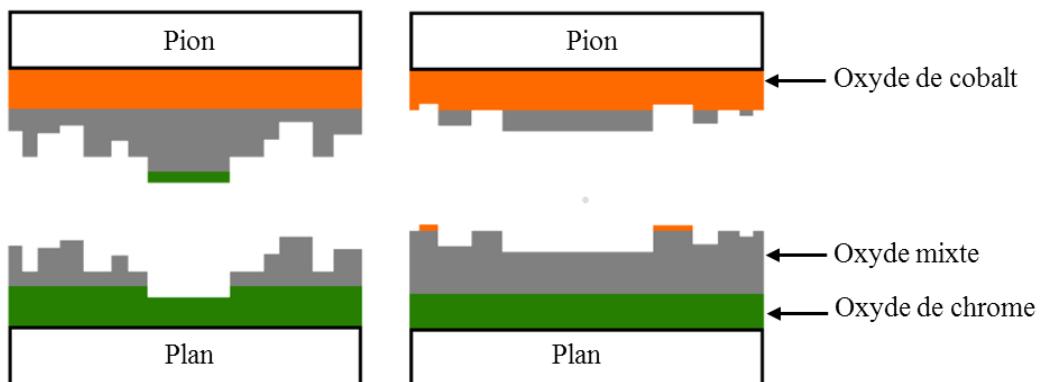


Figure 6-28 : Mécanismes à 800°C et haute charge pour les temps de maintien de 1 h et 4 h, respectivement à gauche et à droite.

D'une manière générale la rupture du contact lors des essais statiques se produit à l'interface ou dans la couche d'oxyde qui a été formée et compactée pendant les étapes précédant l'essai statique. Les analyses chimiques ont montré que cette couche est composée principalement d'oxyde de cobalt et d'oxyde de chrome. Les oxydes riches en cobalt proviennent principalement de l'usure du pion lors de la phase dynamique, tandis que ceux riches en chrome proviennent de l'oxydation de plan. L'oxyde de cobalt a été détecté sur tous les échantillons, contrairement à l'oxyde chrome qui n'intervient qu'à partir de 500°C mais dont la présence est largement plus marquée à 800°C.

L'influence du temps de maintien reste limitée à 20 et 500°C, contrairement à 800°C où un mécanisme d'adhésion différent a été observé.

6.5 Conclusions

La méthodologie de mesure du coefficient de frottement statique a été appliquée avec succès sur les échantillons de stellite 6 et de chrome dur. Il a été possible de mettre en évidence une évolution de la friction statique avec la température, mais aussi avec le temps de maintien. L'analyse des contacts a permis de définir les mécanismes d'adhésion responsables de l'évolution du coefficient de frottement statique. Il apparaît alors que la couche d'oxyde formé pendant la période dynamique joue un rôle majeur dans la friction statique. La rupture des contacts se produit à l'interface ou dans la couche d'oxyde et de nombreux transferts de matière sont observés autant sur les pions que sur les plans.

À température ambiante, les données de friction statique sont relativement stables et similaires pour les deux pressions de contact. La couche d'oxyde impliquée est essentiellement composée de cobalt provenant du pion en stellite 6. Une partie de cet oxyde a adhéré sur le plan.

À 500°C et faible pression de contact, le coefficient de friction statique décroît lentement avec le temps de maintien. Ce type de comportement n'est pas observé pour les autres conditions d'essais. Ce phénomène a été attribué à la présence d'une couche d'oxyde protectrice formée pendant la période dynamique et dont les propriétés tribologiques pourraient évoluer dans le temps en faveur d'une plus faible friction.

À 500°C et haute pression de contact, le coefficient de friction statique reste stable et à une valeur similaire à la température ambiante bien que le contact ne soit pas équivalent. Dans ce cas, le contact est caractérisé par la présence d'un oxyde mixte, provenant d'un mélange des oxydes de cobalt et de chrome.

À 800°C, l'oxydation du pion ainsi que celle du plan est plus importante que pour les autres conditions. Ces deux oxydes sont en partie mélangés lors de la phase dynamique et sont piégés dans le contact statique. Pendant les premières heures de maintien, le coefficient de frottement statique augmente fortement. Durant cette période, la fracture semble se produire dans la couche d'oxyde mixte. Lorsque le coefficient de friction statique se stabilise, soit après 8 h à 170 MPa ou 4 h à 1000 MPa, la fracture semble se produire à l'interface de l'oxyde de cobalt et de l'oxyde mixte.

Ces observations sont par ailleurs appuyées par des mesures de volumes d'adhésion. Le coefficient de frottement statique est significativement plus faible pour la plus haute pression de contact. Ce phénomène peut être lié à la transformation de phase existant dans les stellite mais il n'a pas été possible de la mettre en évidence par DRX.

Dans les conditions d'essai de l'étude, les indicateurs tribologiques montrent que les performances de couple de matériau sont améliorées à 500°C. En effet, d'un point de vue dynamique le coefficient de friction est plus faible ($\mu_k = \sim 0.35$ à 500°C contre $\mu_k = \sim 0.70$ à 20°C) et le coefficient d'usure est similaire pour une même pression de contact. Les essais statiques montrent un comportement proche de celui à température ambiante. À haute pression de contact les coefficients de friction statiques sont relativement stables avec le temps de maintien et affichent des valeurs similaires proches de $\mu_s = 0.7$. Le comportement est différent pour 500°C et 170 MPa où une baisse du coefficient de friction statique a été observée, de $\mu_s = 0.42$ pour 30 secondes de maintien à $\mu_s = 0.21$ pour 16 heures de maintien, ce qui semble bénéfique.

Le comportement à 800°C montre que ce couple de matériaux n'est pas adapté pour cette température. C'est notamment la présence de la couche d'oxyde mixte qui provoque de mauvaises performances en friction statique. Ce résultat semble contre-intuitif en regard des données de friction dynamique. En effet, bien que les coefficients de friction dynamique soient identiques à ceux obtenus à 500°C, le coefficient de friction statique atteint des valeurs entre 1.5 et plus de 10 fois supérieures à celles obtenues à 500°C, en fonction de la pression de contact.

CHAPITRE 7 CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

La friction statique est un aspect particulier de la tribologie. Contrairement à la friction dynamique qui se produit lorsque deux surfaces sont en mouvement relatif, la friction statique intervient alors qu'aucun mouvement n'est apparent. Le coefficient de friction statique se réfère à la force maximale de friction mesurée au moment du déplacement. Bien souvent l'endommagement des surfaces par ce type de friction est matérialisé par des traces d'adhésion avec un transfert de matière d'une surface à l'autre. Plusieurs mécanismes peuvent être observés comme la déformation plastique des aspérités, l'enrage mécanique et la création de liaisons physiques ou chimiques entre les matériaux impliqués dans le contact. Les interactions impliquées se produisent aux points de contact entre les matériaux sur une surface qui peut être significativement inférieure à l'aire apparente de contact. Lorsque les surfaces sont mises en contact, leurs aspérités les plus hautes peuvent se déformer plastiquement et augmenter la surface d'interaction. Du fait de la cinétique de certains de ces mécanismes, le coefficient de friction statique est généralement influencé par le temps de contact.

Les valves quart-de-tour sont des dispositifs typiquement utilisés sur des services critiques afin de pouvoir fermer rapidement le flux. La technologie A-USC, qui équipera les prochaines générations de centrales thermiques, prévoit d'utiliser une température de vapeur de 760°C. Les matériaux constituant les valves doivent donc pouvoir fonctionner après avoir subi de longues périodes d'immobilité, sous charge et sous très hautes températures. Velan, qui fait partie de la chaire industrielle MIC-CSE, a un intérêt à la compréhension des mécanismes intervenant durant les premiers instants du mouvement d'une valve lors de son ouverture ou de sa fermeture.

C'est afin de pouvoir évaluer le comportement tribologique sous hautes températures que le HTT800 a été conçu. Le développement de cet équipement a été effectué par l'entreprise Tricomat en collaboration avec le LaRFIS. Ce système possède notamment la capacité de mesurer le coefficient de friction statique à une force normale maximale de 200 N et jusqu'à une température de 800°C. Ces propriétés confèrent au HTT800 un caractère unique. Une mesure de coefficient de friction statique à une température donnée comporte deux étapes principales. Durant la première, le contact est maintenu fermé pendant une période de temps déterminé et n'est soumis qu'à l'effet de la force normale. L'essai de friction statique est réalisé lors de la seconde étape, en augmentant progressivement la force de tangentielle d'une façon contrôlée. La force de friction maximale obtenue avant le déplacement permet de définir le coefficient de frottement statique. Le contrôle

des forces a été un point critique sur lequel le HTT800 a été optimisé. Des modifications ont notamment été effectuées sur le bras de chargement afin de réduire les défauts d'alignement pouvant conduire à l'apparition de forces non désirées.

Une méthodologie de mesure non conventionnelle a été élaborée afin de simuler les conditions pouvant s'opérer dans les valves jusqu'à une température de 800°C. Celle-ci permet de mesurer le coefficient de frottement statique dans un régime stable avec une bonne répétabilité. La mesure de la fiction statique est précédée d'une période d'usure dynamique pendant laquelle des débris peuvent être formés à l'image des conditions réelles d'utilisation. Durant cette phase il est possible de déterminer certains paramètres dynamiques comme le coefficient de friction dynamique et le coefficient d'usure, ce qui est un atout.

La méthodologie a par la suite été appliquée sur un couple de matériaux utilisés classiquement dans l'industrie des valves, le stellite 6 et le chrome dur. C'est notamment l'influence de la pression de contact, de la température et du temps de maintien qui ont été étudiés. Les deux pressions de contact sélectionnées permettent de simuler les pressions de contact retrouvées dans certaines valves produites par Velan. Ainsi, une pression de contact de 170 MPa représente la pression moyenne et 1000 MPa la pression maximale entre la sphère et son siège. À température ambiante et pour les deux pressions de contact, le coefficient de friction statique a montré un comportement stable avec le temps de maintien. À 500°C, le coefficient de friction statique n'est pas constant avec le temps de contact et les comportements observés pour les deux pressions de contact sont opposés. En effet, à basse pression de contact, l'augmentation du temps de maintien a entraîné une baisse du coefficient de friction statique tandis qu'à haute pression de contact c'est une légère augmentation qui a été observée. Dans les deux cas, le coefficient de friction statique reste contenu à des valeurs inférieures à celles obtenues à température ambiante. À 800°C, le coefficient de friction statique augmente fortement avec le temps de maintien. Les valeurs maximales atteintes sont beaucoup plus élevées que pour les autres températures. Ainsi, à basse pression de contact, la valeur maximale est plus de 8 fois supérieure comparées à celle obtenue à 500°C. À haute pression de contact, c'est une valeur 3 fois supérieure qui a été mesurée.

Les analyses en termes de microstructure, de composition chimique et de topographie ont permis de proposer un mécanisme d'adhésion pour chaque température. Les défauts observés sont principalement liés à l'abrasion, à l'adhésion et au grippage. À 20 et 500°C, la formation d'une

couche d'oxyde de cobalt protectrice semble responsable des bonnes performances. L'augmentation du coefficient de frottement statique pour les hautes températures a été attribuée à la présence d'une couche d'oxyde mixte formé pendant la période dynamique et dont la cohésion semble évoluer avec le temps de maintien.

Les données de friction statique et dynamique sont complémentaires et lorsqu'elles sont couplées avec une analyse du contact, elles permettent d'avoir à disposition toutes les informations nécessaires à la compréhension des mécanismes impliqués. Cependant cette méthodologie comporte un inconvénient non négligeable lié à la phase dynamique. L'usure du pion provoque une baisse significative de la pression de contact réelle, dont la limite inférieure est donnée par la pression surfacique. Cependant cette période a été jugée nécessaire afin de se rapprocher des conditions d'utilisations réelles. Une solution pourrait être d'appliquer une force normale plus importante après la phase dynamique afin de prendre en compte l'effet de l'usure.

Par ailleurs cette étude montre que le suivi de l'évolution de la force nécessaire pour actionner une valve pourrait permettre de prédire sa défaillance. En effet, lorsque les surfaces montrent des signes d'endommagements intenses liés à l'adhésion et au grippage, le coefficient de friction statique augmente et devient supérieur à 1 après un temps de contact de seulement 30 secondes. L'installation d'un capteur de force sur l'actionneur pourrait donc être une solution permettant d'optimiser la maintenance des valves. Cette solution trouverait naturellement sa place sur des valves instrumentées et connectées à système d'acquisition.

Plusieurs analyses pourraient venir affiner et valider les mécanismes proposés. Tout d'abord, il serait utile de compléter l'analyse MEB-EDS avec l'observation en coupe des pions et des plans. Il serait également possible de réaliser des essais de microdiffraction par microscopie électronique en transmission afin d'essayer de détecter la présence d'une phase HCP du cobalt en extrême surface d'un pion. Il pourrait également être intéressant de modifier la surface du plan afin de permettre une évacuation des débris car l'influence de la quantité d'oxyde semble jouer un rôle majeur dans le frottement statique. Finalement, afin de juger de la performance du stellite 6 dans ces conditions, il serait nécessaire de le confronter à d'autres matériaux. La configuration opposant le stellite à lui-même pourrait être une première approche.

Plus généralement, il a été démontré que les capacités du tribomètre étaient suffisantes pour répondre à l'exigence d'une étude scientifique. Cependant, cet équipement pourrait encore être plus

performant concernant la mesure du déplacement. En effet, celle-ci étant assurée par l'actionneur électromagnétique, elle prend en compte la déformation du porte pion. Une solution serait de mesurer le déplacement du porte-pion, au plus près possible du contact, par rapport à un point fixe de la structure.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] International Energy Agency (2017). Key World Energy Statistics 2017. [En ligne]. Disponible : <https://www.iea.org/publications/freepublications/publication/KeyWorld2017.pdf>
- [2] J. Shingledecker et R. Purgert (2014). Current Status of the U.S. Doe/Ocd A-USC Materials Technology Research and Development Program. Dans D. Gandy and J. Shingledecker (édit.), *Advances in Materials Technology for Fossil Power Plants: Proceedings from the Seventh International Conference* (EPRI 2013), 41-52.
- [3] G. Yu, X. Zhai, et M. Hou (2017). The Technology Development of High Efficiency Steam Turbine. Dans *Proceedings of the ASME 2017 Power Conference*.
- [4] S. Gao, J. Hou, Y. Guo, et L. Zhou (2017). Microstructural evolution and mechanical properties of solution annealed cast IN617B alloy during long-term thermal exposure. *Mater. Sci. Eng. A*, 704, 302-310
- [5] L. Vernhes (2015). Thin Coatings for Heavy Industry: Advanced Coatings for Pipes and Valves. Thèse de doctorat, Dép. de génie physique, École Polytechnique de Montréal, Montréal, QC, 2015. [En ligne]. Disponible : http://publications.polymtl.ca/1686/1/2015_LucVernhes.pdf
- [6] P. Jost (1966). Lubrication (tribology) : education and research; a report on the present position and industry's needs. Royaume-Uni : Department of Education and Science. Lubrication Engineering (Education and Research) Working Group.
- [7] B. Bhushan (2013). *Introduction to tribology* (2e éd.). Royaume-Uni : John Wiley & Sons Inc.
- [8] G. Stachowiak et A. W. Batchelor (2013). *Engineering tribology*. Royaume-Uni : Butterworth-Heinemann.
- [9] D. Tabor et F. P. Bowden (1951). The Friction and Lubrication of Solids. *Science*, 113(2938), 443-444.
- [10] K. L. Johnson, K. Kendall, et A. D. Roberts (1971). Surface Energy and the Contact of Elastic Solids. *Proc. R. Soc. Math. Phys. Eng. Sci.*, 324(1558), 301-313.
- [11] B. V. Derjaguin, V. M. Muller, et Y. P. Toporov (1975). Effect of Contact Deformations on the Adhesion of Particles. *J. Colloid Interface Sci.*, 53(2), 314–326.

- [12] D. Maugis (1992), Adhesion of spheres: the JKR-DMT transition using a Dugdale model. *J. Colloid Interface Sci.*, 150(1), 243–269.
- [13] J. A. Greenwood et J. B. P. Williamson (1966), Contact of Nominally Flat Surfaces. *Proc. R. Soc. Math. Phys. Eng. Sci.*, 295(1442), 300-319.
- [14] N. Isami (1995), Measurements of real contact areas using PET films (thickness, 0.9 μm). *Wear*, 181-183(2), 844-849.
- [15] Y. Xu, et al., (2018). A New Method for the Measurement of Real Area of Contact by the Adhesive Transfer of Thin Au film. *Tribol. Lett.*, 66:32.
- [16] H. Hertz (1896). *Miscellaneous papers*. Londre : Macmillian.
- [17] H. C. Seherr-Thoss, F. Schmelz, et E. Aucktor (2006). *Hertzian Theory and the Limits of Its Application. Dans Universal Joints and Driveshafts*. Berlin : Springer, 81-108.
- [18] A. W. Bush, R. D. Gibson, et T. R. Thomas (1975), The elastic contact of a rough surface. *Wear*, 35(1), 87-111.
- [19] B. N. J. Persson (2001). Theory of rubber friction and contact mechanics. *J. Chem. Phys.*, 115(8), 3840-3861.
- [20] G. W. Stachowiak (2005). *Wear - materials, mechanisms and practice*. Royaumes-uni : John Wiley & Sons.
- [21] ASTM (2013). G143-03 Standard Test Method for Measurement of Web/Roller Friction Characteristics. ASTM International, West Conshohocken, PA.
- [22] ASTM (2014). D1894-14 Standard Test Method for Static and Kinetic Coefficients of Friction of Plastic Film and Sheeting. ASTM International, West Conshohocken, PA.
- [23] ASTM (2012). D6205-12 Standard Practice for Calibration of the James Static Coefficient of Friction Machine. ASTM International, West Conshohocken, PA.
- [24] ASTM (2014). C1028-07e1 Standard Test Method for Determining the Static Coefficient of Friction of Ceramic Tile and Other Like Surfaces by the Horizontal Dynamometer Pull-Meter Method (Withdrawn 2014). ASTM International, West Conshohocken.

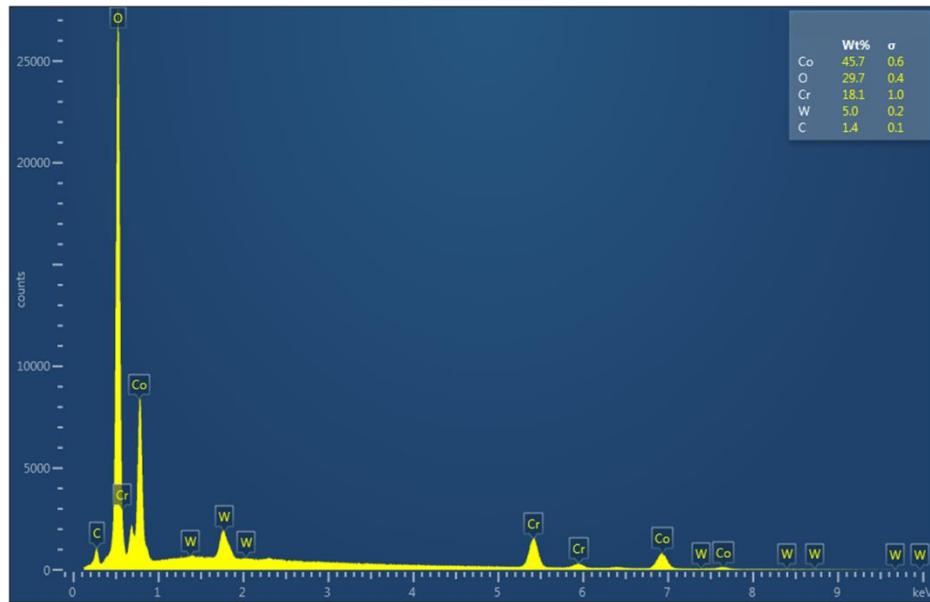
- [25] N. Nuño, M. Amabili, R. Groppetti, et A. Rossi (2002). Static coefficient of friction between Ti-6Al-4V and PMMA for cemented hip and knee implants. *J. Biomed. Mater. Res.*, 59(1), 191-200.
- [26] E. W. Gaylord et H. Shu (1961). Coefficients of static friction under statically and dynamically applied loads. *Wear*, 4(5), 401-412.
- [27] B. Jeremic et al. (2013). Static friction at high contact temperatures and low contact pressure. *J. Frict. Wear*, 34(2), 114-119.
- [28] N. J. Seo, T. J. Armstrong, et P. Drinkaus (2009). A comparison of two methods of measuring static coefficient of friction at low normal forces: a pilot study. *Ergonomics*, 52(1), 121-135.
- [29] J. E. Dunkin et D. E. Kim (1996). Measurement of static friction coefficient between flat surfaces. *Wear*, 193(2), 186-192.
- [30] S. Becker, U. Popp, et C. Greiner (2016). A reciprocating optical in situ tribometer with high-speed data acquisition. *Rev. Sci. Instrum.*, 87(8), 85-101.
- [31] A. Pougis, et al. (2013). Dry friction of steel under high pressure in quasi-static conditions. *Tribol. Int.*, 67(2013), 27-35
- [32] P. Mosaddegh, J. Ziegert, W. Iqbal, et Y. Tohme (2011). Apparatus for high temperature friction measurement. *Precis. Eng.*, 35(3), 473-483.
- [33] V. Kalihari, et al. (2013). An automated high throughput tribometer for adhesion, wear, and friction measurements. *Rev. Sci. Instrum.*, 84(3), 035104.
- [34] D.-H. Hwang et K.-H. Zum Gahr (2003). Transition from static to kinetic friction of unlubricated or oil lubricated steel/steel, steel/ceramic and ceramic/ceramic pairs. *Wear*, 255(1-6), 365-375.
- [35] Deloro stellite, (2016). Hardfacing Alloys, [En ligne]. Disponible : https://www.kennametal.com/content/dam/kennametal/kennametal/common/Resources/Catalogs-Literature/stellite/B-16-05107_KMT_stellite_HardfacingAlloys_Brochure_EN_LR.pdf
- [36] J. R. Davis, ASM International. (2000). Nickel, cobalt, and their alloys. Materials Park, OH: ASM International.

- [37] H. F. López et A. J. Saldivar-Garcia (2007). Martensitic Transformation in a Cast Co-Cr-Mo-C Alloy. *Metall. Mater. Trans. A*, 39(1), 8-18.
- [38] K. C. Antony (1983), Wear-resistant cobalt-base alloys. *JOM*, 35(2), 52–60.
- [39] A. Frenk et W. Kurz, (1993). High speed laser cladding: solidification conditions and microstructure of a cobalt-based alloy. *Mater. Sci. Eng. A*, 173(1-2), 339–342.
- [40] Kim H.-J. et Y. J. Kim (1999). Wear and corrosion resistance of PTA weld surfaced Ni and CO based alloy layers. *Surf. Eng.*, 15(6), 495-501.
- [41] A. S. C. M. d'Oliveira, R. Vilar, et C. G. Feder (2002). High temperature behaviour of plasma transferred arc and laser Co-based alloy coatings. *Appl. Surf. Sci.*, 201(1-4), 154-160.
- [42] S.-S. Chang, H.-C. Wu, et C. Chen (2008). Impact Wear Resistance of stellite 6 Hardfaced Valve Seats with Laser Cladding. *Mater. Manuf. Process.*, 23(7), 708-713.
- [43] Deloro stellite, stellite 6 alloy technical data. [En ligne]. Disponible : <http://exocor.com/downloads/product-datasheets/stellite-6-Datasheet.pdf>
- [44] A. J. Saldívar et H. F. López (2001). Role of aging on the martensitic transformation in a cast cobalt alloy. *Scr. Mater.*, 45(4), 427-433.
- [45] A. de J. S. García, A. M. Medrano, et A. S. Rodríguez (1999). Effect of solution treatments on the fcc/hcp isothermal martensitic transformation in Co-27Cr-5Mo-0.05 C aged at 800°C. *Scr. Mater.*, 40(6), 717–722.
- [46] E. Cabrol, et al. (2015). Plastic strain of cobalt-based hardfacings under friction loading. *Wear*, 330–331(2015), 354-363.
- [47] L. Fouilland, M. E. Mansori, et A. Massaq (2009). Friction-induced work hardening of cobalt-base hardfacing deposits for hot forging tools. *J. Mater. Process. Technol.*, 209(7), 3366-3373.
- [48] M. L. Benson, et al. (2011). Strain-induced phase transformation in a cobalt-based superalloy during different loading modes. *Mater. Sci. Eng. A*, 528(18), 6051-6058.
- [49] M. L. Benson, et al. (2006). Deformation-induced phase development in a cobalt-based superalloy during monotonic and cyclic deformation. *Phys. B Condens. Matter*, 385–386(1), 523-525.

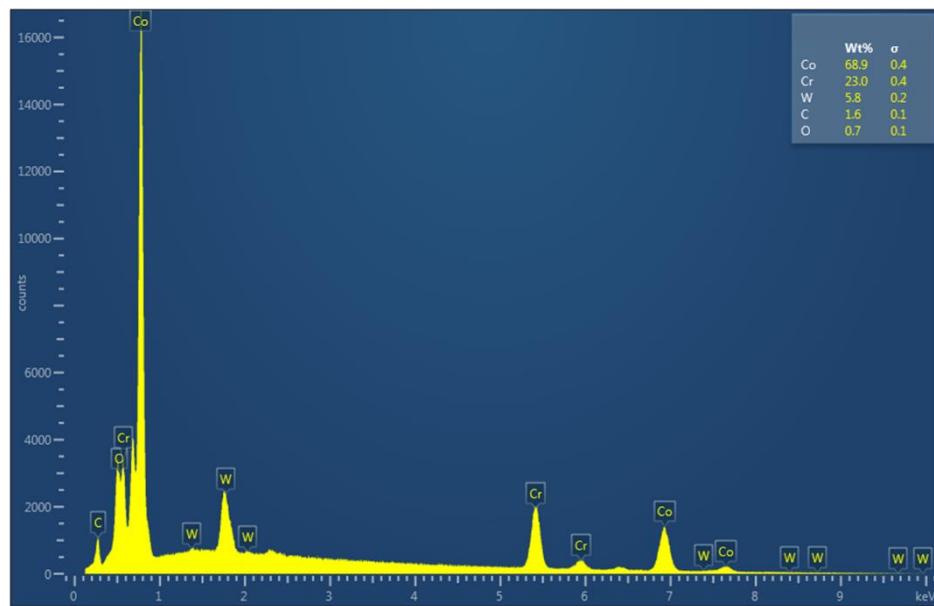
- [50] T. L. Achmad, et al. (2016). First-principles calculations of generalized-stacking-fault-energy of Co-based alloys. *Comput. Mater. Sci.*, 121(2016), 86-96.
- [51] J. Unfried-Silgado, et al. (2012). Stacking fault energy measurements in solid solution strengthened Ni–Cr–Fe alloys using synchrotron radiation. *Mater. Sci. Eng. A*, 558(2012), 70-75.
- [52] R. N. J. Taylor et R. B. Waterhouse (1986). The metallography of a cobalt-based implant alloy after solution treatment and ageing. *J. Mater. Sci.*, 21(6), 1990–1996.
- [53] D. H. E. Persson (2005), On the mechanisms behind the tribological performance of stellites, Thèse de doctorat, Materials Science, Universitatis Upsaliensis, Suède, 2005.
- [54] D. H. Buckley et R. L. Johnson (1968). The influence of crystal structure and some properties of hexagonal metals on friction and adhesion. *Wear*, 11(6), 405-419.
- [55] A. J. Saldívar-García et H. F. López (2005). Microstructural effects on the wear resistance of wrought and as-cast Co-Cr-Mo-C implant alloys. *J. Biomed. Mater. Res. A*, 74A(2), 269-274.
- [56] H. Ocken (1995). The galling wear resistance of new iron-base hardfacing alloys: a comparison with established cobalt- and nickel-base alloys. *Surf. Coat. Technol.*, 76(1995), 456-461.
- [57] J. Vikstrijm (1994). Galling resistance of hardfacing alloys replacing stellite. *Wear*, 179(1994), 143-146.
- [58] W. C. Oliver et G. M. Pharr (1992). An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mater. Res.*, 7(06), 1564-1583.
- [59] H. Nolle et R. S. H. Richardson (1974). Static friction coefficients for mechanical and structural joints. *Wear*, 28(1), 1–13.
- [60] I. A. Inman, S. R. Rose, et P. K. Datta (2006). Studies of high temperature sliding wear of metallic dissimilar interfaces II: Incoloy MA956 versus stellite 6. *Tribol. Int.*, 39(11), 1361-, 2006.
- [61] J. F. Archard et W. Hirst (1956). The Wear of Metals under Unlubricated Conditions. *Proc. R. Soc. Math. Phys. Eng. Sci.*, 236(1206), 397-410.
- [62] P. Sassatelli, et al. (2018). Properties of HVOF-sprayed stellite-6 coatings. *Surf. Coat. Technol.*, 338(2018), 45-62.

- [63] A. Viat, et al. (2017). Fretting wear of pure cobalt chromium and nickel to identify the distinct roles of HS25 alloying elements in high temperature glaze layer formation. Wear, 376-377(2017), 1043-1054.

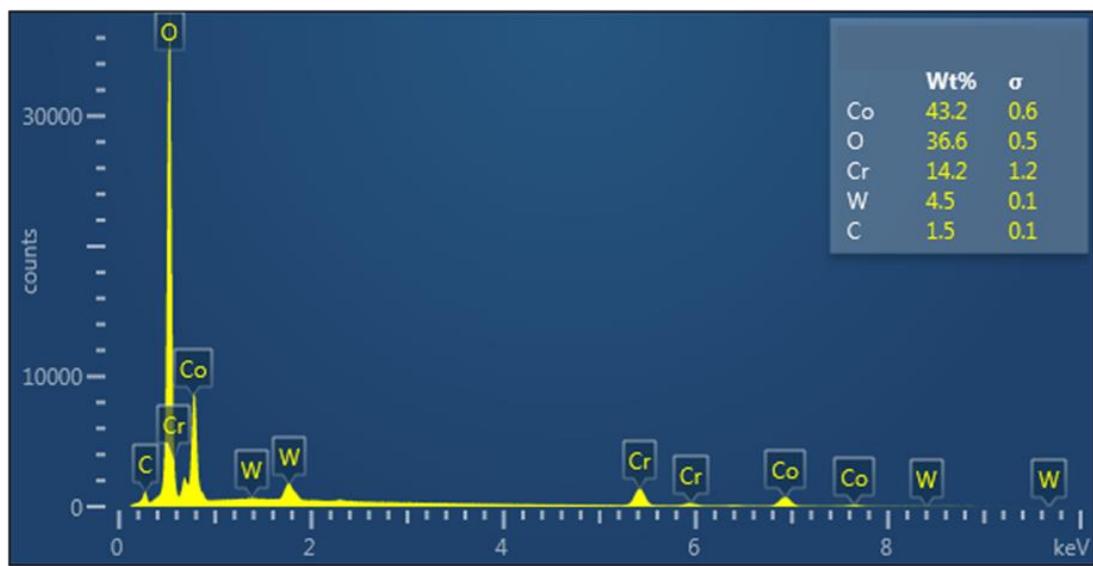
ANNEXE A – SPECTRE EDX



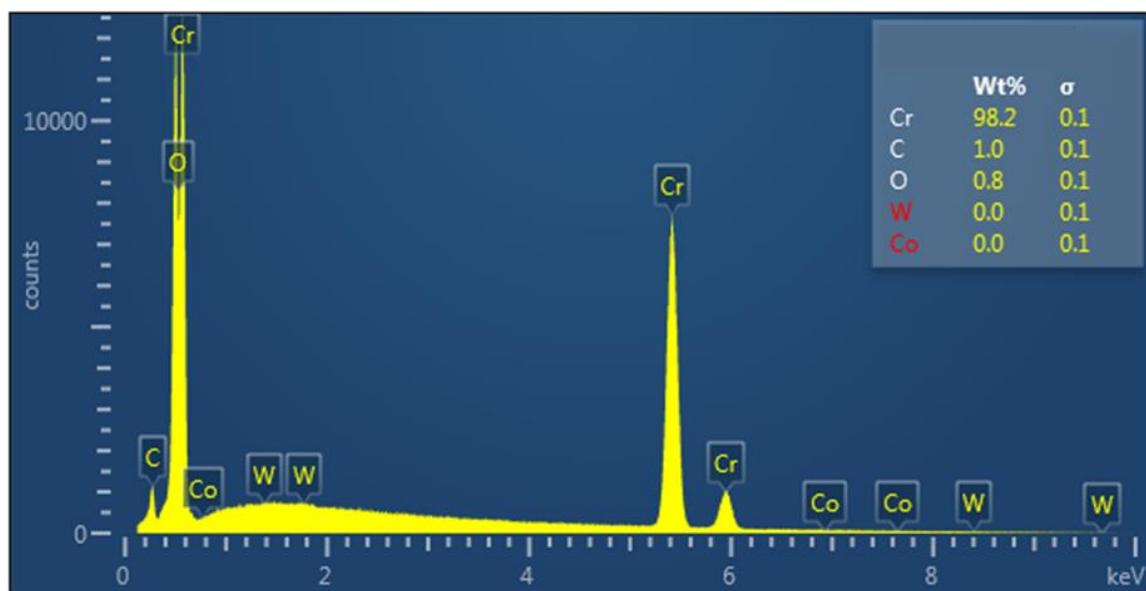
Spectre 1 : Surface oxydée d'un pion à 20 °C



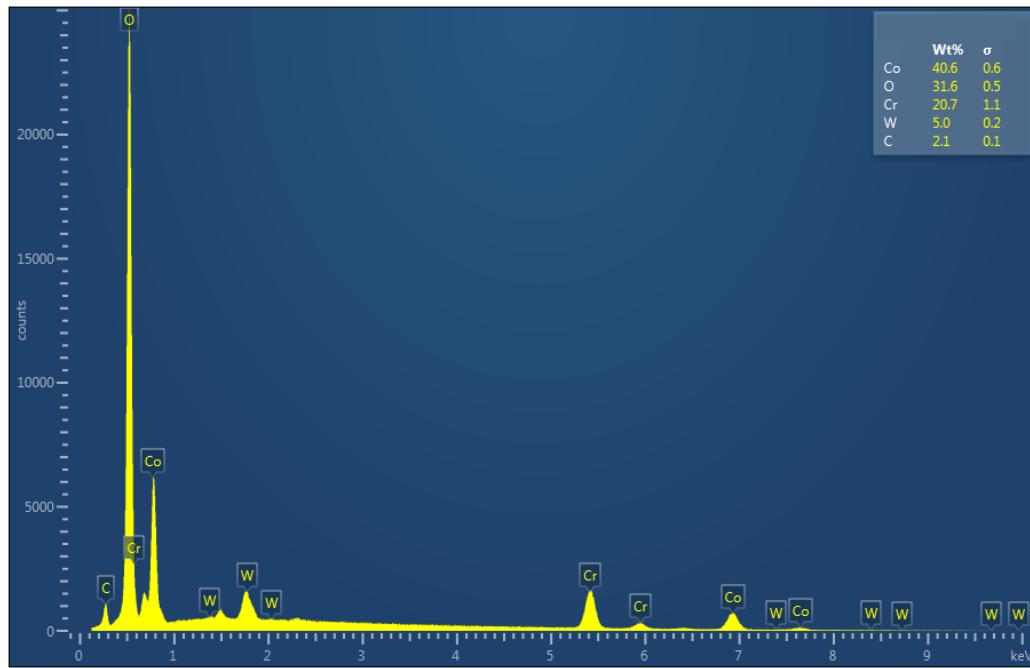
Spectre 2 : Surface non oxydée d'un pion à 20°C



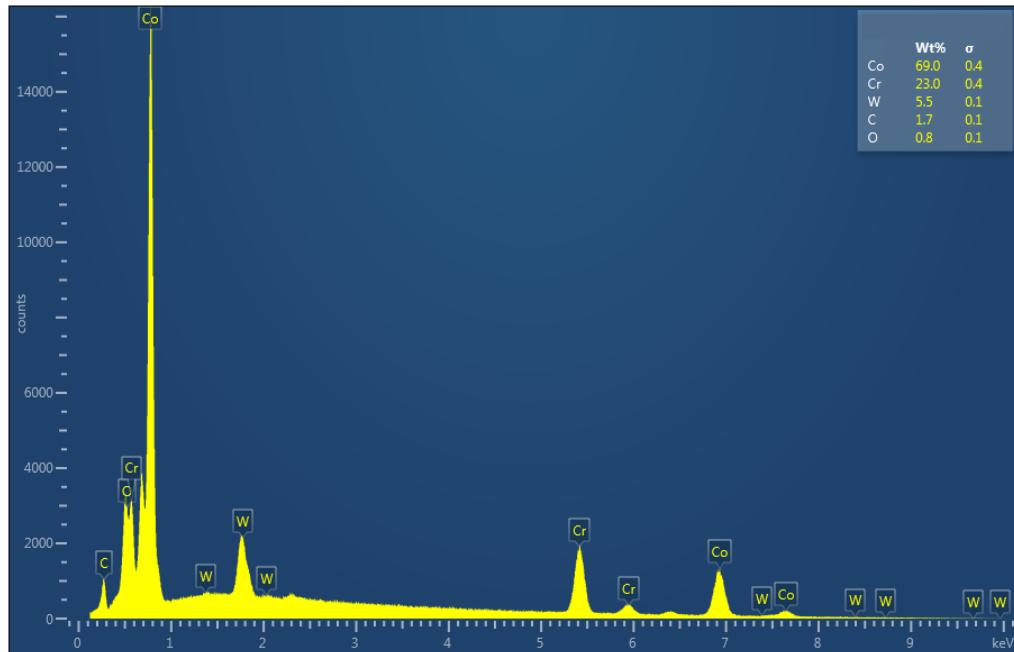
Spectre 3 : stellite oxydée transféré sur le plan à 20°C.



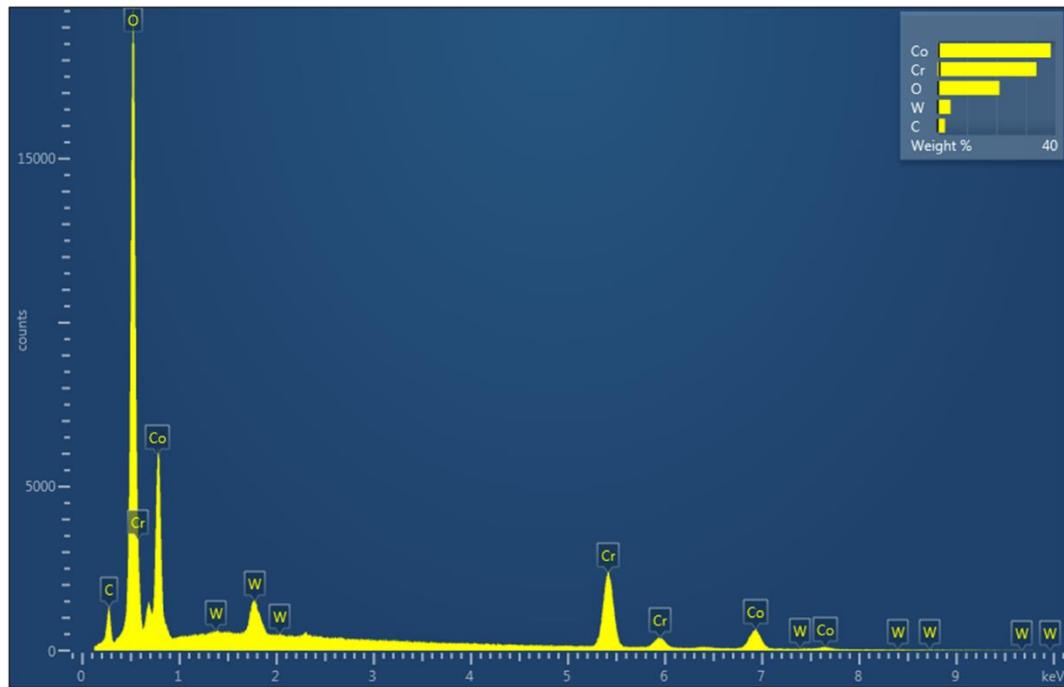
Spectre 4 : Surface du plan à 20°C.



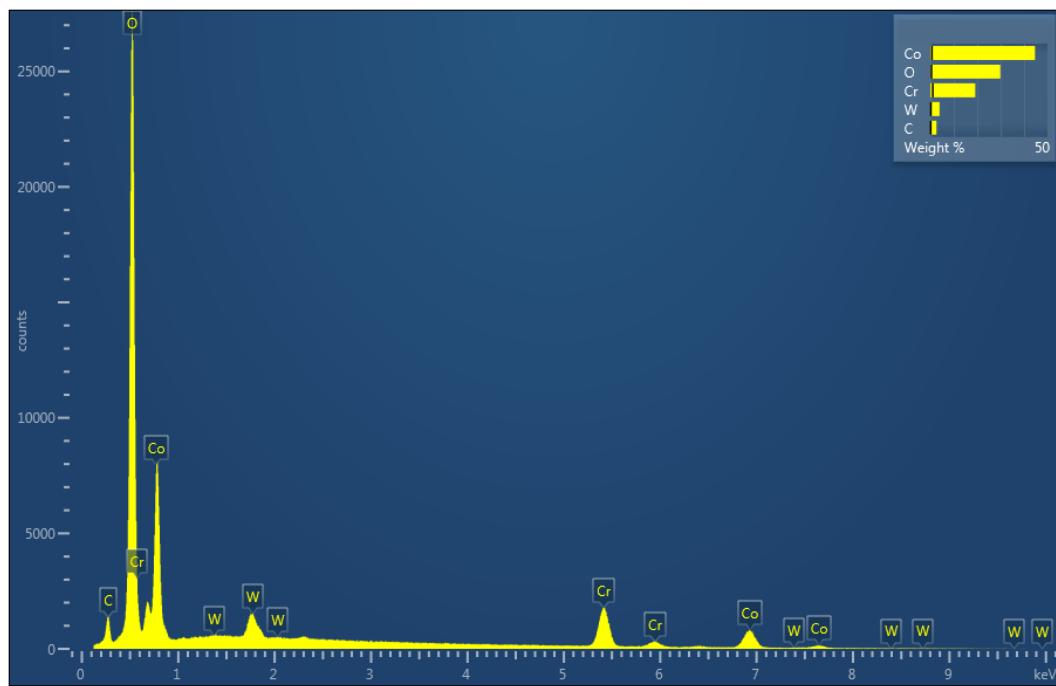
Spectre 5 : Surface oxydée du pion à 500°C



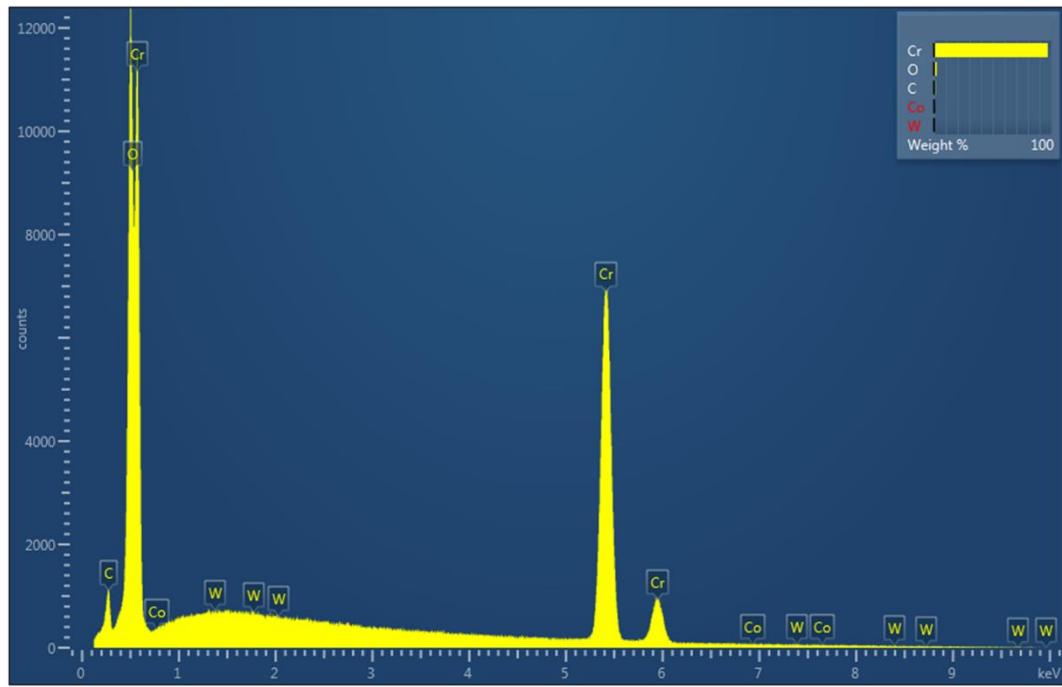
Spectre 6 : Surface non oxydée du pion à 500°C.



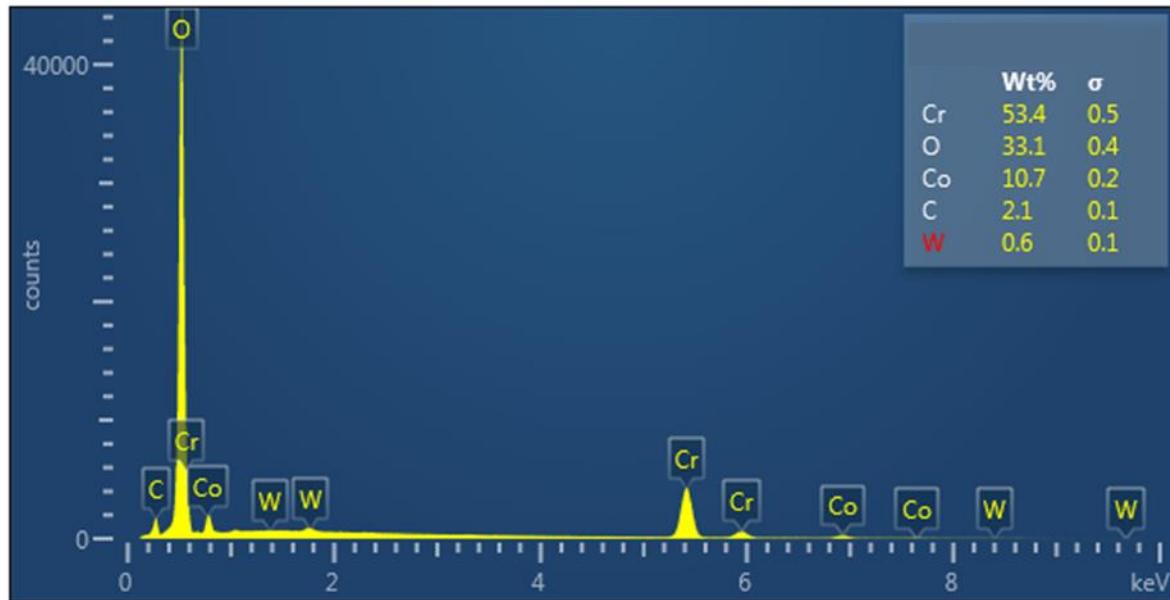
Spectre 7 : Particule de chrome provenant du plan à 500°C.



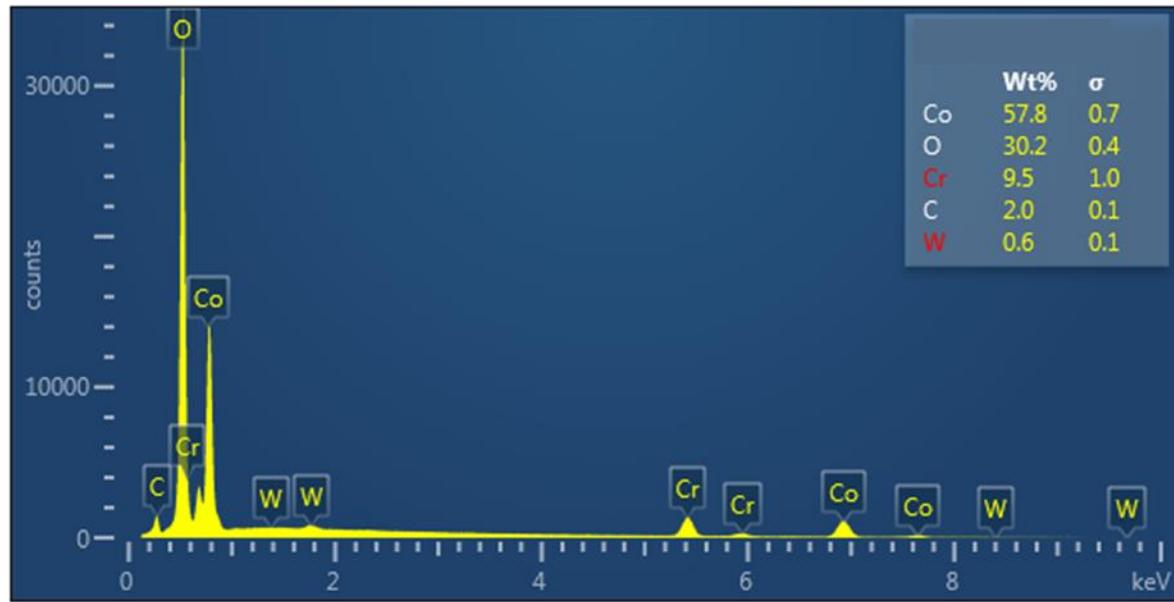
Spectre 8 : Particule de stellite oxydée à la surface d'un plan à 500°C



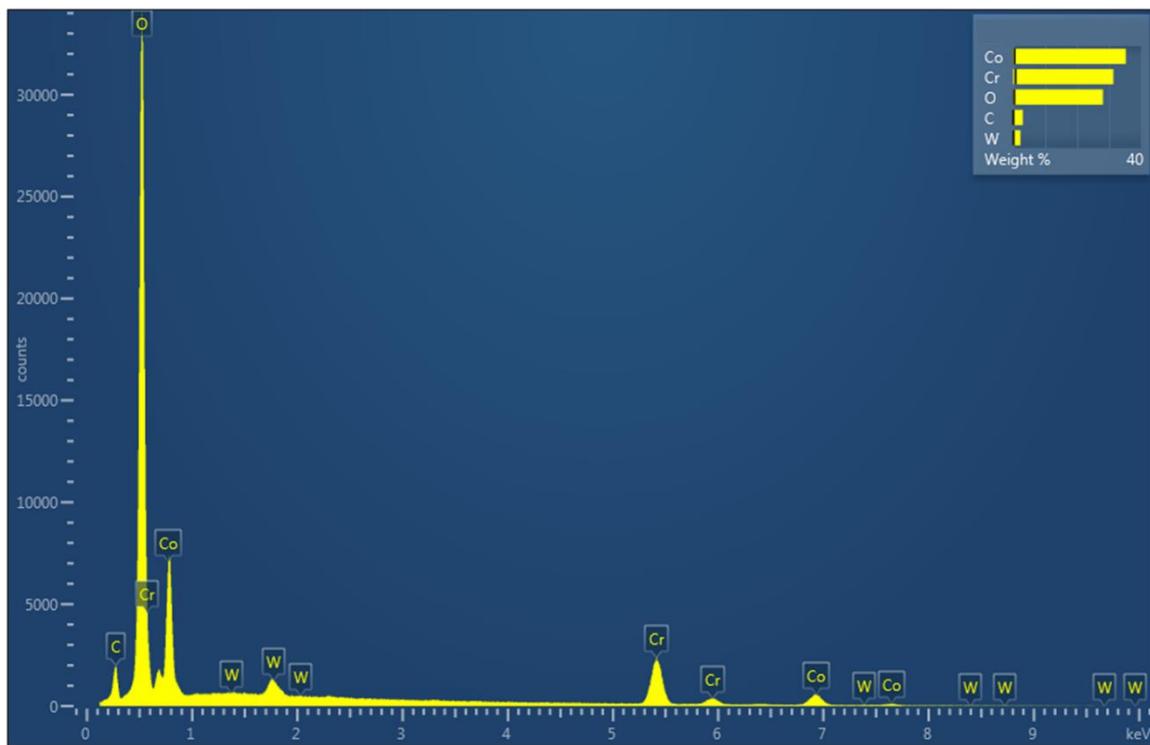
Spectre 9 : Surface d'un plan à 500°C



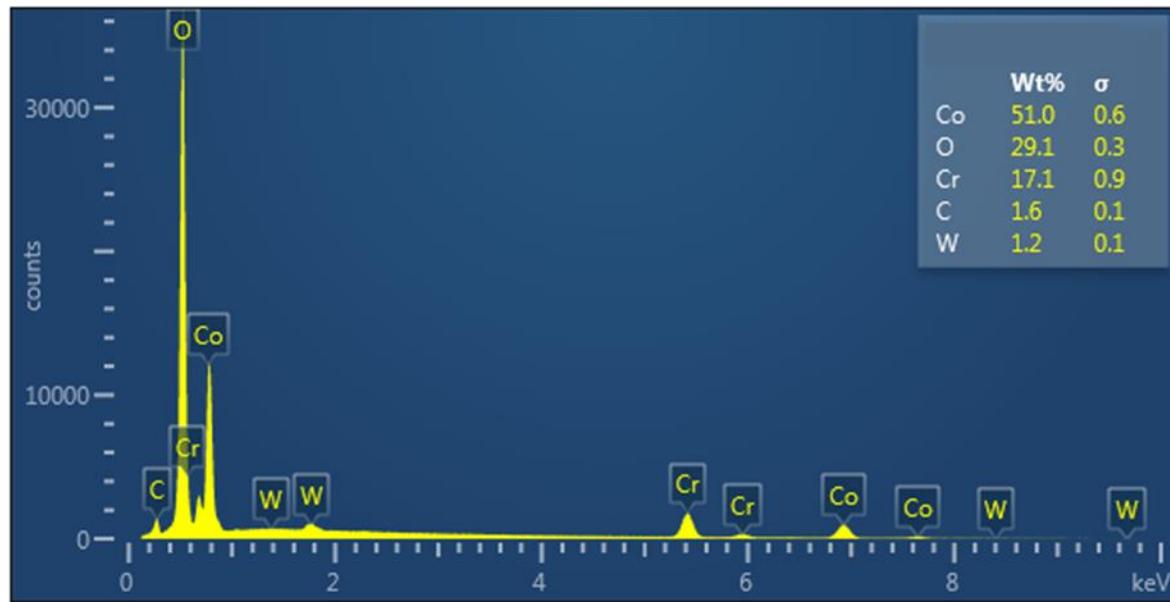
Spectre 10 : Particule à la surface d'un pion à 800°C



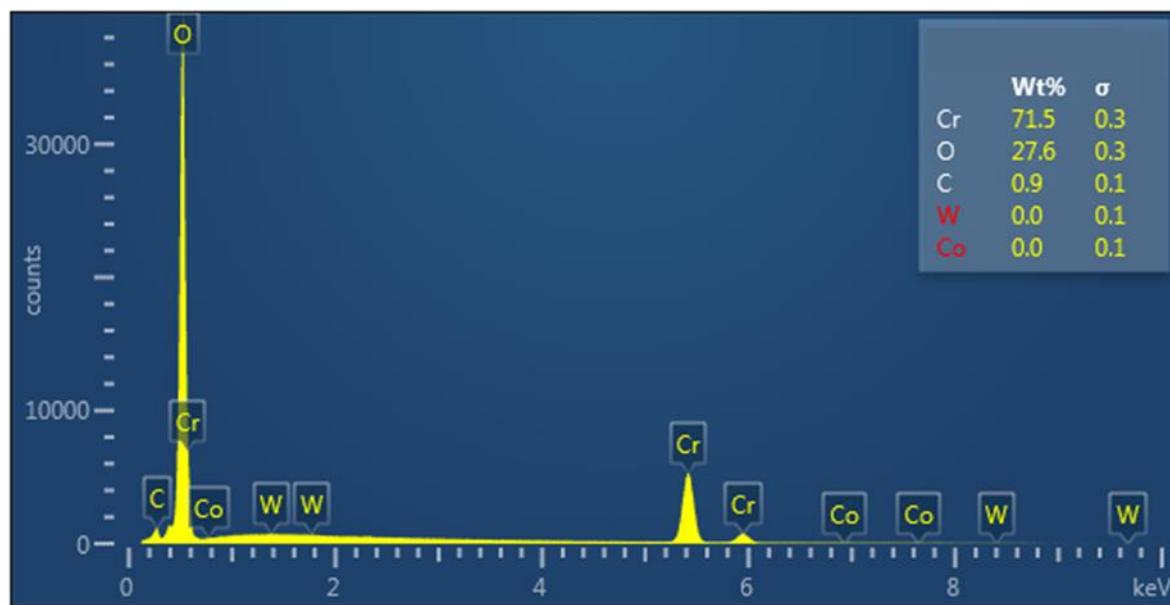
Spectre 11 : Surface d'un pion à 800°C.



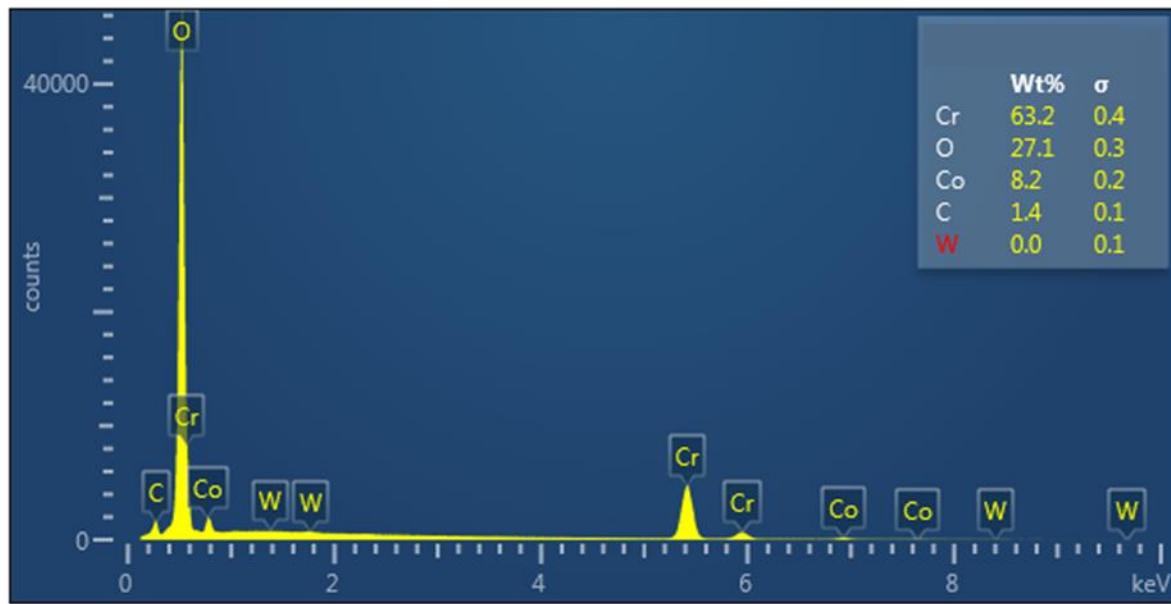
Spectre 12 : Bord d'une particule à la surface d'un pion à 800°C.



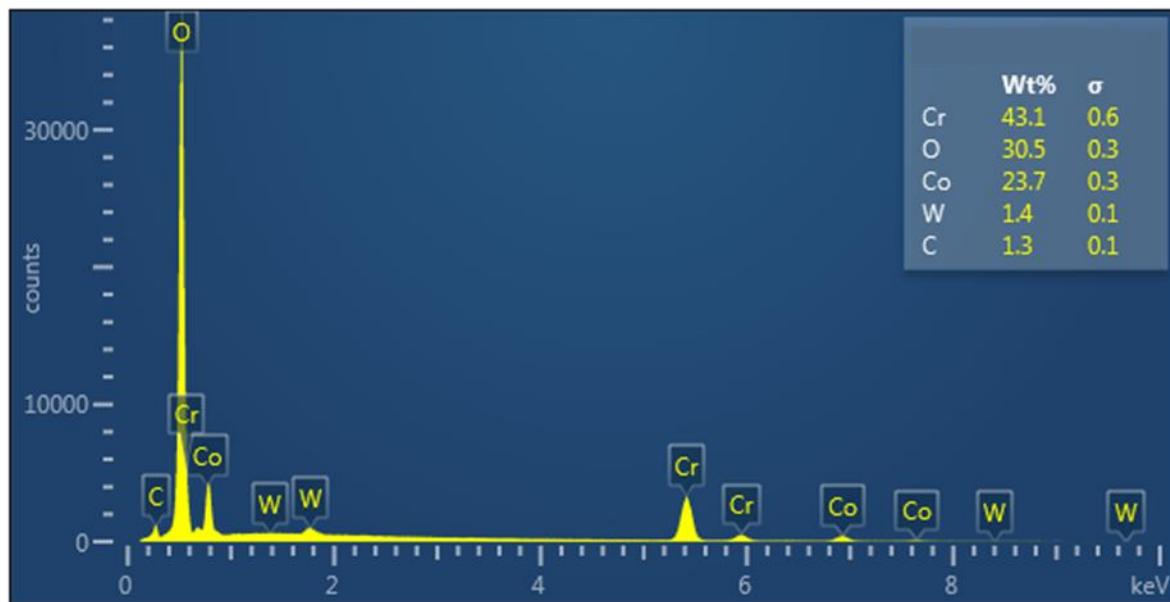
Spectre 13 : Particule à la surface d'un plan à 800°C.



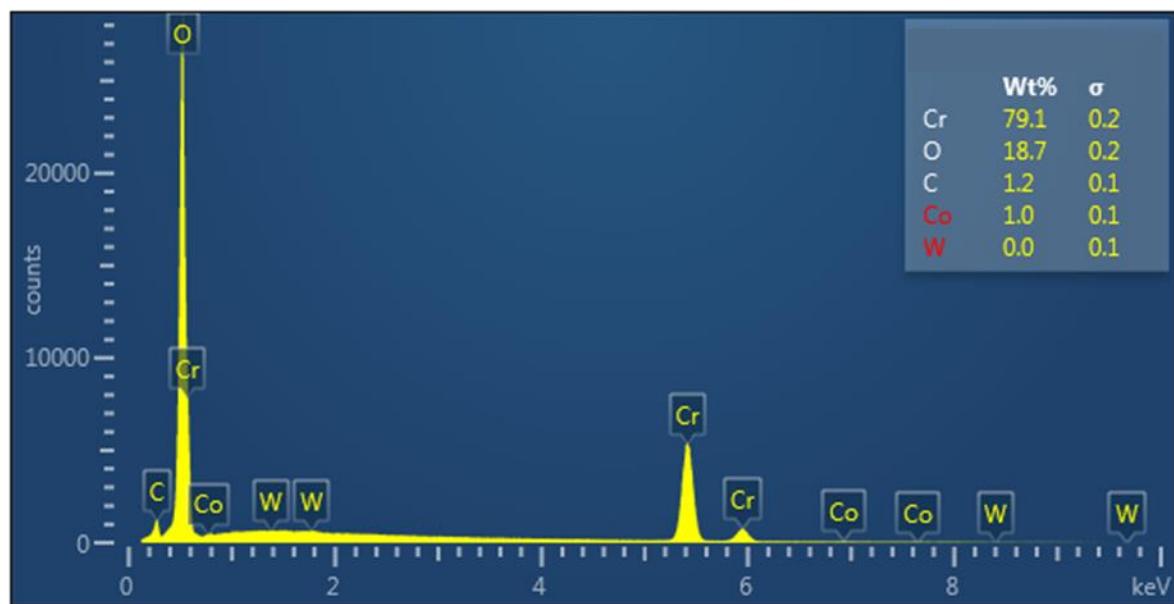
Spectre 14 : Zone arraché sur une plan à 800°C.



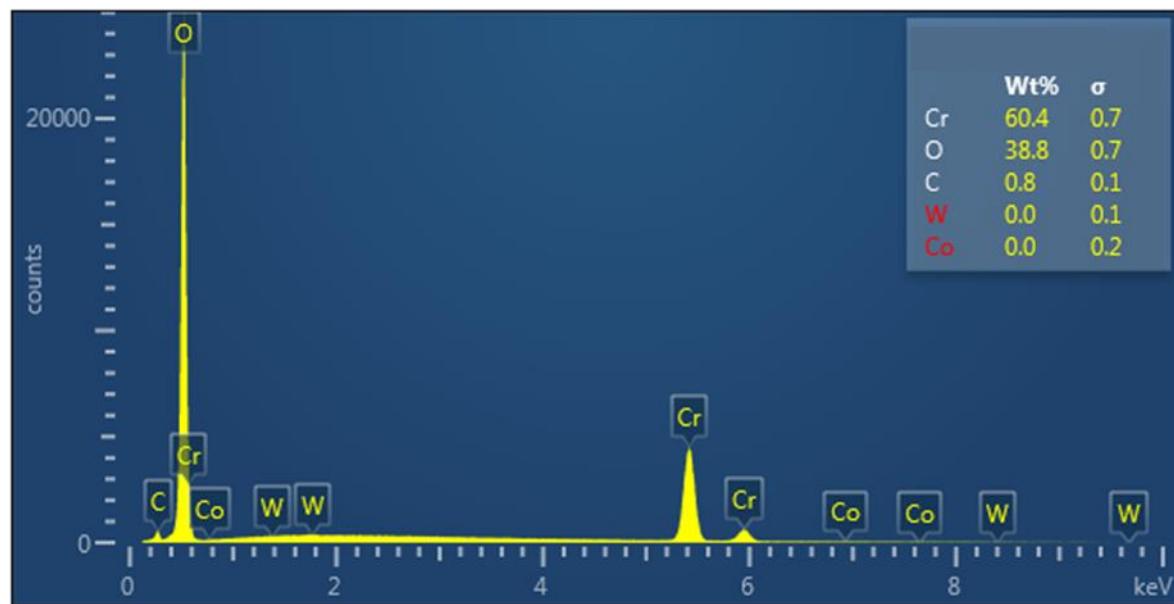
Spectre 15: Surface d'un plan à 800°C.



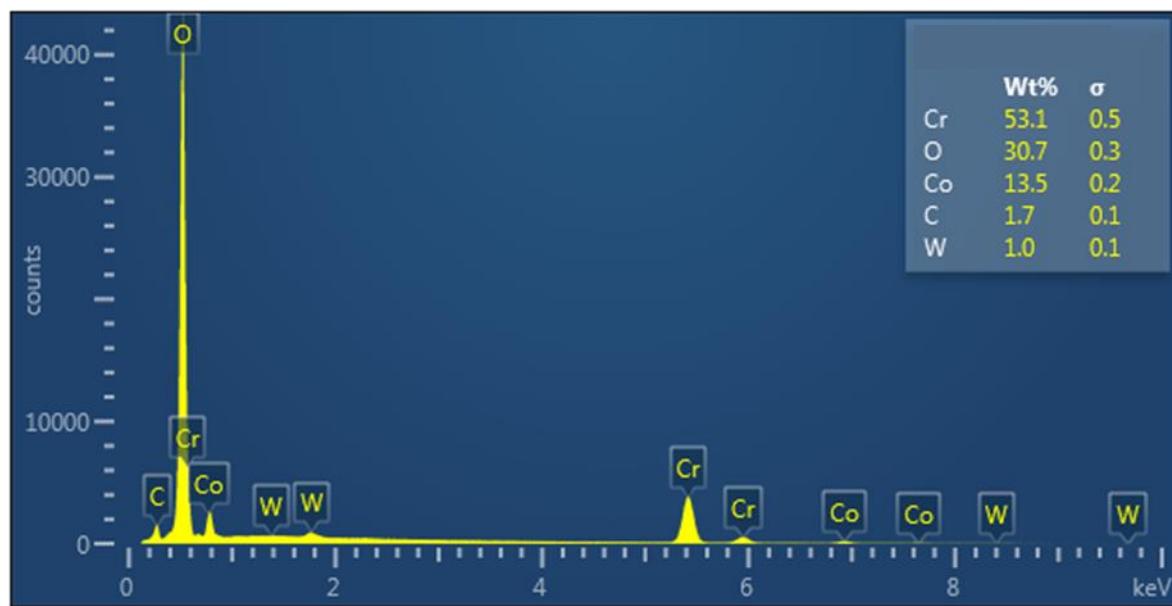
Spectre 16 : Adhésion d'oxyde de chrome à la surface d'un pion (800°C, 1000 MPa, 1 h)



Spectre 17 : Oxyde mixte à la surface d'un pion (800°C, 1000 MPa, 1 h)



Spectre 18 : Oxyde de chrome visible dans une zone arraché du plan (800°C, 1000 MPa, 1 h)



Spectre 19 : Oxyde mixte en surface du plan (800°C, 1000 MPa, 1 h).