



**HAL**  
open science

# Étude de l'influence d'un traitement DUPLEX sur les propriétés tribologiques d'un acier AISI 316LM

Anastasiia Pavlik

► **To cite this version:**

Anastasiia Pavlik. Étude de l'influence d'un traitement DUPLEX sur les propriétés tribologiques d'un acier AISI 316LM. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Lorraine, 2020. Français. NNT : 2020LORR0111 . tel-02998786

**HAL Id: tel-02998786**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-02998786>**

Submitted on 10 Nov 2020

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

# Thèse

Pour l'obtention du grade de

**Docteur de l'Université de Lorraine**

Spécialité : Mécanique des matériaux

Présentée par

**Anastasiia PAVLIK**

---

## ETUDE DE L'INFLUENCE D'UN TRAITEMENT DUPLEX SUR LES PROPRIÉTÉS TRIBOLOGIQUES D'UN ACIER AISI 316LM

---

Soutenu publiquement le 15 juillet 2020 devant le jury composé de :

<i>Rapporteurs</i>	Agnes FABRE	ENSAM - Arts et Métiers (MC HDR)
	Hamid ZAIDI	PPRIME - Univ. de Poitiers (Pr.)
<i>Examineurs</i>	Sylvie DESCARTES	LaMCoS - INSA Lyon (IR HDR)
	Thierry GROSDIDIER	Univ. de Lorraine (Pr.)
<i>Invités</i>	Thierry CZERWIEC	IJL Univ. de Lorraine (Pr.)
	Serge SELEZNEFF	Safran Tech (Dr.)
	Joffrey TARDELLI	IRT-M2P (Dr.)
<i>Directeur de thèse</i>	Sylvain PHILIPPON	LEM3 - Univ. de Lorraine (Pr.)
<i>Co-directeur de thèse</i>	Grégory MARCOS	IJL - Univ. de Lorraine (IR)

---

---

# Table des matières

<b>Remerciements</b>	<b>7</b>
<b>Liste des symboles et abréviations</b>	<b>9</b>
<b>Introduction Générale</b>	<b>11</b>
<b>1 OBTENTION DES SURFACES STRUCTURÉES EN ACIER</b>	<b>17</b>
1.1 Structuration des surfaces . . . . .	18
1.1.1 Introduction . . . . .	18
1.1.2 Quelques applications de surfaces structurées . . . . .	19
1.1.3 Matériau à structurer : acier inoxydable AISI 316LM . . . . .	22
1.1.4 Techniques conventionnelles de structuration des surfaces en acier .	26
1.1.5 Structuration des surfaces par plasma . . . . .	31
1.2 Fabrication des structures dans l'acier AISI 316LM . . . . .	34
1.2.1 Introduction : le réacteur MDECR . . . . .	34
1.2.2 Déroulement d'un traitement de structuration . . . . .	35
1.2.3 Caractérisation de l'acier structuré. . . . .	38
1.3 Conclusion . . . . .	41
<b>2 FROTTEMENT DES SURFACES STRUCTURÉES</b>	<b>43</b>
2.1 Notions tribologiques . . . . .	44
2.1.1 Introduction . . . . .	44
2.1.2 Points historiques : facteurs clés du frottement . . . . .	45
2.1.3 Coefficient de frottement . . . . .	48
2.1.4 Usure des surfaces . . . . .	53
2.1.5 État de surface . . . . .	55
2.2 Structuration dans la tribologie . . . . .	59

2.2.1	Structuration comme un moyen de prédéfinir la surface de contact . . . . .	59
2.2.2	Frottement des surfaces structurées . . . . .	60
2.3	Frottement sur les surfaces structurées en acier . . . . .	65
2.3.1	Déroulement d'un essai de frottement . . . . .	65
2.3.2	Optimisation des paramètres de frottement . . . . .	68
2.3.3	Essais de frottement sur les surfaces de l'acier AISI 316LM structurées	71
2.4	Conclusion . . . . .	75
<b>3</b>	<b>DURABILITÉ DES SURFACES DUPLEX</b>	<b>77</b>
3.1	Traitement thermochimique et austénite expansée . . . . .	78
3.1.1	L'austénite expansée . . . . .	78
3.1.2	Déroulement d'un traitement de nitruration . . . . .	81
3.1.3	Frottement sur une surface nitrurée sans motifs . . . . .	84
3.2	Réalisation et caractérisation des surfaces Duplex . . . . .	88
3.2.1	Introduction . . . . .	88
3.2.2	Etude morphologique et structurale des surfaces Duplex . . . . .	88
3.3	Durabilité des surfaces Duplex . . . . .	99
3.3.1	Frottement des surfaces Duplex . . . . .	101
3.3.2	Usure des surfaces Duplex . . . . .	112
3.3.3	Comportement tribologique de la bille en alumine . . . . .	118
3.3.4	Observation des débris d'usure . . . . .	122
3.4	Conclusion . . . . .	125
<b>4</b>	<b>ASPECTS MÉCANO-CHIMIQUES DU FROTTEMENT DES SUR- FACES DUPLEX</b>	<b>127</b>
4.1	Généralités sur les mécanismes d'usure . . . . .	128
4.2	Approche énergétique du frottement . . . . .	133
4.2.1	Approche par la théorie de Hertz . . . . .	134
4.2.2	Calcul de pression de Hertz - Application au tribosystème étudié . .	137
4.2.3	Énergie et puissance mécaniques appliquées sur les arêtes d'aspérités	138
4.3	Identification des mécanismes d'usure sur surfaces Duplex frottées . . . . .	141

4.3.1	Observations MEB dans la section transversale de la piste d'usure et EDS sur la piste d'usure . . . . .	142
4.3.2	Observation en Microscopie Électronique à Transmission des surfaces Duplex après frottement . . . . .	145
4.3.3	Caractérisation de l'échantillon W100-D100 après 1000 cycles de frottement . . . . .	145
4.3.4	Caractérisation de l'échantillon W100-D300 après 1000 cycles de frottement . . . . .	150
4.3.5	Analyse des clichés de diffraction sur l'échantillon W100-D300 Duplex hors et dans la trace d'usure . . . . .	160
4.3.6	Spectroscopie Raman sur les surfaces Duplex après frottement . . .	164
4.3.7	Essais de glissement avec nettoyage de la surface. Rôle du tribofilm	171
4.4	Conclusion . . . . .	174
<b>5</b>	<b>CONCLUSION ET PERSPECTIVES</b>	<b>177</b>





# Remerciements

## **Sylvain Philippon**

Merci d'avoir assuré la direction de ma thèse. Merci beaucoup pour votre aide, qui m'a été apportée dès que j'en ai eu besoin. Vous dirigez l'équipe en lui inspirant confiance. Je vous remercie beaucoup de m'avoir permis d'orienter ma réflexion dans la bonne direction, en me donnant les conseils et encouragements nécessaires pour développer non seulement le projet, mais aussi ma façon de penser.

## **Grégory Marcos**

Votre contribution à ce projet est presque impossible à décrire avec des mots ! Merci beaucoup pour les nombreuses heures consacrées à travailler avec moi : pour ce manuscrit qui est « agréable à lire ». Votre attitude et votre foi en moi m'ont aidé à grandir et à obtenir des résultats visibles pas seulement pour moi.

## **Thierry Czerwiec**

Je tiens à remercier cet homme de m'avoir donné l'occasion d'admirer la véritable passion pour la science et une fontaine d'idées qui ne s'est jamais tarie. Je vous remercie pour toutes les réunions que j'ai eues les vendredis, qui m'ont permis d'être inspiré et de garder les mains et « avoir la frite » sur ce difficile chemin.

## **Mamadou Coulibaly**

Merci beaucoup pour le temps consacré sur les explications du modèle et merci tout particulièrement pour le soutien moral au cours de l'année écoulée. La communication avec vous est harmonieuse et apaisante.

## **Julien Vincent**

Merci beaucoup pour ta grande aide au projet et pour avoir pu me soutenir avec des mots toujours aimables et de me rassurer sur le fait que tout se passera bien.

## **Mathieu Marquer**

J'ai eu le plaisir de partager un bureau avec toi. Je te remercie d'avoir répondu à toutes mes questions posées et de m'avoir parfois aidé à formuler des phrases à écrire lorsque la situation était très compliquée ;)

Merci à toute l'équipe de T-PRIOM : Andrea Cappella, Laurent Faure, Stéphane Skiba, Baptiste Martinet, Chloé Franoux et Boris Chevrier. Ce fut un plaisir de travailler avec vous.

**Lara Tappert**

Merci pour nos pauses thé ensemble, les plus douces. C'était très agréable de te rencontrer !

**Daria Kharkhan**

Спасибо большое тебе, мой милый Хархашик : за то, что была рядом и всегда была готова поддержать. Это удивительно, что мы с тобой здесь встретились.

**Laurent Ludwiczak**

Merci beaucoup, il est difficile pour moi d'imaginer que ce projet se serait terminé sans toi.

**Ma famille**

Спасибо большое, мои милые люди. Вы поддерживали меня и верили в меня, когда я в этом так нуждалась. Невообразимо представить, что данная работа была бы завершена без вас.

# Liste des symboles et abréviations

$a$  - paramètre de maille cristalline

$a'$  - phase de marténisite alpha prime

BF - bright field

$\epsilon$  - phase de marténsite epsilon

D - distance entre les bords des aspérités

DRX - diffraction des rayons X

E - module de Young

EDS - spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie

$F_{ad}$  - composante adhésive de la force de frottement

$F_{def}$  - composante de la deformation de la force de frottement

$\gamma$  - phase d'austénite

$\gamma_N$  - phase d'austénite expansée

$\theta_c$  - angle de contact

H - hauteur d'aspérité

HAADF - high-angle annular dark field

$\nu$  - le coefficient de Poisson

$\mu$  - coefficient de frottement

K - coefficient d'usure

MET - Microscope Électronique à Transmission

MDECR - Matrice Dipolaire Électron cyclotron Résonance

MEB - Microscope Électronique à Balayage

Ra - rugosité (écart moyen arithmétique)

sccm - standard cubic centimeters per minute

SDL - Spectroscopie à Décharge Luminescente

STEM - Scanning Transmission Electron Microscope

Sa - Surface apparente

Sc - Surface circonscrite

W - Largeur des aspérités (Width, ang.)

# Introduction Générale

Les frottements se caractérisent par une interaction qui s'oppose au mouvement relatif entre deux systèmes en contact. Ils constituent un gaspillage énergétique et sont aussi une source d'usure prématurée des surfaces qui y sont soumises. Il est donc important de chercher à les minimiser. L'optimisation des processus de frottement peut non seulement réduire le taux d'énergie dépensé lors du frottement, mais peut aussi réduire l'usure des pièces en contact. Dans les industries de pointe, telles que l'aéronautique, le domaine spatial, la production d'énergie utilisant des technologies avancées, l'amélioration des propriétés fonctionnelles des matériaux est de première importance. Elle est fortement liée aux performances de leurs surfaces sur lesquelles s'appliquent des chargements mécaniques (thermomécaniques) sévères.

Les optimisations les plus fréquentes en vue de diminuer les frottements, notamment dans le domaine des motorisations, sont constituées par l'amélioration de la lubrification. À titre d'exemple, une partie de moteur très sollicitée qui voit sa lubrification améliorée de façon, même minime, peut entraîner des économies de carburant importantes. Appliquée à la consommation mondiale de carburants aux fins de transports routiers, l'économie devient colossale et présente un enjeu écologique et économique majeur.

Il est bien évident que l'état morphologique des surfaces est primordial pour les processus de frottement. Un aspect majeur concerne la lubrification. Ce domaine est d'ailleurs largement étudié. Les frottements à sec sont en revanche peu considérés par les chercheurs. Pourtant toutes les surfaces ne peuvent pas être lubrifiées et les frottements à sec conduisent à des usures plus sévères. L'étude des frottements à sec offre donc de nom-

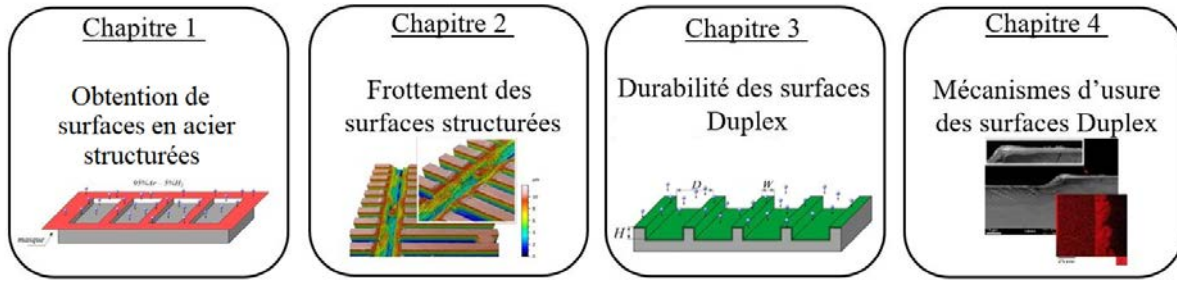


FIGURE 1 – Présentation des différents chapitres du présent manuscrit.

breuses opportunités de progression tant en matière de compréhension des phénomènes impliqués que de développements industriels. L'objectif de cette thèse se composant de quatre chapitres (voir figure 1) est d'étudier le frottement sec des surfaces métalliques structurées : les effets de structuration sur leur durabilité et les mécanismes d'usure. Plus particulièrement, nous avons essayé de développer des surfaces structurées à l'échelle micrométrique sur de l'acier inoxydable, basées sur une gravure ionique et un traitement thermo-chimique assistés par plasma froid. Des essais de frottements à sec sur les surfaces traitées ont été réalisés dans le but d'approfondir la compréhension des mécanismes de frottement sur des surfaces comportant différents motifs et d'améliorer la durabilité des structurations lors des frottements imposés.

Les travaux de cette thèse, financée conjointement par le Laboratoire d'Excellence DAMAS (Design of Alloy Metals for low-mAss Structures) et la Région Lorraine, ont été réalisés dans le cadre d'une collaboration entre (figure 2) :

- Le LEM3 (Laboratoire d'Étude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux), au sein de l'équipe T-PRIOM (Thermomécanique des PRocédés et des Interactions Outil-Matière), à Metz
- L'IJL (Institut Jean Lamour), au sein de l'équipe PPS (Plasmas Procédés Surfaces), à Nancy

Cette collaboration a été rendue nécessaire, car il s'imposait de réunir diverses compétences pour les études envisagées. Il ne suffisait pas de créer des surfaces, ou d'en étudier

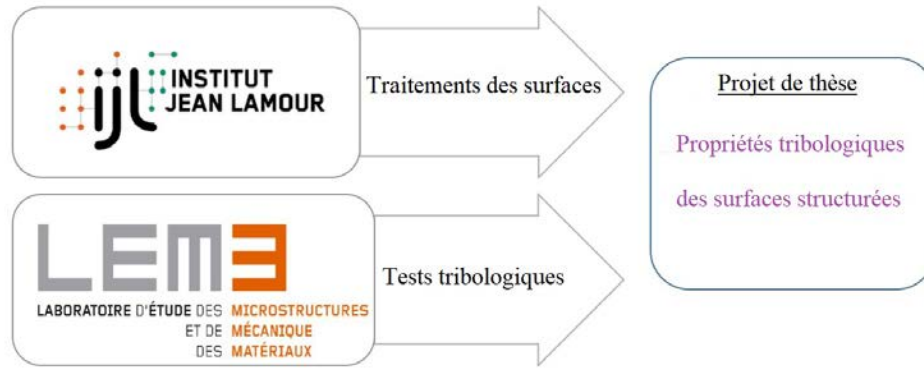


FIGURE 2 – Schéma de répartition des rôles dans le projet de thèse.

les propriétés tribologiques, mais bien de réaliser les deux en interdépendance.

Le premier chapitre aborde le sujet de la structuration comme une méthode prometteuse pour réduire le frottement, inspirée du biomimétisme qui ambitionne notamment de permettre à l'humanité de : nager comme un poisson, s'accrocher aux parois sans effort tel un Gecko, dépolluer les sols, l'eau ou l'air comme le fait la nature... Du grec bios - vie et mímésis - imitation, ce principe consiste à utiliser en ingénierie des formes, matières, propriétés, processus et fonctions d'un monde vivant qui, en milliards d'itérations, a sélectionné les voies les plus efficaces pour répondre à un besoin ou pour accorder un avantage évolutif décisif.

Les illustrations du biomimétisme sont nombreuses :

- dans les transports, l'étrange proue du Shinkansen, le train à grande vitesse japonais, s'inspire du bec du martin pêcheur pour réduire les surpressions lors de l'entrée dans les tunnels ;
- des chercheurs du CNRS ont copié la structure des antennes du papillon de nuit pour créer un micro-levier en silicium où s'alignent près de 500000 nanotubes en dioxyde de titane. Ce capteur permet de détecter des concentrations de TNT 1000 fois inférieures à celles reconnues par les capteurs actuels. Cette technologie pourrait être étendue à la détection de drogues ou de substances toxiques ;
- au quotidien, l'effet lotus rend de plus en plus de surfaces autonettoyantes entraînant

un gain de temps chez les uns, et une amélioration de l'hygiène chez les autres... Mais de quelle façon le biomimétisme peut-il influencer l'évolution d'un matériau omniprésent, mais dont le côté naturel laisse perplexe : l'acier ? La question mérite d'être posée alors que ce matériau, en raison de son coût raisonnable et de sa résistance reconnue, le rend indispensable dans de nombreux usages. Comme nous l'avons illustré pour l'amélioration de la lubrification de moteur thermique, la moindre optimisation de l'acier pourrait avoir un impact majeur en raison de la masse de matériau produite chaque année et de son utilisation généralisée. La nature peut ici servir d'inspiration pour la structuration de la surface des aciers. Doter un bateau d'une coque d'un acier qui fendrait les vagues avec l'aisance d'un requin laisse songeur, mais implique une question plus pragmatique : comment faire ?

L'ambition de ce manuscrit n'est pas d'être exhaustif sur cette question. Il s'agit ici de présenter une technique de structuration de l'acier (et plus particulièrement de l'acier austénitique), à savoir une gravure ionique sélective, et d'en étudier l'efficacité.

Les moyens de réaliser des surfaces structurées métalliques sont également énoncés. Il apparaît que la structuration sélective ionique des aciers s'est révélée être une méthode intéressante pour atteindre notre objectif. Elle permet en effet de structurer la surface sans affectation thermique et sans réaction chimique sur le matériau concerné, ce qui la rend en outre adaptable et polyvalente. Elle permet également de traiter simultanément un grand nombre d'échantillons, ce qui peut faciliter une utilisation industrielle le cas échéant.

La structuration des surfaces s'est en l'espèce appuyée sur l'expertise et l'outillage de l'Institut Jean Lamour à Nancy. Une fois la structuration réalisée, c'est l'expertise du laboratoire LEM3 de Metz qui a été sollicitée pour les tests tribologiques (chapitre 2), dont les résultats constituent le troisième chapitre.

Les tests tribologiques ont, pour ces travaux, été réalisés avec un tribomètre de type « Bille sur Plan » avec une bille d'alumine par frottement alternatif en optimisant les paramètres pour les surfaces structurées, avec une charge de 5 N, dans la direction perpendiculaire aux aspérités. Le frottement étant sévère à sec, il importe de s'intéresser à la durabilité de



la structuration, mais aussi à l'influence de la structuration sur le coefficient de frottement et son évolution au cours du frottement et les mécanismes d'usure.

La durabilité de la structuration dans le cadre d'un frottement sec est une importante problématique mais il existe des moyens de l'améliorer. Le chapitre 3 détaille la méthode que nous avons utilisée. Elle s'appuie sur un traitement des échantillons par nitruration. Ce processus consiste à intégrer des atomes d'azote dans le matériau. Il est de notoriété que la nitruration améliore la résistance des surfaces en acier. La nitruration d'une surface structurée n'est pas fréquente et constitue une approche originale. La superposition des deux traitements porte le nom dans ce manuscrit de «traitement Duplex».

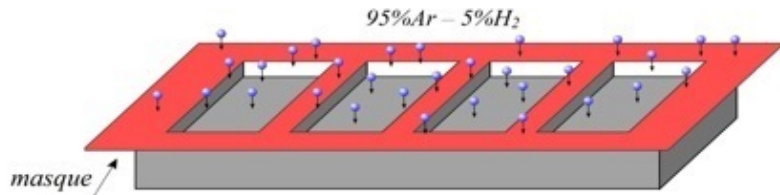
Si l'amélioration de la résistance d'une surface non structurée par nitruration est bien établie, nous allons étudier l'influence de la nitruration sur la durabilité de la structuration dans le cadre d'un traitement Duplex. Pour cela nous avons réalisé de nombreux tests comparatifs de frottement pour différentes distances (10, 1000 et 5000 cycles) sur des échantillons ayant subi un traitement Duplex.

Les résultats obtenus nous ont poussés à étudier les mécanismes d'usure à une échelle plus fine dans le chapitre 4. L'usure provoquant la formation de débris, un corps intermédiaire entre les surfaces en contact s'est formé. L'épaisseur de ce tribofilm varie en fonction de la structuration et plus particulièrement de l'espacement entre les motifs.



# Chapitre 1

## Obtention



## des surfaces structurées en acier.

### Sommaire

1.1	Structuration des surfaces . . . . .	<b>18</b>
1.1.1	Introduction . . . . .	18
1.1.2	Quelques applications de surfaces structurées . . . . .	19
1.1.3	Matériau à structurer : acier inoxydable AISI 316LM . . . . .	22
1.1.4	Techniques conventionnelles de structuration des surfaces en acier . . . . .	26
1.1.5	Structuration des surfaces par plasma . . . . .	31
1.2	Fabrication des structures dans l'acier AISI 316LM . . . . .	<b>34</b>
1.2.1	Introduction : le réacteur MDECR . . . . .	34
1.2.2	Déroulement d'un traitement de structuration . . . . .	35
1.2.3	Caractérisation de l'acier structuré. . . . .	38
1.3	Conclusion . . . . .	<b>41</b>

## 1.1 Structuration des surfaces

### 1.1.1 Introduction

Au cours des dernières décennies, l'étude et la mise au point de procédés de structuration des surfaces sont devenues un domaine d'intérêt important à la fois pour les chercheurs et les industriels. L'extrait des ressources bibliographiques, réalisées à partir de la base de données "Web of Knowledge" impliquant tous les articles dans le domaine de la structuration de surface (1996-2019), montre une progression très importante de cette thématique (voir figure 1.1a).

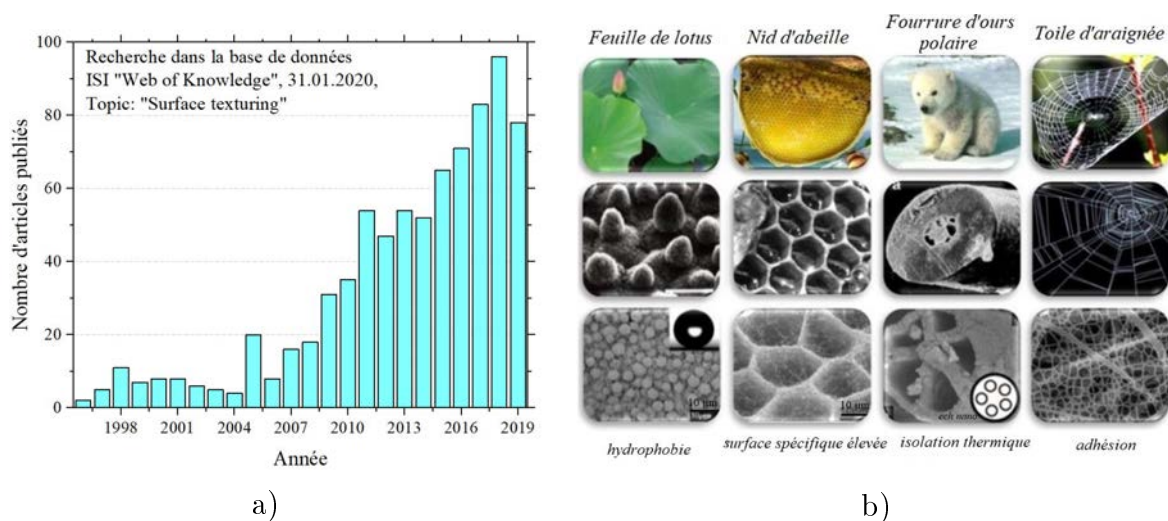


FIGURE 1.1 – Statistiques issues de la base de données "Web of Knowledge" pour la période 1996-2019 des articles comportant les termes « surface texturing » (a) et exemples de surfaces structurées présentes dans la nature [1] (b).

Il existe de nombreux domaines industriels dans lesquels la structuration de surface constitue un enjeu majeur et se développe rapidement [2–7]. En effet, elle permet, selon les applications visées, soit d'optimiser des performances ou/et d'apporter des propriétés fonctionnelles nouvelles. Les motifs réalisés déterminent la topographie de la surface. La structuration peut être déterministe (avec un motif ordonné) ou non. Les performances d'une surface structurée dépendent des propriétés des motifs (géométrie, dimensions, taux de couverture...) et de son mode d'interactions avec l'environnement pour l'application

choisie (mécanique, optique, biologique, etc). Dans la bibliographie, le terme texturation est très souvent employé. Dans ce mémoire, nous avons fait le choix d'utiliser le terme «structuration» pour éviter les confusions avec la texture d'un matériau qui caractérise en métallurgie l'orientation cristallographique des grains.

### 1.1.2 Quelques applications de surfaces structurées

Initialement, l'idée de structurer des surfaces est venue par l'inspiration de phénomènes observés dans la nature (bio-mimétisme). La figure 1.1b, en propose quelques exemples [1] : du réseau en nid d'abeille aux plots nanométriques sur les feuilles de lotus, les motifs naturels ont des fonctions bien spécifiques pour protéger (isolation hydrophobe ou thermique), optimiser l'espace de stockage (forte surface spécifique) ou encore participer à la stratégie de piégeage de proies, (modulation de l'adhésion), etc. Plusieurs de ces propriétés sont recherchées dans de nombreux secteurs industriels dont les applications peuvent toucher des problématiques sensibles liées au développement durable, à l'économie de matières premières ou encore à la recyclabilité : la création de revêtements antiadhésifs, l'allègement des structures, la lubrification optimisée des surfaces, les couches minces anti-givre, des pièces ayant une meilleure tenue mécanique sous sollicitations sévères, etc [8–10].

Comme visible dans la figure 1.1b, les motifs se caractérisent par des dimensions très diverses, allant de l'échelle micro à la taille nanométrique. Le plus souvent, les motifs nanométriques sont produits pour la réalisation de surface à caractère hydrophobe [11–14]. Une application concrète concerne l'aéronautique, comme montré à la figure 1.3, avec la réalisation de surfaces antigivre : la réduction de mouillabilité affecte la durée de contact du liquide avec la surface ainsi que sa vitesse d'évaporation [15]. De façon plus générale, cette modulation du temps de contact liquide-surface est très importante puisqu'elle autorise le contrôle de l'intensité des réactions chimiques qui peuvent se produire.

Les surfaces structurées à l'échelle micrométrique sont utilisées plus fréquemment dans le domaine tribologique, pour la réduction du frottement entre des pièces en contact [11, 17–20]. Un bon exemple de biomimétisme dans la tribologie est la peau de serpent. Dépourvu de pattes, cet animal à la face ventrale du corps en contact permanent avec le

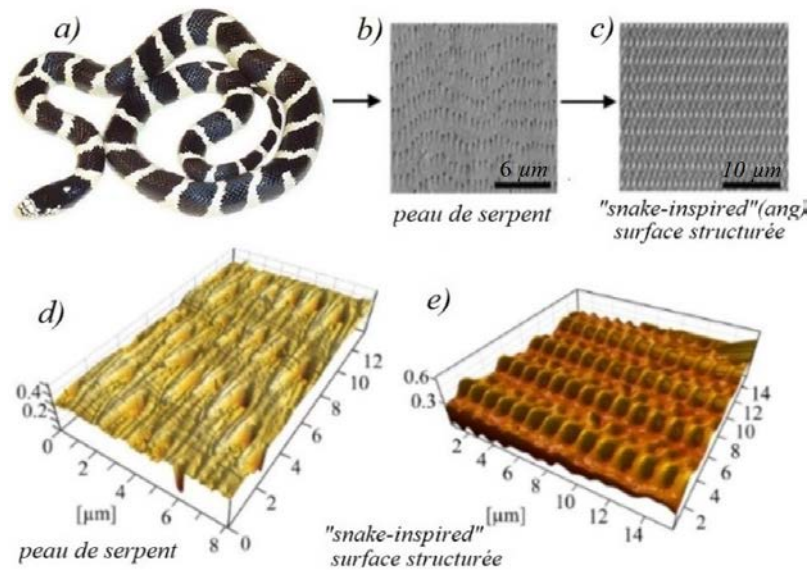


FIGURE 1.2 – Photographie de serpent Californien (a) ; Micrographie MEB de la partie ventrale de la peau de serpent (b) ; Micrographie MEB d'une surface de polymère microstructurée reproduisant les microstructures de la peau de serpent (c). Image 3D : peau de serpent (d) et surface structurée (e) [16].

sol. La surface de sa peau doit donc avoir des propriétés de frottement optimisées afin de lui permettre de glisser sur le sol [21]. La figure 1.2 montre une peau de serpent et une surface structurée à l'échelle micrométrique ( $R_a$  de  $0,1 \mu\text{m}$ ), publiée par Baum [16]. Ce serpent, un royal de Californie, est présenté à figure 1.2a. Les auteurs ont reproduit les motifs de la peau de ce serpent sur une surface de polymère en utilisant un procédé de lithographie. Sur les figures 1.2b et c, sont comparés les photographies MEB de la peau naturelle et artificielle. Les figures 1.2e et f, montrent la topographie de ces surfaces en 3D. On observe de grandes similitudes entre ces surfaces. Le frottement a été étudié dans trois directions différentes : dans la direction correspondant au déplacement de l'animal vers l'avant, dans la direction opposée et dans la direction latérale, perpendiculaire à deux autres directions. Les résultats des essais ont montré que la structuration spécifique de la surface ventrale des serpents ne réduisait pas seulement le coefficient de frottement (défini dans le chapitre suivant) tout en générant des propriétés de frottement anisotropes, mais réduisait également les vibrations pendant le glissement, ce qui pourrait constituer une adaptation naturelle pour réduire l'usure des surfaces structurées.

L'industrie automobile développe et utilise des surfaces structurées en forme de fossettes

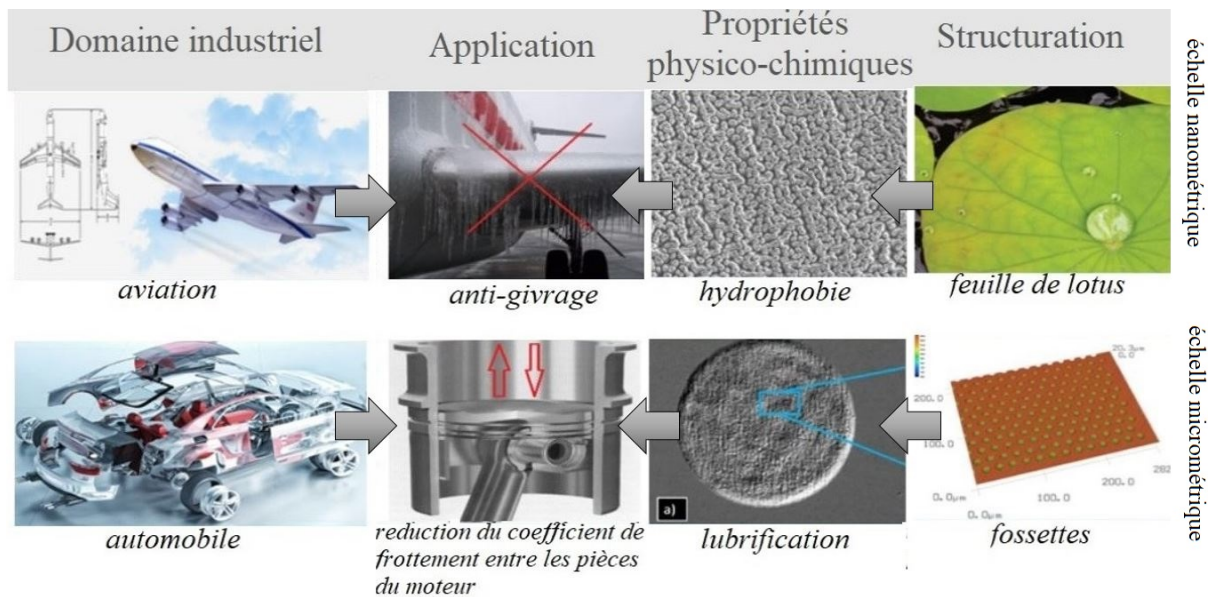


FIGURE 1.3 – Exemples de surfaces structurées appliquées dans les industries de transport [1].

afin de retenir le lubrifiant dans le contact lors du frottement entre des pièces du moteur (figure 1.3). En médecine, la structuration peut être utilisée, à la fois à l'échelle micrométrique pour réduire le frottement entre la surface des prothèses et la contrepartie [22], et à l'échelle nanométrique pour donner aux divers instruments (chirurgicaux, analyses biologiques, etc) des propriétés hydrophobes [23], antibactériennes [24] (réduisant l'adhésion aux bactéries) et autonettoyantes [25]. Des effets combinatoires sont également explorés, avec la création de surfaces structurées à double échelle. Les travaux de Cordeiro [11] sur des implants en titane en sont un exemple : la structuration à l'échelle micrométrique permet une bonne fixation des cellules, un contact os/implant plus élevé et une plus grande résistance à la torsion, tandis que la structuration nanométrique induit une meilleure adsorption des protéines grâce à une réponse cellulaire optimisée.

Concrètement, la taille et la géométrie des motifs à produire sont des paramètres étroitement dépendants de l'application et de la nature du matériau utilisé. Les formes les plus courantes dans la littérature sont les micro-fossettes et les aspérités linéaires [11, 17–20, 26]. La figure 1.4 représente deux surfaces en polymère (PEEK : polyétheréthercétone) structurées par laser à deux longueurs d'onde différentes (1064 nm et 532,35 nm) pour former

des motifs linéaires [26]. Comme montré dans les deux encarts (figures 1.4a et 1.4b), ces surfaces sont caractérisées par des mouillabilités différentes : d'hydrophile ( $\theta_c$  de  $59,5^\circ$ ) en figure 1.4a, un caractère hydrophobe est observé sur la figure 1.4b ( $\theta_c$  de  $131^\circ$ ). Ce résultat prouve que la forme globale des motifs n'est pas le seul facteur impactant la fonctionnalité : les longueurs d'onde testées induisent soit une fonte partielle du polymère (1064 nm), soit son ablation (532,35 nm). Il en résulte des structures linéaires de facteur d'aspect différents. Ceci a un rôle sur la mouillabilité et, dans le cadre des travaux cités en référence [26], sur les propriétés d'alignement des cellules le long des structures. A titre de comparaison, une surface non structurée (figure 1.4c) présente une mouillabilité intermédiaire aux deux cas précédents.

La médecine est donc une science pour laquelle la structuration des surfaces représente des enjeux majeurs. Les matériaux concernés doivent être de plus biocompatibles : polymères, alliages de titane [11] ou encore les aciers [27]. Cette dernière famille de matériaux est aussi très présente dans d'autres secteurs.

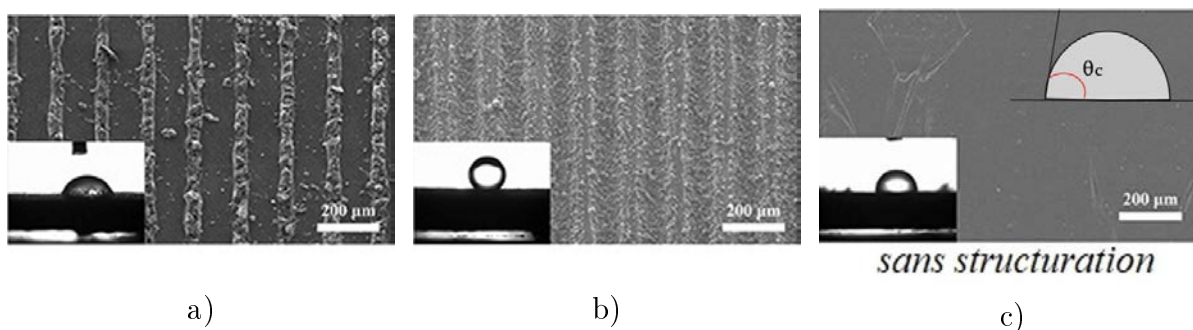


FIGURE 1.4 – Images MEB de surfaces en polymère (PEEK : polyétheréthercétone) traitées au laser de longueur d'onde 1 064 nm (a), 532 nm (b), (c) : surface non traitée laser. Encarts : images optiques de gouttes d'eau déposées sur les surfaces correspondantes.  $\theta_c$  est l'angle de contact de la goutte [26].

### 1.1.3 Matériau à structurer : acier inoxydable AISI 316LM

L'acier est un matériau qui est couramment utilisé. En un quart de siècle, la production mondiale d'acier a augmenté de plus de 160 %, passant d'environ 75 Mt/an en 1996 à près de 200 Mt/an aujourd'hui [28]. Les marchés concernés sont très divers et à forte croissance (figure 1.5).



Dans cette famille, l'acier inoxydable est un matériau idéal pour de nombreuses applications pour lesquelles une bonne résistance à la corrosion est requise. La forte teneur en chrome (15-20 % en masse) contribue à la formation d'une fine couche d'oxyde de type  $Cr_2O_3$  qui constitue une enveloppe protectrice qui fait barrière à la corrosion [29, 30].

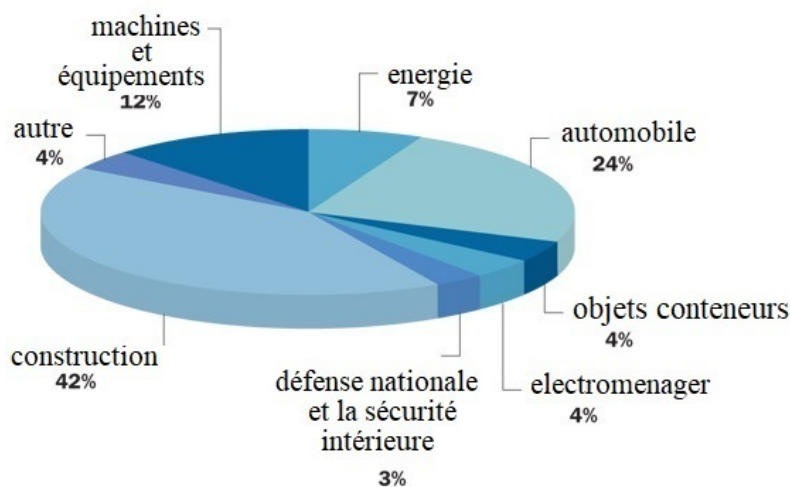


FIGURE 1.5 – Principaux marchés consommateurs d'acier à l'échelle mondiale [31].

Les aciers inoxydables peuvent être classés, en fonction de leur structure cristalline, en quatre types principaux : austénitique, ferritique, martensitique et duplex (austénite+ferrite). Comme présenté sur le diagramme de Schaeffler (figure 1.6a), c'est la teneur en nickel et en chrome qui détermine la phase du matériau. Les mailles de type austénitique, martensitique et ferritique sont représentées en figure 1.6b.

Les études présentées dans ce manuscrit ont été réalisées à partir d'un acier AISI 316LM. Sa composition est donnée dans le tableau 1.1. Dans l'appellation de cet acier, le « L » signifie Low carbon et le « M » médical. Grâce à sa teneur en molybdène, l'alliage 316LM offre d'excellentes résistances à la traction, au fluage et à la rupture sous contrainte, ainsi qu'une formabilité et une soudabilité exceptionnelles [34, 35]. A partir du diagramme de Schaeffler, on voit qu'il s'agit d'un acier inoxydable austénitique, dont la structure cristalline est cubique à faces centrées (figure 1.6b). La teneur en nickel permet de stabiliser l'austénite. Malgré cela, des transformations de phase sont possibles : sous l'effet de fortes déformations mécaniques à froid, des transformations martensitiques peuvent avoir

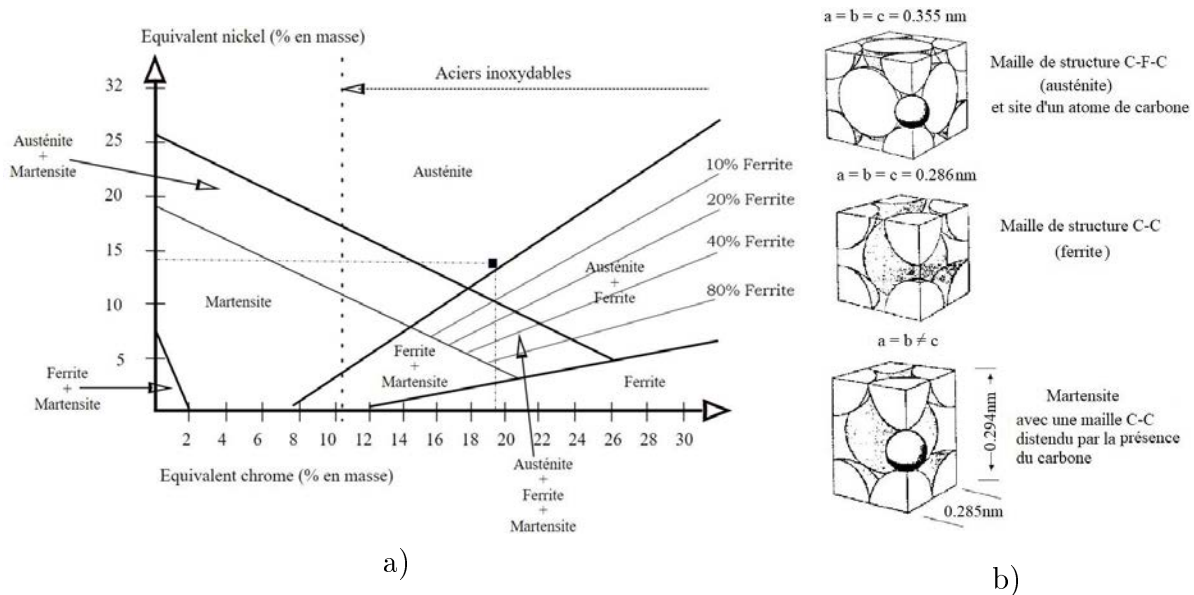


FIGURE 1.6 – Diagramme de Schaeffler (a) illustrant les familles d’aciers inoxydables en fonction de la teneur en nickel et en chrome [32] et les structures cristallines (b) correspondant à l’austénite, ferrite et martensite [33].

lieu [36]. Les propriétés principales de cet acier sont présentées dans le tableau 1.2. La combinaison de ces propriétés avec le faible coût de ce matériau et sa recyclabilité justifient son utilisation très répandue [37, 38] dans de nombreux domaines d’applications : médecine, nucléaire, aéronautique, construction navale, ustensiles, bijouterie, etc.

Elément	Fe	Cr	Ni	Mn	Mo	Cu	C	N	Si	P	S
% masse	61,45	19,83	13,03	2,42	2,38	0,18	0,004	0,08	0,5	0,02	0,005
% at	60,90	21,15	12,3	2,45	1,38	0,16	0,02	0,35	1,04	0,05	0,01

Tableau 1.1 – Composition chimique de l’acier Inoxydable AISI 316LM utilisé dans ces travaux (obtenue par analyse SDL).

L’acier 316LM a été fourni, par la société Couzon, sous forme de barres de 65 mm de diamètre et de 2 m de longueur. Une première étape a consisté à en extraire des barres de plus petites dimensions, 20 mm de diamètre, par découpe au jet d’eau en évitant la peau de lingot initial afin d’assurer une bonne homogénéité des propriétés intrinsèques du matériau. Par la suite, ces barres ont été découpées en palets de 4 mm d’épaisseur. Les échantillons ainsi produits ont été préparés comme suit : polissage manuel au papier abrasif (grains de SiC, grade 800 à 2400) puis au drap enduit d’une pâte diamant de 3  $\mu\text{m}$  puis 1  $\mu\text{m}$  pour une finition "poli-miroir", un nettoyage à l’éthanol en bain à ultrasons

Propriétés de l'acier 316 LM	Valeur
Température de fusion	1400 °C
Masse volumique	7,9 g.cm <sup>-3</sup>
Dureté	210 HV
Coefficient de dilatation à temp. amb.	15,9 10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>
Conductivité thermique à temp. amb.	16 J.cm <sup>-1</sup> .S <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup>
Module Young	250 GPa
Coefficient de Poisson	0,3

Tableau 1.2 – Principales propriétés de l'acier INOX 316 LM [ [34, 35]] : physiques (densité), mécaniques (dureté, module d'élasticité), thermiques (point de fusion, conductivité thermique).

et un séchage. L'épaisseur retenue convient au porte-échantillons dont est équipé le diffractomètre Bruker D8 Advance de l'IJL, utilisé pour caractériser les phases du matériau. En configuration Bragg-Brentano ( $\theta - 2\theta$ ), cet outil possède un monochromateur de Ge (111), permettant de discriminer la longueur d'onde  $\lambda$  du Cuivre ( $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$ ). La figure 1.7a présente un diffractogramme obtenu sur un échantillon AISI 316 LM. Les raies (111), (200), (220), (311) et (222) de l'austénite (également appelée phase  $\gamma$ ) apparaissent [39, 40]. A partir de la position de ces pics, il est possible de déterminer le paramètre de maille [41] :  $a = 0,36 \text{ nm}$ . Sur la figure 1.7b apparaît une photo de la surface de l'échantillon après attaque chimique à l'acide oxalique. Les grains, clairement visibles, ont une taille moyenne de  $20 \text{ }\mu\text{m}$ .

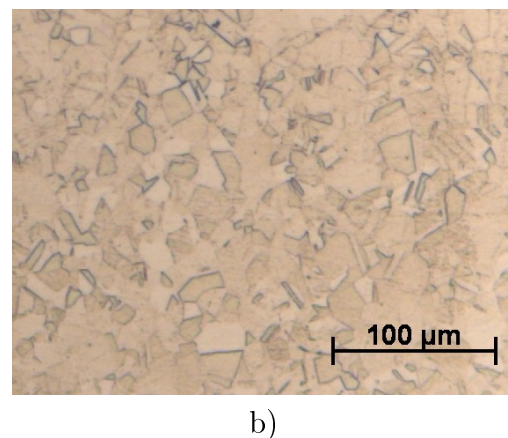
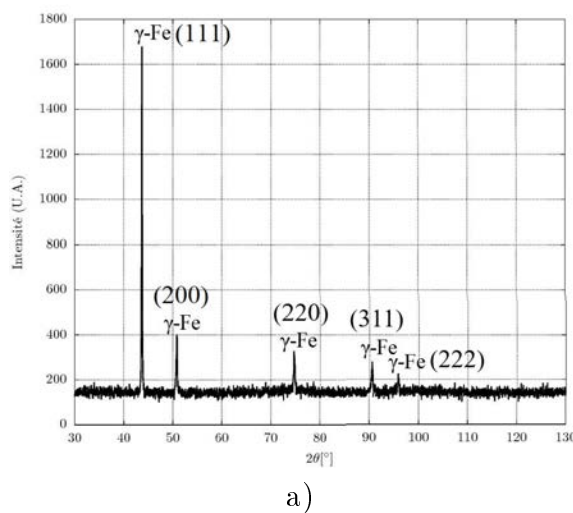


FIGURE 1.7 – Diffractogramme obtenu sur un échantillon de l'acier 316 LM non traité (a) et image prise au microscope optique de la surface après attaque à l'acide oxalique (b).

### 1.1.4 Techniques conventionnelles de structuration des surfaces en acier

Dans cette section, nous allons dresser un tableau des principales technologies existantes pour structurer les surfaces métalliques. Étant données la diversité dimensionnelle et de forme à produire, il est impératif que le procédé adopté soit strictement contrôlé afin d'apporter à la surface les propriétés fonctionnelles souhaitées.

Selon Bruzzone [42], les techniques de structuration peuvent être divisées en 4 classes : addition de matière, suppression de matière, déplacement de matière et auto-organisation. Les méthodes les plus courantes dans l'industrie, anciennes ou en pleine émergence, sont : l'estampage et autres techniques mécaniques, le grenailage, la structuration par laser, l'impression 3D, le dépôt de couche mince, l'attaque chimique, la gravure plasma [43]. Quelques-unes de ces méthodes et les échelles associées sont données à la figure 1.8. Dans les paragraphes suivants, nous allons décrire succinctement certaines d'entre-elles.

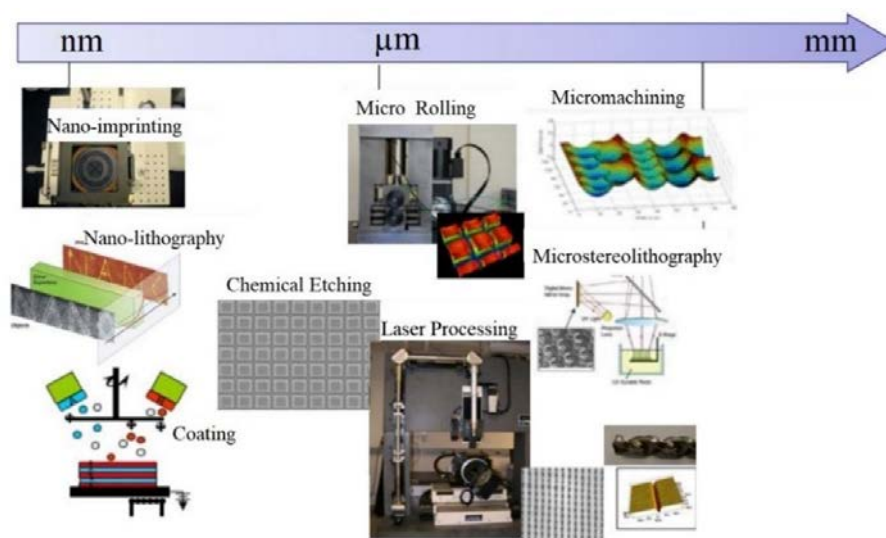


FIGURE 1.8 – Méthodes de fabrication des surfaces structurées aux différentes échelles [43].

Les procédés mécaniques pour la structuration des surfaces métalliques sont certainement les plus répandus industriellement car simples à mettre en œuvre et globalement peu chers. Ils se divisent en deux grandes familles :

- les procédés déterministes, pour lesquels la taille, la forme et la répartition des motifs sont choisis et obtenus par le choix approprié d'un outil ou d'un moule (figure 1.9a) [44]. L'usinage et l'indentation [45–47] font partie de ces techniques. Certaines études ont montré l'augmentation du caractère hydrophobe de surfaces en TiAl6V [48] structurées par usinage, et en aluminium [49] structurées par micro-roulement.

- les procédés non déterministes où les propriétés des motifs créés ne sont pas précisément choisis. Le grénaillage ultrasonore SMAT [50] (Surface Mechanical Attrition Treatment) en est un exemple : la rugosité d'une surface soumise à un bombardement de billes va dépendre de la durée du procédé, de la nature et du diamètre des billes, des énergies mises en jeu lors des chocs billes/surface (figure 1.9b [44]).

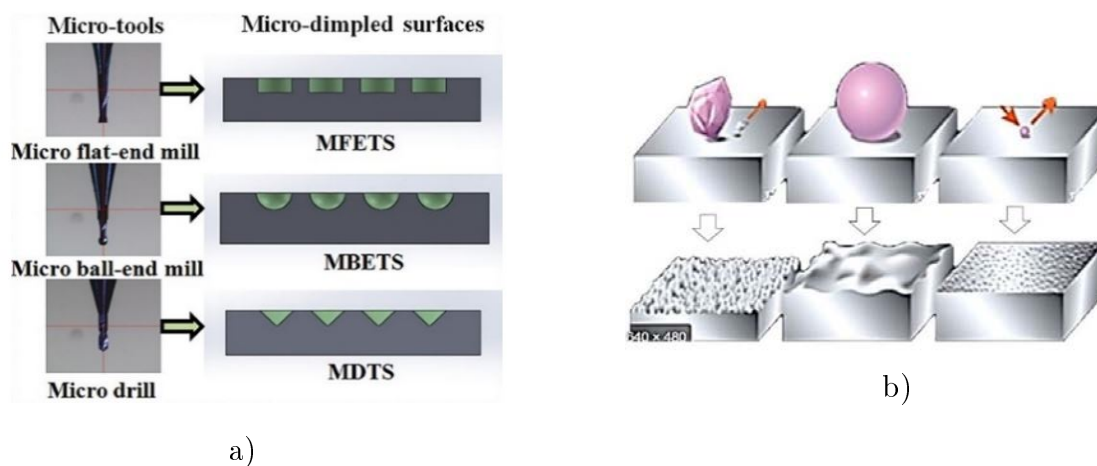


FIGURE 1.9 – Exemples de surfaces structurées : par usinage [48](a) et par grénaillage [44](b).

Les travaux de Thiriet [51] ont montré qu'un traitement par SMAT d'une surface en acier AISI 316L conduit à un raffinement des grains sur une certaine épaisseur. Une structure granulaire nanométrique/ultrafine est formée avec une densité de défauts élevée, ce qui augmente la dureté et la résistance à l'usure de la surface. En outre, ce procédé peut être appliqué en tant que pré-traitement à un traitement thermochimique de nitruration, car il augmente la cinétique de diffusion des atomes d'azote à l'intérieur du matériau [38, 52, 53] ce qui conduit à la formation des couches plus épaisses [54].

De façon générale, les structurations de surface mécaniques permettent de créer des motifs aux formes simples et dans une gamme de dimensions allant jusqu'à la centaine de

nanomètres. Les motifs tridimensionnels ne sont pas réalisables et il est difficile de mettre en œuvre ces techniques sur de grandes surfaces. Les méthodes impliquant des faisceaux laser permettent, en grande partie, de pallier ces limitations.

La structuration de surface par laser (LST : Laser Surface Texturing) est la principale méthode de structuration des surfaces métalliques à l'échelle micrométrique. Suivant les caractéristiques du faisceau utilisé (longueur d'onde, fluence, fréquence du pulse), cette technologie structure la surface par déplacement (effet marangoni suite à la fusion superficielle du matériau) ou enlèvement de matière (évaporation ou ablation) suivant l'intensité des échanges thermiques qui se produisent [55–57]. Les motifs les plus souvent réalisés sont des réseaux de trous ou de tranchées (figure 1.10a) [26]. La résolution est limitée par la taille du faisceau. Un autre inconvénient est celui de devoir accumuler plusieurs tirs au mêmes endroits pour obtenir la profondeur du motif souhaité, ce qui peut entraîner des temps longs pour la production de motifs sur de grandes surfaces et à fort taux de couverture. Cependant, des montages plus complexes mettant en jeu plusieurs faisceaux travaillant en interférences permettent de couvrir en simultanée des surfaces de quelques  $\text{mm}^2$  voire  $\text{cm}^2$ , selon la puissance des lasers [58, 59]. Le développement récent des technologies LST permet de réaliser une structuration à micro et nano échelles en utilisant des lasers picosecondes, pour améliorer, par exemple, la superhydrophobie des surfaces en nickel [60].

Les lasers nano ou picosecondes induisent une élévation locale de la température du matériau. Ceci peut conduire de la fissuration et/ou un changement de microstructure, impactant potentiellement sur la durée de vie et la fatigue du matériau (figure 1.10b) [61]. Pour supprimer ces défauts, l'emploi de lasers à plus hautes fréquences (femtosecondes) élimine les effets thermiques et réduit les mécanismes d'interaction laser-surface à l'ablation. Cependant, dans certains cas les effets thermiques sont recherchés : la production de ripples induit une structuration à double échelle ayant des propriétés intéressantes [62], le choc thermique associé à un refroidissement très rapide après passage du faisceau peut induire une transformation de type martensitique utile pour certaines applications [63].

Une autre technique de structuration utilisant des sources laser est l'impression 3D ou fabrication additive. En plein essor, ce procédé appartient à la classe « ajout de matière »

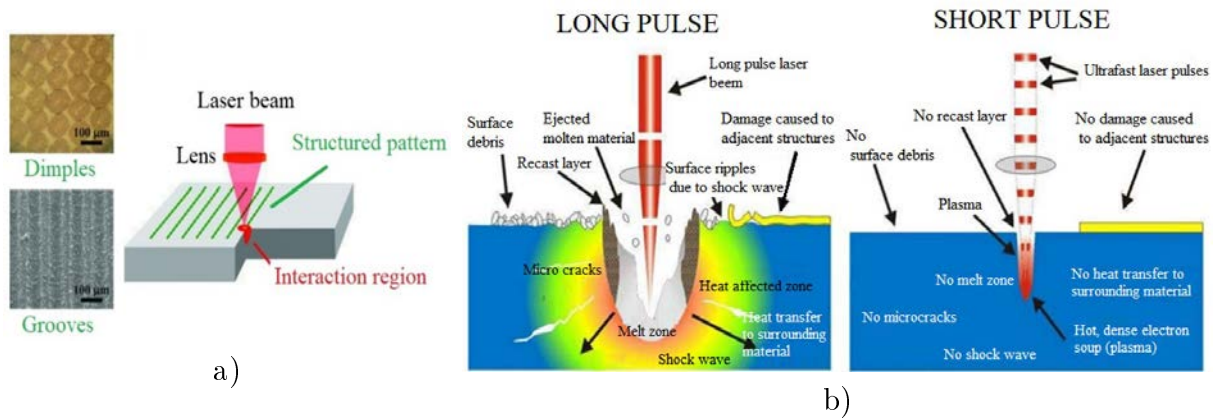


FIGURE 1.10 – Schéma du principe de fonctionnement de la structuration de surface au laser (LST) [26] (a) et effets de différents régimes d’impulsions laser sur l’ablation de matériaux [64] (b).

et permet de réaliser des structures positives (croissance de motifs au-dessus de la surface initiale) dont la géométrie est prédéfinie par un dessin technique obtenu à l’aide d’un logiciel de CAO [65]. Deux méthodes peuvent être appliquées :

- Procédé SLM (Selective Laser Melting) : il consiste à faire fondre successivement des couches de poudres métalliques dans une chambre dont l’atmosphère est contrôlée [66]. Les couches de poudre sont fondues au passage du faisceau laser (exemple : laser CO<sub>2</sub>, laser Nd :YAG ou laser fiber ytterbium) [67]. Celui-ci est commandé mécaniquement à partir du dessin CAO préalablement établi.
- Procédé SLS (Selective Laser Sintering) : les motifs sont fabriqués à partir de poudre de matériaux qui sont sélectivement frittés (chauffés et fusionnés) par un laser de forte puissance [68].

L’impression 3D permet soit de faire croître des motifs visant directement à donner la fonctionnalité souhaitée à la surface, soit de fabriquer des motifs constituant localement des masques pour protéger certaines parties de la surface lors de procédés de structuration ultérieurs [69]. Cette technique implique un grand nombre de paramètres qu’il convient de contrôler pour accéder aux propriétés visées [70] : nature des substrats à couvrir, nature et taille des poudres à utiliser [71, 72], propriétés du faisceau laser (puissance, taille, vitesse et direction de balayage). Holovenko et ses collaborateurs [73] ont fabriqué diverses surfaces structurées en acier (pyramides, champignons, fibres ; voir figure 1.11)

en utilisant le procédé SLM à partir de poudre d'acier AISI 316L (particules de 10 à 45  $\mu\text{m}$  de diamètre). Lors d'essais comparatifs de frottement unidirectionnel (à sec) sur des surfaces non structurées, ils ont mis en évidence un effet positif de certaines structures sur le coefficient de frottement, avec dans certains cas une diminution d'un facteur 5 par rapport à une surface initiale lisse.

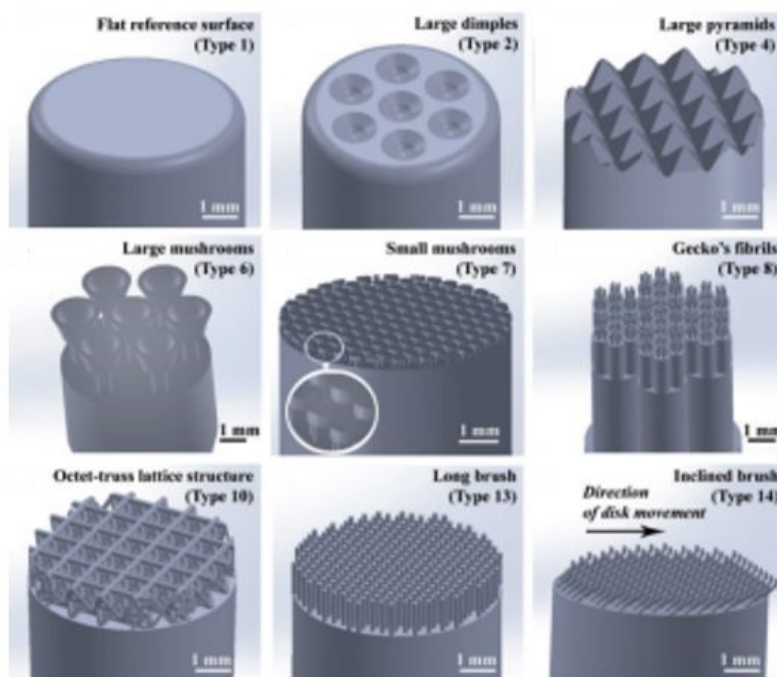


FIGURE 1.11 – Exemples de surfaces de l'acier AISI 316L structurées à partir du procédé SLM [73].

Les méthodes mécaniques et par laser, présentées dans cette section, ont chacune leurs avantages et leurs inconvénients. Comparées aux méthodes chimiques, non décrites dans ce chapitre [74, 75], elles permettent d'accéder de façon contrôlée aux dimensions micro et nanométriques. Cependant, pour des structures négatives, ces deux techniques ne permettent pas de réaliser des motifs aux facteurs d'aspect importants, ni de structurer en même temps plusieurs pièces réunies dans un même lot. Face à ces limitations, la gravure sèche par plasma réactif représente une bonne alternative.



### 1.1.5 Structuration des surfaces par plasma

Le plasma est communément désigné comme étant le quatrième état de la matière. Il s'agit d'un gaz fortement ionisé, globalement neutre, contenant des électrons, des ions, des radicaux, des atomes, des molécules et des photons [76]. Sur terre, il existe peu de plasma à l'état naturel : on peut citer les aurores boréales créées par l'interaction des particules issues du vent solaire avec la haute atmosphère (figure 1.12a) [77], ou encore les éclairs par temps d'orage. L'énergie nécessaire pour passer de l'état gazeux à l'état plasma peut être apportée sous forme thermique ou électromagnétique. Aujourd'hui, une large variété de plasmas « artificiels » sont créés, étudiés, optimisés et utilisés dans de nombreuses applications industrielles. Les modes d'excitation électromagnétiques sont basés sur des systèmes diodes en régime continu ou pulsé [78], des sources microondes [79] ou radiofréquences (figures 1.12b,c) [80]. A partir des années 60, c'est l'industrie de la microélectronique qui a fortement contribué à l'essor des bêtis de traitements de surface par plasma pour la gravure de wafers et le dépôt de couches minces [81–83]. Actuellement, les applications concernent des domaines très divers : la dépollution avec le traitement des déchets [84], les transports avec la propulsion ionique [85, 86], le secteur médical avec le traitement des cellules cancéreuses [87], l'électronique grand public avec le développement de procédés de gravure contrôlés et à fort rapport d'aspect [88–91], la mécanique avec la mise en œuvre de procédés thermochimiques ioniques [92], etc.

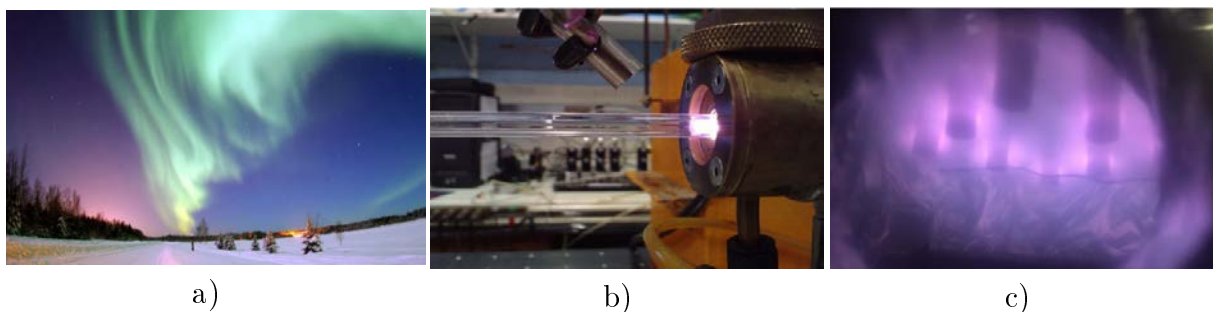


FIGURE 1.12 – Différents types de plasma : plasma naturel (aurores boréales [77] (a) et plasmas de laboratoire (décharge micro-onde dans l'hélium à la pression atmosphérique [93](b), plasma d'argon produit à basse pression à l'aide de rayons microondes (c) [94].

Pour structurer une surface métallique par plasma, trois méthodes peuvent être appliquées :

- Ajout contrôlé de matière par dépôt de film mince [95]
- Traitement thermochimique sélectif [96]
- Gravure de la surface à travers un masque [69]

La structuration de surfaces d'acier AISI 316L par traitement thermochimique (nitruration, carburation) a été mise en œuvre et étudiée à l'IJL [97]. Au cours du procédé effectué à travers un masque préalablement déposé sur la surface polie du métal, les zones non couvertes gonflent sous l'action des fortes contraintes de compression dues à l'insertion des atomes d'azote ou de carbone dans la maille de type CFC de l'austénite. Ce gonflement produit localement une élévation du matériau de quelques micromètres [69]. La figure 1.13 illustre ce phénomène : une nitruration de 4 h à 400 °C réalisée dans un réacteur DECR (voir section 2) sous un mélange  $N_2/H_2$  (90/10 %) à travers un masque conduit à une structuration positive formant le logo de l'IJL. Constituée d'austénite enrichie en azote (voir chapitre 3), cette structure présente de bonnes propriétés mécaniques pour la résistance à l'usure et à la déformation. Ce procédé relativement peu coûteux et versatile, est adapté pour la création de motifs à l'échelle micrométrique.

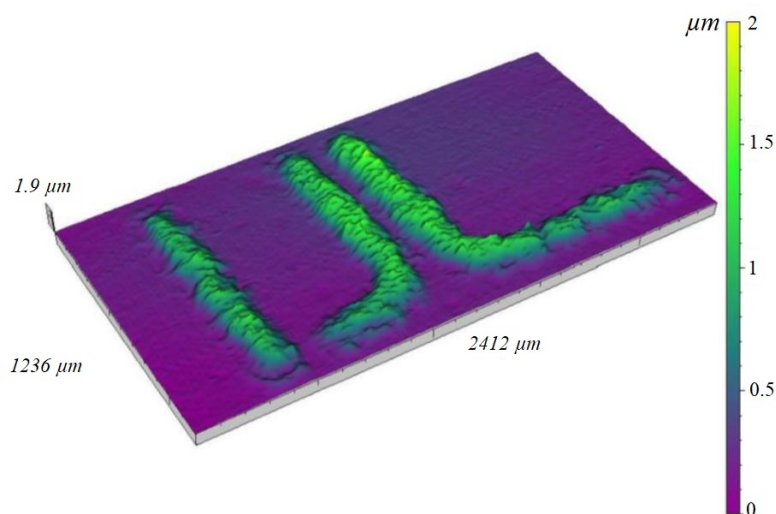


FIGURE 1.13 – Image 3D prise par profilométrie interférométrique de la surface d'un acier AISI 316L structurée par nitruration sélective à travers un masque [69].

La gravure sèche par plasma réactif est un procédé étudié depuis de nombreuses années et qui a contribué à l'essor de la microélectronique [82]. En utilisant un masquage adapté (par

lithographie notamment [98]), il est possible de sélectionner les zones à attaquer [88, 99]. Ce processus permet de créer une surface structurée de l'échelle micrométrique à l'échelle nanométrique avec une très grande précision [100]. Trois types de gravure peuvent être mises en œuvre : la gravure chimique, physique et réactive (RIE : Reactive Ion Etching). Lors d'une gravure chimique, il y a interaction entre une espèce active du plasma (atome, ou radical) et la surface pour former un sous-produit volatil. Cette gravure est lente et isotrope (figure 1.14a). La gravure physique est produite par le bombardement d'ions sur la surface du matériau qui joue le rôle de cathode. Les mécanismes de pulvérisation qui s'ensuivent permettent la formation de motifs anisotropes avec une assez bonne cinétique (figure 1.14a) [101]. La gravure réactive est la combinaison des deux techniques précédentes : à la figure 1.14b, le graphe issu des travaux de Coburn et Winters [82] montre clairement l'effet de synergie des ions et des neutres pour la gravure [90]. Ceci s'explique par une pulvérisation ionique optimisée suite aux mécanismes de réactions chimiques dus aux neutres.

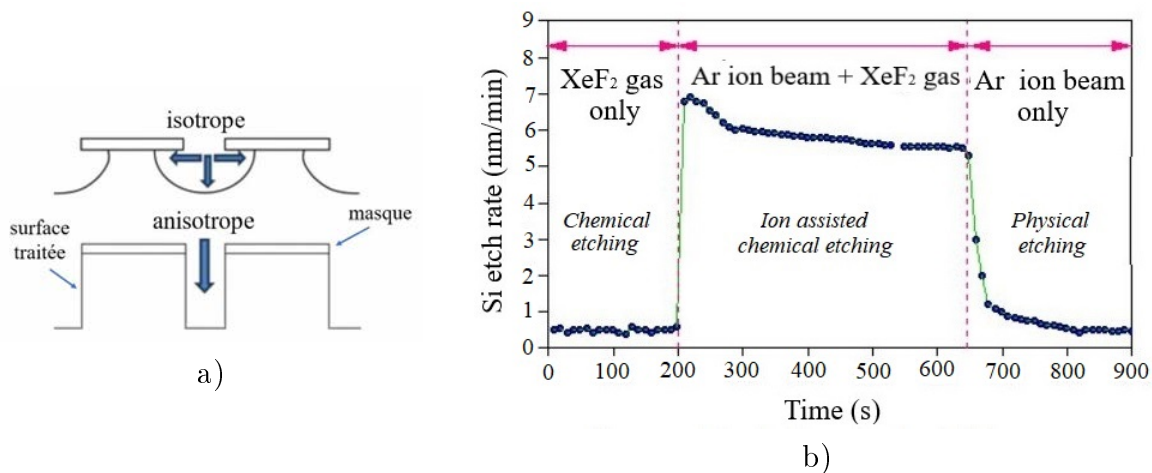


FIGURE 1.14 – Mise en évidence de gravures isotropes et anisotropes (a) [102] et de l'efficacité des gravures réactives (RIE) sur substrat de silicium en plasma  $XeF_2$  et ions  $Ar^+$  (b) [82].

Malgré une cinétique plus faible que la gravure réactive, la gravure ionique présente un avantage important : elle peut être mise en œuvre sur tout type de surface. Les gaz employés sont généralement inertes, l'argon en est l'exemple le plus simple et le plus répandu. Ce processus n'est pas sélectif : l'attaque se produit aussi bien sur le masque que sur les parties non couvertes du substrat. Il est donc impératif, pour réaliser des

motifs à fort rapport d'aspect, de produire des masques suffisamment résistants pour ne pas qu'ils soient complètement consommés avant la fin du processus. La gravure ionique est souvent utilisée pour le nettoyage des surfaces sans contact ou la purification de nanotubes [89], pour la réalisation de lames minces (mise en oeuvre de la technique FIB : Focused Ion Beam) étudiées ensuite au MET (Microscope Électronique à Transmission), pour l'ablation de la matière en technique SDL (Spectroscopie à Décharge Luminescente ; technique d'analyse chimique d'espèces présentes dans une couche mince ou un substrat), pour la fabrication de masques en microélectronique, etc. Dans ce mémoire de thèse, les échantillons en acier AISI 316LM sont structurés par cette technique dans un réacteur plasma MDECR qui est décrit dans la partie suivante.

## 1.2 Fabrication des structures dans l'acier AISI 316LM

### 1.2.1 Introduction : le réacteur MDECR

La figure 1.15 montre une photographie du réacteur plasma utilisé à l'IJL pour réaliser les gravures ioniques. Celui-ci est composé :

- d'une chambre à vide en acier inoxydable, connectée à système de pompage secondaire (vide limite de  $10^{-6}$  mbar) constitué d'une pompe à palettes et d'une pompe turbomoléculaire ;
- d'une source plasma en configuration de Matrice à Résonance Electronique Cyclotronique Distribuée (MDECR en anglais) (figures 1.15 et 1.16a) ;
- d'un porte-échantillons polarisable (DC) et chauffant (température maximale des échantillons : 550 °C).

La source plasma MDECR est constituée de 8 antennes microondes (puissance maximale de l'ensemble : 800 W) avec, à leur extrémité, un aimant permanent délivrant un champ magnétique de 875 Hz [69]. Les lignes de champ magnétique sont représentées à la figure 1.16b. Les électrons primaires du mélange gazeux pénétrant dans l'enceinte sont

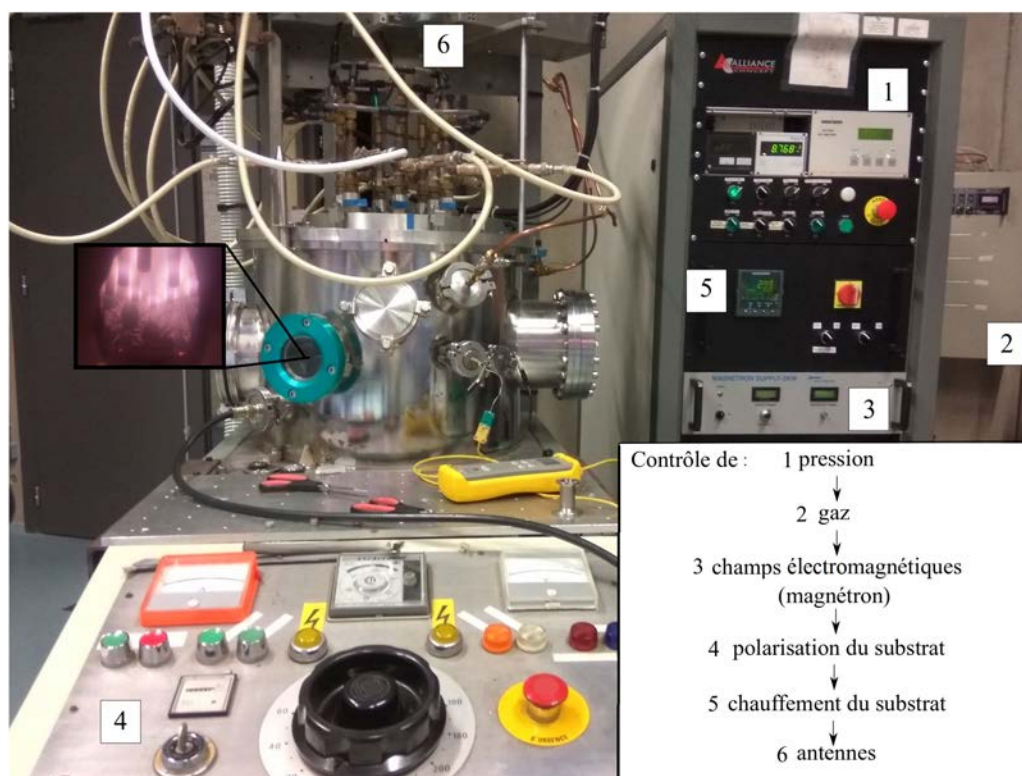


FIGURE 1.15 – Photo du réacteur MDECR de l'IJL utilisé pour la réalisation des gravures sur substrats en acier AISI 316LM.

sensibles à l'excitation électromagnétique ainsi produite : ils entrent en résonance électronique cyclotronique et acquièrent suffisamment d'énergie pour susciter, via des collisions inélastiques avec les atomes ou molécules environnantes, la création de paires électrons-ions. Des halos de plasma sont donc formés autour de chaque antenne et ce milieu réactif diffuse vers le porte-échantillons.

### 1.2.2 Déroulement d'un traitement de structuration

Dans ce mémoire, les structures testées en frottement sont des aspérités linéaires et parallèles entre elles. Pour chaque échantillon, leur largeur ( $W$  : 100 et 240  $\mu\text{m}$ ) et la distance ( $D$  : 100 et 300  $\mu\text{m}$ ) qui les sépare sont constantes. La figure 1.17b schématise ces motifs. Pour les fabriquer, une gravure ionique a été spécifiquement mise au point et optimisée au cours de cette thèse. Sur les échantillons à structurer, préparés suivant le protocole décrit à la section 1.3 et placés sur le porte-substrats du réacteur, des masques en acier

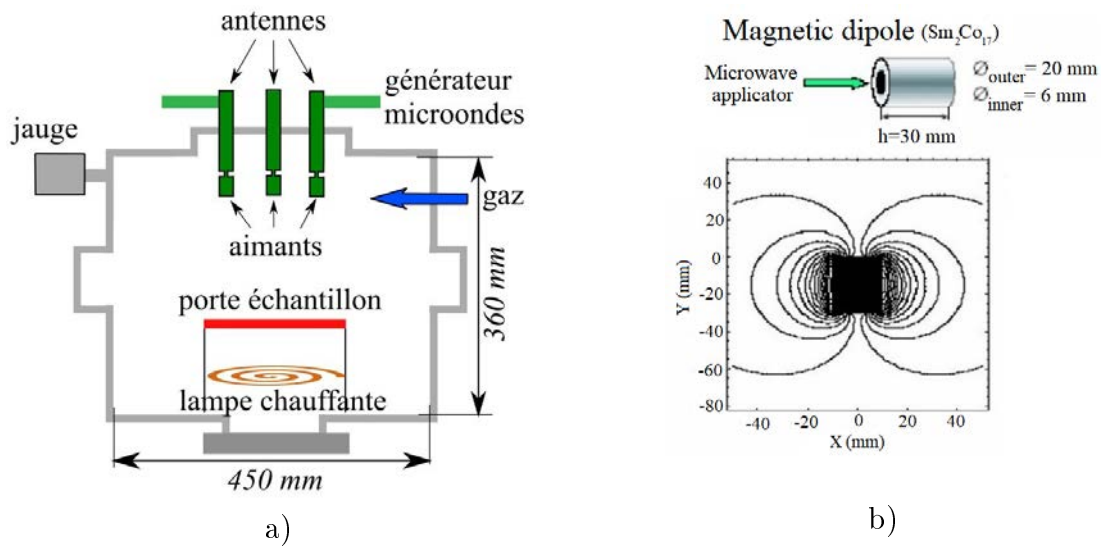


FIGURE 1.16 – Schéma du réacteur MDECR (a) et lignes de champs magnétique produites par l'aimant permanent placé en tête de chaque antenne microondes (b) [103].

ont été juste posés (figure 1.17a). Fabriqués par perçage laser par la société "DB products" [104], ils sont en acier AISI 304 dont la composition est donnée dans le tableau 1.3. Leur épaisseur de 250  $\mu\text{m}$  assure une bonne résistance au bombardement ionique lors de la gravure.

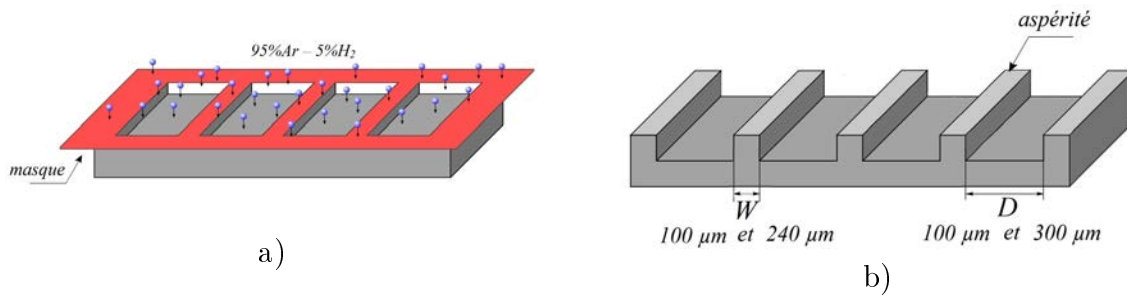


FIGURE 1.17 – Schémas du procédé de gravure des substrats en acier AISI 316LM (a) masquage de la surface et (b) aspérités produites.

Le procédé de structuration comprend trois étapes (figure 1.18). Après mise sous vide, la gravure ionique est activée sous mélange plasma Ar/H<sub>2</sub> (95 sccm/5 sccm), le porte-échantillons étant porté à une tension de -400 V. Le plasma d'hydrogène est un agent réducteur très puissant et peut éliminer l'oxyde de la surface des métaux et rendre la surface plus réactive et prête à être correctement traitée [105]. La durée du traitement est choisie en fonction de la profondeur souhaitée pour les motifs. Suivant les paramètres utilisés, la vitesse de gravure est optimale et vaut en moyenne 1  $\mu\text{m}/\text{h}$ . A noter que le

bombardement ionique induit le chauffage des substrats, mais celui-ci est limité à 400 °C et il n'induit donc aucune transformation de phase. A la fin du procédé, les gaz sont coupés et les échantillons sont lentement refroidis sous vide dans le réacteur. Après ouverture de celui-ci, les masques sont retirés et les motifs obtenus sont visibles au microscope optique (voir figure 1.17 b).

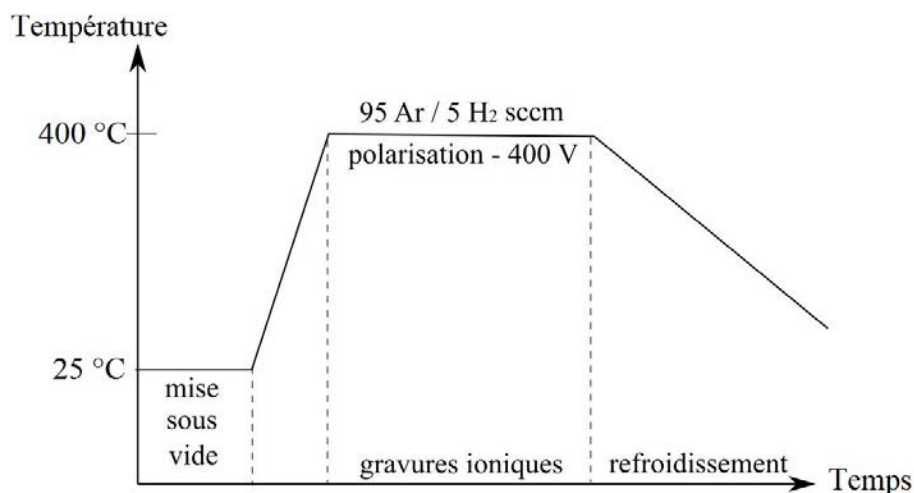


FIGURE 1.18 – Déroulement d'un traitement de gravure.

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Fe
0,08	0,3	2	0,045	0,033	8-10	18-20	bal.

Tableau 1.3 – Composition du matériau des masques en masse % (acier 304).

Trois types de structures ont été élaborées : W240-D120, W100-D100 et W100-D300. La première configuration (masques) était disponible au début de ce travail puisque déjà utilisée lors d'une précédente étude [106]. Comme décrit plus loin, elle nous a permis de travailler sur le caractère durable des aspérités non nitrurées, en frottement à sec et en fonction de leur hauteur. Les deux autres configurations ont été élaborées suivant les contraintes propres à la technique de fabrication des masques : difficultés pour l'entreprise de garantir des ouvertures bien contrôlées en dessous de 100  $\mu\text{m}$ , tout en préservant une bonne tenue mécanique de l'ensemble. Le choix d'un espacement assez différent entre les aspérités (100 et 300  $\mu\text{m}$ ) a été dicté par le souci de mettre en lumière le rôle de ce paramètre sur les mécanismes de frottement et d'usure à sec. La configuration W100-D300 permet de doubler la distance entre deux centres consécutifs d'aspérités, par rapport à la configuration W100-D100.

### 1.2.3 Caractérisation de l'acier structuré.

La figure 1.19a montre une photo optique d'un morceau de masque en géométrie W100-D300. Comme observé sur cette photo, le perçage laser n'est pas parfaitement contrôlé et induit des différences de cote pouvant atteindre 15 %. La conséquence est, après une gravure, la formation d'aspérités dont la largeur est comprise entre 90 et 100  $\mu\text{m}$  (figure 1.19b). Dans les zones gravées et donc bombardées par les ions, les grains d'austénite apparaissent clairement. Dissimulée sous le masque, la surface de chaque aspérité présente encore l'état poli-miroir, mais une ligne sombre les bordant s'est formée. La figure 1.20a montre la surface du masque plaquée sur l'échantillon après gravure (photographie obtenue avec un microscope optique Alicona Infinite Focus présent au LEM3). Des zones sombres y sont également apparues, proches des ouvertures pour former les structures et des bords du masque en contact avec l'échantillon à graver. Une étude par profilométrie, réalisée au niveau de ces zones sombres, montre qu'elles sont en surépaisseur par rapport à la surface initiale du masque (figure 1.20b) : une épaisseur maximale d'environ 2  $\mu\text{m}$  est mesurée. A ce stade de l'étude, on peut supposer que ce film est produit par le redépôt localisé d'espèces pulvérisées issues du substrat, du masque et de la plaque en Tantale formant le support du porte-échantillon.

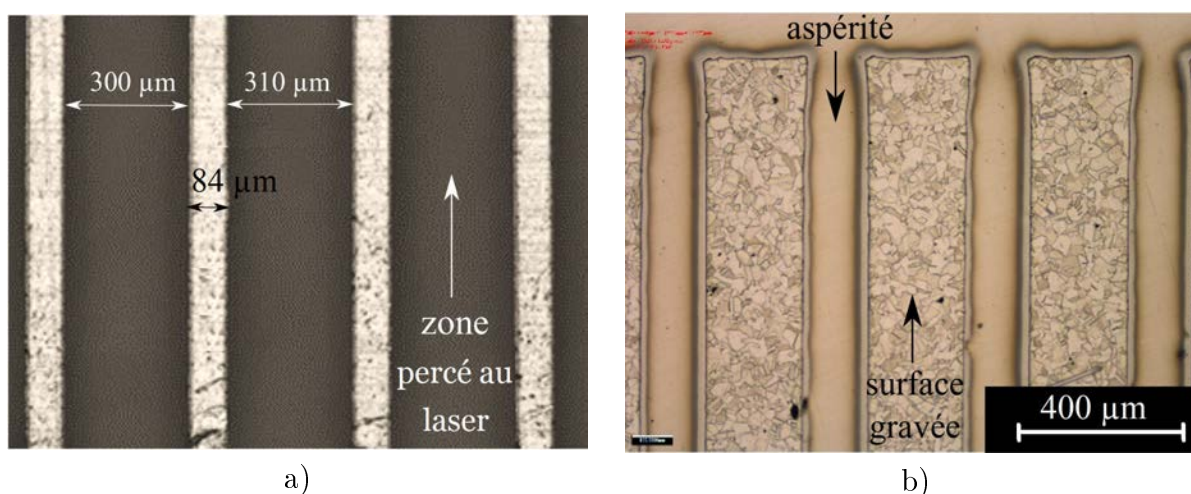


FIGURE 1.19 – Images obtenues par un microscope optique : masque W100-D300 utilisé pour les gravures (a) et surface W100-D300 structurée (b).

L'observation des surfaces gravées a également été réalisée à l'aide d'un interféromètre optique (modèle Smart WLI). Cet appareil utilise la lumière réfléchiée, par les surfaces



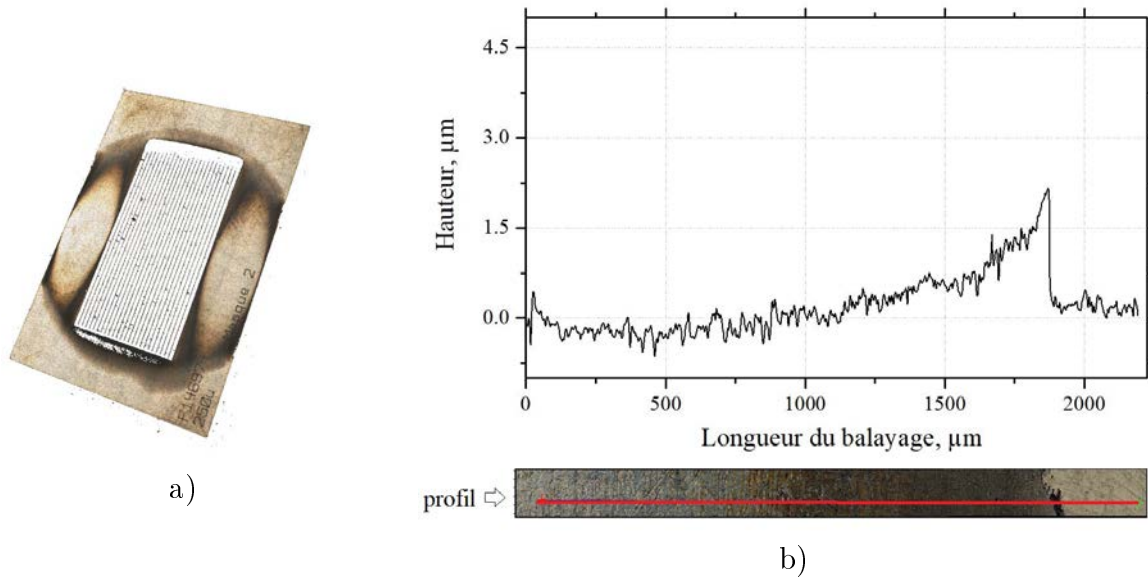


FIGURE 1.20 – Image de la surface d'un masque côté substrat après 10 heures de gravure (a) et profil 2D d'une zone présentant visuellement une partie sombre (b).

observées, qui forme des interférences constructives ou destructives avec le rayonnement incident. Ceci permet de reconstituer la topographie de surface avec une très grande précision en profondeur (résolution à l'échelle nanométrique). Des vues 3D sont réalisées et des profils 2D y sont ensuite extraits (figure 1.21).

Toutes les gravures ont été réalisées pendant 10 h, sauf pour les configurations W240-D120 pour lesquelles des gravures longues de 32 h ont également été testées. Le tableau 1.4 donne la hauteur des aspérités en fonction des configurations et temps de gravure. Ces valeurs ont été déduites des profils 2D présentés figure 1.21. A partir des données de cette figure, il est possible de déterminer le paramètre  $R_a$  de rugosité de la surface gravée (entre les aspérités). Celui-ci est de  $0,15 \mu\text{m}$ , soit un facteur 5 supérieur à ce qu'il était avant gravure. En outre, il est intéressant de constater la bonne anisotropie des motifs réalisés : les flancs sont quasi verticaux, avec un angle  $\alpha$  compris entre  $91$  et  $92^\circ$  par rapport à l'horizontale (voir figures 1.21 a,b). Ce petit défaut, bien connu des technologues de la microélectronique, est directement lié au phénomène d'ombrage du flux d'ions lorsque la profondeur de la zone gravée augmente. Ce phénomène est ici assez marginal et n'aura aucun impact sur les études ultérieures.

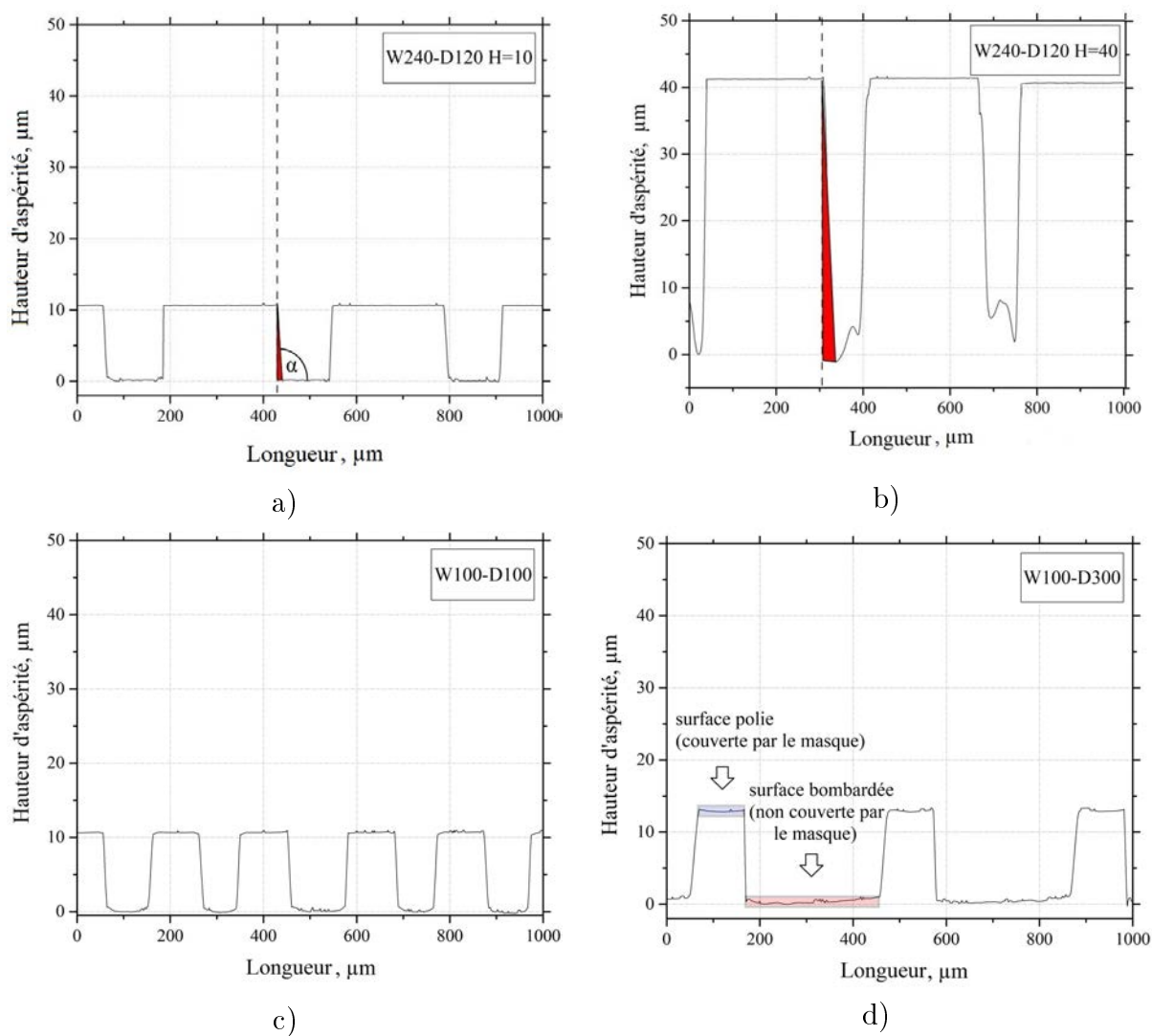


FIGURE 1.21 – Profils 2D des surfaces structurées : W240-D120 (a,b) ( $H = 10,40 \mu\text{m}$ ), W100-D100 (c) et W100-D300 (d).

Configuration	Temps de gravure (h)	Hauteur des aspérités ( $\mu\text{m}$ )
W240-D120	10	$10 \pm 1 \mu\text{m}$
W240-D120	32	$40 \pm 1 \mu\text{m}$
W100-D100	10	$10 \pm 1,5 \mu\text{m}$
W100-D300	10	$10 \pm 1 \mu\text{m}$

Tableau 1.4 – Hauteur des aspérités produites en fonction des configurations testées et du temps de gravure

## 1.3 Conclusion

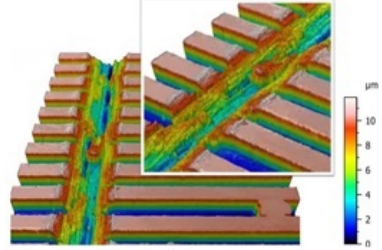
Ce chapitre, principalement de revue bibliographique, traite de la structuration des surfaces en tant que méthode prometteuse pour optimiser ou donner de nouvelles propriétés aux surfaces. La gravure ionique, développée pour cette thèse, permet de structurer la surface sans affectation thermique et sans réaction chimique sur le matériau concerné. Elle permet également de traiter simultanément un grand nombre d'échantillons, ce qui est intéressant pour des perspectives d'applications industrielles. Des domaines importants, liés fortement à des préoccupations sociétales (environnement, médecine, etc), pour lesquels la structuration des surfaces apporte des solutions innovantes (effet lotus, réservoirs de lubrifiants), ont été présentés. Plus spécifiquement, pour les surfaces métalliques, quelques méthodes de structuration conventionnelles ont été décrites.

Structurer des aciers par plasma constitue une réelle innovation. La gravure sèche est plutôt une méthode dédiée au secteur de la microélectronique. Dans ce chapitre, nous avons décrit le réacteur plasma utilisé pour la mise au point d'une méthode versatile de gravure ionique de substrats en acier AISI 316LM à travers des masques. Les vitesses de gravure sont loin d'être celles habituellement atteintes par des procédés RIE, mais les motifs obtenus sont de géométrie bien contrôlée et ont des profils à fort caractère anisotrope. Dans le chapitre suivant, l'amélioration des conditions de frottement entre différents systèmes grâce à la structuration des surfaces sera explicitée. Il sera fait mention d'éléments corroborant le côté prometteur de cette technique.



# Chapitre 2

## Frottement des surfaces structurées



### Sommaire

---

2.1	Notions tribologiques . . . . .	<b>44</b>
2.1.1	Introduction . . . . .	44
2.1.2	Points historiques : facteurs clés du frottement . . . . .	45
2.1.3	Coefficient de frottement . . . . .	48
2.1.4	Usure des surfaces . . . . .	53
2.1.5	État de surface . . . . .	55
2.2	Structuration dans la tribologie . . . . .	<b>59</b>
2.2.1	Structuration comme un moyen de prédéfinir la surface de contact	59
2.2.2	Frottement des surfaces structurées . . . . .	60
2.3	Frottement sur les surfaces structurées en acier . . . . .	<b>65</b>
2.3.1	Déroulement d'un essai de frottement . . . . .	65
2.3.2	Optimisation des paramètres de frottement . . . . .	68
2.3.3	Essais de frottement sur les surfaces de l'acier AISI 316LM structurées . . . . .	71
2.4	Conclusion . . . . .	<b>75</b>

---

## 2.1 Notions tribologiques

### 2.1.1 Introduction

La tribologie est une science qui étudie le frottement et les dégats subis par les pièces frottées. Ce nom a une étymologie grecque, combinant deux mots :  $\tau\rho\iota\beta\omega$  -frottement et "  $\lambda\omicron\gamma\omicron\varsigma$ " -science [107]. Le terme «tribologie» a été utilisé pour la première fois dans le rapport de la Commission du ministère de la Science et de l'Éducation de Grande-Bretagne du 3 septembre 1966, connu sous le nom de "Rapport Jost" (Peter Jost - Président du Conseil international de tribologie) [108]. Celui-ci a montré de manière convaincante, le rôle important des frottements et de l'usure dans la conception, la production et l'exploitation de produits d'ingénierie. Un exemple très représentatif dans le secteur du transport, concernant les pertes d'énergie dues au frottement des pièces mécaniques, est présenté figure 2.1. Ces pertes d'énergies dues aux frottements pendant le déplacement de la voiture sur la route s'élèvent jusqu'à 33 % [109] !

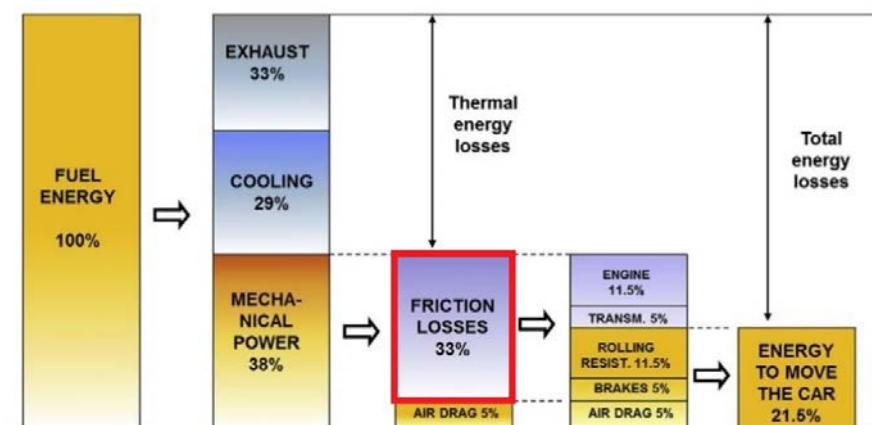


FIGURE 2.1 – Diagramme présentant le % de perte par frottement mesurées pour une voiture [109].

La tribologie couvre les études expérimentales et théoriques sur les phénomènes physiques, mécaniques, chimiques et autres, associées au frottement. Cette science est donc basée sur de nombreuses disciplines : la tribophysique [110], la tribochimie [111], la tribobiologie [112], la triboélectricité [113], etc. Son développement donne les moyens d'étudier et de résoudre un certain nombre de problématiques couvrant plusieurs domaines : la médecine

[114], l'aéronautique [115], l'automobile [116], etc. La tribologie permet de prendre des décisions efficaces pour réduire les pertes énergétiques et augmenter la durée de vie des machines et des équipements [109]. Cependant, à l'heure actuelle, il n'existe pas de théorie exacte et exhaustive décrivant tous les cas d'interaction entre les corps en frottement. Le nombre de facteurs dont il faut tenir compte lors d'un frottement peut être conséquent. Dans cette section du manuscrit, nous examinerons les principaux paramètres impliqués pour l'étude du frottement des surfaces structurées.

### 2.1.2 Points historiques : facteurs clés du frottement

Depuis l'Antiquité, l'un des moyens les plus courants pour réduire les frottements est l'utilisation d'un lubrifiant. Dans l'Égypte ancienne, une substance huileuse était utilisée pour déplacer les grandes statues. Un exemple est illustré sur la figure 2.2. Elle montre le transport d'une statue de 60 tonnes sur un traîneau en bois [117]. 172 personnes sont représentées tirant cette statue. Dans le cercle rouge apparaît clairement une personne versant du lubrifiant devant les surfaces de glissement. Des traîneaux exhumés par des archéologues ont effectivement révélé l'existence de traces de lubrifiant sur le dessous des patins. Selon les historiens, les lubrifiants pourraient être d'origine végétale, animale ou pétrolière [117].

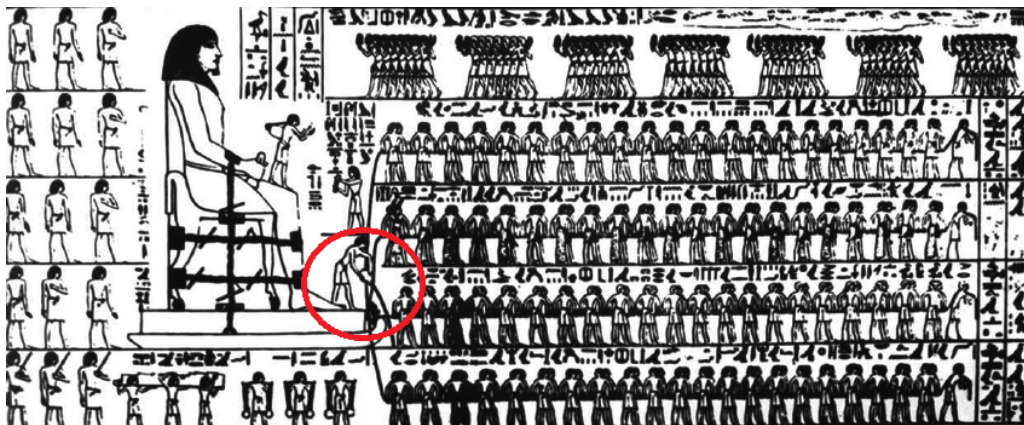


FIGURE 2.2 – Relief égyptien figurant le transport d'une statue imposante. Egypte, environ 1880 avant JC [117].

Les études tribologiques sont généralement divisées en deux domaines : les études dites

de frottement sec et celles de frottement lubrifié. L'insertion d'un lubrifiant à l'interface de contact permet dans certains cas d'abaisser les efforts de frottement et de limiter la formation d'un troisième corps. Cependant, le frottement sec entre deux corps peut conduire aussi à la création d'un film lubrifiant [118]. Il convient donc de distinguer ces deux cas : apport volontaire de lubrifiant ou création d'un film lubrifiant au cours du frottement.

À l'âge de pierre, le frottement des pièces en contact a été utilisé pour la génération de feu par la transformation de l'énergie mécanique en chaleur. Les premiers pas pour comprendre et expliquer ces phénomènes ont été franchis à partir du 18<sup>e</sup> siècle. En 1774, un livre sur l'équilibre et le mouvement des corps est publié par S. K. Kotelnikov [119]. Cet académicien de Saint Petersburg, y donne les premiers concepts de dissipation d'énergie lors des frottements. John Leslie (1766-1832), professeur à l'Université d'Edimbourg, a tenté de prouver le lien entre le travail de frottement et la chaleur générée, c'est-à-dire d'évaluer pour la première fois l'équivalent mécanique de la chaleur [120].

À leur tour, les scientifiques français ont joué un rôle majeur dans le développement de la tribologie. L'architecte et physicien français Guillaume Amontons (1663-1705) a réalisé des expériences qui ont permis d'établir que la force de frottement dépend de la charge appliquée et non de la surface apparente de contact. Grâce à ses recherches, l'importance de paramètres tels que la vitesse de friction et la pression normale devient évidente. À la suite de ses expériences, Amontons a établi [108] :

-la force de frottement  $F_T$  est proportionnelle à la charge  $F_N$  avec un coefficient de frottement  $f$  ; à charge constante, la force de frottement ne dépend pas de la surface de contact des surfaces frottantes ;

-la force de frottement correspond à environ 1/3 de la charge normale (c'est-à-dire  $F_T = (1/3)F_N$ ) ;

-la force de frottement est dans une relation complexe avec la pression normale, le temps et la vitesse de glissement ;

-lors du frottement des surfaces lubrifiées en fer, cuir, plomb et bois, la force de frottement



est approximativement la même, quelque soit la nature des surfaces impliquées.

En l'absence de lubrifiant, la nature du matériau frottant et sa rugosité sont des facteurs importants. C'est ce qui a été constaté par John Theophilus Desaguiller (1683-1744) qui a travaillé sur l'adhérence entre deux corps. [121]. Ses études ont permis de montrer que lorsque des billes de plomb (environ 25 mm en diamètre) sont fortement comprimées, un joint fort entre elles s'établit. De même, il a constaté que pour des surfaces polies, les frottements augmentent en raison de leur rapprochement et de leur forte adhérence. De plus, des surfaces de même nature ont un frottement plus sévère que celles faites de matériaux différents.

L'ingénieur français Charles-Augustin Coulomb (1736-1806) a présenté l'ouvrage «Théorie des machines simples», qui a reçu le double prix de l'Académie Royale de Sciences [122]. Il a étudié à la fois le rôle des lubrifiants et de l'adhérence entre des surfaces polies et rugueuses, suivant différentes pressions (de 0,1 à 3 000 Pa) et vitesses appliquées. Son système expérimental était composé d'une table en bois (environ 2,5 m de long) inclinable, sur laquelle il faisait glisser des pièces à tester. Le temps de contact avant le test de frottement (jusqu'à 4 jours) a également été considéré. Les tests ont été réalisés avec différents lubrifiants : l'eau, la graisse, l'huile d'olive, la suie. Ses travaux ont démontré que le frottement est quasiment proportionnel à la charge et dépend peu de la taille des surfaces en contact. Grâce à ses études, Coulomb a donc compris que la force de frottement est la somme de deux composantes [123] :

- Un terme lié seulement à l'adhérence entre les deux corps en mouvement
- Un autre, dépendant de l'état des surfaces (morphologie) et donc de la charge appliquée

Ceci se traduit par cette formule :

$$F = F_0 + \mu L \quad (2.1)$$

où  $F$  est la force de frottement (N);  $F_0$  - la composante caractérisant l'adhérence des

surfaces ( $F_0 = \mu L_0$  représente la force de frottement à charge nulle);  $L$  est la charge (N);  $\mu$  est le coefficient de frottement - (quantité sans dimension, voir la section suivante).

En tribologie l'adhérence représente la force nécessaire pour séparer deux matériaux en contact. Il est important de ne pas confondre ce terme avec «adhésion» qui représente l'ensemble des phénomènes physico-chimiques qui se produit lorsque l'on met en contact deux matériaux.

Pour résumer, ce bref historique des études montre que de nombreux paramètres influent sur le frottement : la valeur de la charge appliquée, la transformation de l'énergie mécanique, la nature des matériaux impliqués et l'état de rugosité de leurs surfaces. Dans la suite de ce chapitre sont examinés les effets de température et de morphologie de la surface sur le frottement.

Les paramètres de tous les processus de frottement peuvent être divisés en trois catégories : externes, internes et de sortie [124]. Les paramètres externes sont les principaux facteurs du processus tribologique : la nature des paires de frottement, la rugosité initiale, l'environnement, la charge, la vitesse et la température initiale. Les paramètres internes induits par le frottement sont les suivants : modifications des propriétés des couches superficielles, génération de 3<sup>e</sup> corps, modification de la rugosité de surface, variations de température, ainsi que la destruction possible des surfaces dans la zone de frottement. Le coefficient de frottement et d'usure sont les paramètres de sortie. Ce sont les paramètres les plus significatifs pour les tribologues et ils servent de base à toute leurs études dans le domaine.

### 2.1.3 Coefficient de frottement

En physique, le frottement est une interaction qui s'oppose au mouvement relatif entre deux systèmes en contact. Généralement, les processus de frottement sont caractérisés par le coefficient de frottement " $\mu$ ". La figure 2.3a présente un schéma de deux corps en contact lors d'un mouvement relatif. La distribution des forces est indiquée :  $F_T$  (la force tangentielle : opposée au déplacement du corps) et  $F_N$  (la force normale : charge appliquée

ou poids). Le concept de coefficient de frottement a été formulé pour la première fois par Leonardo da Vinci et a été déterminé par l'équation suivante [125] :

$$\mu = F_T/F_N \quad (2.2)$$

où  $F_T$  est la force de frottement (N) et  $F_N$  est la charge normale appliquée (N).

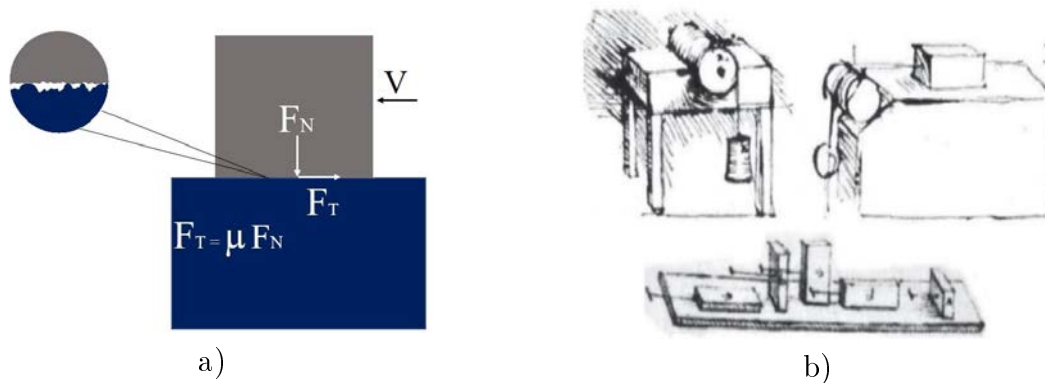


FIGURE 2.3 – La distribution des forces lors du frottement (a) et dessin des premiers tribomètres de L.Vinci (1493) [125] (b).

Cependant plus tard, Poisson a précisé que ce n'est pas la force normale qui influe sur la valeur de coefficient de frottement mais la pression par unité de surface de contact [126] :

$$P = F_N/S \quad (2.3)$$

Où  $P$  – pression (Pa),  $F_N$  – force normale (N) et  $S$  - surface ( $\text{mm}^2$ ).

On caractérise le contact, dans ce cas, par la pression apparente de contact " $P_{ac}$ ", avec " $S_a$ " la surface apparente du contact et " $F_N$ " la charge normale appliquée sur l'un des deux corps de masse négligeable qui sont en contact. A son tour, la géométrie de type de contact influe sur la distribution de champs de pression. La figure 2.4 montre un schéma de deux types de contact : plan/plan (a) et bille/plan (b). La différence de l'évolution de pression est évidente. On appelle en général un contact surfacique, le contact entre

deux surfaces planes (contact plan/plan). Ce contact est caractérisé par une relativement grande surface apparente plane et une pression apparente relativement faible. Dans le cas d'un contact de deux surfaces sphère/sphère ou sphère/plan, le contact est dit ponctuel. Avec une même force normale appliquée sur ces deux différentes configurations, la pression sera plus importante pour le cas de contact ponctuel car la surface de contact est moins importante.

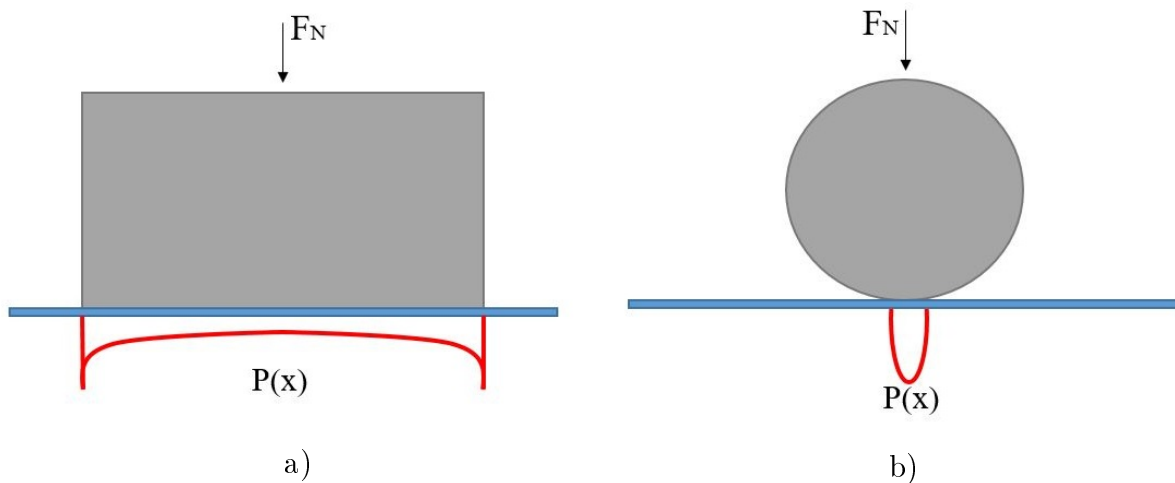


FIGURE 2.4 – Différentes configurations de distribution dans le cas de contact plan/plan (a) et bille/plan (b).

La nature de ces surfaces en contact, mais aussi leurs propriétés, leur état, l'environnement, la présence de lubrifiant, etc. permettent de déterminer le coefficient de frottement  $\mu$ . On distingue généralement deux types de coefficients de frottement : statique et cinétique. Le frottement statique est une force qui tend à garder un corps en état statique. Lorsqu'un objet glisse sur une surface, la force de frottement est appelée cinétique. Ce frottement tend à ralentir l'objet. Souvent, le  $\mu$  statique est supérieur au  $\mu$  cinétique [127].

Un appareil permettant de mesurer la force de frottement entre les surfaces lors du mouvement relatif est un tribomètre. Les tribomètres sont également couramment utilisés pour mesurer ou au moins contrôler qualitativement l'usure des matériaux. La figure 2.3b montre des "tribomètres" utilisés par Léonard de Vinci pour ces premières études empiriques sur les forces de friction [125]. Aujourd'hui, il existe de nombreux tribomètres qui permettent d'étudier le frottement dans différentes configurations de contact. La figure 2.5 présente un schéma des différents types de contact pour les configurations de tribomètres existants. Il y a trois configurations de contact principales : ponctuelle, linéaire et

contact plan. La configuration "Pion sur disque" est la plus connue et la plus utilisée en tribologie. Historiquement, les premiers résultats obtenus sur cet appareil ont été publiés en 1950 par Bowden et Tabor [128]. Un tribomètre dans la configuration "Bille sur plan" (voir figure 2.5) qui a été utilisé dans ce travail pour étudier les processus de durabilité des surfaces structurées. Les caractéristiques détaillées de ce tribomètre sont présentées dans la section 2.2 de ce chapitre.

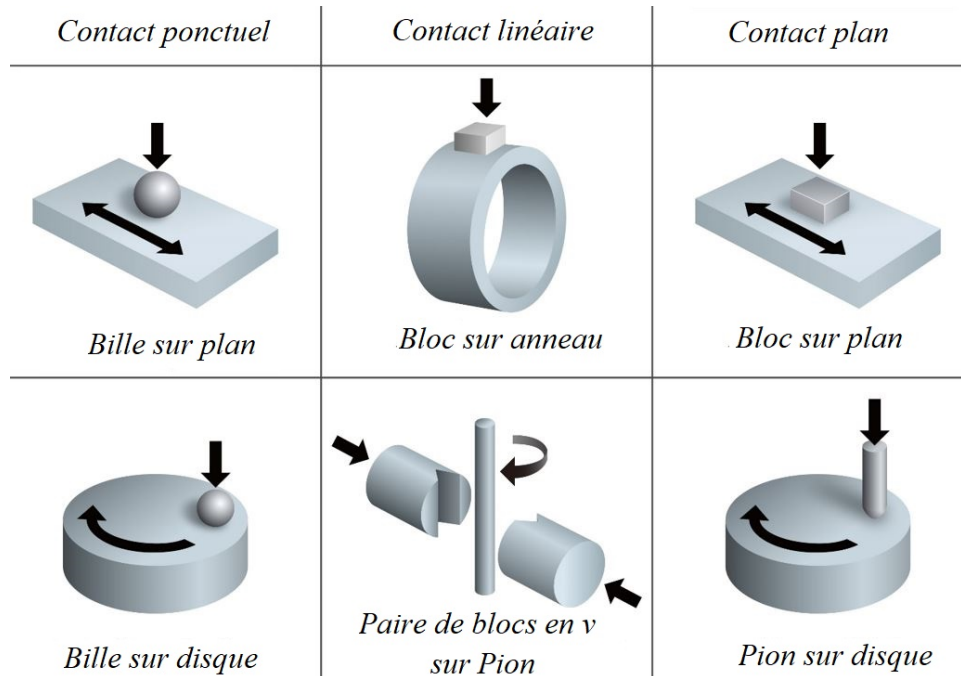


FIGURE 2.5 – Différentes configurations de tribomètres [129].

Ainsi, le tribomètre permet notamment d'analyser la force de frottement, une force qui résiste au mouvement relatif et peut se produire à l'interface entre les corps, et dont les effets peuvent également se répercuter dans la profondeur des matériaux en fonction de l'énergie de système [130]. En physique l'énergie est définie comme la capacité d'un système à produire un travail. L'énergie n'est jamais perdue mais plutôt transférée à une autre grâce au travail. Par exemple, le transfert de l'énergie mécanique en chaleur, qui dépend de coefficient de frottement, la vitesse et la pression normale s'écrit [118] :

$$\phi = \mu P_N V \quad (2.4)$$

où  $\phi$  est un flux de chaleur ( $\text{W}/\text{mm}^2$ ),  $\mu$  - le coefficient de frottement,  $P_N$  - la pression normale appliquée,  $V$  - la vitesse ( $\text{m}/\text{s}$ ).

Un système peut être caractérisé aussi par la puissance qui représente la quantité de l'énergie dissipée sur un temps donné. Dans le cas de frottement, la quantité d'énergie dissipée dépend de la charge appliquée, vitesse de mouvement et le déplacement réalisé.

L'énergie générée et les forces dans la zone de frottement affectent à leur tour les matériaux en contact et entraînent leur usure et les transformations [131]. La figure 2.6a présente un schéma démontrant le rôle des irrégularités de surface sur la transformation de l'énergie et les phénomènes d'adhérence et de déformation (tels que labourage et déformation plastique, etc) qui se produisent lors de frottement [130]. Le coefficient de frottement qui en résulte se compose à son tour respectivement d'une composante d'adhérence et de déformation. La figure 2.6b montre une évolution de ces composants en fonction de la charge appliquée. Avec une charge minimale le composant de déformation est négligeable et la force de frottement est équivalente à composant adhésive (conduit à la relation  $F_f \approx F_a$ ). Si l'interaction entre les irrégularités augmente avec la charge, la composante de déformation du coefficient de frottement augmente et l'influence de l'interaction intermoléculaire diminue.

La figure 2.6c présente l'effet de la surface de contact sur le coefficient de frottement. Cette courbe ayant une allure similaire : le coefficient de frottement diminue avec l'augmentation de surface de contact et augmente ensuite [132]. D'après Rashwan [133], l'influence de ces deux composants est différente. Initialement c'est la composante de déformation qui est maximale et diminue progressivement. Lorsque la valeur optimale de coefficient de frottement est obtenue, c'est la composante d'adhésion qui augmente et domine le composante de déformation. Ainsi, il existe une valeur de la charge appliquée et de surface de contact optimales qui correspondent à un coefficient de frottement minimal, existant pour chaque couple de matériaux. Ces conditions de frottement sont privilégiées à utiliser pour que l'usure des pièces soit minimale lors de frottement.

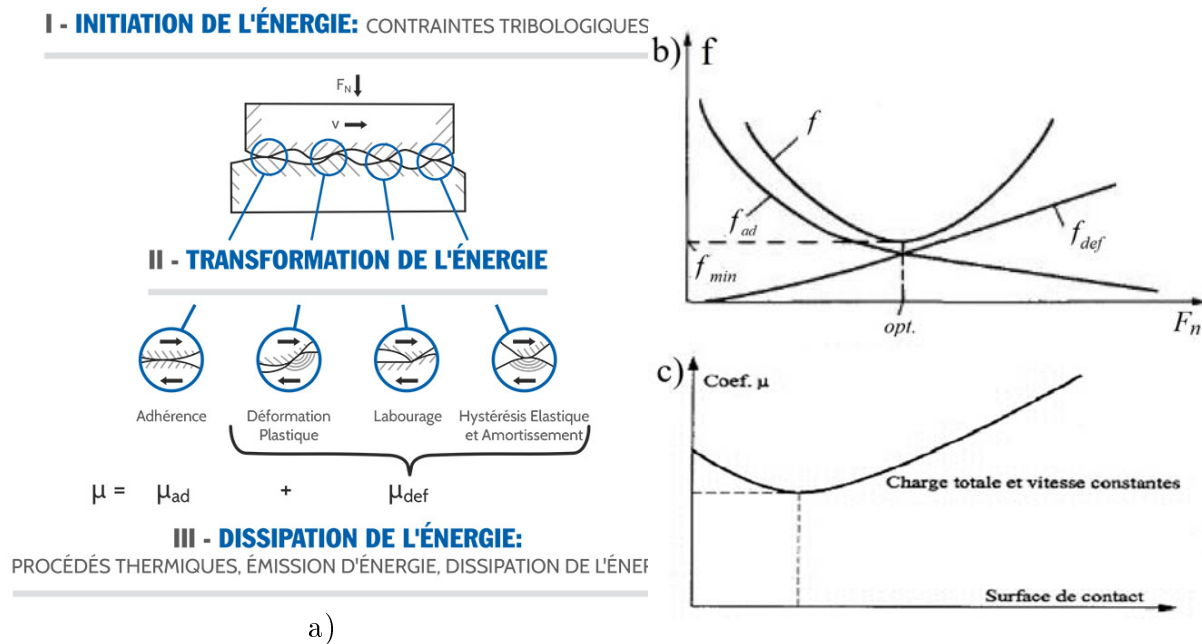


FIGURE 2.6 – Schéma de génération et de dissipation de l'énergie générée lors du frottement [130] (a) et courbes interprétant le rôle des composants de frottement sec sur la force de frottement avec augmentation de charge appliquée :  $f_{ad}$  et  $f_{def}$  [124] (b) et la courbe de l'influence de surface de contact sur le coefficient de frottement [132].

### 2.1.4 Usure des surfaces

Comme cela a déjà été mentionné, un deuxième paramètre « de sortie » en frottement, est l'usure. Le frottement peut conduire à une usure des surfaces mécaniques plus ou moins marquée. Ce phénomène se traduit par un changement progressif de la taille (cote) et de la forme des pièces, et s'accompagne de l'accumulation des déformations résiduelles et de la production de débris issus de l'une ou des deux parties frottantes. C'est la résistance à l'usure qui permet d'évaluer l'efficacité des traitements des surfaces réalisés en ingénierie des surfaces.

L'intensité de l'usure est généralement liée à la quantité de travail effectué ou la quantité de travail (énergie) dépensée au cours de frottement [108]. Plus le travail dissipé est important, plus l'usure augmente. La résistance à l'usure d'un matériau est variable et dépend de nombreux facteurs : les propriétés mécaniques des deux surfaces en contact, la charge spécifique sur le contact, l'effet de la température, la présence ou non de refroidissement de la zone de frottement, etc [108]. Les critères d'évaluation de la résistance

à l'usure sont généralement basés sur les propriétés mécaniques (dureté, résistance à la traction, résistance au cisaillement, etc.) [134].

La résistance à l'usure est déterminée non seulement par les propriétés initiales du matériau à tester, mais également par les propriétés du matériau de la contrepartie en interaction et du type de contact. La dépendance de la résistance à l'usure (durabilité) du matériau est complexe. Pendant le frottement, les indicateurs d'usure des pièces ne conservent pas leurs valeurs constantes. Ils changent dans le temps, le plus souvent le long de la courbe de Lorentz (figure 2.7a). Elle est caractérisée par trois périodes d'usure : une période de rodage (phase 1), une deuxième période d'usure constante (phase 2), et une troisième période d'usure catastrophique (phase 3) [135]. Le processus de rodage (I) se caractérise par une augmentation de la production de chaleur, une modification de la microgéométrie des surfaces, une génération de débris et leur séparation de la surface de frottement, lors de la descente rapide de la vitesse d'usure. Le processus d'usure constante (II) se caractérise par un faible vitesse d'usure quasi-constant et se poursuit jusqu'à ce que des modifications de la taille et de la forme des pièces affectent leurs conditions de travail ou jusqu'à ce que la limite de fatigue du matériau soit atteinte. Le processus d'usure catastrophique (III) correspond à la période au cours de laquelle les défaillances dues à l'usure se superposent à la corrosion et aux processus de vieillissement par fatigue du matériau. Cette phase se caractérise par une augmentation rapide de la vitesse d'usure.

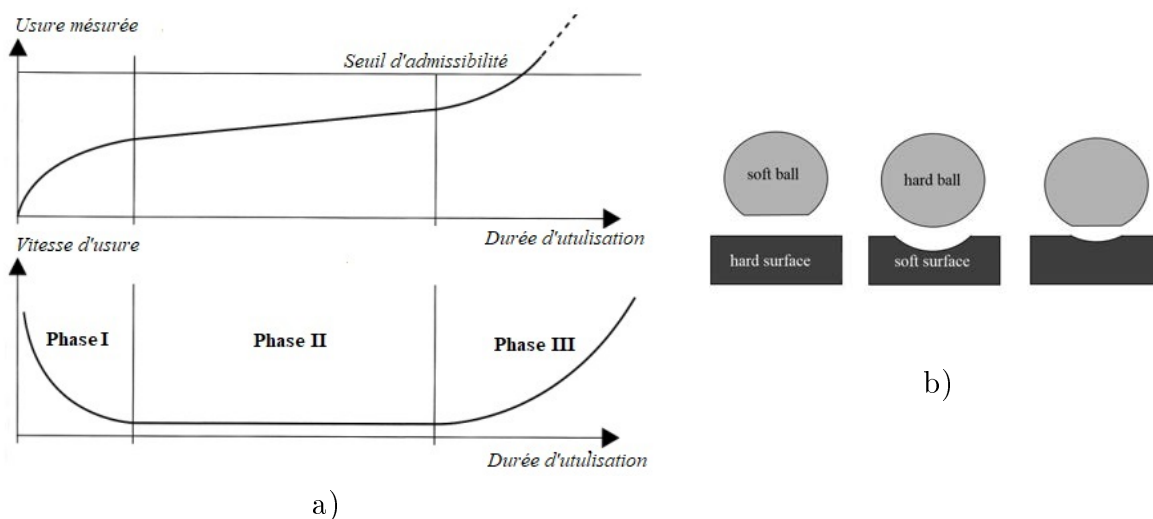


FIGURE 2.7 – Niveau d'usure en fonction de la durée d'utilisation [135] et différents types d'usure en fonction des propriétés des matériaux (b).



Selon les propriétés des matériaux testés, il existe trois catégories principales d'usure dans la tribo paire bille/plan (Figure 2.7b) : lorsque la bille a une résistance moins grande, lorsque la surface plane s'use davantage ou lorsque les deux surfaces s'usent de manière égale. Le choix du système utilisé, et donc du matériau, dépend principalement des paramètres à étudier par frottement et des capacités disponibles pour l'analyse de surface. La modification géométrique d'un seul corps au cours du frottement permet d'évaluer le changement de pression de contact lors du frottement.

L'usure est souvent caractérisée par un coefficient  $K$  ( $mm^3 / (Nm)$ ) qui détermine le taux d'usure qui peut être calculé à l'aide de l'équation d'usure classique d'Archard [136] :

$$K = V/SL \quad (2.5)$$

où :  $V$  ( $mm^3$ ) est le volume d'usure,  $S$  (m) et  $L$  (N) sont la distance de glissement et la charge appliquée, respectivement.

Face à ce problème, il existe plusieurs stratégies pour réduire l'usure et le coefficient de frottement : lubrification [17], couches minces [137, 138], couches auto-lubrifiants [139] et structuration des surfaces. La dernière qui permet de modifier la topographie de la surface fait l'objet de l'étude présente.

### 2.1.5 État de surface

La surface d'une pièce mécanique constitue un environnement complexe, tant par sa nature que par sa morphologie. A la figure 2.8a est présentée une vue en coupe de la surface d'une pièce métallique après usinage [140]. Sur plusieurs micromètres s'empilent des couches d'épaisseur et composition diverses : contaminations, oxydes, zones à structure cristalline modifiée par l'interaction avec l'outil, etc. Cette structure en sandwich appelée « peau » d'une pièce, agit sur la qualité du frottement.

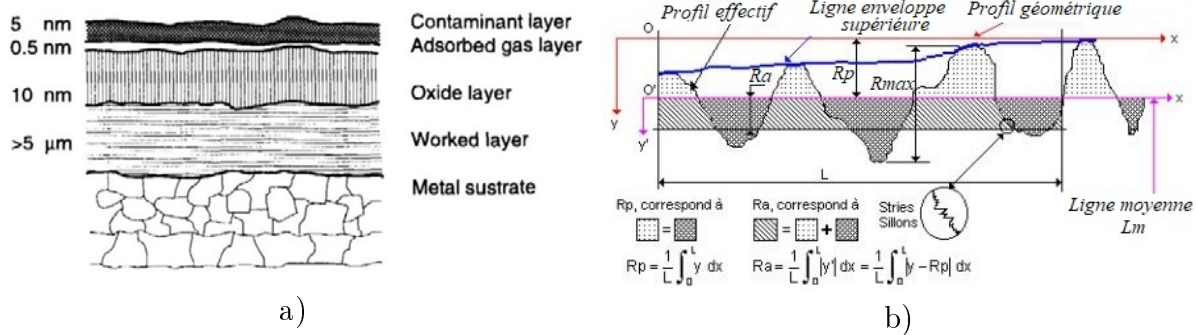


FIGURE 2.8 – Schéma d'un profil de surface métallique réelle [140] (a) et les paramètres de la rugosité de surface [141] (b).

La rugosité constitue également un paramètre majeur qui détermine les propriétés du frottement. En 1785, le terme de rugosité a été utilisé pour la première fois par Charles-Augustin Coulomb [122]. La rugosité caractérise l'état morphologique de la surface. Lisse au toucher (caractérisation sensorielle à l'échelle macroscopique), une surface peut se révéler être rugueuse lors d'une observation à l'échelle microscopique. La figure 2.8b présente un exemple de profil sur lequel sont mentionnés des paramètres de rugosité généralement utilisés (sur une longueur caractéristique). Pour caractériser cette grandeur, on emploie plusieurs paramètres tels que  $R_p$ ,  $R_a$ ,  $R_{max}$  :

$R_p$  - Hauteur maximale des pics : Hauteur maximale du profil de rugosité  $R$  au-dessus de la ligne moyenne sur la longueur d'évaluation  $L$  ;

$R_a$  - Rugosité moyenne arithmétique : Moyenne arithmétique de toutes les distances absolues du profil de rugosité  $R$  mesurée à partir de la ligne médiane du profil sur la longueur d'évaluation  $L$  ;

$R_{max}$  - Rugosité Maximale : Ecart vertical entre le point le plus haut et le point le plus bas du profil de rugosité  $R$ , sur la longueur totale d'évaluation  $L$ .

La rugosité initiale d'une surface est le résultat d'un processus technologique de traitement du matériau : usinage, rectification par produits abrasifs, structuration (voir chapitre 1), etc. En raison des frottements et de l'usure résultante de la pièce, les paramètres de rugosité changent au long du cycle de vie de la pièce. Par conséquent, la surface de contact entre les pièces évolue.

La rugosité induit une interaction pouvant être qualifiée de "discrète" entre 2 corps : elle est localisée sur les points de contact individuels [142]. Cependant, une surface peut être incrustée dans une autre non seulement à cause de la rugosité, mais également à cause des déformations causées par la charge appliquée.

Selon la deuxième loi de Newton [126], la force de frottement est indépendante de la zone de contact apparente. En réalité, c'est la surface réelle qui affecte le frottement et son coefficient. Holm (1938), Ernst et Merchant (1940), Bowden et Tabor (1942) ont mentionné les premières différences entre les zones de contact visibles et réelles et la théorie de l'adhésion [108]. Pour illustrer la différence entre zone de contact apparente et réelle, la figure 2.9 présente un exemple de frottement entre deux corps [142]. A l'échelle macroscopique, la zone de contact apparente est symbolisée par un cercle de surface  $S_{app}$ . Celle-ci inclut la zone de contact réelle et les parties qui ne sont pas en interaction directe. Ceci est schématisé sur la figure 2.10a qui montre le profil des deux surfaces étant en contact lors du frottement (interaction entre les aspérités, définies comme une partie saillante d'une surface rugueuse) [143].

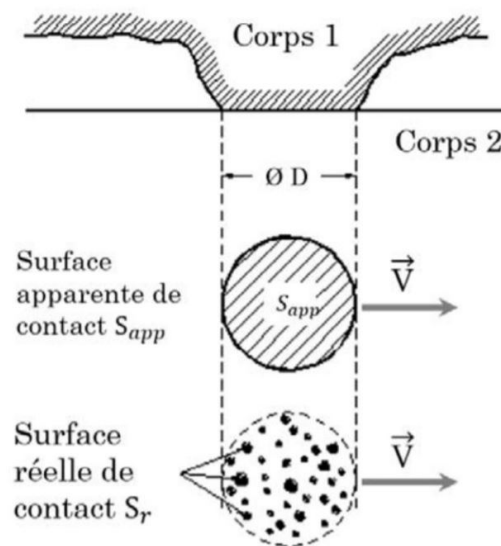


FIGURE 2.9 – Schéma de contact déterminant la différence entre surface apparente de contact  $S_{app}$  et surface réelle de contact  $S_r$  entre deux corps [142].

Sur chaque aspérité, la pression réelle dans la zone de contact est beaucoup plus importante que la pression moyenne, car cette grandeur est calculée en divisant la charge par la surface de contact réelle qui est moins importante. Si la forme des aspérités est proche

d'une géométrie simple (sphère), il est possible d'utiliser la théorie de Hertz (figure 2.10b, voir chapitre 4) pour calculer la pression locale et déterminer une éventuelle déformation élastique, voire plastique, des matériaux sollicités [144]. En cas de déformation près du point de contact initial, la surface de contact augmente.

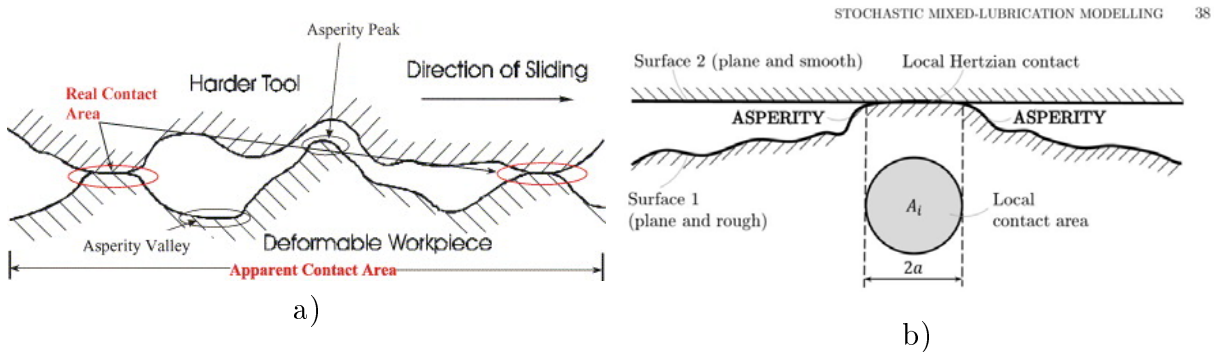


FIGURE 2.10 – Illustration de profil de surface de contact réelle (a) et une zone d'influence locale de la pression de Hertz (b) [143, 144].

La température est un autre paramètre pouvant jouer un rôle sur la surface de contact. Plus la vitesse de glissement est importante, plus la puissance d'échauffement est importante (production de chaleur/unité de temps). Une grande quantité d'énergie est dissipée sous forme de chaleur. La production de chaleur est concentrée localement, principalement dans les zones de contact réel, entraînant une augmentation significative de la température. La rugosité est l'un des paramètres les plus importants déterminant le processus de frottement, mais pas à grande vitesse. A des vitesses élevées (généralement supérieurs à 1 m/s [118]), la surface s'adoucit et la rugosité initiale disparaît immédiatement, aucun coincement des aspérités ne se produit. Cependant, l'effet des surfaces structurées durcies, sur lesquelles la rugosité à l'échelle micrométrique est prédéfinie par le traitement, sera discuté plus en détails dans la partie "conclusion et perspectives" de ce manuscrit.

Les tests de frottement peuvent également se réaliser avec la température définie avant l'essai. Cette température est obtenue par échauffement des surfaces au cours du test ou par préchauffement avant le test. Parthasarathi et al. [145] notent que pour l'acier austénitique AISI 316L(N) soumis à un frottement contre un matériau identique. La température des échantillons est portée préalablement de 23 °C à 550 °C, le coefficient de frottement passe alors de 0,38 à 0,8, respectivement.

## 2.2 Structuration dans la tribologie

### 2.2.1 Structuration comme un moyen de prédéfinir la surface de contact

La tribologie étudie les processus intervenant lors de frottement des surfaces sur les échelles différentes : l'échelle nano, l'échelle micro et l'échelle macro (figure 2.11) [146]. La taille des aspérités détermine la pression dans la zone de contact. Cependant, lorsqu'on étudie les frottements à n'importe quelle échelle, il est possible de travailler à la fois avec de faibles pressions (0,1 MPa) et avec des pressions élevées (environ 10 GPa) (voir figure 2.11 [146]). Les échelles de surface structurée et d'outils utilisés pour le frottement déterminent le champ d'application de la structuration. En nous fondant sur le livre "Recherche et conception tribologiques pour les systèmes d'ingénierie" [147], et la statistique des valeurs de pressions utilisés, les pressions hertziennes minimale et maximales des différentes études varient entre, environ, 0,15 GPa (min), et 1,5-3 GPa (max), par exemple dans les engrenages et les éléments roulants des paliers. Dans certains cas elle pourrait même dépasser 5-6 GPa.

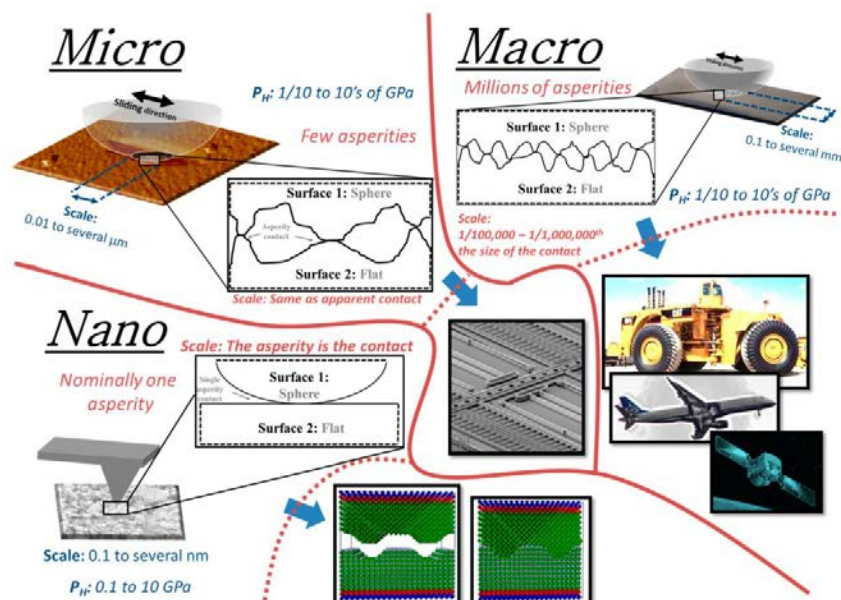


FIGURE 2.11 – Différences entre la macrotribologie (conventionnelle), la microtribologie et la nanotribologie [146].

En ce qui concerne la géométrie linéaire des aspérités, ces dernières sont très utiles pour détecter un phénomène connu sous le nom d'anisotropie de frottement. Rosenkrantz et al. [56] ont montré que tous les échantillons structurés avaient  $\mu$  moins important que les échantillons lisses, et que ce coefficient dans la direction perpendiculaire aux aspérités linéaires est inférieur à celui mesuré pour le mouvement parallèle. Yu et Wang [148, 149] ont déterminé le rapport entre l'espacement entre les aspérités ( $b$ ) et le rayon de la bille ( $R$ ) comme un paramètre qui affecte l'anisotropie de frottement, puisque la surface de contact change. Si le rapport  $b / R$  est faible ( $< 10^{-3}$ ),  $\mu$  diminue lorsque les aspérités linéaires sont perpendiculaires au sens de frottement. Le résultat inverse est obtenu pour les relations  $b / R > 10^{-1}$ . Van et al. [63] ont étudié l'effet de l'espacement sur les propriétés tribologiques à sec de l'acier inoxydable structuré glissant sur la bille en céramique  $Al_2O_3$  et ont constaté que l'espacement entre les aspérités affecte les propriétés de frottement et d'usure. La valeur moyenne de  $\mu$  peut être réduite ou augmentée en modulant la distance entre les rainures.

### 2.2.2 Frottement des surfaces structurées

Comme nous venons de le décrire, l'état de la surface est l'un des paramètres les plus importants à prendre en compte lors du frottement. En tribologie, la structuration de surface est une technique qui peut réduire les frottement et donc l'usure.

Comme vu au chapitre 1, la topographie de surface affecte de manière significative la surface de contact et donc le frottement dans de nombreux domaines [1–10, 15, 16, 26, 27, 150–152]. La structuration de surface est un procédé de modification de surface, destinée à améliorer les caractéristiques tribologiques en jouant sur la topographie. Cette technique est attrayante pour le frottement car elle peut ainsi créer de bonnes performances en termes de lubrification continue et de stockage des produits d'usure [153]. De nombreux articles montrent les avantages des surfaces structurées dans les applications tribologiques, notamment en ce qui concerne le frottement lubrifié [69, 144, 153–155]. Pour celui-ci, la structuration peut modifier la pression micro-hydrodynamique ou jouer le rôle de réservoir pour le lubrifiant [155].

La figure 2.12a présente une étude de frottement lubrifié sur les surfaces de l'acier structurées avec des fossettes de différentes densités [156]. Les tests ont été réalisés en configuration "Bille sur plan". Sur cette figure on voit qu'avec les différents motifs en forme de fossettes on peut réduire l'usure, de façon différente en fonction de la densité des motifs créés sur l'acier : 19,6%, 22,1% et 44,2% contre une bille d'alumine. La densité de motifs (en pourcentage) correspond au rapport entre la surface des fossettes et la surface totale. L'amélioration de résistance à l'usure a été démontrée également par l'ajout dans le lubrifiant de substance contenant des nanoparticules DS («Diesel Soot») [156]. Il est possible de réduire la largeur des traces d'usure grâce à la structuration de 1150  $\mu\text{m}$  à 850  $\mu\text{m}$  (en cas d'utilisation de lubrifiant seul) et de 785 à 280  $\mu\text{m}$  (pour le cas d'utilisation de lubrifiant intégrant des nanoparticules DS).

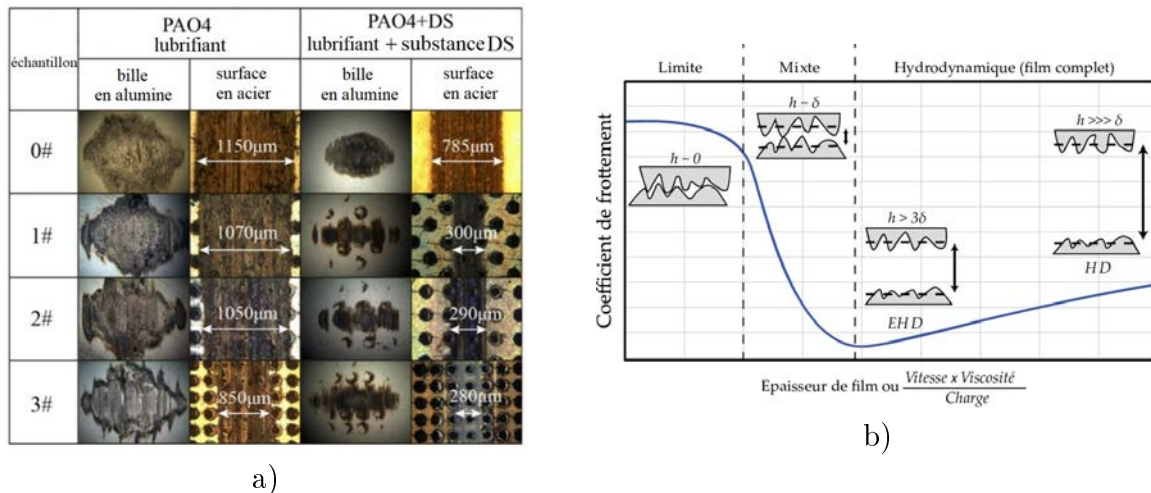


FIGURE 2.12 – Surfaces d'acier structurées à différentes densités de motifs après les essais de frottement lubrifié (lubrifiant PAO4 + substance des nanoparticules) contre une bille d'alumine (a) [156] et un courbe de Stribeck des régimes de lubrification (b) [157].

La courbe dite de Stribeck (des régimes de lubrification), présentée sur la figure 2.12b [157], montre l'évolution du coefficient de frottement en fonction de l'épaisseur du film de lubrifiant entre les surfaces. Cette courbe a toujours la même allure quel que soit le type de contact lubrifié et illustre trois régimes de lubrification. A faible vitesse (épaisseur de lubrifiant très mince), on se trouve dans le régime dit «limite» : les surfaces sont en contact et le coefficient de frottement est élevé. A l'opposé, si l'épaisseur du film lubrifiant est importante, les surfaces sont séparées, et le coefficient de frottement est faible. Il existe également la phase intermédiaire dite "mixte" durant laquelle la valeur du coefficient

de frottement diminue fortement avec l'augmentation de l'épaisseur du film. Ainsi, la lubrification peut réduire le coefficient de frottement jusqu'à de très faibles valeurs.

Le frottement est considéré sec en l'absence de lubrifiant entre les surfaces frottantes. Sur la courbe de Stribeck, il est clairement visible qu'en cas d'absence de lubrifiant, le coefficient de frottement est plus élevé. Ce manuscrit est consacré à l'étude du frottement sec des surfaces structurées, domaine peu traité.

**Dans le domaine de frottement sec nous pouvons citer les travaux suivants :**

- Sugihara [158] a étudié de manière expérimentale l'effet de l'adhérence et de la température de coupe sur la structure de surface d'un outil en alliage d'aluminium). Ses travaux indiquent que la température de recristallisation a été dépassé lors de découpes. Les mécanismes d'usure adhésive se manifestent différemment en fonction des variations d'espacements entre les aspérités linéaires à l'échelle micrométrique (voir figure 2.13 [158]).

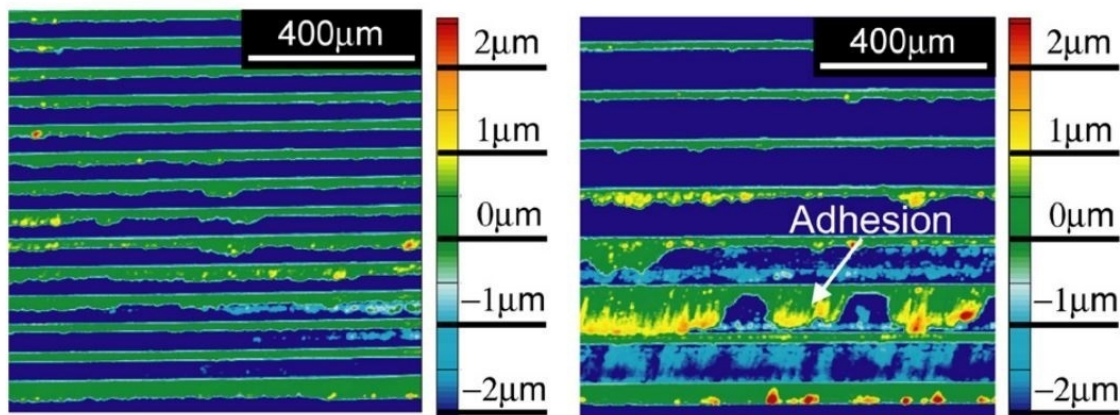


FIGURE 2.13 – Cartographie topographique des surfaces d'alliage d'aluminium structurées avec des aspérités linéaires après une coupe à sec [158].

- Xie et al. [159] ont préparé diverses surfaces structurées (diverses micro-rainures de 7 à 149  $\mu\text{m}$  en profondeur et différents espacements) sur la surface d'outils de coupe au carbure de tungstène YG8. Une série d'expériences de coupes a montré que la chute de température la plus importante (103  $^{\circ}\text{C}$ ) avait été observée avec la surface structurée avec rainures rectilignes par rapport à une surface lisse. L'effet de l'espacement des rainures sur la température a été mis en évidence : à la suite de toutes les expériences avec les



différentes configurations de motif linéaire, seul l'outil muni de micro-rainures (profondeur 25  $\mu\text{m}$ ) ne présentait pas de traces d'affectation thermique.

- Gnilitkyi et al. [153] ont effectué des tests de frottement à sec sur une surface structurée en acier l'AISI 316L en utilisant divers matériaux de contre-corps (acier AISI 316L et acier 100Cr6) et deux directions de frottement : parallèle et perpendiculaire aux aspérités linéaires. La direction de glissement par rapport à la direction de distribution des aspérités linéaires est un paramètre très important dans le frottement à sec. Dans le cas où la nature des corps en interaction était la même (AISI 316L / AISI 316L), le coefficient de frottement était toujours plus élevé par rapport à la paire AISI 316L / 100Cr6. Dans tous les cas de frottement sur les surfaces structurées,  $\mu$  était inférieur à un échantillon non structuré. Par ailleurs, les frottements réalisés dans la direction perpendiculaire au motif montraient des valeurs plus faibles de  $\mu$ .

- Suresh et al. [160] ont effectué des essais de frottement à sec sur un acier austénitique structuré (fossettes 10  $\mu\text{m}$  de diamètre) avec une charge croissante. Leur étude a montré que la charge a augmenté le coefficient de frottement (de 0,4 à 0,5) et réduit la période de rodage (stabilisation de la courbe du coefficient de frottement). De plus, il a été constaté que la durabilité des surfaces structurées de l'acier AISI 316L peut d'être améliorée par un revêtement TiAlN.

- Qin et al. [161] ont effectué un essai de frottement sur acier 316L non structuré avec une augmentation de la charge. Dans leur étude, ils comparent le frottement de différentes tribopaires : AISI 316L contre une bille en GCr15 et un acier AISI 316L possédant une microstructure de grains lamellaires (cet acier ayant subit un roulement à froid et un recuit à 700 °C) contre la même contrepartie. Il est ressorti de ces travaux que l'acier avec la microstructure modifiée avait le coefficient de frottement le plus faible (phénomène qui peut s'expliquer par un effet des particules oxydatives générées sur les interfaces de glissement). Cependant, ce matériaux ayant la dureté plus élevée, il a été usé et oxydé plus intensivement. Un effet positif d'augmentation de charge sur la réduction de coefficient de frottement a été remarqué. Cependant, cet effet n'est constaté que pour l'acier ayant subit un roulement à froid ( $\mu = 0,5$  pour une charge de 5 N et  $\mu = 0,3$  pour une valeur augmentée 15 N).

La figure 2.14 montre la totalité des résultats issus de la bibliographie au sujet du frottement de l'acier AISI 316L. Il est possible de distinguer une forte différence des valeurs entre frottement lubrifié ou non, entre les surfaces structurées ou non (ainsi que les directions de glissement), ainsi qu'entre différentes températures.

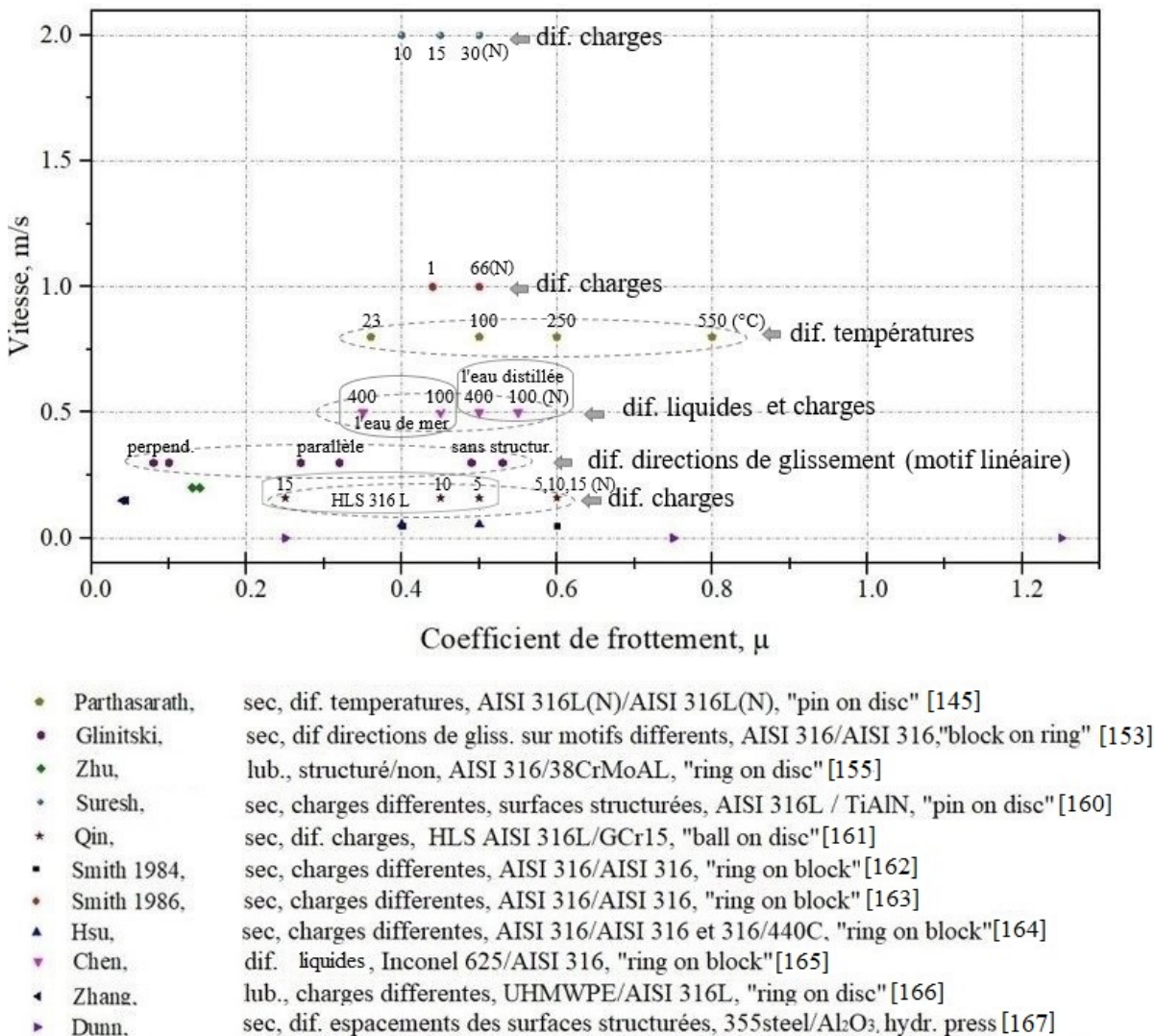


FIGURE 2.14 – Valeurs expérimentales du coefficient de frottement sur l'acier 316 obtenues sur différents tribomètres [145, 153, 155, 160–167].

Les données de cette figure montrent une grande disparité dans les valeurs de coefficient de frottement. Pour le frottement sec, la majeure partie des valeurs de  $\mu$  obtenues se retrouve entre 0,4 et 0,6. Le coefficient de frottement varie en fonction de la charge appliquée, direction de la glissement, de la température de l'essai et etc. Malgré les données présentées sur l'acier AISI 316L dans la figure 2.14, il apparaît que la littérature n'est pas exhaustive

sur les mécanismes de frottement des surfaces structurées à sec.

D'une façon générale, certains mécanismes ne sont pas suffisamment documentés : la formation des produits de frottement (3<sup>e</sup> corps), la gestion des débris et l'étude des mécanismes d'usure qui constituent le cœur de notre étude.

## 2.3 Frottement sur les surfaces structurées en acier

### 2.3.1 Déroulement d'un essai de frottement

Pour la réalisation d'un essai de frottement, l'utilisation d'un tribomètre est indispensable. Comme cela a déjà été mentionné dans la section précédente, un tribomètre est un instrument qui permet de mesurer des paramètres tribologiques, telles que le frottement et l'usure, de manière contrôlée et reproductible. Son concept est basé sur la reproduction simplifiée d'un contact et l'interaction de deux surfaces dont les caractéristiques sont représentatives de systèmes plus complexes.

Comme nous l'avons décrit, il existe différentes configurations de tribomètres. Le schéma d'un tribomètre "Pion sur disque" conventionnel est présenté sur la figure 2.15a [168]. Les tests de frottement dans le cadre de ce travail sont réalisés au moyen d'un tribomètre commercial Anton Paar TRN, à température ambiante. Le tribomètre utilisé est de même type, mais constitué d'une plateforme en mouvement alternatif. La configuration alternative a été utilisée car elle permet de réaliser des glissements perpendiculaires aux aspérités tout le long d'un cycle de frottement (aller et retour). La photo du tribomètre dans la configuration "Bille sur plan" utilisé, présentée à la figure 2.15b, consiste en un support de bille (terminée par sa bille) fixé à un bras, sur lequel repose une charge constituée d'un cylindre d'acier. Le bras élastique assure un point de contact et une position stable sur la piste de frottement formée par la bille sur l'échantillon. Le coefficient de frottement cinématique est déterminé pendant l'essai par la mesure de la déflexion du bras élastique.

Le schémas de la tribopaire utilisée dans ce travail est présentée figure 2.16 : bille et

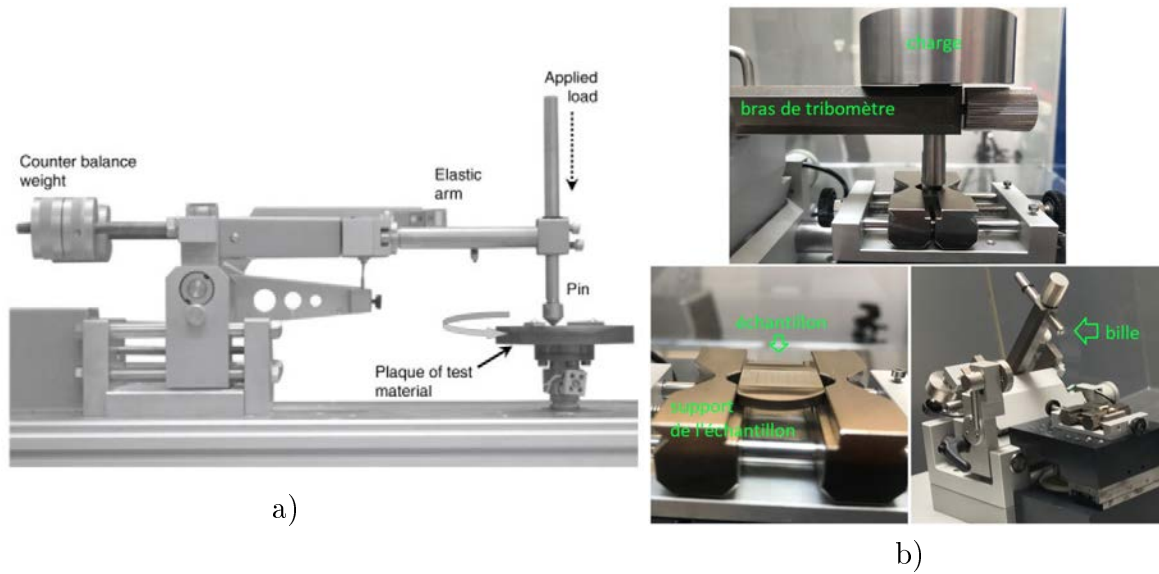


FIGURE 2.15 – Schéma d'un tribomètre "Pion sur disque" [168] (a) et photos du tribomètre Anton Paar utilisé dans ce travail (b).

disque de surface structurée. L'échantillon (disque) se déplace lors de l'essai à une vitesse sélectionnée.

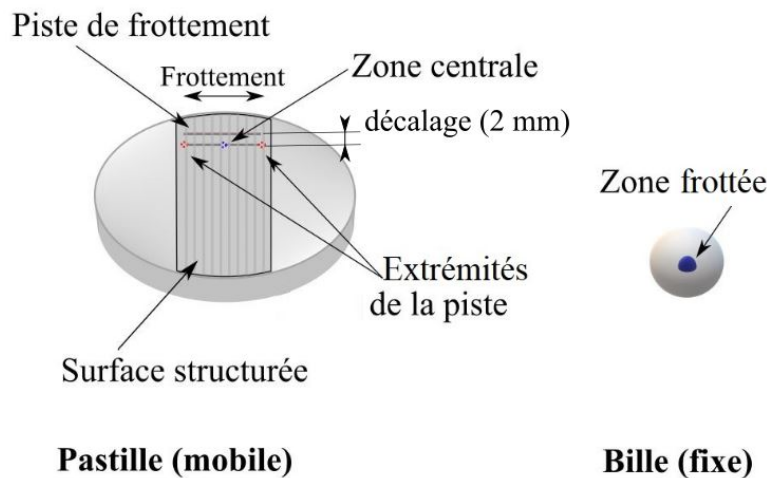


FIGURE 2.16 – Schéma de la bille d'alumine et d'un échantillon structuré avec des pistes de frottement.

Procédure de l'essai :

- Le disque et la bille sont nettoyés dans une solution d'éthanol et ensuite séché à l'air libre ;
- Le bras du tribomètre est calibré en ajustant les contrepoids jusqu'à ce que, celui-ci

soit en équilibre par rapport à son point de pivot ;

- La charge de 5 N est appliquée manuellement à l'aide d'un poids ;
- Les paramètres des essais doivent être saisis manuellement dans le logiciel TriboX 2.10, fourni avec le tribomètre ;
- A chaque nouvel essai, une nouvelle bille d'alumine est utilisée (6 mm de diamètre) (figure 2.16). Ce matériau a été sélectionné en raison de sa forte inertie chimique et de sa dureté similaire à celle de l'acier nitruré (dureté 1300 HV<sub>100g</sub>). Lors d'essais successifs sur le même échantillon, le bras du tribomètre est décalé d'environ 2 mm vers la droite (la distance entre les pistes d'usure sur les surfaces structurées est donc  $2 \pm 0,5$  mm).

Chaque expérience est conduite trois fois. Une charge normale constante est choisie pour toutes les expériences. A l'échelle macroscopique (voir figure 2.17), les tests réalisés lors de notre étude peuvent être considérés comme appartenant à la classe «Bille sur plan». Cependant, à l'échelle mesoscopique, le contact doit être plus spécifiquement défini comme étant du type "Bille sur aspérité" (quasi-ponctuel). Avec une longueur de piste de 8 mm, un cycle représente un aller-retour de la bille, soit 16 mm de distance totale parcourue. La distance totale réelle  $L_{reelle}$  de contact bille-surface dépend de la topographie de la surface testée, et donc de la largeur des aspérités formées. Celle-ci est de 10,4 mm pour les échantillons W240-D120, 8 mm pour les configurations W100-D100 et 4 mm pour les W100-D300 (voir figure 2.18).

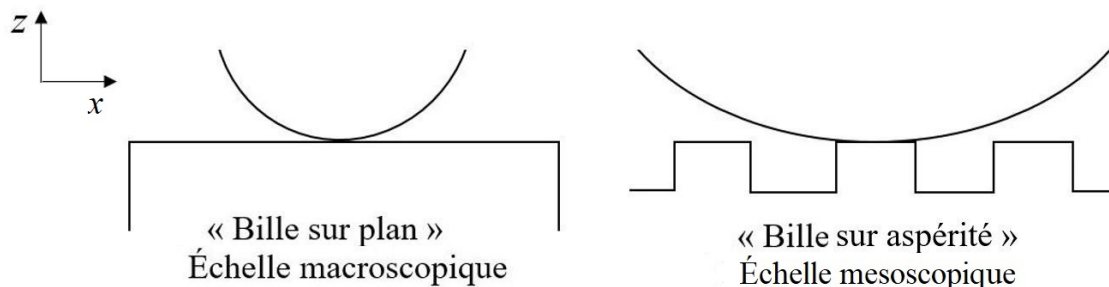


FIGURE 2.17 – Schéma de contact bille sur plan à l'échelle macroscopique et mesoscopique.

L'acquisition du coefficient de frottement est assurée par le logiciel du tribomètre et est défini par la loi de Coulomb [122]. Tous les signaux sont enregistrés à une fréquence

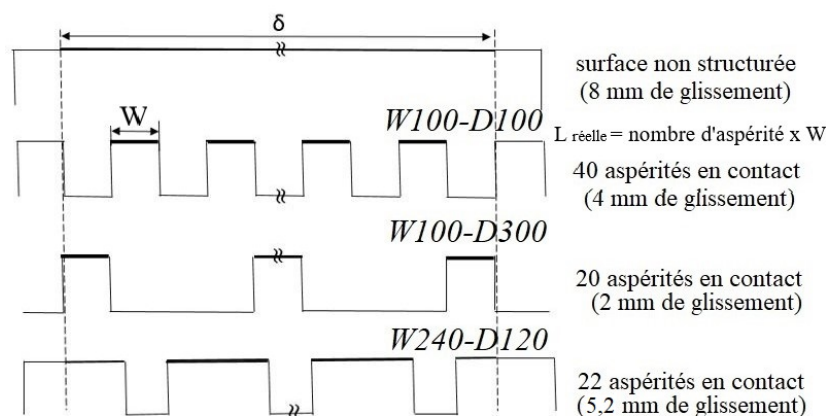


FIGURE 2.18 – Schéma déterminant la longueur de glissement réelle (intégralité de  $W$ ) - grâce au nombre d'aspérités en contact le long de la piste d'usure des surfaces structurées.

d'acquisition de 400 Hz et la valeur moyenne du  $\mu$  est extraite des données pour chaque cycle de friction, en supposant une force normale constante. La valeur moyenne susvisée est définie comme la valeur moyenne des coefficients de frottement instantanés dans la partie centrale de la piste d'usure (voir figure 2.21b).

### 2.3.2 Optimisation des paramètres de frottement

Le frottement est influencé par nombreux facteurs déterminés par l'environnement, les propriétés de la paire tribologique, etc. Cependant, il est nécessaire de prendre en compte la spécificité de chaque tribomètre, car la distorsion du coefficient de frottement peut être possible en raison de paramètres dynamiques.

Dans cette section, nous examinerons les variations des données obtenues en fonction des différentes charges et vitesses de frottement, pour expliquer le choix des paramètres de frottement utilisés par la suite dans ce travail. En cas de frottement d'échantillons structurés, les paramètres de frottement utilisés (Fréq = 0,1 Hz, charge = 5 N) ont été choisis d'après une étude paramétrique. Dans le processus de frottement des échantillons structurés, le coefficient de frottement local a été marqué par des fluctuations répétitives, qui ne se retrouvent pas pour les échantillons non structurés. Deux séries d'expériences ont été réalisées : avec des charges différentes (1 à 10 N, par augmentation de 1 N à

chaque essai) et à des fréquences différentes (0,1 à 0,5 Hz). La fréquence d'enregistrement des données était la plus élevée possible pour ce tribomètre (400 Hz). Le choix de cette fréquence a limité la durée maximale d'un test tribologique à 1000 cycles, car, du fait de l'enregistrement des données de coefficient de frottement, la taille maximale du fichier de sauvegarde était atteinte (700 Mo). Nous avons toutefois pu réaliser des tests plus longs en nous dispensant de l'enregistrement.

Pour les essais de frottement réalisés sur les échantillons structurés et Duplex, une étape préliminaire d'optimisation des paramètres de mesure du tribomètre a donc été nécessaire afin d'évaluer correctement les coefficients de frottement en fonction de l'état de surface initial. Pour ce faire, une étude a été conduite en évaluant le rôle de la charge appliquée et de la vitesse de déplacement de la bille. La figure 2.19a représente les évolutions du coefficient de frottement au cours d'un cycle, sur un échantillon W240-D120, sous une charge de 5 N et pour 4 fréquences (0,1 ; 0,3 ; 0,5 ; 1,5 Hz). On observe des variations très différentes, tant sur le nombre de fluctuations que sur leur intensité. En comparant les propriétés des signaux avec la topographie réelle de la surface, il apparaît que la fréquence de 0,1 Hz soit la mieux adaptée pour rendre compte de la présence des aspérités (voir encart de la figure 2.19a). Par ailleurs, sur le même échantillon des essais de frottement ont été conduits sous différentes charges (1, 3 et 5 N sont les plus représentatifs et sont représentés ici) à la fréquence de 0,1 Hz (voir figure 2.19b). A faible charge, les fluctuations sont très importantes. Celles-ci diminuent à mesure que la charge croît. A 5 N, le rapport signal/bruit a été jugé comme optimal. En conclusion, dans la suite de cette étude tous les tests de frottement seront réalisés sous une charge de 5 N et une fréquence de 0,1 Hz.

La fréquence d'échantillonnage joue un grand rôle sur la qualité des données relatives au coefficient de frottement enregistrées lors d'essai. Si l'unité de temps est la seconde, la fréquence d'échantillonnage s'exprime en hertz et représente le nombre de points enregistrés par seconde. La fréquence d'échantillonnage maximale est de 400 Hz ce qui, d'après le théorème de Shannon [169], permet d'acquérir des signaux à la fréquence maximale de 200 Hz. Selon ce théorème, la fréquence d'échantillonnage doit être au moins égale au double de la fréquence du signal analogique.

La figure 2.20 présente un exemple de coefficient de frottement instantané, enregistré lors

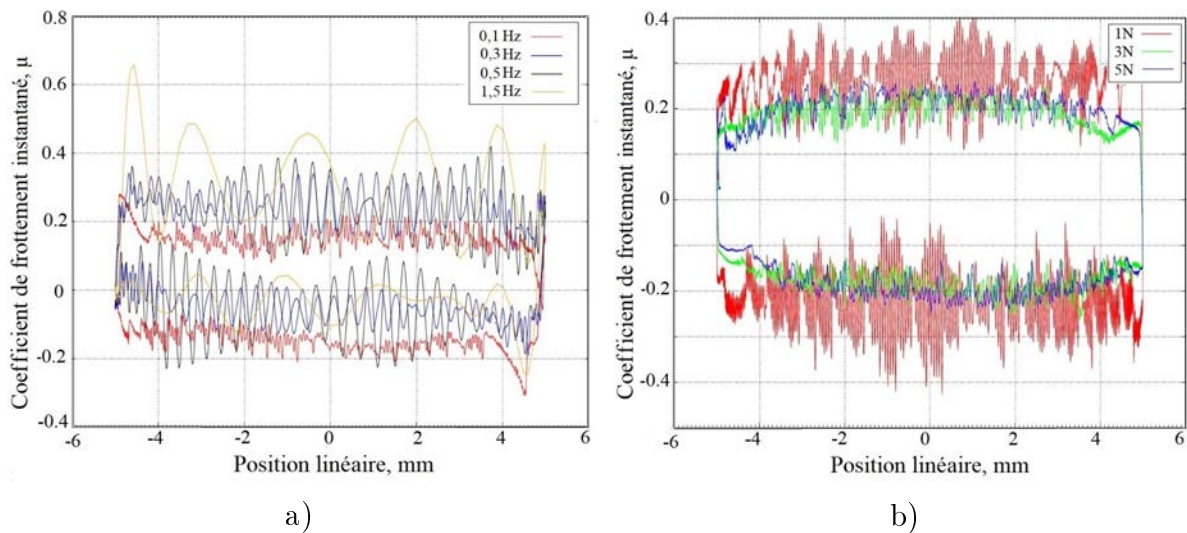


FIGURE 2.19 – Évolution du coefficient de frottement (a) pour des essais avec les différentes fréquences de mouvement 0,1-1,5 Hz sur la surface de l'échantillon et (b) pour des essais de frottement avec différentes charges de 1, 3 et 5 N pour une fréquence de 0,1 Hz.

de frottement sur la surface W100-D300 nitrurée. On distingue que la périodicité des pics correspond à  $400\ \mu\text{m}$  : une aspérité ( $100\ \mu\text{m}$ ) additionnée d'un espacement entre les aspérités ( $300\ \mu\text{m}$ ). On suppose que chaque point bas de la courbe correspond au point de contact avec la première extrémité de chaque aspérité.

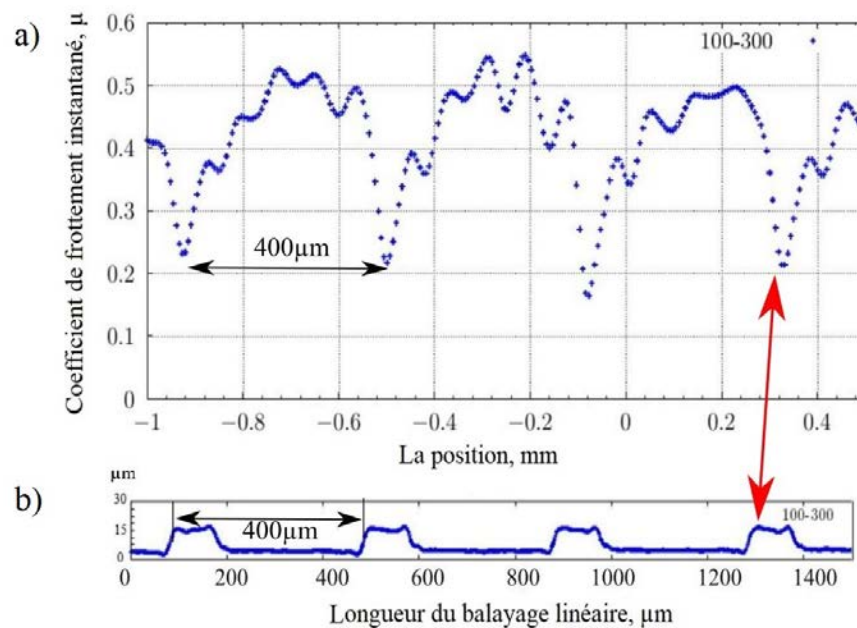


FIGURE 2.20 – Extrait d'un coefficient de frottement instantané (charge 5 N, 0,1 Hz), enregistré lors de frottement sur la surface W100-D300 nitrurée (3<sup>e</sup> cycle) dans la partie centrale de la piste de frottement W100-D300 (a) et profil d'une surface W100-D300 (b).



Dans le cas W100-D300, pour une aspérité il y a 15 points enregistrés. Dans le cas de surface W100-D100 les concordances entre les aspérités et le coefficient de frottement ne sont pas détectables (voir figure 3.26). Si l'on souhaite obtenir un nombre important de points sur une aspérité, la fréquence d'acquisition de ceux-ci doit être inférieure à 200 Hz. De plus, la mesure est également limitée par la bande passante (l'intervalle de fréquences dans lequel l'affaiblissement du signal est inférieur à une valeur spécifiée) mécanique du dispositif.

Dans le cadre de cette étude, le tribomètre utilisé permet de réaliser les essais de frottement et d'enregistrer les valeurs de coefficient de frottement moyen et instantané durant chaque cycle. La configuration de tribomètre dite "alternative" nous a ainsi permis de viser des essais avec un enregistrement des coefficients de frottement instantanés mettant en évidence le positionnement des pics. Ces derniers correspondent aux périodicités des aspérités. Évidemment, il serait intéressant de distinguer l'effet des fluctuations du coefficient de frottement instantané, liées à la présence des aspérités sur la surface, des valeurs de  $\mu$  qui dépendent de la nature des matériaux, influant tous deux sur le coefficient de frottement moyen. Cependant, en raison des limites de fréquence d'acquisition des données, cette étude sera basée seulement sur les coefficients de frottement moyens.

### 2.3.3 Essais de frottement sur les surfaces de l'acier AISI 316LM structurées

Les études de frottement sec ont été réalisées sur les surfaces structurées décrites à la section 2.3, chapitre 1 : W100-D100, W100-D300 et W240-D120. Pour rappel, la configuration W240-D120 présente deux types de motifs : une série avec des aspérités de 10  $\mu\text{m}$  de hauteur, l'autre étant composée d'aspérités de 40  $\mu\text{m}$  de hauteur. L'objectif est de déterminer l'influence du facteur d'aspect des motifs (rapport hauteur/largeur) sur les mécanismes de frottement sec et, par conséquent, sur leur niveau de durabilité face à ce type de sollicitation.

La figure 2.21a montre les courbes d'évolution du  $\mu$  moyen en fonction du nombre de cycles sur ces deux types de surface. Pour comparaison, un test a aussi été réalisé sur une

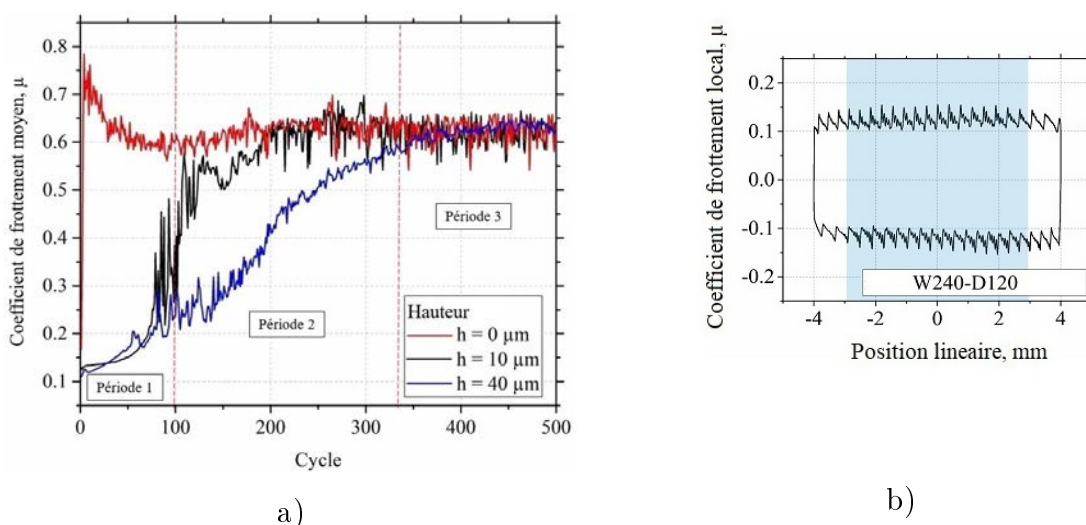


FIGURE 2.21 – Évolution du coefficient de frottement moyen en fonction du nombre de cycles sur des surfaces structurées en configuration W240-D120 ayant des aspérités de hauteur 10 et 40  $\mu\text{m}$ . Comparaison avec une surface en acier AISI 316LM polie ( $h = 0 \mu\text{m}$ ) et (b) évolution du coefficient de frottement instantané pendant le 15<sup>ème</sup> cycle de glissement (hauteur des aspérités de 10  $\mu\text{m}$ ).

surface en acier AISI 316 LM de référence (état poli miroir, noté  $h = 0 \mu\text{m}$  sur la figure). Sur cet échantillon est observée une courte période de régime transitoire, s'étendant sur les 50 premiers cycles, au cours de laquelle ses valeurs sont comprises entre 0,8 et 0,6. Vient ensuite un régime permanent pour lequel le  $\mu$  est stabilisé en oscillant autour d'une valeur moyenne de 0,6. L'évolution du  $\mu$  sur les surfaces structurées est très différente. Sur les 50 premiers cycles, les deux  $\mu$  sont assez similaires et très faibles (0,12) et évoluent peu. Après une distance de glissement critique, propre à chacune des deux surfaces structurées, une augmentation rapide du  $\mu$  est observée, accompagnée de fortes oscillations (période 2 sur la figure 2.21a). Celles-ci peuvent être dues à la génération importante de débris [140]. Cette augmentation rapide du  $\mu$  a également été observée par Conradi [170] lors de travaux sur les mêmes matériaux et des conditions d'essais tribologiques similaires. Ce phénomène peut s'expliquer par la forte interaction provoquée par le dépôt et l'étalement de particules d'usure dans la zone de contact. Les particules interagissent fortement dans la zone de contact, car elles ont tendance à s'agglomérer et à se déformer de façon continue. Lorsque le métal et la céramique entrent en contact, des liaisons adhésives apparaissent entre eux [170]. Ceci est typique pour les céramiques riches en oxygène telles que l'alumine. Une telle liaison adhésive entraîne généralement le transfert du matériau

métallique sur la céramique. Luo et Quanshun [171] associent ce phénomène à un coefficient de frottement accru. Ils notent que dans le couple métal-céramique, en raison des fortes liaisons métalliques, ioniques et covalentes entre les matériaux entrant en contact, il existe une forte liaison adhésive qui augmente la valeur du coefficient de frottement.

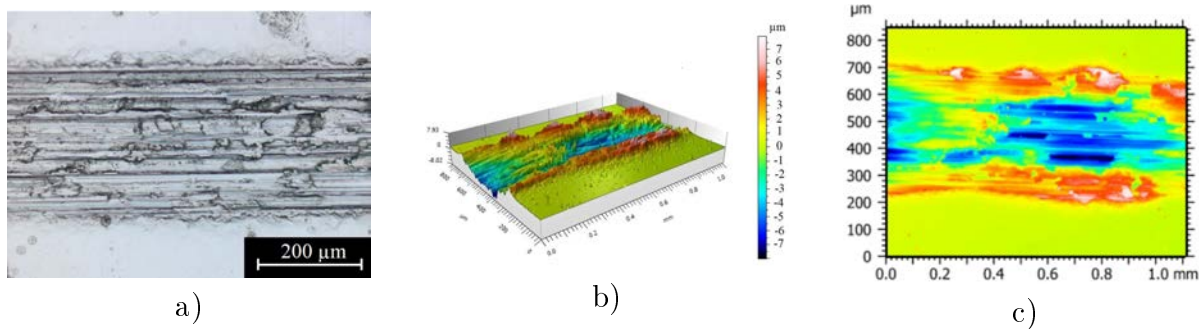


FIGURE 2.22 – Image de la piste d’usure de l’échantillon uniquement poli (0.1 Hz, 5N, 500 cycles) réalisée en microscope optique (a) profilométrie optique (b,c).

Les images obtenues à l’aide d’un microscope optique sur les surfaces usées de l’échantillon W240-D120 (aspérités de 40  $\mu\text{m}$  de hauteur initiale) sont présentées figure 2.23. Chaque image est associée à une période de frottement reprise à la figure 2.21a. Dans le premier cas (a), les aspérités sont intègres et quelques traces d’usure abrasive sont visibles. La largeur de la piste d’usure est de  $60 \pm 5 \mu\text{m}$ . La surface entre les aspérités n’a pas encore été affectée par le frottement, car il n’y a pas d’endommagement apparent. Après une durée plus longue de frottement (période 2, figure 2.23b), la largeur de la piste d’usure a augmenté jusqu’à 120  $\mu\text{m}$  sur le sommet des aspérités. La présence de traces abrasives mais aussi d’arrachement peut-être dû à de l’usure adhésive, est clairement visible. Ce résultat ressemble beaucoup à ceux relevés sur la surface de l’échantillon non structuré. On peut constater un léger rétrécissement de la piste d’usure dans les zones entre les aspérités. Ceci peut être interprété par un écoulement de matière, provenant de la destruction progressive des aspérités, et s’accumulant dans les vallées. Après 500 cycles (figure 2.23c), la piste s’est considérablement élargie. Les aspérités sont complètement détruites. Les zones d’arrachement, déjà constatées précédemment, sont plus grandes. Sur la figure 2.21a, on constate que le  $\mu$  atteint alors le même niveau que celui d’une surface non structuré.

Le résultat majeur de cette étude est que ce type de structuration, sans post-traitement, est rapidement détruit lors d’un frottement à sec. Des tests similaires, réalisés sur des

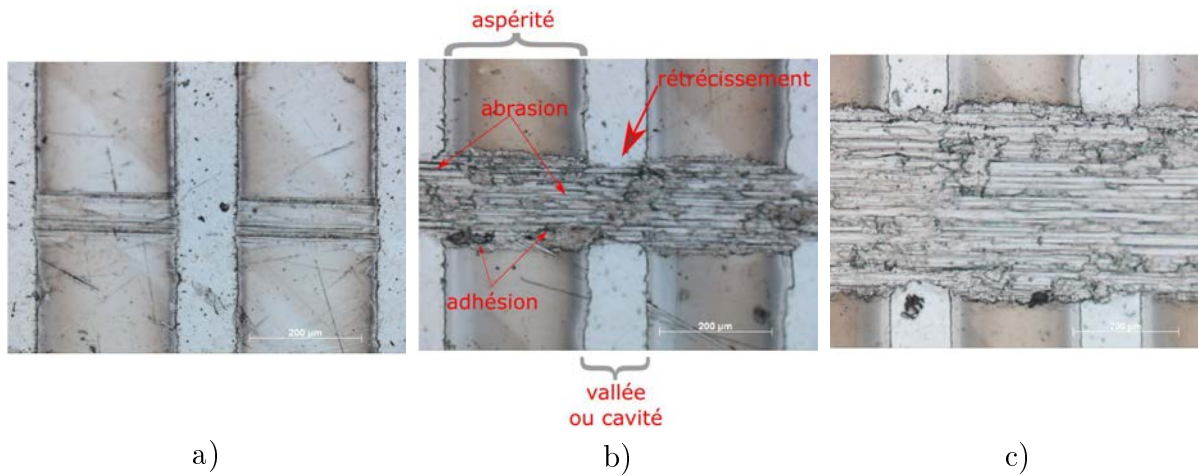


FIGURE 2.23 – Images optiques des pistes d’usure des surfaces W240-D120 dans les différentes périodes de glissement, identifiées sur les courbes de la figure 2.21 : période 1 (a), période 2 (b), période 3 (c).

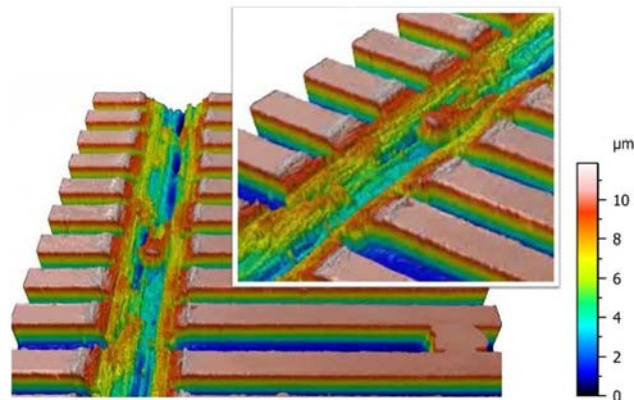


FIGURE 2.24 – Image 3D (obtenue par un profilomètre interférométrique SMART WLI) de la surface après 10 cycles de frottement sous une charge de 5 N pour l’échantillon W100-D100 uniquement structuré.

surfaces structurées W100-D100 / D300 ont produit les mêmes résultats. : sur la figure 2.24, des aspérités de type W100-D100 ont été complètement détruites après seulement 10 cycles de frottement sec. Pour augmenter la durabilité, nous avons choisi de nitrurer les motifs obtenus par gravure. Ce traitement définit alors ce que l’on appelle un traitement Duplex.

## 2.4 Conclusion

Dans ce deuxième chapitre nous avons introduit des notions de tribologie ainsi que des paramètres jouant un rôle important sur le frottement sec des surfaces structurées : la charge appliquée, la vitesse, l'état de surface ainsi que la surface de contact.

Les résultats de tests de frottement à sec d'échantillons structurés à l'aide d'un tribomètre "Bille sur plan" (configuration de frottement alternatif) sont ensuite présentés. Nous avons montré comment les paramètres de travail (fréquence, charge) du tribomètre ont été optimisés afin de rendre compte au mieux des propriétés morphologiques des surfaces testées.

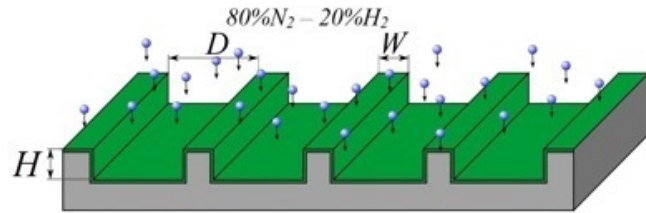
Les essais de frottement ont été réalisés sur les surfaces structurées W240-D120 de différent hauteur des aspérités (10 et 40  $\mu\text{m}$ ) avec une charge de 5 N et une fréquence de 0,1 Hz (contrepartie de la bille d'alumine). La direction de glissement a été perpendiculaire aux aspérités linéaires.

Même si la présence de motifs réduit initialement le coefficient de frottement, les résultats montrent une usure fortement abrasive et adhésive, qui conduit après quelques cycles seulement à la destruction partielle puis complète des structures réalisées. Les aspérités sont complètement détruites après quelques centaines de cycles. La durabilité des motifs créés est donc très faible, ce qui confère un caractère éphémère à la fonctionnalité éventuellement visée. Le coefficient de frottement est ensuite identique à celui d'une surface non structurée. La réalisation d'un traitement pour durcir les surfaces structurées semble donc nécessaire. Pour atteindre cet objectif, nous avons visé un traitement Duplex associant à la gravure un traitement thermochimique "nitruration".



# Chapitre 3

## Durabilité des surfaces Duplex.



### Sommaire

3.1	Traitement thermochimique et austénite expansée . . . . .	<b>78</b>
3.1.1	L'austénite expansée . . . . .	78
3.1.2	Déroulement d'un traitement de nitruration . . . . .	81
3.1.3	Frottement sur une surface nitrurée sans motifs . . . . .	84
3.2	Réalisation et caractérisation des surfaces Duplex . . . . .	<b>88</b>
3.2.1	Introduction . . . . .	88
3.2.2	Etude morphologique et structurale des surfaces Duplex . . . . .	88
3.3	Durabilité des surfaces Duplex . . . . .	<b>99</b>
3.3.1	Frottement des surfaces Duplex . . . . .	101
3.3.2	Usure des surfaces Duplex . . . . .	112
3.3.3	Comportement tribologique de la bille en alumine . . . . .	118
3.3.4	Observation des débris d'usure . . . . .	122
3.4	Conclusion . . . . .	<b>125</b>

## 3.1 Traitement thermochimique et austénite expansée

### 3.1.1 L'austénite expansée

Dans le chapitre précédent, nous avons démontré qu'une surface en acier AISI 316 LM structurée ne résiste pas très longtemps au frottement à sec. Dans ces conditions, il est nécessaire de mettre un œuvre un traitement complémentaire pour assurer la bonne durabilité des motifs, et donc la fonctionnalité visée. L'une des stratégies envisageables est le dépôt de couches minces à grande dureté comme les revêtements DLC (Diamond Like Carbon, [172–174]), des films de carbures et nitrures de titane, d'alumine, de borures, de carbure de tungstène, de nitrure de chrome, etc [175–177]. Pour ce faire, les techniques utilisées sont très diverses comme la CVD (Chemical Vapor deposition), la PVD (Plasma Vapor Deposition), la projection thermique ou à froid, etc [178–180]. Des procédés combinés ou duplex sont également développés, l'intérêt étant de créer une synergie entre les atouts apportés par chacun des traitements. Citons par exemple la création de systèmes à multicouches [181, 182] ou de revêtements durs puis structurés [183, 184]. Notre approche s'inspire de cette dernière méthode, mais en la prenant à l'envers : structurer les surfaces métalliques par gravure puis renforcer les motifs par un traitement thermochimique assisté par plasma.

Les traitements thermochimiques de nitruration ou de carburation ont pour objectif l'enrichissement superficiel d'un matériau en atomes d'azote et/ou de carbone, en le mettant en contact d'une atmosphère en espèces actives. Cet enrichissement est la conséquence de deux étapes : l'insertion d'atomes en surface puis leur diffusion dans le matériau. Suivant les paramètres utilisés (mélange gazeux, pression, température, durée), un tel traitement appliqué sur un acier inoxydable austénitique conduit à la formation d'une couche d'épaisseur pouvant atteindre plusieurs dizaines de micromètres. La figure 3.1 présente les résultats d'un traitement de nitruration durant 4 heures : la coupe transversale de la couche formée (5-7  $\mu\text{m}$  d'épaisseur), la concentration d'azote qui diminue en profondeur de la couche et le diffractogramme des rayons X correspondantes à cette surface. A partir de cette figure, il est possible de reconnaître les raies de diffraction correspondant à la



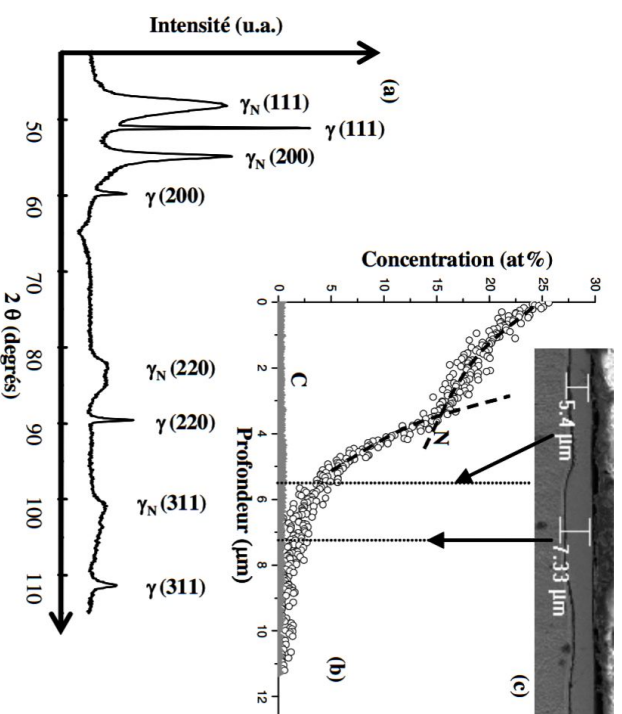


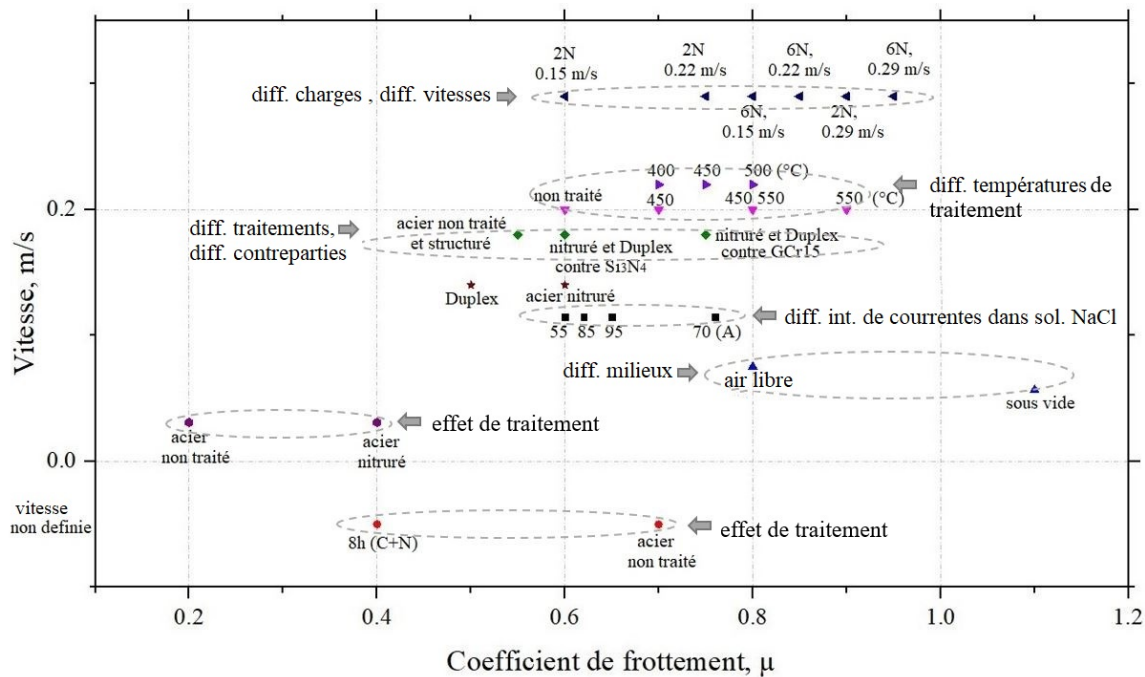
FIGURE 3.1 – Résultat d'un traitement de nitruration assistée par un plasma diode de 4 h. à 420 °C dans un mélange 90 N% $_2$  - 10 H% $_2$  à 200 Pa sur AISI 316L : cliché de diffraction des rayons X (D8 Discover Co K $\alpha$ )(a), profil de diffusion en azote et en carbone obtenus par SNMS et (c) coupe métallographique observée en MEB. Les lignes verticales correspondent aux épaisseurs minimale et maximale mesurées par MEB [185].

phase  $\gamma_N$ . En effet, à chaque raie de diffraction de la phase  $\gamma$  du substrat est associée une raie de diffraction de la phase  $\gamma_N$  apparaissant à un angle  $2\theta$  inférieur. Le paramètre de maille de la phase  $\gamma_N$  est plus grand que celui de l'austénite du substrat, d'où son nom d'austénite expansée et la position des pics décalée.

La nitruration assistée plasma, communément appelée nitruration ionique, est étudiée depuis le milieu des années 80 [186, 187]. Ses applications sont nombreuses, notamment dans le secteur de la mécanique pour lequel les propriétés tribologiques (résistance à l'usure et à la fatigue) sont très recherchées et avec un niveau d'exigence sans-cesse majoré.

Les discussions concernant la phase formée pendant ce traitement sont loin d'être closes. Suivant les auteurs, la couche est monophasée et désignée sous le terme d'austénite expansée à l'azote (ou au carbone dans le contexte d'une carburation), phase S ou encore phase  $\gamma_N$ . C'est sous ce vocable que nous la désignerons par la suite. A l'heure actuelle, un consensus s'est établi pour admettre que cette phase est une solution solide sursaturée en en azote, métastable et associée à une structure de type Cubique Faces Centrées

déformée. Cette phase est dure et très résistante. Suite à une nitruration, les teneurs superficielles en azote peuvent aller au-delà de 30 at% [185, 188]. Ce haut niveau d'insertion d'atomes conduit à la formation de contraintes de compression très importantes (plusieurs GPa, [189]) qui confèrent au matériau traité de bonnes performances mécaniques. Réalisée à relativement basse température ( $< 450\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), la nitruration plasma n'induit pas la formation de précipités de type  $\text{CrN}$ , préservant ainsi la bonne résistance à la corrosion d'un acier de type AISI 316L [190].



- Yang 2016 solution NaCl (3%), courants différents, ball on disc
- Tsujikawa sec, effet de traitement, AISI 316L traité, ball on disc
- ▲ Devaraju sec, dif. ambiances, dif. vitesses, AISI 316 nitruré, ball on disc
- ▼ Sun 1998 sec, dif. températures de nitruration, dif. contreparties, ball on disc
- ◆ Lin Liu sec, dif traitements (structuration, nitruration, Duplex), dif. contreparties, ball on disc
- ◀ Li, Wang sec, dif. vitesses, dif. charges, ball on disc
- ▶ Li, Lei sec, dif. températures de nitruration, ball on disc
- Li, Bell sec, effet de traitement, ball on disc
- \* Abedi sec, effet de traitement, ball on disc

FIGURE 3.2 – Schéma représentant différentes valeurs de coefficients de frottement pour les vitesses correspondantes (résultats de recherche bibliographique sur le frottement des aciers 316L nitrurés en plasma) [191–199].

Grâce à ces propriétés avantageux, ce matériau est utilisé dans les tests tribologiques dans les conditions diverses : différentes températures de nitruration utilisées, différentes

charges appliquées, différentes contreparties, etc. La figure 3.2 présente le résultat de recherche bibliographique sur le frottement de l'acier AISI 316L nitruré. Pour le frottement sec, une majeure partie des valeurs de  $\mu$  obtenues se retrouve entre 0,6 et 0,8. Les résultats présentés ont été réalisés pour des vitesses comprises entre 0,05 m/s et 0,3 m/s. A l'instar des surfaces non nitrurées (voir figure 2.14), la littérature est peu étoffée quant aux mécanismes de frottement des surfaces nitrurées (surfaces structurées y compris) : la formation de 3<sup>e</sup> corps, la gestion des débris, l'étude des mécanismes d'usure.

### 3.1.2 Déroulement d'un traitement de nitruration

Afin d'augmenter la résistance à l'usure de l'acier les échantillons ont été soumis à un traitement de nitruration par plasma, dans le même réacteur MDECR que celui utilisé pour la gravure. La figure 3.3 montre les différentes étapes du traitement (les paramètres sont indiqués dans le tableau 3.1). La première étape consiste à mettre sous vide les échantillons. Ceux-ci sont préalablement dégraissés à l'acétone, nettoyés à l'aide d'éthanol dans un bain à ultra-sons, puis séchés. La nitruration est précédée d'une phase de décapage de quelques minutes au cours de laquelle la surface des échantillons est activée par un bombardement ionique modéré (polarisation DC de -100 V) qui permet l'enlèvement de la couche d'oxydes tout en préservant les motifs. Au cours de cette phase, les éléments chauffants du porte-échantillon sont activés afin d'atteindre progressivement la température de traitement souhaitée. Commence alors la nitruration, sous atmosphère  $N_2/H_2$ , à une température de 400 °C, une polarisation de -50 V, pendant 8 heures. Au terme du traitement, les échantillons sont laissés refroidir sous vide, puis retirés du réacteur après remise à l'air.

Mélange de gaz	Température (°C)	Pression (Pa)	Polarisation (V)	Dureté HV100g
70-30	400	1,8	-50	800
80-20	400	2,1	-50	1200
90-10	400	2,0	-50	1000

Tableau 3.1 – Paramètres des traitements de nitruration réalisée.

Au début de notre étude, trois mélanges  $N_2/H_2$  ont été testés sur des substrats non gravés : 70/30 sccm, 80/20 sccm et 90/10 sccm. La figure 3.4a présente l'évolution des duretés superficielles, après traitement dans les trois mélanges et sous une charge croissante. Les

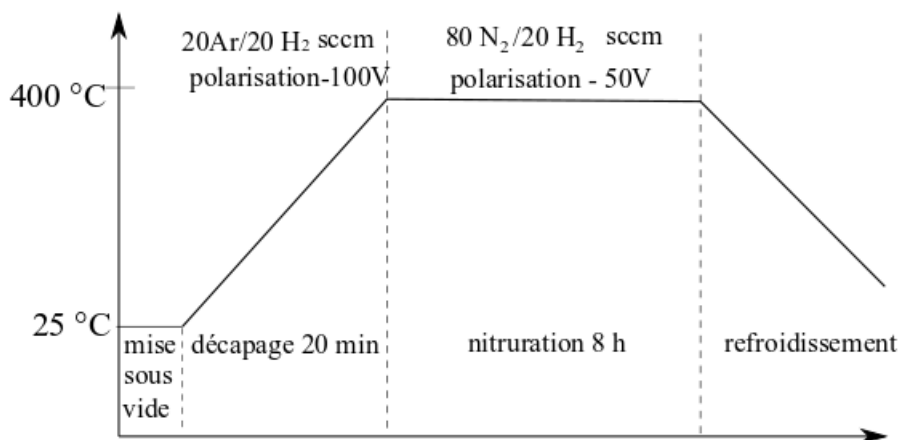
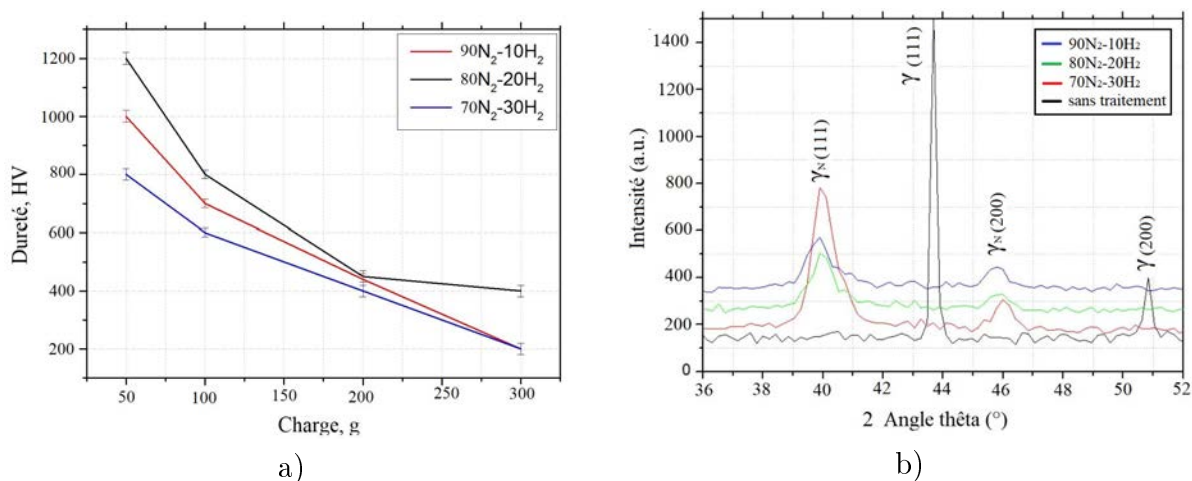


FIGURE 3.3 – Schéma de déroulement d'un traitement de nitruration.

FIGURE 3.4 – Résultats du test de dureté des échantillons obtenus par nitruration obtenus dans différents mélanges sous différentes charges (a) et diagrammes de diffraction des échantillons ( $\text{Cu K}\alpha$ ) obtenus avec nitruration dans les mélanges  $70 \text{ N}_2 - 30 \text{ H}_2$ ,  $80 \text{ N}_2 - 20 \text{ H}_2$  et  $90 \text{ N}_2 - 10 \text{ H}_2$  par rapport à l'échantillon non traité (b).

résultats montrent que le mélange 80/20 sccm donne les duretés les plus élevées. Les diffractogrammes de la figure 3.4b font apparaître la présence de pics d'austénite expansée (phase  $\gamma_N$ ) dans les directions (111) et (200).

Dans le cas de l'austénite expansée  $\gamma_N$ , il est possible de définir des paramètres de maille ( $a_{\gamma_N}$ ) différents suivant la raie de diffraction utilisée pour les calculer. Pour expliquer ceci, on peut utiliser le modèle simple présenté dans l'HDR de Czerwicz [200]. Il permet d'introduire une modélisation de l'interaction entre les contraintes et les déformations dans les couches nitrurées.

échantillon	paramètre de maille (a), nm	
	plan (111)	plan (200)
non nitruré	0,36	0,36
nitruré	0,389	0,394
Duplex	0,390	0,396
Duplex après frot.	de 0,359 à 0,390	de 0,359 à 0,396

Tableau 3.2 – les paramètres de maille des surfaces de l’acier 316LM non traité, nitruré et Duplex (avant et après frottement).

Dans le cas où une contrainte uniaxiale  $\sigma$  est appliquée sur un cristal cubique le long d’une direction  $[hkl]$ , la déformation résultante  $\epsilon$  le long de la direction  $[hkl]$  est reliée à  $\sigma$  par la loi de Hooke (relation 3.1) :

$$\epsilon = \frac{1}{E_{hkl}}\sigma \quad \text{et} \quad \frac{1}{E_{hkl}}\sigma = S_{11} - 2S_0A_{hkl} \quad (3.1)$$

$E_{hkl}$  représente le module d’Young uniaxial.  $S_0$  est relié aux constantes élastiques  $S_{11}$ ,  $S_{12}$  et  $S_{44}$  par la relation 3.2 [200],  $A_{hkl}$  représente le facteur d’orientation.

$$S_0 = S_{11} - S_{12} - \frac{S_{44}}{2} \quad \text{et} \quad A_{hkl} = \frac{h^2k^2 + h^2l^2 + k^2l^2}{(h^2 + h^2 + h^2)^2} \quad (3.2)$$

Les constantes élastiques sont telles que  $S_{11} > 0$ ,  $S_{12} < 0$  et  $S_{44} > 0$ . Pour l’acier inoxydable austénitique, la quantité  $S_0$  est positive (anisotropie positive), comme c’est le cas pour la plupart des métaux cfc. La quantité  $A_{hkl}$  varie entre 0 pour les familles de direction  $\langle h00 \rangle$  et  $1/3$  pour les familles de direction  $\langle hhh \rangle$ . Pour une contrainte  $\sigma$  constante, la déformation sera maximale suivant les directions  $\langle h00 \rangle$  et minimale suivant les directions  $\langle hhh \rangle$ .

Ainsi, les plans (111) parallèles à la surface nitrurée sont moins déformés que les plans (200) parallèles à la surface nitrurée. Conformément aux résultats obtenus dans la littérature  $a_{\gamma N} (200) > a_{\gamma N} (111)$ .

Pour le mélange 80/20 sccm (figure 3.4b), leurs intensités sont les plus grandes et leurs positions angulaires permettent de déduire une valeur du paramètre de maille de la phase  $\gamma_N$  dans le plan (111) = 0,389 nm et dans le plan (200) = 0,394 nm. Le tableau 3.2 montre les résultats des paramètres de maille des échantillons étudiés, obtenus avec la technique DRX dans ce travail : sur l'échantillon de base d'acier AISI 316LM, sur des échantillons nitrurés et sur des échantillons Duplex avant et après frottement.

Pour les trois mélanges (figure 3.4b), les raies de diffraction de la phase d'austénite initiale ont disparu, suggérant la présence d'une couche suffisamment épaisse. Cela est illustré à la figure 3.5 qui montre l'évolution de la concentration en azote (a), dans la couche, obtenue sur l'échantillon nitruré dans le mélange 80/20 sccm (b). Ces données sont issues d'une caractérisation par Spectrométrie à Décharge Luminescente (SDL), instrument hébergé à l'IJL et pour lequel une méthode étalonnée dédiée à l'étude de substrat métalliques nitrurés ou carburés (matrice fer) est disponible. Le principe de technique est basé sur le bombardement ionique des surface et de la détection de la matière pulvérisée, couche par couche). Sur la figure 3.5a observe un fort gradient de concentration, avec une teneur superficielle de l'ordre de 30 at%. Ces résultats révèlent que la couche mesure un peu plus de 20  $\mu\text{m}$ . Cette épaisseur est intéressante puisqu'elle est supérieure à la hauteur des aspérités réalisées par gravure (pour rappel : 10  $\mu\text{m}$ ). On peut donc supposer que, sous ces paramètres de traitement, toute l'épaisseur des aspérités sera traitée, et même au-delà. Dans la suite de cette étude, nous utiliserons cette nitruration pour réaliser les échantillons Duplex (voir section 3.2).

### 3.1.3 Frottement sur une surface nitrurée sans motifs

Des essais de frottement ont été réalisés sur des échantillons en aciers AISI 316 LM nitrurés plein champs, c'est-à-dire sans présence de motifs. Les conditions de frottement sont celles données dans la section 2.3.1. La figure 3.6a montre l'évolution du coefficient de frottement moyen en fonction du nombre de cycles. Les données sont comparées à celles obtenues sur une surface de référence (voir section 2.3). On constate un comportement radicalement différent. Initialement, le coefficient de frottement est très bas (0,25) puis

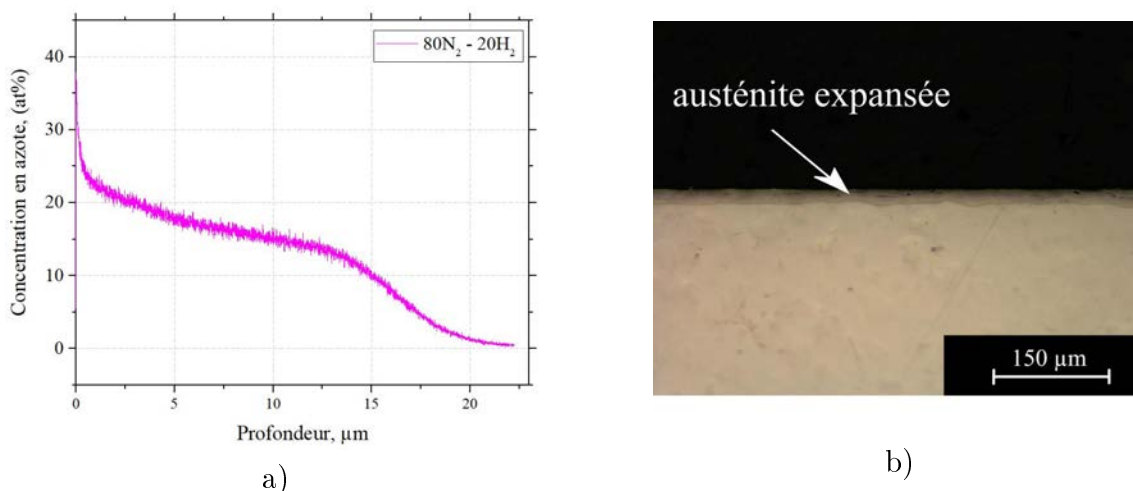


FIGURE 3.5 – Profils de concentration en azote pour des échantillons nitrurés dans un mélange de 80 N<sub>2</sub> - 20 H<sub>2</sub>, 400 °C, - 50 V, mesurés à l'aide de technique SDL (a) et l'image optique de la coupe transverse de cette surface (b).

croît de façon continue, sans grandes fluctuations, jusqu'à atteindre la valeur limite de 0,61 après 800 cycles. Cette valeur est la même que celle obtenue sur la surface de référence. L'allure globale de la courbe, plutôt lisse, suggère l'absence d'une quantité importante de débris le long de la piste de frottement. Les mécanismes d'usure, mis en jeu dans ce cas, sont associés à la formation d'un tribofilm, comme suggéré à la référence [171], et qui seront détaillés en section 4.1. Cette faible présence de débris est démontrée à la figure 3.6c : sur cette image optique de la piste d'usure, prise juste après les 1000 cycles de frottement et sans nettoyage, est seulement visible une petite accumulation de débris à chaque bout de piste. Le profil 2D (figure 3.6b) montre que la trace est peu large (130 μm) mais moins profonde (0,1 μm) comparée à celle formée sur surface juste polie après seulement 200 cycles (200 μm de largeur et 1,5 μm en profondeur). L'analyse par Microscopie Electronique à Balayage, figure 3.7a, montre la quasi disparition des joints de grains le long de la piste d'usure. Un examen à plus fort grossissement (figure 3.7b) révèle la présence de stries perpendiculaires à la direction du frottement. Dans la littérature, ces stries sont associées à un fort cisaillement de débris qui, collés à la surface, forment un tribofilm plus ou moins continu [201]. Ce type de comportement suggère des mécanismes d'adhésion forts entre la bille en alumine et la phase d'austénite élargie formée.

L'ensemble des analyses effectuées nous permet de formuler l'hypothèse suivante. Au début du frottement, la surface nitrurée est très dure et caractérisée par une forte rugosité

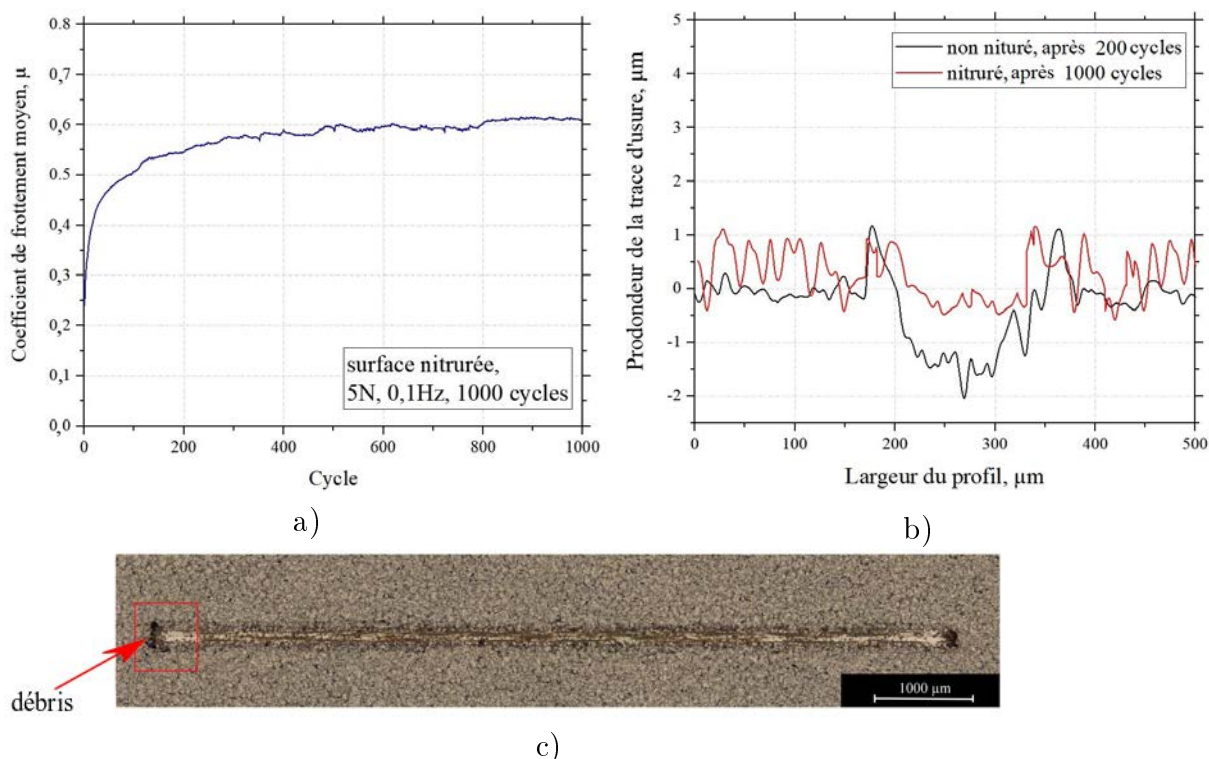


FIGURE 3.6 – Coefficient de frottement moyen pour un essai de frottement sur un échantillon simplement nitruré (a) et profil comparatif de trace d'usure sur la surface non nitrurée (après 200 cycles) et nitrurée (b) et image optique de la piste d'usure sur la surface nitrurée après 1000 cycles de frottement (c).

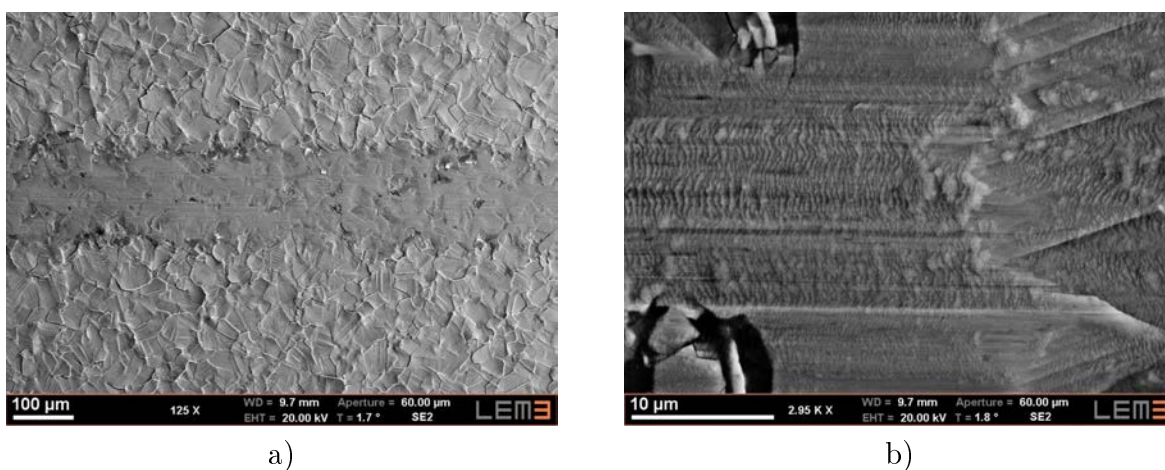


FIGURE 3.7 – Images MEB de la vue de dessus sur la surface nitrurée, après 1000 cycles de frottement sous une charge de 5 N, contre la bille d'alumine : x125 (a) et x2950 (b).

( $R_a$  : 0,3  $\mu\text{m}$ ). L'interaction avec la bille se fait essentiellement sur les arrêtes formées par les joints de grains qui se sont déchaussés les uns par rapport aux autres. Cette structuration à l'échelle de la taille des grains (20 à 30  $\mu\text{m}$ ) induit une surface de contact faible avec la bille, d'où un coefficient de frottement très bas. Après quelques passages, ces aspérités



se sont érodées, cassées, générant des débris. Ceux-ci sont soit rejetés en bout de piste, soit écrasés pour former un tribofilm plus ou moins continu. La formation de ce tribofilm stabilise le coefficient de frottement. La figure 3.8 présente deux photographies de surface de bille non nettoyée : après 500 cycles de frottement sur acier poli miroir (3.8a) et après 1000 cycles de frottement sur acier nitruré (3.8b). Les dimensions des zones d'interaction sont notifiées. On remarque une différence importante concernant l'accumulation des débris collés sur la bille dans les deux cas :

- acier poli : sur la bille forte densité de débris avec formation d'un halo large autour de la zone d'interaction.
- acier nitruré : sur la bille présence disparate de débris.

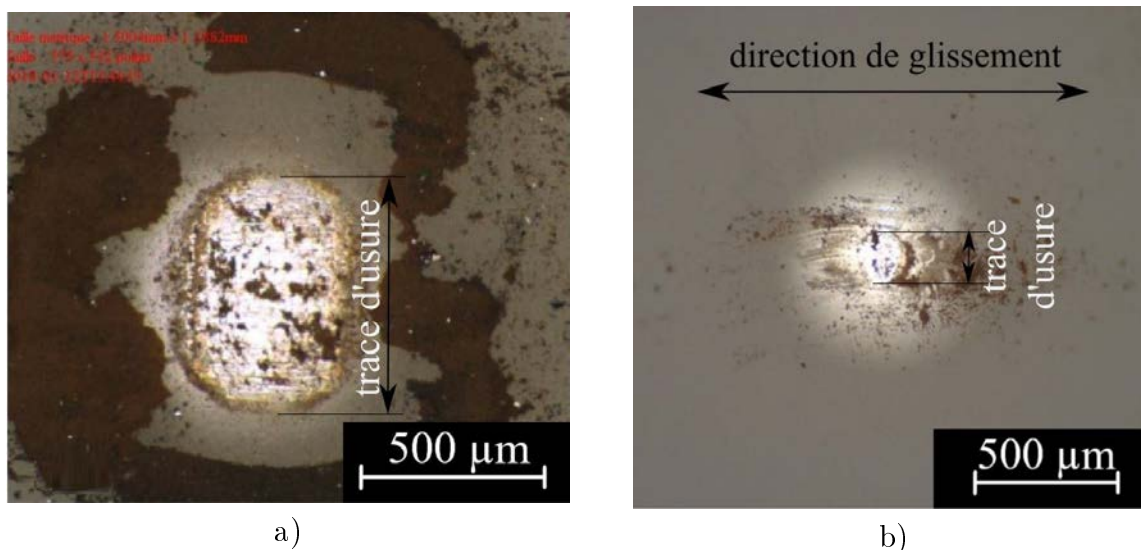


FIGURE 3.8 – Images optiques obtenus sur les billes d'alumine après 500 cycles de frottement contre la surface non-nitrurée (a) et après 1000 cycles contre la surface nitrurée (b).

Ces observations confirment les différences d'intensité entre les mécanismes d'usure sur les deux types de surface : fortement abrasive et adhésive sur l'acier poli avec production d'un grand nombre de débris, formation d'un tribofilm discontinu avec des traces d'usure abrasive et des mécanismes d'adhérence sur des débris formés en faible quantité.

## 3.2 Réalisation et caractérisation des surfaces Duplex

### 3.2.1 Introduction

Comme mentionné en début de chapitre, le traitement Duplex développé dans cette étude consiste à réaliser une structuration suivie d'un traitement thermochimique. La figure 3.9 illustre les différentes étapes exécutées dans le réacteur MDECR (chapitre 1, section 2.1) :

1. Sous atmosphère Ar/H<sub>2</sub> (95/5 sccm), une gravure sèche et sélective par bombardement ionique des substrats en acier AISI 316 LM préalablement polis miroir. La polarisation est de -400 V pendant les dix heures de procédé. Après refroidissement des échantillons sous vide, le réacteur est remis à l'air et les masques sont ôtés des échantillons.
2. Un traitement thermochimique en deux étapes : une décontamination et activation de la surface sous mélange N<sub>2</sub> /H<sub>2</sub> (20/20 sccm) à polarisation modérée (-100 V) ; une nitruration pendant huit heures à 400 °C en mélange N<sub>2</sub> /H<sub>2</sub> (80/20 sccm) et sous une polarisation de -50 V.

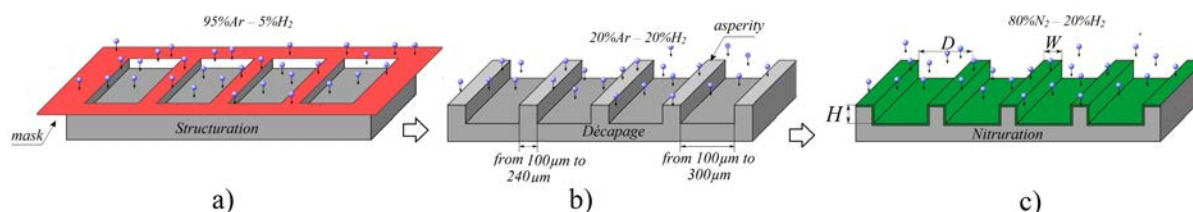


FIGURE 3.9 – Représentation schématique des étapes du traitement Duplex appliqué aux substrats en acier AISI 316 LM dans le réacteur MDECR : (a) structuration à travers un masque, (b) nettoyage et activation de la surface, (c) nitruration (D : distance entre deux aspérités ; W : largeur des aspérités ; H : hauteur des aspérités).

### 3.2.2 Etude morphologique et structurale des surfaces Duplex

La figure 3.10 présente une série de profils 2D obtenus au microscope interférométrique sur des surfaces W100-D100 et W100-D300 avant et après nitruration, dans la partie centrale des échantillons. Pour une bonne observation des motifs, une anamorphose de l'échelle

sur l'axe des ordonnées a été réalisée. Les aspérités formées par gravure ont des profils bien anisotropes (flancs verticaux) et des sommets dont la rugosité est celle de l'acier poli miroir ( $0,03 \mu\text{m}$ ). Entre chaque aspérité, la surface du matériau en fond de gravure est caractérisée par une forme légèrement concave et une rugosité plus importante ( $0,08 \mu\text{m}$ ) qui peut s'expliquer par divers facteurs : un rendement de pulvérisation différent suivant l'orientation cristalline des grains impactés [202], la présence de joints de grains, les mécanismes de micro-masquage dus au redépôt des espèces pulvérisées [203]. Pour les deux familles d'échantillons, la hauteur des aspérités est conforme à ce qui était attendu :  $10 \pm 1 \mu\text{m}$ . Aucun effet notable de la distance séparant les aspérités n'est donc observé sur la vitesse de gravure. Ceci est dû au facteur d'aspect (rapport profondeur/ouverture) des tranchées réalisées qui est inférieur à 1 dans les deux cas. Le phénomène ARDE (Aspect Ratio Dependent Etching) n'est donc pas significatif [204].

Après nitruration, le caractère anisotrope des aspérités est conservé mais deux évolutions morphologiques importantes sont à noter :

- La rugosité a fortement augmenté, à la fois sur le sommet des aspérités et en fond de gravure. Sa valeur est de 0,19. Comme expliqué à la partie 3.1, cela est dû au caractère anisotrope de la nitruration qui induit un fort déchaussement des grains.
- Au sommet des aspérités apparaissent des protubérances de chaque côté des flancs. D'une hauteur de 1 à  $2 \mu\text{m}$ , cette particularité donne un aspect de « tête à cornes » aux aspérités et se retrouve sur toute leur longueur.

En faisant abstraction de la présence de ces protubérances et de la rugosité, on remarque que globalement la hauteur des aspérités n'a pas changé après nitruration. Suivant les travaux d'A. Andrieux [69], une nitruration réalisée dans nos conditions induit un phénomène de surrection (déplacement dans la direction normale à la surface de l'échantillon) de l'ordre d'un micromètre. Si ce gonflement de la zone nitrurée est semblable en fond de tranchée et au sommet des aspérités, on peut supposer que les caractéristiques de la couche formée sont les mêmes aux deux endroits. Les coupes transversales de la figure 3.11 nous renseignent à ce sujet. Ces images ont été obtenues après polissage des surfaces coupées et observations au microscope Alicona Infinite Focus. Pour les deux configurations

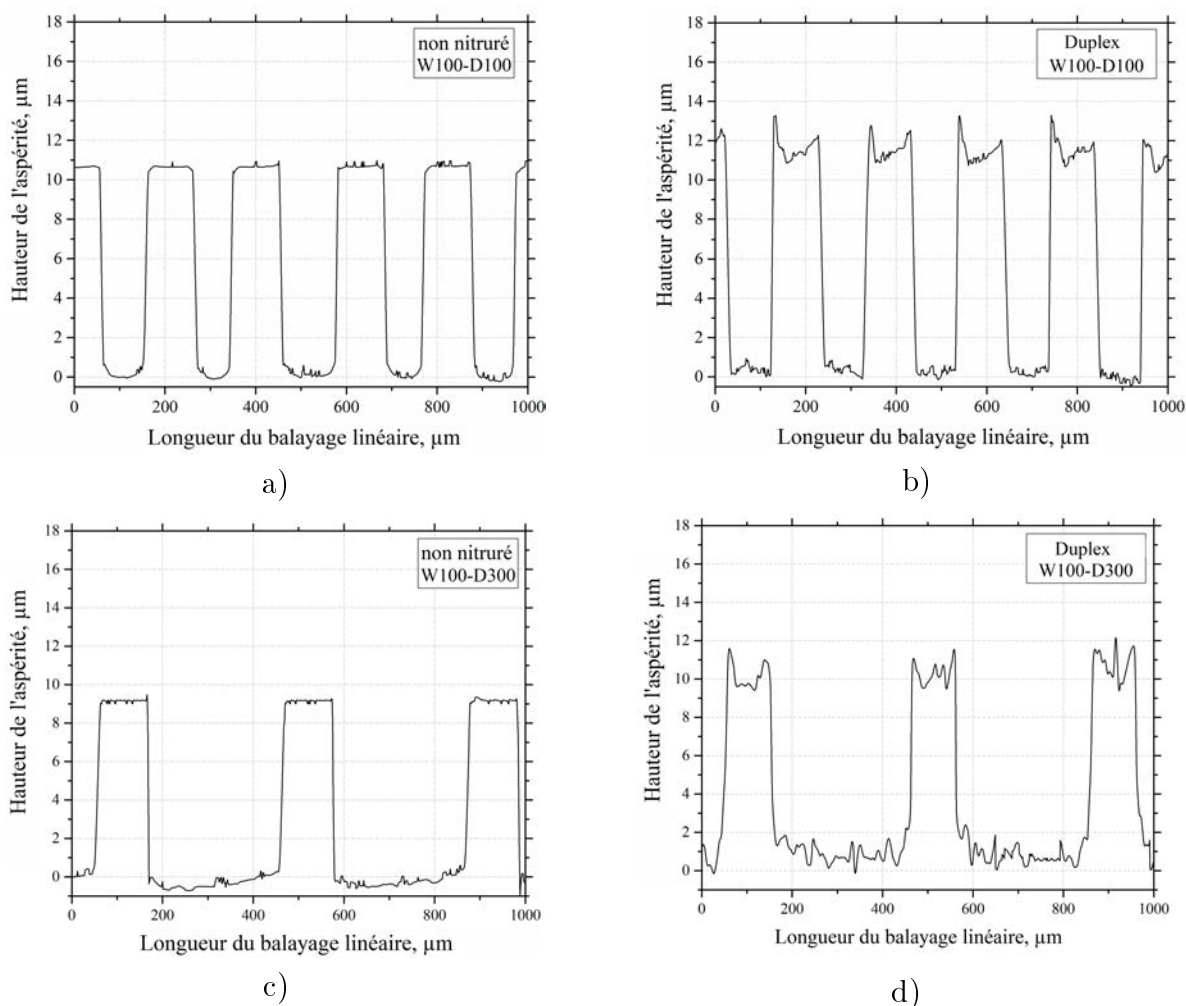


FIGURE 3.10 – Profils 2D des surfaces structurées : échantillon W100-D100 non nitruré (a), échantillon W100-D100 duplex (b), échantillon W100-D300 non nitruré (c), échantillon W100-D300 Duplex (d).

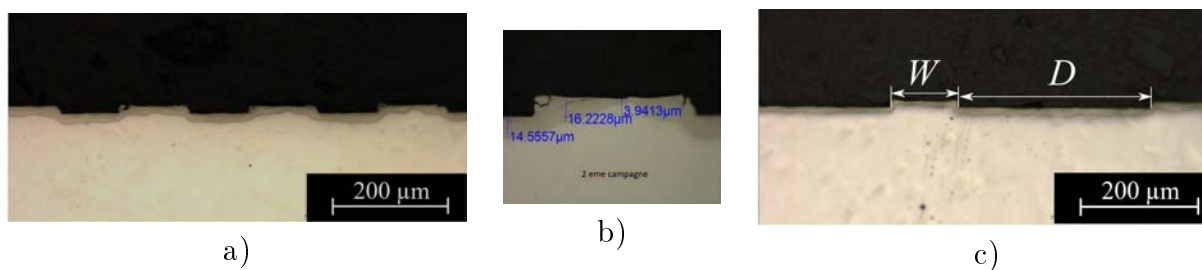


FIGURE 3.11 – Coupe transversale des échantillons W100-D100 (a) Duplex et W100-D300 (b,c) obtenu à l'aide d'un microscope optique.

testées, les couches nitrurées apparaissent en fait inhomogènes :

- En tenant compte du caractère anisotrope du traitement d'un grain à l'autre, on constate la formation d'une couche plutôt homogène dans la zones ayant préalablement subi un

bombardement ionique. L'épaisseur moyenne mesurée est de 15  $\mu\text{m}$ .

- Sur les aspérités, la couche est inhomogène : d'épaisseur semblable à celle mesurée en fond de tranchée, celle-ci s'affine fortement par endroits avec des zones d'épaisseur inférieure à 4  $\mu\text{m}$ .

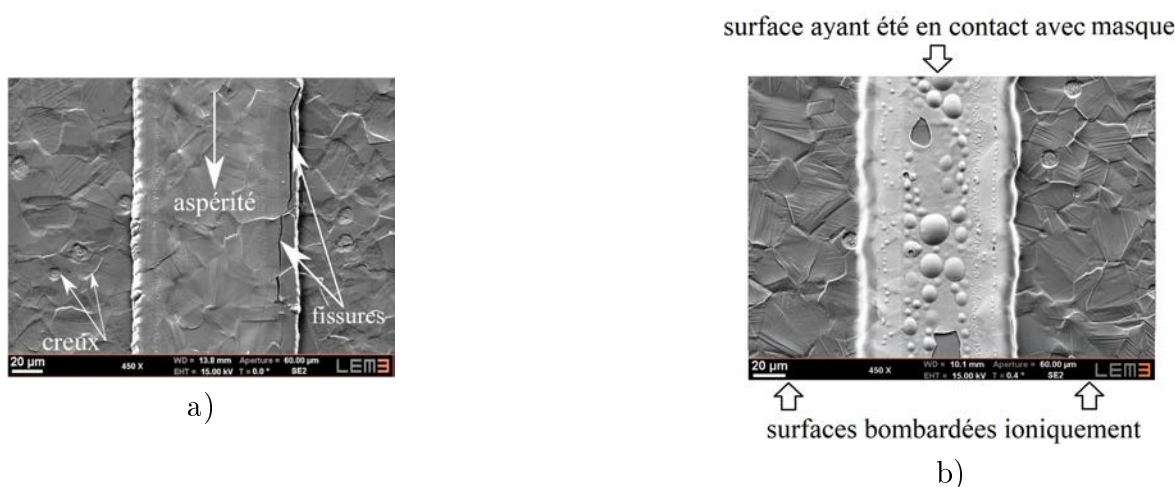


FIGURE 3.12 – Images MEB des aspérités duplex W100-D100 (a) et W100-D300 (b).

Les figures 3.12a,b montrent des images MEB des échantillons duplex W100-D100 et W100-D300 (vue de dessus sur l'aspérité). On peut voir que les surfaces en contact avec le masque ont un film avec de bulles caractéristique. De plus grandes bulles sont présentes sur la surface de l'échantillon W100-D300. Le film n'est caractéristique que des zones en contact avec le masque. L'épaisseur de couche de nitruration des surfaces sans motifs présentait 20  $\mu\text{m}$ , tandis que sur les surfaces structurées la profondeur variait entre 16 et 4  $\mu\text{m}$ . Pour comprendre la nature de ces films et la couche de nitruration sur les échantillons structurés, des lames en section transverse ont été prélevées à l'aide d'un microscope électronique à balayage associé à une source d'ions focalisés (FIB). La figure 3.13 indique la zone des prélèvements (figure 3.13a) ainsi que certaines des étapes d'extraction (figure 3.13b) et d'amincissement d'une lame (figure 3.13c).

La longueur des lames prélevées est environ de 10  $\mu\text{m}$  et la profondeur est de 7  $\mu\text{m}$ . Au début du prélèvement, deux couches de platine sont déposées de façon électronique puis ionique afin de protéger la surface de l'échantillon lors de la phase d'amincissement. Par la suite, toutes les images en microscopie électronique en transmission de la surface de la

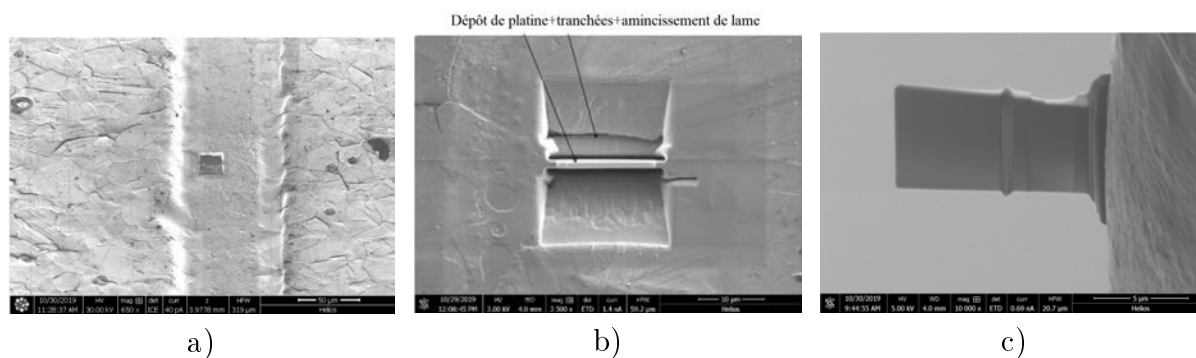


FIGURE 3.13 – Image MEB d’une zone de prélèvement d’une lame en section transverse (a), image MEB de l’une des étapes d’extraction de la lame (b), image MEB d’une lame mince en cours d’amincissement (c).

lame présenteront du platine en surface provenant de cette méthode de préparation.

L’analyse des lames minces a été réalisée par microscopie électronique en transmission (MET : Microscope Électronique à Transmission) afin d’obtenir des informations sur la morphologie, la cristallographie et la composition élémentaire des échantillons. Dans le cadre de ce travail, deux microscopes électroniques en transmission ont été utilisés :

- Le microscope Philips CM200 équipé d’un filament LaB6, d’une lentille TWIN et opérant à 200kV a principalement été utilisé pour l’observation des dislocations et la réalisation de clichés de diffraction des électrons en aire sélectionnée (SAED).

- Le microscope JEOL ARM 200F est équipé d’une cathode froide, d’une lentille haute résolution ainsi que d’un détecteur EDS (spectroscopie à dispersion d’énergie des rayons X) JEOL Centurio. Ce microscope opérant à 200kV a notamment permis l’observation en mode TEM haute résolution (HRTEM - avec un faisceau d’électrons parallèle – résolution point par point : 0,19nm) des nanostructures présentes dans les lames FIB. Le mode balayage (STEM – le faisceau d’électrons est convergent – résolution spatiale de 0,08 nm) couplé au détecteur EDS a été utilisé pour l’enregistrement des cartographies élémentaires.

En TEM, à partir des clichés de diffraction (obtenus avec les deux microscopes) plusieurs types d’images ont été enregistrés :

- Les images en champ clair sont obtenues en sélectionnant uniquement le faisceau trans-

mis sur le cliché de diffraction à l'aide d'un diaphragme objectif. Ces images permettent d'améliorer les contrastes et de visualiser les zones en position de diffraction

- Les images en champ sombre sont obtenues en sélectionnant l'un des spots de diffraction à l'aide d'un diaphragme objectif. Ces images permettent de mettre en évidence les zones de l'échantillon d'où proviennent le spot de diffraction. En STEM, deux détecteurs ont permis l'enregistrement simultané des images. Le détecteur dit « bright field » collecte les électrons transmis se trouvant proche de l'axe optique du microscope. Les images obtenues seront appelées images STEM-BF. Le détecteur dit « high angle annular dark field » collecte les électrons diffusés de manière quasi-inélastique se trouvant le plus loin de l'axe optique du microscope. Les images obtenues seront appelées images STEM-HAADF. Le contraste sur les images STEM-HAADF étant proportionnel à  $Z^{1.6}$ , elles sont utilisées pour localiser facilement des différences de composition élémentaire.

De plus, l'imagerie STEM a été couplée à la détection des rayons X provenant de l'interaction entre les électrons et l'échantillon. Les cartographies STEM-EDS où chaque pixel de l'image est un spectre EDS, ont donc permis de localiser précisément les éléments présents dans les échantillons étudiés.

### Description générale des lames

La figure 3.14a présente une image STEM-BF de la lame FIB de l'échantillon W100-D100 non frotté. La zone prélevée représente 10  $\mu\text{m}$  de large et environ 7  $\mu\text{m}$  sous la surface. La figure 3.14b permet une observation plus détaillée de la surface de l'échantillon. Il apparaît une couche superficielle d'épaisseur comprise entre 100 et 140 nm. Il est également à noter que l'acier AISI 316L présente des discontinuités obliques plus ou moins importantes (entre 20 et 150 nm). Ce défaut n'est pas observé sur la lame prélevée dans l'échantillon W100-D300 (figure 3.14c). Cependant, cette lame met en évidence la présence de deux couches superficielles (notées I et II sur la figure 3.14d). La première (I), constituée de grains, a une épaisseur variable comprise entre 70 et 150 nm. La seconde, plus compacte, à l'interface entre l'acier et la couche superficielle I, a une épaisseur d'environ 385 nm. Cette seconde couche semble peu adhérente comme le montre la flèche sur la figure 3.14c. Cette remarque est en accord avec les observations MEB de la figure 3.12b.

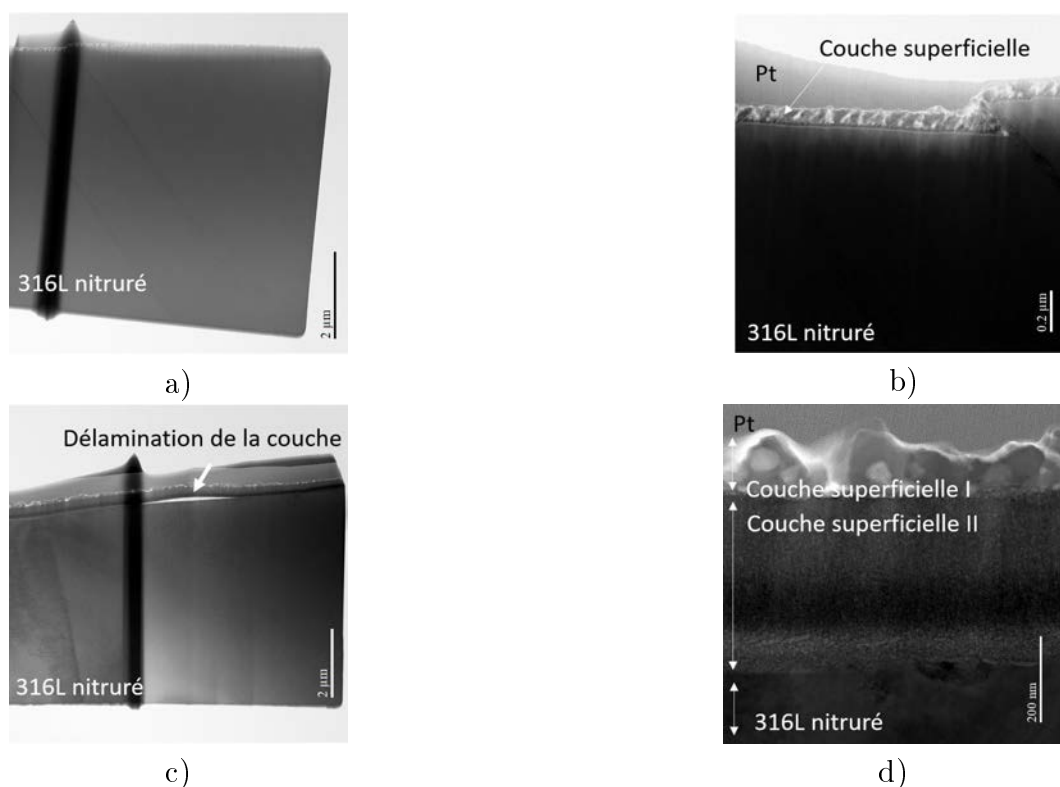


FIGURE 3.14 – Image STEM-BF de la lame FIB prélevée sur l'échantillon W100-D100 non frotté (a), détail de la surface de l'échantillon (image STEM-BF) (b), image STEM-BF de la lame FIB prélevée sur l'échantillon W100-D300 non frotté (c), détail de la surface de l'échantillon (image STEM-BF) (d).

### Étude des couches superficielles

La figure 3.15 a met en évidence la répartition chimique de trois éléments (O, Ni, Fe) pour l'échantillon W100-D100. Ainsi, les analyses EDS (figure 3.15b) montrent que la couche superficielle est constituée d'une sous-couche (à l'interface avec l'acier) d'environ 10 nm contenant majoritairement du chrome et de l'oxygène suivie d'une couche dense (15 nm) contenant majoritairement du nickel et de l'oxygène formant des colonnes inclinées. Entre ces colonnes se trouvent des cristallites constituées de Fe, Cr et O.

La figure 3.16a met en évidence la répartition chimique de trois éléments (Cr, N, Fe) pour l'échantillon W100-D300. Ainsi, les analyses EDS (figure 3.16b) montrent que la couche superficielle II est majoritairement constituée de Fe, Cr, N, O, Ar et Ta. La couche superficielle I contient uniquement Fe, N, O.

Ces deux figures (3.15 et 3.16) démontrent la complexité des processus de surface inter-



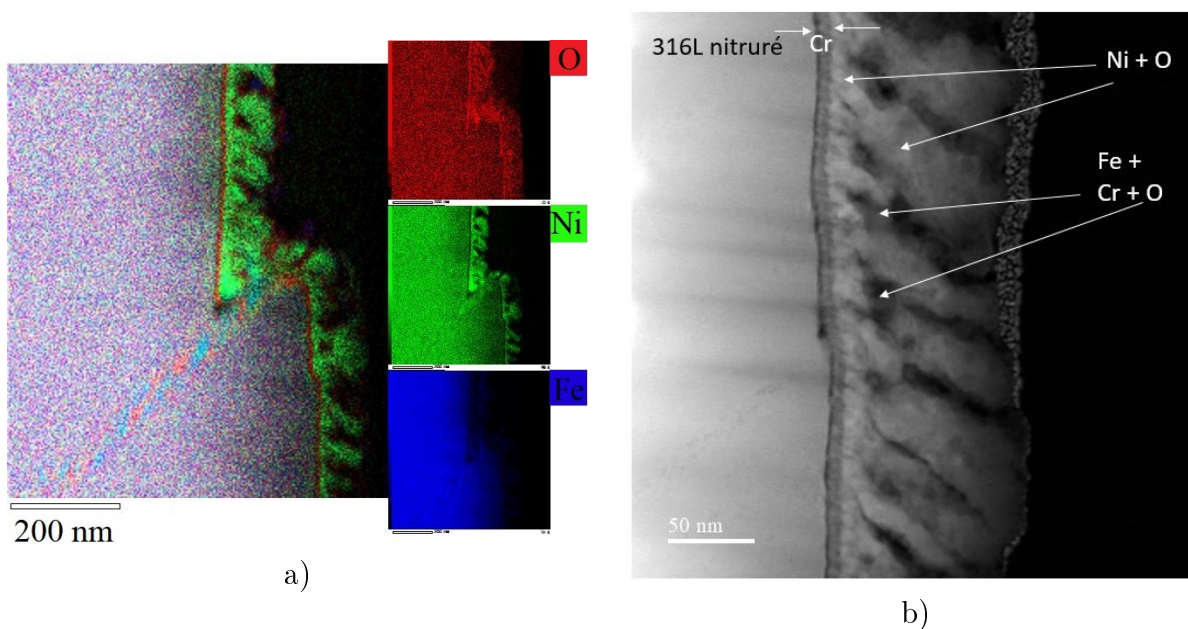


FIGURE 3.15 – Cartographie des éléments en STEM-EDS (échantillon W100-D100) avec le fer en bleu, le nickel en vert et le chrome en rouge (a), image STEM-HAADF avec répartition des éléments dans l'échantillon W100-D100 (b).

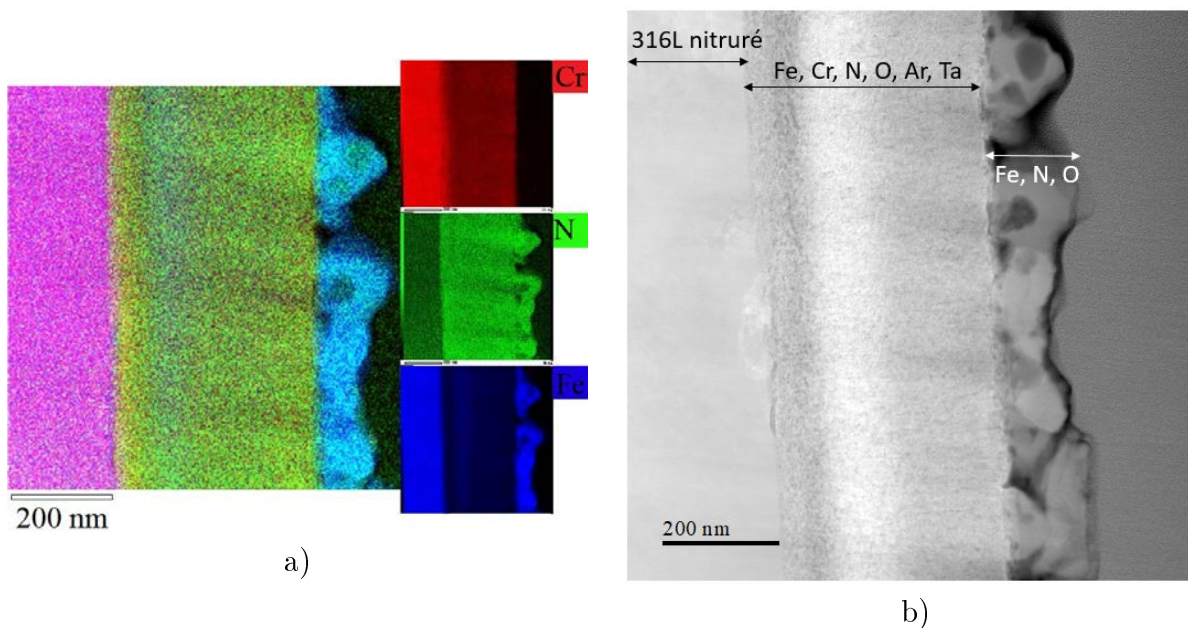


FIGURE 3.16 – Cartographie des éléments en STEM-EDS (échantillon W100-D300) avec le fer en bleu, l'azote en vert et le chrome en rouge (a), image STEM-HAADF avec répartition des éléments dans l'échantillon W100-D300 (b).

venant lors des étapes de gravure et de traitement thermochimique, en relation avec la géométrie des motifs, la présence du masque et l'environnement des échantillons dans le réacteur plasma. Les analyses cristallographiques des couches superficielles sont toujours

en cours afin de mettre en évidence des oxydes ou des alliages métalliques. Cependant, les éléments présents dans ces couches peuvent s'expliquer par les étapes du traitement Duplex. Il peut s'agir soit d'un mécanisme de dépôt : par exemple, la présence simultanée du tantale et de l'argon dans la couche superficielle II nous fait penser que ces deux éléments sont apparus à cet endroit lors de l'étape de gravure (pulvérisation du porte-échantillon en tantale et redépôt sur substrats et masques). Cette hypothèse est cohérente avec les résultats obtenus dans le chapitre 1 où nous avons discuté de la contamination apparue sur les masques. Pour les éléments Fe, Cr et Ni, des phénomènes de diffusion sont suspectés.

### Étude de la couche nitrurée

Comme montré à la figure 3.17, la présence des couches superficielles ne constitue pas une barrière à la nitruration. Cependant, les profils EDS réalisés en profondeur dans les deux sections transverses montrent des disparités en pourcentage atomique d'azote : l'échantillon W100-D100 présente une teneur quasi constante d'azote de l'ordre de 24 at%, tandis que l'échantillon W100-D300 présente au mieux une teneur de 15 at% avec une décroissance marquée à environ 4  $\mu\text{m}$  sous les couches superficielles. Ces différences proviennent certainement de la nature (composition et morphologie) des couches en surface.

Pour l'échantillon W100-D300, les clichés de diffraction obtenus le long de la section transverse présentent tous la même orientation (figure 3.18). Ils ont été indexés comme la phase d'austénite expansée orientée  $\langle 101 \rangle$  (figure 3.18 b). Le paramètre de maille estimé à partir des clichés expérimentaux est de 0.385 nm (à environ 2% près). Les résultats obtenus pour l'échantillon W100-D100 sont plus complexes. Pour une profondeur supérieure à 5  $\mu\text{m}$  (figure 3.19a), les clichés de diffraction enregistrés ont été indexés avec l'orientation  $\langle 101 \rangle$  de l'austénite expansée (figure 3.18b – cliché théorique). La figure 3.19c montre un cliché de diffraction enregistré dans une zone comprise entre la couche superficielle et 5  $\mu\text{m}$  de profondeur. Sur ce cliché, en plus d'un réseau de spots de diffraction intenses, des spots de faible intensité apparaissent pour certaines directions. La structure cristallographique permettant d'obtenir ce type de motif est une structure cubique simple orientée  $\langle 101 \rangle$ . Elle a donc été indexée comme étant une structure de type  $\text{Fe}_4\text{N}$  (figure 3.19b) dont le paramètre de maille théorique est de 0,379 nm. Dans le cas d'une structure cubique face

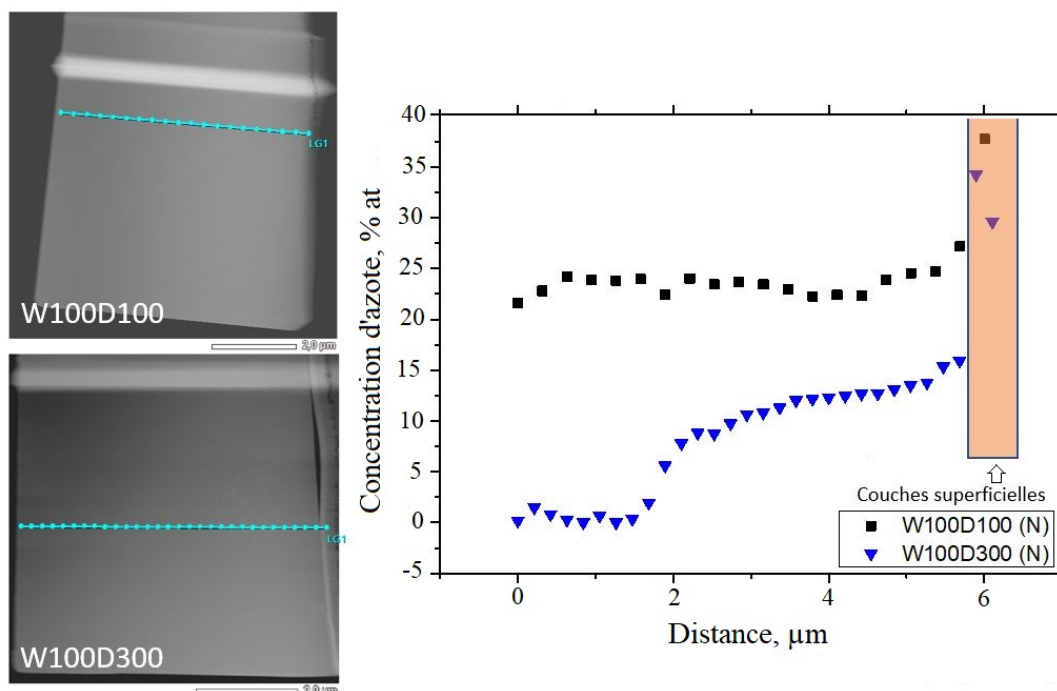


FIGURE 3.17 – Profils de composition d’azote obtenus en STEM-EDS pour les échantillons W100-D100 et W100-D300.

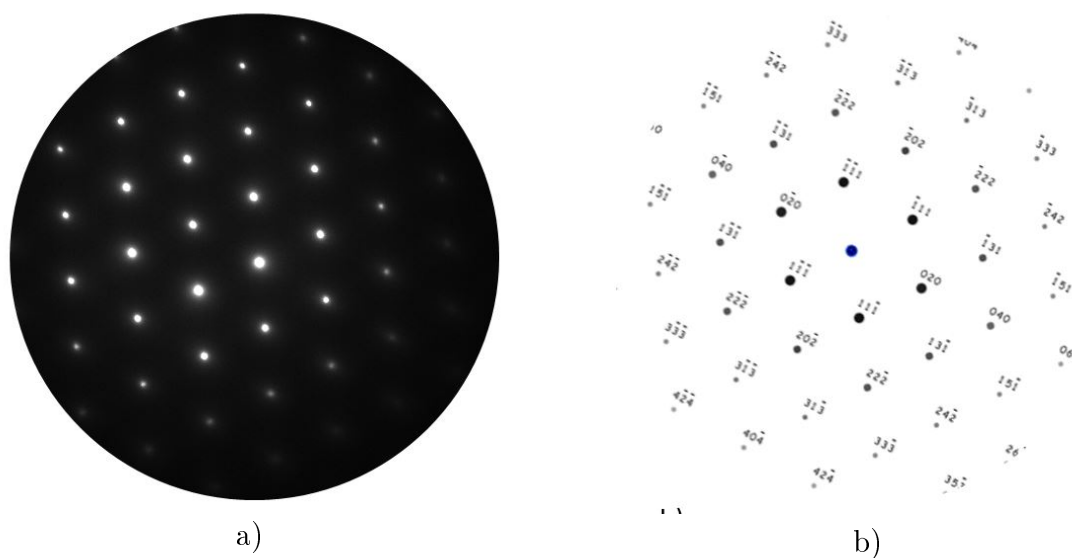


FIGURE 3.18 – Cliché expérimental de diffraction des électrons pour l’échantillon W100D300 (a), cliché de diffraction théorique de austénite orientée  $\langle 101 \rangle$  (b).

centrée type austénite expansée, ces spots de faible intensité ne seraient pas visibles car interdits par les lois de la diffraction. Cependant, il n’est pas exclu que ces deux phases coexistent à cet endroit de la lame, puisque les spots de diffraction intenses des deux structures apparaissent aux mêmes endroits. Cette hypothèse est étayée par l’estimation

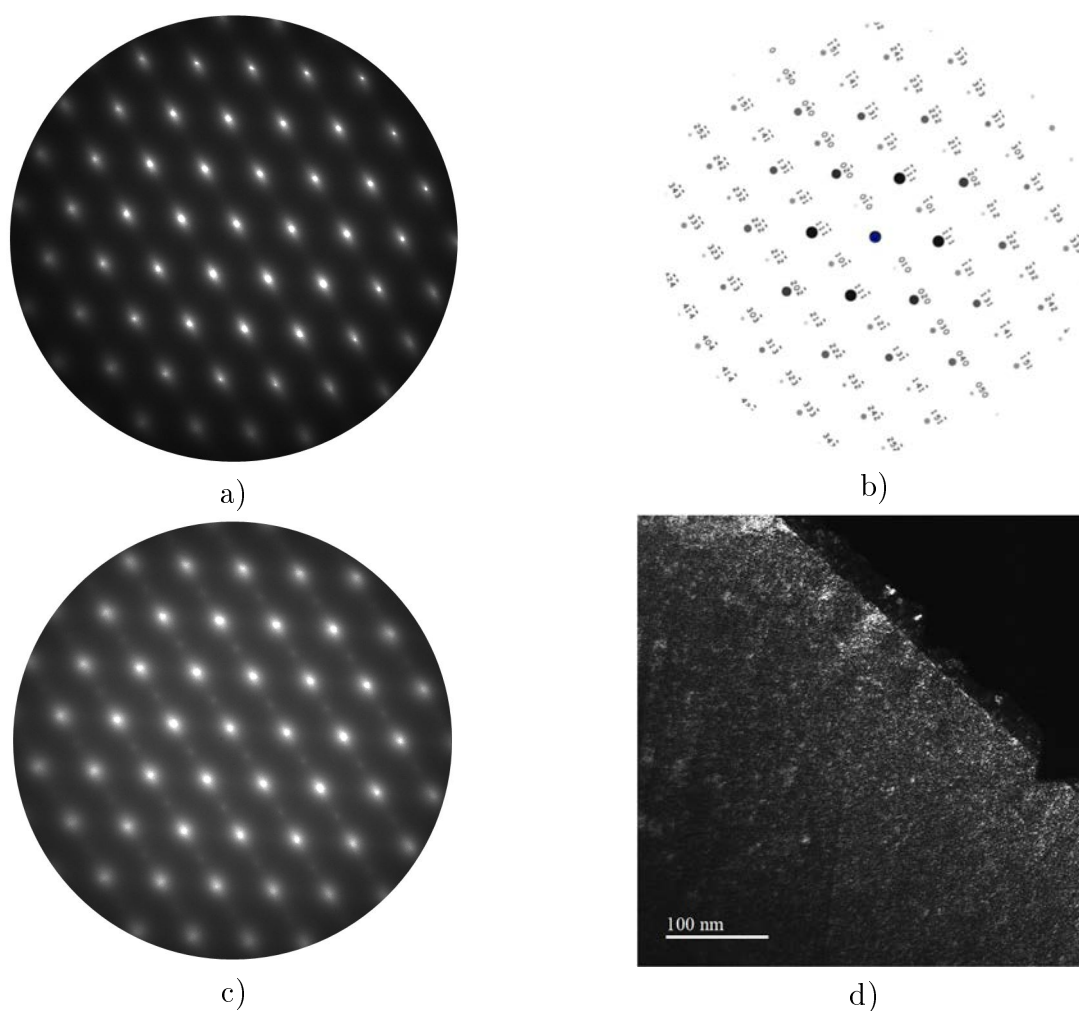


FIGURE 3.19 – Cliché expérimental de diffraction des électrons pour l'échantillon W100D100 à une profondeur supérieure à  $5\ \mu\text{m}$  (a), cliché de diffraction théorique du  $\text{Fe}_4\text{N}$  orientée  $\langle 101 \rangle$  (b), cliché expérimental de diffraction des électrons à une profondeur inférieure à  $5\ \mu\text{m}$  (c), image MET en champ sombre obtenue sur le spot de diffraction 010 de la figure 3.19c (d).

d'un paramètre de maille à  $0,39\ \text{nm}$  (à 2% près) qui est donc supérieur au paramètre théorique du  $\text{Fe}_4\text{N}$ . De plus, dans cette partie de la lame, la teneur en azote est supérieure aux 20 at% attendus pour  $\text{Fe}_4\text{N}$ . En l'absence de doubles spots sur le cliché de diffraction ou d'allongement notable de ceux-ci, l'hypothèse privilégiée est que l'austénite expansée est présente majoritairement dans cette zone. De plus, une image MET en champ sombre (en sélectionnant un spot peu intense) montre la présence de petits précipités brillants dans une matrice sombre (figure 3.19d). Ces petits précipités révèlent la localisation de la phase  $\text{Fe}_4\text{N}$ .

### 3.3 Durabilité des surfaces Duplex

Le frottement et l'usure de surfaces structurées et nitrurées ne constituent pas encore un domaine de recherche très répandu, malgré les nombreuses perspectives discutées aux chapitres 1 et 2 et qui peuvent être résumées comme suit [195, 205] :

- La structuration a un impact significatif sur les mécanismes d'usure, grâce à la collection des débris formés lors du frottement à sec ou à la constitution de réservoirs à lubrifiant (figure 3.20)
- La présence d'une couche dure sur les surfaces structurées permet de préserver ces atouts dans la durée.

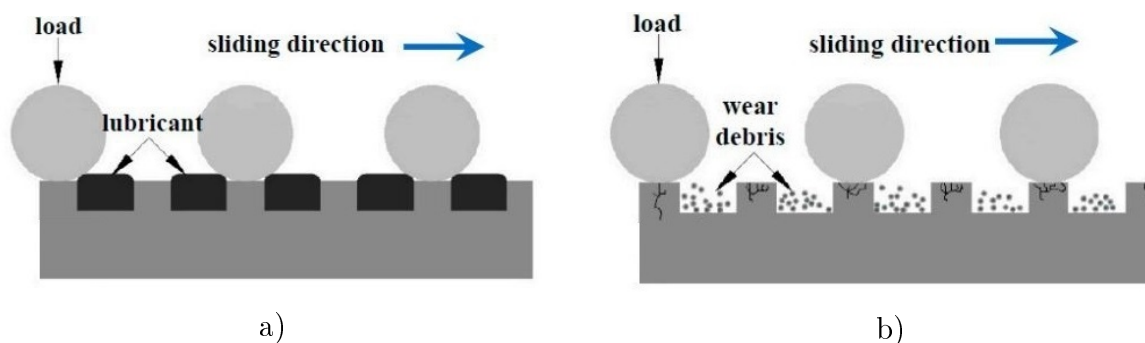


FIGURE 3.20 – Représentation schématique des mécanismes de piégeage des lubrifiants (a) et des débris d'usure par une surface structurée, soumise au frottement (b) [195].

Dans les paragraphes suivants, nous avons rassemblé des résultats issus de la bibliographie et montrant l'impact de surfaces métalliques traitées Duplex sur le coefficient de frottement et l'usure.

E. Gualteri et al. [206] ont réalisé des expériences de frottement lubrifié sur l'acier 30Ni-CrMo12 qui est fortement utilisé dans le secteur des transports (aéronautique, pièces mécaniques telles que bielles ou essieux). D'abord nitrurés, les échantillons ont été structurés par laser pour former en surface des réseaux de microcavités de 100  $\mu\text{m}$  de diamètre et 50  $\mu\text{m}$  de profondeur, avec un taux de couverture de 40%. Les tests de frottement ont été réalisés en configuration « plan-plan » avec pour contrepartie une surface en acier poli. Des comparaisons entre échantillons juste nitrurés et duplex ont montré que pour les surfaces duplex le coefficient de frottement diminue de 30%. Des études assez similaires

mais en frottement à sec, présentées par Borghi et al. [205], montrent le rôle joué par les cavités sur le piégeage des débris. Ce mécanisme permet de diminuer le coefficient de frottement d'environ 10% par rapport à une surface nitrurée mais non structurée. Le piégeage des débris réduit leur présence directe au niveau de la surface de contact. L'usure par abrasion est ainsi restreinte.

Garcia-Giron et al. [207] constatent qu'à la suite d'un traitement Duplex - nitruration ou carburation suivie d'une structuration par laser (motif en forme de lignes et carrés) – lors d'essais d'abrasion il est possible de réduire l'usure significativement : les surfaces non nitrurées ont perdu 50% de leur hauteur initiale, tandis que les surfaces Duplex ont été usées de façon non-significative (seuls les renflements qui sont des défauts générés lors du passage du laser sont rabotés). Cependant, après l'utilisation du laser, des fissures ont été observées dans la couche nitrurée. Malgré cela, la résistance à l'usure a été augmentée.

Lin et al. [195] ont réalisé des essais de frottement à sec et lubrifiés sur quatre types de surfaces en acier AISI 316L avec différentes finitions (polie, structurée, nitrurée et Duplex) et deux natures de bille comme contrepartie : une bille en acier à roulements (GCr15) et une bille en céramique ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ). Les résultats montrent que dans tous les cas testés, le traitement duplex obtient les meilleures performances et réduit l'usure. Cependant, les mécanismes d'usure diffèrent suivant la nature de la bille employée : abrasive avec important transfert de matière pour celle en GCr15, usure par fatigue avec formation de fissures pour la bille en céramique. Ces différences s'opèrent également dans le calcul du coefficient de frottement : plutôt constant et aux alentours de 0,6 pour la bille en céramique quelle que soit la surface testée, de 0,7 sur surface nitrurée (Duplex ou non) à 0,5 sur surface polie ou structurée avec la bille en acier. Les auteurs mettent ici en évidence le rôle de l'adhérence entre les deux surfaces qui, suivant son intensité, influe fortement sur les mécanismes d'usure.

En régime sec, même si le coefficient de frottement ne semble pas diminuer grandement, ces études mettent en lumière la bonne résistance des surfaces duplex dont l'usure est réduite. Ce comportement est la conséquence de la synergie entre l'augmentation de la dureté, apportée par la nitruration, et la structuration qui permet la gestion des débris (formation de zones de stockages).

Ainsi, malgré l'effet de réduction de coefficient de frottement qui n'est pas très évident, l'augmentation de la résistance à l'usure des échantillons Duplex au frottement à sec reste un domaine perspectif, mais peu étudié. Contrôler la structuration, c'est affecter les mécanismes d'usure et son intensité non seulement en faisant varier l'adhérence et la composante de déformation du frottement, mais aussi en régulant la distribution des produits d'usure le long de la piste de frottement.

### 3.3.1 Frottement des surfaces Duplex

Les essais de frottement à sec sur les surfaces Duplex ont été conduits suivant les paramètres et conditions définis au chapitre 2 (section 2.2.2). Pour rappel, le tribomètre utilisé est un Anton Paar TRN en configuration de frottement alternatif muni d'une bille en alumine de 6 mm de diamètre (figure 3.21a). Les tests sont effectués dans la direction perpendiculaires aux aspérités. Un cycle complet, effectué en 10 secondes, représente 16 mm de distance totale. Sur les échantillons W100-D100, ce sont donc en tout 80 aspérités qui sont concernées par le frottement, 40 pour les échantillons W100-D300.

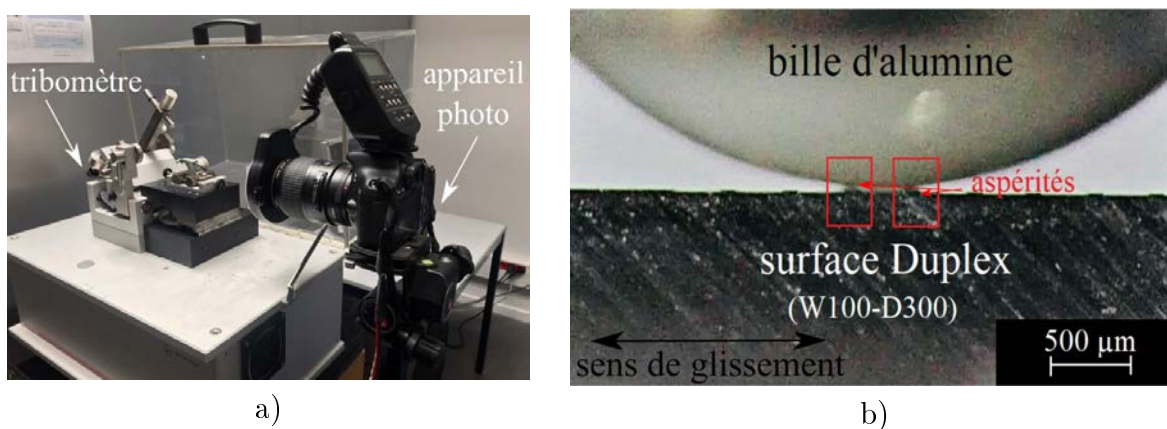


FIGURE 3.21 – Installation du tribomètre (a) et photo de la bille en contact avec la surface Duplex W100-D300, obtenu en utilisant l'appareil Canon D500 avec un objectif macro 100 mm, installé à coté de tribomètre (avec sensibilité - 1600 ISO, F/4,5 ouverture, 1/2500 sec vitesse) (b).

Le contact aspérité-bille est visible sur la photo de la figure 3.21b. Celle-ci a été prise par un appareil de marque Canon modèle 500D possédant un objectif macro de 100 mm. Le cliché a été obtenu avec une sensibilité 1600 ISO, une ouverture de F/4,5 et une vitesse d'obturation de 1/2500 secondes. Pour réaliser cette photo, l'échantillon a été

préalablement coupé dans la direction perpendiculaire aux aspérités. Ce cliché montre la bille au contact avec une aspérité (encart rouge à droite). Comme il sera décrit dans la partie 3.3.2, la mise en place de cet équipement nous a permis de repérer la répartition des débris à la fois sur la bille et sur la piste d'usure. L'utilisation de cet appareil nous a permis d'enregistrer notamment les images de la bille lorsqu'elle est en contact avec les aspérités à une échelle 1 :1 et de les représenter avec les schémas à une échelle libre. Trois positionnements caractéristiques ont été identifiés (voir figure 3.22) : bille sur la partie centrale de l'aspérité (a,d), bille entre deux aspérités (b,e) et la bille sur le bord d'une aspérité (c,f).

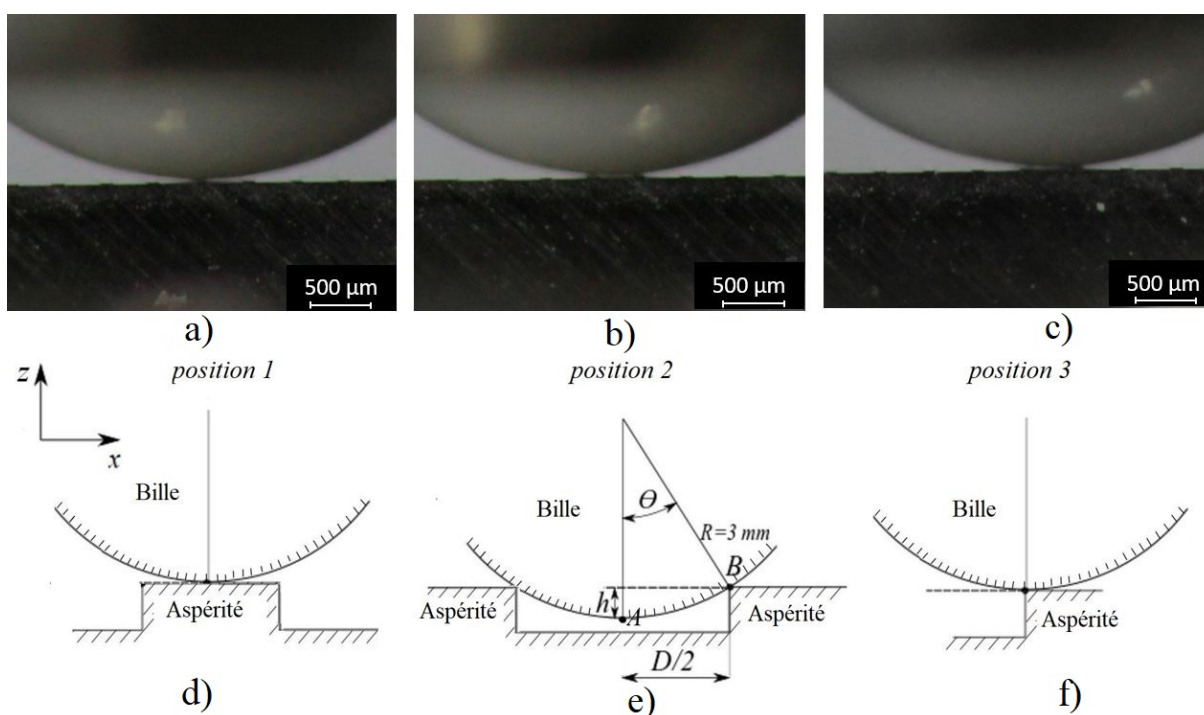


FIGURE 3.22 – Images enregistrées avant l'essai de frottement et schéma correspondant de trois positions différentes de la bille : au sommet de l'aspérité (a, d), entre deux aspérités (b, e) et au bord d'une aspérité (c, f), (où  $h$  - profondeur de descente de la bille,  $D/2$  - moitié de la distance entre les aspérités,  $R$  - rayon de la bille).

L'objectif de cette étude est de mesurer et comprendre la réponse, en termes de frottement et mécanismes d'usure, des surfaces Duplex que nous avons créées. Comme expliqué au chapitre 2, les coefficients de frottement qui seront présentés par la suite sont des valeurs moyennes calculées à partir des données extraites pour chaque cycle.



### Étude après 10 cycles de frottement

Le chapitre 2 de ce manuscrit se terminait par un constat plutôt sévère : les surfaces en acier AISI 316 LM structurées (W100-D100/D300) ne tiennent pas plus de 10 cycles en frottement sec. Nous avons donc décidé de commencer notre étude par cette courte durée de sollicitation. La figure 3.23 montre deux cartographies, obtenues au microscopie interférométrique, de surfaces W100-D300 structurées (a) et Duplex (b), après frottement et sans nettoyage. A cette échelle, la comparaison est éloquente :

- Surface W100-D300 structurée : la piste d'usure est large ( $450 \pm 5 \mu\text{m}$ ) et son centre est caractérisé par la présence de zones qui se situent en dessous du niveau initial de la surface entre les aspérités. L'usure, abrasive et adhésive, a détruit presque complètement les aspérités.

- Surface W100-D300 Duplex : La piste d'usure est si peu visible que nous l'avons repérée par une flèche sur la figure. Sa largeur, mesurée à partir de défauts apparus sur les flancs des aspérités, est de  $150 \pm 5 \mu\text{m}$ . Globalement, l'usure est donc faible et les aspérités sont préservées. Rappelons que généralement, les premiers cycles de frottement se caractérisent par une usure sévère liée à une surface de contact faible (chapitre 2). Les mécanismes mis en jeu ici sont donc différents.

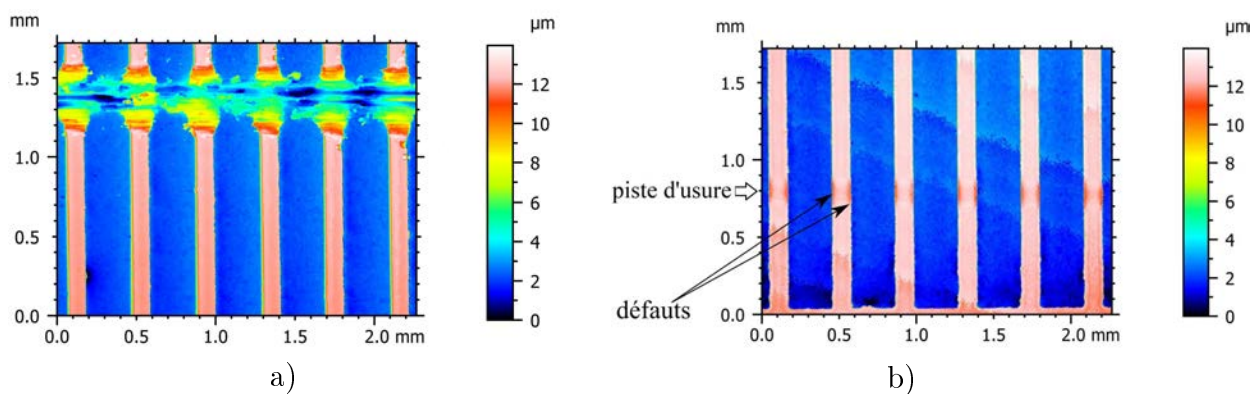


FIGURE 3.23 – Cartes topographiques de surfaces (sans nettoyage), après 10 cycles de glissement sur des échantillons W100-D300D : non nitruré (a) et nitruré (b).

L'observation à l'Alicona Infinite Focus rend possible le tracé de profils 2D des surfaces Duplex W100-D100 (figure 3.24a) et W100-D300 (figure 3.24b) avant et après frottement. Les profils après frottement ont été obtenues au centre de la piste d'usure. A cette échelle,

plus fine que la précédente, il est possible de constater la disparition des protubérances (ou « cornes ») le long des aspérités pour les deux types d'échantillon : 10 cycles ont donc suffi pour les raboter. Mais l'usure n'est pas tout à fait la même d'un échantillon à l'autre :

- Pour le W100-D100, la disparition des « cornes » a laissé place à des aspérités aux sommets plutôt plats. En coupe, les motifs prennent donc une forme rectangulaire. La perte de cote est d'environ  $1\ \mu\text{m}$ .

- Pour le W100-D300, la disparition des « cornes » s'accompagne d'une usure des flancs du sommet des aspérités, leur donnant un aspect arrondi ou concave. La perte de cote est plus importante :  $2\ \mu\text{m}$  environ.

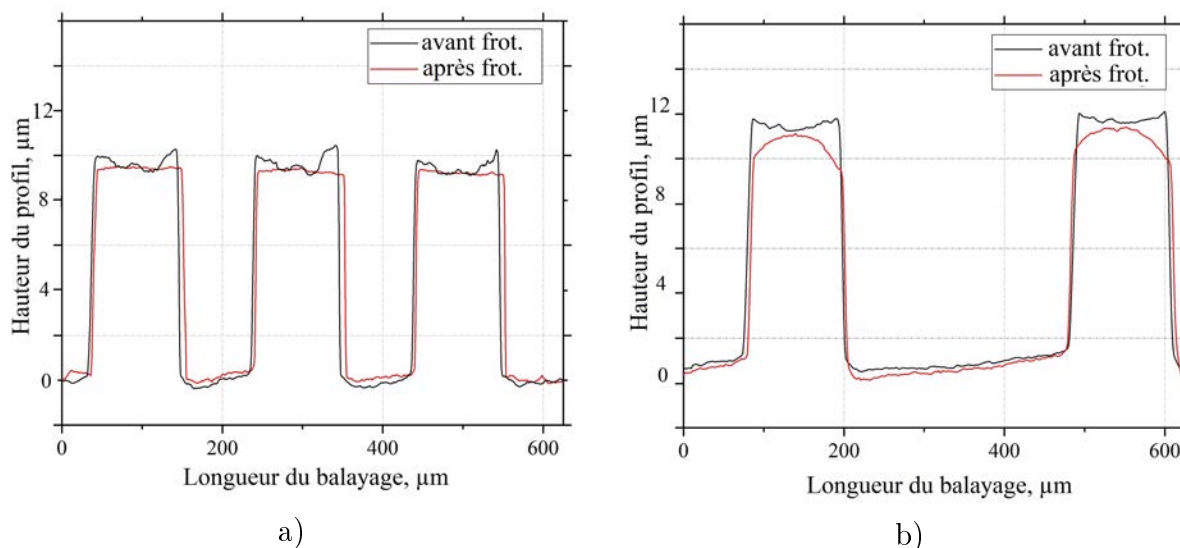


FIGURE 3.24 – Profils 2D des surfaces Duplex avant et après frottement : W100-D100 (a) et W100-D300 (b).

Les différences qui se font jour entre les deux types de surfaces Duplex sont également visibles en termes d'évolution du coefficient de frottement (figure 3.25a) et de répartition des débris d'usure (figure 3.25b,c). Alors que pour les cinq premiers cycles, les coefficients de frottement relevés sont assez proches (un écart de 0,03 seulement), on observe une augmentation plus soutenue de ce paramètre pour la surface Duplex W100-D100 qui atteint 0,33 à la fin du test contre la valeur de 0,17 pour la surface Duplex W100-D300. D'après les travaux de Denape [201], on peut supposer que cette différence de comportement est liée à la quantité de débris formés et présents sur la surface de contact. Nous reviendrons

en détails sur ce point au chapitre 4. En outre, les photos de la figure 3.25b, prises à l'Alicona Infinite Focus, montrent clairement la présence de débris qui se sont accumulés entre les aspérités pour la surface Duplex W100-D100 (zones noires). Au contraire, aucun débris n'est visible dans ces zones pour la surface Duplex W100-D300. Nous reviendrons également sur les mécanismes de gestion des débris dans le chapitre 4.

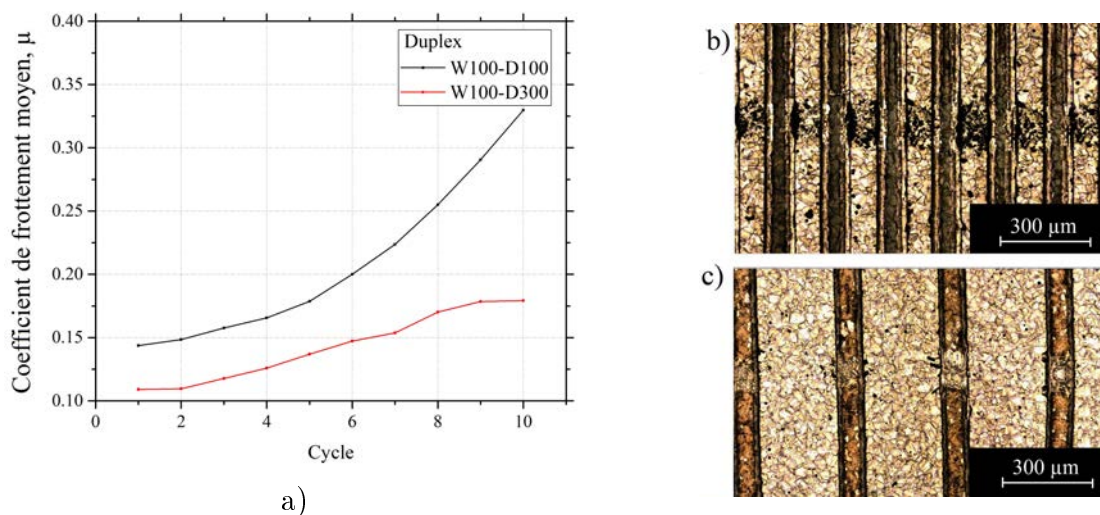


FIGURE 3.25 – Résultats des essais de frottement de 10 cycles de glissement de bille d'alumine contre les surfaces Duplex.

### Étude après 1000 cycles de frottement

Afin d'étudier de façon plus significative la durabilité des surfaces Duplex en sollicitation de frottement à sec, nous avons d'abord étendu nos tests sur une durée totale de 1000 cycles. Cette valeur n'est pas une limite expérimentale (des résultats après 5000 cycles sont décrits plus loin) mais constitue un seuil au-delà duquel le logiciel équipant le tribomètre ne peut plus accumuler de données. A noter que chacun des tests a été réalisé trois fois afin de vérifier la répétabilité des mesures du coefficient de frottement et d'obtenir une longueur de piste suffisante pour réaliser l'ensemble des caractérisations (coupes métallographiques, prélèvement de lames minces, études au Raman).

La figure 3.26a présente les variations des coefficients de frottement pour les deux surfaces Duplex et une surface simplement nitrurée. Ces données montrent que le traitement Duplex peut induire des effets contraires sur ce paramètre : par rapport à la surface nitrurée (valeur maximale  $\mu_{max}$  max de 0,63), le coefficient de frottement est réduit pour la surface Duplex W100-D100 ( $\mu_{max} = 0,48$ ) mais augmenté pour la configuration W100-D300 ( $\mu_{max}$

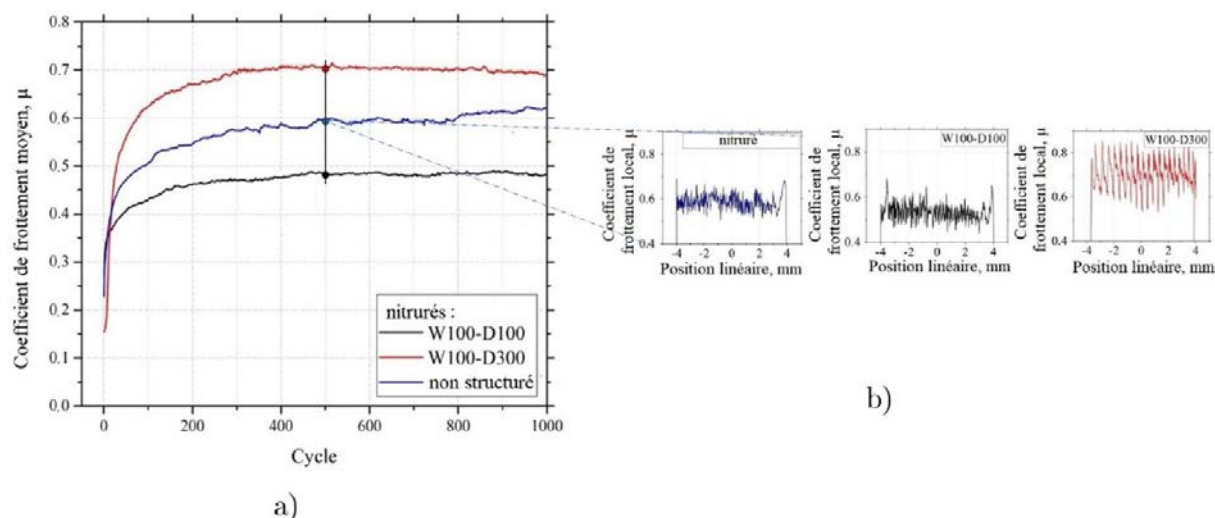


FIGURE 3.26 – Coefficients de frottement moyens pour 1000 cycles de glissement de bille d'alumine contre les surfaces Duplex (a) et coefficients de frottement locaux en fonction du positionnement linéaire de la bille au 500<sup>e</sup> cycle de glissement (b).

= 0,69). Une stabilisation des valeurs est observée pour les deux surfaces Duplex avant la fin du test (autour de 300 cycles pour la configuration W100-D100, vers 450 cycles pour W100-D300), ce qui n'est pas le cas pour la surface niturée. En figure 3.26b sont données les valeurs instantanées du coefficient de frottement tout le long de la première moitié du 500<sup>e</sup> cycle (la seconde moitié présente sensiblement les mêmes résultats) pour les trois surfaces étudiées. A cette échelle apparaissent des fluctuations plus ou moins marquées. Pour la surface Duplex W100-D300, on observe une vingtaine de fluctuations d'amplitude assez élevée (0,3). Ce nombre correspond bien à celui des aspérités impliquées dans le contact au cours du glissement. Ce n'est pas le cas pour la configuration W100-D100 qui présente globalement des signaux similaires à ceux obtenus sur la surface simplement niturée, sans corrélation donc avec la présence de 40 aspérités le long de la piste d'usure. Pour ces deux surfaces, les amplitudes des oscillations sont relativement faibles (environ 0,1). Cette observation montre que la fréquence d'enregistrement des données n'est pas optimale pour cette configuration (la bande passante n'est pas adaptée) et explique pourquoi nous avons choisi d'utiliser des valeurs moyennes pour l'étude des coefficients de frottement, et non les valeurs instantanées. Ceci montre qu'il est donc malheureusement impossible d'utiliser le coefficient de frottement et ses fluctuations comme seule jauge pour identifier de façon

précise le rôle des structures et de leur périodicité sur les mécanismes de frottement.

Pour un examen plus approfondi, des images optiques de vue de dessus des trois surfaces frottées sont présentées figure 3.27 (prises à l'Alicona Infinite Focus). Ces images ont été obtenues juste après les tests de frottement et sans nettoyage de la piste d'usure. En fort grandissement (figures 3.27d,e), les sommets des aspérités se révèlent d'un aspect brun, typique de la présence d'oxydes que nous discuterons dans le chapitre 4 [208]. En outre, des traces d'usure abrasive, en plus grand nombre sur l'échantillon W100-D100, sont visibles. Les photos des figures 3.27a,c montrent que la production de débris est plus importante sur les surfaces Duplex que sur celle simplement nitrurée. Pour l'échantillon W100-D300, la plupart des débris produits sont localisés aux extrémités de la piste d'usure, avec un débordement d'environ 1 mm de chaque côté. Dans ce cas, les débris se sont donc accumulés de préférence dans les zones où le frottement est statique voire quasi statique. Peu de débris sont visibles le long de la piste de frottement. Au contraire, on observe une répartition plus homogène des débris pour l'échantillon W100-D100 : une partie d'entre eux s'est accumulée sur les extrémités de la piste, une autre entre les aspérités. Pour la surface simplement nitrurée, la faible quantité de débris produits s'est accumulée de part et d'autre des extrémités de la piste de frottement.

Ces observations sont corrélées avec les profils 2D de la figure 3.28. Pour chacune des deux surfaces Duplex, sont superposés les profils avant et après frottement, dans le sens du glissement de la bille. Tout comme précédemment, les surfaces testées n'ont pas été nettoyées afin de pouvoir mettre en évidence la présence de débris. Ces profils ont été mesurés au centre de la piste d'usure, suivant les traits indiqués sur la figure 3.27c. Ils font apparaître les mêmes évolutions que celles constatées après seulement 10 cycles de frottement, à savoir :

- La forme des aspérités : dans les deux cas, les protubérances sous forme de cornes ont disparu. Le sommet des aspérités est globalement rectangulaire pour l'échantillon W100-D100, arrondi pour le W100-D300
- La perte de cote : celle-ci est mesurée en prenant la longueur des segments représentés sur les figures 3.28. Les aspérités en configuration W100-D100 ont perdu en moyenne 1,8

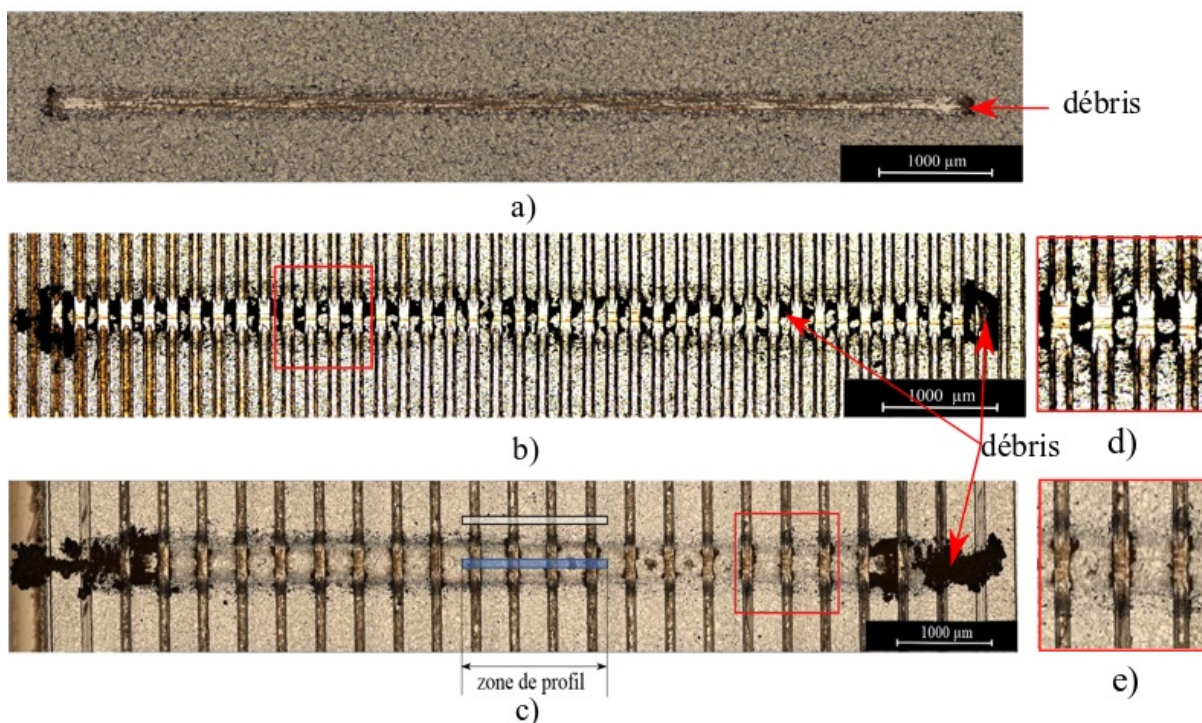


FIGURE 3.27 – Images optiques faites après 1000 cycles de glissement sur des surfaces traitées : uniquement nitrurée (a), W100-D100 (b,d), W100-D300 (c,e). Les formes rectangulaires à l’intérieur et à l’extérieur des pistes indiquent la zone sélectionnée pour les profils présentés à la figure 3.28.

$\pm 0,4 \mu\text{m}$  de hauteur, contre  $2,4 \pm 0,4 \mu\text{m}$  pour l’échantillon W100-D300. Cette perte de cote plus importante indique un volume d’usure par aspérité supérieur pour cette configuration. Cependant, il convient de rappeler que le nombre d’aspérités en contact avec la bille d’alumine au cours d’un cycle est deux fois plus petit pour l’échantillon W100-D300. Comme nous le verrons à la figure 3.34, le volume total d’usure est finalement plus important pour l’échantillon W100-D100.

Pour l’échantillon W100-D100, le profil après frottement montre clairement la forte accumulation de débris au fond des vallées entre les aspérités. A certains endroits, ces amas atteignent 6 micromètres de hauteur. A l’inverse, peu de débris sont visibles sur le profil de l’échantillon W100-D300 : en termes de rugosité, le fond des vallées est assez semblable à ce qu’il était avant frottement.

D’aspect général rectangulaire après frottement, les sommets des aspérités de l’échan-

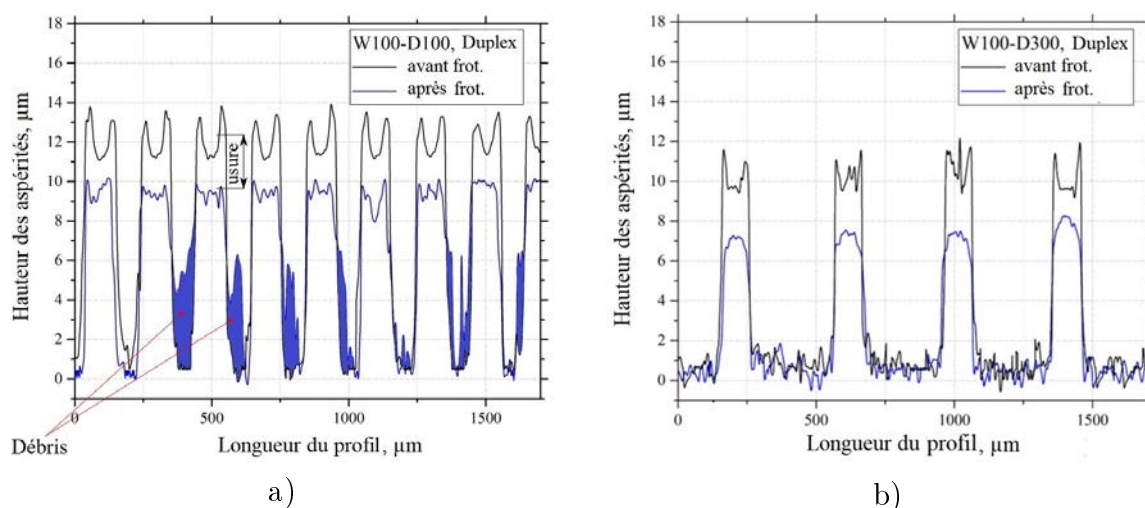


FIGURE 3.28 – Profils des surfaces Duplex avant et après frottement, dans le sens du glissement de la bille après 1000 cycles de frottement : W100-D100 (a) et W100-D300 (b).

tillon W100-D100 sont marqués par une rugosité importante, avec des vallées pouvant atteindre plus d'un micromètre de profondeur. Cela est directement lié à la présence des traces d'usure observées à la figure 3.27d. Nous avons réalisé une étude comparative de la morphologie des sommets des aspérités en traçant des profils 2D dans la direction perpendiculaire au sens du glissement et le long des segments 1 et 2 indiqués à la figure 3.29 : le segment 1 est situé au centre de l'aspérité, le segment 2 est en bordure de celle-ci. Pour tous les tracés, le niveau de référence « zéro » correspond à la hauteur de la partie centrale de l'aspérité avant frottement. Pour chacune des aspérités, les profils sont d'allure symétrique par rapport à l'axe central de la piste d'usure. De par la géométrie du système étudié, ceci n'est pas surprenant. A partir de ces tracés, nous pouvons tirer les informations suivantes :

- Échantillon W100-D100 : le long du segment 2, les zones surélevées de part et d'autre du profil (hauteur aux alentours de  $2\ \mu\text{m}$ ) sont dues à la présence des « cornes » formées pendant la nitruration et pas ou peu usées à ces endroits périphériques du passage de la bille. Vers la partie centrale de la piste de frottement, ce profil est caractérisé par d'importantes fluctuations (vallées pouvant atteindre  $1\ \mu\text{m}$  de profondeur), signatures des traces d'usure dont nous avons déjà évoqué l'existence. Le long du segment 1, le profil connaît une amplitude moins importante, de l'ordre de  $1,5\ \mu\text{m}$ , ce qui est conforme avec la perte de cote indiquée précédemment. Vers le centre de la piste, des fluctuations indiquent

également la présence des traces d'usure, mais de profondeur moins marquée. Ces données permettent d'estimer la largeur de piste à  $170 \pm 20 \mu\text{m}$ . Enfin, le rapprochement des courbes vers la partie centrale du frottement est un indicateur de la forme rectangulaire de l'aspérité usée.

- Échantillon W100-D300 : le long du segment 2, les observations sont les mêmes que pour l'échantillon précédent. En suivant le profil du segment 1, on mesure une usure supérieure à  $2 \mu\text{m}$ , du même ordre de grandeur que la perte de cote donnée auparavant. A l'aide de ces courbes, nous estimons la largeur de piste à  $250 \pm 20 \mu\text{m}$ . Cette valeur est plus grande que celle de l'échantillon W100-D100 et pour l'échantillon simplement nitruré ( $110 \pm 10 \mu\text{m}$ ). Vers le centre de la piste, l'écart entre ces courbes, d'environ  $0,5 \mu\text{m}$ , est la signature de la forme arrondie du sommet des aspérités, déjà observée à la figure 3.28b.

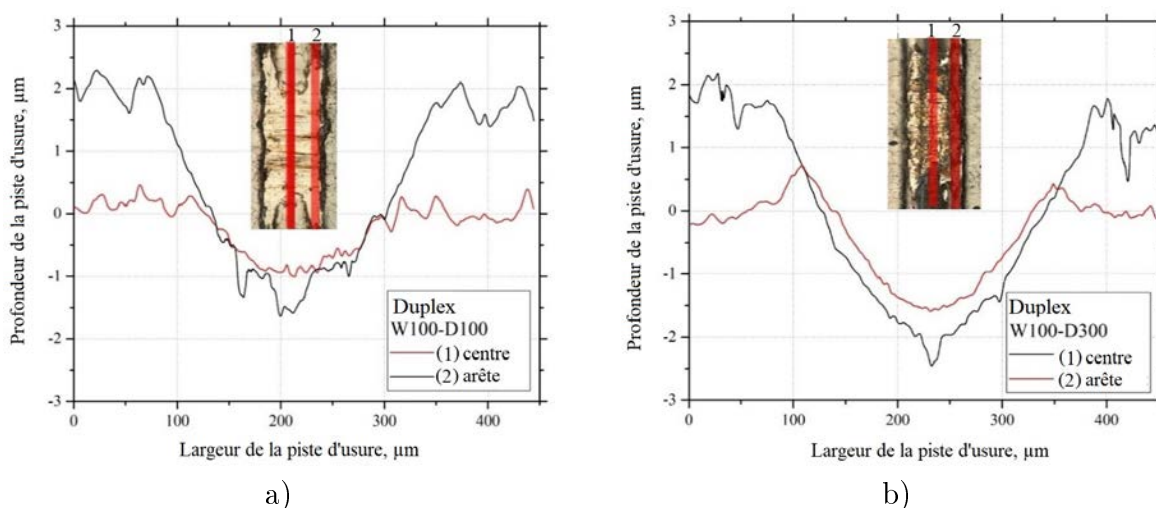


FIGURE 3.29 – Profils des surfaces Duplex dans les traces d'usure dans la direction perpendiculaire au sens du glissement : W100-D100 (a) et W100-D300 (b).

### Étude après 5000 cycles de frottement

Toujours présentes après 1000 cycles de frottement, nous avons réalisé des expériences plus longues afin d'éprouver la durabilité des aspérités Duplex. Pour rappel, cette durée ne permet pas à l'équipement d'enregistrer les données pour suivre l'évolution du coefficient de frottement avec la même précision. Comme l'attestent les profils 2D de la figure 3.31, le fait marquant est que les aspérités sont usées mais n'ont pas disparu. Pour l'échantillon W100-D100, la figure 3.31a (prise juste après le test de frottement et sans nettoyage) montre trois profils 2D superposés. Les pistes concernées sont matérialisées sur l'image



optique de la figure 3.30a et concernant : une zone non frottée (segment 1), le long du bord de la piste d'usure (segment 2) et la piste centrale d'usure (segment 3). En conservant la même méthode de calcul que précédemment, on mesure une perte moyenne de hauteur des aspérités de  $4\pm 0,4\ \mu\text{m}$ . Le profil sur le segment 2 nous renseigne sur la distribution des débris : comme constaté après 1000 cycles, ceux-ci se sont accumulés entre les aspérités mais préférentiellement près des bords de la piste d'usure. Les amas mesurent jusqu'à  $8\ \mu\text{m}$  d'épaisseur, valeur comparable à la hauteur des aspérités. Sur la figure 3.30a on constate également un cumul de débris sur les extrémités de la piste de frottement. Par comparaison, la surface Duplex W100-D300 présente cette fois aussi une distribution différente des débris : une assez faible quantité entre les aspérités, une forte accumulation aux extrémités de la piste. Les profils 2D de la figure 3.31b révèlent l'usure prononcée des aspérités avec une perte de cote de  $6\pm 0,4\ \mu\text{m}$ . Proche d'un des bords de piste (3.30b), le profil 2D extrait du centre de la zone de frottement montre même une quasi disparition des motifs. Ce phénomène, localisé, pourrait être lié aux arrêts de frottement sur les bords de la piste, engendrant des effets de fretting et d'adhésion produisant une usure plus forte.

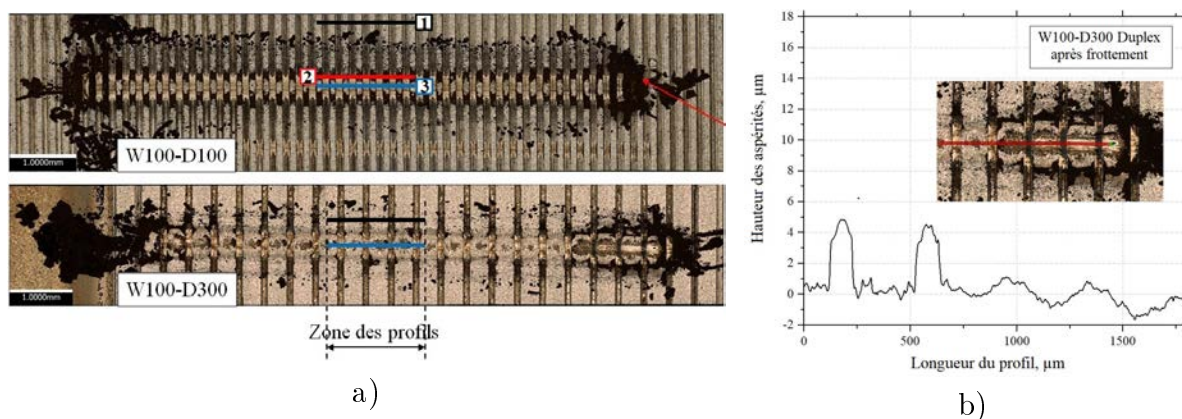


FIGURE 3.30 – Images optiques faites après 5000 cycles de glissement sur des surfaces traitées : uniquement nitrurée (a), W100-D100, W100-D300 (a) (les formes rectangulaires à l'intérieur et à l'extérieur des pistes indiquent les zones sélectionnées pour les profils présentés à la figure 3.31) et le profil prise à la surface W100-D300 sur l'extrémité de la piste d'usure (b).

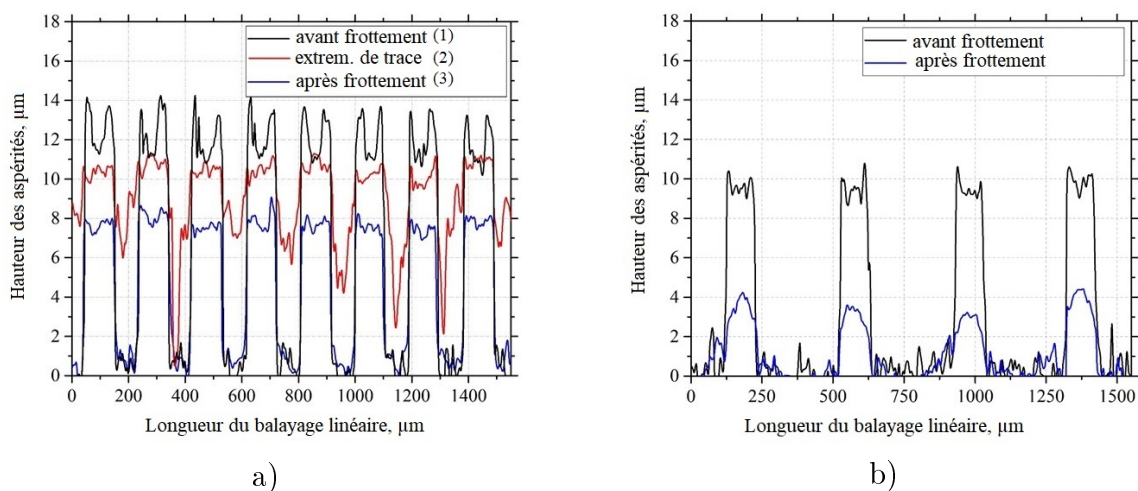


FIGURE 3.31 – Profils des surfaces Duplex avant et après frottement, dans le sens du glissement de la bille après 5000 cycles de frottement : W100-D100 (a) et W100-D300 (b).

### 3.3.2 Usure des surfaces Duplex

L'usure d'une pièce peut être mesurée à partir d'un changement de masse ou de volume. Les deux méthodes ne peuvent pas exclure que le mécanisme responsable de l'usure peut conduire à un transfert de matière depuis la contrepartie vers l'objet à caractériser. Pour notre étude, il est en effet probable que la bille soit altérée au cours du frottement et que des débris d'alumine soient déposés sur la surface Duplex. Cependant, la première méthode, qui pourrait sembler plus simple à mettre en œuvre à l'aide d'une microbalance, peut cependant poser problème car une perte de masse très faible ne peut pas permettre une estimation fiable à la microbalance.

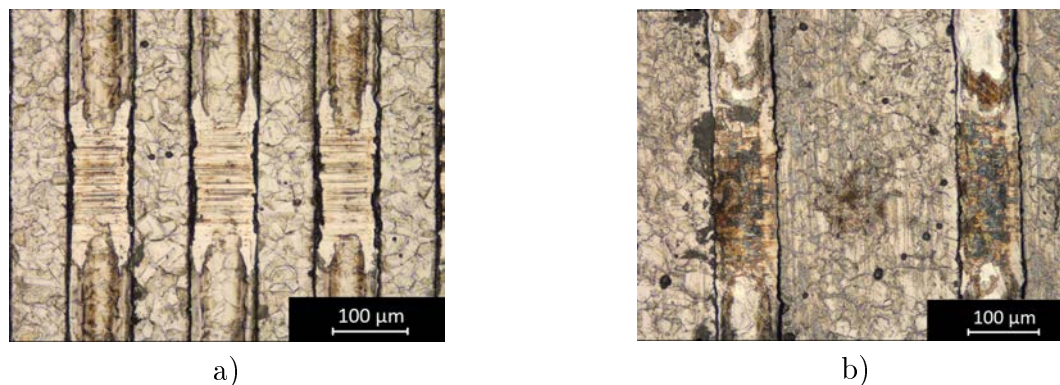


FIGURE 3.32 – Images optiques de surfaces à motifs usés en acier AISI 316L. a) W100-D100 après 1000 cycles de glissement. b) W100-D300 après 1000 cycles de glissement.

En conséquence, nous avons opté pour la méthode volumétrique en utilisant le microscope Alicona Infinite Focus. La procédure est la suivante. Avec un grossissement  $\times 100$ , l'image 3D prise à l'Alicona est caractérisée par une résolution de  $2 \mu\text{m}$  dans le plan perpendiculaire à l'axe optique et une résolution de  $10 \text{ nm}$  suivant la direction parallèle à cet axe. La taille de cette image ( $120 \mu\text{m} \times 400 \mu\text{m}$ ) permet de bien caractériser les contours de la trace d'usure au niveau d'une seule aspérité. Comme montré à la figure 3.32, les surfaces nettoyées après 1000 cycles de frottement ne laissent apparaître aucune trace d'usure entre les aspérités. Pour les deux configurations, il n'y a donc pas d'interaction directe bille-vallées. Le calcul de la différence de volume a donc été fait par superposition d'images de mêmes dimensions entre une zone d'aspérité non frottée et une zone frottée (figure 3.33a). Dans le logiciel de traitement d'images associé à l'équipement, un plan de référence (hauteur 0) est défini en prenant la hauteur de l'axe central de l'aspérité. Le calcul de perte de volume est réalisé par rapport à ce plan, pris en commun pour les deux images. La figure 3.33b montre un résultat après calcul : comme on pouvait s'y attendre, l'essentiel du volume de matière disparu est concentré dans les zones proches des « cornes ». La figure 3.34a présente les résultats de perte volumique locale (une seule aspérité) pour les différentes configurations testées. Ces données ont été déterminées à partir d'aspérités positionnées dans la partie centrale de la trace d'usure. Elles montrent une dégradation plus marquée pour l'aspérité W100-D300, avec un écart qui s'amplifie après 5000 cycles. Cependant, en tenant compte du nombre réel d'aspérités frottées le long de la piste d'usure, les données de la figure 3.34b indiquent que les pertes volumiques totales (volume perdu pour l'aspérité mesurée  $\times$  nombre d'aspérités sur la trace) demeurent plus importantes pour l'échantillon W100-D100.

A partir de ces calculs, l'utilisation de l'expression 2.5 du chapitre 2 permet de déterminer les taux d'usure ( $K$  en  $\text{mm}^3 \text{ m}^{-1} \text{ N}^{-1}$ ) pour chaque type d'aspérité et après les trois essais de frottement (10, 1000 et 5000 cycles). Les résultats sont regroupés dans le tableau 3.3. Celui-ci est divisé en deux parties :

- A gauche, les données sont calculées en tenant compte de la distance totale parcourue par la bille.
- A droite, les calculs sont basés sur la distance réelle de frottement, impliquant donc le

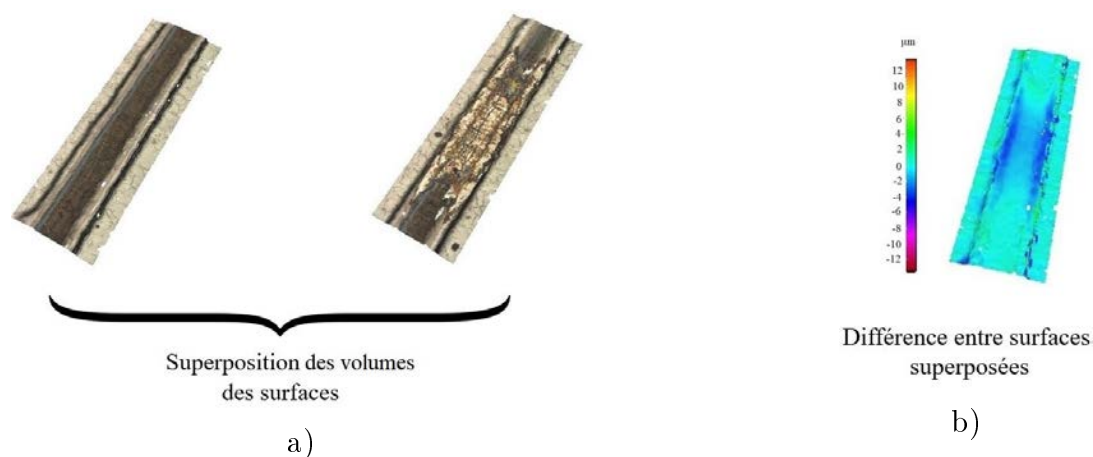


FIGURE 3.33 – Schéma de détection d'usure des aspérités de surfaces Duplex par la superposition des aspérités avant et après frottement (a) et la différence des volumes (b).

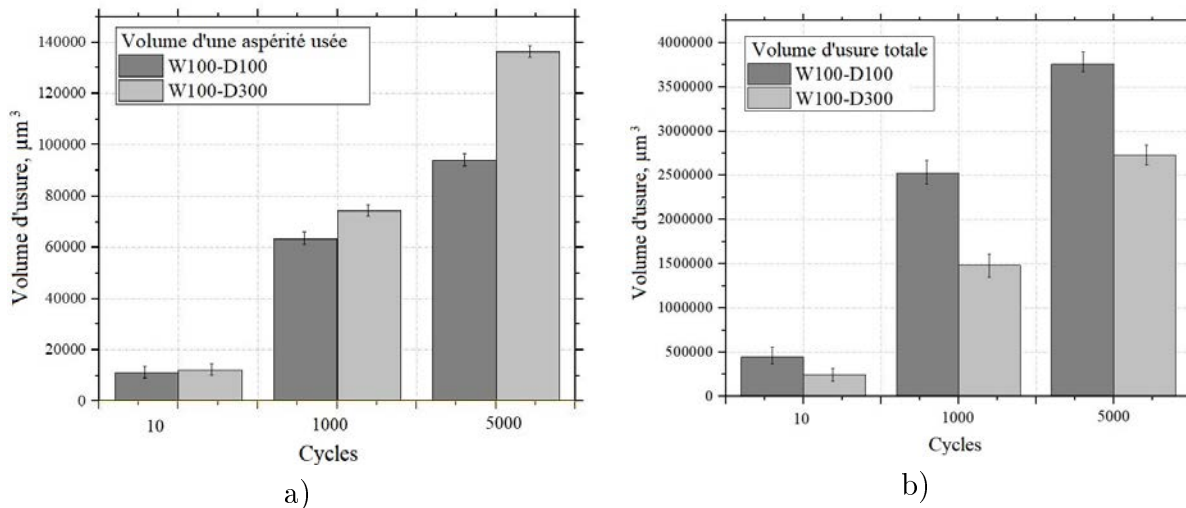


FIGURE 3.34 – Diagrammes comparatifs d'usure volumique apparente locale (a) et totale (b) pour les surfaces W100-D100 et W100-D300 après 10, 1000 et 5000 cycles de frottement.

nombre d'aspérités. L'hypothèse est que, même après 5000 cycles, il n'y a pas de contact direct bille-vallée.

Les coefficients d'usure obtenus sont comparables avec ceux issus de la littérature. Ainsi, Kato [209] note que le facteur d'usure d'un acier non nitruré est de l'ordre de  $3 \sim 8 \cdot 10^{-2} \text{ mm}^3 \text{ m}^{-1} \text{ N}^{-1}$ , sa valeur étant plus faible (aux alentours de  $5 \sim 9 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^3 \text{ m}^{-1} \text{ N}^{-1}$ ) après nitruration. Dans notre étude, les valeurs obtenues se situent dans une plage plus large, allant de  $6,9 \cdot 10^{-5}$  à  $12,5 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^3 \text{ m}^{-1} \text{ N}^{-1}$ . Si on considère seulement les valeurs calculées à partir des distances réelles de frottement, les coefficients d'usure sont

		10 cycles	1000 cycles	5000 cycles			10 cycles	1000 cycles	5000 cycles
W100-D100	Distance totale parcourue par la bille (m)	0,16	16	80	Distance réelle (somme des longueurs des aspérités) (m)	0,08	8	40	
	Coefficient d'usure pour échantillon W100-D100 ( $mm^3 m^{-1} N^{-1}$ )	$6,1 \cdot 10^{-4}$	$3,1 \cdot 10^{-4}$	$9,4 \cdot 10^{-4}$	Coefficient d'usure pour échantillon W100-D100 ( $mm^3 m^{-1} N^{-1}$ )	$12,2 \cdot 10^{-4}$	$6,2 \cdot 10^{-4}$	$1,9 \cdot 10^{-4}$	
W100-D300	Distance totale parcourue par la bille (m)	0,16	16	80	Distance réelle (somme des longueurs des aspérités) (m)	0,04	4	20	
	Coefficient d'usure pour échantillon W100-D300 ( $mm^3 m^{-1} N^{-1}$ )	$3,1 \cdot 10^{-4}$	$1,8 \cdot 10^{-4}$	$6,9 \cdot 10^{-5}$	Coefficient d'usure pour échantillon W100-D300 ( $mm^3 m^{-1} N^{-1}$ )	$12,5 \cdot 10^{-4}$	$7,5 \cdot 10^{-4}$	$2,8 \cdot 10^{-4}$	

Tableau 3.3 – Coefficients d'usure calculés pour chaque échantillon après les trois campagnes de frottement (d'après équation 2.5).

maximums pour l'essai court de 10 cycles. On peut considérer cette durée comme une période de rodage pendant laquelle l'usure est la plus intense. C'est en particulier lors de ces premiers cycles que les « cornes » des aspérités sont éliminées. Cela étant vrai pour les deux configurations testées, il n'est pas surprenant d'obtenir des coefficients d'usure très proches pour cette phase. Pour les deux autres essais (1000 et 5000 cycles), les taux d'usure diminuent mais dans des proportions différentes pour les deux types d'échantillon. Cela peut suggérer soit une forme de ralentissement des mécanismes conduisant à l'usure des surfaces Duplex, soit à leur évolution avec l'apparition d'autres phénomènes de surface qui auraient tendance à stabiliser l'endommagement des aspérités.

L'analyse de la surface des aspérités au Microscope Electronique à Balayage (figure 3.35) met en évidence différents modes d'usure et de dégradation. Ainsi, les figures 3.35 a et b révèlent la présence, déjà évoquée, de profondes traces d'usure abrasive, s'alignant parfaitement dans la direction de glissement de la bille et couvrant de façon continue toute la largeur de l'aspérité. Leur largeur moyenne est de 3  $\mu m$ . Pour l'échantillon W100-D300, les figures 3.35 c et d montrent une physionomie de surface très différente : de fines et discontinues traces d'usure abrasive apparaissent, ainsi que des fissures perpendiculaires à la direction de glissement, près des bords de l'aspérité. On distingue aussi de larges zones d'extrusion. Ces zones sont également bien visibles sur les images MEB de la figure 3.36 qui dévoilent la surface des aspérités W100-D300 en bout de piste après 5000 cycles de frottement (voir figure 3.30b). Comme décrit précédemment, à cet endroit l'usure a été très importante et les aspérités ont quasi disparu. La couche de nitruration, que l'on sait inhomogène au niveau des aspérités, a largement disparu par endroits. C'est donc avec

une surface de composition hétérogène (austénite de base et austénite expansée) que la bille entre en contact. Cette surface soumise à l'effort de glissement a une dureté moyenne inférieure à celle d'une couche d'austénite expansée continue. Sa résistance à l'usure est ainsi réduite. De plus, dans les zones où l'acier brut affleure, les mécanismes d'adhésion avec la bille en alumine sont importants, ce qui suscite un phénomène d'extrusion de ce matériau plus doux. Ce que l'on vient de décrire pour la figure 3.36 est applicable aux observations faites aux figures 3.35c et d : les zones d'extrusion correspondent aux endroits où la couche nitrurée a disparu.

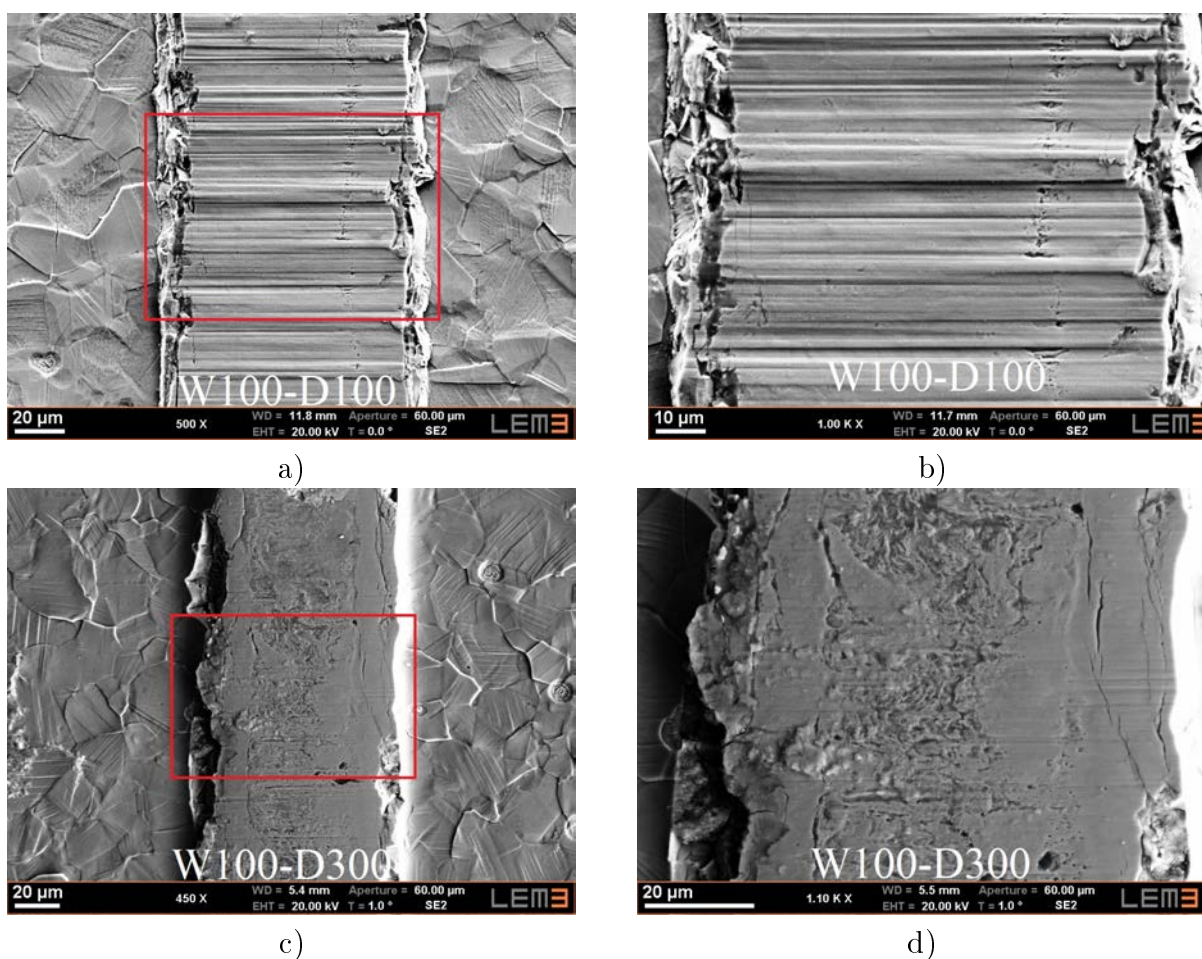


FIGURE 3.35 – Images MEB de la vue de dessus sur la surface d'aspérité usée : échantillon W100-D100 (a,b) et échantillon W100-D300 (c,d).

Les observations et raisonnements établis dans les paragraphes précédents nous conduisent à proposer un scénario d'usure des surfaces Duplex (figure 3.37) :

1. Premiers cycles de frottement : les cornes sont éliminées

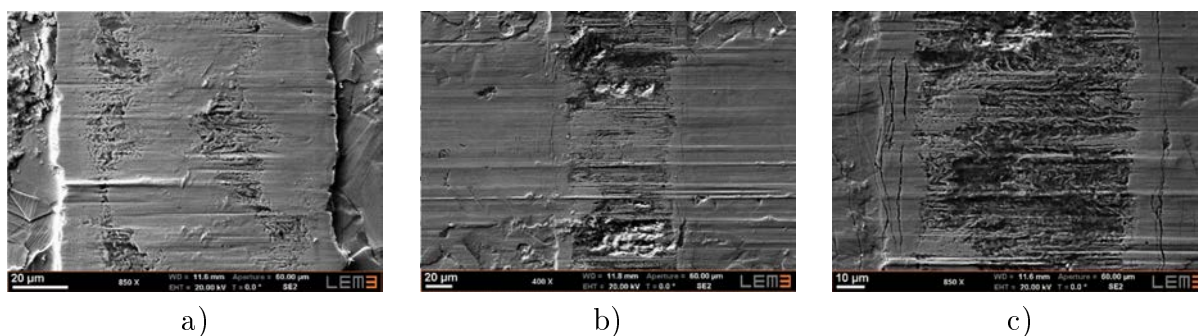


FIGURE 3.36 – Images MEB de la vue de dessus sur la surface d’aspérité usée d’échantillon W100-D300 après 5000 cycles (bord de piste) dont le profil est présenté sur la figure.

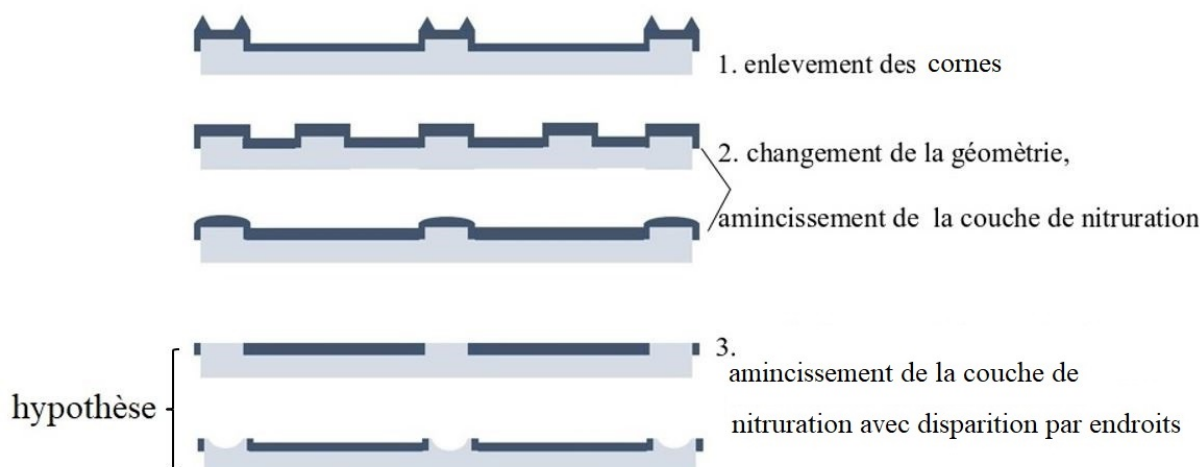


FIGURE 3.37 – Scénario d’usure proposé pour les surfaces Duplex.

2. Après quelques centaines de cycles : les aspérités demeurent rectangulaires (W100-D100) ou s’arrondissent (W100-D300). La couche de nitruration s’amincit et disparaît par endroits.

3. Après quelques milliers de cycles : disparition des aspérités. Il est probable que la surface frottée devienne une nouvelle surface Duplex composée alternativement de zones nitrurées et non nitrurées. L’usure de ces zones sera différente et on peut supposer qu’un creusement se produira là où les aspérités étaient présentes.

A ce stade, l’étape 3 de ce scénario n’est qu’hypothèses au regard de ce qui a été observé à la figure 3.36.

### 3.3.3 Comportement tribologique de la bille en alumine

Pour une analyse plus détaillée des processus de frottement, la caractérisation de la bille est nécessaire. La figure 3.38 montre une série d'images optiques de la bille prises autour de la zone de contact après 1000 cycles de frottement et pour les trois conditions testées : surface juste nitrurée et surfaces Duplex W100-D100/W100-D300. Avant nettoyage, on observe une accumulation de débris, témoins d'un transfert de matière depuis l'acier vers la bille. Ces débris sont collés et leur répartition est différente suivant les cas traités :

- Surface nitrurée : ils forment une bande plus ou moins homogène et orientée dans le sens du glissement
- Surface W100-D100 : ils sont distribués halo tout autour de la zone de contact, avec une petite quantité visible également sur la zone de contact
- Surface W100-D300 : un peu comme avec la surface nitrurée, ils s'organisent en forme de bande dans le sens du glissement de la bille, peu sont visibles dans la direction perpendiculaire. On distingue une petite quantité sur la trace.

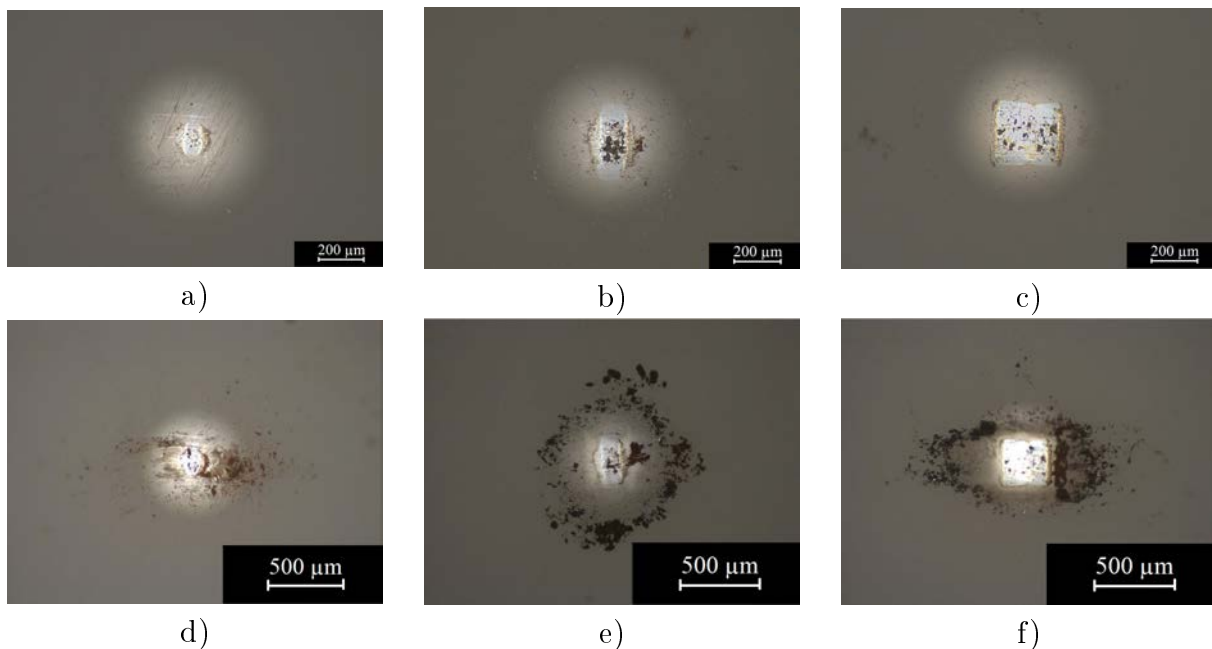


FIGURE 3.38 – images optiques obtenus sur les billes d'alumine après 1000 cycles de frottement sur surface nitruré (a,d), surface W100-D100 (b,e) et W100-D300 (c,f).



Suivant la surface testée, la géométrie de la zone de contact change :

- Elle est arrondie avec la surface nitrurée (rayon de 60  $\mu\text{m}$ ), suggérant un mécanisme de contact à caractère isotrope
- Elle est rectangulaire sur les surfaces Duplex. Ce rectangle fait  $120\pm 10$   $\mu\text{m}$  de large pour la surface W100-D100, et  $330\pm 10$   $\mu\text{m}$  pour l'échantillon W100-D300. On remarque que ces valeurs sont proches des distances séparant les aspérités.

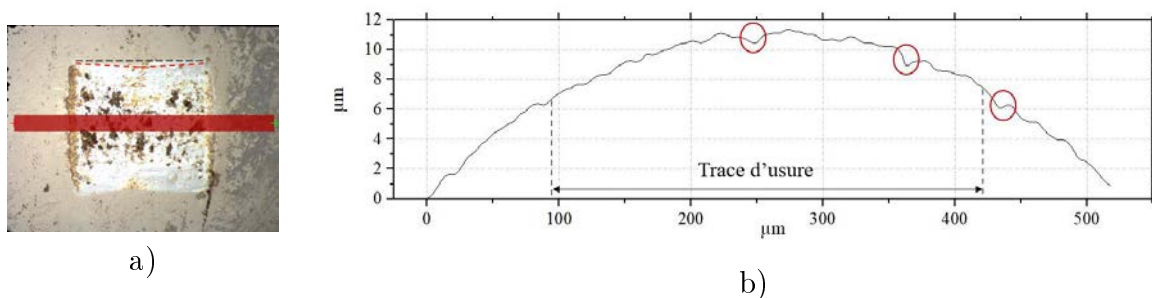


FIGURE 3.39 – Photographie optique de la bille soumise au frottement contre l'échantillon W100-D300 (a) et sa profil de surface (b).

Après nettoyage à l'éthanol demeurent les débris sur les zones de contact. Ceci est bien observé à la figure 3.39a qui est un détail de la figure 3.38c. Cette zone a été métallisée afin de réduire la luminosité (la bille en alumine est très réfléchissante) et rendre possible son étude à l'Alicona Infinite Focus. Le profil obtenu, le long du trait rouge figure 3.39a, est donné figure 3.39b. Ce profil correspond au sens du frottement. Il montre que la bille conserve globalement une géométrie sphérique. Cette information renseigne sur la nature de l'interaction entre les deux corps : la bille a une résistance plus élevée que les surfaces duplex frottées. L'examen de ce profil 2D montre qu'à certains endroits apparaissent des cratères de taille micrométrique. Ils sont probablement dus au caractère poreux de l'alumine, mais le frottement a très certainement eu un effet sur leur dimensionnement : la photographie de la figure 3.39b montre la présence de fissures à leurs bords, rendant fragiles ces zones. Comme nous le verrons au chapitre 4 (section 4.3), de petits fragments d'alumine ont été détectés sur la piste d'usure des surfaces Duplex W100-D300.

La figure 3.40a montre le profil 2D, en bout de piste, de la surface Duplex W100-D300 après 1000 cycles de frottement. L'accumulation des débris y est importante. Au-delà de la zone frottée, leur amoncellement est d'environ 30  $\mu\text{m}$  de haut. Grâce au dispositif

photographique montré à la figure 3.21a, il a été possible de réaliser le cliché de la figure 3.40b. Cette image montre bien la coïncidence de position entre l'amas de débris accumulés sur le bord de piste et ceux collés sur la bille, en dehors du centre de la zone de contact. Cette observation, indice pour la compréhension du mode de transfert des débris, permet de formuler l'hypothèse suivante : collés sur la bille et repoussés en périphérie au cours du glissement, ils tombent en bout de piste lorsque la bille change de sens de mouvement.

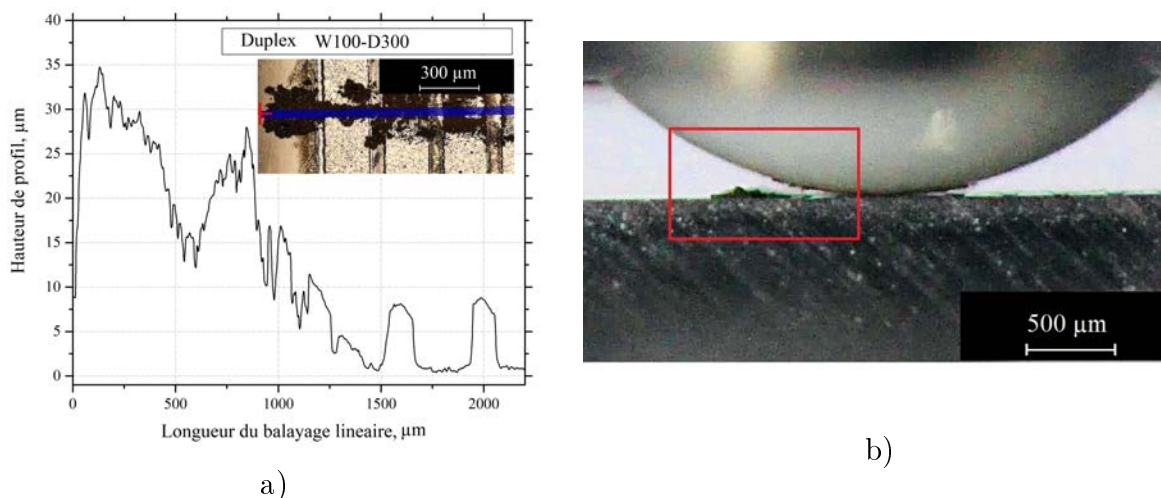


FIGURE 3.40 – Profil 2D (en bout de piste) de la surface Duplex W100-D300 après 1000 cycles de frottement (a) et photo de bille en contact avec la surface dans l'endroit correspondant (b).

La figure 3.41 est une modélisation du contact statique bille/surface Duplex permettant de visualiser simultanément les situations en vue de face (figure 3.41a), latérale (figure 3.41b) et de dessous (figure 3.41c). Pour faciliter la compréhension, les aspérités sont séparées d'un peu plus de 100  $\mu\text{m}$ . La figure 3.41a montre la position de la bille entre deux aspérités. La partie immergée dans la vallée est invisible à la figure 3.41b. En vue de dessous, la projection de cette partie immergée a une forme rectangulaire dont les côtés sont dessinés en vert (longueurs du rectangle, délimités par les aspérités) et en rouge (largeurs du rectangle, distance entre les aspérités). Sur la figure 3.39a cette forme rectangulaire est bien visible (zone de contact bille-surface Duplex W100-D300). Cependant, on s'aperçoit que les bords horizontaux (parallèles au sens du glissement, correspondants aux côtés rouges de la figure 3.41) ne sont pas tout à fait droits (traits pointillés noirs). Ils se présentent en effet sous une forme triangulaire matérialisée par des pointillés en rouge. Cette forme est due au glissement de la bille, et en particulier lors de sa montée sur les

aspérités.

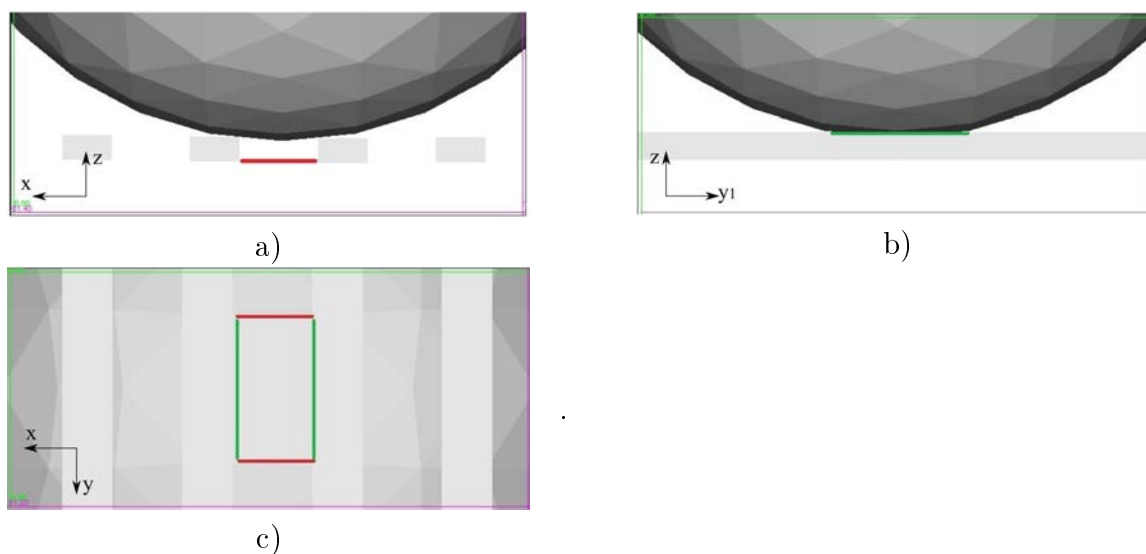


FIGURE 3.41 – Contact bille/aspérité : vue de face (a), vue latérale (b) et vue de dessous (c).

Pour déterminer la nature des débris collés sur la bille après 1000 cycles de frottement sur la surface Duplex W100-D300, celle-ci a été métallisée avec une fine couche d'or puis caractérisée au MEB. L'image de la figure 3.42b, agrandissement de la figure 3.42a, montre une cavité remplie de débris. Comme observé précédemment, des fissures sont présentes autour de cette cavité. L'inspection de l'ensemble de la zone de contact a montré que la densité de ces fissures est notablement plus importante que ce qui est normalement attendu pour ce type de céramique [210]. L'examen localisé en bord de cavité (carré rouge) et montré en figure 3.42c révèle la présence de débris cisailés, de même morphologie que ce qui a été déjà observé et décrit sur la surface nitrurée (figure 3.7). L'examen à l'EDS de la surface de la bille a permis la réalisation des cartes de répartition des éléments chimiques suivants : le fer (figure 3.43a), le chrome (figure 3.43b) et l'aluminium (figure 3.43c). Celles-ci prouvent bien le transfert des éléments présents dans l'acier vers la bille (fer et chrome). Là où ces éléments sont fortement détectés, l'aluminium est moins présent. Ce phénomène de transfert de matière s'explique, suivant la littérature, par les phénomènes d'adhésion entre la paire acier/céramique [195]. Pour notre étude, on peut considérer que le transfert de matière se réalise : (1) par le remplissage des cavités présentes à la surface de la bille (formées à partir des pores de la céramique et agrandies par usure superficielle) ; (2) par le cisaillement des débris collés en surface.

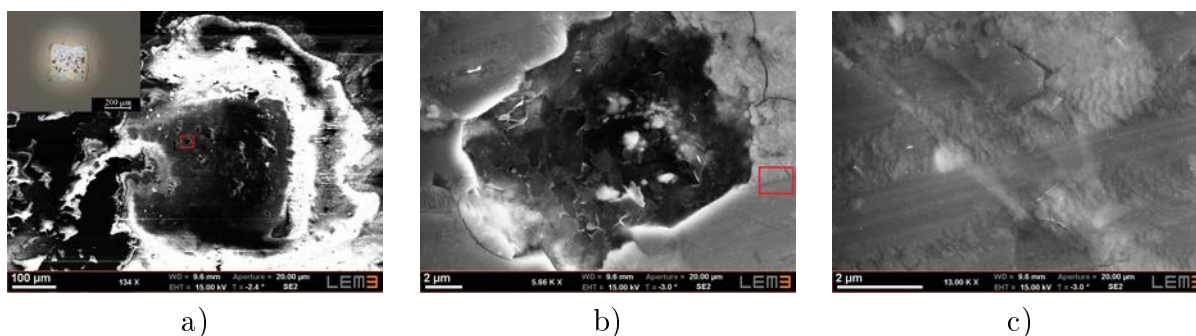


FIGURE 3.42 – MEB images x134 (a), x5.66K (b), x13000(c) de la vue de dessus sur la surface de la bille usée après avoir frotté contre la surface du W100-D300 Duplex

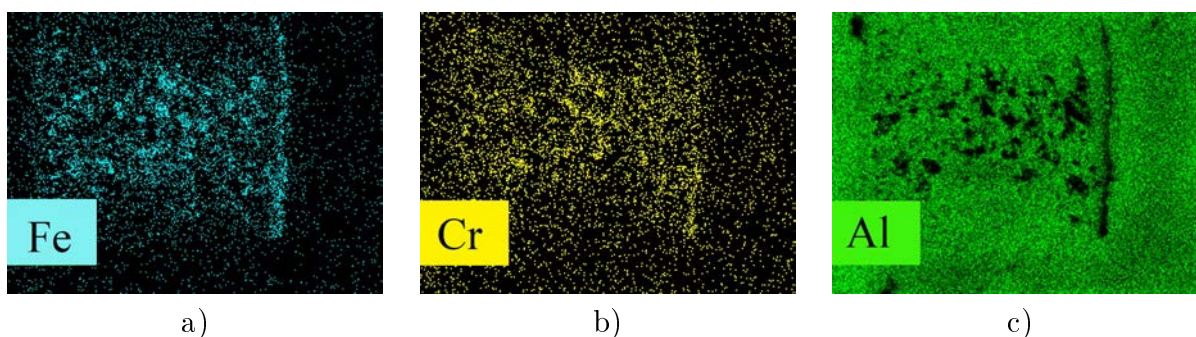


FIGURE 3.43 – Cartographie EDS de la répartition du fer (a) et du chrome (b) de l'aluminium (c) sur la surface de la bille usée après l'essai contre l'échantillon Duplex W100-D300 pendant 1000 cycles.

### 3.3.4 Observation des débris d'usure

Tout au long du frottement, des débris sont constitués et subissent diverses sollicitations mécaniques [124], qui conduisent à leur transformation, tant géométrique que chimique. Lors de l'écrasement des particules, des déformations élastiques et plastiques se produisent. Au cours de ces déformations, des microfissures se forment et s'accumulent, entraînant de nouvelles interfaces et la destruction de plus grosses particules. Ainsi, au cours du frottement, il peut y avoir un broyage progressif, ou coagulation. En plus des processus mécaniques, les débris continuent s'oxyder après l'essai lorsqu'ils se trouvent dans l'air dans les conditions normales de température et de pression. Comme l'énergie de surface est directement liée à la taille des particules, les débris les plus petits seront plus sensibles à l'oxydation [211]. Ces différents phénomènes montrent que, au cours du frottement, la composition et la nature des produits d'usure change ce qui influence les

processus d'interaction bille/surface.

La figure 3.44 montre les produits d'usure récoltés sur la bille après 1000 cycles de frottement avec la surface Duplex W100-D300. Il est fort probable que la géométrie des particules a été un peu modifiée lors de leur récupération sur la pastille de carbone. D'après cette image, les débris ont une taille très variable oscillant entre 1 et 20  $\mu\text{m}$ . Ils sont de formes très différentes : des flocons (particules à 2 dimensions) [212] et des granules (particules sub-arrondies à 3 dimensions). La présence de ces flocons, particules aplaties, est typique d'un phénomène d'écrasement de particules plus grosses et tridimensionnelles. La coagulation entre ce type d'espèces est inexistante car l'adhésion est faible [213].

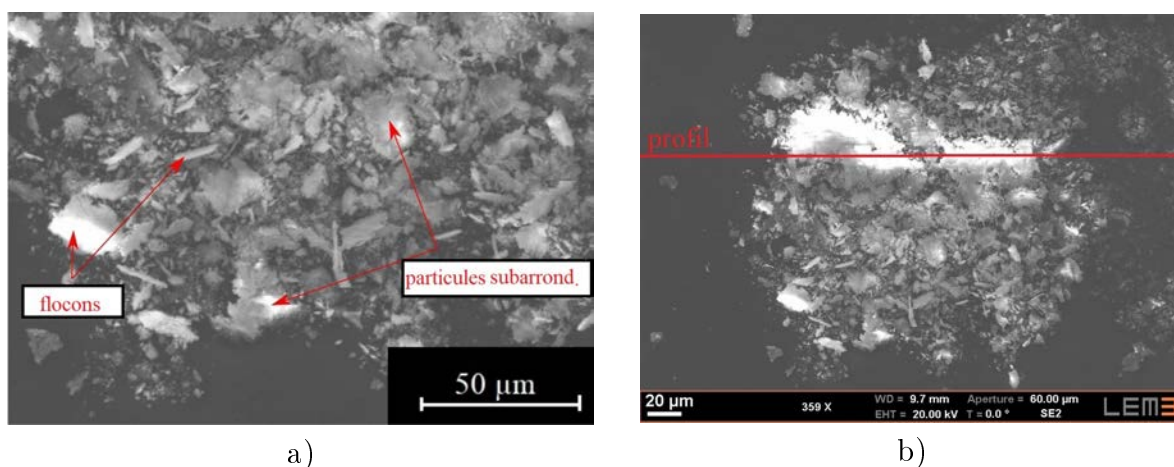


FIGURE 3.44 – Produits d'usure recueillis sur la surface d'une bille en alumine en contact avec la surface W100-D300 pendant 1000 cycles de frottement

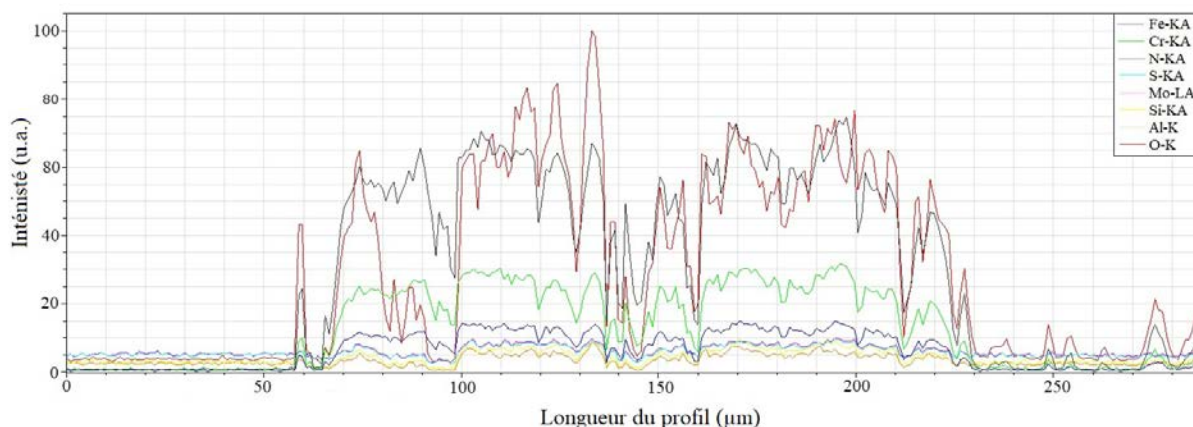


FIGURE 3.45 – Profil de distribution des éléments chimiques EDS sur la surface de la poudre collectée depuis la bille sur la pastille de carbone.

La figure 3.45 montre la distribution en éléments chimiques obtenue par EDS le long

de l'axe rouge de la figure 3.44b. Comme il est bien connu, la quantification précise des éléments légers (N, O) n'est pas possible avec ce type de technique. Les valeurs sont donc présentées uniquement en intensité. La lecture des données obtenues nous apprend que les débris sont principalement composés d'oxyde de fer et de chrome. A certains endroits, le rapport entre oxygène et fer varie, ce qui pourrait laisser suggérer la présence de plusieurs types d'oxydes de fer. Mais il faut néanmoins rester prudent car la couche de débris est inhomogène et la surface de l'échantillon expertisé non plane. Comme déjà mentionné, l'oxydation des débris peut se produire pendant le frottement, mais il se poursuit également après. Comme nous n'avons pas identifié d'usure massive de la bille et que les particules d'alumine sont chimiquement inertes [214], l'augmentation de l'intensité en aluminium n'a pas été détecté (absence des particules d'alumine dans l'amas). Ainsi, la substance oxydée des produits d'usure est seulement issue du matériau de l'échantillon Duplex. Toutefois, la présence de particules d'oxyde d'aluminium ne doit pas être exclue, car il est probable qu'en raison de la faible adhérence de la paire céramique-céramique, ces particules se retrouvent sur la piste d'usure des surfaces Duplex.

### 3.4 Conclusion

Nous avons débuté ce chapitre par la description de la procédure de traitement Duplex développée pour structurer la surface des échantillons en acier AISI 316 LM. Dans un réacteur plasma MDECR, ces échantillons ont été successivement gravés à travers des masques puis nitrurés afin d'obtenir des réseaux d'aspérités de 100  $\mu\text{m}$  de largeur et 10  $\mu\text{m}$  de hauteur. Deux configurations ont été choisies : des surfaces W100-D100 et W100-D300, la lettre W se rapportant à la largeur des aspérités et le D à leur espacement en microns. Suivant les conditions du traitement, nous avons montré que la couche de nitruration a une épaisseur inhomogène au niveau des aspérités : à certains endroits, celle-ci fait moins de 4  $\mu\text{m}$ . Cette caractéristique n'est pas sans conséquences sur les propriétés de frottement.

Des lames minces ont été extraites sur la surface des aspérités afin d'examiner la composition chimique et la structure des couches superficielles. Il ressort de cette étude la présence d'un film de contamination probablement créé lors de l'étape de gravure des échantillons. Ce film est sans doute en partie responsable de l'inhomogénéité de la couche de nitruration. Grâce à ces analyses, nous avons également mis en évidence l'existence de précipités de type M4N dans la matrice d'austénite expansée, dès lors où la concentration en azote dépasse 20 at%.

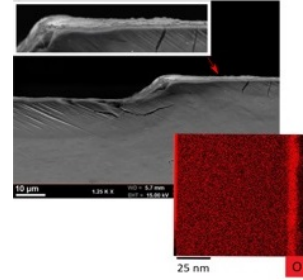
Différents tests de frottement à sec effectués au tribomètre en configuration alternée avec une bille en alumine ont montré la bonne résistance des surfaces Duplex, même après 5000 cycles. L'usure, plus prononcée pour la configuration W100-D300, est tout de même maîtrisée puisque des aspérités d'environ 4  $\mu\text{m}$  de hauteur demeurent au centre de la piste. En outre, nous avons observé que ces surfaces peuvent soit réduire le coefficient de frottement (W100-D100), soit l'augmenter (W100-D300) par rapport à une surface simplement nitrurée dans les mêmes conditions. Pour les deux configurations, ce coefficient se stabilise après quelques centaines de cycles. L'examen de la surface des aspérités montre des mécanismes d'usure assez différents : principalement abrasive pour le W100-D100, elle est plus complexe pour le W100-D300 avec des traces d'usure abrasive, de la fissuration de fatigue et des zones d'extrusion.

Une partie de ce chapitre a été consacrée aux débris d'usure : leur répartition spatiale sur les surfaces testées, leurs formes et leur composition chimique. Nous avons également observé un transfert de matière vers la bille qui présente, dans le voisinage de la surface de contact, une quantité de débris collés ou piégés dans les pores. Ces débris, de taille micrométrique, sont oxydés. L'examen de surface, tant sur la bille que sur l'acier, montre un phénomène de broyage et de cisaillement de ces débris.



# Chapitre 4

## Aspects mécano-chimiques du frottement des surfaces Duplex.



### Sommaire

4.1	Généralités sur les mécanismes d'usure . . . . .	128
4.2	Approche énergétique du frottement . . . . .	133
4.2.1	Approche par la théorie de Hertz . . . . .	134
4.2.2	Calcul de pression de Hertz - Application au tribosystème étudié	137
4.2.3	Énergie et puissance mécaniques appliquées sur les arêtes d'aspérités . . . . .	138
4.3	Identification des mécanismes d'usure sur surfaces Duplex frottées	141
4.3.1	Observations MEB dans la section transversale de la piste d'usure et EDS sur la piste d'usure . . . . .	142
4.3.2	Observation en Microscopie Électronique à Transmission des surfaces Duplex après frottement . . . . .	145
4.3.3	Caractérisation de l'échantillon W100-D100 après 1000 cycles de frottement . . . . .	145
4.3.4	Caractérisation de l'échantillon W100-D300 après 1000 cycles de frottement . . . . .	150
4.3.5	Analyse des clichés de diffraction sur l'échantillon W100-D300 Duplex hors et dans la trace d'usure . . . . .	160
4.3.6	Spectroscopie Raman sur les surfaces Duplex après frottement	164
4.3.7	Essais de glissement avec nettoyage de la surface. Rôle du tribofilm . . . . .	171
4.4	Conclusion . . . . .	174

## 4.1 Généralités sur les mécanismes d'usure

Un grand nombre de mécanismes d'usure peuvent être définis : l'adhésion, l'abrasion, la délamination, la fatigue, la rupture, la corrosion aqueuse etc., pouvant à leur tour être distingués en plusieurs sous-types [215–221]. D'une manière générale, on peut les diviser en processus physiques et chimiques ou encore suivant leurs interactions [215]. Dans la plupart des cas, plusieurs mécanismes d'usure se produisent simultanément et il est alors difficile de déterminer la contribution individuelle de chaque mécanisme dans l'ensemble des processus du frottement.

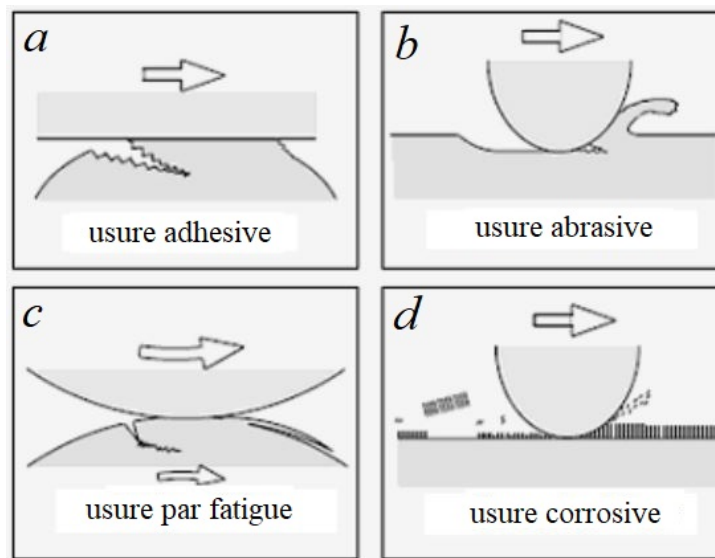


FIGURE 4.1 – Les mécanismes d'usure principaux : (a) adhésive, (b) abrasive, (d) fatigue et (c) corrosive [215].

Les quatre modes d'usure suivants sont généralement reconnus comme principaux [222] :

**L'usure adhésive** [223, 224] : elle résulte de la formation de forces d'adhésion élevées aux points de contact réels (voir figure 4.1a). Dans le mouvement relatif des surfaces, les particules adhésives d'une même surface s'en détachent et restent, soit collées à la surface du contre-corps sur lequel elles sont maintenues par des forces d'adhérence, soit rebondissent et peuvent ensuite adhérer à la surface d'origine ou sous forme de produits d'usure.

*L'usure abrasive* [217] : c'est un mode d'enlèvement de matière depuis la surface, dans lequel des particules rigides glissent ou roulent sur la surface de la pièce sous une charge appliquée. Les particules peuvent être libres ou faire partie d'une autre surface (contre-corps).

*L'usure par fatigue* [219] : elle est due à la rupture de la couche superficielle du matériau par une nucléation et une propagation des fissures à l'intérieur d'une couche mécaniquement déformée sous l'action de charges répétées lors du frottement.

*L'usure corrosive* [215] : résulte d'une réaction chimique ou électrochimique du matériau avec son environnement. L'usure oxydative est le mode le plus représentatif de l'usure corrosive des métaux [225]. L'oxydation de l'acier est le processus d'interaction des gaz oxydants avec le fer et les éléments d'alliage [226]. Ce processus est déterminé non seulement par les réactions chimiques de l'oxydation, mais aussi par la régularité de la formation du film d'oxyde qui, au fur et à mesure de sa croissance, isole de plus en plus l'acier des gaz oxydants.

L'usure oxydative se base sur la réaction d'oxydation entre l'acier et l'aire atmosphérique. Après un certain temps, en fonction des conditions choisies, la couche d'oxyde de l'acier se détache pour une certaine épaisseur et reprend ensuite sa croissance. Lorsque l'acier est chauffé dans l'aire, une couche d'oxyde de fer se génère sur sa surface. Le mécanisme d'oxydation par diffusion détermine une structure de couche se subdivisant en plusieurs sous-couches [227]. Elle contient trois différents oxydes de fer car la concentration en oxygène due à sa diffusion augmente depuis le métal vers l'extrême surface, respectivement :  $FeO - Fe_3O_4 - Fe_2O_3$ .

La couche interne (adjacente au métal) contient la plus grande partie du monoxyde de fer formé par la réaction :



La couche intermédiaire est composée de magnétite ( $Fe_3O_4$ ), formée lors de l'oxydation ultérieure du monoxyde de fer par la réaction :



La couche la plus riche en oxygène  $3Fe_2O_3$  se retrouve en extrême surface.



Cependant, il est possible que les réactions chimiques mentionnées ci-dessus se produisent à basse température. Ceci s'explique par le fait que l'énergie d'activation d'une réaction chimique est directement liée à l'énergie mécanique appliquée au matériau et devient beaucoup plus faible que dans les conditions d'équilibre [228]. Krause [225] explique ce phénomène par la destruction de la couche d'oxyde primaire et par l'augmentation de la densité des dislocations dans le réseau cristallin. Kaupp [229] note que l'introduction des défauts dans la maille cristalline induit la destruction des liaisons intermoléculaires et par conséquent, un affaiblissement de ces liaisons. Ainsi, pour l'activation de la réaction chimique il faut moins d'énergie ("énergie d'activation") pour rompre des liaisons moléculaires plus faibles. C'est pourquoi la cinétique de réaction augmente.

Dans le cas de frottement des matériaux, l'activation mécanique de réaction chimique a été découverte par Fink [230] en 1930. Il a établi la présence d'oxydes de fer sur les surfaces de frottement. Krause [225] a trouvé que la vitesse d'oxydation du fer mécaniquement activé est 200 fois supérieure à celle qui n'est pas activée que l'épaisseur du film est également plus épaisse. D'après Quinn [226], à mesure que l'épaisseur de la couche d'oxyde augmente, l'adhésion du film d'oxyde diminue. Après avoir atteint une épaisseur critique, l'oxyde devient mécaniquement instable, poreux et se délamine soudainement en générant des débris d'usure.

Ainsi, la cinétique des processus tribochimiques est directement proportionnelle à la vitesse de dissipation de l'énergie mécanique. La couche de surface mécaniquement activée est dans un état extrêmement instable. Par conséquent, l'activité du matériau reste de courte durée. Ceci signifie qu'une fois que le processus de frottement terminé, la cinétique d'oxydation ralentit et reprend des valeurs de l'état stable [231].

La formation d'une couche d'oxydes appartient à l'un des mécanismes de formation de films tribologiques. Le tribofilm est défini comme un film solide mince généré à la suite de frottement, qui est localisé sur la surface d'usure d'un matériau initial, mais a une composition chimique, une structure et un comportement tribologique différent de celui du matériau de base [171]. Ce tribofilm peut jouer le rôle de "lubrifiant" solide et peut réduire de manière significative la force de frottement d'un tribosystème lorsqu'il est introduit à l'interface de frottement. Cependant, la propriété de frottement d'un "lubrifiant" solide ne dépend pas seulement de la composition chimique, de la structure et des propriétés physiques du tribofilm, mais aussi du tribosystème mis en oeuvre, c'est-à-dire la contrepartie, la charge appliquée, la vitesse de glissement, la distance de glissement, la température ou bien encore les réactifs chimiques présents dans l'environnement. Le tribofilm est généralement composé de films d'adsorption gazeuse/liquide sur une surface solide et de débris d'usure (particules solides formées lors du frottement, piégées dans une interface de glissement sans former un film continu) [171].

Wang et al. [232] notent que l'intégrité du film et sa composition diffèrent lors d'essais de frottement de  $Ti_3AlC_2$  glissant contre le  $SiC$  à différentes températures (figure 4.2a). Ainsi, à température ambiante, il est continu, lorsqu'il est chauffé à  $400^\circ C$  il perd sa continuité, et à  $600-1000^\circ C$ , il redevient homogène.

Godet et al. [201,233], ont réalisé des expériences à température ambiante avec un morceau de craie (carbonate de calcium) en frottant à basse vitesse contre un disque plat en verre dépoli. Ils ont étudié le degré de remplissage de la surface rugueuse par les produits d'usure. Il est noté que lorsque le film forme une barrière continue entre deux surfaces frottées (même si le film tribologique devient homogène, les particules qui le composent ne restent pas immobiles et on observe leur réintroduction dans le contact), le degré d'usure est alors stabilisé (figure 4.2 b).

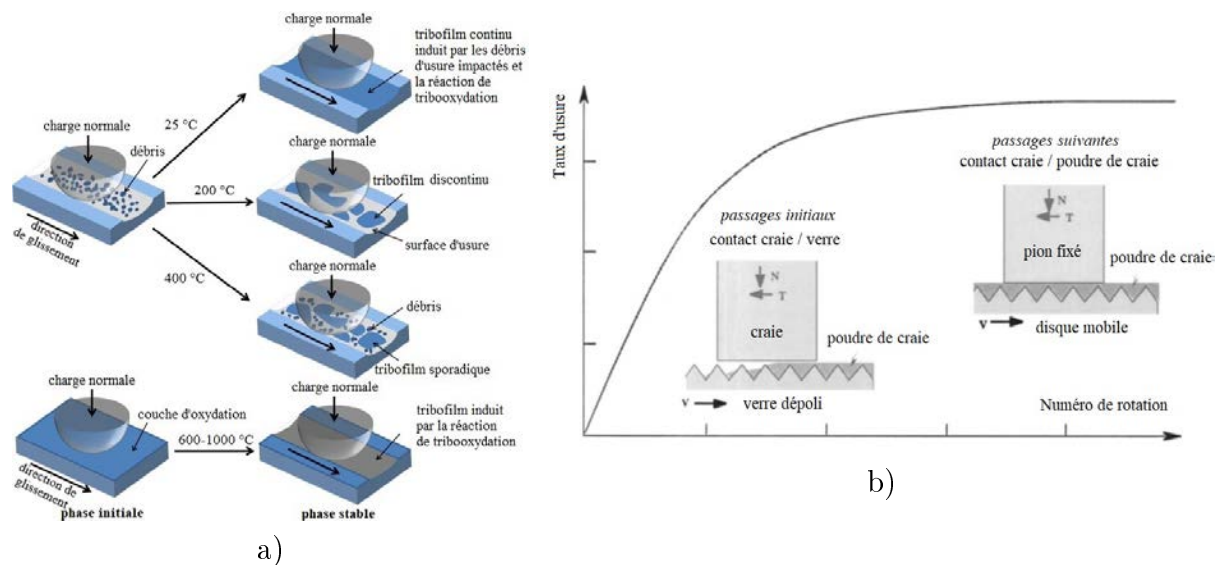


FIGURE 4.2 – Schémas du modèle d’usure du  $Ti_3AlC_2$  glissant contre du  $SiC$  à 25-400°C et 600-1000°C dans l’air [232] (a) et schéma de stabilisation de tribofilms en fonction du temps frottement (un morceau de craie est frotté à basse vitesse contre un disque plat en verre dépoli) [201, 233] (b).

Luo [171] a mené des études sur les mécanismes de génération de tribofilms lors du frottement de  $TiAlN/VN$  contre une bille d’alumine (5 N de charge, 0,1 m/s de vitesse). Il a montré la relation entre la formation du tribofilm et le comportement en frottement (figure 4.3) : l’évolution du tribofilm (images au-dessous) et la fragmentation des débris (images au-dessus) dans les différentes périodes de frottement : 10, 20, 100 et 1000 cycles. La courbe de frottement montre que le coefficient de frottement était inférieur à 0,2 initialement, avant le début de formation du tribofilm. Puis il a augmenté immédiatement à 0,3 - 0,4 dans les 20 premiers cycles de glissement en raison des particules d’usure piégées entre les surfaces de frottement. Finalement, le coefficient de frottement a augmenté et s’est stabilisé autour de 0,55 avec la formation d’un tribofilm continu. Le frottement élevé est dû à la déformation de cisaillement importante et à l’interaction adhésive. Cette interaction adhésive a été attribuée à la liaison ionique du tribofilm. Il précise que l’interaction adhésive est l’un des principaux éléments qui forment la résistance au frottement dans un processus de glissement.

Ainsi, la formation du film tribologique (ou tribofilm) dépend directement de la vitesse de formation des débris d’usure, de la cinétique de l’oxydation de surface qui sont à leur tour dépendant de l’activation mécanique de réactions chimiques. Par conséquent, dans

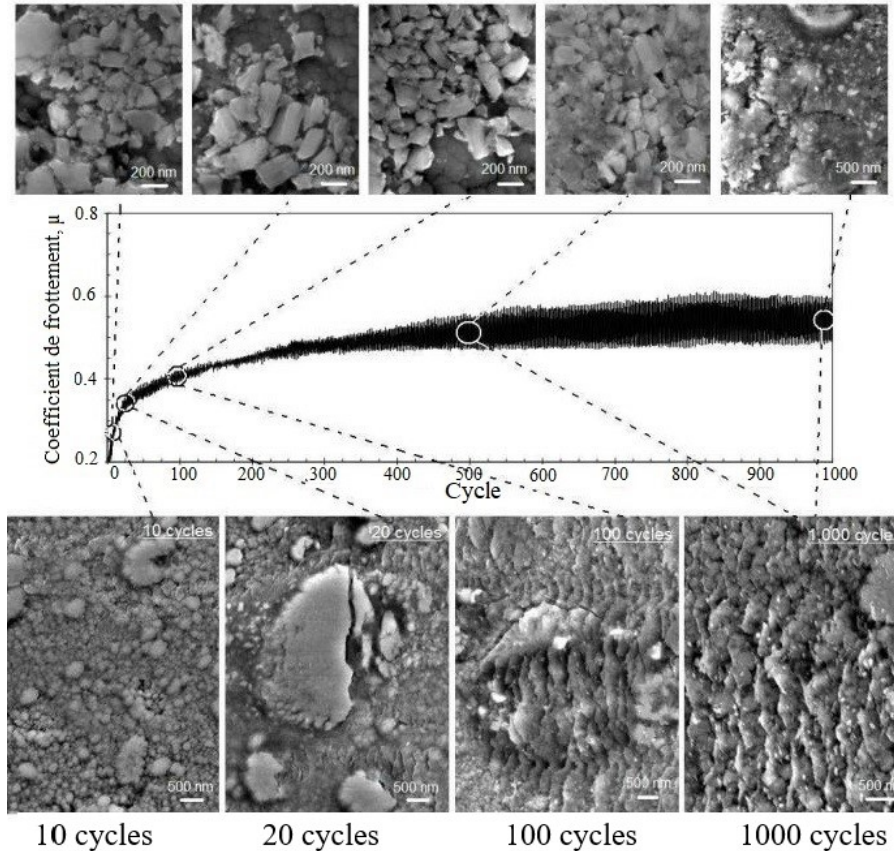


FIGURE 4.3 – Démonstration de la formation d’un tribofilm et des débris d’usure lors de frottement de la bille d’alumine (5 N, 0,1 m/s) sur une surface TiAlN/VN [171].

le cas de frottement de surfaces Duplex avec aspérités linéaires, les aspects mécaniques apparaissent comme primordiaux.

## 4.2 Approche énergétique du frottement

Afin d’expliquer la réponse tribologique avec l’application de charge mécanique sur des surfaces nitrurées avec ou sans structuration, deux approches théoriques sont envisagées. La première approche concerne la détermination de la pression de Hertz, générée par la bille sur une surface plane ou structurée. La seconde approche se base sur un critère énergétique appliqué à la cinématique de la contrepartie (bille) glissant sur l’aspérité.

### 4.2.1 Approche par la théorie de Hertz

Le problème du contact élastique normal entre deux ellipsoïdes a été résolu par Hertz en 1882 [234]. Les premières solutions du problème de contact non conforme ont été établies en considérant que les surfaces sont exemptes de défauts et parfaitement lisses (sans aspérités).

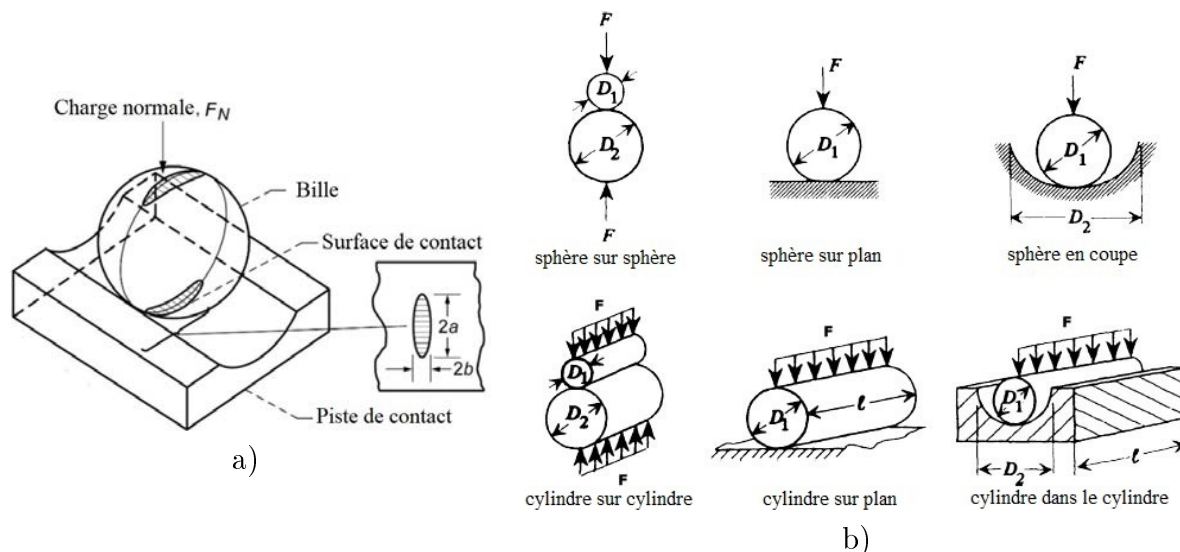


FIGURE 4.4 – Schéma de la bille sur la piste de contact avec la zone de surface de contact [235] (a) et différentes configurations de contact entre solides [236] (b).

En théorie [215], le contact entre deux sphères se produit en un point, et le contact entre deux cylindres de révolution dont les génératrices sont parallèles se produit sous la forme d'une ligne. Dans les deux cas - contact ponctuel ou linéaire - la pression résultante entre les deux surfaces serait infinie et les surfaces subiraient une déformation irréversible. Mais dans des applications réelles, lorsque deux surfaces sont pressées l'une contre l'autre par une force, une certaine déformation élastique se produit à l'interface, et une surface de contact est formée. Les contraintes mécaniques se produisent lors de l'interaction mécanique de corps solides, déformés à leurs points de contact. La surface de contact peut être elliptique (figure 4.4a) ou circulaire, et la répartition de la pression dans le contact est parabolique. Les formules définissant la surface de contact sont connues pour chaque configuration. La figure 4.5 présente les formules les plus utilisées pour calculer la surface de contact, la pression maximale et les contraintes maximales pour un contact sphère/plan et sphère/sphère [237].



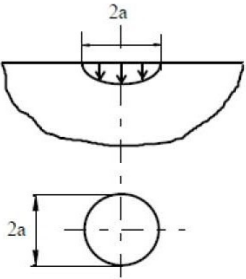
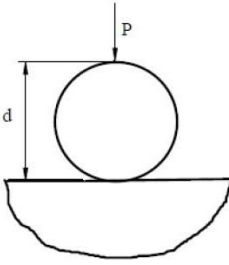
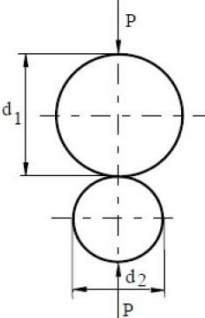
 <p>surface de contact circulaire de rayon a</p>	<p>Sphère sur plan</p> 	<p>Sphère sur sphère</p> 
<p>rayon de la surface de contact</p>	$a = \sqrt[3]{\frac{3}{8} P d C}$	$a = \sqrt[3]{\frac{3}{8} P \frac{C}{\frac{1}{d_1} + \frac{1}{d_2}}}$
<p>pression maximale</p>	$p_{\max} = 1.5 \cdot p_{\text{mean}} = 1.5 \frac{P}{\pi a^2}$	
<p>position de la contrainte maximale</p>	$\zeta_0 = \frac{z}{a} = 0.429$	
<p>contrainte maximale</p>	$\sigma_{\max} = 0.982 \cdot p_{\text{mean}} = 0.982 \frac{P}{\pi a^2}$	
$C = 2 \frac{1-\nu^2}{E}$ <p>mêmes matériaux</p> $C = \frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2}$ <p>matériaux différents 1 et 2</p>		

FIGURE 4.5 – Formules générales pour les systèmes en contact où E représente le module d'élasticité longitudinal,  $\nu$  le coefficient de Poisson, d le diamètre, L la longueur du cylindre,  $\zeta_0$  la position de la contrainte maximale en profondeur de surface [237].

La méthode des éléments finis permet aussi d'analyser des contraintes et des déformations de surfaces revêtues ou non, exposées au glissement. Zwierczyk [238] a présenté les champs de distribution des contraintes en profondeur des matériaux en interaction : une roue en acier (SSW-3QS) et un rail en acier. Pour ces calculs, ils ont utilisés une masse volumique de  $7,8 \text{ g/m}^3$  et les propriétés mécaniques suivantes : les modules de Young E sont respectivement de 206 GPa et 200 GPa pour la roue et le rail et un coefficient de Poisson identique de 0,3. Comme la théorie de Hertz le prévoit, ils trouvent que les plus grandes contraintes ne se produisent pas directement sur la surface de contact, mais à une certaine profondeur. La plus grande pression au contact et les plus grandes contraintes de cisaillement se produisent autour de 600 MPa sous la bande de roulement de la roue à

une profondeur de 2 à 4 mm.

Sur les surfaces rugueuses, la distribution des contraintes diffère des surfaces lisses. L'effet de la rugosité est clairement démontré dans les travaux de recherche de Ren et al. [239]. La figure 4.6 présente le profil d'évolution de pression de contact (b) et la carte de distribution des contraintes (d), qui montrent que des valeurs plus élevées se retrouvent localement sur les surfaces des aspérités. Ces valeurs sont quasiment trois fois plus grandes que celles obtenues sur les surfaces lisses 4.6 (a,c). La répartition des contraintes dans la zone de contact est communément caractérisée par des gradients.

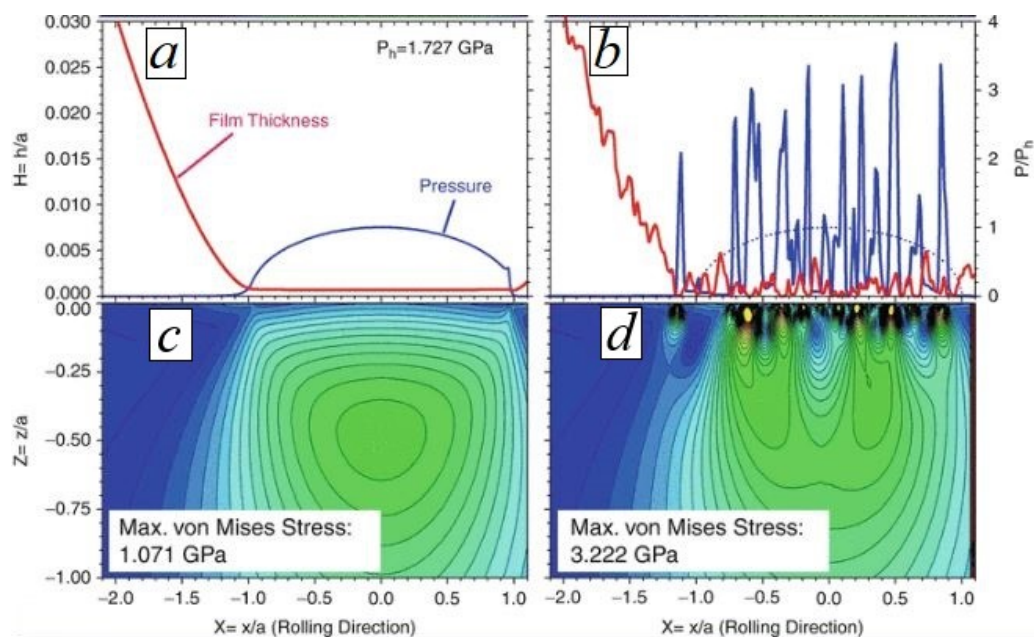


FIGURE 4.6 – Différence de distribution de pression de contact et des champs de contraintes entre la surface d'aciers : lisse (a, c) et rugueuse (b, d). Lubrification plasto-elastohydrodynamique est utilisé dans les deux cas de contact [239].

En 1987, dans une analyse des effets de l'adhésion, de la déformation et de la rugosité de surface sur le frottement, Tangena [240] conclut que si les aspérités de la surface sont déformées plastiquement, l'influence de la rugosité de la surface sur les paramètres de contact est faible, car les aspérités se déforment. Cependant [241], si la surface de l'étude ne se déforme pas facilement en présence d'un revêtement dur quelconque, la pression de contact n'est pas réduite à un même niveau. De plus ces valeurs vont dépendre de l'épaisseur du revêtement.

Due à l'usure, la surface de contact évolue et grandit au cours du frottement. Ainsi, il est complexe d'évaluer les pressions de contact au cours de frottement. Cependant, l'état final de la surface après frottement peut permettre de caractériser la pression de contact à la fin de l'essai par l'analyse des traces d'usure. Il est assez facile de définir les surfaces de contact si les géométries des éléments du système sont simples. Due à la charge extérieure sévère où le contact entre aspérités est quasi-ponctuel, des déformations plastiques extrêmes sont fortement probables. Cependant, la géométrie des aspérités après usure n'est pas toujours simple à déterminer. La caractérisation du contact réclame plus de précisions, discutées dans la sous-section suivante.

### 4.2.2 Calcul de pression de Hertz - Application au tribosystème étudié

En considérant simplement le contact élastique statique entre deux corps isotropes et homogènes, il est possible de calculer la pression appliquée aux surfaces des échantillons nitrurés [215, 242]. Le module d'Young et le coefficient de Poisson sont respectivement de 380 GPa et 0,26 pour la bille d'alumine [243], et de 240-270 GPa [244–246] et 0,28 [247] pour l'acier inoxydable austénitique nitruré.

L'application de la théorie de Hertz sous la configuration sphère/plan conduit à une pression de contact maximale de l'ordre de 0,9 GPa et a été calculée selon les formules présentées dans la section précédente. Afin d'estimer la pression de Hertz après 1000 cycles d'essais de glissement sur des surfaces traitées Duplex, on a tenté de mesurer les rayons de courbure dans les directions transversale et longitudinale par rapport à la direction de glissement. Dans le cas de l'échantillon W100-D300 (voir figure 4.7), la surface de contact contre la bille d'alumine est transversalement concave - forme creuse (dans la direction de l'aspérité), avec un rayon de courbure  $R_{22} = 3,8$  mm, et longitudinalement convexe - forme bombée (dans le sens du glissement), avec un rayon de courbure  $R_{12} = 0,5$  mm. La pression de contact maximale est alors évaluée à 2,1 - 2,2 GPa. Une telle valeur doit être considérée comme minimale, puisque le rayon de courbure  $R_{12}$  diminue pendant l'essai de glissement. La formule pour le contact sphère/sphère et sphère/coupe est identique,

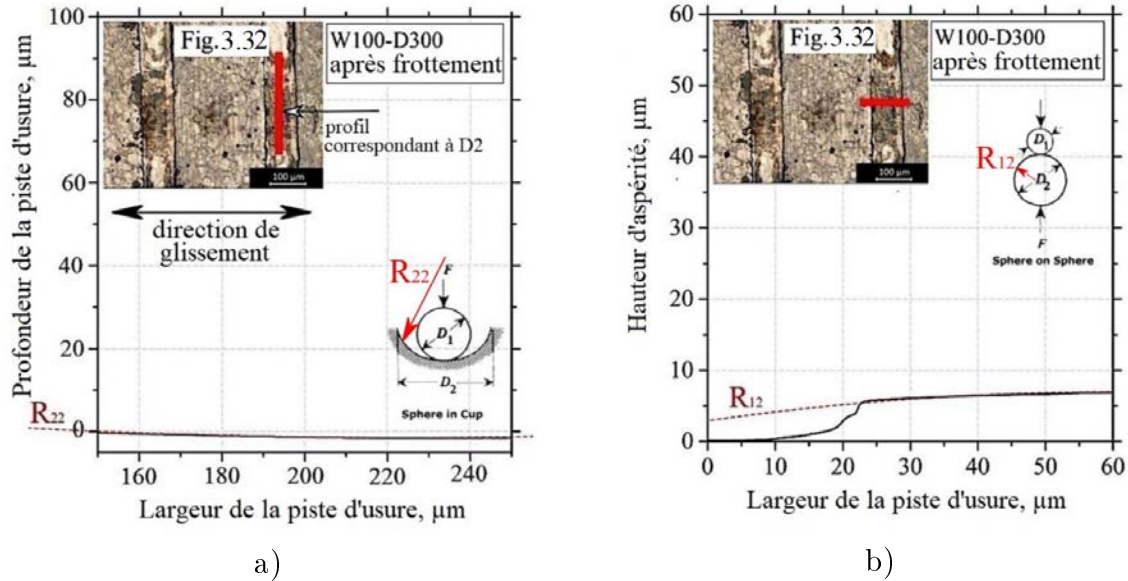


FIGURE 4.7 – Mesure des rayons de courbure pour l'échantillon W100-D300 à motifs après 1000 cycles de glissement dans les directions transversale (a) et longitudinale (b) par rapport à la direction de glissement.

cependant dans le deuxième cas, la valeur du rayon est négatif. Il n'a pas été possible de mesurer les rayons de courbure pour la configuration W100-D100, car l'aspérité conserve une forme de section carrée à la fin de l'essai (voir figure 3.28, chap. 3). Cependant, la théorie de Hertz indique que la pression de contact doit être supérieure à 2 GPa pour cette dernière configuration.

### 4.2.3 Énergie et puissance mécaniques appliquées sur les arêtes d'aspérités

En s'appuyant sur l'approche énergétique développée avec M. Coulibaly [248], la cinématique des billes d'alumine permet de déterminer la trajectoire du centre de gravité d'une bille lors du contact de cette dernière avec l'arête d'une aspérité d'un échantillon structuré. Les calculs de trajectoire sont effectués à partir du diamètre d'une bille et du profil d'une aspérité suivant la direction de glissement. Dans la présente étude, l'usure des aspérités n'est pas prise en compte et, par conséquent, l'intégrité de leurs arêtes est conservée. La figure 4.8 schématise les positions basse et haute de la bille lors de son contact avec une arête d'aspérité. L'axe x représente la direction et le sens de glissement tandis que l'axe

$z$  correspond à la montée de la bille.

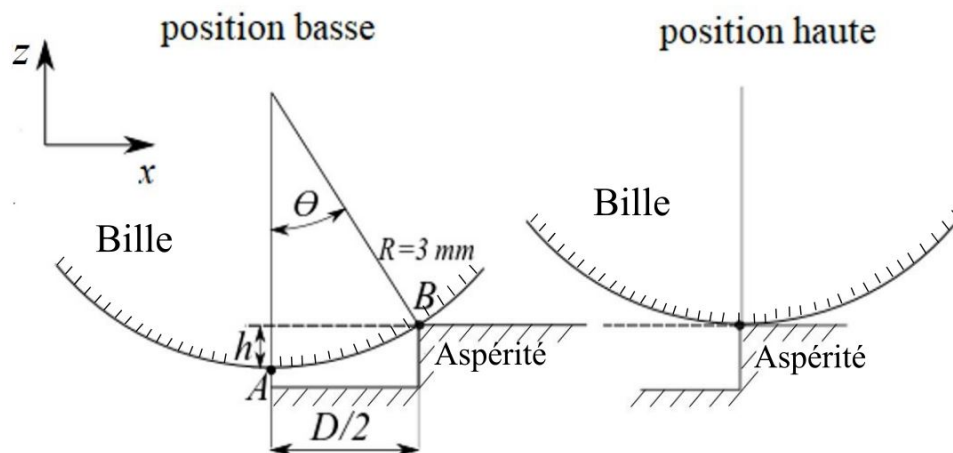


FIGURE 4.8 – Représentation schématique de la configuration géométrique du contact dans les positions basse et haute.

Sur la figure 4.9 sont tracées les trajectoires du centre de gravité de la bille entre la position basse, quand la bille entre en contact avec l'arête d'une aspérité, et la position haute, à la fin du contact bille / arête d'aspérité, pour les 2 espacements des surfaces structurées W100-D100 et W100-D300. Les résultats des calculs de trajectoire donnent une descente maximale  $h_{max}$  au point bas de la bille de  $0,42 \mu\text{m}$  pour une surface W100-D100 et  $3,75 \mu\text{m}$  pour une surface W100-D300.

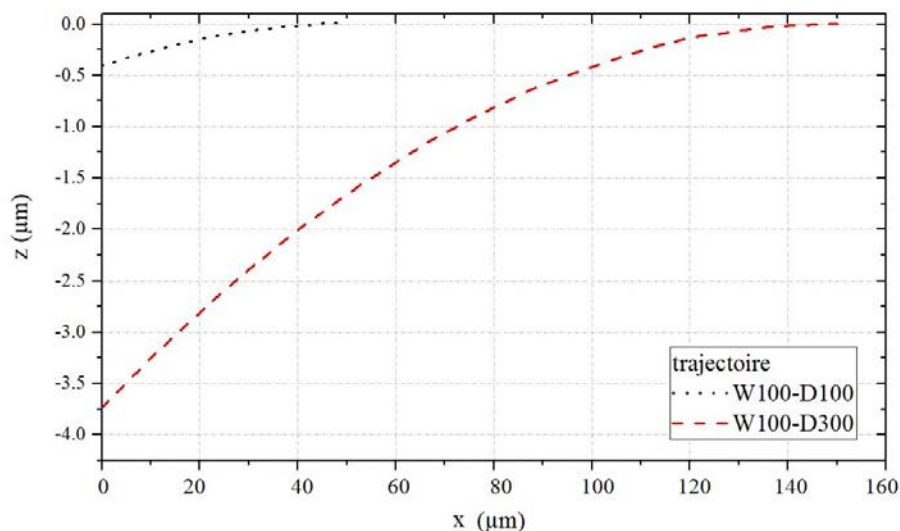


FIGURE 4.9 – Trajectoires du centre de gravité de la bille pour les 2 espacements testés.

L'étude dynamique effectuée à partir de la cinématique de la bille a été menée afin d'estimer la variation de l'effort normal (suivant  $z$ ) tout au long du contact entre la bille et une arête d'aspérité entre ses positions basse et haute. La figure 4.10 montre le profil de vitesse de glissement nominale de l'essai  $V(t) = 2.5 \cdot 10^{-3} \sin(\frac{\pi t}{5})$  sur un cycle de frottement, c'est-à-dire sur 2 courses aller ( $V(t)$  positive) et retour ( $V(t)$  négative) de la bille sur un échantillon structuré lors des essais tribologiques.

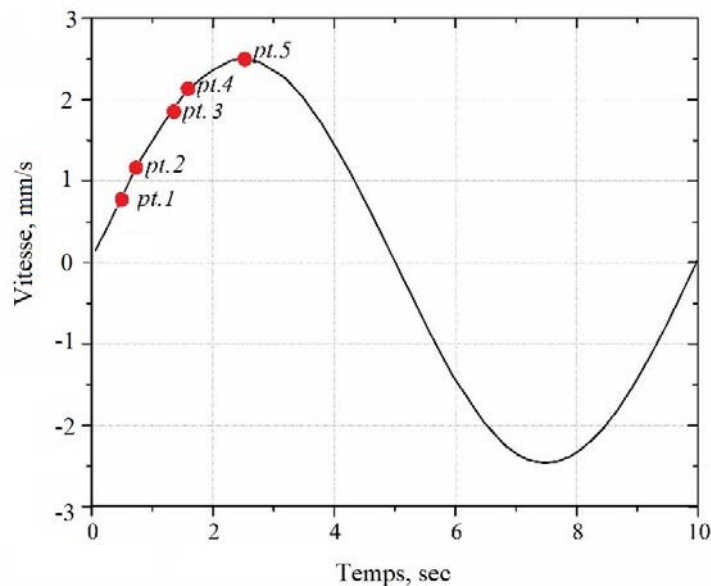


FIGURE 4.10 – Profil de vitesse nominale de glissement au cours d'un cycle de frottement.

Après avoir calculé l'accélération par dérivation de la vitesse par rapport au temps, le principe fondamental de la dynamique peut être appliqué afin de déterminer l'évolution de la somme des forces de contact, à savoir les efforts normal  $F_N$  suivant  $z$  et tangentiel  $F_T$  suivant  $x$ , pendant le contact entre la bille et l'arête d'aspérité, de la position basse à la position haute de la bille. Le calcul de la force normale  $F_N$  permet de montrer que sa variation est négligeable au cours du frottement, quelle que soit la vitesse de la bille et sa position par rapport aux aspérités et quel que soit l'espacement entre aspérités successives (100 ou 300  $\mu\text{m}$ ). Dans tous les cas de frottement sur tribomètre bille-plan, la charge normale  $F_N$  est équivalente à la charge nominale imposée de 5 N.

Connaissant l'évolution de la force normale  $F_N$  durant le contact bille / arête d'aspérité, son travail  $W_N$  peut être calculé par la formule  $W_N = N h_{max}$ , où  $h_{max}$  désigne la hauteur de remontée de la bille entre ses positions basse et haute. Ainsi, le travail d'écrasement

$W_N$  s'élève à 2,10  $\mu\text{J}$  et 18,75  $\mu\text{J}$  respectivement pour les configurations W100-D100 et W100-D300. En supposant que, pour la même vitesse de glissement suivant x, l'effort tangentiel  $F_T$  s'appliquant sur une arête d'aspérité sur le motif d'espacement 300  $\mu\text{m}$  est au moins supérieur à celui s'appliquant sur une arête d'aspérité sur le motif d'espacement 100  $\mu\text{m}$ , l'énergie mécanique produite lors de l'interaction bille/arête d'aspérité est au moins 9 fois plus élevée pour l'échantillon W100-D300 que pour l'échantillon W100-D100. L'hypothèse posée sur l'effort tangentiel  $F_T$  peut être justifiée par l'obtention d'un coefficient de frottement moyen plus important pour la configuration W100-D300 par rapport à la configuration W100-D100 lors des essais sur le tribomètre "Bille sur plan".

pt		1	2	3	4	5
Vitesse (mm/s)		0,85	1,25	1,77	2,16	2,50
Temps de contact bille/aspérité (s)	W100-D100	0,0558	0,0392	0,0280	0,0230	0,0200
	W100-D300	0,1550	0,1131	0,0827	0,0684	0,0600
Puissance mécanique moyenne ( $\mu\text{W}$ )	W100-D100	37,6	53,6	74,9	91,3	105
	W100-D300	121	165,7	226,6	273,9	312,4

Tableau 4.1 – Résultats de calculs de la puissance mécanique développée par la force normale, pour différentes valeurs de vitesse nominale de glissement.

Finalement, le temps de contact de la bille sur une arête d'aspérité ainsi que la puissance mécanique moyenne développée par la force normale  $F_N$  sont calculés pour différentes valeurs de vitesse de glissement aux points indiqués sur la figure 4.10 et numérotés de 1 à 5. L'ensemble des valeurs sont reportées dans le tableau 4.1.

### 4.3 Identification des mécanismes d'usure sur surfaces Duplex frottées

Dans le chapitre précédent, les observations des aspérités de surfaces Duplex obtenues à l'aide d'un microscope électronique à balayage (voir la figure 3.35) ont été détaillées. Sur ces images, il a été constaté que deux mécanismes d'usure peuvent être définis ; dans le cas W100-D100, il est abrasif et pour le cas de W100-D300, adhésif. Les résultats d'analyses plus locales sont présentés dans cette section afin de mieux appréhender les mécanismes d'usure à des échelles encore plus fines. On s'appuie sur des images MEB dans la coupe

transversale de la piste d'usure (et EDS sur les aspérités), sur de la spectroscopie Raman et sur des observations faites par microscopie à transmission sur les aspérités frottées.

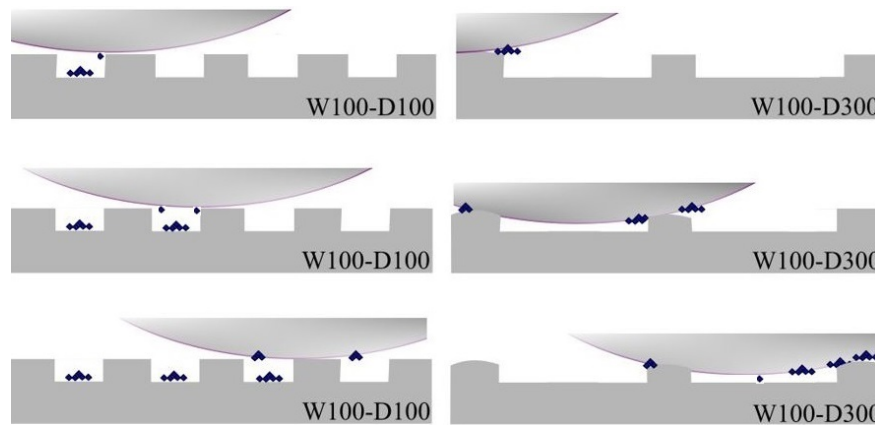


FIGURE 4.11 – Schéma de répartition des débris entre les aspérités de surfaces Duplex.

De plus, il a été noté que les deux surfaces structurées diffèrent dans leur capacité d'accumulation des produits d'usure. Dans le cas de la surface W100-D100, une plus grande quantité de débris a été observée dans l'espace entre les aspérités, contrairement à l'échantillon du W100-D300 dans lequel les débris ne s'accumulent pas entre les aspérités. Le schéma de répartition des débris est illustré figure 4.11, il est basé sur le fait évident que la bille dans le cas du W100-D300 descend plus profondément ( $4\ \mu\text{m}$  en profondeur) dans l'espace entre les aspérités, ce qui permet de récupérer les débris d'usure. Les profondeurs exactes de pénétration de la bille sont discutées dans la section précédente.

### 4.3.1 Observations MEB dans la section transversale de la piste d'usure et EDS sur la piste d'usure

La figure 4.12 représente les photos dans la section transverse de la surface des aspérités Duplex dans la partie centrale de la piste d'usure après 1000 cycles de frottement. Ces échantillons ont été obtenus avec une polisseuse manuelle par étapes de polissage successif. Pendant le polissage, la profondeur enlevée était contrôlée au microscope optique tous les 10 tours de plateau de polisseuse. Les enrobages ne permettant pas la détermination des épaisseurs enlevées, nous avons effectué ces polissages sans enrober les échantillons. Par conséquent, sur l'arrête des échantillons, on peut noter la présence des imperfections



causées par l'effet de bord dû au polissage : rayures (figure 4.12b) et/ou arrondi (figure 4.12a) au niveau de l'arrête.

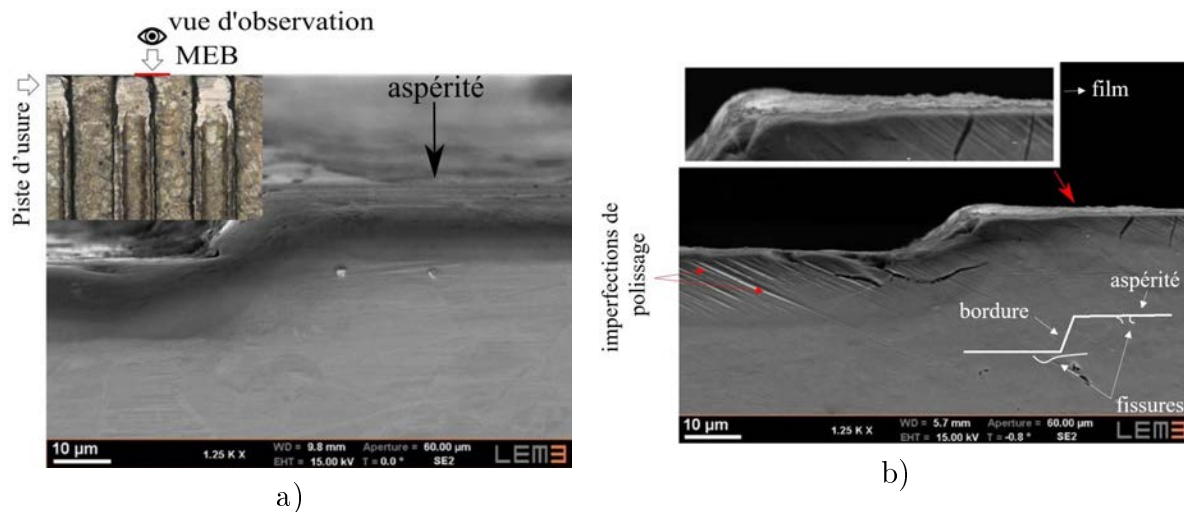


FIGURE 4.12 – Images MEB obtenues dans la section transversale de la piste d'usure (voir l'insert pour la vue d'observation sur l'échantillon W100-D100) après 1000 cycles de frottement sur l'échantillon W100-D100(a) et W100-D300(b).

Sur ces photos, on peut remarquer une différence évidente entre les échantillons : la présence ou non de fissures. Dans la section transversale de l'échantillon W100-D100, elles sont absentes, tandis que dans l'échantillon W100-D300, elles sont présentes dans la partie centrale de l'aspérité, la zone basse et à la bordure de l'aspérité. Les fissures centrales se propagent verticalement et les fissures latérales se propagent horizontalement. Ainsi, la profondeur maximale des fissures dans la partie centrale de l'aspérité, où son usure est la plus importante, est de 6-7 microns. Dans la partie latérale, où la bille a été soulevée sur l'aspérité, la longueur des fissures sur la marche est d'environ 20 microns. La surface n'ayant pas subi d'attaque chimique, il est difficile de distinguer si la propagation des fissures est intergranulaire ou transgranulaire. Dans les deux cas, les fissures ne semblent se propager que dans la partie nitrurée. Ceci montre que c'est la surface nitrurée qui "encaisse" la déformation plastique par fissuration.

Fernández-Valdés et al. [249] à propos de leurs recherches sur la fatigue de l'acier 316L nitruré, ont trouvé qu'en faisant des essais sur les échantillons non nitrurés et nitrurés dans les mêmes conditions, les premiers n'avaient aucune fissure propagée (uniquement des déformations plastiques), tandis que pour tous les échantillons nitrurés, des fissures ont été relevées. Dans le cas de surface nitrurée, l'accumulation de contraintes internes

atteint une valeur critique et se relâche par la formation de fissures.

En raison de la valeur élevée de la contrainte, la fatigue est généralement caractérisée par un faible nombre de cycles jusqu'à l'apparition des dommages et la rupture subséquente. La formation de telles fissures à des charges cycliques allant jusqu'à 10000 cycles est classée comme un mécanisme de fatigue à faible nombre de cycles (low cycle fatigue, ang) [250]. Lorsque la contrainte cyclique est élevée, l'endommagement se développe en même temps que la déformation plastique. Ces dommages se développent et se nucléarisent en microfissures qui, à leur tour, se développent rapidement pour former des fissures de méso-niveau [251]. La formation des fissures de fatigue peut être accompagnée par la transformation de phases. Krupp et Roth [252] ont observé la présence de phase de martensite  $\alpha'$  sur les bords des fissures dans l'acier inoxydable austénitique. Dans notre étude, la présence des fissures n'a été identifiée que sur la surface W100-D300. Nous aborderons cette question d'une éventuelle transformation de phase dans la section 4.3.3.

Dans la miniature incluse dans la figure 4.12b, la présence d'un film sur la surface de l'échantillon W100-D300 peut être constatée. Une cartographie EDS de la répartition des éléments a été réalisée sur la surface des échantillons Duplex après 1000 cycles de frottement contre la bille d'alumine. La figure 4.13 montre la cartographie de la distribution des éléments chimiques sur les deux surfaces Duplex. Cette analyse EDS montre une répartition en oxygène plus élevée sur la surface du sommet de l'aspérité W100-D300. Sur la surface W100-D100, l'oxydation est plus intense sur les bords de l'aspérité et peu visible sur la partie centrale. D'après les analyses EDS présentés, on peut déduire que le tribofilm généré sur les surfaces Duplex est constitué d'oxydes métalliques et qu'il est plus épais et plus homogène pour la configuration W100-D300. De plus, l'incrustation de particules d'alumine à travers la surface usée est visible pour cette configuration, ce qui n'est pas le cas sur la surface W100-D100.

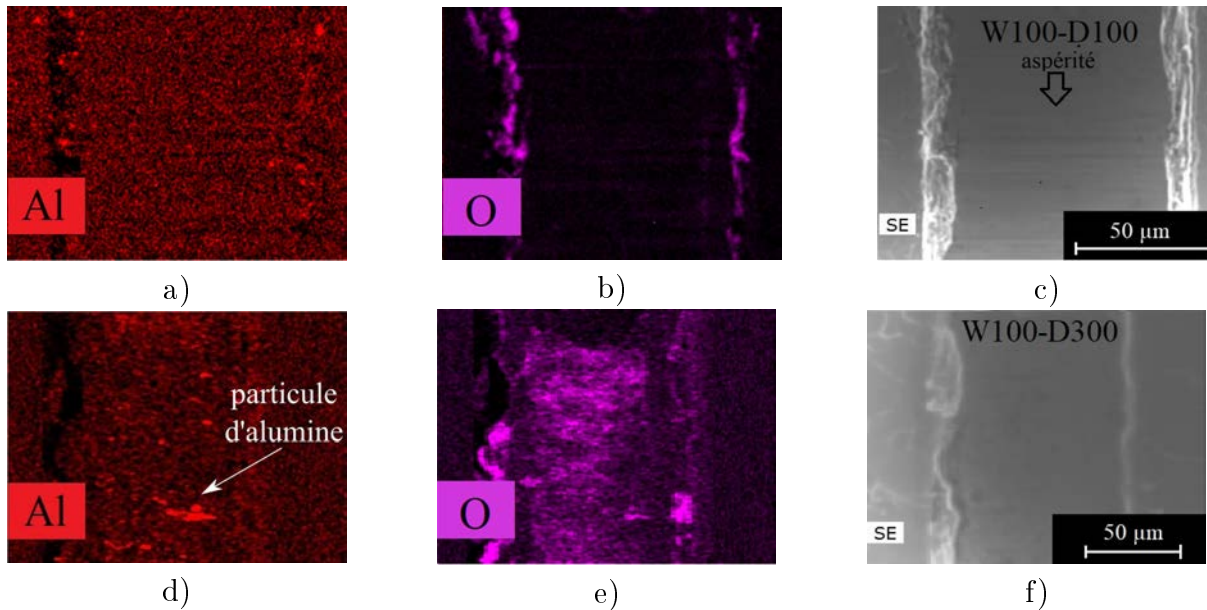


FIGURE 4.13 – Cartographie EDX de la distribution d’oxygène et d’aluminium et vue sur les surfaces Duplex utilisées pour la configuration W100-D100 (a, b, c) et pour la configuration W100-D300 (d, e, f).

### 4.3.2 Observation en Microscopie Électronique à Transmission des surfaces Duplex après frottement

Pour étudier les potentiels changements de phase et de microstructure dans les zones sous-jacentes de la piste d’usure sur les surfaces Duplex, des lames minces de 7 µm de profondeur et de 10 µm de largeur ont été prélevées dans les parties centrales des pistes d’usure. La zone de prélèvement est identique pour les deux échantillons Duplex : entre la partie centrale de l’aspérité et un bord (figures 4.14a et b). L’épaisseur de chaque lame est d’environ 120 nm et longueur de la lame coïncide avec le sens du frottement.

### 4.3.3 Caractérisation de l’échantillon W100-D100 après 1000 cycles de frottement

L’image de la lame W100-D100 finalisée est présentée sur la figure 4.15a. Un renfort (zone dans laquelle la lame n’a pas été assez amincie) a été effectué sur la partie centrale afin d’assurer la planéité de la lame et la tenue mécanique. La figure 4.15b montre localement

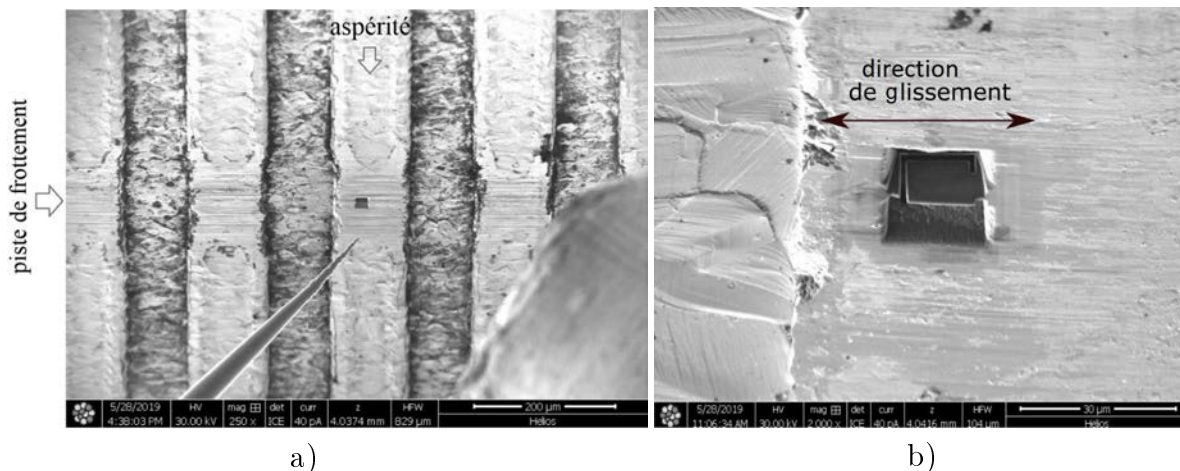


FIGURE 4.14 – Images MEB montrant la localisation du prélèvement de la lame mince sur la surface de l'échantillon W100-D100 x250 (a) et x2000 (b).

la zone de l'extrémité de la lame proche de la surface frottée. Il est possible de distinguer deux zones en dehors de celle contenant le dépôt de platine nécessaire pour la préparation de la lame FIB : le tribofilm formé lors du frottement et, en dessous, l'acier nitruré. L'épaisseur de ce tribofilm est très inhomogène : sur toute la longueur de la lame (et donc de la surface frottée) elle varie de 5 à 45 nm. Sur la partie plus épaisse de la couche, la présence de micro pores est visible.

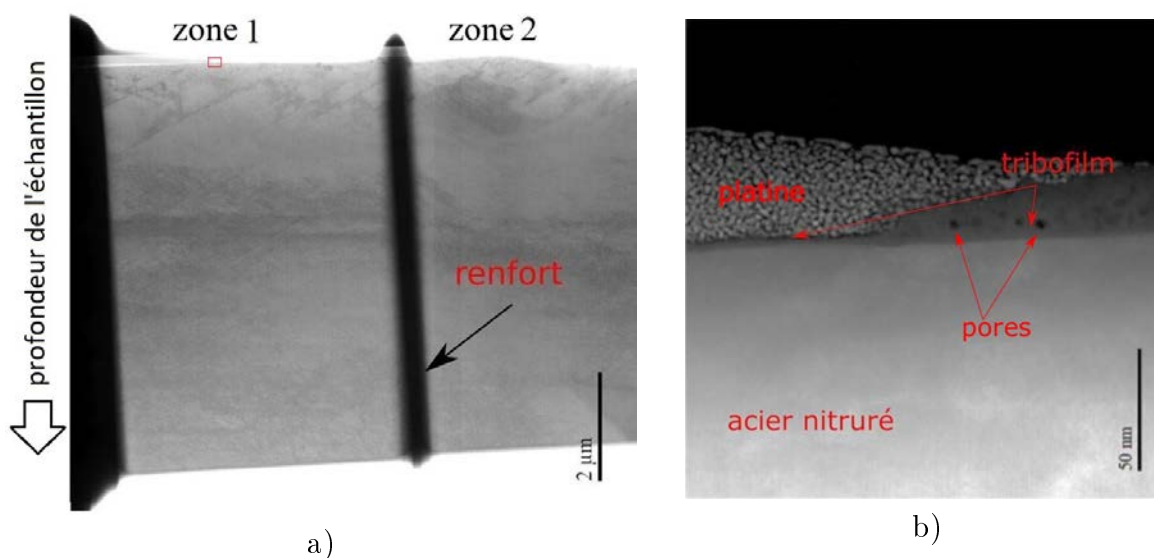


FIGURE 4.15 – Image STEM-BF de la lame W100-D100 frottée(a) et image STEM-HAADF du tribofilm détecté (zone 1) sur la surface W100-D100 frottée (b).

La figure 4.16 montre des cartographies (en intensité) des éléments de la surface de l'échantillon W100-D100. Les cartographies de l'oxygène (b), de l'azote (c), du fer (d) ont été

combinées dans la cartographie (a) afin de localiser les éléments les plus importants présents dans la couche. Les cartographies EDS montrent la présence d'oxygène, de fer et d'azote dans la couche en surface de l'échantillon. D'autres éléments comme le nickel et le chrome sont également présents en faible quantité mais non représentés ici.

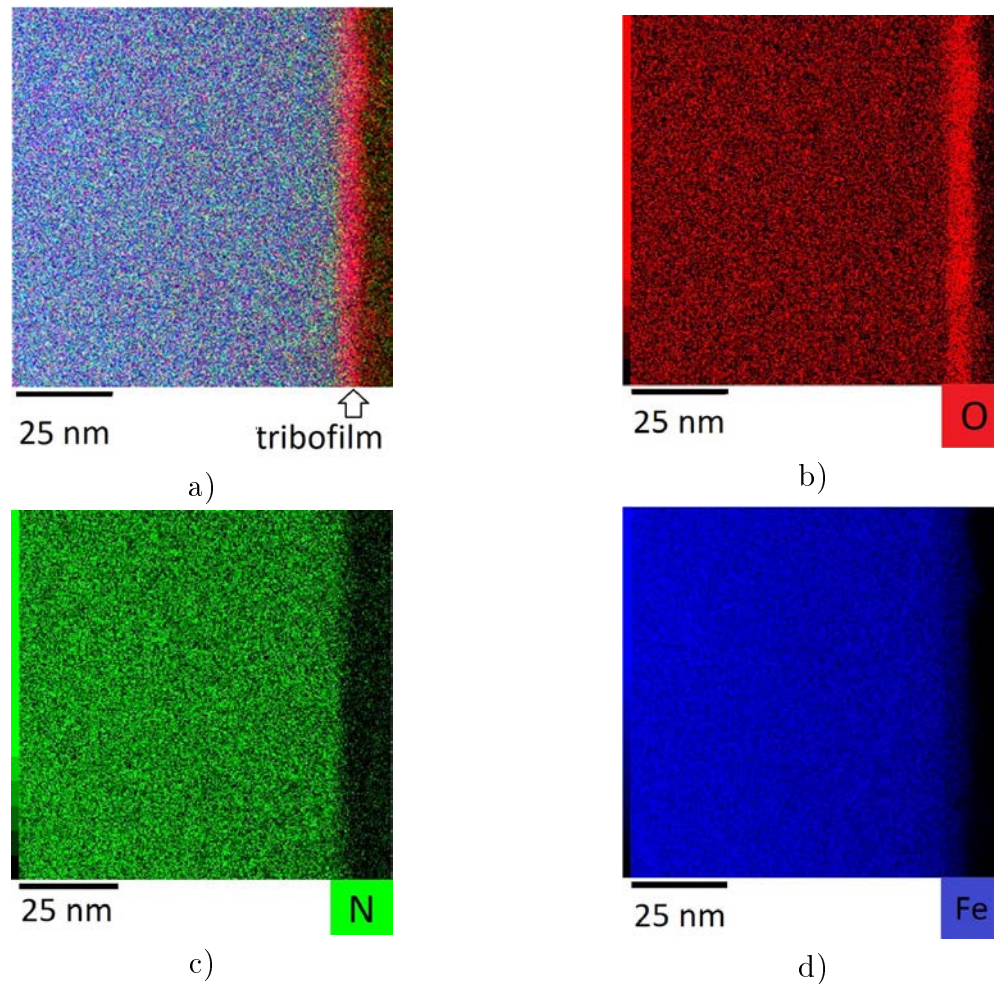


FIGURE 4.16 – Cartographies des éléments sur la surface de l'échantillon W100-D100, après 1000 cycles de frottement contre la bille d'aluminium. (a) cartographie superposant les éléments suivants : oxygène (b), azote (c) et fer (d) (zone 1, définie la figure 4.15).

La figure 4.17a montre des profils de répartition des éléments dans l'échantillon W100-D100 oxydé lors du frottement. Ce graphique montre que les teneurs en fer, en chrome et des autres éléments contenus dans l'acier diminuent progressivement lorsque l'on s'approche de la surface. Cette figure permet de mettre clairement en évidence le début de la couche d'oxyde du tribofilm formée en surface et matérialisée par une ligne verticale (repérée A). Dans la couche d'oxyde, on peut noter la présence d'azote, de nickel et de chrome, dont la concentration diminue à mesure que l'on approche de la surface.

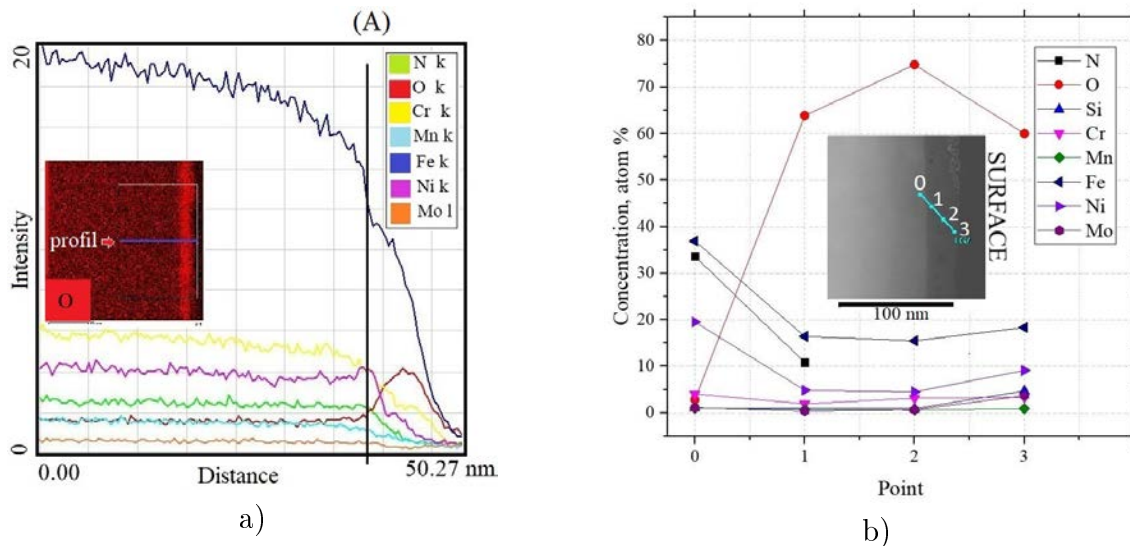


FIGURE 4.17 – Profils de répartition des éléments sur la surface W100-D100 sur la profondeur de 50 nm (la miniature représente la zone de l'analyse sur la carte de distribution d'oxygène) (a) et la composition chimique ponctuelle (at%) du tribofilm (b).

La figure 4.17b présente la composition en éléments chimiques sur des points numérotés. En corrélation avec les données sur la figure 4.17a, l'azote est présent sur les premiers points (0 et 1). La teneur en azote est de 33 at% avant la couche d'oxyde. Cette valeur de 33 at% est conforme avec ce qui a été mesuré par la SDL sur un échantillon nitruré. Elle est réduite à 10 at% au début de la couche d'oxyde. En revanche, dans les points les plus proches de la surface de l'échantillon (2 et 3), l'azote n'est plus détectable. Cette mesure, qui montre une distribution de concentration en oxygène hétérogène, suggère la présence de différents types d'oxydes sur la surface frottée.

La figure 4.18a montre une micrographie MET haute résolution réalisée dans la couche d'oxyde et mettant en évidence des grains nanométriques cristallisés constituant cette couche. La transformée de Fourier de l'image (figure 4.18b) est constituée de spots de diffraction formant des morceaux de cercle ce qui indique une couche polycristalline dont les distances relevées sur des spots de diffraction principaux (à 2,4 Å) pourraient correspondre à l'oxyde de fer FeO.

Des caractérisations ont été faites sur la lame en distinguant deux zones (figure 4.15a) : la zone (1) se situe à gauche de la ligne de renfort et la zone (2) se situe à droite. La figure 4.19a montre une micrographie MET prise dans la zone 1. La figure 4.19b montre

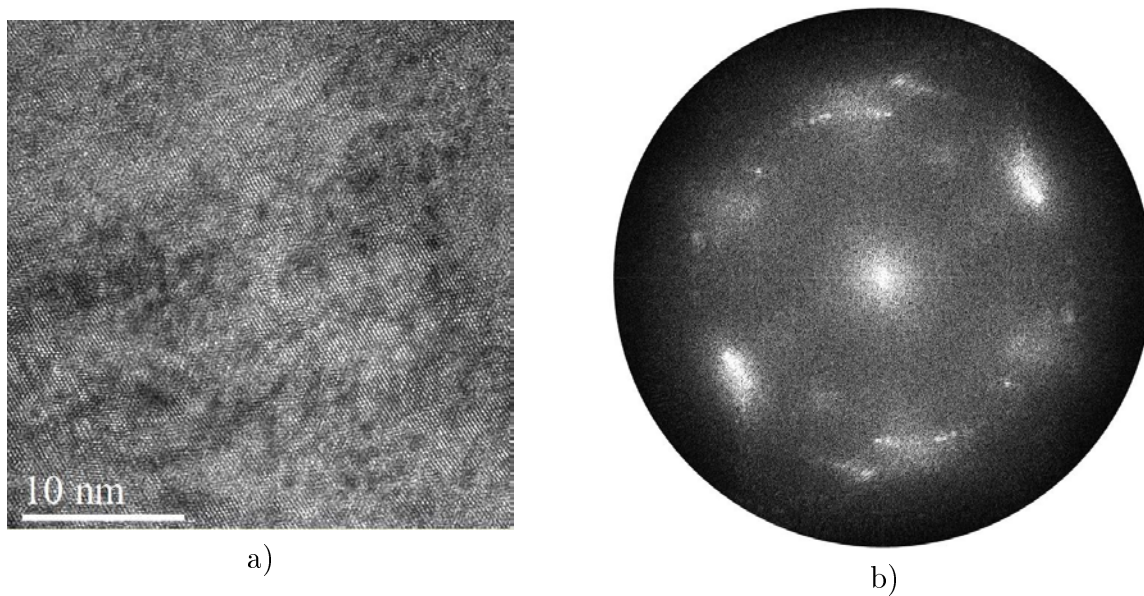


FIGURE 4.18 – Micrographie MET haute résolution (a) et sa transformée de Fourier (b), observés au sein du tribofilm sur l'échantillon W100-D100 après 1000 cycles de frottement contre une bille en alumine.

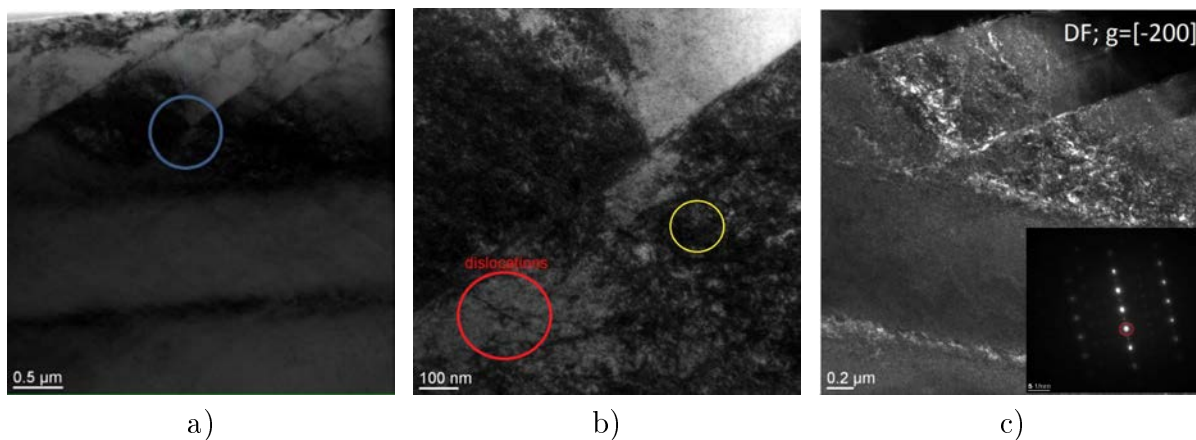


FIGURE 4.19 – Micrographies MET (a,b) champ clair et (c) en champ sombre  $g = 0\ 0\ -2$  et cliché de diffraction des électrons en aire sélectionnée associé, observés dans la zone 1 définie la figure 4.15 à environ  $2\ \mu\text{m}$  de profondeur.

une micrographie MET prise à  $2\ \mu\text{m}$  de profondeur dans la zone présentée en bleu sur la figure 4.19a. Sur cette figure, on observe la présence de dislocations dont la densité est tellement élevée qu'il ne semble pas possible de les distinguer individuellement. Cependant, l'agrandissement du cercle rouge de la figure 4.19b permet de distinguer certaines d'entre elles. La densité de dislocations est tellement importante que des parois épaisses de dislocations se sont formées. L'imagerie faite dans le mode « champ sombre » montre que l'ensemble de cette partie de la lame ne présente qu'une seule orientation ce qui confirme

la présence de sous-joints de dislocations. Le cliché de diffraction (insert figure 4.19c) est associé avec une phase cubique contenant de l'azote qui pourrait être austénite expansée.

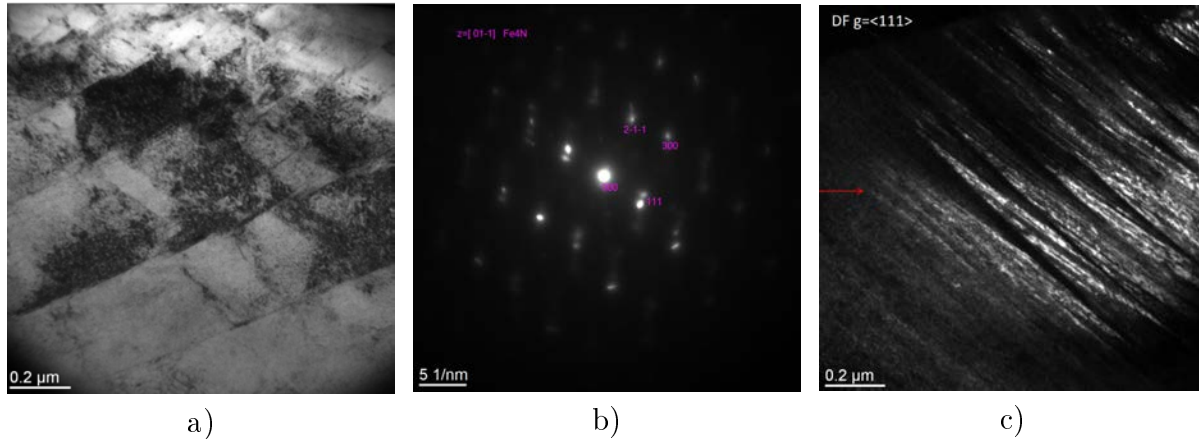


FIGURE 4.20 – Micrographies MET et clichés de diffraction des électrons en aire sélectionnée, observés dans la zone 2 définie la figure 4.15 à environ 2 µm de profondeur. Mise en évidence des macles mécaniques : cliché de diffraction (b) et champ sombre  $g = 1\ 1\ 1$  (c).

La figure 4.20 montre des micrographies MET et des clichés de diffraction des électrons en aire sélectionnée réalisés sur la partie droite de la lame. On observe la présence d'une zone maclée mis en évidence en champ sombre avec un vecteur diffraction  $g = 111$  selon un axe de zone  $[0\ 1\ 1]$  ayant le type de structure cubique contenant de l'azote (figure 4.20c). Toutes les macles ont la même orientation (elles sont bien parallèles) et cette orientation correspond bien à la famille de plans de glissement d'un CFC.

#### 4.3.4 Caractérisation de l'échantillon W100-D300 après 1000 cycles de frottement

La lame prélevée à la surface de l'échantillon W100-D300 est présentée sur la figure 4.21a. On peut distinguer deux zones sur cette lame : (1) une zone où l'austénite expansée est présente et (2) une zone où on ne voit que l'acier du substrat. Comme nous l'avons montré au chapitre 3, l'épaisseur de la couche de nitruration n'est pas uniforme sur les échantillons Duplex. La miniature intégrée (figure 4.21a) montre une section transversale de cet échantillon après frottement sur laquelle il est possible de distinguer la distribution



hétérogène de la couche de nitruration. Ainsi, après 1000 cycles et suite à l'usure, certaines zones de la surface de frottement de l'échantillon Duplex présentent des aspérités non couvertes par la couche nitrurée. Nous distinguerons la partie de la surface de la lame recouverte d'une couche d'austénite expansée (1), proche du bord de l'aspérité, et la partie où la couche de nitruration est absente (2), proche de la partie centrale.

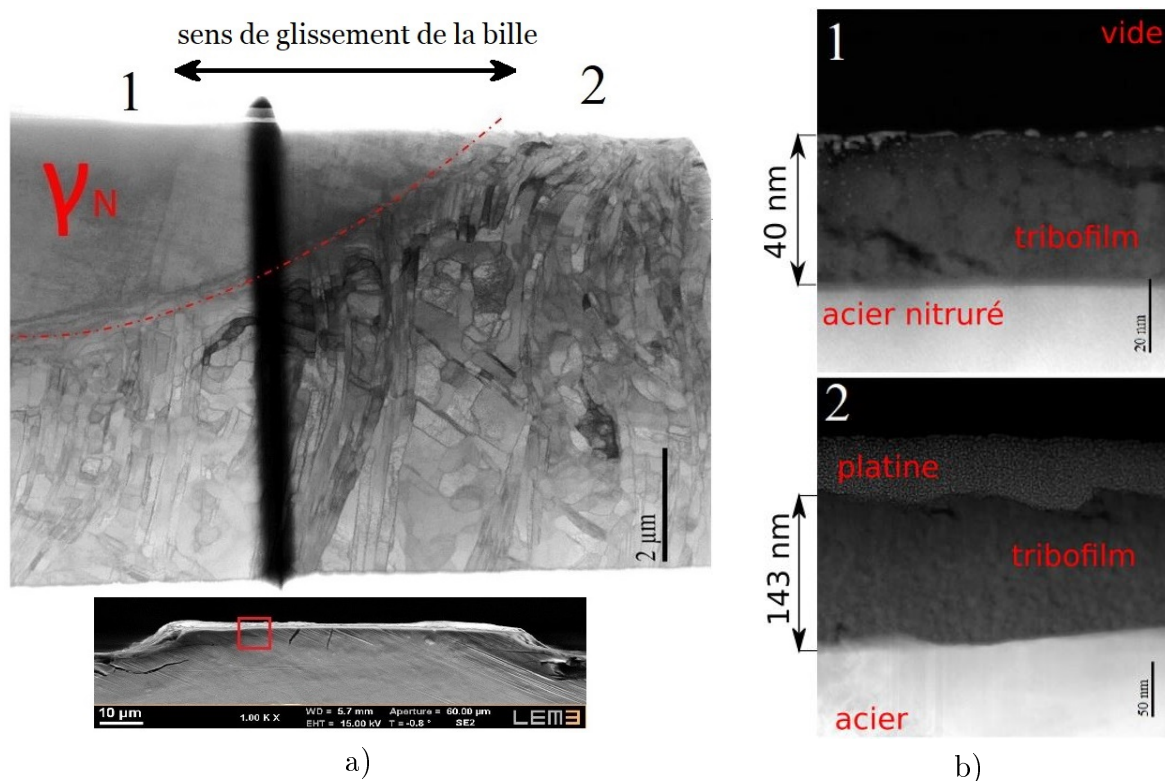


FIGURE 4.21 – Image STEM-BF de la lame mince prélevée sur l'échantillon W100-D100 (a-haut) avec une coupe transversale observée au MEB, de la couche frottée (a-bas) et tribofilms détectés par STEM sur la surface W100-D300 frottée dans les zones 1 et 2 (b)

À la surface de cette lame, le tribofilms formé a également été identifiés. Les micrographies présentées sur la figure 4.21b montrent le film caractérisant les zones 1 et 2. Le film présent sur la couche de nitruration a une épaisseur d'environ 40 nm et montre une porosité importante. Le film présent à la surface de l'acier en l'absence de la couche de nitruration a une épaisseur d'environ 140 nm, sa porosité est en revanche beaucoup plus faible.

En observant la surface de la lame, on peut voir que les grains d'acier austénitique, qui avaient auparavant une taille d'environ 20 à 30 microns (voir la figure 1.7b – chapitre 1), ont maintenant une taille partiellement submicronique et une forme allongée. Les directions des grains allongés correspondent à celle du mouvement de la bille d'alumine

lorsqu'elle s'élève sur l'aspérité. Il a été démontré précédemment que dans le cas du W100-D300, la bille descend sur  $4\ \mu\text{m}$  de profondeur si la surface de l'aspérité est rectangulaire et n'est pas déformée. Il est possible que la profondeur de descente soit plus importante si les aspérités sont arrondies (cas W100-D300). Cependant, dans la continuité de la zone de l'aspérité sans couche de nitruration, on retrouve une surface couverte par la couche de nitruration vers la partie centrale de l'aspérité. Recouvrant l'autre côté de l'aspérité, cette couche peut éventuellement jouer le rôle d'une deuxième paroi entre laquelle les grains seraient comprimés et déformés.

La structure obtenue lors du processus de frottement présente des similitudes avec la technique de laminage à froid. Ginzburg [253] a montré que la réalisation de laminage à froid sur acier peut se produire pour une pression de contact de 0,54 GPa. Cette valeur est inférieure aux valeurs calculées pour l'échantillon W100-D300 et présentées dans le chapitre 3. Dans le cas du laminage à froid de l'acier, avec un degré de déformation croissant, toutes les caractéristiques mécaniques augmentent (jusqu'à une limite de déformation) : limite d'élasticité, limite de résistance, et dureté. La structure de l'acier laminé a été décrite par Campbell et Mankins [254]. La géométrie des grains est similaire à celle observée sur l'échantillon W100-D300. Ils notent que la prolongation des grains suit la direction de roulement et peut avoir un effet substantiel sur certaines propriétés mécaniques, en particulier la fracture, la ténacité et la résistance à la corrosion, pour lesquelles les propriétés sont les plus faibles dans le sens de l'épaisseur ou dans autre sens, transversal court.

Les figures 4.22 et 4.23 montrent les cartographies des éléments de la surface de l'échantillon W100-D300 frottée. Sur la zone sans couche d'austénite expansée, les éléments les plus présents sont l'azote, l'oxygène, le fer, le nickel et le chrome. Sur la surface de l'échantillon sans azote (figure 4.23), on observe une particule de 200 nm de diamètre, incrustée et composée d'oxyde d'aluminium. Cette particule provient sans conteste du matériau de contre-partie de la bille d'alumine. De plus, cette particule est incrustée à la surface dans une zone contenant très peu d'oxyde de fer (délamination de la couche d'oxyde non-homogène).

Sur la cartographie sur la figure 4.22, localisée dans la zone présentant une couche enrichie en azote à la surface de l'échantillon (concentration en surface autour de 20 at%), les

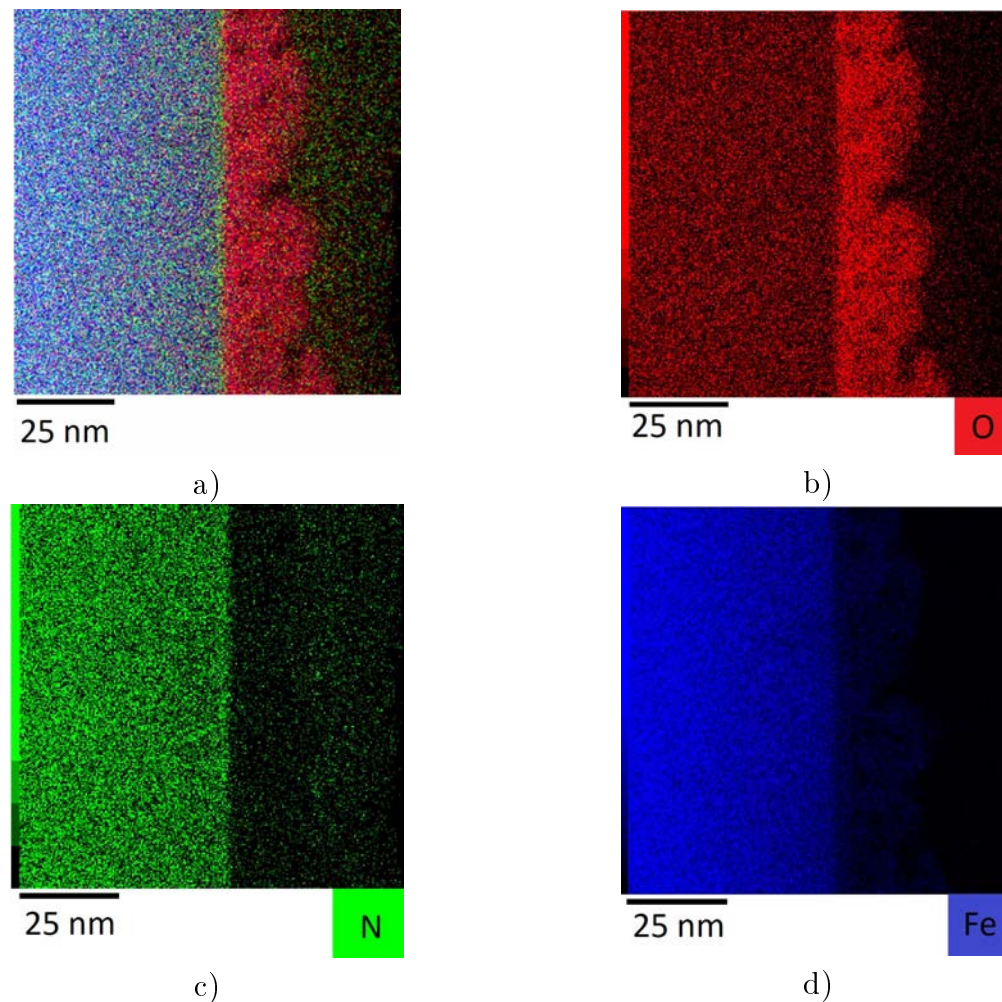


FIGURE 4.22 – Cartographies des éléments obtenue par STEM-EDS sur la surface de l'échantillon W100-D300 après 1000 cycles de frottement contre la bille d'alumine (zone 2), (a) cartographie où sont superposés les éléments suivants : oxygène (b), azote (c) et fer (d).

éléments les plus présents sont l'oxygène, le fer et l'azote. En comparant les cartographies des différentes zones, on peut noter la différence significative d'épaisseur de la couche d'oxyde. Dans la zone où la couche de nitruration est absente (figure 4.23), l'épaisseur de la couche d'oxyde est d'environ 180 nm. Par ailleurs, dans la zone où se trouve une couche de nitruration (figure 4.22), l'épaisseur de la couche est d'environ 25 nm.

En raison de sa faible concentration, l'azote n'a pas été considérée à la figure 4.23. Ainsi, au cours du frottement, la cinétique d'oxydation de la surface non nitrurée peut dépasser de façon significative celle de la couche nitrurée. Ceci peut s'expliquer par une réactivité plus faible de la couche nitrurée comparée à celle de l'acier non nitruré. Il peut s'agir

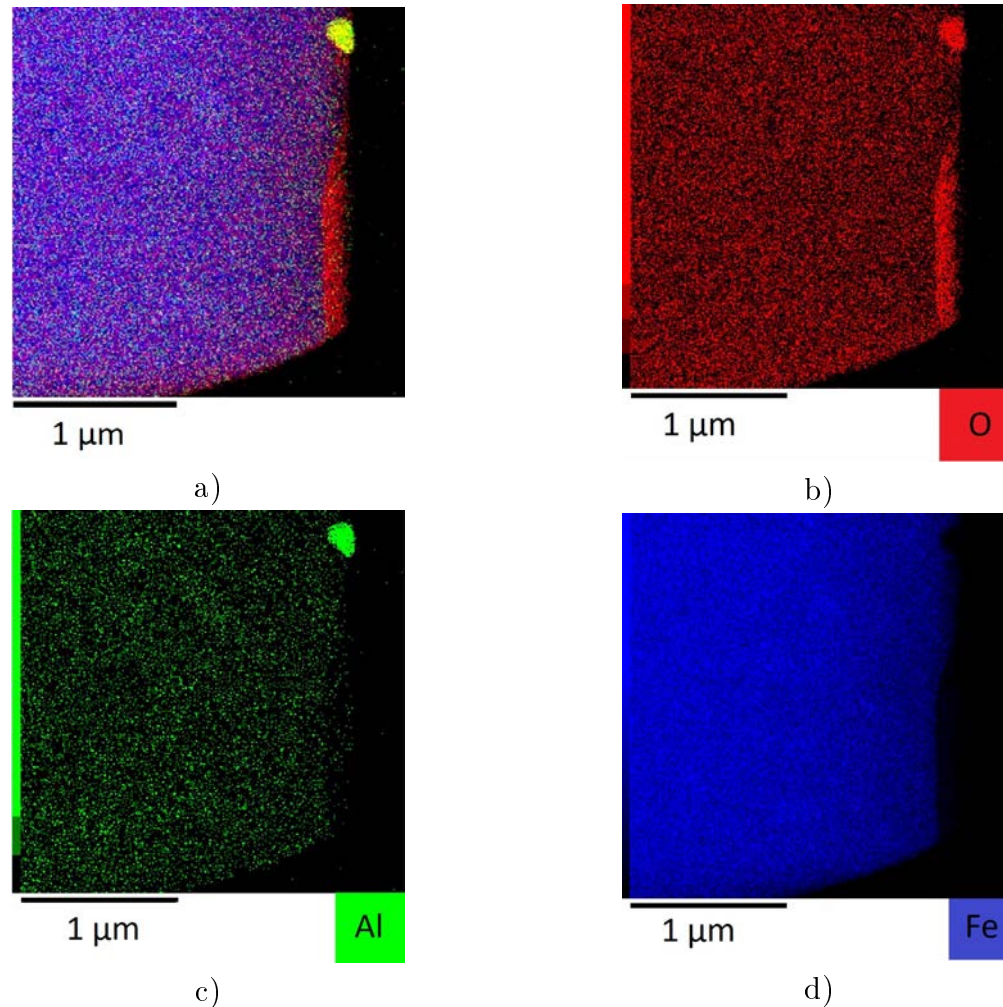


FIGURE 4.23 – Cartographies des éléments obtenue par STEM-EDS sur la surface de l'échantillon W100-D300 après 1000 cycles de frottement contre la bille d'alumine (zone 1), (a) cartographie où sont superposés les éléments suivants : oxygène (b), aluminium (c) et fer (d).

également d'une différence dans l'épaisseur critique du film oxydé et de son adhérence à la surface de l'acier. On peut également noter que malgré l'épaisseur plus importante, la porosité est plus faible. Cette couche est plus dense, les pores sont fermés et plus petits.

Pour la zone contenant la surface nitrurée, la porosité augmente avec l'épaisseur de la couche d'oxyde formée (figure 4.24a). Pour l'autre zone (figure 4.24b), l'épaisseur maximale du film d'oxyde est quasiment deux fois plus importante que dans le cas de la surface sans couche de nitruration. Cependant, la porosité de la couche d'oxyde est significativement inférieure sur la surface sans couche nitrurée. Cette différence de porosité pourrait s'expliquer par le niveau très élevé des contraintes internes de la couche nitrurée. On sait

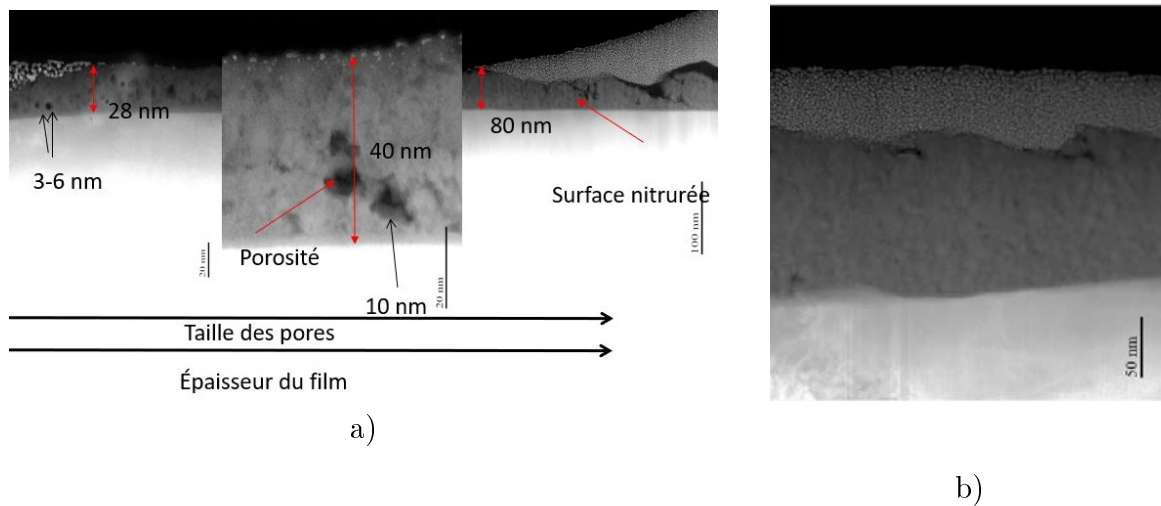


FIGURE 4.24 – Images STEM-HAADF prise sur la surface frottée de l'échantillon W100-D300 dans la partie couverte par la couche de nitruration (a) et dans la partie non nitrurée (b)

que l'introduction d'austénite dans le réseau augmente la contrainte de compression (voir chapitre 3, section 1). De telles contraintes augmentent la dureté, mais aussi la fragilité du matériau. On peut supposer que la couche d'oxyde, qui comprend de l'azote, sera plus sensible à la propagation des défauts et à la formation de pores. Il est important de noter que la plus grande partie de la surface est recouverte d'une couche d'azote et que, par conséquent, la plus grande partie de la surface est recouverte d'oxyde contenant de l'azote. Zhou et al. [255] ont proposé qu'une telle porosité puisse être détectée car lors du glissement, les nanoparticules (débris d'usure), sont pressées sur la surface en formant une couche supérieure poreuse.

Dans le chapitre 3, nous avons examiné plus en détail les photographies de produits d'usure (figure 3.44, chapitre 3). Partiellement ce sont des flocons plats, typiques pour les particules entre lesquels l'adhérence est faible. Apparemment, la couche poreuse peut correspondre à une mauvaise adhérence entre les poudres de particules d'oxyde contenant de l'azote.

Les profils de concentration présentés sur la figure 4.25 montrent la composition chimique du tribofilm formé sur la partie 1 de la lame (a) et la partie 2 (b). On remarque sur la figure 4.25a la très forte valeur de la concentration en oxygène (70 at%), une concentration

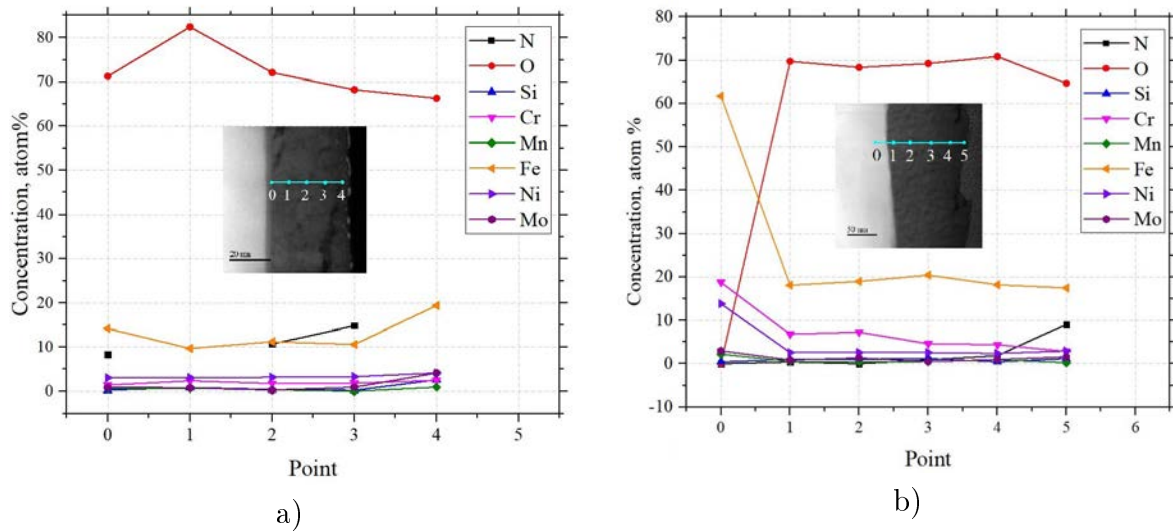


FIGURE 4.25 – Profils de répartition des éléments sur la surface W100-D300 dans la zone 1-(a) et 2-(b).

en azote hétérogène (autours de 10 at%) et la présence du fer (autour de 10 at%). Sur la figure 4.25b, prise dans la zone dans laquelle il n'y a pas de couche nitrurée, on peut voir que l'azote n'est présent qu'en extrême surface du tribofilm. Ceci peut s'expliquer par un transfert lors du frottement d'une partie de la couche d'oxyde provenant d'une zone nitrurée vers les parties non nitrurées.

Les clichés de diffraction obtenus pour la couche sur cette lame (figure 4.26) ont également révélé une structure nanocristallisée avec des zones amorphes pour ce film. Dans ses travaux, Hu [256] a décrit que les deux facteurs suivants peuvent être considérés comme force motrice de l'amorphisation : (1) l'élévation rapide de l'énergie libre en déplaçant la composition vers la non stœchiométrie : et (2) l'augmentation de la concentration des défauts. Luo [171] a observé, suite au frottement d'une tribopaire bille d'alumine contre TiAlN/VN dans la configuration "Bille sur disque", la présence d'un tribofilm de 80 nm d'épaisseur ayant une structure amorphe. Il explique que l'amorphisation de cette structure du tribofilm peut être due aux déformations mécaniques et à la forte augmentation de concentration de défauts. Wang and Ewing [232] notent que l'amorphisation des céramiques peut se produire à la suite d'une excitation électronique, par exemple, par la production de défauts lors de collisions élastiques. Par conséquent, on considère que l'amorphisation de la couche d'oxyde formée sur la surface Duplex est due aux déformations mécaniques sévères et l'introduction des défauts, caractéristique pour le type de

contact : aspérité/bille (quasi-ponctuelle).

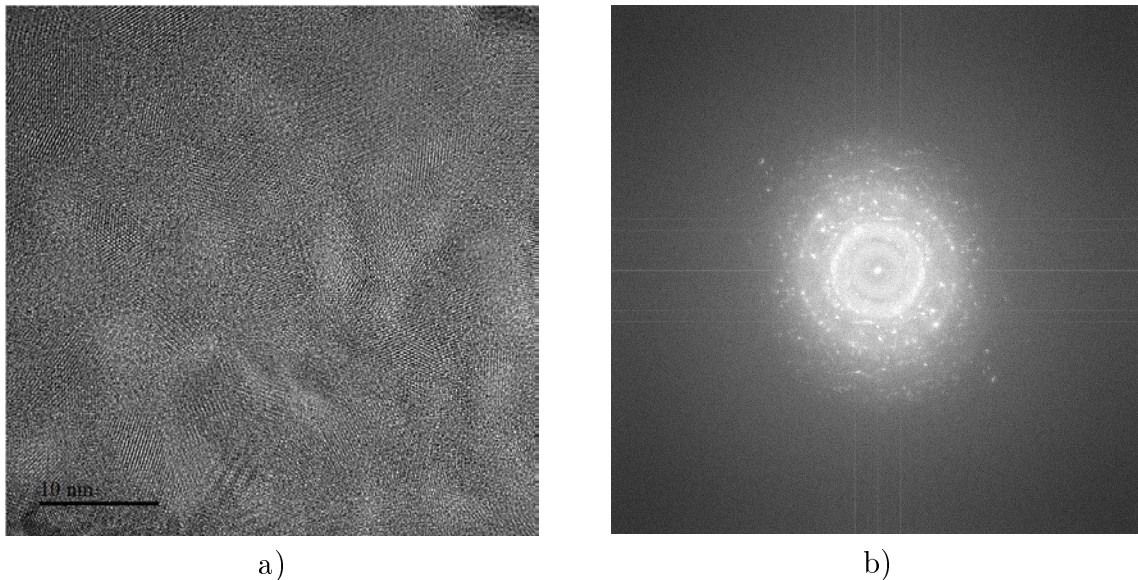


FIGURE 4.26 – Micrographie MET haute résolution (a) et sa transformée de Fourier (b), observé au sein du tribofilm sur l'échantillon W100-D300 après 1000 cycles de frottement contre une bille en alumine

Comme nous l'avons présenté plus haut, la surface de la couche de nitruration sur cette lame ne comprend qu'un seul grain d'austénite expansée. La figure 4.27 montre une micrographie de cette zone et la diffraction résultante caractéristique de l'austénite expansée. Même si la présence de macles n'a pas été détectée, la zone contient une très forte densité de dislocations à sa surface.

La zone contient une très grande quantité des dislocations s'organisant en parois épaisses parallèles à la trace des plans de glissement  $\{ 2 2 0 \}$  (figures 4.27 a,c et d) ce qui témoigne de sollicitations mécaniques plus sévères que pour le W100-D100. La différence de déformation a été identifiée dans les zones dif1 et dif2. Proche de la surface frottée (dif2), le cliché de diffraction présente un caractère typique pour une surface déformée avec des spots de diffraction allongés.

En regardant la surface, en dehors de la couche de nitruration, on note également la présence de dislocations. De plus, des transformations de phase ont été identifiées dans certains grains (voir la figure 4.28 a et c). Les images obtenues dans le mode de diffraction, illustrées sur la figure 4.28 b et c ont permis d'identifier la présence des phases  $\alpha'$ -ferrite et

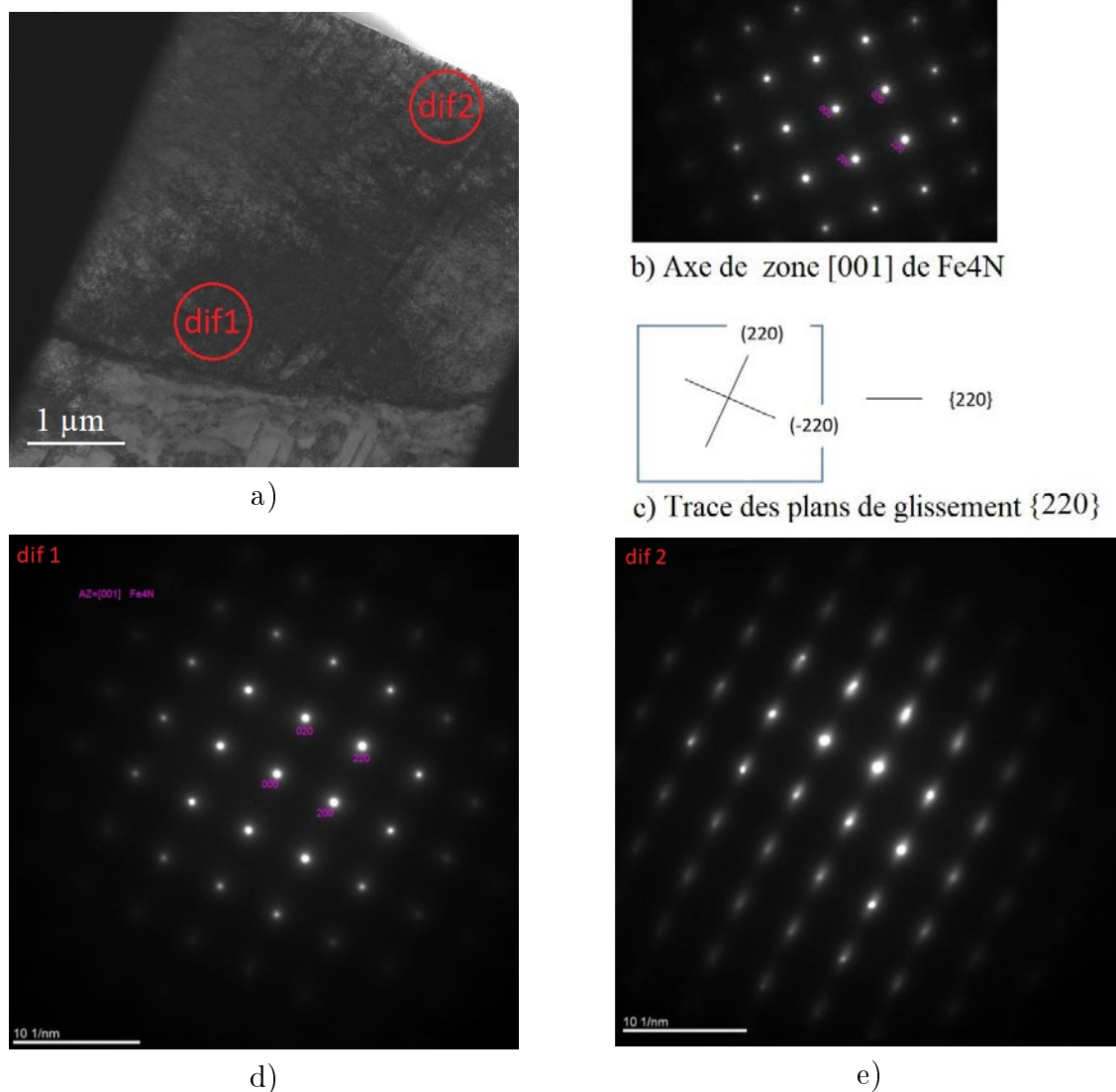


FIGURE 4.27 – Micrographies MET (a), trace de plans de glissement (c) et clichés de diffraction des électrons dans les zones 1 (b,d) et 2 (e), respectivement (zone 1 de l'échantillon W100-D300).

martensite-  $\epsilon$ , respectivement. Cette phase martésitique a été détectée uniquement dans un grain de la lame FIB. La martensite  $\epsilon$  est généralement présente sous forme d'aiguilles ou dans le cas de fortes concentrations de cette phase sous forme de blocs/clusters [257]. Cependant, le cliché de diffraction obtenu ici (figure 4.28 d) ne peut être indexé que comme de la martensite  $\epsilon$ .

La formation de martensite dans l'acier 316L pour des essais mécaniques en roulement a été observée par Varma et al [258]. De la martensite a également été observée par MET sur des fils très déformés par étirage à froids [259]. Dans la thèse de Thiriet, il est spécifié



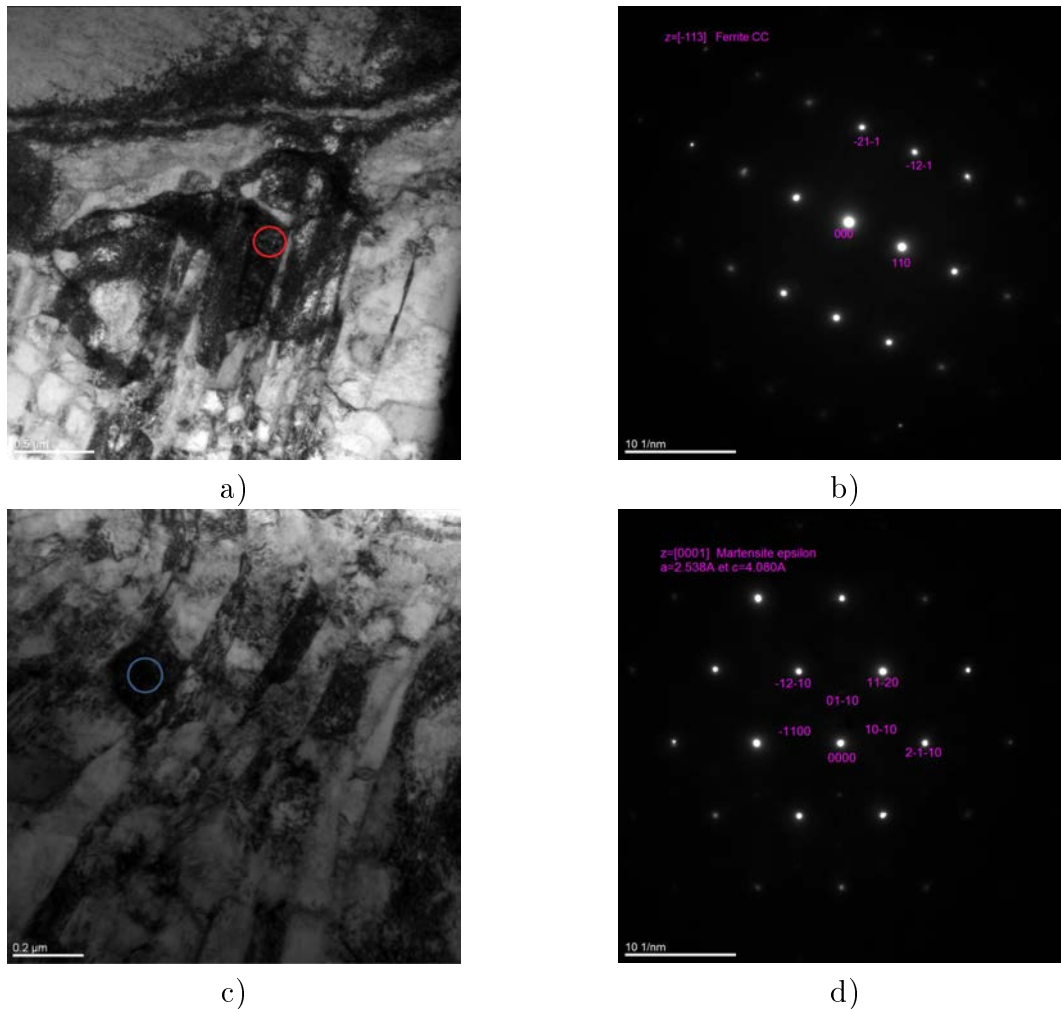


FIGURE 4.28 – Micrographies MET des martensite  $\alpha'$ (a) et martensite  $\epsilon$  (c) et clichés de diffraction correspondant (b,d), obtenues sur la surface ne présentant pas de couche nitrurée.

que de la martensite dans l'acier 316L a été formée suite au grenailage [51]. Manjanna et al [260, 261] ont montré que la martensite se forme également lors de tests de compression sur de l'acier AISI 316LN.

Deux types de martensite peuvent se former dans les aciers inoxydables [262] : la martensite  $\alpha'$  (de structure cubique centrée - ferromagnétique) et la martensite  $\epsilon$  (de structure hexagonale compacte - non ferromagnétique). Il est difficile de distinguer la différence entre martensite  $\alpha'$  et ferrite car la martensite  $\alpha'$  possède la même structure que la ferrite, mais déformée. Bain et Dunkirk [263] ont suggéré qu'un réseau cubique centré pourrait être obtenu à partir d'une structure cubique à faces centrées par une compression parallèle à l'axe c et une extension le long de l'un des deux axes. La martensite  $\alpha'$  peut être produite par

deux mécanismes. Suivant la valeur de l'énergie de faute d'empilement (EFE) de l'acier, il est possible d'obtenir les deux situations suivantes : (1) forte EFE conduit à la formation de martensite  $\alpha'$  par le mécanisme suivant  $\gamma \rightarrow \alpha'$ , les sites de germination de la martensite  $\alpha'$  dans ce cas sont les macles et/ou les fautes d'empilement induits par la déformation et (2) une faible EFE conduit à la formation de martensite  $\alpha'$  par le mécanisme  $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ .

Dans l'analyse chimique (figure 4.23) présentée précédemment, aucune différence de composition entre les grains de différentes phases n'a été révélée. Cela correspond aux données présentées dans la "nature de martensite" [263] que le mécanisme de transformation de phase de l'austénite en martensite se produit par le mouvement des atomes, sans diffusion et, par conséquent, sans modification de la composition chimique.

### 4.3.5 Analyse des clichés de diffraction sur l'échantillon W100-D300 Duplex hors et dans la trace d'usure

La technique MET nous a permis d'identifier des phases présentes mais il est possible d'obtenir une plus grande précision sur les paramètres de maille avec la technique DRX. Deux mesures de diffraction des rayons X ont été réalisées sur l'échantillon W100-D300 structuré et nitruré : une mesure sur la partie de l'échantillon non frottée et une dans la trace de frottement. L'appareil utilisé est le D8 Discover, avec la raie  $K\alpha$  du cobalt ( $\lambda=0,17889$ ). La taille du faisceau est d'environ 300  $\mu\text{m}$  et les clichés de diffraction des rayons X ont été mesurés pour des angles  $2\theta$  compris entre 25 et 55 °. Le faisceau est déplacé de 100  $\mu\text{m}$  dans le sens de la trace entre chaque mesure. La première mesure a été approximativement réalisée en dehors de la trace (voir la figure 4.29).

La figure 4.30 montre les résultats obtenus sur la partie non frottée. La figure 4.30 révèle que la couche nitrurée est inhomogène en épaisseur et ce de manière périodique. On détecte en effet sur la figure 4.30a et 4.30b de l'austénite expansée dont le paramètre de maille est de 0,39 nm pour les plans (111) et de 0,396 nm pour les plans (200).

De telles valeurs en cohérence avec les résultats de la littérature [69] et indique une concen-

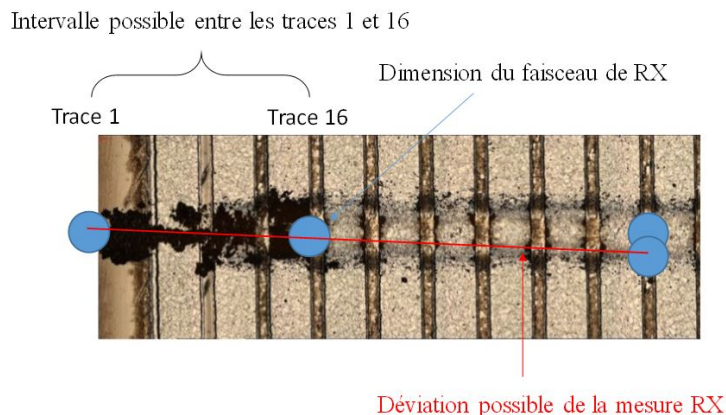


FIGURE 4.29 – Schéma de la zone des mesures DRX sur la piste du frottement W100-D300 Duplex après 1000 cycles.

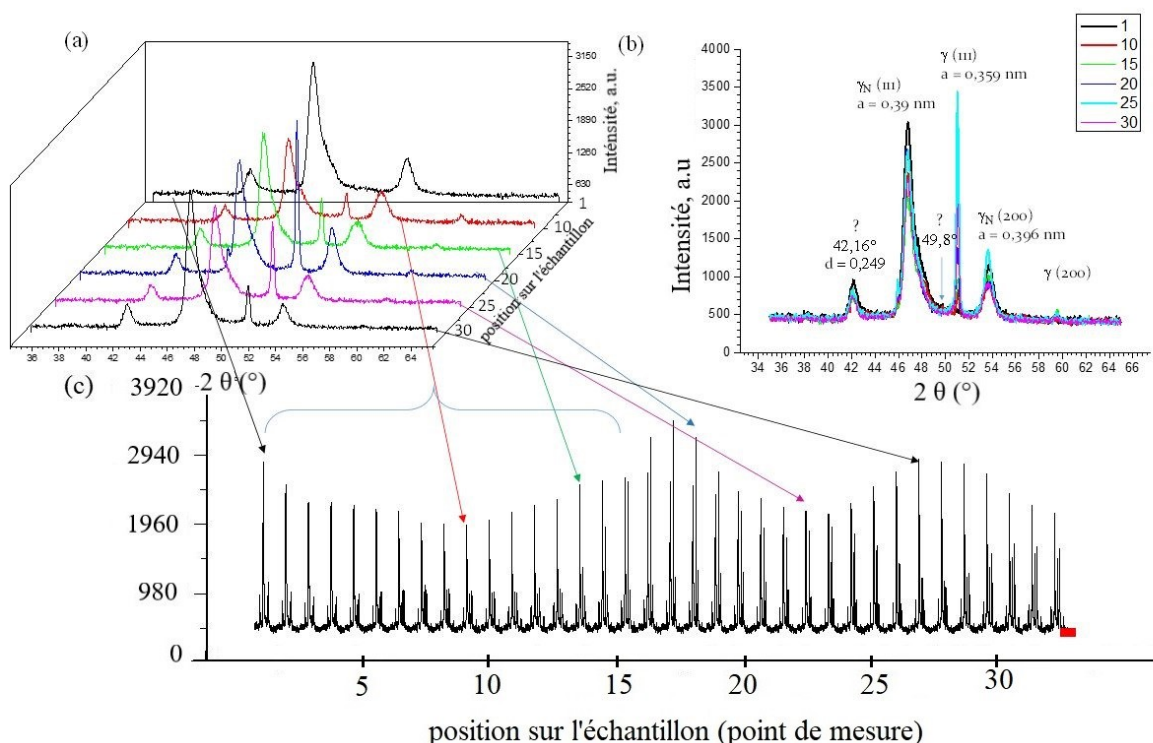


FIGURE 4.30 – Diffraction des rayons X (D8 Discover Co  $K\alpha$ ) sur la partie nitrurée de la surface structurée de type W100-D300. Le diamètre du faisceau est de 300  $\mu\text{m}$  : Les clichés de diffraction des rayons X ont été mesurés à différentes positions espacées de 100  $\mu\text{m}$  sur l'échantillon et sont repérés à l'aide de nombres entiers (1 à 30) : représentation en 3D (a), représentation superposée (b) et représentation à la suite les uns des autres (c).

tration en azote élevée ( $> 30$  at%). Les valeurs de paramètres de maille sont identiques pour tous les points mesurés sur l'échantillon, ce qui indique que la composition superficielle en azote est homogène. L'inhomogénéité d'épaisseur est révélée par un rapport variable entre les raies d'austénite expansée ( $\gamma_N$ ) et les raies du substrat ( $\gamma_N$ ). Sur de l'acier inoxydable, la profondeur pour laquelle 90 % du signal est réfléchi est de  $5 \mu\text{m}$  à  $50^\circ$ . On en déduit donc que la couche peut avoir une épaisseur inférieure à  $5 \mu\text{m}$  par endroit sur la surface structurée. Il est plus difficile d'interpréter la périodicité des clichés de DRX qui correspondrait à une distance de  $1,6$  à  $1,7$  mm.

Le pic non identifié à  $2\theta = 42,16^\circ$  pourrait correspondre à la réflexion des plans (111) d'un nitrure cubique à faces centrées de paramètre de maille  $0,431$  nm. La réflexion du plan (200) devrait se trouver à  $2\theta = 49,1^\circ$  or nous devinons la présence d'un pic pour  $2\theta = 49,8^\circ$ . Kappaganthu et al. [264] ont élaboré par dépôt physique en phase vapeur dans des mélanges très riche en azote un nitrure de type MN ( $M = \text{Fe}_{0,69} - \text{Cr}_{0,2} - \text{Ni}_{0,1} - \text{M}_{0,01}$ ) ayant une structure cfc avec un paramètre de maille de  $0,433$  nm et une possible structure de type zinc blende. Ces résultats sont à comparer avec ceux reportés sur les figures 3.15 et 3.16 qui nous avaient mis en évidence une couche superficielle constituée Fe, Cr, N, O, Ar et Ta.

La figure 4.31 montre les résultats obtenus sur la partie frottée. La couche nitrurée est très inhomogène en épaisseur et en composition sur les  $1,6$  premiers millimètres de la zone de frottement. Sur la longueur correspondant au 4 premières mesures ( $0,4$  mm) on ne trouve que des raies d'austénite expansée dont la concentration superficielle est faible ( $10$  à  $12\%$  en azote) [200]. Certains pics restent non identifiés ; ils sont probablement dus à des débris accumulés dans cette zone (voir figure ci-dessous)

Sur les clichés de DRX des traces 5 à 10 ( $0,5$  à  $1$  mm) apparaissent en plus des raies d'austénite expansée contenant peu d'azote des raies d'austénite expansée contenant plus d'azote ( $17 - 20$  at%) (figure 4.31 a). Deux autres pics de diffraction apparaissent sur les clichés de DRX des traces 11 à 14 ( $1,1$  à  $1,4$  mm ; ils correspondent à de l'austénite expansée très riche en azote ( $> 40$  at%). Ces observations peuvent être interprétées en considérant le gradient de concentration en azote dans les couches nitrurées ainsi que l'enlèvement de matière due au frottement. Ainsi, en début de trace, il ne reste pratiquement plus de

couche nitrurée, alors que plus on avance dans la trace, plus celle-ci est épaisse. Pour des traces supérieures à 20, on retrouve même une couche nitrurée pratiquement identique à celle observée en dehors de la trace (comparaison avec les résultats de la figure 4.30). Étant donné que l'on retrouve aussi les pics de diffraction dus à la couche de pollution, on peut penser que le faisceau de rayons X a dévié au cours de la mesure pour venir couvrir des parties non usées.

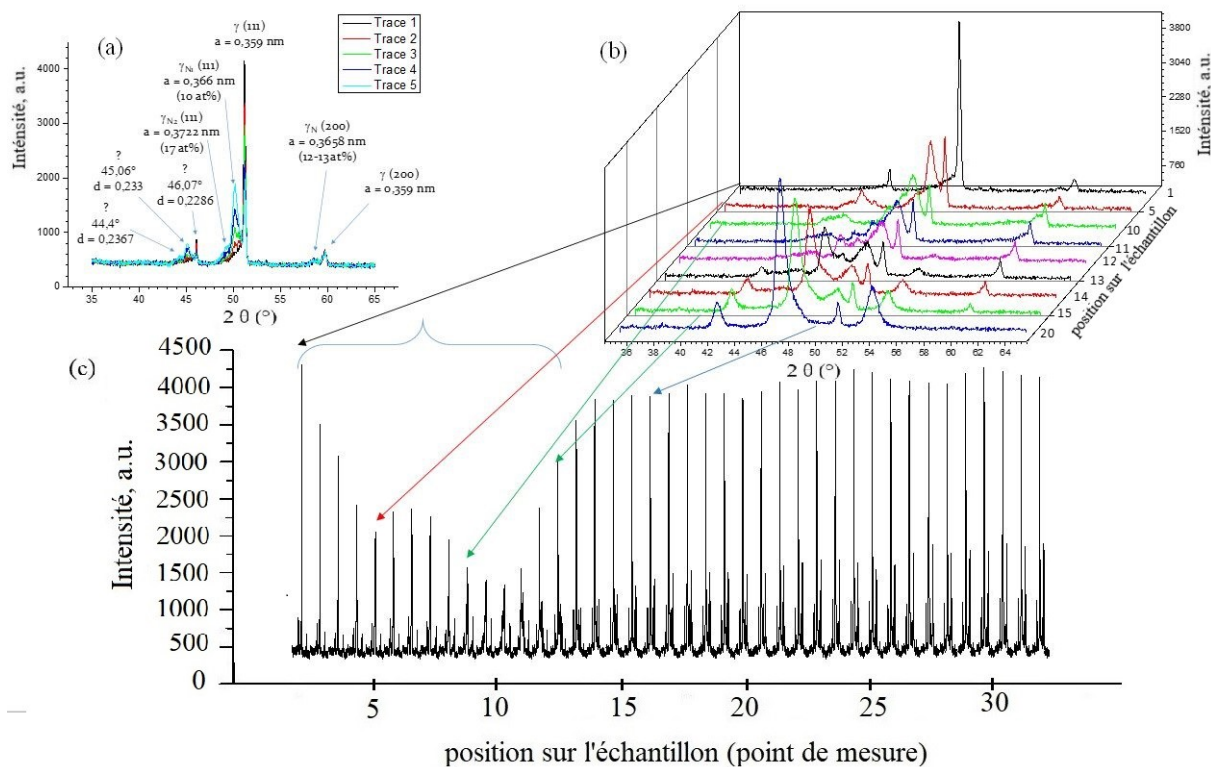


FIGURE 4.31 – Diffraction des rayons X (D8 Discover Co  $K\alpha$ ) sur la partie nitrurée et frottée de la surface structurée de type W100-D300. Le diamètre du faisceau est de  $300\ \mu\text{m}$  : Les clichés de diffraction des rayons X ont été mesurés à différentes positions espacées de  $100\ \mu\text{m}$  sur l'échantillon et sont repérés à l'aide de nombres entiers (1 à 30) : représentation superposée des 5 premières mesures (a), représentation en 3D (b) et représentation à la suite les uns des autres (c).

On ne note pas de différences notables pour le paramètre de maille  $a$  dans les plans (111) et (200) entre les échantillons nitrurés et Duplex avant ou après frottement (voir le tableau 3.2, chapitre 3). Ceci est surprenant car on pouvait penser que dans les surfaces Duplex, les contraintes seraient relaxées par la génération des fissures sur les bords des aspérités.

Il convient de noter que plusieurs pics de diffraction n'ont pas pu être identifiés et que

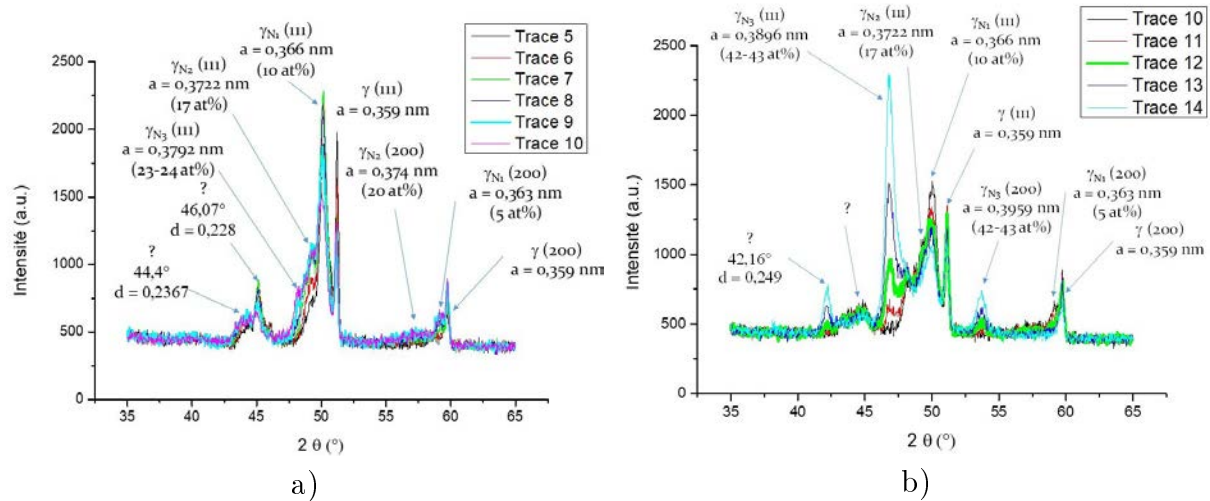


FIGURE 4.32 – Diffraction des rayons X (D8 Discover Co  $K\alpha$ ) sur la partie nitrurée et frottée de la surface structurée de type W100-D300 (a) représentation superposée des mesures 5 à 10 et (b) représentation superposée des mesures 10 à 14.

nous ne détectons pas la présence de martensite qui a été identifiée par MET, ni de CrN dans les couches nitrurées, frottées ou non.

### 4.3.6 Spectroscopie Raman sur les surfaces Duplex après frottement

La spectroscopie Raman a été utilisée pour identifier les oxydes présents à la surface d'une aspérité (sur W100-D100 et W100-D300). Les mesures ont été effectués sur la partie centrale de la piste d'usure. La spectroscopie Raman nécessite une source de lumière monochromatique de lumière visible produite par un laser, proche soit de l'ultraviolet, soit de l'infrarouge. Lors de l'interaction avec un échantillon, cette lumière est principalement diffusée sans perte d'énergie (diffusion de Rayleigh) et ne fournit pas de signal utile. Un seul photon sur un million se disperse de manière inélastique, c'est-à-dire qu'il y a une redistribution de l'énergie entre la lumière et le matériau de l'échantillon. Cette diffusion de la lumière est appelée diffusion Raman. Par conséquent, l'énergie de la lumière diffusée peut à la fois diminuer (diffusion de Stokes) et augmenter (diffusion d'Anti-Stokes). Les résultats sont présentés sous la forme d'un graphique, sur l'axe vertical - l'intensité Raman, sur l'axe horizontal - le décalage Raman, c'est-à-dire la différence de fréquence entre

la source lumineuse (fréquence de la diffusion du Rayleigh) et le rayonnement Raman (fréquence de la ligne de Stokes). Le décalage Raman est exprimé en nombre d'ondes qui sont des unités de longueur inverse ( $cm^{-1}$ ).

La spectroscopie Raman donne plus d'informations sur les matériaux ayant une maille cristalline complexe. La principale classe de substances qui ne peuvent pas être analysées par spectroscopie Raman sont les métaux et les alliages de composition chimique simple et de grande symétrie.

La méthode de la résolution Multivariée de Courbes (MCR) par Moindres Carrés Alternés (ALS, ang) est généralement utilisée pour résoudre l'information spatiale et spectrale sur les composantes qui sont intégrées dans une image hyperspectrale. La MCR-ALS (voir l'équation 4.4) résout une matrice de données expérimentales  $D$ , où  $C$  est la matrice du profil de concentration de chaque composant chimique,  $S^T$  est le spectre résolu et  $E$  est la matrice d'erreur (voir figure 4.33). Le nombre de composantes contribuant à  $D$  a été déterminé par la connaissance préalable du système, l'analyse en composantes principales (ACP). Dans la présente étude, la MCR-ALS est appliquée à la matrice de données expérimentales,  $D$ , qui contient les informations spatiales et spectrales.

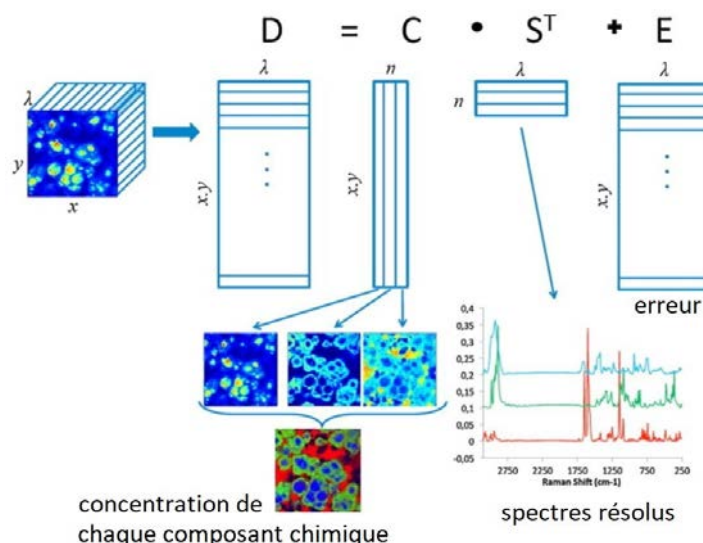


FIGURE 4.33 – Schéma de décomposition de matrice sur les spectres et les cartographies associées (Multivariate Curve Resolution, ang).

$$D = CS^T + E \quad (4.4)$$

La spectroscopie Raman a été effectuée pour caractériser la nature des oxydes formés à l'issue du frottement sur les échantillons Duplex W100-D100/D300 après 1000 cycles. Un Microscope Raman Confocal LabRAM HR Evolution a été utilisé avec une longueur d'onde d'excitation 532 nm, objectif 100x (Olympus), une puissance de laser 4 mW, un temps d'acquisition de 10 s et une résolution spectrale l'ordre du  $cm^{-1}$ .

La figure 4.34a présente une photo optique de la zone analysée (a) (W100-D100 comme exemple) et les spectres (b) obtenus pour ce test. 4 composantes différentes ont été détectées lors de l'analyse des composantes principales (ACP) sur la surface étudiée :  $Cr_2O_3$ ,  $Fe_2O_3$ ,  $Fe_3O_4$  et  $\gamma-Fe_2O_3$ . La figure 4.35 présente leurs cartes MCR reconstituées, tandis que la figure 4.36 présente les spectres Raman correspondants. Si les spectres ont permis de caractériser localement la nature des oxydes, les cartes de spectres Raman ont permis de déterminer leur localisation en surface. En spectroscopie Raman, le rapport entre le pic et la ligne de base détermine une valeur unitaire arbitraire pour la cartographie. Cette valeur est proportionnelle à la concentration de l'élément considéré. Dans le cadre de la cartographie MCR, les échelles des abscisses et des ordonnées sont fixes, mais l'échelle de l'intensité (a.u.) est définie par le logiciel en tenant compte des valeurs min et max, qui sont variables.

La distribution de l'oxyde avec une intensité élevée sur la figure 4.35a (MCR1) correspond aux espacements entre les aspérités Duplex, là, où il n'y avait pas d'usure car la bille n'avait pas de contact direct avec cette surface. Le spectre Raman résolu correspondant à cette zone (MCR1) est représenté sur la figure 4.36a. D'après la littérature [265] l'oxyde  $Cr_2O_3$  se trouve à la position 550 et 710  $cm^{-1}$ . En Raman, les pics peuvent se déplacer légèrement de leurs positions et leurs intensités peuvent varier différemment en fonction de plusieurs paramètres comme la taille des grains [266] ou la contrainte résiduelle [267]. Ainsi, il est possible de ne trouver qu'un seul pic dans des conditions spécifiques, les autres étant cachés dans la ligne de base. Afin d'éviter toute mauvaise interprétation, seuls les pics



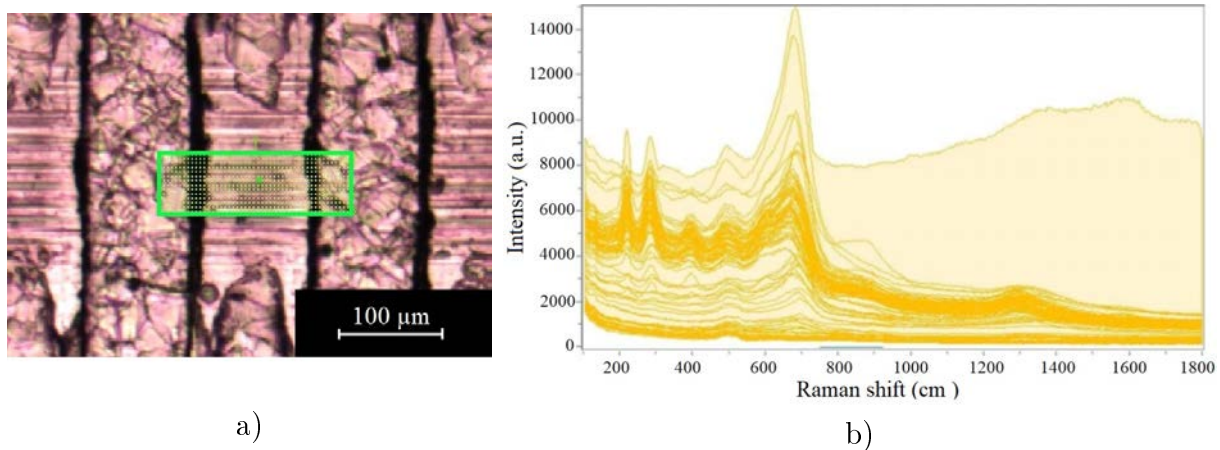


FIGURE 4.34 – Image optique obtenue en utilisant un spectroscopie Raman avec zone d'analyse de l'échantillon Duplex W100-D100 après 1000 cycles de frottement (a) et intégralité des spectres Raman obtenus (b).

perceptibles sont associés aux phases correspondantes. Dans le cas des surfaces Duplex, le décalage de ce pic est possible à cause de contraintes induites par la nitruration. Comme décrit précédemment dans le premier chapitre, la formation d'une couche d'oxyde de chrome est typique pour les aciers austénitiques. Cependant, la formation de la phase d'austénite expansée a une influence sur le processus de génération d'oxydes  $Cr_2O_3$ . Cao et Norell [268] ont étudié les épaisseurs des couches d'oxydes après nitruration avec la formation de phase d'austénite expansée. Il note que l'azote a la tendance à résider au voisinage immédiat des atomes de chrome et l'affinité entre ces deux atomes est élevée en concluant qu'un tel ordonnancement réduisait l'activité du chrome et empêchait la formation d'un oxyde protecteur riche en chrome. La couche d'oxyde de  $Cr_2O_3$  formée avait une épaisseur plus fine que sur la surface non nitrurée. Sous ces réserves, on a tout de même décidé d'attribuer ce pic à l'oxyde  $Cr_2O_3$ .

Les cartes MCR 2, 3 et 4 (figure 4.35 b, c, d) correspondent aux oxydes présentés à la partie de l'aspérité soumise à l'usure. Les spectres correspondants à ces endroits sont présentés à la figure 4.36 b, c, d, respectivement. D'après les données cartographiques présentées figure 4.35 b, (MCR2) la partie centrale principale de l'aspérité est couverte d'oxydes de façon homogène, dont le spectre Raman est reporté figure 4.36 b. D'après la littérature [239], les données du spectre Raman correspondent à l'oxyde de fer  $\alpha-Fe_2O_3$ , avec la présence de pics aux positions 247, 293, 299, 412 et  $613\text{cm}^{-1}$ .

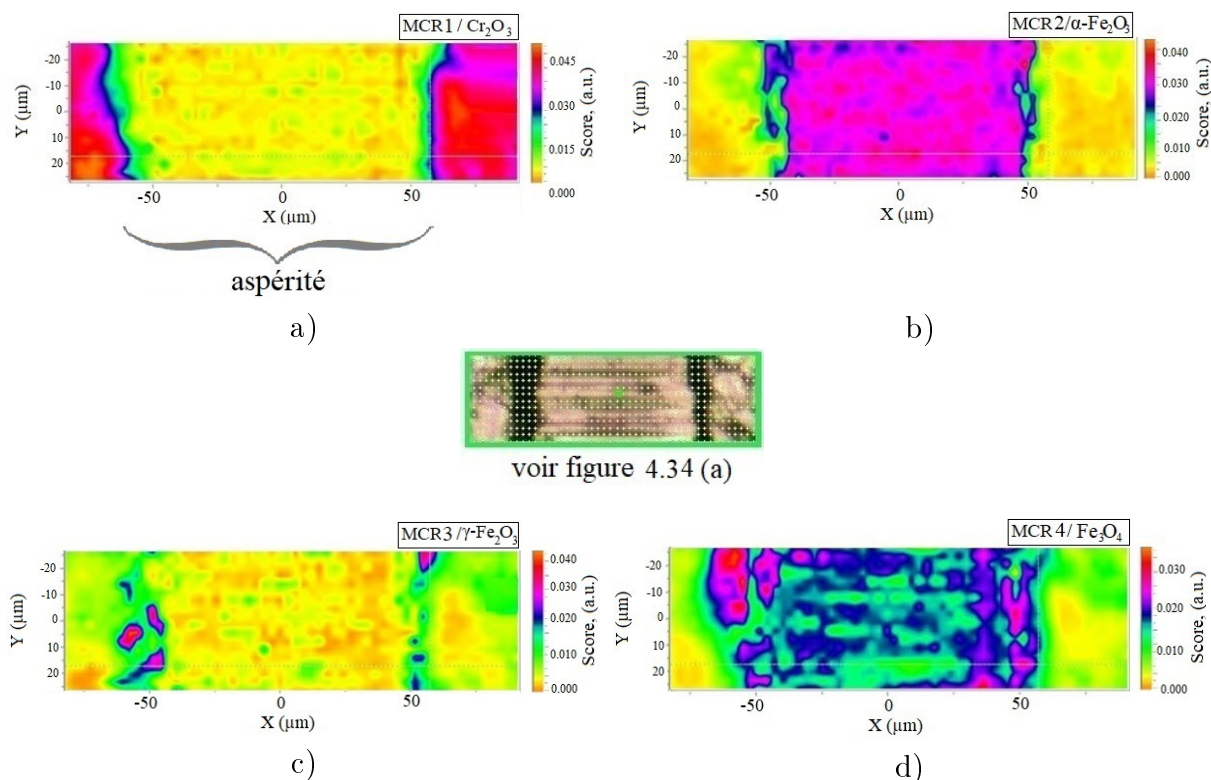


FIGURE 4.35 – Cartes MCR des distributions des oxydes sur la surface d’une aspérité W100-D100 frottée :  $Cr_2O_3$  (a),  $\alpha-Fe_2O_3$  (ou  $FeO$ ) (b),  $\gamma-Fe_2O_3$  (c),  $Fe_3O_4$  (d).

Cependant, dans le cas de puissances de laser élevées, il est possible d’observer une dégradation des échantillons. Une telle dégradation peut conduire à la mauvaise interprétation des spectres. Pour Ren et al. [239], la surface de l’oxyde  $FeO$  a été observée avec deux différents régimes de laser : 0,7 mW (5 min d’acquisition) et 7 mW (3 s d’acquisition). C’est bien l’oxyde  $FeO$  qui est détecté avec une puissance de 0,7 mW faible, c’est en revanche l’oxyde  $\alpha-Fe_2O_3$  qui est détecté en utilisant la puissance de laser plus élevé (7 mW). L’interprétation donnée par Ren et al. de ce résultat est que l’oxyde  $\alpha-Fe_2O_3$  détecté a été formé à la suite la transformation de  $FeO$  en  $Fe_3O_4$  et puis en  $Fe_2O_3$ . Ren et al. ont aussi démontré que des lasers de différente puissance (également 0,7 et 7 mW) n’affectent pas la position des pics sur les spectres d’oxydes  $Fe_2O_3$  et  $Fe_3O_4$ . Ainsi, la présence des oxydes  $Fe_2O_3$  et  $Fe_3O_4$  est probable mais également la présence de  $FeO$  sur la surface des échantillons Duplex ne peut être exclue.

Le pic Raman MCR 3 (figure 4.36c) correspond à l’oxyde  $\gamma-Fe_2O_3$  [239]. La présence de cet oxyde n’est observable que sur les arrêtes (par sa longueur) de la surface de l’aspérité (figure 4.35c). De même, le pic Raman MCR 4 correspond à l’oxyde  $Fe_3O_4$  (300, 532 et

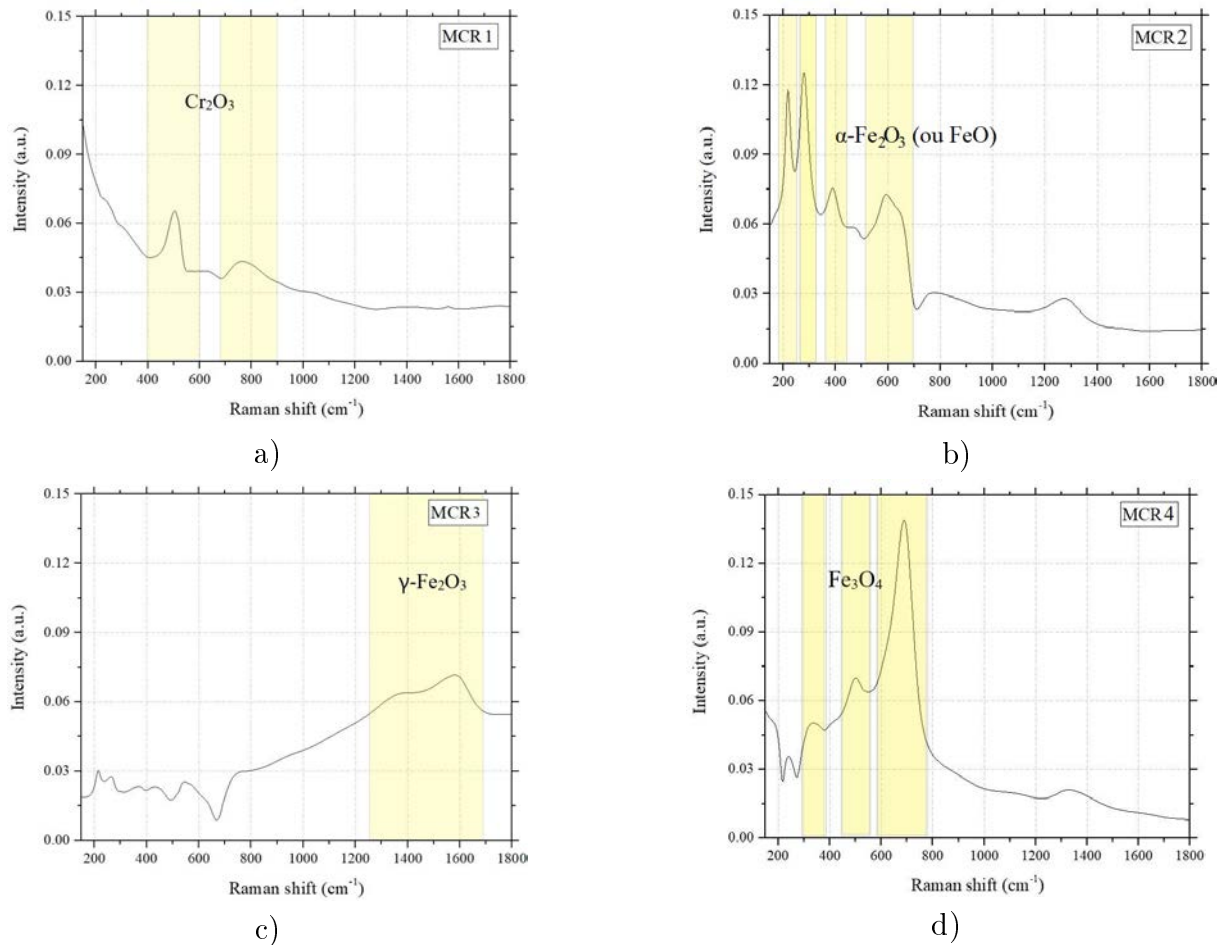


FIGURE 4.36 – Spectres Raman résolus par la procédure MCR :  $Cr_2O_3$  (a),  $\alpha Fe_2O_3$  ou  $FeO$  (b),  $\gamma - Fe_2O_3$  (c),  $Fe_3O_4$  (d).

$661\text{ cm}^{-1}$ ) [239]. Sa présence se manifeste tant sur la partie centrale de l'aspérité que pour ses parties limitrophes (figure 4.35d). Dans la partie centrale de l'aspérité, l'oxyde de  $Fe_3O_4$  (MCR 4) apparaît avec moins d'intensité que dans ses parties limites et coexiste au même endroit que l'oxyde de  $\alpha-Fe_2O_3$  (ou FeO). Sur les bords,  $Fe_3O_4$ , est marqué avec une intensité accrue et existe pratiquement séparément du  $\alpha-Fe_2O_3$  (ou FeO, si le laser a modifié l'oxyde sur la surface) et du  $\gamma - Fe_2O_3$ . Les cartographies obtenues pour deux échantillons Duplex, W100-D100 (figure 4.35) et W100-D300 (non présentées ici) sont caractérisées par la présence de ces quatre oxydes avec des localisations similaires.

Ainsi, la surface des échantillons a révélé la présence de 4 composants : l'oxyde de chrome, qui est caractéristique de la surface sans frottement et trois oxydes de fer sur une surface d'aspérité usée après 1000 cycles. Cependant, l'origine de l'un des oxydes n'est pas certaine : la présence de  $Fe_2O_3$  peut être le résultat d'une exposition au laser à la surface

de l'oxyde de  $FeO$ .  $FeO$  stœchiométrique n'est pas stable à température ambiante, mais dans des conditions tribologiques, les phases de non-équilibre pourraient être stabilisées par l'introduction des défauts. Les défauts induisent des contraintes et des déformations supplémentaires qui modifient la barrière d'énergie d'activation (et affaiblissement des liaisons intermoléculaires). Ainsi, deux scénarios de transformation des oxydes peuvent être proposés.

1). Dans le cas, où les trois oxydes de fer sont :  $\alpha-Fe_2O_3$ ,  $\gamma-Fe_2O_3$  et  $Fe_3O_4$ , il est très probable que les deux oxydes se soient formés pendant le frottement  $Fe_2O_3$  et  $Fe_3O_4$ . Dans les zones limites de l'aspérité, une décomposition de l'oxyde  $Fe_2O_3$  en  $Fe_3O_4$  est possible. Toutefois, une telle décomposition est possible ( $Fe_2O_3 \rightarrow Fe_3O_4 + FeO$ ) et entraîne la formation de  $FeO$ . Toutefois la présence de  $FeO$  n'est pas retrouvée dans ce cas, ce qui exclut cette décomposition en l'espèce.

2). Dans le cas, où les trois oxydes de fer sont :  $FeO$ ,  $\gamma-Fe_2O_3$  et  $Fe_3O_4$  l'oxydation a très probablement suivi la chaîne suivante  $Fe \rightarrow FeO \rightarrow Fe_3O_4 \rightarrow \gamma-Fe_2O_3$  (décrite dans la première section de ce chapitre). Ce scénario est plus conforme à celui donné par la microscopie électronique. En effet, parmi tous les oxydes, uniquement  $FeO$  a été détecté dans la partie centrale de l'aspérité par l'indexation des clichés des diffractions (figure 4.18).

Lors du frottement, la surface de l'acier se déforme. La sévérité de la déformation dépend de la charge. Avec la déformation plastique la densité de dislocations augmente. D'après Krause [225], les dislocations émergentes à la surface pourraient agir comme des sites pour que les atomes d'oxygène soient adsorbés et forment une couche d'oxyde. Ainsi, plus la déformation sera importante, plus le degré d'oxydation sera élevé (c'est-à-dire, des oxydes d'avantage enrichis en oxygène ont tendance à se former). Lors du frottement sur la surfaces des aspérités on peut supposer que les déformations ne soient pas identiques suivant la position de la bille. En effet, la surface de contact varie durant le frottement et il existe trois types de contact bille/aspérité : bille entre les aspérités, bille sur la partie centrale de l'aspérité et la bille en contact avec une seule arrête de l'aspérité (voir figure 3.22). Pour chaque type de contact, les pressions Hertziennes et le niveau des contraintes seront différents. On suppose que les valeurs des contraintes sont les plus importantes sur

les arrêtes de l'aspérité. En considérant que la surface de la bille reste toujours sphérique (voir le profil, figure 3.39) et que les 3 positionnements existants de la bille (voir figure ci-dessous), la surface de contact dans la position 1 sera, par hypothèse, deux fois supérieur à celle de la position 3 (voir figure 3.22). Par conséquent, les pressions de contact, ainsi que les déformations mécaniques sont plus élevées (position 3), donc l'oxydation sur les bords des aspérités est plus intense. Dans ces zones l'oxyde  $\gamma$ - $Fe_2O_3$  plus saturé en oxygène a été identifié. Dans la partie centrale de l'aspérité, la surface de contact est estimée plus importante que pour la position bille/arrête de l'aspérité, ce qui correspond à l'oxyde  $FeO$ , contenant moins d'oxygène. Ainsi, les bords de l'aspérité sont caractérisés par la présence d'oxydes à haute teneur en oxygène :  $\gamma$ - $Fe_2O_3$  et  $Fe_3O_4$ .

#### 4.3.7 Essais de glissement avec nettoyage de la surface. Rôle du tribofilm

Pour une meilleure compréhension du rôle des produits d'usure dans les processus de frottement, des essais de glissement ont été réalisés avec un nettoyage de surface après 500 cycles de frottement. Trois essais de glissement ont été effectués sur les échantillons W100-D100 et W100-D300. Dans le premier cas, les deux surfaces de la bille d'alumine et les surfaces Duplex ont été soumises à un nettoyage. Pour les deuxième et troisième essais, un seul corps de la tribopaire été nettoyé : d'une part, le nettoyage à l'éthanol a été effectué exclusivement sur la surface Duplex, et d'autre part, seule la surface de la bille a été nettoyée. Les résultats sont présentés sur la figure 4.37.

Après le nettoyage,  $\mu$  diminue pour chaque configuration, mais n'atteint plus ses valeurs initiales. Ceci s'explique par l'évolution de l'usure dans le temps, incluant non seulement une augmentation de la surface de contact réelle, mais aussi des réactions d'oxydation sur la même surface. Sur la base des graphiques présentés figure 4.37, on peut conclure que, pour les deux échantillons, le niveau de réduction des  $\mu$  dépend évidemment de la surface nettoyée. Ainsi, la réduction maximale des  $\mu$  est atteinte en nettoyant les deux surfaces, plutôt qu'en nettoyant uniquement la bille.

Pour les deux configurations, le nettoyage de la bille a très peu d'effet sur le  $\mu$ . La présence

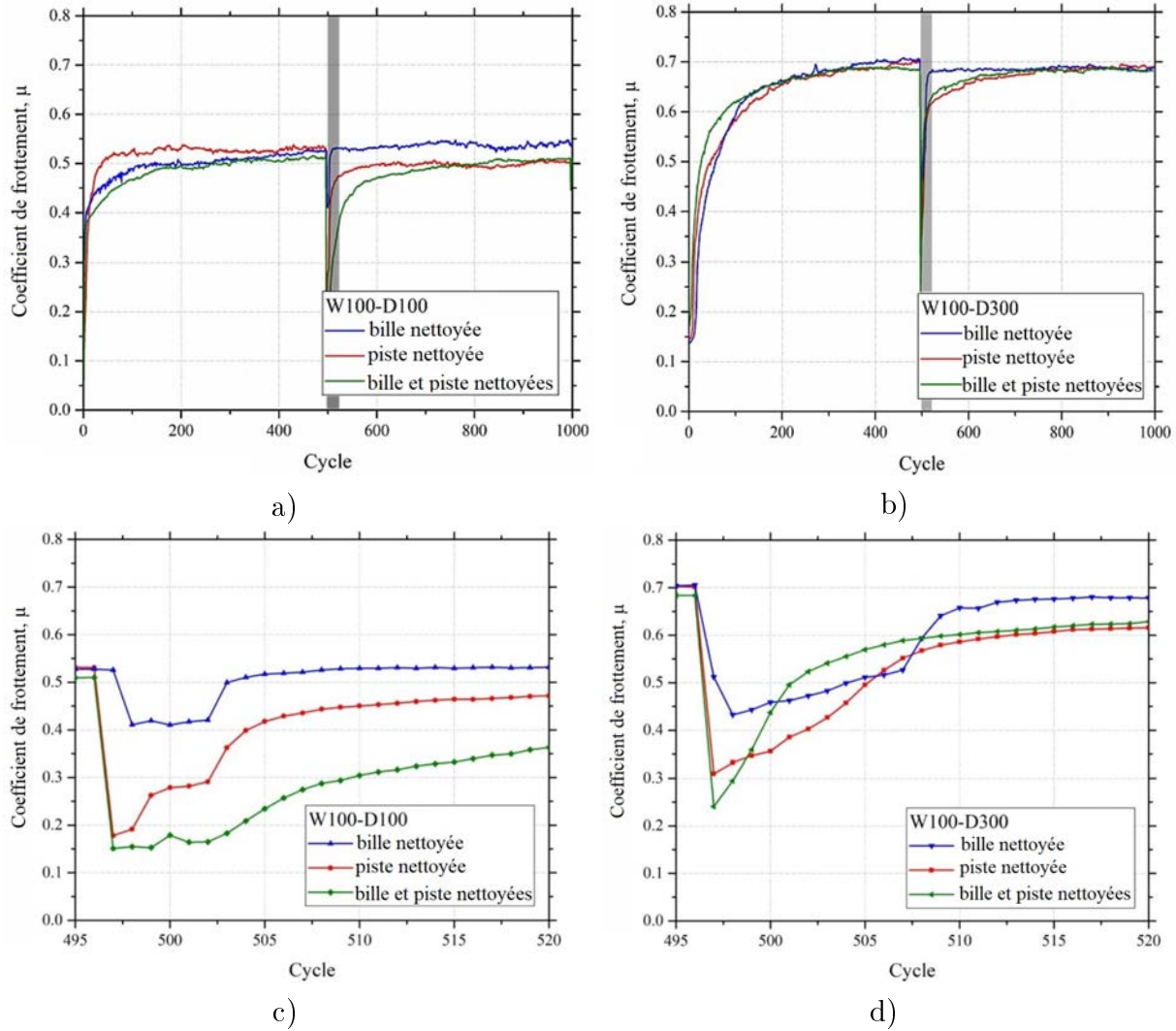


FIGURE 4.37 – Évolution du coefficient de frottement après glissement sur les échantillons Duplex avec : nettoyage de la bille, nettoyage de la piste d’usure ou nettoyage de la bille et de la piste après 500 cycles : pour la configuration W100-D100 (a,c) et pour la configuration W100-D300 (b,d).

et la gestion des débris sur la trace de frottement jouent donc un rôle prépondérant sur le comportement du  $\mu$ . En supposant un tribofilm beaucoup plus épais pour la configuration W100-D300, on peut estimer sa contribution au frottement. La différence entre les valeurs minimales des  $\mu$  après nettoyage est de 0,1 pour les deux configurations. De manière surprenante, les  $\mu$  atteignent une valeur limite inférieure après nettoyage de la surface pour la configuration W100-D100, contrairement à la configuration W100-D300. Dans ce cas, l’efficacité du stockage des débris est améliorée si une partie des débris présents sur la piste est enlevée.

Comme écrit antérieurement, le coefficient de frottement se stabilise avec la stabilisation du tribofilm. Celle-ci se produit avec la génération des débris. Plus cette génération de débris est intensive, plus la stabilisation du tribofilm est rapide, et par conséquent, plus la stabilisation du coefficient de frottement intervient rapidement. Avant nettoyage (cycle 1-500), la stabilisation du film est plus rapide pour l'échantillon W100-D100 que pour l'échantillon W100-D300. La vitesse de stabilisation du film peut être plus importante dans ce cas, car le volume total d'usure  $y$  est plus important. Initialement les pressions de contact sont élevées et les surfaces des deux échantillons W100-D100/D300 sont sévèrement usées mais la perte de matière totale est plus importante dans le cas W100-D100 (section "Usure des surfaces" chap.3). Après le nettoyage, la stabilisation du film est plus rapide pour l'échantillon W100-D300. Ceci peut être expliqué par le fait que l'usure est stabilisée, la surface de contact n'évolue plus. Le rôle clé dans l'usure concerne la vitesse d'oxydation et par conséquent la vitesse de délamination de la couche d'oxyde. Dans le cas W100-D300 il a été démontré antérieurement que l'effet de l'aspect mécanique est plus important. Donc, le processus d'oxydation mécaniquement activé est plus intensif.

## 4.4 Conclusion

Dans ce chapitre, les mécanismes d'usure des surfaces Duplex après un frottement de 1000 cycles contre une bille d'alumine et leur corrélation avec l'aspect mécanique ont été considérés plus localement.

Le modèle de pression, basé sur la théorie de Hertz démontre une pression de contact plus importante pour l'échantillon W100-D300 en raison de la forme arrondie de l'aspérité induite par l'usure. De plus, le modèle énergétique montre que l'énergie mécanique la plus élevée est produite lors de l'interaction entre la bille et le bord de l'aspérité (énergie mécanique) de l'échantillon W100-D300.

Le choix de la configuration topographique détermine la façon dont les débris sont gérés au contact et le long de la piste d'usure (accumulation de débris pour le W100-D100 et piégeage et réintroduction des débris dans la zone de glissement). Par conséquent, la configuration du motif morphologique affecte directement la formation du tribofilm et les mécanismes d'usure.

En utilisant la spectroscopie Raman, la présence de quatre oxydes à la surface des échantillons de  $\gamma$ - $Fe_2O_3$ ,  $Fe_3O_4$ ,  $FeO$  après frottement et  $Cr_2O_3$  dans la zone sans frottement a été détectée. Les oxydes les plus saturés en oxygène prévalaient localement sur le bord de l'aspérité ( $\gamma$ - $Fe_2O_3$ ,  $Fe_3O_4$ ). Cette distribution des oxydes dans le tribofilm était typique pour les deux échantillons W100-D100/D300.

L'analyse de lames minces par MET a permis de caractériser le tribofilm formé sur les deux types d'aspérités. Ce film oxydé est plus épais pour l'échantillon W100-D300 que pour W100-D100. Ceci peut confirmer que plus l'affectation mécanique est sévère, plus l'oxydation est intense. De plus, ce tribofilm nanocristallin W100-D300 a une structure partiellement amorphe, ce qui n'est pas le cas pour l'échantillon W100-D100. La taille des pores des tribofilms générés sur la surface des échantillons Duplex augmente également avec leur épaisseur.

Lors du frottement durant 1000 cycles, la perte de hauteur des aspérités a été limitée à  $2 \pm$



0,5  $\mu\text{m}$ . Après frottement, dans les zones contenant l'austénite expansée, la concentration en azote était d'environ 33% at. Il est donc permis de considérer que la dureté des surfaces reste élevée même après le frottement. Cependant l'échantillon W100-D300 contenait des zones sans austénite expansée en surface. L'épaisseur de la couche de nitruration était variable, l'usure a par conséquent fait disparaître la couche de nitruration dans les zones dans lesquelles l'épaisseur de cette dernière était la plus faible (inférieur à 2,5  $\mu\text{m}$ ).

De plus, l'analyse MET a montré une forte concentration de dislocations et la présence de macles. En plus de la phase  $\gamma_N$  dans la couche de nitruration, les grains du matériau de base d'AISI 316L ont été trouvés dans l'échantillon W100-D300. Cet échantillon, soumis à un impact mécanique plus élevé contenait la présence de phases de martensite  $\alpha$  et de martensite  $\epsilon$ .



## Conclusion et perspectives

Dans ce travail, nous avons présenté une étude concernant l'amélioration de la durabilité des surfaces structurées d'acier inoxydable austénitique. Le traitement de structuration a été réalisé comme première étape et la nitruration comme deuxième étape d'un traitement Duplex. Des tests de frottement entre une bille d'alumine et ces échantillons ont été réalisés dans la configuration de glissement alternatif « Bille sur Plan ».

Nous avons étudié les mécanismes d'usure après frottement sec et les aspects mécaniques du frottement sur des surfaces structurées en bandes alternant des aspérités et des tranchées avec différents espacements. Le frottement a été mis en œuvre linéairement, et uniquement dans le sens perpendiculaire aux bandes de la structure. Les aspects mécaniques ont été abordés au travers de l'étude et l'évaluation de la pression de contact hertzienne et de la puissance de l'énergie dissipée lors du frottement.

Résumant les effets détectés lors du frottement sur l'échantillon Duplex W100-D100, la figure 5.1 montre les phénomènes identifiés après frottement pendant 1000 cycles contre une bille d'alumine de diamètre 6 mm. Ainsi, par l'imagerie MEB, l'usure s'est visuellement avérée être abrasive. Dans ce cas, il n'y a pas de réintroduction de produits d'usure qui s'accumulent dans les espaces existants entre les aspérités. Dans son mouvement, la bille descend au maximum sur 200 nm entre les aspérités, si on ne considère pas l'usure des surfaces. Au cours du processus de frottement, la couche native de  $Cr_2O_3$  a été dé-

truite et une nouvelle couche d'oxyde s'est formée en raison de l'activation de l'adsorption d'oxygène provenant de l'air. Grâce aux observations réalisées au MET, nous avons montré que cet oxyde est polycristallin et a une épaisseur non homogène, allant de quelques nanomètres à quelques dizaines de nanomètres. La spectroscopie Raman a montré que localement, dans les zones des bords des aspérités où l'activation mécanique de l'oxydation a été plus importante, des oxydes à forte teneur en oxygène  $\gamma - Fe_2O_3$  et  $Fe_3O_4$  sont présents. Les observations réalisées sur la section transversale, ont montré qu'il n'y a pas de fissures dans la piste d'usure, tandis que les observations MET ont montré qu'il n'y a pas de transformations de phase dans la couche d'austénite contenant de l'azote. Cependant, une forte densité de dislocations et des macles a été observés.

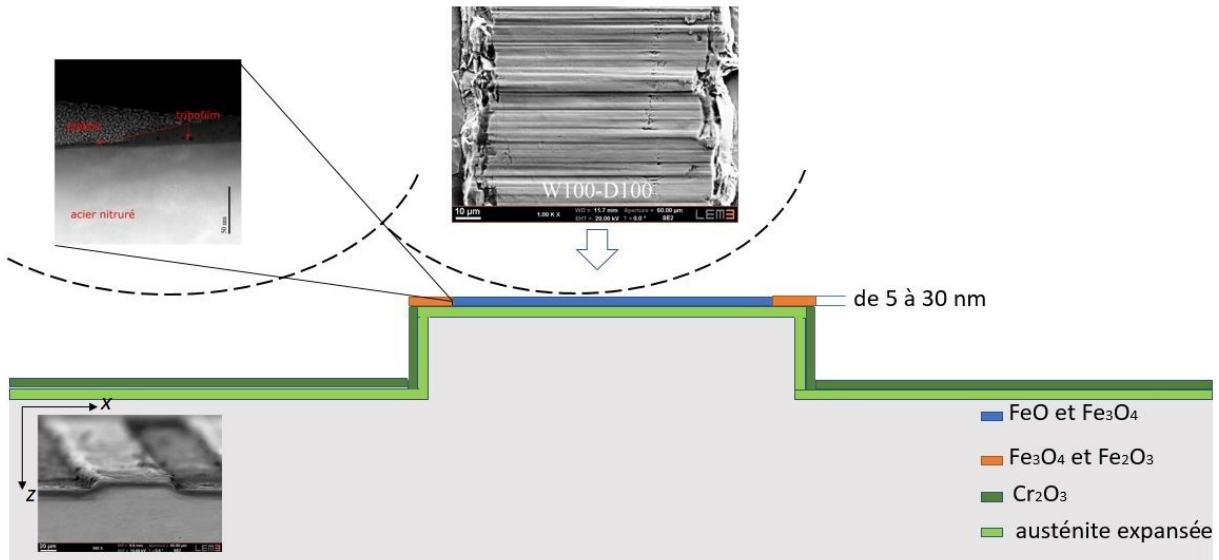


FIGURE 5.1 – Représentation schématique du processus de frottement de la bille d'alumine contre la surface Duplex W100-D100.

La figure 5.2 synthétise les phénomènes identifiés lors du frottement sur la surface Duplex dans la configuration W100-D300. On a constaté visuellement que l'usure était principalement adhésive, mais plus complexe. Dans ce cas, il y a une réintroduction des produits d'usure, car ils ne s'accumulent pas dans les espaces entre les aspérités. La bille descend à une profondeur maximale de 4  $\mu\text{m}$  entre les aspérités, si on ne prend pas en compte l'arrondissement des aspérités dû au frottement. De ce fait, l'énergie produite mécaniquement est supérieure à celle créée lors du frottement de la bille en alumine sur l'échantillon W100-D100, pour lequel la bille descend sur une profondeur négligeable. Les observations

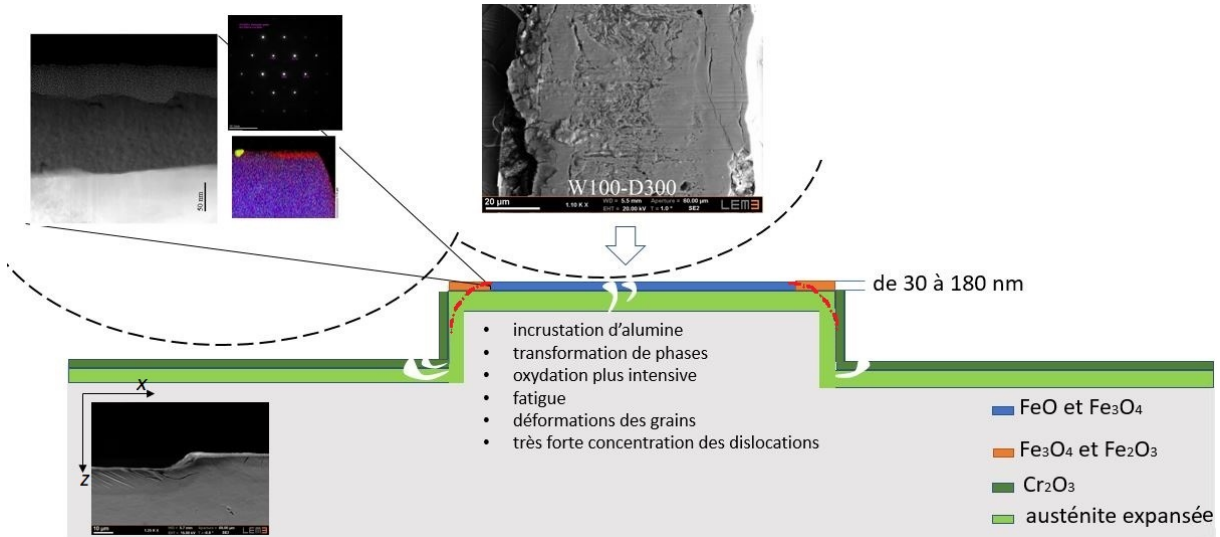


FIGURE 5.2 – Représentation schématique du processus de frottement de la bille d'alumine contre la surface Duplex W100-D300.

réalisées sur la section transversale, ont montré la présence des fissures de fatigue dans la partie centrale de l'aspérité et sur les marches des aspérités. Les grains de l'acier sous la couche nitrurée ont été déformés (allongés) et écrasés dans le sens du mouvement de la bille. Sur certains grains, les images MET réalisée en mode diffraction, ont montré la formation de martensites  $\epsilon$  et  $\alpha'$ , caractéristiques de déformations mécaniques très élevées. La distribution locale des oxydes est similaire à celle obtenue pour l'échantillon W100-D100. Il existe cependant une tendance à former des oxydes -  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> saturés en oxygène le long des bords des aspérités. Cet oxyde a aussi une structure nanocristalline, mais partiellement amorphe. L'épaisseur du tribofilme dépasse les valeurs obtenues pour l'échantillon W100-D100 et se situe entre 30 et 180 nm. Sur la surface, dans une zone où l'oxyde ne contient pas d'azote, on observe également une incrustation de particules d'alumine.

La mise en évidence de la réduction du coefficient de frottement à mesure de l'accumulation des débris entre les aspérités (échantillon W100-D100) ouvre notamment des perspectives intéressantes. L'absence de débris entre les aspérités comme dans le cadre de notre échantillon W100-D300 apporte également des opportunités qu'il convient de considérer. Dans ce cas, l'usure était certes plus sévère, et le coefficient de frottement ainsi que l'oxydation étaient plus importants, néanmoins, des phases martensitiques, non structu-

rées en aiguilles ou en lattes, ont été détectées. Il conviendrait dès lors de s'intéresser au durcissement généré lors de frottements sévères de surfaces structurées.

Un certain nombre de travaux ont d'ores et déjà été envisagés, mais n'ont pas pu être menés à leur terme en raison des limitations inhérentes à la durée propre d'un travail de thèse. Cette étude pourrait néanmoins directement être prolongée par les actions suivantes :

- Analyser les lames prélevées sur des échantillons seulement bombardés ioniquement afin d'étudier lesdits effets sur la structure du matériau et son influence sur la nitruration ;
- Analyser de probables effets sur la mouillabilité des surfaces avec un traitement Duplex et ainsi étudier cette éventuelle propriété des surfaces structurées ;
- Analyser la durabilité des surfaces avec un traitement Duplex en augmentant la durée des tests jusqu'à la destruction totale de la surface structurée dans le but de déterminer des limites d'endurance de telles surfaces ;
- Réaliser une étude du frottement à grande vitesse sur des surfaces Duplex.

Une des orientations possibles de notre travail serait d'envisager le traitement Duplex, notamment de son utilisation en vue de limiter les frottements tout en gardant une durabilité importante des pièces pour les domaines dans lesquels les grandes vitesses sont incontournables. Ces orientations sur le frottement à grande vitesse ouvrent des perspectives nombreuses et importantes qui seront détaillées dans les paragraphes suivants de façon un peu plus approfondie qu'habituellement dans une thèse.

En pratique, les expérimentations dans le domaine à grande vitesse ont été déjà réalisées à l'aide d'un banc spécifique développé au sein du LEM3 hébergé à l'ENIM. Ces expérimentations ont également impliqué l'utilisation de tribomètres. Le choix s'est notamment porté sur un modèle originalement développé par Philippon [132]. Ce tribomètre permet de mesurer les efforts lors de contacts de l'ordre de la microseconde grâce à une instrumentation spécifique.

Les essais réalisés sur les alliages de titane ont été orientés vers le domaine aéronautique pour analyser les conséquences de l'injection de glace ou d'oiseaux impactant les aubages

de turboréacteurs. Les grandes vitesses atteintes par ce canon lors des tests permettent en effet de simuler un impact en vol avec un corps étranger. Les résultats sont présentés dans les thèses suivantes :

- G. Chassaing : Frottement sec à grande vitesse du couple Ti6Al4V-Ti6Al4V : étude expérimentale et modélisation du comportement thermomécanique [118].
- M. Marquer : Étude comparative du comportement tribologique de revêtements frottant à grande vitesse sur un alliage de titane : CoCrAlYSiBN, CuNiIn et MAO [269].

L'équipe « Thermomécanique du Contact Rapide » du département T-PRiom n'a en revanche pas encore eu l'occasion de travailler sur l'acier inoxydable à grande vitesse. La littérature décrit toutefois certaines applications pour l'acier inoxydable soumis à des frottements à grande vitesse :

- industrie automobile (décoration, réservoirs de carburant, composants de cabine en tôle, panneaux de carrosserie, roues, bras de suspension et autres) [270, 271],
- les rails pour l'industrie ferroviaire [272, 273],
- ou, encore pour un contact acier/glace, les skis de biathlon ou les patins à glace [274].

### **Frottement des surfaces Duplex à grande vitesse.**

Lors de frottement à grande vitesse, la surface est souvent « ramollie » par la chaleur et un lubrifiant liquide se forme. Dans les conditions du frottement sévère à grande vitesse, l'énergie mécanique dissipée dans le contact est principalement convertie en chaleur [275] et la température de surface résultante peut atteindre des niveaux élevés faisant fondre les surfaces en contact (par exemple, 1050°C pour un contact acier sur acier à 7 m/s et 1,33 MPa [276]).

Dans ce contexte, nous allons présenter ici les premiers résultats obtenus dans le cadre d'une campagne de frottement des surfaces Duplex à grande vitesse. Cependant, les analyses microstructurales de la zone d'affectation thermique (ZAT) n'ont pas été réalisées à l'aide de coupes transversales, mais le point de fusion a très probablement été atteint

avec une énergie dissipée assez significative.

Nous avons choisi deux surfaces Duplex W100-D100 et W100-D300 et une surface juste nitrurée. Ce qui importe surtout ici est d'examiner plus spécifiquement les contacts « plan/plan » dans des conditions de contact différentes de celles mises en œuvre dans le cadre du contact « bille/aspérité ». La configuration de contact « plan/plan » a permis de modifier les conditions de pression de contact grâce à la structuration. Les valeurs de pression moyenne apparente ont été utilisées pour les calculs de transfert de l'énergie mécanique en chaleur car la pression est hétérogène en raison de l'effet de bords (voir chapitre 2, figure 2.4, section 2.1.3) et de l'usure progressive des aspérités sur la surface. Le frottement réalisé n'est plus dans le mode alternatif mais avec un glissement sur 60 mm, dans un seul sens (sur banc balistique).

Le principe de fonctionnement du banc balistique (canon) repose sur la détente adiabatique d'un gaz (en l'espèce, de l'air). Le canon est composé :

- d'un réservoir haute pression,
- d'une électrovanne rapide,
- d'un chargeur permettant d'insérer un projectile, et
- d'un tube rodé d'une longueur de 4 m (diamètre intérieur de 35 mm).

Les projectiles utilisés sont en acier 42CrMo4 et ont une forme cylindrique à tête hémisphérique afin de minimiser la surface de contact entre le projectile et une éprouvette mobile (glisseur) initialement au repos. La vitesse est mesurée avant impact par deux photodiodes en sortie de tube. Le projectile, propulsé par la détente du gaz, impacte l'éprouvette mobile qui glisse entre deux patins fixes liés au tribomètre. Le projectile et les échantillons frottés sont réceptionnés dans une cuve fixée sur le châssis du banc balistique.

Chaque essai nécessite donc trois échantillons : deux patins et un glisseur (éprouvette mobile). La figure 5.3 illustre le dispositif complet. La figure 5.4 détaille le positionnement des échantillons à l'intérieur du tribomètre avant le tir.



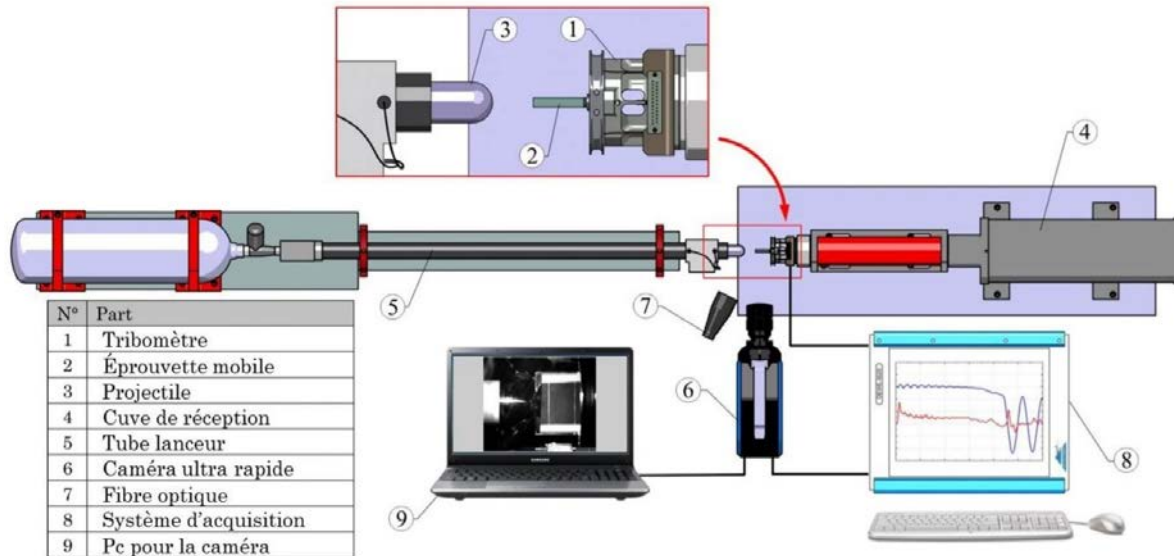


FIGURE 5.3 – Schéma du banc balistique utilisé pour les essais à grande vitesse [118].

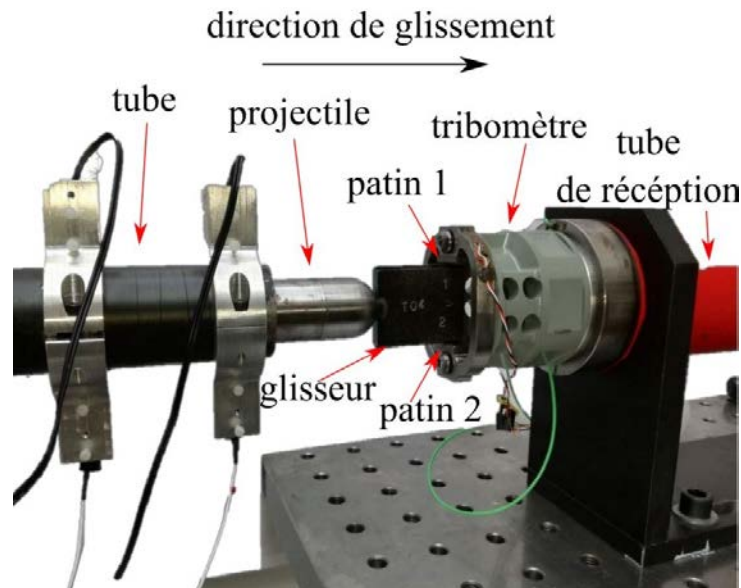


FIGURE 5.4 – Photographie du tribomètre utilisé avec des pièces en positionnement initial (avant interaction) [269].

Un glisseur en acier AISI 316 LM non traité dont le mouvement a été initié par le projectile, glisse entre deux patins traités Duplex (figure 5.5a). Le traitement Duplex pour les configurations W100-D100 et W100-D300 réalisé sur les patins (figure 5.5b) comprenait la génération des aspérités d'une hauteur de 14-15  $\mu\text{m}$  suivi d'une nitruration ultérieure avec formation d'une couche continue d'austénite expansée de 5  $\mu\text{m}$  d'épaisseur en moyenne sur les surfaces structurées. Le glisseur était un acier brut 316 LM, usiné (avec une masse

de  $173 \pm 1g$ ).

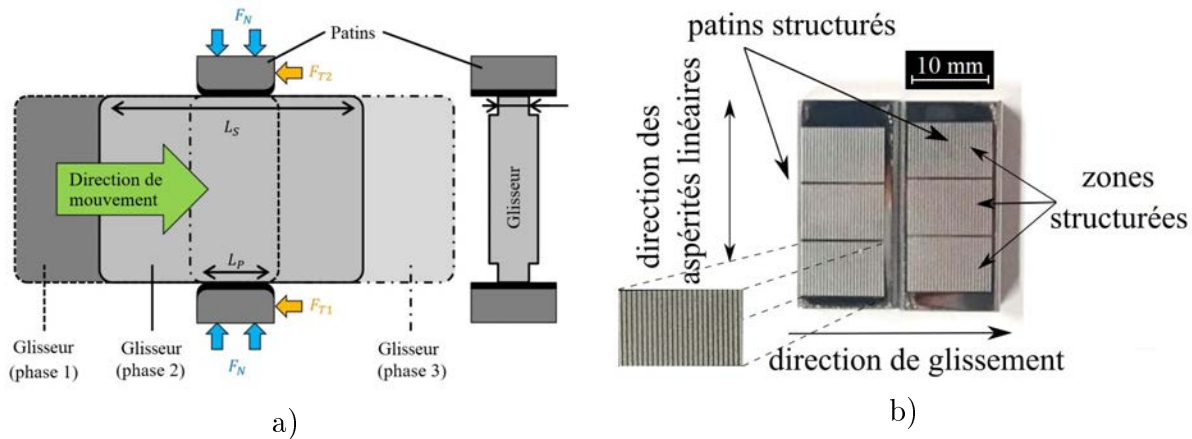


FIGURE 5.5 – Schéma du frottement du glisseur entre deux patins [277] (a) et photographie des patins structurés (b).

Les analyses se sont focalisées sur les éléments suivants :

- évolution du coefficient de frottement en fonction de deux différents espacements des éléments de la structuration ;
- usure des surfaces structurées.

Pour comparer les effets de la pression de contact sur le mode d'usure des surfaces Duplex dans le cadre de cette étude nous avons réalisé trois campagnes d'essais sur les surfaces W100-D100/D300 Duplex avec les pressions appliquées suivantes :

- 100 MPa sur surface non structurée, nitrurée ;
- 50 MPa sur échantillon Duplex W100-D100 et W100-D300 ;
- 29 MPa sur échantillon Duplex W100-D300 ; dans les conditions idéales on aurait dû choisir 25 MPa, cependant le réglage des paramètres appliqués n'était pas possible.

La figure 5.6 présente un schéma définissant la surface circonscrite qui limitent l'ensemble des aspérités et espacements ( $S_c$ ) et la surface apparente de contact ( $S_a$ ) par la somme des surfaces de contact entre le glisseur et toutes des aspérités contenues dans  $S_c$ .

Les tests à grande vitesse ont été effectués pour tester la durabilité des surfaces Duplex dans les conditions de frottement sévère à 30 m/s. Cette vitesse est considérée comme

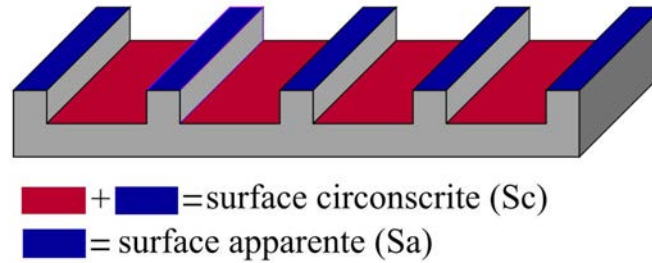


FIGURE 5.6 – Schéma définissant les surfaces circonscrite ( $S_c$ ) et la surface apparente ( $S_a$ ).

minimale sur le banc balistique en considérant l'énergie cinétique minimale du projectile disponible. Les échantillons Duplex possédaient 50 et 25 aspérités sur la surface. La surface de contact apparente ( $S_a$ ) pour l'échantillon de 50 aspérités (W100-D100) était de  $15 \text{ mm}^2$  et pour l'échantillon de 25 aspérités (W100-D300) de  $7,5 \text{ mm}^2$ . A 50 MPa appliqués sur la surface limitée par le rectangle contenant toutes les aspérités et leurs espacements ( $S_c$ ), la pression totale apparente était ainsi de 100 MPa pour le W100-D100 et de 200 MPa pour le W100-D300. Pour une surface non structurée la surface de contact était de  $30 \text{ mm}^2$  ( $S_c = S_a$ ) et avec une pression appliquée de 100 MPa, les 100 MPa représentent la pression apparente (voir le table 5.1). Avec ces paramètres il est possible de voir les différences pour les surfaces ayant subies le frottement avec les mêmes pressions appliquées et les mêmes pressions apparentes.

Les courbes présentées figure 5.7 (a, b, c, d) montrent les données des valeurs des forces normale et tangentielle enregistrées lors du frottement des surfaces à grande vitesse et le coefficient de frottement instantané correspondant (obtenu selon la loi de Coulomb) pour une interaction de l'ordre de 2,5 ms. Dans un premier temps, sur toutes les courbes, il est possible de distinguer une zone de « choc » avec des fluctuations, typique du début d'interaction de processus de frottement [277] (voir phase 1, figure 5.5a). Ensuite, pour toutes les courbes, on observe une zone avec un coefficient de frottement stable dont la valeur est environ de 0,3. La courbe de coefficient de frottement instantané stabilisée est typique pour la phase 2, (voir figure 5.5a) quand le glisseur se retrouve dans la position intermédiaire durant l'interaction. Il est également intéressant de noter que pour tous les échantillons, après une période stable, une augmentation significative de la force normale (de 50%) se produit progressivement (voir la courbe noire). Une forte baisse des valeurs

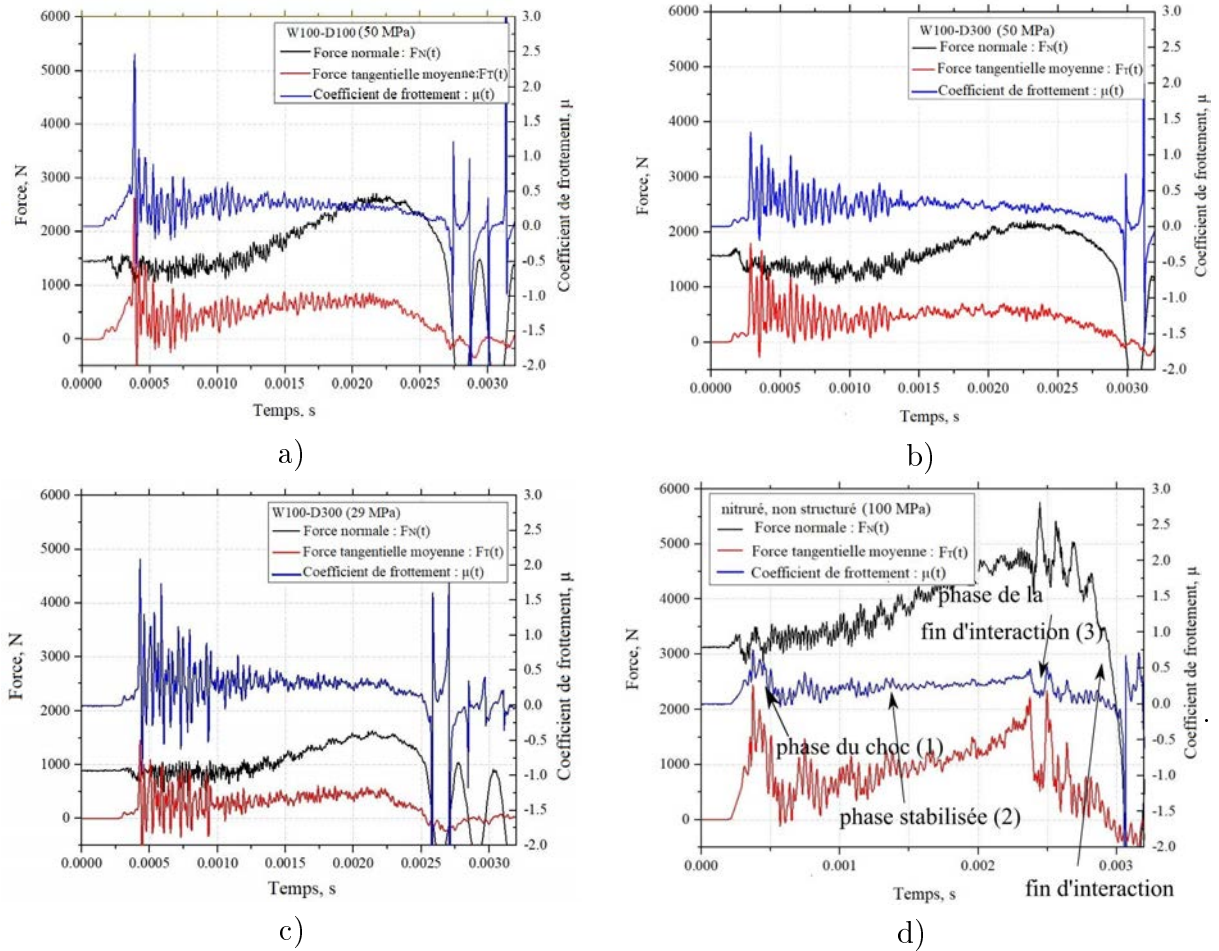


FIGURE 5.7 – Enregistrements des efforts normal et tangential lors des essais à grande vitesse à 30 m/s : W100-D100 avec Sa15-P50 (a), W100-D300 avec Sa=7,5-P50 (b), W100-D300 Sa7,5-P29 (c) et seulement nitruré avec Sa30-P100 (d).

correspond à la fin de l'interaction. De ce graphique il est clair que le traitement Duplex ne joue pas de rôle significatif sur le coefficient de frottement quelque soit configuration.

### Usure des surfaces Duplex frottées à grande vitesse.

L'effet de traitement Duplex sur la résistance à l'usure a été analysé en utilisant le microscope multifocal Alicona Infinite Focus. L'usure de la surface a été calculée comme la différence des volumes des surfaces avant et après le frottement. Cependant, il serait nécessaire de considérer le fait d'un éventuel transfert du matériau du glisseur non structuré sur les patins traités.

La figure 5.8 présente un exemple de superposition des surfaces W100-D300 (avant et après frottement) lors de la détection d'usure. La présence de deux zones sur la piste

d'usure peut être observées : une zone bleue turquoise (au-dessus de la surface de référence) représentant la zone des aspérités usées et une zone bleu violette, correspondant à la zone où la matière est accumulée. La perte volumétrique des aspérités correspond à l'usure  $V_p$ , l'accumulation des produits d'usure correspond au volume  $V_v$ , la perte totale de matière  $V_t$  correspond à la différence entre ces volumes.

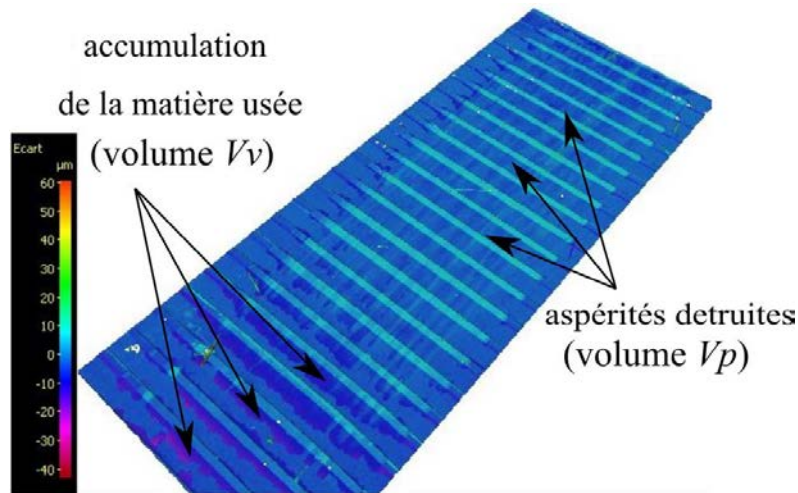


FIGURE 5.8 – Cartographie comparant l'usure par superposition de la surface W100-D300 avant et après frottement à 29 MPa.

Les données de l'usure volumique sont indiquées dans le tableau 5.1. Nous pouvons noter que, concernant l'usure totale, l'usure minimale correspond à la surface W100-D300 à 29 MPa. Dans le cas de la surface W100-D100, le volume de l'échantillon a augmenté car le volume du matériau de transfert  $V_v$  prévaut sur les pertes de volume  $V_p$ .

Dans notre cas, la résistance générale des surfaces présente moins d'intérêt que l'usure des aspérités. En cas de perte de matière des aspérités, l'usure la plus faible par rapport à toutes les surfaces correspond à l'échantillon W100-D100. Un effet positif de la structuration sur l'usure des aspérités a par conséquent été relevé : l'usure la plus faible parmi toutes les surfaces Duplex frottées correspond à celle de la surface structurée W100-D100. De plus, ce volume est moins important que pour l'échantillon non structuré. On peut constater que l'usure  $V_p$  maximale correspond à la configuration W100-D300 pour les deux cas de deux pressions appliquées.

Les profils des surfaces usées (non présentés ici) ont montré que les aspérités subsistent (3

échantillon	Non structuré, nitruré	W100-D100	W100-D300	
Surface de contact circonscrite (mm <sup>2</sup> )	30	30	30	
Surface de contact apparente (mm <sup>2</sup> )	30	15	7,5	
Coefficient de frottement, $\mu$	0,3	0,3	0,3	0,3
Pression appliquée (MPa)	100	50	29	50
Puissance apparente moyenne (pour une surface Sc) (W/mm <sup>2</sup> )	900	450	261	450
Pression apparente moyenne sur les aspérités (MPa)	100	100	116	200
Puissance apparente moyenne (pour une surface Sa) (W/mm <sup>2</sup> )	900	900	1044	1800
Usure (mm <sup>3</sup> ) volume Vp	0,019	0,012	0,041	0,052
Usure (mm <sup>3</sup> ) volume Vv	0,0004	0,023	0,039	0,019
Usure (mm <sup>3</sup> ) Vt=Vp-Vv	0,019	+0,011	0,003	0,032

Tableau 5.1 – Conditions de frottement des surfaces soumises au frottement à 30 m/s avec usure volumique des surfaces correspondante.

$\pm 1 \mu\text{m}$  en hauteur) sur les premiers 3 mm de glissement sur la surface W100-D100. Dans le cas d'une usure maximale sur la surface du W100-D300, les aspérités sont totalement détruites dès le début de la piste d'usure.

### Mécanismes d'usure des surfaces Duplex frottées à grande vitesse.

Les mécanismes d'usure ont été étudiés par des examens des surfaces observées en microscopie optique et en microscopie électronique à balayage. La figure 5.9 présente des images optiques de surfaces après frottement. Il est possible de distinguer des différences en oxydation : les échantillons structurés ont une surface plus oxydée. Parmi les surfaces structurées, l'oxydation la plus intense correspond à celle de la configuration W100-D300, pour la pression la plus importante appliquée, spécifiquement. Tous les échantillons sont caractérisés par une oxydation plus intense à la fin de la piste d'usure. Ceci peut être expliqué par la troisième phase de frottement à la fin de l'interaction, lorsque le glisseur sort du contact entre les deux patins. Dans ce cas, la surface de contact diminue et par conséquent, la pression sur la surface augmente. Cependant, l'état de surface à la fin de l'interaction n'est pas le paramètre qui nous intéresse le plus. Il y a une accumulation de chaleur dans les patins dans la direction de glissement [248]. Il est clairement visible que les mécanismes d'usure changent sur la longueur des pistes. Sur l'échantillon W100-D300, il est possible de noter des traces d'usure typiques d'un mécanisme adhésif dans les premiers 2 millimètres de trace d'usure. Des traces similaires ont été trouvées dans la

littérature et sont présentées dans la section 2.2.2 de ce manuscrit (voir figure 2.13 qui montre les échantillons structurés après la découpe).

La figure 5.10 montre des images des traces d'usure obtenues en utilisant le microscope électronique à balayage. Un point intéressant est la différence des mécanismes d'usure de la surface du W100-D300 pour les deux pressions appliquées. Pour une pression de 29 MPa appliquée, les aspérités sont écrasées et pour une charge de 50 MPa plutôt cisillées (figures 5.9d et 5.10c). Le comportement des surfaces W100-D100 (50 MPa appliqués) et W100-D300 (29 MPa appliqués) est assez similaire. Pour ces deux cas la pression apparente (sur Sa) totale est quasi-équivalente : 100 MPa et 116 MPa (voir le tableau 5.1), respectivement. Ce comportement est caractéristique des premiers millimètres de la piste d'usure (voir le carré rouge – figure 5.9d) alors que les aspérités sont encore présentes à la surface et dans des conditions d'oxydation pas encore trop sévères.

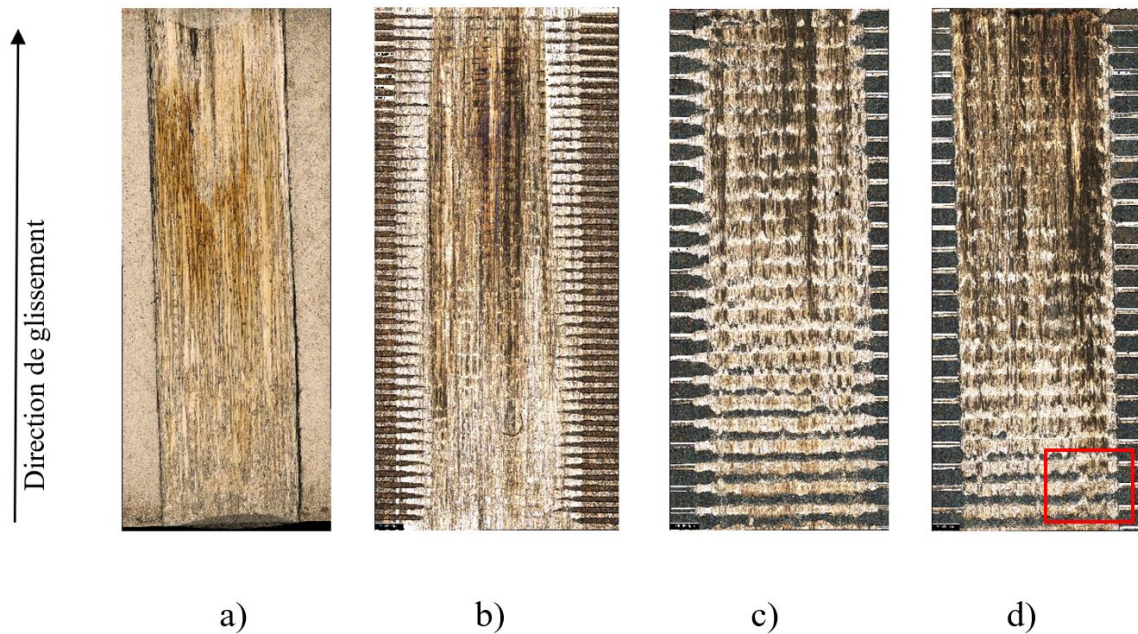


FIGURE 5.9 – Images optiques des surfaces frottées dans les conditions de grande vitesse : surface nitrurée Sa30-P100 (a), surface W100-D100 Sa15-P50 (b), surfaces W100-D300 : Sa7,5-P29 (c), Sa7,5-P50 (d).

La figure 5.11 montre l'image optique de surface du glisseur avant le contact avec la surface W100-D100 avant (a) et après l'interaction (b). La présence de 3<sup>e</sup> corps, accumulé sur l'extrémité du glisseur correspondant à la fin de l'interaction, est visible sur la figure 5.11b. Ceci confirme le mécanisme d'adhésion entre deux surfaces d'acier qui est caractéristique

de ce couple de matériaux [195]. Selon l'analyse profilométrique (non présenté ici), la hauteur des produits d'usure accumulés correspond à 200  $\mu\text{m}$ . Cette accumulation de matière peut expliquer l'augmentation de la force normale lors du frottement qui présente sur la figure 5.7 pour tous les essais réalisés. Ceci signifie que lors du contact entre le glisseur et les patins, un 3<sup>e</sup> corps apparaît entre les patins et le glisseur (transfert de produit d'usure). La quantité de matière transférée augmente et l'effort normal augmente également en fonction de l'épaisseur du 3<sup>e</sup> corps.

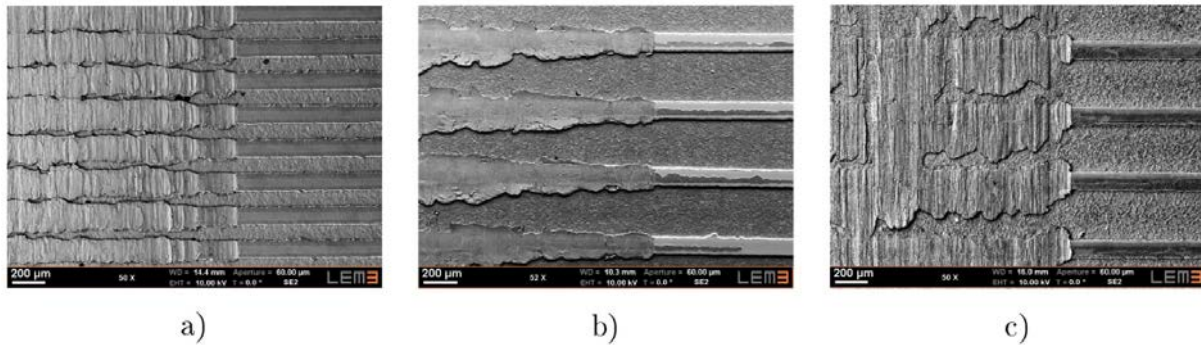


FIGURE 5.10 – Images MEB prises sur les surfaces Duplex, frottées à grande vitesse (30 m/s) : W100-D100 Sa15-P50 (a), W100-D300 Sa7,5-P29 (b) et W100-D300 Sa7,5-P50 (c).

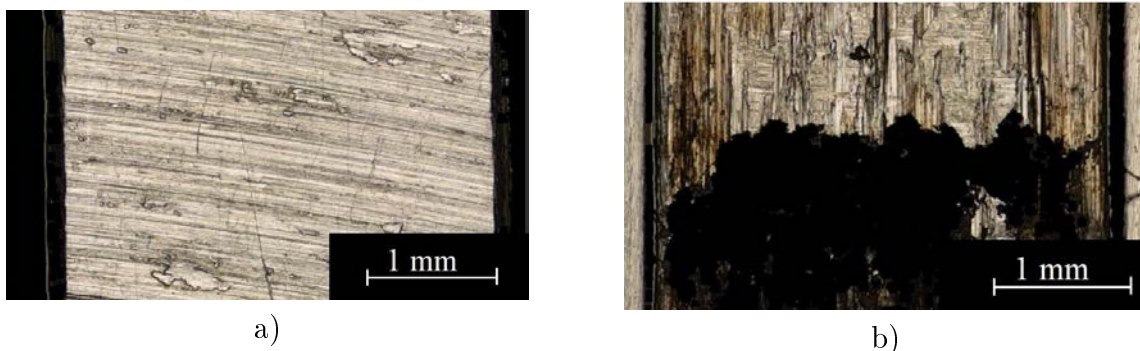


FIGURE 5.11 – Images optiques des surfaces de glisseur (W100-D100) : avant frottement (a), après frottement (b).

Pour mieux comprendre le comportement tribologique, l'énergie transférée en chaleur a été calculée par l'équation 2.4 (chapitre 2) et présente dans le tableau 5.1. Ainsi, par exemple, nous avons remarqué que dans le cas d'une vitesse de 30 m/s et une pression apparente moyenne 100 MPa et d'un coefficient de frottement de 0,3, l'énergie dans la zone d'interaction est équivalente à 900  $\text{W}/\text{mm}^2$  (voir tableau 5.1). De plus, le degré d'oxydation visible des surfaces étudiées correspond aux surfaces W100-D300 étant affectées plus intensivement par le dégagement de chaleur (1044  $\text{W}/\text{mm}^2$  pour S7,5-P29 et



1800 W/mm<sup>2</sup> pour S7,5-P50). Cela signifie que l'oxydation thermique et l'usure sont plus intenses dans le cas du W100-D300 ; ceci étant dû à la plus grande énergie transmise lors de l'interaction sur la plus petite surface apparente.

Il ressort de ces observations que le l de l'effort de frottement et des températures atteintes à l'interface du contact est un challenge, à la fois industriel et académique. Ce travail se veut essentiellement exploratoire. Ainsi, l'approche expérimentale pourrait être utilement complétée par une modélisation thermomécanique du frottement sec qui reste à réaliser. La génération d'un modèle analytique ou semi-analytique a été réalisé au sein de l'équipe « Thermomécanique du Contact Rapide » du département T-PRIOM pour prédire le comportement thermique et les coefficients de frottement. L'utilisation prédictive de ce modèle, à partir d'un nombre restreint d'essais expérimentaux, permettra un accès rapide aux paramètres caractérisant le frottement sec. Pour l'instant l'utilisation ce modèle repose sur le fait que les aspérités ne s'usent pas durant toute l'interaction. Par conséquent, il est important pour les études futures d'essais à grande vitesse d'optimiser les procédés de traitement Duplex afin d'augmenter leur tenue à ces conditions sévères et ainsi coupler les approches expérimentale et de modélisation analytique.

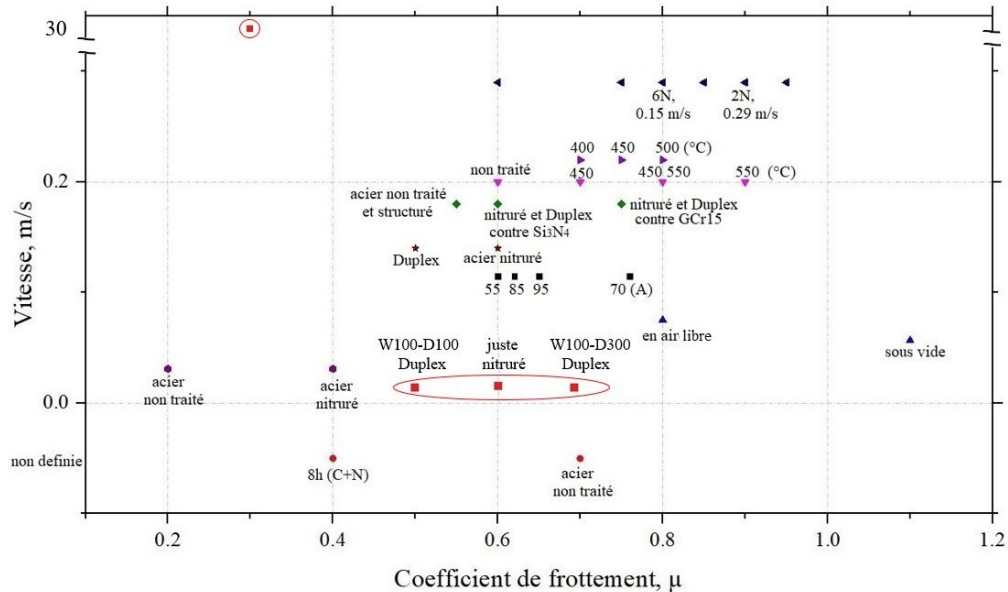


FIGURE 5.12 – Schéma représentant différentes valeurs de coefficients de frottement pour les vitesses correspondantes complétant la figure 3.2 avec les résultats obtenus dans le cadre de ce travail.

La figure 5.12 reprend et complète un schéma présent dans le chapitre 3 en y ajoutant les

valeurs de coefficient de frottement moyennes pour les vitesses grande et quasi-statique afin d'être le plus exhaustif possible dans le cadre des frottements sur surfaces Duplex. Les coefficients de frottement des surfaces Duplex à vitesse quasi statique sont bien comprises dans la plage de 0,5 à 0,7 constituant l'essentiel des coefficients de frottement obtenus dans la littérature. A grande vitesse, les valeurs des coefficients de frottement sont toujours de 0,3, ce qui n'est plus conforme aux références obtenues dans la littérature. Par cette étude, nous avons contribué à l'enrichissement de base des données sur ce point.

## Bibliographie

- [1] X Wang, B Ding, and B Li. Biomimetic electrospun nanofibrous structures for tissue engineering. *Materials today*, 16(6) :229–241, 2013.
- [2] Y Lei, S Yang, M Wu, and G Wilde. Surface patterning using templates : concept, properties and device applications. *Chemical Society Reviews*, 40(3) :1247–1258, 2011.
- [3] K Salaita, Y Wang, and A Mirkin. Applications of dip-pen nanolithography. *Nature nanotechnology*, 2(3) :145, 2007.
- [4] R Michel, J Lussi, G Csucs, I Reviakine, G Danuser, B Ketterer, J Hubbell, M Textor, and N Spencer. Selective molecular assembly patterning : A new approach to micro-and nanochemical patterning of surfaces for biological applications. *Langmuir*, 18(8) :3281–3287, 2002.
- [5] H Stone and S Kim. Microfluidics : basic issues, applications, and challenges. *AIChE Journal*, 47(6) :1250–1254, 2001.
- [6] T Ekblad and B Liedberg. Protein adsorption and surface patterning. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 15(6) :499–509, 2010.
- [7] D Patel, V Jain, and J Ramkumar. Micro texturing on metallic surfaces : state of the art. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B : Journal of Engineering Manufacture*, 232(6) :941–964, 2018.
- [8] C Greiner and M Schäfer. Bio-inspired scale-like surface textures and their tribological properties. *Bioinspiration & biomimetics*, 10(4) :044001, 2015.

- [9] M Qiu, A Chyr, A Sanders, and B Raeymaekers. Designing prosthetic knee joints with bio-inspired bearing surfaces. *Tribology international*, 77 :106–110, 2014.
- [10] H Abdel-Aal. Functional surfaces for tribological applications : inspiration and design. *Surface Topography : Metrology and Properties*, 4(4) :043001, 2016.
- [11] J Cordeiro and V Barão. Is there scientific evidence favoring the substitution of commercially pure titanium with titanium alloys for the manufacture of dental implants? *Materials Science and Engineering : C*, 71 :1201–1215, 2017.
- [12] S Prakash, E Xi, and A Patel. Spontaneous recovery of superhydrophobicity on nanotextured surfaces. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 113(20) :5508–5513, 2016.
- [13] TG Cha, JW Yi, MW Moon, KR Lee, and HY Kim. Nanoscale patterning of microtextured surfaces to control superhydrophobic robustness. *Langmuir*, 26(11) :8319–8326, 2010.
- [14] Z Zhang, H Kim, MY Ha, and J Jang. Molecular dynamics study on the wettability of a hydrophobic surface textured with nanoscale pillars. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 16(12) :5613–5621, 2014.
- [15] J Weber, S Schewe, and B Berg. Medical devices having superhydrophobic surfaces, superhydrophilic surfaces, or both. January 4 2007. US Patent App. 11/150,082.
- [16] MJ Baum, L Heepe, E Fadeeva, and SN Gorb. Dry friction of microstructured polymer surfaces inspired by snake skin. *Beilstein journal of nanotechnology*, 5(1) :1091–1103, 2014.
- [17] T Shimizu, H Kobayashi, J Vorholt, and M Yang. Lubrication analysis of microdimple textured die surface by direct observation of contact interface in sheet metal forming. *Metals*, 9(9) :917, 2019.
- [18] J Schneider, D Braun, and C Greiner. Laser textured surfaces for mixed lubrication : influence of aspect ratio, textured area and dimple arrangement. *Lubricants*, 5(3) :32, 2017.
- [19] A Kovalchenko, O Ajayi, A Erdemir, G Fenske, and I Etsion. Tribological behavior of oil-lubricated laser textured surfaces in conformal flat and point contacts. In *World*

- Tribology Congress III*, pages 525–526. American Society of Mechanical Engineers Digital Collection, 2005.
- [20] AM Kovalchenko, A Erdemir, OO Ajayi, and I Etsion. Tribological behavior of oil-lubricated laser textured steel surfaces in conformal flat and non-conformal contacts. *Materials Performance and Characterization*, 6(2) :1–23, 2017.
- [21] S Renous, JP Gasc, and A Diop. Microstructure of the tegumentary surface of the squamata (reptilia) in relation to their spatial position and their locomotion. *Fortschritte der Zoologie*, 30 :487–489, 1985.
- [22] ZK Hua, RZ Sang, and JH Zhang. Micro and nano-scale surface texturing : an application in ceramic-on-ceramic artificial joint materials. *Nanoscience and Nanotechnology Letters*, 4(9) :879–882, 2012.
- [23] E Khalili and M Sarafbidabad. Combination of laser patterning and nano ptfе sputtering for the creation a super-hydrophobic surface on 304 stainless steel in medical applications. *Surfaces and Interfaces*, 8 :219–224, 2017.
- [24] A Elbourne, RJ Crawford, and EP Ivanova. Nano-structured antimicrobial surfaces : From nature to synthetic analogues. *Journal of colloid and interface science*, 508 :603–616, 2017.
- [25] BS Yilbas, O Keles, and AY Toprakli. Surface engineering towards self-cleaning applications : Laser textured silicon surface. *Procedia engineering*, 184 :716–724, 2017.
- [26] A Riveiro, ALB Maçon, J del Val, R Comesaña, and J Pou. Laser surface texturing of polymers for biomedical applications. *Frontiers in physics*, 6 :16, 2018.
- [27] M Rafieazad, J Jaffer, C Cui, X Duan, and A Nasiri. Nanosecond laser fabrication of hydrophobic stainless steel surfaces : The impact on microstructure and corrosion resistance. *Materials*, 11(9) :1577, 2018.
- [28] <https://www.refractories-worldforum.com/departments/aluminium-non-ferrous-metals>.
- [29] M Matula, L Hyspecka, M Svoboda, V Vodarek, C Dagbert, J Galland, Z Stonawska, and L Tuma. Intergranular corrosion of aisi 316l steel. *Materials characterization*, 46(2-3) :203–210, 2001.

- [30] É Fazakas, Á Vida, T Berecz, AS Alcantara, and ER Fábíán. Corrosion resistance of laser welded joints of stainless steels.
- [31] <https://www.fierceelectronics.com/components/steel-manufacturing-could-use-more-sensing-and-analysis>.
- [32] SA David, JM Vitek, RW Reed, and TL Hebble. Effect of rapid solidification on stainless steel weld metal microstructures and its implications on the schaeffler diagram. 1987.
- [33] <http://m.20-bal.com/pravo/17762/index.html/>.
- [34] N Kurgan and R Varol. Mechanical properties of p/m 316l stainless steel materials. *Powder Technology*, 201(3) :242–247, 2010.
- [35] RM Molak, K Paradowski, T Brynk, L Ciupinski, Z Pakiela, and KJ Kurzydowski. Measurement of mechanical properties in a 316l stainless steel welded joint. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 86(1) :43–47, 2009.
- [36] N Solomon and I Solomon. Deformation induced martensite in aisi 316 stainless steel. *Revista de metalurgia*, 46(2) :121, 2010.
- [37] NR Baddoo. Stainless steel in construction : A review of research, applications, challenges and opportunities. *Journal of Constructional Steel Research*, 64(11) :1199–1206, 2008.
- [38] B Hashemi, M Rezaee Yazdi, and V Azar. The wear and corrosion resistance of shot peened–nitrided 316l austenitic stainless steel. *Materials & Design*, 32(6) :3287–3292, 2011.
- [39] MFC Ordoñez, CLG Amorim, I Krindges, C Aguzzoli, IJR Baumvol, CA Figueroa, A Sinatora, RM Souza, and MCM Farias. Microstructure and micro-abrasive wear of sintered yttria-containing 316l stainless steel treated by plasma nitriding. *Surface and Coatings Technology*, 2019.
- [40] AF Yetim, F Yildiz, A Alasaran, and A Celik. Surface modification of 316l stainless steel with plasma nitriding. *Kovove Materialy*, 46(2) :105, 2008.
- [41] LRB Elton and Daphne F Jackson. X-ray diffraction and the bragg law. *American Journal of Physics*, 34(11) :1036–1038, 1966.

- [42] AAG Bruzzone, HL Costa, PM Lonardo, and DA Lucca. Advances in engineered surfaces for functional performance. *CIRP annals*, 57(2) :750–769, 2008.
- [43] <http://www.4m-association.org/sites/www.4m-association.org/files/>
- [44] <http://www.wpctreatment.com/frottement.htm>.
- [45] T Masuzawa and HK Tönshoff. Three-dimensional micromachining by machine tools. *CIRP Annals*, 46(2) :621–628, 1997.
- [46] S Filiz, L Xie, LE Weiss, and OB Ozdoganlar. Micromilling of microbarbs for medical implants. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 48(3-4) :459–472, 2008.
- [47] H-S Oh, H-R Cho, H Park, S-T Hong, and D-M Chun. Study of electrically-assisted indentation for surface texturing. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing-Green Technology*, 3(2) :161–165, 2016.
- [48] T Pratap and K Patra. Mechanical micro-texturing of ti-6al-4v surfaces for improved wettability and bio-tribological performances. *Surface and Coatings Technology*, 349 :71–81, 2018.
- [49] M-K Ng, I Saxena, KF Ehmman, and J Cao. Improving surface hydrophobicity by microrolling-based texturing. *Journal of Micro and Nano-Manufacturing*, 4(3), 2016.
- [50] B Arifvianto, M Mahardika, P Dewo, PT Iswanto, UA Salim, et al. Effect of surface mechanical attrition treatment (smat) on microhardness, surface roughness and wettability of aisi 316l. *Materials Chemistry and Physics*, 125(3) :418–426, 2011.
- [51] T Thiriet. *Traitement mécaniques et thermo-chimiques couplés sur acier inoxydable et alliage base nickel austénitiques*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Lorraine, 2010.
- [52] O Unal, E Maleki, and R Varol. Effect of severe shot peening and ultra-low temperature plasma nitriding on ti-6al-4v alloy. *Vacuum*, 150 :69–78, 2018.
- [53] O Unal, E Maleki, and R Varol. Plasma nitriding of gradient structured aisi 304 at low temperature : Shot peening as a catalyst treatment. *Vacuum*, 164 :194–197, 2019.

- [54] H Kovacı, İ Hacısalıhoğlu, AF Yetim, and A Çelik. Effects of shot peening pretreatment and plasma nitriding parameters on the structural, mechanical and tribological properties of aisi 4140 low-alloy steel. *Surface and Coatings Technology*, 358 :256–265, 2019.
- [55] Y Lu, S Theppakuttai, and SC Chen. Marangoni effect in nanosphere-enhanced laser nanopatterning of silicon. *Applied Physics Letters*, 82(23) :4143–4145, 2003.
- [56] A Rosenkranz, L Reinert, C Gachot, and F Mücklich. Alignment and wear debris effects between laser-patterned steel surfaces under dry sliding conditions. *Wear*, 318(1-2) :49–61, 2014.
- [57] Y Xing, J Deng, Z Wu, and F Wu. High friction and low wear properties of laser-textured ceramic surface under dry friction. *Optics & Laser Technology*, 93 :24–32, 2017.
- [58] DA Acevedo, AF Lasagni, CA Barbero, and F Mücklich. Simple fabrication method of conductive polymeric arrays by using direct laser interference micro/nanopatterning. *Advanced Materials*, 19(9) :1272–1275, 2007.
- [59] F Mücklich, A Lasagni, and C Daniel. Laser interference metallurgy—using interference as a tool for micro/nano structuring. *Zeitschrift für Metallkunde*, 97(10) :1337–1344, 2006.
- [60] XC Wang, B Wang, H Xie, HY Zheng, and YC Lam. Picosecond laser micro/nano surface texturing of nickel for superhydrophobicity. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 51(11) :115305, 2018.
- [61] K Kumar, D Zindani, N Kumari, and JP Davim. *Micro and Nano Machining of Engineering Materials : Recent Developments*. Springer, 2018.
- [62] E Allahyari, J JJ Nivas, SL Oscurato, M Salvatore, G Ausanio, A Vecchione, R Fittipaldi, P Maddalena, R Bruzzese, and S Amoroso. Laser surface texturing of copper and variation of the wetting response with the laser pulse fluence. *Applied Surface Science*, 470 :817–824, 2019.
- [63] Z Wang, C-Wei Wang, M Wang, and Q-Z Zhao. Manipulation of tribological properties of stainless steel by picosecond laser texturing and quenching. *Tribology international*, 99 :14–22, 2016.



- [64] AH Hamad. Effects of different laser pulse regimes (nanosecond, picosecond and femtosecond) on the ablation of materials for production of nanoparticles in liquid solution. *High Energy and Short Pulse Lasers*, pages 305–325, 2016.
- [65] KV Wong and A Hernandez. A review of additive manufacturing. *ISRN Mechanical Engineering*, 2012, 2012.
- [66] K Osakada and M Shiomi. Flexible manufacturing of metallic products by selective laser melting of powder. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 46(11) :1188–1193, 2006.
- [67] H Lee, CHJ Lim, MJ Low, N Tham, VM Murukeshan, and Y-J Kim. Lasers in additive manufacturing : A review. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing-Green Technology*, 4(3) :307–322, 2017.
- [68] T Laoui, L Froyen, and J-P Kruth. Effect of mechanical alloying on selective laser sintering of wc-9co powder. *Powder Metallurgy*, 42(3) :203–205, 1999.
- [69] A Andrieux. Traitements thermo-chimiques basse température assistés par plasmas d’un acier inoxydable austénitique pour la micro-structuration de surface d’un contact lubrifié. 2015.
- [70] I Yadroitsev, A Gusarov, I Yadroitsava, and I Smurov. Single track formation in selective laser melting of metal powders. *Journal of Materials Processing Technology*, 210(12) :1624–1631, 2010.
- [71] A Simchi. The role of particle size on the laser sintering of iron powder. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 35(5) :937–948, 2004.
- [72] M Król, L Dobrzański, and I Reimann. Surface quality in selective laser melting of metal powders. *Archives of Materials Science*, 88 :88, 2013.
- [73] Y Holovenko, M Antonov, L Kollo, and I Hussainova. Friction studies of metal surfaces with various 3d printed patterns tested in dry sliding conditions. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J : Journal of Engineering Tribology*, 232(1) :43–53, 2018.
- [74] D Bollinger and J Nester. Localized plasma assisted chemical etching through a mask, November 18 1997. US Patent 5,688,415.

- [75] HK Kuiken. A mathematical model for wet-chemical diffusion-controlled mask etching through a circular hole. *Journal of engineering mathematics*, 45(1) :75–90, 2003.
- [76] JL Burch. Quasi-neutrality in the polar cusp. *Geophysical research letters*, 12(7) :469–472, 1985.
- [77] <https://www.plasma-universe.com/aurora/>.
- [78] R Hugon, G Henrion, and M Fabry. Diagnostics of a dc pulsed-plasma-assisted nitriding process. *Surface and Coatings Technology*, 59(1-3) :82–85, 1993.
- [79] K Suzuki, S Okudaira, N Sakudo, and I Kanomata. Microwave plasma etching. *Japanese Journal of Applied Physics*, 16(11) :1979, 1977.
- [80] P Chabert and N Braithwaite. *Physics of radio-frequency plasmas*. Cambridge University Press, 2011.
- [81] W-K Yi, D-S Moon, S-K Kim, K-H Kim, and G-H Kwag. Methods for performing plasma etching operations on microelectronic structures, May 4 1999. US Patent 5,900,163.
- [82] JW Coburn and HF Winters. Ion-and electron-assisted gas-surface chemistry—an important effect in plasma etching. *Journal of Applied physics*, 50(5) :3189–3196, 1979.
- [83] DN Kharkhan, D Pilloud, S Bruyère, S Migot, S Barrat, and F Capon. Influence of as-deposited non-uniform stoichiometry on thermochromic properties of  $\text{LaCoO}_3$  selective layers. *Journal of Applied Physics*, 127(1) :015304, 2020.
- [84] DA Burgess. Plasma disintegration for waste material, February 25 1992. US Patent 5,090,340.
- [85] H Loeb. State of the art and recent developments of the radio frequency ion motors. In *7th Electric Propulsion Conference*, page 285, 1969.
- [86] E Stuhlinger. *Ion propulsion for space flight*. McGraw-Hill New York, 1964.
- [87] J Schlegel, J Köritzer, and V Boxhammer. Plasma in cancer treatment. *Clinical Plasma Medicine*, 1(2) :2–7, 2013.
- [88] K Hattori. Dry etching method, microfabrication process and dry etching mask, November 23 2004. US Patent 6,821,451.

- [89] S Huang and L Dai. Plasma etching for purification and controlled opening of aligned carbon nanotubes. *The Journal of Physical Chemistry B*, 106(14) :3543–3545, 2002.
- [90] S Tachi, K Tsujimoto, and S Okudaira. Low-temperature reactive ion etching and microwave plasma etching of silicon. *Applied physics letters*, 52(8) :616–618, 1988.
- [91] Y Ando, Y Nishibayashi, K Kobashi, T Hirao, and K Oura. Smooth and high-rate reactive ion etching of diamond. *Diamond and Related Materials*, 11(3-6) :824–827, 2002.
- [92] Y Desalos. *Introduction aux traitements thermiques des métaux et alliages*. Ed. Techniques Ingénieur, 2003.
- [93] M Santos, Cédric Noel, Thierry Belmonte, and LL Alves. Microwave capillary plasmas in helium at atmospheric pressure. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 47(26) :265201, 2014.
- [94] J Pelletier, A Lacoste, Y Arnal, T Lagarde, C Lincot, and D Hertz. New trends in decr plasma technology : applications to novel duplex treatments and process combinations with extreme plasma specifications. *Surface and Coatings technology*, 139(2-3) :222–232, 2001.
- [95] H Isselé. *Caractérisation et modélisation mécaniques de couches minces pour la fabrication de dispositifs microélectroniques-application au domaine de l'intégration 3D*. PhD thesis, 2014.
- [96] G Marcos, S Guilet, F Cleymand, T Thiriet, and T Czerwiec. Stainless steel patterning by combination of micro-patterning and driven strain produced by plasma assisted nitriding. *Surface and Coatings Technology*, 205 :S275–S279, 2011.
- [97] G Marcos. *Simulation numérique par méthode Monte Carlo de la gravure du silicium en plasma fluoré : étude du rôle de l'oxygène dans la passivation : comparaison avec des résultats expérimentaux*. PhD thesis, Orléans, 2002.
- [98] M Kakuchi, M Hikita, and T Tamamura. Amorphous carbon films as resist masks with high reactive ion etching resistance for nanometer lithography. *Applied physics letters*, 48(13) :835–837, 1986.

- [99] Y Ye, A Zhao, P C-L Hsieh, and DX Ma. Method for high temperature etching of patterned layers using an organic mask stack, November 7 2000. US Patent 6,143,476.
- [100] RA Gottscho, CW Jurgensen, and DJ Vitkavage. Microscopic uniformity in plasma etching. *Journal of Vacuum Science & Technology B : Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena*, 10(5) :2133–2147, 1992.
- [101] AJ Carlson, JT Williams, BA Rogers, and EJ Manthos. Etching metals by ionic bombardment. Technical report, Ames Lab., 1954.
- [102] IO Misiruk, O I Timoshenko, VS Taran, and IE Garkusha. Non-self-sustained discharge with hollow anode for plasma-based surface treatment. *Nukleonika*, 61(2) :195–199, 2016.
- [103] TH Dao. *Dépôt de couches minces de silicium à grande vitesse par plasma MDECR*. PhD thesis, Ecole Polytechnique X, 2007.
- [104] <https://www.dbproducts.fr/en/home/>.
- [105] S Suyama, A Okamoto, and T Serikawa. The effects of oxygen-argon mixing on properties of sputtered silicon dioxide films. *Journal of the Electrochemical Society*, 134(9) :2260, 1987.
- [106] L Maire, L Faure, S Philippon, M Novelli, G Marcos, T Czerwicz, and T Grosdidier. Influence of duplex ussp/nitriding surface treatments on the dry sliding behavior of ti6al4v/aisi 316l tribopairs. *Proc Eng*, 114 :621–626, 2015.
- [107] I Hutchings and P Shipway. *Tribology : friction and wear of engineering materials*. Butterworth-Heinemann, 2017.
- [108] HP Jost. Tribology—origin and future. *Wear*, 136(1) :1–17, 1990.
- [109] K Holmberg, P Andersson, and A Erdemir. Global energy consumption due to friction in passenger cars. *Tribology international*, 47 :221–234, 2012.
- [110] NP Suh and D Tabor. Tribophysics. 1987.
- [111] TE Fischer. Tribochemistry. *Annual Review of Materials Science*, 18(1) :303–323, 1988.

- [112] AI Sviridenok, NK Myshkin, and IN Kovaleva. Latest developments in tribology in the journal friction and wear. *Journal of Friction and Wear*, 36(6) :449–453, 2015.
- [113] T-C Hou, Y Yang, H Zhang, J Chen, L-J Chen, and ZL Wang. Triboelectric nanogenerator built inside shoe insole for harvesting walking energy. *Nano Energy*, 2(5) :856–862, 2013.
- [114] P Noble, B Collin, J Lecomte-Beckers, A Magnée, J-M Denoix, D Serteyn, et al. The synovial joint : a perfect tribological system. In *Annales de Médecine Vétérinaire*, volume 154, pages 83–93. Annales de Médecine Vétérinaire, 2010.
- [115] RL Fusaro. Tribology needs for future space and aeronautical systems. 1991.
- [116] M Priest and CM Taylor. Automobile engine tribology—approaching the surface. *Wear*, 241(2) :193–203, 2000.
- [117] K Carnes. The ten greatest events in tribology history. *Tribology & Lubrication Technology*, 61(6) :38, 2005.
- [118] G Chassaing. *Frottement sec à grande vitesse du couple Ti6Al4V-Ti6Al4V : étude expérimentale et modélisation du comportement thermomécanique*. PhD thesis, 2015.
- [119] SK Kotelnikov. A book containing the doctrine on equilibrium and motion of bodies. 1774.
- [120] PA Munther and JG Lenard. The effect of scaling on interfacial friction in hot rolling of steels. *Journal of Materials Processing Technology*, 88(1-3) :105–113, 1999.
- [121] AT Carpenter. John theophilus desaguliers : a natural philosopher, engineer and freemason in newtonian england. 2011.
- [122] CA Coulomb. Memoeires de mathematique et de physique de l’academie royale des sciences. *Mémoires de Mathématiques et de Physique de l’Académie Royale des Sciences*, 1785.
- [123] KA Lamkin-Kennard and MB Popovic. Molecular and cellular level—applications in biotechnology and medicine addressing molecular and cellular level. *Biomechanics*, page 201, 2019.
- [124] MJ Neale and DF Wilcock. Tribology handbook, 1975.
- [125] AA Pitenis, D Dowson, and WG Sawyer. Leonardo da vinci’s friction experiments : An old story acknowledged and repeated. *Tribology Letters*, 56(3) :509–515, 2014.

- [126] PM Fishbane, SG Gasiorowicz, and ST Thornton. *Physics : For Scientists and Engineers with Modern Physics*. Prentice-Hall, 2005.
- [127] E Rabinowicz. The nature of the static and kinetic coefficients of friction. *Journal of applied physics*, 22(11) :1373–1379, 1951.
- [128] FP Bowden, D Tabor, et al. *Lubrication of solids*, 1950.
- [129] [https://www.face-kyowa.co.jp/english/en\\_science/en\\_what\\_friction.html](https://www.face-kyowa.co.jp/english/en_science/en_what_friction.html).
- [130] <https://www.ggbearings.com/fr/societe/tribologie>.
- [131] KC Ludema and L Ajayi. *Friction, wear, lubrication : a textbook in tribology*. CRC press, 2018.
- [132] S Philippon. *Etude expérimentale du frottement sec à grande vitesses de glissement*. PhD thesis, 2004.
- [133] O Rashwan. *Micro surface texturing for friction control*. 2013.
- [134] OE Gjörv. *Durability design of concrete structures in severe environments*. CRC Press, 2014.
- [135] <http://tpmattitude.fr/defail.html>.
- [136] JF Archard. Contact and rubbing of flat surfaces. *Journal of applied physics*, 24(8) :981–988, 1953.
- [137] TV Kononenko, SV Garnov, SM Pimenov, VI Konov, V Romano, B Borsos, and HP Weber. Laser ablation and micropatterning of thin tin coatings. *Applied Physics A*, 71(6) :627–631, 2000.
- [138] S Ramalingam. Tribological characteristics of thin films and applications of thin film technology for friction and wear reduction. *Thin Solid Films*, 118(3) :335–349, 1984.
- [139] T Le Huu, D Paulmier, A Grabchenko, M Horvath, I Meszaros, and AG Mamalis. Autolubrication of diamond coatings at high sliding speed. *Surface and Coatings Technology*, 108 :431–436, 1998.
- [140] K Holmberg and A Matthews. *Coatings tribology : properties, mechanisms, techniques and applications in surface engineering*, volume 56. Elsevier, 2009.

- [141] <http://olympiades.briand44.free.fr/olymp98/partie1.htm>.
- [142] JF Archard. The temperature of rubbing surfaces. *wear*, 2(6) :438–455, 1959.
- [143] Q Li and M Lovell. On the critical interfacial friction of a two-roll cwr process. *Journal of Materials Processing Technology*, 160(2) :245–256, 2005.
- [144] FJ Profito and DC Zachariadis. On the development of advanced techniques for mixed-elastohydrodynamic lubrication modelling of journal and sliding bearing systems. 2015.
- [145] NL Parthasarathi, U Borah, and Sh K Albert. Correlation between coefficient of friction and surface roughness in dry sliding wear of aisi 316l (n) stainless steel at elevated temperatures. *Computer Modelling and New Technologies*, 17(1) :51–63, 2013.
- [146] P Stoyanov, HW Strauss, and RR Chromik. Scaling effects between micro-and macro-tribology for a ti–mos2 coating. *Wear*, 274 :149–161, 2012.
- [147] D Dowson, M Priest, G Dalmaz, and AA Lubrecht. *Tribological Research and Design for Engineering Systems : Proceedings of the 29th Leeds-Lyon Symposium*. Elsevier, 2003.
- [148] Chengjiao Yu, Hualong Yu, Geng Liu, Wei Chen, Bo He, and Q Jane Wang. Understanding topographic dependence of friction with micro-and nano-grooved surfaces. *Tribology Letters*, 53(1) :145–156, 2014.
- [149] Chengjiao Yu and Q Jane Wang. Friction anisotropy with respect to topographic orientation. *Scientific reports*, 2 :988, 2012.
- [150] <https://www.leyton.com/blog/?p=1104-femtosecond-laser-surface-texturing-the>
- [151] JB Kleiner and EJ Grimberg. Bone graft delivery system and method for using same. 2019. US Patent App. 16/198,754.
- [152] BD Ratner, AS Hoffman, FJ Schoen, and JE Lemons. Biomaterials science : a multidisciplinary endeavor. *Biomaterials science : an introduction to materials in medicine*, pages 1–9, 2004.
- [153] I Gnilitzkyi, F Rotundo, C Martini, I Pavlov, S Ilday, E Vovk, F Ilday, and L Orazi. Nano patterning of aisi 316l stainless steel with nonlinear laser lithography : Sliding under dry and oil-lubricated conditions. *Tribology International*, 99 :67–76, 2016.

- [154] WH Roberts et al. Tribology in industry. page 171, 1980.
- [155] Y Zhu, J Zou, X Chen, and H Yang. Tribology of selective laser melting processed parts : Stainless steel 316 l under lubricated conditions. *Wear*, 350 :46–55, 2016.
- [156] JA Williams and HR Le. Tribology and mems. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 39(12) :R201, 2006.
- [157] H Berro. *A molecular dynamics approach to nano-scale lubrication*. PhD thesis, Ph. D. thesis, INSA de Lyon, 2010.
- [158] T Sugihara and T Enomoto. Improving anti-adhesion in aluminum alloy cutting by micro stripe texture. *Precision Engineering*, 36(2) :229–237, 2012.
- [159] J Xie, MJ Luo, KK Wu, LF Yang, and DH Li. Experimental study on cutting temperature and cutting force in dry turning of titanium alloy using a non-coated micro-grooved tool. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 73 :25–36, 2013.
- [160] R Suresh, P Shruthi, R Sunil Kumar, J Siva, M Prem Ananth, and R Ramesh. Experimental investigation of nano-composite coated stainless steel (316l) surfaces under unidirectional sliding. In *Applied Mechanics and Materials*, volume 440, pages 37–41. Trans Tech Publ, 2014.
- [161] W Qin, J Kang, J Li, W Yue, Y Liu, D She, Q Mao, and Y Li. Tribological behavior of the 316l stainless steel with heterogeneous lamella structure. *Materials*, 11(10) :1839, 2018.
- [162] AF Smith. The friction and sliding wear of unlubricated 316 stainless steel at room temperature in air. *Wear*, 96(3) :301–318, 1984.
- [163] AF Smith. The friction and sliding wear of unlubricated 316 stainless steel in air at room temperature in the load range 0.5–90 n. *Wear*, 110(2) :151–168, 1986.
- [164] K-L Hsu, TM Ahn, and DA Rigney. Friction, wear and microstructure of unlubricated austenitic stainless steels. *Wear*, 60(1) :13–37, 1980.
- [165] J Chen, J Wang, B Chen, and F Yan. Tribocorrosion behaviors of inconel 625 alloy sliding against 316 steel in seawater. *Tribology Transactions*, 54(4) :514–522, 2011.



- [166] B Zhang, W Huang, J Wang, and X Wang. Comparison of the effects of surface texture on the surfaces of steel and uhmwpe. *Tribology International*, 65 :138–145, 2013.
- [167] A Dunn, KL Wlodarczyk, JV Carstensen, EB Hansen, J Gabzdyl, PM Harrison, JD Shephard, and DP Hand. Laser surface texturing for high friction contacts. *Applied Surface Science*, 357 :2313–2319, 2015.
- [168] LW McKeen. *Fatigue and tribological properties of plastics and elastomers*. William Andrew, 2016.
- [169] AJ Jerri. The shannon sampling theorem—its various extensions and applications : A tutorial review. *Proceedings of the IEEE*, 65(11) :1565–1596, 1977.
- [170] Marjetka Conradi, Aljaž Drnovšek, and Peter Gregorčič. Wettability and friction control of a stainless steel surface by combining nanosecond laser texturing and adsorption of superhydrophobic nanosilica particles. *Scientific reports*, 8(1) :7457, 2018.
- [171] Q Luo. Tribofilms in solid lubricants. *Encyclopedia of Tribology*, pages 3760–3767, 2013.
- [172] PF Cardey. Intérêts tribologiques des dépôts dlc (diamond like carbon). *Techniques de l'ingénieur*, 2014.
- [173] T Takeno, T Sugawara, H Miki, and T Takagi. Deposition of dlc film with adhesive w-dlc layer on stainless steel and its tribological properties. *Diamond and related materials*, 18(5-8) :1023–1027, 2009.
- [174] J Robertson. Diamond-like amorphous carbon. *Materials science and engineering : R : Reports*, 37(4-6) :129–281, 2002.
- [175] WH Zhang and JH Hsieh. Tribological behavior of tin and crn coatings sliding against an epoxy molding compound. *Surface and Coatings Technology*, 130(2-3) :240–247, 2000.
- [176] JK Sonber, PK Limaye, TSR Ch Murthy, K Sairam, A Nagaraj, NL Soni, RJ Patel, and JK Chakravartty. Tribological properties of boron carbide in sliding against wc ball. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 51 :110–117, 2015.

- [177] X Deng, N Cinca, D Garbiec, JM Torralba, and A García-Junceda. Wear resistance of nanostructured cr-based wc hardmetals sintered by spark plasma sintering. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 87 :105121, 2020.
- [178] D Goldbaum, P Manimuda, G Kamath, S Descartes, JE Klemberg-Sapieha, and RR Chromik. Tribological behavior of tin and ti (si, c) n coatings on cold sprayed ti substrates. *Surface and Coatings Technology*, 291 :264–275, 2016.
- [179] MZB Abdullah, ANB Abdullah, MH bin Othman, MAB Ahmad, and P Hussain. Pin-on-disc tribotest of cr/crn/crcn/zrn multilayer coatings by physical vapour deposition (pvd). *Materials Today : Proceedings*, 16 :2067–2071, 2019.
- [180] L Wang, J Jin, C Zhu, G Li, X Kuang, and K Huang. Effects of hipims pulse-length on plasma discharge and on the properties of wc-dlc coatings. *Applied Surface Science*, 487 :526–538, 2019.
- [181] H Cicek. Wear behaviors of tin/ticn/dlc composite coatings in different environments. *Ceramics International*, 44(5) :4853–4858, 2018.
- [182] L Huang, J Yuan, C Li, and D Hong. Microstructure, tribological and cutting performance of ti-dlc/ $\alpha$ -c : H multilayer film on cemented carbide. *Surface and Coatings Technology*, 353 :163–170, 2018.
- [183] SK Mishra, S Ghosh, and S Aravindan. Physical characterization and wear behavior of laser processed and pvd coated wc/co in dry sliding and dry turning processes. *Wear*, 428 :93–110, 2019.
- [184] SM Pimenov, B Jaeggi, B Neuenschwander, EV Zavedeev, OS Zilova, and ML Shupegin. Femtosecond laser surface texturing of diamond-like nanocomposite films to improve tribological properties in lubricated sliding. *Diamond and Related Materials*, 93 :42–49, 2019.
- [185] T Czerwiec, H He, S Weber, C Dong, and H Michel. On the occurrence of dual diffusion layers during plasma-assisted nitriding of austenitic stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 200(18-19) :5289–5295, 2006.
- [186] K Ichii. Structure of the ion-nitrided layer of 18-8 stainless steel. *Technol. Rep. Kansai Univ.*, 27 :135, 1986.

- [187] ZL Zhang and Tom Bell. Structure and corrosion resistance of plasma nitrided stainless steel. *Surface Engineering*, 1(2) :131–136, 1985.
- [188] T Christiansen and MAJ Somers. Controlled dissolution of colossal quantities of nitrogen in stainless steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37(3) :675–682, 2006.
- [189] T Czerwiec, G Marcos, T Thiriet, Y Guo, and T Belmonte. Austenitic stainless steel patterning by plasma assisted diffusion treatments. In *IOP Conference Series : Materials Science and Engineering*, volume 5, page 012012. IOP Publishing, 2009.
- [190] F Borgioli. From austenitic stainless steel to expanded austenite-s phase : Formation, characteristics and properties of an elusive metastable phase. *Metals*, 10(2) :187, 2020.
- [191] WJ Yang, M Zhang, YH Zhao, ML Shen, H Lei, L Xu, JQ Xiao, J Gong, BH Yu, and C Sun. Enhancement of mechanical property and corrosion resistance of 316 l stainless steels by low temperature arc plasma nitriding. *Surface and Coatings Technology*, 298 :64–72, 2016.
- [192] M Tsujikawa, D Yoshida, N Yamauchi, N Ueda, T Sone, and S Tanaka. Surface material design of 316 stainless steel by combination of low temperature carburizing and nitriding. *Surface and Coatings Technology*, 200(1-4) :507–511, 2005.
- [193] A Devaraju and A Elayaperumal. Tribological behaviors of plasma nitrided aisi 316 ln type stainless steel in air and high vacuum atmosphere at room temperature. *International Journal of Engineering Science and Technology*, 2(9) :4137–4146, 2010.
- [194] Y Sun and T Bell. Sliding wear characteristics of low temperature plasma nitrided 316 austenitic stainless steel. *Wear*, 218(1) :34–42, 1998.
- [195] N Lin, Q Liu, J Zou, J Guo, D Li, S Yuan, Y Ma, Z Wang, Z Wang, and B Tang. Surface texturing-plasma nitriding duplex treatment for improving tribological performance of aisi 316 stainless steel. *Materials*, 9(11) :875, 2016.
- [196] CX Li and T Bell. Sliding wear properties of active screen plasma nitrided 316 austenitic stainless steel. *Wear*, 256(11-12) :1144–1152, 2004.
- [197] Gui-jiang Li, Qian Peng, Cong Li, Ying Wang, Jian Gao, Shu-yuan Chen, Jun Wang, and Bao-luo Shen. Effect of dc plasma nitriding temperature on microstructure and

- dry-sliding wear properties of 316l stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 202(12) :2749–2754, 2008.
- [198] GY Li, ZY Wang, and MK Lei. Transition of wear mechanisms of plasma source nitrided aisi 316 austenitic stainless steel against ceramic counterface. *Journal of Tribology*, 134(1) :011601, 2012.
- [199] HR Abedi, M Salehi, and M Yazdkhasti. Novel plasma nitriding–oxidizing duplex treatment of aisi 316 austenitic stainless steel. *Materials Letters*, 64(6) :698–701, 2010.
- [200] T Czerwiec. Procédés de traitement thermo-chimique appliqués aux surfaces métalliques : diagnostics des plasmas et des post-décharges et caractérisation des surfaces transformées. *Habilitation à diriger les recherches, INPL*, 2008.
- [201] J Denape, Yves Berthier, and L Vincent. Wear particle life in a sliding contact under dry conditions : third body approach. In *fundamentals of tribology and bridging the gap between the macro-and micro/nanoscales*, pages 393–411. Springer, 2001.
- [202] T Zijlstra, EWJM van der Drift, MJA De Dood, E Snoeks, and A Polman. Fabrication of two-dimensional photonic crystal waveguides for 1.5  $\mu\text{m}$  in silicon by deep anisotropic dry etching. *Journal of Vacuum Science & Technology B : Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena*, 17(6) :2734–2739, 1999.
- [203] Y Lii and J Jorné. Redeposition during deep trench etching. *Journal of The Electrochemical Society*, 137(9) :2837–2845, 1990.
- [204] SL Lai, D Johnson, and R Westerman. Aspect ratio dependent etching lag reduction in deep silicon etch processes. *Journal of Vacuum Science & Technology A : Vacuum, Surfaces, and Films*, 24(4) :1283–1288, 2006.
- [205] A Borghi, E Gualtieri, D Marchetto, L Moretti, and S Valeri. Tribological effects of surface texturing on nitriding steel for high-performance engine applications. *Wear*, 265(7-8) :1046–1051, 2008.
- [206] E Gualtieri, A Borghi, L Calabri, N Pugno, and S Valeri. Increasing nanohardness and reducing friction of nitride steel by laser surface texturing. *Tribology International*, 42(5) :699–705, 2009.

- [207] A Garcia-Giron, J-Mi Romano, Y Liang, B Dashtbozorg, H Dong, P Penchev, and SS Dimov. Combined surface hardening and laser patterning approach for functionalising stainless steel surfaces. *Applied Surface Science*, 439 :516–524, 2018.
- [208] Damien Faivre. *Iron oxides : from nature to applications*. John Wiley & Sons, 2016.
- [209] H Kato. *Sliding wear of nitrided steels*. PhD thesis, Brunel University School of Engineering and Design PhD Theses, 1993.
- [210] CG Aneziris, W Schärfl, and B Ullrich. Microstructure evaluation of al<sub>2</sub>o<sub>3</sub> ceramics with mg-psz-and tio<sub>2</sub>-additions. *Journal of the European Ceramic Society*, 27(10) :3191–3199, 2007.
- [211] YQ Li and T Qiu. Oxidation behaviour of boron carbide powder. *Materials Science and Engineering : A*, 444(1-2) :184–191, 2007.
- [212] Alireza Nouri and Antonella Sola. Metal particle shape : A practical perspective. *Metal powder report*, 73(5) :276–282, 2018.
- [213] P Maurel, L Weiss, P Bocher, E Fleury, and T Grosdidier. Oxide dependent wear mechanisms of titanium against a steel counterface : Influence of smat nanostructured surface. *Wear*, 430 :245–255, 2019.
- [214] J Dejou. Les céramiques. *Disponible sur : <http://campus.cerimes.fr/odontologie/enseignement/chap17/site/html/cours.pdf>*, 2009.
- [215] B Bhushan. *Modern tribology handbook, two volume set*. CRC press, 2000.
- [216] R Aghababaei, D Warner, and J-F Molinari. Critical length scale controls adhesive wear mechanisms. *Nature communications*, 7 :11816, 2016.
- [217] MM Khrushchov. Principles of abrasive wear. *wear*, 28(1) :69–88, 1974.
- [218] N Suh. An overview of the delamination theory of wear. *Wear*, 44(1) :1–16, 1977.
- [219] L Sosnovskiy. *Tribo-fatigue : wear-fatigue damage and its prediction*. Springer Science & Business Media, 2010.
- [220] P A Dearnley and G Aldrich-Smith. Corrosion–wear mechanisms of hard coated austenitic 316l stainless steels. *Wear*, 256(5) :491–499, 2004.
- [221] S Hwang, C Namgung, M Jung, H Kim, and J Kim. Rupture pressure of wear degraded alloy 600 steam generator tubings. *Journal of Nuclear Materials*, 373(1-3) :71–74, 2008.

- [222] J Burwell Jr. Survey of possible wear mechanisms. *Wear*, 1(2) :119–141, 1957.
- [223] P Sahoo and SK Roy Chowdhury. A fractal analysis of adhesive wear at the contact between rough solids. *Wear*, 253(9-10) :924–934, 2002.
- [224] V L Popov and Roman Pohrt. Adhesive wear and particle emission : Numerical approach based on asperity-free formulation of rabinowicz criterion. *Friction*, 6(3) :260–273, 2018.
- [225] H Krause. Tribochemical reactions in the friction and wearing process of iron. *Wear*, 18(5) :403–412, 1971.
- [226] TFJ Quinn. Role of oxidation in the mild wear of steel. *British Journal of Applied Physics*, 13(1) :33, 1962.
- [227] W Levason and CA McAuliffe. Higher oxidation state chemistry of iron, cobalt, and nickel. *Coordination Chemistry Reviews*, 12(2) :151–184, 1974.
- [228] C Kajdas. Mechanical activation of chemical process. *Materials Sciences and Applications*, 6(01) :60, 2015.
- [229] G Kaupp. Mechanochemistry : the varied applications of mechanical bond-breaking. *CrystEngComm*, 11(3) :388–403, 2009.
- [230] M Fink. Wear oxidation—a new component of wear. *Transactions of the American Society for Steel Treating*, 18 :1026–1034, 1930.
- [231] WE Jamison. G heinicke, tribochemistry (carl hanser verlag, munich, 1985, 495 pp). *Journal of Synthetic Lubrication, Wiley Online Library*, 3 :55–56, 1986.
- [232] S Wang, J Ma, S Zhu, J Cheng, Z Qiao, Jun Yang, and Weimin Liu. High temperature tribological properties of ti3alc2 ceramic against sic under different atmospheres. *Materials & Design*, 67 :188–196, 2015.
- [233] M Godet, D Play, and D Berthe. An attempt to provide a unified treatment of tribology through load carrying capacity, transport, and continuum mechanics. 1980.
- [234] KL Johnson. Contact mechanics cambridge univ. *Press, Cambridge*, 95 :365, 1985.
- [235] N Tsushima, K Maeda, H Nakashima, and H Kashimura. New steels now in use for automotive rolling element bearings. In *Bearing Steels : Into the 21st Century*. ASTM International, 1998.

- [236] <https://amesweb.info/HertzianContact/HertzianContact.aspx>.
- [237] <https://www.mec-engineering-spreadsheets.com/documentation-area/hertz-contact/>.
- [238] P Zwierczyk and K Vřradi. Frictional contact fe analysis in a railway wheel-rail contact. *Periodica Polytechnica Mechanical Engineering*, 58(2) :93–99, 2014.
- [239] N Ren, D Zhu, WW Chen, and Q J Wang. Plasto-elastohydrodynamic lubrication (pehl) in point contacts. *Journal of tribology*, 132(3) :031501, 2010.
- [240] A Tangena. Tribology of thin film systems(ph. d. thesis). 1987.
- [241] K Komvopoulos. Finite element analysis of a layered elastic solid in normal contact with a rigid surface. *Journal of tribology*, 110(3) :477–485, 1988.
- [242] V Popov. *Contact mechanics and friction*. Springer, 2010.
- [243] G E Totten. *Handbook of Lubrication and Tribology : Volume I Application and Maintenance*. CRC Press, 2006.
- [244] E Menendez, Claude Templier, G Abrasonis, José Francisco Lopez-Barbera, Josep Nogués, Kristiaan Temst, and J Sort. A combinatorial study of the mechanical and magnetic properties of a gradually nitrided austenitic stainless steel single crystal. *Crystengcomm*, 16(17) :3515–3520, 2014.
- [245] C Tromas, JC Stinville, C Templier, and P Villechaise. Hardness and elastic modulus gradients in plasma-nitrided 316l polycrystalline stainless steel investigated by nanoindentation tomography. *Acta Materialia*, 60(5) :1965–1973, 2012.
- [246] J Baranowska, SE Franklin, and CGN Pelletier. Tribological behaviour and mechanical properties of low temperature gas nitrided austenitic steel in relation to layer morphology. *Wear*, 259(1-6) :432–438, 2005.
- [247] JM Ledbetter, MW Austin, and SA Kim. Carbon and nitrogen effects on the elastic constants of a stainless steel at 4 k. *Materials Science and Engineering*, 85 :85–89, 1987.
- [248] M Coulibaly, G Chassaing, and S Philippon. Thermomechanical coupling of rough contact asperities sliding at very high velocity. *Tribology International*, 77 :86–96, 2014.

- [249] D Fernández-Valdés, A Meneses-Amador, GA Rodríguez-Castro, I Arzate-Vázquez, I Campos-Silva, and JL Nava-Sánchez. Standing contact fatigue behavior of nitrided aisi 316l steels. *Surface and Coatings Technology*, 377 :124871, 2019.
- [250] V Doquet, G Hénaff, T Palin-Luc, and M Risbet. Fatigue crack initiation and propagation. In *Mechanics-Microstructure-Corrosion Coupling*, pages 65–90. Elsevier, 2019.
- [251] G Parker. Encyclopedia of materials : science and technology. 2001.
- [252] U Krupp and I Roth. On the mechanism of martensite formation during short fatigue crack propagation in austenitic stainless steel : experimental identification and modelling concept. In *ICF13*, 2013.
- [253] V Ginzburg. *Flat-rolled steel processes : advanced technologies*. CRC Press, 2009.
- [254] FC Campbell. Deformation processing. 2013.
- [255] Y Zhou, D Leonard, W Guo, and J Qu. Understanding tribofilm formation mechanisms in ionic liquid lubrication. *Scientific reports*, 7(1) :1–8, 2017.
- [256] Z-Q Hu, A-M Wang, and H-F Zhang. Amorphous materials. In *Modern Inorganic Synthetic Chemistry*, pages 641–667. Elsevier, 2017.
- [257] M Zimmermann, A Grigorescu, and C Mueller-Bollenhagen. Influence of deformation-induced alpha prime martensite on the crack initiation mechanism in a metastable austenitic steel in the hcf and vhc regime. In *ICF13*, 2013.
- [258] SK Varma, J Kalyanam, LE Murk, and V Srinivas. Effect of grain size on deformation-induced martensite formation in 304 and 316 stainless steels during room temperature tensile testing. *Journal of materials science letters*, 13(2) :107–111, 1994.
- [259] YM Wang, AV Hamza, and E Ma. Activation volume and density of mobile dislocations in plastically deforming nanocrystalline ni. *Applied Physics Letters*, 86(24) :241917, 2005.
- [260] J Manjanna, Y Kamada, S Kobayashi, S Takahashi, and H Kikuchi. Ferromagnetic fraction and exchange anisotropy in sus 316ln austenitic stainless steel due to strain-induced deformation. *Journal of Applied Physics*, 103(7) :07E713, 2008.



- [261] J Manjanna, S Kobayashi, Y Kamada, S Takahashi, and H Kikuchi. Martensitic transformation in sus 316ln austenitic stainless steel at rt. *Journal of materials science*, 43(8) :2659–2665, 2008.
- [262] K Sipos, L Remy, and A Pineau. Influence of austenite predeformation on mechanical properties and strain-induced martensitic transformations of a high manganese steel. *Metallurgical Transactions A*, 7(5) :857–864, 1976.
- [263] EC Bain and NY Dunkirk. The nature of martensite. *trans. AIME*, 70(1) :25–47, 1924.
- [264] SR Kappaganthu and Y Sun. Formation of an mn-type cubic nitride phase in reactively sputtered stainless steel-nitrogen films. *Journal of crystal growth*, 267(1-2) :385–393, 2004.
- [265] K Fleischer, D Caffrey, L Farrell, E Norton, D Mullarkey, E Arca, and Shvets. Raman spectra of p-type transparent semiconducting cr2o3 : Mg. *Thin Solid Films*, 594 :245–249, 2015.
- [266] GR Hearne, J Zhao, AM Dawe, V Pishedda, Malik Maaza, MK Nieuwoudt, P Kibasomba, O Nemraoui, JD Comins, and MJ Witcomb. Effect of grain size on structural transitions in anatase ti o 2 : A raman spectroscopy study at high pressure. *Physical Review B*, 70(13) :134102, 2004.
- [267] IA Alhomoudi and G Newaz. Residual stresses and raman shift relation in anatase tio2 thin film. *Thin Solid Films*, 517(15) :4372–4378, 2009.
- [268] Yu Cao and Mats Norell. Role of nitrogen uptake during the oxidation of 304l and 904l austenitic stainless steels. *Oxidation of metals*, 80(5-6) :479–491, 2013.
- [269] Mathieu Marquer. *Étude comparative du comportement tribologique de revêtements frottant à grande vitesse sur un alliage de titane : CoCrAlYSiBN, CuNiIn et MAO*. PhD thesis, 2015.
- [270] L Dong, GX Chen, MH Zhu, and ZR Zhou. Wear mechanism of aluminum–stainless steel composite conductor rail sliding against collector shoe with electric current. *Wear*, 263(1-6) :598–603, 2007.
- [271] <https://www.jindalstainless.com/ss-auto-transport.php>.

- [272] Matthias Scherge, Roman Böttcher, Mike Richter, and Udo Gurgel. High-speed ice friction experiments under lab conditions : on the influence of speed and normal force. *ISRN Tribology*, 2013, 2012.
- [273] P Snelgrove. Stainless steel automotive and transport developments. international stainless steel forum, 2012.
- [274] Matthias Scherge, Roman Böttcher, Alberto Spagni, and Diego Marchetto. High-speed measurements of steel-ice friction : Experiment vs. calculation. *Lubricants*, 6(1) :26, 2018.
- [275] H Uetz and J Föhl. Wear as an energy transformation process. *Wear*, 49(2) :253–264, 1978.
- [276] Frank Philip Bowden and FH Thomas. The surface temperature of sliding solids. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, 223(1152) :29–40, 1954.
- [277] Mathieu Marquer, Sylvain Philippon, Laurent Faure, Guillaume Chassaing, Joffrey Tardelli, and Karim Demmou. Influence of two aps coatings on the high-speed tribological behavior of a contact between titanium alloys. *Tribology International*, 136 :13–22, 2019.

# Table des figures

1	Présentation des différents chapitres du présent manuscrit. . . . .	12
2	Schéma de répartition des rôles dans le projet de thèse. . . . .	13
1.1	Statistiques issues de la base de données "Web of Knowledge" pour la période 1996-2019 des articles comportant les termes « surface texturing » (a) et exemples de surfaces structurées présentes dans la nature [1] (b). . .	18
1.2	Photographie de serpent Californien (a); Micrographie MEB de la partie ventrale de la peau de serpent (b); Micrographie MEB d'une surface de polymère microstructuré reproduisant les microstructures de la peau de serpent (c). Image 3D : peau de serpent (d) et surface structurée (e) [16]. .	20
1.3	Exemples de surfaces structurées appliquées dans les industries de transport [1]. . . . .	21
1.4	Images MEB de surfaces en polymère (PEEK : polyétheréthercétone) traitées au laser de longueur d'onde 1 064 nm (a), 532 nm (b), (c) : surface non traitée laser. Encarts : images optiques de gouttes d'eau déposées sur les surfaces correspondantes. $\theta_c$ est l'angle de contact de la goutte [26]. . .	22
1.5	Principaux marchés consommateurs d'acier à l'échelle mondiale [31]. . . . .	23
1.6	Diagramme de Schaeffler (a) illustrant les familles d'aciers inoxydables en fonction de la teneur en nickel et en chrome [32] et les structures cristallines (b) correspondant à l'austénite, ferrite et martensite [33]. . . . .	24
1.7	Diffractogramme obtenu sur un échantillon de l'acier 316 LM non traité (a) et image prise au microscope optique de la surface après attaque à l'acide oxalique (b). . . . .	25
1.8	Méthodes de fabrication des surfaces structurées aux différentes échelles [43].	26
1.9	Exemples de surfaces structurées : par usinage [48](a) et par grénailage [44](b). . . . .	27

1.10	Schéma du principe de fonctionnement de la structuration de surface au laser (LST) [26] (a) et effets de différents régimes d'impulsions laser sur l'ablation de matériaux [64] (b). . . . .	29
1.11	Exemples de surfaces de l'acier AISI 316L structurées à partir du procédé SLM [73]. . . . .	30
1.12	Différents types de plasma : plasma naturel (aurores boréales [77] (a) et plasmas de laboratoire (décharge micro-onde dans l'hélium à la pression atmosphérique [93](b), plasma d'argon produit à basse pression à l'aide de rayons microondes (c) [94]. . . . .	31
1.13	Image 3D prise par profilométrie interférométrique de la surface d'un acier AISI 316L structurée par nitruration sélective à travers un masque [69]. . .	32
1.14	Mise en évidence de gravures isotropes et anisotropes (a) [102] et de l'efficacité des gravures réactives (RIE) sur substrat de silicium en plasma $XeF_2$ et ions $Ar^+$ (b) [82]. . . . .	33
1.15	Photo du réacteur MDECR de l'IJL utilisé pour la réalisation des gravures sur substrats en acier AISI 316LM. . . . .	35
1.16	Schéma du réacteur MDECR (a) et lignes de champs magnétique produites par l'aimant permanent placé en tête de chaque antenne microondes (b) [103].	36
1.17	Schémas du procédé de gravure des substrats en acier AISI 316LM (a) masquage de la surface et (b) aspérités produites. . . . .	36
1.18	Déroulement d'un traitement de gravure. . . . .	37
1.19	Images obtenues par un microscope optique : masque W100-D300 utilisé pour les gravures (a) et surface W100-D300 structurée (b). . . . .	38
1.20	Image de la surface d'un masque côté substrat après 10 heures de gravure (a) et profil 2D d'une zone présentant visuellement une partie sombre (b). .	39
1.21	Profils 2D des surfaces structurées : W240-D120 (a,b) ( $H = 10,40 \mu m$ ), W100-D100 (c) et W100-D300 (d). . . . .	40
2.1	Diagramme présentant le % de perte par frottement mesurées pour une voiture [109]. . . . .	44
2.2	Relief égyptien figurant le transport d'une statue imposante. Egypte, environ 1880 avant JC [117]. . . . .	45

2.3	La distribution des forces lors du frottement (a) et dessin des premiers tribomètres de L.Vinci (1493) [125] (b). . . . .	49
2.4	Différentes configurations de distribution dans la cas de contact plan/plan (a) et bille/plan (b). . . . .	50
2.5	Différentes configurations de tribomètres [129]. . . . .	51
2.6	Schéma de génération et de dissipation de l'énergie générée lors du frottement [130] (a) et courbes interprétant le rôle des composants de frottement sec sur la force de frottement avec augmentation de charge appliquée : $f_{ad}$ et $f_{def}$ [124] (b) et la courbe de l'influence de surface de contact sur le coefficient de frottement [132]. . . . .	53
2.7	Niveau d'usure en fonction de la durée d'utilisation [135] et différents types d'usure en fonction des propriétés des matériaux (b). . . . .	54
2.8	Schéma d'un profil de surface métallique réelle [140] (a) et les paramètres de la rugosité de surface [141] (b). . . . .	56
2.9	Schéma de contact déterminant la différence entre surface apparente de contact $S_{app}$ et surface réelle de contact $S_r$ entre deux corps [142]. . . . .	57
2.10	Illustration de profil de surface de contact réelle (a) et une zone d'influence locale de la pression de Hertz (b) [143, 144]. . . . .	58
2.11	Différences entre la macrotribologie (conventionnelle), la microtribologie et la nanotribologie [146]. . . . .	59
2.12	Surfaces d'acier structurées à différentes densités de motifs après les essais de frottement lubrifié (lubrifiant PAO4 + substance des nanoparticules) contre une bille d'alumine (a) [156] et un courbe de Stribeck des régimes de lubrification (b) [157]. . . . .	61
2.13	Cartographie topographique des surfaces d'alliage d'aluminium structurées avec des aspérités linéaires après une coupe à sec [158]. . . . .	62
2.14	Valeurs expérimentales du coefficient de frottement sur l'acier 316 obtenues sur différents tribomètres [145, 153, 155, 160–167]. . . . .	64
2.15	Schéma d'un tribomètre "Pion sur disque" [168] (a) et photos du tribomètre Anton Paar utilisé dans ce travail (b). . . . .	66

---

2.16	Schéma de la bille d'alumine et d'un échantillon structuré avec des pistes de frottement. . . . .	66
2.17	Schéma de contact bille sur plan à l'échelle macroscopique et mesoscopique.	67
2.18	Schéma déterminant la longueur de glissement réelle (intégralité de W) - grâce au nombre d'aspérités en contact le long de la piste d'usure des surfaces structurées. . . . .	68
2.19	Évolution du coefficient de frottement (a) pour des essais avec les différentes fréquences de mouvement 0,1-1,5 Hz sur la surface de l'échantillon et (b) pour des essais de frottement avec différentes charges de 1, 3 et 5 N pour une fréquence de 0,1 Hz. . . . .	70
2.20	Extrait d'un coefficient de frottement instantané (charge 5 N, 0,1 Hz), enregistré lors de frottement sur la surface W100-D300 nitrurée (3 <sup>e</sup> cycle) dans la partie centrale de la piste de frottement W100-D300 (a) et profile d'une surface W100-D300 (b). . . . .	70
2.21	Évolution du coefficient de frottement moyen en fonction du nombre de cycles sur des surfaces structurées en configuration W240-D120 ayant des aspérités de hauteur 10 et 40 $\mu\text{m}$ . Comparaison avec une surface en acier AISI 316LM polie ( $h = 0 \mu\text{m}$ ) et (b) évolution du coefficient de frottement instantané pendant le 15 <sup>ème</sup> cycle de glissement (hauteur des aspérités de 10 $\mu\text{m}$ ). . . . .	72
2.22	Image de la piste d'usure de l'échantillon uniquement poli (0.1 Hz, 5N, 500 cycles) réalisée en microscope optique (a) profilométrie optique (b,c). . . .	73
2.23	Images optiques des pistes d'usure des surfaces W240-D120 dans les différentes périodes de glissement, identifiées sur les courbes de la figure 2.21 : période 1 (a), période 2 (b), période 3 (c). . . . .	74
2.24	Image 3D (obtenue par un profilomètre interférométrique SMART WLI) de la surface après 10 cycles de frottement sous une charge de 5 N pour l'échantillon W100-D100 uniquement structuré. . . . .	74

3.1	Résultat d'un traitement de nitruration assistée par un plasma diode de 4 h. à 420 °C dans un mélange 90 N% <sub>2</sub> - 10 H% <sub>2</sub> à 200 Pa sur AISI 316L : cliché de diffraction des rayons X (D8 Discover Co K $\alpha$ )(a), profil de diffusion en azote et en carbone obtenus par SNMS et (c) coupe métallographique observée en MEB. Les lignes verticales correspondent aux épaisseurs minimale et maximale mesurées par MEB [185]. . . . .	79
3.2	Schéma représentant différentes valeurs de coefficients de frottement pour les vitesses correspondantes (résultats de recherche bibliographique sur le frottement des aciers 316L nitrurés en plasma) [191–199]. . . . .	80
3.3	Schéma de déroulement d'un traitement de nitruration. . . . .	82
3.4	Résultats du test de dureté des échantillons obtenus par nitruration obtenus dans différents mélanges sous différentes charges (a) et diagrammes de diffraction des échantillons (Cu K $\alpha$ ) obtenus avec nitruration dans les mélanges 70 N <sub>2</sub> - 30 H <sub>2</sub> , 80 N <sub>2</sub> - 20 H <sub>2</sub> et 90 N <sub>2</sub> - 10 H <sub>2</sub> par rapport à l'échantillon non traité (b). . . . .	82
3.5	Profils de concentration en azote pour des échantillons nitrurés dans un mélange de 80 N <sub>2</sub> - 20 H <sub>2</sub> , 400 °C, - 50 V, mesurés à l'aide de technique SDL (a) et l'image optique de la coupe transverse de cette surface (b). . . .	85
3.6	Coefficient de frottement moyen pour un essais de frottement sur un échantillon simplement nitruré (a) et profil comparatif de trace d'usure sur la surface non nitrurée (après 200 cycles) et nitrurée (b) et image optique de la piste d'usure sur la surface nitrurée après 1000 cycles de frottement (c). . . .	86
3.7	Images MEB de la vue de dessus sur la surface nitrurée, après 1000 cycles de frottement sous une charge de 5 N, contre la bille d'alumine : x125 (a) et x2950 (b). . . . .	86
3.8	Images optiques obtenus sur les billes d'alumine après 500 cycles de frottement contre la surface non non-nitrurée (a) et après 1000 cycles contre la surface nitrurée (b). . . . .	87

3.9	Représentation schématique des étapes du traitement Duplex appliqué aux substrats en acier AISI 316 LM dans le réacteur MDECR : (a) structuration à travers un masque, (b) nettoyage et activation de la surface, (c) nitruration (D : distance entre deux aspérités ; W : largeur des aspérités ; H : hauteur des aspérités). . . . .	88
3.10	Profils 2D des surfaces structurées : échantillon W100-D100 non nitruré (a), échantillon W100-D100 duplex (b), échantillon W100-D300 non nitruré (c), échantillon W100-D300 Duplex (d). . . . .	90
3.11	Coupe transversale des échantillons W100-D100 (a) Duplex et W100-D300 (b,c) obtenu à l'aide d'un microscope optique. . . . .	90
3.12	Images MEB des aspérités duplex W100-D100 (a) et W100-D300 (b). . . .	91
3.13	Image MEB d'une zone de prélèvement d'une lame en section transversale (a), image MEB de l'une des étapes d'extraction de la lame (b), image MEB d'une lame mince en cours d'amincissement (c). . . . .	92
3.14	Image STEM-BF de la lame FIB prélevée sur l'échantillon W100-D100 non frotté (a), détail de la surface de l'échantillon (image STEM-BF) (b), image STEM-BF de la lame FIB prélevée sur l'échantillon W100-D300 non frotté (c), détail de la surface de l'échantillon (image STEM-BF) (d). . . . .	94
3.15	Cartographie des éléments en STEM-EDS (échantillon W100-D100) avec le fer en bleu, le nickel en vert et le chrome en rouge (a), image STEM-HAADF avec répartition des éléments dans l'échantillon W100-D100 (b). . . . .	95
3.16	Cartographie des éléments en STEM-EDS (échantillon W100-D300) avec le fer en bleu, l'azote en vert et le chrome en rouge (a), image STEM-HAADF avec répartition des éléments dans l'échantillon W100-D300 (b). . . . .	95
3.17	Profils de composition d'azote obtenus en STEM-EDS pour les échantillons W100-D100 et W100-D300. . . . .	97
3.18	Cliché expérimental de diffraction des électrons pour l'échantillon W100D300 (a), cliché de diffraction théorique de austénite orientée $\langle 101 \rangle$ (b). . . . .	97



3.19	Cliché expérimental de diffraction des électrons pour l'échantillon W100D100 à une profondeur supérieure à 5 $\mu\text{m}$ (a), cliché de diffraction théorique du Fe4N orientée $\langle 101 \rangle$ (b), cliché expérimental de diffraction des électrons à une profondeur inférieure à 5 $\mu\text{m}$ (c), image MET en champ sombre obtenue sur le spot de diffraction 010 de la figure 3.19c (d). . . . .	98
3.20	Représentation schématique des mécanismes de piégeage des lubrifiants (a) et des débris d'usure par une surface structurée, soumis au frottement (b) [195]. . . . .	99
3.21	Installation du tribomètre (a) et photo de la bille en contact avec la surface Duplex W100-D300, obtenu en utilisant l'appareil Canon D500 avec un objectif macro 100 mm, installé à coté de tribomètre (avec sensibilité - 1600 ISO, F/4,5 ouverture, 1/2500 sec vitesse) (b). . . . .	101
3.22	Images enregistrées avant l'essai de frottement et schéma correspondant de trois positions différentes de la bille : au sommet de l'aspérité (a, d), entre deux aspérités (b, e) et au bord d'une aspérité (c, f), (où h - profondeur de descente de la bille, D/2 - moitié de la distance entre les aspérités, R - rayon de la bille). . . . .	102
3.23	Cartes topographiques de surfaces (sans nettoyage), après 10 cycles de glissement sur des échantillons W100-D300D : non nitruré (a) et nitruré (b). . . . .	103
3.24	Profils 2D des surfaces Duplex avant et après frottement : W100-D100 (a) et W100-D300 (b). . . . .	104
3.25	Résultats des essais de frottement de 10 cycles de glissement de bille d'alumine contre les surfaces Duplex. . . . .	105
3.26	Coefficients de frottement moyens pour 1000 cycles de glissement de bille d'alumine contre les surfaces Duplex (a) et coefficients de frottement locaux en fonction du positionnement linéaire de la bille au 500e cycle de glissement (b). . . . .	106
3.27	Images optiques faites après 1000 cycles de glissement sur des surfaces traitées : uniquement nitrurée (a), W100-D100 (b,d), W100-D300 (c,e). Les formes rectangulaires à l'intérieur et à l'extérieur des pistes indiquent la zone sélectionnée pour les profils présentés à la figure 3.28. . . . .	108

3.28	Profils des surfaces Duplex avant et après frottement, dans le sens du glissement de la bille après 1000 cycles de frottement : W100-D100 (a) et W100-D300 (b). . . . .	109
3.29	Profils des surfaces Duplex dans les traces d'usure dans la direction perpendiculaire au sens du glissement : W100-D100 (a) et W100-D300 (b). . .	110
3.30	Images optiques faites après 5000 cycles de glissement sur des surfaces traitées : uniquement nitrurée (a), W100-D100, W100-D300 (a) (les formes rectangulaires à l'intérieur et à l'extérieur des pistes indiquent les zones sélectionnées pour les profils présentés à la figure 3.31) et le profil prise à la surface W100-D300 sur l'extrémité de la piste d'usure (b). . . . .	111
3.31	Profils des surfaces Duplex avant et après frottement, dans le sens du glissement de la bille après 5000 cycles de frottement : W100-D100 (a) et W100-D300 (b). . . . .	112
3.32	Images optiques de surfaces à motifs usés en acier AISI 316L. a)W100-D100 après 1000 cycles de glissement. b) W100-D300 après 1000 cycles de glissement. . . . .	112
3.33	Schéma de détection d'usure des aspérités de surfaces Duplex par la superposition des aspérités avant et après frottement (a) et la différence des volumes (b). . . . .	114
3.34	Diagrammes comparatifs d'usure volumique apparente locale (a) et totale (b) pour les surfaces W100-D100 et W100-D300 après 10, 1000 et 5000 cycles de frottement. . . . .	114
3.35	Images MEB de la vue de dessus sur la surface d'aspérité usée : échantillon W100-D100 (a,b) et échantillon W100-D300 (c,d). . . . .	116
3.36	Images MEB de la vue de dessus sur la surface d'aspérité usée d'échantillon W100-D300 après 5000 cycles (bord de piste) dont le profil est présenté sur la figure. . . . .	117
3.37	Scénario d'usure proposé pour les surfaces Duplex. . . . .	117
3.38	images optiques obtenus sur les billes d'alumine après 1000 cycles de frottement sur surface nitruré (a,d), surface W100-D100 (b,e) et W100-D300 (c,f). . . . .	118

3.39	Photographie optique de la bille soumise au frottement contre l'échantillon W100-D300 (a) et sa profil de surface (b). . . . .	119
3.40	Profil 2D (en bout de piste) de la surface Duplex W100-D300 après 1000 cycles de frottement (a) et photo de bille en contact avec la surface dans l'endroit correspondant (b). . . . .	120
3.41	Contact bille/aspérité : vue de face (a), vue latérale (b) et vue de dessous (c). . . . .	121
3.42	MEB images x134 (a), x5.66K (b), x13000(c) de la vue de dessus sur la surface de la bille usée après avoir frotté contre la surface du W100-D300 Duplex . . . . .	122
3.43	Cartographie EDS de la répartition du fer (a) et du chrome (b) de l'aluminium (c) sur la surface de la bille usée après l'essai contre l'échantillon Duplex W100-D300 pendant 1000 cycles. . . . .	122
3.44	Produits d'usure recueillis sur la surface d'une bille en alumine en contact avec la surface W100-D300 pendant 1000 cycles de frottement . . . . .	123
3.45	Profil de distribution des éléments chimiques EDS sur la surface de la poudre collectée depuis la bille sur la pastille de carbone. . . . .	123
4.1	Les mécanismes d'usure principaux : (a) adhésive, (b) abrasive, (d) fatigue et (c) corrosive [215]. . . . .	128
4.2	Schémas du modèle d'usure du $Ti_3AlC_2$ glissant contre du $SiC$ à 25-400°C et 600-1000°C dans l'air [232] (a) et schéma de stabilisation de tribofilms en fonction du temps frottement (un morceau de craie est frotté à basse vitesse contre un disque plat en verre dépoli) [201, 233] (b). . . . .	132
4.3	Démonstration de la formation d'un tribofilm et des débris d'usure lors de frottement de la bille d'alumine (5 N, 0,1 m/s) sur une surface TiAlN/VN [171]. . . . .	133
4.4	Schéma de la bille sur la piste de contact avec la zone de surface de contact [235] (a) et différentes configurations de contact entre solides [236] (b). . .	134

4.5	Formules générales pour les systèmes en contact où $E$ représente le module d'élasticité longitudinal, $\nu$ le coefficient de Poisson, $d$ le diamètre, $L$ la longueur du cylindre, $\xi_0$ la position de la contrainte maximale en profondeur de surface [237]. . . . .	135
4.6	Différence de distribution de pression de contact et des champs de contraintes entre la surface d'aciers : lisse (a, c) et rugueux (b, d). Lubrification plasto-elastohydrodynamique est utilisé dans les deux cas de contact [239]. . . . .	136
4.7	Mesure des rayons de courbure pour l'échantillon W100-D300 à motifs après 1000 cycles de glissement dans les directions transversale (a) et longitudinale (b) par rapport à la direction de glissement. . . . .	138
4.8	Représentation schématique de la configuration géométrique du contact dans les positions basse et haute. . . . .	139
4.9	Trajectoires du centre de gravité de la bille pour les 2 espacements testés. . . . .	139
4.10	Profil de vitesse nominale de glissement au cours d'un cycle de frottement. . . . .	140
4.11	Schéma de répartition des débris entre les aspérités de surfaces Duplex. . . . .	142
4.12	Images MEB obtenues dans la section transversale de la piste d'usure (voir l'insert pour la vue d'observation sur l'échantillon W100-D100) après 1000 cycles de frottement sur l'échantillon W100-D100(a) et W100-D300(b). . . . .	143
4.13	Cartographie EDX de la distribution d'oxygène et d'aluminium et vue sur les surfaces Duplex usées pour la configuration W100-D100 (a, b, c) et pour la configuration W100-D300 (d, e, f). . . . .	145
4.14	Images MEB montrant la localisation du prélèvement de la lame mince sur la surface de l'échantillon W100-D100 x250 (a) et x2000 (b). . . . .	146
4.15	Image STEM-BF de la lame W100-D100 frottée(a) et image STEM-HAADF du tribofilm détecté (zone 1) sur la surface W100-D100 frottée (b). . . . .	146
4.16	Cartographies des éléments sur la surface de l'échantillon W100-D100, après 1000 cycles de frottement contre la bille d'aluminium. (a) cartographie superposant les éléments suivants : oxygène (b), azote (c) et fer (d) (zone 1, définie la figure 4.15). . . . .	147

4.17	Profils de répartition des éléments sur la surface W100-D100 sur la profondeur de 50 nm (la miniature représente la zone de l'analyse sur la carte de distribution d'oxygène) (a) et la composition chimique ponctuelle (at%) du tribofilm (b). . . . .	148
4.18	Micrographie MET haute résolution (a) et sa transformée de Fourier (b), observés au sein du tribofilm sur l'échantillon W100-D100 après 1000 cycles de frottement contre une bille en alumine. . . . .	149
4.19	Micrographies MET (a,b) champ clair et (c) en champ sombre $g = 0\ 0\ -2$ et cliché de diffraction des électrons en aire sélectionnée associé, observés dans la zone 1 définie la figure 4.15 à environ $2\ \mu\text{m}$ de profondeur. . . . .	149
4.20	Micrographies MET et clichés de diffraction des électrons en aire sélectionnée, observés dans la zone 2 définie la figure 4.15 à environ $2\ \mu\text{m}$ de profondeur. Mise en évidence des macles mécaniques : cliché de diffraction (b) et champ sombre $g = 1\ 1\ 1$ (c). . . . .	150
4.21	Image STEM-BF de la lame mince prélevée sur l'échantillon W100-D100 (a-haut) avec une coupe transversale observée au MEB, de la couche frottée (a-bas) et tribofilms détectés par STEM sur la surface W100-D300 frottée dans les zones 1 et 2 (b) . . . . .	151
4.22	Cartographies des éléments obtenue par STEM-EDS sur la surface de l'échantillon W100-D300 après 1000 cycles de frottement contre la bille d'alumine (zone 2), (a) cartographie où sont superposés les éléments suivants : oxygène (b), azote (c) et fer (d). . . . .	153
4.23	Cartographies des éléments obtenue par STEM-EDS sur la surface de l'échantillon W100-D300 après 1000 cycles de frottement contre la bille d'alumine (zone 1), (a) cartographie où sont superposés les éléments suivants : oxygène (b), aluminium (c) et fer (d). . . . .	154
4.24	Images STEM-HAADF prise sur la surface frottée de l'échantillon W100-D300 dans la partie couverte par la couche de nitruration (a) et dans la partie non nitrurée (b) . . . . .	155
4.25	Profils de répartition des éléments sur la surface W100-D300 dans la zone 1-(a) et 2-(b). . . . .	156

4.26	Micrographie MET haute résolution (a) et sa transformée de Fourier (b), observé au sein du tribofilm sur l'échantillon W100-D300 après 1000 cycles de frottement contre une bille en alumine . . . . .	157
4.27	Micrographies MET (a), trace de plans de glissement (c) et clichés de diffraction des électrons dans les zones 1 (b,d) et 2 (e), respectivement (zone 1 de l'échantillon W100-D300). . . . .	158
4.28	Micrographies MET des martensite $\alpha'$ (a) et martensite $\epsilon$ (c) et clichés de diffraction correspondant (b,d), obtenues sur la surface ne présentant pas de couche nitrurée. . . . .	159
4.29	Schéma de la zone des mesures DRX sur la piste du frottement W100-D300 Duplex après 1000 cycles. . . . .	161
4.30	Diffraction des rayons X (D8 Discover Co $K\alpha$ ) sur la partie nitrurée de la surface structurée de type W100-D300. Le diamètre du faisceau est de 300 $\mu\text{m}$ : Les clichés de diffraction des rayons X ont été mesurés à différentes positions espacées de 100 $\mu\text{m}$ sur l'échantillon et sont repérés à l'aide de nombres entiers (1 à 30) : représentation en 3D (a), représentation superposée (b) et représentation à la suite les uns des autres (c). . . . .	161
4.31	Diffraction des rayons X (D8 Discover Co $K\alpha$ ) sur la partie nitrurée et frottée de la surface structurée de type W100-D300. Le diamètre du faisceau est de 300 $\mu\text{m}$ : Les clichés de diffraction des rayons X ont été mesurés à différentes positions espacées de 100 $\mu\text{m}$ sur l'échantillon et sont repérés à l'aide de nombres entiers (1 à 30) : représentation superposée des 5 premières mesures (a), représentation en 3D (b) et représentation à la suite les uns des autres (c). . . . .	163
4.32	Diffraction des rayons X (D8 Discover Co $K\alpha$ ) sur la partie nitrurée et frottée de la surface structurée de type W100-D300 (a) représentation superposée des mesures 5 à 10 et (b) représentation superposée des mesures 10 à 14. . . . .	164
4.33	Schéma de décomposition de matrice sur les spectres et les cartographies associées (Multivariate Curve Resolution, ang). . . . .	165

4.34	Image optique obtenue en utilisant un spectroscope Raman avec zone d'analyse de l'échantillon Duplex W100-D100 après 1000 cycles de frottement (a) et intégralité des spectres Raman obtenus (b). . . . .	167
4.35	Cartes MCR des distributions des oxydes sur la surface d'une aspérité W100-D100 frottée : $Cr_2O_3$ (a), $\alpha-Fe_2O_3$ (ou $FeO$ ) (b), $\gamma-Fe_2O_3$ (c), $Fe_3O_4$ (d). . . . .	168
4.36	Spectres Raman résolus par la procédure MCR : $Cr_2O_3$ (a), $\alpha Fe_2O_3$ ou $FeO$ (b), $\gamma - Fe_2O_3$ (c), $Fe_3O_4$ (d). . . . .	169
4.37	Évolution du coefficient de frottement après glissement sur les échantillons Duplex avec : nettoyage de la bille, nettoyage de la piste d'usure ou nettoyage de la bille et de la piste après 500 cycles : pour la configuration W100-D100 (a,c) et pour la configuration W100-D300 (b,d). . . . .	172
5.1	Représentation schématique du processus de frottement de la bille d'alumine contre la surface Duplex W100-D100. . . . .	178
5.2	Représentation schématique du processus de frottement de la bille d'alumine contre la surface Duplex W100-D300. . . . .	179
5.3	Schéma du banc balistique utilisé pour les essais à grande vitesse [118]. . .	183
5.4	Photographie du tribomètre utilisé avec des pièces en positionnement initial (avant interaction) [269]. . . . .	183
5.5	Schéma du frottement du glisseur entre deux patins [277] (a) et photographie des patins structurés (b). . . . .	184
5.6	Schéma définissant les surfaces circonscrite (Sc) et la surface apparente (Sa).185	
5.7	Enregistrements des efforts normal et tangentiel lors des essais à grande vitesse à 30 m/s : W100-D100 avec Sa15-P50 (a), W100-D300 avec Sa=7,5-P50 (b), W100-D300 Sa7,5-P29 (c) et seulement nitruré avec Sa30-P100 (d).186	
5.8	Cartographie comparant l'usure par superposition de la surface W100-D300 avant et après frottement à 29 MPa. . . . .	187
5.9	Images optiques des surfaces frottées dans les conditions de grande vitesse : surface nitrurée Sa30-P100 (a), surface W100-D100 Sa15-P50 (b), surfaces W100-D300 : Sa7,5-P29 (c), Sa7,5-P50 (d). . . . .	189

5.10 Images MEB prises sur les surfaces Duplex, frottées à grande vitesse (30 m/s) : W100-D100 Sa15-P50 (a), W100-D300 Sa7,5-P29 (b) et W100-D300 Sa7,5-P50 (c). . . . . 190

5.11 Images optiques des surfaces de glisseur (W100-D100) : avant frottement (a), après frottement (b). . . . . 190

5.12 Schéma représentant différentes valeurs de coefficients de frottement pour les vitesses correspondantes complétant la figure 3.2 avec les résultats obtenus dans le cadre de ce travail. . . . . 191





## Résumés

### Version en français

Dans le cadre de l'amélioration des propriétés de glissement à sec des aciers, des traitements de structuration de surface et de nitruration ont été effectués sur de deux échantillons AISI 316LM Afin de créer des motifs géométriques maîtrisés (plots rectangulaires). Ces motifs ont été obtenus par gravure ionique à travers des masques dans un réacteur à plasma MDECR. Le même dispositif a été utilisé pour le traitement de nitruration à basse température (400 C), en formant les couches d'austénite expansées. Des tests tribologiques ont été effectués par des essais de glissement alternatif à sec (avec une bille d'alumine, sous une charge de 5 N). On a observé tout d'abord que la durabilité des échantillons AISI 316 LM structurés mais non nitrurés avérée très faible. Le motif est complètement détruit après quelques centaines de cycles. Par contre, nous avons constaté une forte réduction de l'usure pour tous les échantillons structurés et nitrurés avec une répartition différente des débris d'usure le long des pistes pour les deux configurations de motifs. Ces débris d'usure se trouvent dans les vallées de la configuration W100-D100 (espacement entre aspérités le plus faible), alors que des quantités négligeables de débris sont observées dans les vallées de la configuration W100-D300. En outre, des accumulations de débris se produisent aux extrémités des pistes d'usure et apparaissent bien plus importante pour la configuration W100-D300. Après nitruration, on constate que le coefficient de frottement (COF) moyen dépend de la configuration des modèles. Le traitement Duplex augmente le COF moyen pour les échantillons W100-D300 et le réduit pour les échantillons W100-D100. Ces résultats sont liées aux mécanismes d'usure qui semblent être différents pour les deux configurations de motifs : avec un mode abrasif pour le W100-D100 et une combinaison de modes abrasif, adhésif, de fatigue et d'oxydation pour le W100-D300. Les pressions de contact hertziennes apparaissent très élevées pour les deux configurations de motifs (de 2,1 à 2,2 GPa pour la configuration W100-D300). En outre, un modèle analytique énergétique montre également que l'énergie mécanique produite lors de l'interaction de la bille contre les bords d'aspérité est plus élevée sur le W100-D300 que sur la configuration W100-D100. Cette étude démontre que la durabilité des surfaces à motifs peut être largement améliorée par un traitement de nitruration. Nos résultats ouvrent également de nouvelles perspectives quant à l'adaptation des propriétés de frottement par une géométrie de motifs appropriée.

### Version en anglais

Within the frame of improving the dry sliding properties of steels, nitriding treatments were conducted on linear strip-like patterns etched in AISI 316LM samples in two configurations: W100-D100 and W100-D300, W being the width of asperity and D the distance between them, in micrometers. Such patterns were obtained by ion etching in a MDECR plasma reactor through masks. The same device was used for the low-temperature nitriding treatment (400 C), which results in expanded austenite layers. Tribological tests were performed by ball-on plane dry reciprocal sliding tests carried out with an alumina ball under a load of 5 N. First of all, the durability of non-nitrided AISI 316 LM patterned samples is shown to be very low. The texture is completely destroyed after a few hundred cycles. We found a strong reduction of wear for all the nitrided textured samples. A different repartition of the wear debris along the tracks between both patterned configurations was revealed. Wear debris are found within the valleys of W100-D100 configuration, whereas negligible quantities of debris are observed in the valleys of W100-D300 configuration. In addition, debris accumulations occur at the tips of the wear tracks. Such accumulation is higher for the W100-D300 configuration. After nitriding, the average  $\mu$  is found to be dependent on the configurations of the patterns. A duplex treatment increases the average  $\mu$  for the W100-D300 samples and reduces it for the W100-D100 ones. These observations are linked to the wear mechanisms appearing to be different for the two patterns configurations: abrasive mode for the W100-D100, combination of abrasive, adhesive, fatigue and oxidation modes for the W100-D300. Hertz pressure based model demonstrates high contact pressures for both patterned configurations (for the W100-D300 configuration to be from 2.1 to 2.2 GPa). Furthermore, energetic model shows that the mechanical energy produced during the interaction of the ball against the asperity edges is higher on W100-D300 than for W100-D100 configuration. Finally, this study demonstrates that the durability of patterned surfaces can be widely improved by a nitriding treatment. Our results also open new perspectives to tailor friction properties by an appropriate patterns geometry.