

THÈSE DE DOCTORAT
DE L'UNIVERSITÉ PSL

Préparée à MINES ParisTech

Mécanismes de formation de 3^{ème} corps et comportements tribologiques de contacts électriques glissants

Formation mechanisms of 3rd body and tribological behaviour of electrical sliding contacts

Thèse confidentielle jusqu'au 31 décembre 2022

Soutenue publiquement par

Manon ISARD

Le 17 Décembre 2019

École doctorale n° 364

Sciences Fondamentales et Appliquées

Spécialité

Mécanique numérique et Matériaux

Composition du jury :

| | |
|--|---|
| Jean DENAPE Professeur ENI Tarbes | <i>Président du jury Rapporteur</i> |
| Clotilde MINFRAY Maîtresse de Conférences, HDR École Centrale de Lyon | <i>Rapporteur</i> |
| Didier LEONARD Professeur Université de Lyon | <i>Examineur</i> |
| Jean-Michel LANOT Directeur R&D Vishay S.A. Nice | <i>Examineur</i> |
| Pierre MONTMITONNET Directeur de Recherches CNRS, HDR MINES Paristech-PSL* | <i>Directeur de thèse</i> |
| Imène LAHOUIJ Chargée de Recherches MINES Paristech-PSL* | <i>Examinatrice</i> |

常に支えてくれた家族へ、
おばあちゃんへ、

« L'expérience ne se trompe jamais, ce sont nos jugements qui se trompent »

Léonard de Vinci

Remerciements

Ce travail de thèse a bénéficié du dispositif CIFRE (Conventions Industrielles de Formation par la Recherche). Il s'inscrit dans le cadre d'une collaboration entre le CEMEF (Centre de Mise en Forme des matériaux) des Mines Paristech de Sophia-Antipolis, et la société Vishay S.A. de Nice, fabricant de composants électriques de haute précision.

Je remercie tout d'abord les directeurs respectifs de mes centres d'accueil, Mme Elisabeth Massoni, directrice du CEMEF et Mr Denis Maugest, directeur général de Vishay France, pour l'accueil chaleureux qui m'a été offert à mon arrivée, et pour l'ambiance bienveillante dans laquelle j'ai pu travailler sereinement pendant ces trois années.

Je suis particulièrement reconnaissante envers les membres de mon jury de thèse pour leur présence malgré les difficultés qui se sont présentées. Je remercie Mr Jean Denape pour avoir accepté le rôle de rapporteur, puis celui de président du jury, Mme Clotilde Minfray pour avoir évalué ces travaux en tant que rapporteur, ainsi que Mr Didier Leonard pour avoir été membre de ce jury. Je vous remercie pour vos remarques constructives qui ont contribué à l'amélioration de ce mémoire.

Je tiens à exprimer ma gratitude envers mes directeurs et encadrant de thèse, pour m'avoir donné l'opportunité de travailler sur ce sujet, en votre compagnie. Merci à Mr Pierre Montmitonnet pour son indispensable support scientifique, son énergie, son humour et sa confiance qu'il a su me communiquer. Merci à Mme Imène Lahouij, pour ses conseils scientifiques et techniques qui ont enrichi ces travaux. Merci à Mr Jean-Michel Lanot, pour son expertise industrielle ainsi que ses nombreux challenges qui ont contribué à me faire grandir pendant ces trois riches années.

Ce travail de thèse a nécessité l'utilisation de nombreuses techniques d'analyse, pour lesquelles le support technique de leurs responsables a été indispensable. Je les remercie tous pour leur disponibilité, leur enthousiasme et leur envie de partager leurs connaissances et leurs expériences. Pour toute l'aide apportée dans cette étude expérimentale, merci donc à :

- Mme Suzanne Jacomet, Mr Alain Burr, Mr Frédéric Georgi, Mr Karim Inal, Mr Christophe Pradille, Mr Gilbert Fiorucci, Mr Francis Fournier, Mr Pierre Ilbizian, Mr Cyrille Collin et Mr Gabriel Monge, responsables des nombreuses techniques de caractérisation de matériaux au sein du CEMEF ;
- Mme Amandine David du laboratoire Tescan à Fuveau, pour la réalisation des échantillons par coupe FIB destinés à l'observation au MET ;
- Mr Philippe Venneguès, pour l'aide apportée pendant l'utilisation et les observations au MET ;
- Mr Pascal Chrétien, du laboratoire Geeps Supélec de Gif-sur-Yvette, sans qui les analyses Résiscope® n'auraient pas pu être réalisées ;

- Mr Sylvain Bertrand, Mr Damien Revol et Mme Nathalie Corsi de la société Vishay S.A., pour le support technique, l'expertise et la réalisation des différents échantillons observés durant ces travaux de thèse.

Enfin, je tiens à saluer l'ensemble de mes collègues au CEMEF et à Vishay S.A., pour leur enthousiasme et leur bonne humeur au quotidien, leur soutien sans faille et leurs encouragements. En essayant de citer tout le monde, je remercie les doctorants du CEMEF, Pierrick, Catheline, Larissa, Yoan et Laura, mes précieux collègues de bureau, Vincent, Romain, Sophie, Lucile, Gerry, Robin, Hanadi, Alexis, Julien, Corentin, Benoît, Alexis ; et je remercie mes collègues de Vishay S.A., Rémy, Herizo, Élise, Robin et Danielle, qui m'ont accueillie à bras ouverts au sein du bureau d'étude capteurs, Charlotte, Anthony, Yves, Jean-Marc, Sophie et Héléna.

Je n'oublie évidemment pas l'ensemble de mes proches, famille et amis, qui ont et auront toujours une place particulière dans tout ce que j'entreprends. Merci à eux ; ils se reconnaîtront aisément.

Sommaire général

| | |
|--|-----------|
| Notations | 1 |
| Introduction générale | 5 |
| 1 État de l'Art..... | 9 |
| 1.1 Introduction | 12 |
| 1.2 Mécanismes d'usure habituellement observés dans les contacts électriques..... | 13 |
| 1.2.1 Généralités sur les contacts statiques ou glissants..... | 13 |
| 1.2.2 L'usure dans les contacts électriques..... | 15 |
| 1.2.3 Impact du type de sollicitations mécaniques sur les contacts électriques | 17 |
| 1.2.3.1 Impact des grands glissements | 17 |
| 1.2.3.2 Impact des vibrations de type fretting | 18 |
| 1.2.3.3 Impact combiné de grands glissements et de vibrations | 20 |
| 1.2.4 Impact de l'environnement sur les contacts électriques | 21 |
| 1.2.5 Impact du courant électrique sur les contacts électriques..... | 22 |
| 1.2.5.1 Cas de l'électromigration | 24 |
| 1.2.5.2 Cas des arcs électriques..... | 24 |
| 1.2.6 Origines du bruit électrique | 25 |
| 1.3 Mécanismes d'usure usuels | 26 |
| 1.3.1 Abrasion..... | 27 |
| 1.3.2 Adhésion..... | 30 |
| 1.3.3 Effets combinés abrasion – adhésion..... | 32 |
| 1.3.4 Cas des usures de couples métal - polymère | 32 |
| 1.3.4.1 Comportements tribologiques spécifiques dus à la réponse mécanique de polymères..... | 33 |
| 1.3.4.2 Effets des conditions de sollicitation sur les réponses mécaniques de polymères | 36 |
| 1.3.4.3 Phénomènes de transfert sous l'effet de charges électriques | 38 |
| 1.4 Transformation de surface sous l'effet du frottement et de l'usure | 39 |
| 1.4.1 Transformations microstructurales et déformations plastiques | 40 |
| 1.4.2 Procédés de déformations plastiques sévères | 41 |
| 1.4.3 Traitements de transformations tribologiques superficielles..... | 42 |
| 1.5 Rôle du troisième corps dans un contact tribologique..... | 44 |
| 1.5.1 Le triplet tribologique | 45 |
| 1.5.2 Le troisième corps | 46 |
| 1.5.2.1 Formation d'un troisième corps favorisant l'usure | 47 |
| 1.5.2.2 Formation d'un troisième corps à caractère protecteur..... | 47 |
| 1.6 Rôle de la lubrification..... | 48 |

| | |
|---|-----------|
| 1.6.1 Régimes de lubrification..... | 49 |
| 1.6.2 Formation d'un film de lubrifiant dans un contact plan-plan..... | 50 |
| 1.6.2.1 Lubrification de contact plan-plan sans déformation significative des surfaces..... | 51 |
| 1.6.2.2 Lubrification de contact plan-plan avec déformation significative des surfaces..... | 52 |
| 1.6.3 Un régime de lubrification adapté à l'application électrique..... | 53 |
| 1.6.3.1 Régime de lubrification limite..... | 54 |
| 1.6.3.2 Impact de la formation d'un film de lubrifiant sur les propriétés électriques d'un contact..... | 56 |
| 1.6.3.3 Apport d'une surface texturée dans le comportement tribologique du contact..... | 57 |
| 1.6.4 Types de lubrifiant et caractéristiques..... | 60 |
| 1.6.5 Caractéristiques des graisses..... | 61 |
| 1.6.5.1 Composition typique d'une graisse..... | 61 |
| 1.6.5.2 Comportement tribologique typique d'une graisse..... | 63 |
| 1.6.6 Graisses épaissies avec des organiques..... | 65 |
| 1.6.6.1 Huiles silicone..... | 65 |
| 1.6.6.2 Huiles PFPE..... | 67 |
| 1.6.6.3 Comportement de l'épaississant PTFE dans la graisse..... | 68 |
| 1.6.7 Graisses épaissies aux savons..... | 72 |
| 1.6.7.1 Huiles PAO..... | 72 |
| 1.6.7.2 Épaississant savon complexe de lithium..... | 72 |
| 1.6.8 Vieillessement des graisses..... | 74 |
| 1.7 Conclusion..... | 75 |
| | |
| 2 Matériaux & Démarche expérimentale..... | 77 |
| 2.1 Introduction..... | 80 |
| 2.2 Configuration et principe des capteurs..... | 80 |
| 2.2.1 Configuration du rhéostat..... | 81 |
| 2.2.1.1 Schéma électrique du rhéostat..... | 81 |
| 2.2.1.2 Matériaux dans le rhéostat..... | 83 |
| 2.2.1.2.1 Piste NiCr..... | 83 |
| 2.2.1.2.2 L'alliage de NiCr..... | 85 |
| 2.2.1.2.3 Curseur AgPdCu..... | 88 |
| 2.2.1.2.4 Graisse utilisée dans le rhéostat..... | 89 |
| 2.2.2 Configuration du potentiomètre..... | 90 |
| 2.2.2.1 Schéma électrique du potentiomètre..... | 90 |
| 2.2.2.2 Matériaux dans le potentiomètre..... | 91 |
| 2.2.2.2.1 Piste polymère chargée carbone..... | 91 |
| 2.2.2.2.2 Le polymère chargé carbone..... | 92 |
| 2.2.2.2.3 Curseur AgPdCu..... | 93 |
| 2.2.2.2.4 Graisse utilisée dans le potentiomètre..... | 94 |
| 2.2.3 Autres lubrifiants utilisés durant les travaux de thèse..... | 94 |
| 2.2.3.1 Description de tous les lubrifiants..... | 94 |
| 2.2.3.2 Vieillessement des lubrifiants..... | 95 |

| | |
|---|------------|
| 2.3 Démarche expérimentale | 96 |
| 2.3.1 Moyens expérimentaux spécifiques..... | 96 |
| 2.3.1.1 Simulation de contacts réels..... | 96 |
| 2.3.1.1.1 Cas du rhéostat..... | 97 |
| 2.3.1.1.2 Cas du potentiomètre | 98 |
| 2.3.1.2 Simulation du frottement à l'échelle laboratoire..... | 99 |
| 2.3.1.3 Simulation en température | 100 |
| 2.3.1.3.1 Variation de température combinée avec les essais d'endurance sur les capteurs | 100 |
| 2.3.1.3.2 Tests de vieillissement sur les lubrifiants | 101 |
| 2.3.2 Analyse des surfaces frottées..... | 101 |
| 2.3.2.1 Mesures électriques..... | 102 |
| 2.3.2.1.1 Résistance de contact | 102 |
| 2.3.2.1.2 Résiscope® couplé à la Microscopie à Force Atomique..... | 103 |
| 2.3.2.2 Analyses topographiques | 104 |
| 2.3.2.2.1 Rugosimétrie optique..... | 105 |
| 2.3.2.2.2 Microscopie optique | 105 |
| 2.3.2.2.3 Microscopie Électronique à Balayage (MEB)..... | 106 |
| 2.3.2.2.4 Microscopie Électronique à Transmission (MET)..... | 108 |
| 2.3.2.3 Analyses chimiques..... | 109 |
| 2.3.2.3.1 Analyse Dispersive des Rayons X (EDX) | 109 |
| 2.3.2.3.2 Spectroscopie Photoélectronique de Rayons X (XPS) | 111 |
| 2.3.2.3.3 Spectroscopie Infra-Rouge (IR)..... | 112 |
| 2.3.2.4 Caractérisation mécanique et structurale des matériaux | 112 |
| 2.3.2.4.1 Essais d'adhérence..... | 112 |
| 2.3.2.4.2 Essais mécaniques de dureté (indentation) | 113 |
| 2.3.2.4.3 Microstructure..... | 115 |
| 2.3.2.4.4 Diffraction de Rayons X (DRX)..... | 116 |
| 2.3.2.4.5 Mesures de viscosité | 117 |
| 2.4 Conclusion..... | 118 |
| | |
| 3 Troisième corps abrasif dans le capteur de type rhéostat..... | 119 |
| 3.1 Introduction | 121 |
| 3.2 Problématique rencontrée dans le capteur | 121 |
| 3.3 Mécanisme d'usure des surfaces en contact | 123 |
| 3.3.1 Usure abrasive des pistes NiCr..... | 124 |
| 3.3.2 Hypothèses sur l'abrasion du matériau dur par le matériau mou | 125 |
| 3.3.2.1 Duretés des deux surfaces en contact..... | 126 |
| 3.3.2.2 Essais d'adhérence sur les surfaces NiCr..... | 127 |
| 3.3.3 Formation d'un troisième corps par adhésion | 128 |
| 3.3.3.1 Caractéristiques du troisième corps | 128 |
| 3.3.3.2 Lien troisième corps-abrasion | 133 |
| 3.3.4 Hypothèses sur la disparition du Cr..... | 134 |
| 3.3.4.1 Éléments bibliographiques | 135 |
| 3.3.4.2 Comportement tribologique d'un contact NiCr-Acier | 136 |
| 3.3.5 Rôle du lubrifiant dans le contact NiCr – AgPdCu | 140 |

| | |
|--|------------|
| 3.3.5.1 Affinité chimique des surfaces métalliques avec le lubrifiant | 140 |
| 3.3.5.2 Agglomération des particules de PTFE dans le contact..... | 145 |
| 3.3.6 Proposition d'un mécanisme d'usure | 145 |
| 3.4 Amélioration de la résistance à l'usure du contact | 147 |
| 3.4.1 Exploration de différentes pistes d'amélioration..... | 147 |
| 3.4.2 Introduction du traitement de tribofinition appliqué aux pistes NiCr | 149 |
| 3.4.2.1 Effets de la tribofinition sur les surfaces des pistes NiCr | 149 |
| 3.4.2.2 Effets de la tribofinition sur les propriétés électriques du contact NiCr – AgPdCu | 153 |
| 3.4.2.3 Effets de la tribofinition sur l'évolution des surfaces du rhéostat pendant les essais d'endurance..... | 155 |
| 3.4.2.4 Effets de la tribofinition sur les microstructures des surfaces du contact NiCr – AgPdCu | 157 |
| 3.4.3 Paramètres du traitement de tribofinition | 159 |
| 3.4.3.1 Effets du temps de tonnelage sur les surfaces NiCr..... | 160 |
| 3.4.3.2 Effets du temps de tonnelage sur les propriétés électriques..... | 161 |
| 3.4.4 Proposition d'un mécanisme d'usure avec la tribofinition..... | 162 |
| 3.5 Conclusion..... | 165 |
| | |
| 4 Troisième corps protecteur dans le capteur de type potentiomètre | 167 |
| 4.1 Introduction | 169 |
| 4.2 Problématique du capteur | 169 |
| 4.3 Mécanismes de frottement et d'usure dans le contact métal – polymère..... | 170 |
| 4.3.1.1 Morphologie du troisième corps | 171 |
| 4.3.1.2 Adhésion du troisième corps à la piste..... | 173 |
| 4.3.1.3 Composition chimique du troisième corps..... | 174 |
| 4.3.1.4 Impacts du troisième corps sur les propriétés électriques..... | 179 |
| 4.3.2 Hypothèses sur le mécanisme de formation du tribofilm | 182 |
| 4.3.2.1 Mécanisme de tribopolymérisation | 183 |
| 4.3.2.2 Effets de la température dans le contact..... | 185 |
| 4.3.2.3 Effets des conditions de contact..... | 186 |
| 4.3.2.4 Effets catalytiques du curseur AgPdCu | 187 |
| 4.3.2.5 Proposition du mécanisme de tribopolymérisation dans le potentiomètre... | 188 |
| 4.3.3 Un cas de défaillance en conditions réelles de fonctionnement | 189 |
| 4.4 Contrôle du mécanisme de lubrification | 189 |
| 4.4.1 Configuration de contact à sec..... | 190 |
| 4.4.2 Effets de la quantité de graisse dans le contact | 191 |
| 4.4.3 Diminution de la quantité de PTFE avec la graisse A-3..... | 194 |
| 4.4.4 Effets de la nature des graisses sur le mécanisme de lubrification..... | 196 |
| 4.4.4.1 Utilisation d'une graisse PAO + savon complexe de Li | 197 |
| 4.4.4.2 Utilisation d'une graisse PFPE-PTFE..... | 201 |
| 4.4.5 Effets de la température | 209 |
| 4.5 Conclusion..... | 213 |

Conclusion générale.....215

Annexes223

Bibliographie243

Notations

| Symbole | Unité | Désignation |
|---------------------------------|------------------|--|
| a | m | Rayon de contact |
| A₀ | m ² | Aire nominale de contact |
| A_c | m ² | Aire de contact macroscopique |
| A_g | m | Amplitude de glissement |
| A_{oliver-Pharr} | m | Aire de contact par la méthode Oliver-Pharr |
| A_r | m | Aire réelle de contact |
| b | / | Vecteur de Burgers |
| C | 1/m ³ | Concentration |
| C_{HV} | / | Facteur de correction d'indentation |
| d | m | Distance de glissement |
| d_g | m | Diamètre des grains |
| d_{ir} | m | Distance interréticulaire |
| d_p | m | Diamètre des particules d'usure |
| D_p | / | Degré de pénétration d'un abrasif dans un matériau |
| E | Pa | Module d'élasticité / Module de Young |
| e | m | Épaisseur d'échantillon conducteur |
| f | Hz | Fréquence de mouvements |
| F_N | N | Force normale |
| F_T | N | Force tangentielle |
| G | Pa | Module de cisaillement |
| H | N/m ² | Dureté |
| h | m | Épaisseur du film de lubrifiant dans le contact |
| H_a | N/m ² | Dureté de l'abrasif |
| HB | HB | Dureté Brinell |
| H_m | N/m ² | Dureté du métal |
| h_{min} | m | Épaisseur minimale du film de lubrifiant dans le contact |
| HR | % | Humidité relative |
| HV | HV | Dureté Vickers |
| I | A | Intensité |
| i | A | Courant électrique |
| I_p | / | Indice de plasticité |
| k | m/s | Vitesse d'usure |
| K_{hp} | / | Constante de proportionnalité Hall-Petch |
| L | m | Longueur d'échantillon |
| L_c | m | Longueur de contact |
| l | m | Largeur d'échantillon |
| n | / | Ordre de diffraction |
| Ø | m | Diamètre |
| p | m | Profondeur de pénétration de l'abrasif |

| | | |
|------------------------|---|--|
| P | N | Force pressante appliquée |
| Pe | / | Nombre de Péclet |
| P_N | N | Force normale |
| q | J/s | Flux de chaleur dissipé |
| R | m | Rugosité de surface |
| Ra | m | Rugosité moyenne des surface |
| rc | m | Rayon de courbure moyen des aspérités |
| R_c | Ω | Résistance électrique de contact |
| Re | Pa | Limite d'élasticité |
| R_{éq} | Ω | Résistance équivalente |
| R_{ft} | Ω | Résistance tunnel |
| R_q | m | Rugosité quadratique des surface |
| R_T | Ω | Résistance totale de la piste |
| R(θ) | Ω | Résistance de la piste mesurée par le curseur positionné à l'angle θ |
| r_p | m | Rayon des particules d'usure |
| S | m ² | Section d'échantillon |
| t | s | Temps |
| t_c | s | Temps de contact |
| T | °C | Température |
| T_c | °C | Température de contact |
| T₀ | °C | Température initiale de contact |
| T_f | °C | Température de fusion |
| T_g | °C | Température de transition vitreuse |
| v | m/s | Vitesse de glissement |
| V_c | m ³ | Volume de cavités d'une surface texturée |
| V_e | V | Tension d'entrée de circuit |
| V_n | V | Bruit électrique |
| V_{pol} | V | Tension polarisée |
| V_s | V | Tension de sortie de circuit |
| V_u | m ³ | Volume d'usure |
| α | m ² /s | Diffusivité thermique |
| β | J/(K.m ² .s ^{1/2}) | Effusivité |
| γ̇ | 1/s | Taux de cisaillement |
| η | Pa.s | Viscosité |
| θ | ° | Angle de contact du curseur sur la piste |
| θ_b | ° | Angle de Bragg |
| λ | m | Longueur d'onde |
| μ | / | Coefficient de frottement |
| μ_p | / | Coefficient de frottement dû à l'usure abrasive |
| μ_s | / | Coefficient de frottement dû à l'usure adhésive |
| ρ | Ω.m | Résistivité |
| ρ_d | 1/m ³ | Densité de dislocations |
| ρ_l | Ω.m | Résistivité du lubrifiant |

| | | |
|------------|------------|--|
| ρ_t | $\Omega.m$ | Résistivité tunnel |
| σ | m | Moyenne quadratique des hauteurs d'aspérités |
| σ_q | m | Écart-type des hauteurs d'aspérités |
| τ | Pa | Contrainte de cisaillement ou de frottement |

| Acronyme | Désignation |
|-----------------|---|
| AFM | Atomic Force Microscopy |
| ARB | Accumulative Roll Bonding |
| BF | Bright Field |
| CMC | Concentration Micellaire Critique |
| DDV | Durée De Vie (d'un capteur) |
| DF | Dark Field |
| DSP | Densité Spectrale de Puissance |
| EBSD | Electron BackScattered Diffraction |
| ECAP | Equal Channel Angular Pressing |
| EDX | Analyse Dispersive des Rayons X |
| EHD | Lubrification ÉlastoHydroDynamique |
| FEG | Field Emission Gun |
| FIB | Focused Ion Beam |
| FSD | ForeScattered Detector |
| FTIR | Fourier Transformed InfraRed |
| HPT | High Pressure Torsion |
| IR | Spectroscopie Infra-Rouge |
| MDF | Multi-Direction Forging |
| MEB | Microscope Électronique à Balayage |
| MET | Microscope Électronique à Transmission |
| MPHDL | Lubrification MicroPlastoHydroDynamique |
| MPHSL | Lubrification MicroPlastoHydroStatique |
| ND | Normal Direction |
| PAO | PolyAlphaOléfine |
| PFPE | PerFluoroPolyÉther |
| PFSD | Platen Friction Sliding Deformation |
| PI | Polyimide |
| PIBSI | Poly-(IsoButylène SuccImide) |
| PTFE | Poly-(TétraFluoroÉthylène) |
| RD | Rolling Direction |
| SAED | Selected Area Electron Diffraction |
| SMAT | Surface Mechanical Attrition Treatment |
| STEM | Scanning Transmission Electron Microscopy |
| TD | Transversal Direction |
| TTS | Transformation Tribologique Superficielle |
| XPS | Spectroscopie Photoélectronique de Rayons X |
| ZDDP | DialkylDithioPhosphate de Zinc |

Introduction générale

Dans le domaine de l'aéronautique, la sécurité est une des préoccupations les plus importantes qui pousse à l'innovation, en mettant l'accent sur la robustesse. Les composants électriques et plus particulièrement les capteurs se doivent d'être fiables et précis dans le temps, la durée de vie d'un avion pouvant atteindre plusieurs dizaines d'années. Cette volonté d'amélioration permanente des systèmes électriques pour l'aéronautique pousse à une meilleure compréhension de tous les phénomènes rencontrés dans chaque composant.

Les problématiques abordées dans ces travaux de thèse traitent de composants électriques, de types rhéostat et potentiomètre, destinés à une application aéronautique dans l'environnement du cockpit. Ils permettent d'acheminer les commandes de vol par signaux électriques, données par les manettes de poussée (contrôlant la puissance des moteurs) et les manches (contrôlant l'altitude et la direction de l'avion). Ces capteurs de position font intervenir des contacts glissants entre corps conducteurs, entre lesquels passent des courants de l'ordre du milliampère sous des tensions de quelques dizaines de volts. De par l'application, les composants électriques se doivent d'avoir une qualité de signal fiable et stable pendant toute la durée de vie du produit, souhaitée de 30 ans pour ne pas avoir à effectuer de changement pendant toute la durée de vie de l'avion lui-même. Cela implique que les systèmes devront résister à tout type de défaillance, et plus particulièrement aux défaillances de contact électrique. Le sujet de thèse a été proposé suite à un manque de performances des capteurs durant les phases de développement ou sous des conditions sévères de tests ; cela se traduit entre autres par :

- Une dérive de résistance totale, qui se traduit par une perturbation de la relation entre l'état du contact glissant et le signal électrique transmis. Cette dérive a pu être observée dans les deux capteurs étudiés ;
- Une dérive de résistance de contact, qui provoque globalement les mêmes effets, et qui n'ont été observés que dans le cas du potentiomètre ;
- Du bruit spécifique, qui risque de perturber l'interprétation des signaux faite par les ordinateurs de bord, et qui est rencontré dans les deux capteurs.

La compréhension du fonctionnement du contact et des phénomènes tribologiques qui s'y produisent a été déterminée comme indispensable pour améliorer la fiabilité électrique des capteurs.

La tribologie (étymologiquement « étude des frottements ») est une science axée sur l'étude d'un contact entre deux solides, comprenant notamment l'étude des frottements, de l'usure ou de la lubrification. Bien que considérée comme une science relativement nouvelle, c'est en 1493 avec le premier tribologue reconnu Leonard de Vinci qu'elle voit le jour, lorsque celui-ci évoque pour la première fois les lois de la friction. Aujourd'hui, c'est un concept pluridisciplinaire du domaine des sciences des matériaux, qui allie la mécanique des solides, la mécanique des fluides, la chimie ou encore la thermique. Au milieu du XX^{ème} siècle, la tribologie a d'abord été étudiée comme un problème global aux volumes (le

frottement d'un matériau sur un autre, provoquant une perte de matière), puis comme un problème de surfaces par l'introduction des paramètres de rugosité et d'énergie de surfaces. Les théories autour de l'usure des surfaces s'appuyaient pour la plupart sur la loi d'Archard qui permet d'estimer la perte de matière en supposant l'évacuation immédiate des particules d'usure hors du contact. Or, il s'avère que ces théories trouvent leurs limites lorsque les particules d'usure restent dans le contact et impactent le fonctionnement du système ; se limiter aux volumes ou aux surfaces ne suffit ainsi plus à la décrire correctement. Il est devenu nécessaire de s'intéresser aux interfaces, de par lesquelles est née la notion de troisième corps (épaisseur présente entre les deux surfaces en contact).

L'étude tribologique proposée dans cette thèse est inscrite dans un environnement particulier, spécifique aux composants électriques. En effet, aux phénomènes classiques comme les mécanismes d'usure « traditionnels » des systèmes mécaniques (adhésion, abrasion, érosion, corrosion) peuvent s'ajouter des risques liés au passage d'électricité dans le système, comme l'arcage (évaporation des matériaux en contact par formation d'un arc électrique entre les deux solides), l'électromigration (accélération de la diffusion par la densité de courant), la corrosion électrochimique ou encore les effets magnétostrictifs d'un champ magnétique. Il est donc possible de se retrouver confronté à des phénomènes à la complexité accrue du fait d'interactions supplémentaires entre mécanismes élémentaires. Mais les conditions spécifiques des capteurs étudiés durant cette thèse évitent certains d'entre eux.

Les systèmes étudiés présentent un contact entre un curseur et une piste, dans une configuration de contact glissant. Ils sont donc sujets à un phénomène courant dans la tribologie des contacts : la formation du troisième corps. Ce dernier peut avoir différentes répercussions dans le système, notamment sur les coefficients de frottement et les taux d'usure de surfaces ; il peut parfois provoquer des usures sévères, mais il peut aussi protéger les surfaces en contact et les rendre plus résistantes à l'usure. Dans un système électromécanique, ils peuvent également modifier les propriétés de contact électrique et parfois même couper un circuit.

L'ensemble du travail effectué dans cette thèse a été de comprendre les mécanismes d'usure ainsi que le rôle du troisième corps dans deux capteurs de position, l'un de type rhéostat, l'autre de type potentiomètre, puis proposer des améliorations des systèmes afin de garantir une qualité de signal fiable et stable pendant toute leur durée de vie. Le mémoire est articulé en quatre chapitres.

Le chapitre 1 fait la mise au point d'abord générale sur l'état de l'art dans le domaine de l'usure des surfaces, puis se concentre sur les phénomènes plus spécifiques aux contacts électriques. Des rappels sur la lubrification sont également proposés. Ce chapitre permet donc de poser un cadre pour une meilleure compréhension des mécanismes tribologiques spécifiques rencontrés dans les capteurs étudiés durant la thèse.

Le chapitre 2 définit chacun des deux contacts, lubrifiés par la même graisse : celui du rhéostat qui est un contact métal – métal, et celui du potentiomètre qui associe un métal à un polymère conducteur. La description se fait sous le double aspect « électrique » et « matériaux ». Il présente également les techniques et la démarche expérimentale appliquées dans ce travail de thèse.

Le chapitre 3 est axé sur le système tribologique de type rhéostat, en présentant l'étude expérimentale menée et les résultats obtenus. Il y est détaillé les problématiques rencontrées, l'origine des défaillances électriques par l'observation et la caractérisation des surfaces, et une explication des mécanismes d'usure rencontrés. Ces différentes étapes de compréhension permettent ensuite de proposer une solution adaptée pour améliorer les comportements électriques du capteur.

Le chapitre 4 s'intéresse quant à lui au capteur de type potentiomètre, qui présente un autre comportement tribologique que celui du rhéostat. Les caractéristiques du contact et le mécanisme de lubrification sont proposés d'après les nombreuses observations réalisées. Dans ce type de contact métal – polymère, le mécanisme de lubrification doit être optimisé : des tests réalisés avec d'autres natures de graisse permettent de compléter l'analyse globale du capteur.

Enfin, une conclusion générale résumera plus globalement les comportements tribologiques observés dans ces deux contacts électriques à application aéronautique, et des perspectives clôtureront finalement le document.

Chapitre 1

État de l'Art

Sommaire

| | |
|--|-----------|
| 1.1 Introduction | 12 |
| 1.2 Mécanismes d'usure habituellement observés dans les contacts électriques..... | 13 |
| 1.2.1 Généralités sur les contacts statiques ou glissants..... | 13 |
| 1.2.2 L'usure dans les contacts électriques..... | 15 |
| 1.2.3 Impact du type de sollicitations mécaniques sur les contacts électriques | 17 |
| 1.2.3.1 Impact des grands glissements..... | 17 |
| 1.2.3.2 Impact des vibrations de type fretting..... | 18 |
| 1.2.3.3 Impact combiné de grands glissements et de vibrations | 20 |
| 1.2.4 Impact de l'environnement sur les contacts électriques | 21 |
| 1.2.5 Impact du courant électrique sur les contacts électriques..... | 22 |
| 1.2.5.1 Cas de l'électromigration | 24 |
| 1.2.5.2 Cas des arcs électriques..... | 24 |
| 1.2.6 Origines du bruit électrique | 25 |
| 1.3 Mécanismes d'usure usuels | 26 |
| 1.3.1 Abrasion..... | 27 |
| 1.3.2 Adhésion..... | 30 |
| 1.3.3 Effets combinés abrasion – adhésion..... | 32 |
| 1.3.4 Cas des usures de couples métal - polymère | 32 |
| 1.3.4.1 Comportements tribologiques spécifiques dus à la réponse mécanique de polymères..... | 33 |
| 1.3.4.2 Effets des conditions de sollicitation sur les réponses mécaniques de polymères | 36 |
| 1.3.4.3 Phénomènes de transfert sous l'effet de charges électriques | 38 |
| 1.4 Transformation de surface sous l'effet du frottement et de l'usure | 39 |
| 1.4.1 Transformations microstructurales et déformations plastiques..... | 40 |
| 1.4.2 Procédés de déformations plastiques sévères | 41 |
| 1.4.3 Traitements de transformations tribologiques superficielles..... | 42 |
| 1.5 Rôle du troisième corps dans un contact tribologique..... | 44 |
| 1.5.1 Le triplet tribologique..... | 45 |
| 1.5.2 Le troisième corps | 46 |
| 1.5.2.1 Formation d'un troisième corps favorisant l'usure | 47 |
| 1.5.2.2 Formation d'un troisième corps à caractère protecteur..... | 47 |
| 1.6 Rôle de la lubrification..... | 48 |
| 1.6.1 Régimes de lubrification..... | 49 |
| 1.6.2 Formation d'un film de lubrifiant dans un contact plan-plan..... | 50 |
| 1.6.2.1 Lubrification de contact plan-plan sans déformation significative des surfaces..... | 51 |
| 1.6.2.2 Lubrification de contact plan-plan avec déformation significative des surfaces..... | 52 |
| 1.6.3 Un régime de lubrification adapté à l'application électrique..... | 53 |

| | |
|--|-----------|
| 1.6.3.1 Régime de lubrification limite | 54 |
| 1.6.3.2 Impact de la formation d'un film de lubrifiant sur les propriétés électriques d'un contact..... | 56 |
| 1.6.3.3 Apport d'une surface texturée dans le comportement tribologique du contact | 57 |
| 1.6.4 Types de lubrifiant et caractéristiques | 60 |
| 1.6.5 Caractéristiques des graisses | 61 |
| 1.6.5.1 Composition typique d'une graisse..... | 61 |
| 1.6.5.2 Comportement tribologique typique d'une graisse..... | 63 |
| 1.6.6 Graisses épaissies avec des organiques | 65 |
| 1.6.6.1 Huiles silicone..... | 65 |
| 1.6.6.2 Huiles PFPE | 67 |
| 1.6.6.3 Comportement de l'épaississant PTFE dans la graisse | 68 |
| 1.6.7 Graisses épaissies aux savons..... | 72 |
| 1.6.7.1 Huiles PAO | 72 |
| 1.6.7.2 Épaississant savon complexe de lithium..... | 72 |
| 1.6.8 Vieillessement des graisses | 74 |
| 1.7 Conclusion..... | 75 |

1.1 Introduction

L'objectif de ce chapitre est de présenter différents concepts généraux et spécifiques à l'étude menée pendant la thèse, afin de faciliter la compréhension des phénomènes tribologiques abordés par la suite. Il est axé selon deux domaines principaux, qui sont les mécanismes d'usure et la lubrification d'un contact, particulièrement dans les applications électriques. Ces domaines participent à la description du concept de troisième corps et de son action dans le contact, qui constitue le cœur de l'étude.

La première partie introduit les différents mécanismes d'usure rencontrés dans des cas de contacts électriques, ainsi que les effets connus du courant électrique sur les systèmes tribologiques. Ces phénomènes sont des cas généraux qui permettent de faire un bilan d'études tribologiques menées dans le domaine électrique.

La deuxième partie est axée de manière plus précise sur les mécanismes d'usure rencontrés dans le cadre de cette thèse. Elle s'intéresse à deux types de contacts : un contact métal – métal et un contact métal – polymère. La deuxième partie débutera donc par une présentation des mécanismes connus d'abrasion et d'adhésion, dans des cas de frottement entre des surfaces métalliques. Elle se terminera sur la description de mécanismes spécifiques à des contacts métal – polymère, dans lesquels la contribution de la surface polymère et son influence dans les paramètres tribologiques sont importantes.

La troisième partie s'intéresse aux effets de transformation de surfaces sous l'effet de sollicitations mécaniques. Dans des contacts glissants, de nombreuses évolutions de propriétés mécaniques et/ou chimiques des surfaces peuvent intervenir suite au frottement et à l'usure. Cette partie permet notamment d'introduire la notion de tribofilm et de troisième corps, ce dernier étant détaillé dans la quatrième partie.

Dans chaque système étudié durant cette thèse, la formation d'un troisième corps a déterminé les différents comportements des systèmes tribologiques. De par l'application, les effets possibles du courant électrique ne sont pas non plus à négliger dans la formation des troisièmes corps. La quatrième partie permet de mettre en lumière ses deux principaux impacts sur le contact tribologique : un impact agressif en participant à l'usure des surfaces, ou au contraire un impact bénéfique en protégeant les surfaces de l'usure. Dans l'application des systèmes étudiés, la conductivité électrique du troisième corps est notamment une condition nécessaire pour le considérer comme bénéfique.

Enfin, la dernière partie est consacrée à la lubrification, dans les applications électriques. Celle-ci permet, en fonction de son utilisation, de favoriser la formation d'un troisième corps agressif ou au contraire bénéfique au contact. Une description rapide de différents types de lubrifiants et de leurs comportements théoriques dans le contact sera proposée. Les lubrifiants spécifiques utilisés au cours de la thèse seront ensuite étudiés plus particulièrement.

1.2 Mécanismes d'usure habituellement observés dans les contacts électriques

1.2.1 Généralités sur les contacts statiques ou glissants

L'étude du frottement et de l'usure entre deux corps n'est possible qu'en admettant certaines suppositions [1]–[3] :

- De par leurs rugosités respectives, les surfaces des matériaux en contact sur une aire géométrique nominale A_0 ne sont en réalité en contact que sur quelques spots, appelés microcontacts ;
- La somme de ces microcontacts mène à l'aire réelle de contact A_r , sur laquelle est appliquée la force normale F_N . A_r dépend de F_N et non de l'aire de contact apparente (sauf dans le cas de contacts très haute pression) (Fig. 1.1) ;
- Les microcontacts sont soumis à deux types d'interaction ; les forces longue portée intervenant pour tout type de matériaux séparés de plus de 1 nm, et les forces courte portée qui dépendent de la nature des matériaux séparés de moins de 1 nm (liaisons chimiques de type métallique, ionique ou covalente).

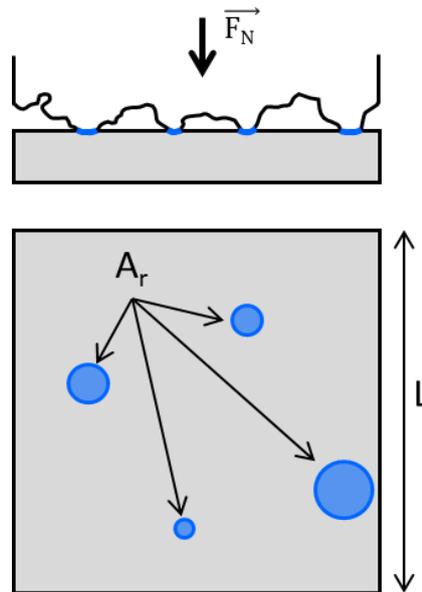


Fig. 1.1 : Aire de contact nominale et réelle A_r sur laquelle s'applique la force normale F_N .

Dans des contacts glissants, représentant une majorité des cas pour l'application électrique, il est possible de se représenter les interactions microscopiques qui surviennent dans les spots de contact. Ces interactions dépendent notamment de la rugosité et de la composition chimique des surfaces. Il est à noter que dans les conditions standards de contact glissant, les surfaces sont couvertes d'une couche de contaminants d'environ 10 nm [3] : dans le cas des métaux, la couche est composée d'oxyde recouverte de gaz absorbés et d'hydrocarbures (provenant des lubrifiants notamment) (Fig. 1.2) . Dans le cas des polymères, la couche peut être composée d'eau absorbée, d'agents polluants issus de la fabrication du polymère, de gaz absorbés et d'hydrocarbures.

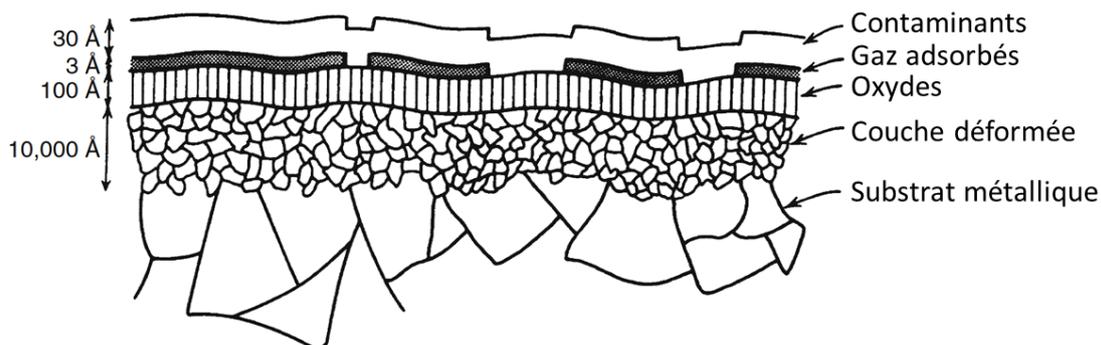


Fig. 1.2 : Exemple d'un état de surface d'un échantillon métallique soumis à des contacts glissants [4].

Les efforts normaux et tangentiels peuvent provoquer différentes transformations physico-chimiques dans les contacts glissants, qui peuvent avoir des conséquences positives et/ou négatives (Fig. 1.3) [5] :

- La déformation plastique, qui peut conduire à un durcissement protecteur (transformations de microstructure) ou à une diminution de la rugosité (rodage) de la surface. Mais par accumulation, elle peut conduire à une usure par abrasion ou par fatigue (avec l'apparition de fissures) ;
- L'échauffement, qui peut faire baisser la résistance mécanique des corps. Il peut mener à des phénomènes d'adhésion, et peut dans certains cas engendrer des dégradations chimiques. Au contraire, si les réactions chimiques qu'il provoque sont maîtrisées (par l'action des additifs par exemple), il peut être bénéfique au contact ;
- L'adhésion, qui a tendance à être rarement bénéfique et entraîne des phénomènes de transfert, abrasion, grippage, etc. (sauf dans les procédés de soudure).

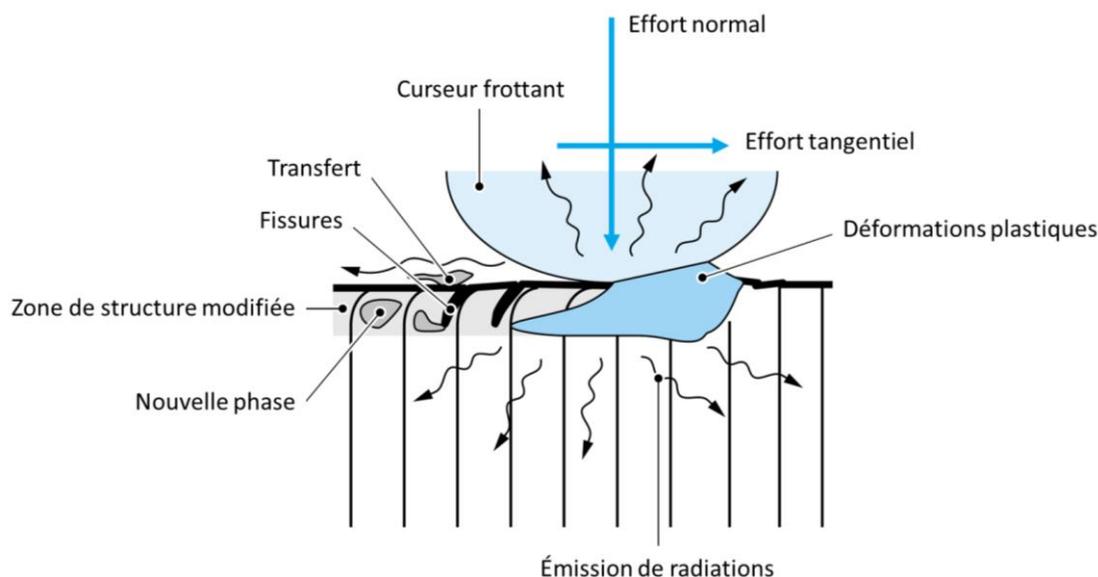


Fig. 1.3 : Interactions entre aspérités et endommagements qu'elles provoquent lors d'un mouvement en glissement [5].

Un contact entre deux corps solides peut engendrer des modifications de leurs propriétés physiques (structure, géométrie ...) et chimiques (diffusion, corrosion ...). La perte de matière qui y est associée est appelée usure. Deux lois principales d'approximation régissent ces phénomènes ((1.1) et (1.2)) :

- La loi de Coulomb, qui régit l'effort tangentiel :

$$F_T = \mu F_N \quad (1.1)$$

Avec μ le coefficient de frottement, F_T la force tangentielle et F_N la force normale ;

- La loi d'Archard, qui permet d'exprimer le volume d'usure (au moins pour l'abrasion) :

$$V_u = k F_N d \quad (1.2)$$

Avec V_u le volume perdu, k la vitesse d'usure, F_N la force normale et d la distance de glissement.

Généralement, les paramètres qui gouvernent le frottement et l'usure sont identiques : la nature des matériaux, leurs états de surfaces et la présence de film lubrifiant avec ou sans additifs influencent l'évolution des contacts tribologiques. Le frottement et l'usure ne sont néanmoins pas toujours proportionnels.

Dans le domaine des composants électriques, la qualité des signaux électriques ainsi que la durée de vie des surfaces sont régies par l'usure des surfaces [6], [7]. La contribution de l'usure et son impact dans le système tribologique va dépendre essentiellement du mécanisme d'usure, qui dépend, lui, des types de sollicitation mécanique, du passage du courant et de facteurs environnementaux. Il est donc important de l'identifier et de cerner son ou ses origines, pour mieux comprendre les phénomènes mis en jeu dans les systèmes.

1.2.2 L'usure dans les contacts électriques

Les modes d'usure étant très divers, il convient pour centrer l'étude de chercher d'abord ceux qui dominent dans les cas de contacts électriques relativement peu chargés mécaniquement.

Lors d'un contact entre deux surfaces conductrices, le courant passe d'une surface à l'autre en suivant des lignes de courant, en traversant l'interface par les spots de contacts (Fig. 1.4). La résistance de contact dépend de A_r , des matériaux et de la présence d'un éventuel film à l'interface [8].

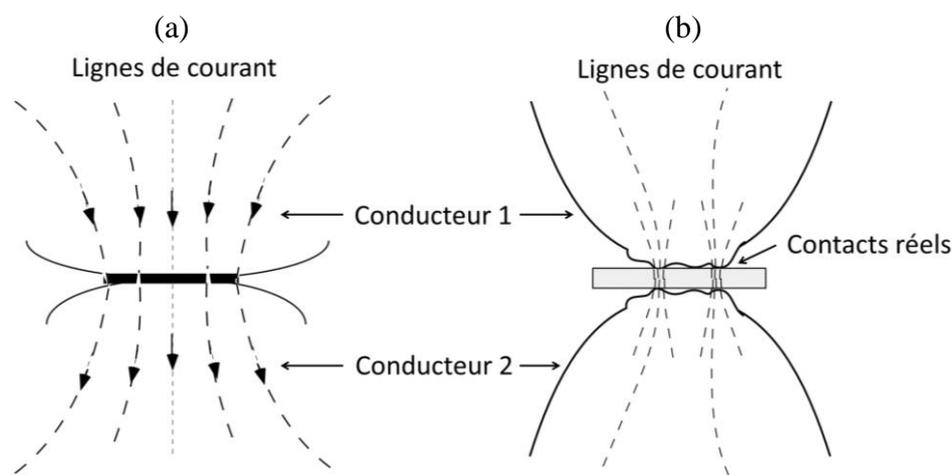


Fig. 1.4 : Lignes de courant lors de la mise en contact de deux surfaces conductrices sous courant électrique [8] ; (a) Dans le cas théorique avec l'aire de contact nominale A_0 ; (b) Dans le cas réel avec l'ensemble des spots de contact qui forme l'aire de contact réelle A_r .

La performance d'un système électrique est régie par les usures des surfaces ; il existe deux cas de figures :

- L'usure permet de lisser les surfaces, ce qui peut améliorer le contact et préserver la qualité du signal électrique, tant que la couche conductrice n'est pas épuisée. Ce phénomène s'appelle le « rodage », intervenant dès les premiers mouvements de glissement et qui permet d'adapter l'état de surface et l'état géométrique des matériaux en contact, conduisant in fine à une configuration stabilisée supposée la plus favorable pour le frottement et l'usure [9]. Il réduit notamment les rugosités faisant ainsi augmenter A_r , ce qui permet la réduction des pressions réelles de contact, une amélioration de la lubrification ou encore un nettoyage de surfaces. Il modifie également indirectement les densités de courant. Les conditions tribologiques en général sont donc plus « douces » ;
- L'usure détériore les états de surfaces en les rendant rugueuses, ce qui mène à une fluctuation du signal électrique (bruit électrique) par reconfiguration permanente des spots de contact.

L'usure dépend de deux paramètres principaux : les sollicitations mécaniques, qui sont très souvent des mouvements de glissement, et l'environnement du contact (atmosphère, courant électrique, etc.). L'adhésion, l'abrasion, l'érosion et la corrosion sont les principaux mécanismes d'usure rencontrés. L'adhésion provoque de fortes usures qui résultent en une rapide dégradation de surfaces, particulièrement dans les micro-systèmes car les forces de surface ou de capillarité y prennent alors une importance majeure. La corrosion des surfaces peut être particulièrement favorisée par un environnement de contact corrosif ; elle peut parfois réduire l'usure par la modification de la nature du contact (modification des rapports de duretés, diminution de la contribution adhésive) [10], mais si elle entraîne une perte de matière, elle est considérée comme un mécanisme d'usure [6]. L'influence du courant électrique, bien qu'estimée moins importante que les deux paramètres précédents [11], peut provoquer des dégradations notamment en modifiant les propriétés des matériaux en contact.

Des phénomènes d'arcs électriques, de corrosion électromécanique ou d'électromigration [12], [13] peuvent également intervenir dans le mécanisme d'usure.

Une modification même minime d'un de ces paramètres peut jouer fortement sur l'évolution du contact, en provoquant par exemple des changements de coefficients de frottement ou de volume d'usure ; cela impacte ensuite les propriétés électriques des systèmes. La formation de particules d'usure, si elles sont isolantes (comme des particules oxydées par exemple), a tendance à augmenter la résistance de contact, en fonction de leur taille et de leur quantité dans le contact. Au contraire, si elles restent conductrices (métal noble), leur formation est favorable à une faible résistance de contact. Leur agglomération peut amplifier ce phénomène [6], [14]. En revanche, si elles restent dans le contact, elles peuvent provoquer du bruit électrique et des coupures de courant, tout comme les pollutions ou encore les particules contenues dans les graisses (épaississants ou additifs) [7].

Les sollicitations mécaniques, l'environnement et l'influence du courant électrique sur les systèmes tribologiques sont discutés dans la suite du document.

1.2.3 Impact du type de sollicitations mécaniques sur les contacts électriques

Dans une grande majorité des cas, les contacts électriques sont soumis à deux types de sollicitations mécaniques principales : des mouvements de glissement et des vibrations. Ces deux types de sollicitations se démarquent essentiellement par la vitesse et l'amplitude des mouvements : les mouvements de glissement sont des mouvements alternés de grande amplitude, tandis que les vibrations sont caractérisées par de faibles amplitudes pouvant être assimilées à du « fretting ». Cette différence de sollicitations influence à terme le mécanisme d'usure et donc modifie le comportement électrique des surfaces.

1.2.3.1 Impact des grands glissements

Les grands glissements sont des sollicitations mécaniques de grande amplitude, et qui sont régulières localement. Leur contribution sera équivalente sur toute la longueur de glissement. Une différence de comportement peut être observée lorsque les mouvements sont alternés (aller/retour) ; dans les zones de retournement, lorsque le corps frottant s'arrête et redémarre, les conditions de pression de contact et de vitesse sont jugées plus sévères.

La position de chaque surface dans un contact dissymétrique peut également influencer le comportement tribologique du contact. Les travaux de Chen et Vook [15] ont démontré ce phénomène dans des contacts de type pion-plan : dans les mêmes conditions d'essais, la résistance de contact et sa stabilité dans le cas d'un pion en aluminium frottant sur une piste de cuivre sont différentes du cas où le pion de cuivre frotte sur une piste en aluminium (Fig. 1.5). Les auteurs ont observé des mécanismes d'usure différents :

- Le système Al frottant sur Cu forme un alliage AlCu. La rugosité de la surface en cuivre augmente et les particules d'usure deviennent progressivement plus grandes au fil des rotations, ce qui explique l'instabilité croissante (bruit électrique) observée après plusieurs rotations ;
- Le système Cu frottant sur Al forme un transfert d'aluminium sur le cuivre, qui modifie la nature du contact pour le transformer en Al – Al, un système jugé « plus doux ». Cette modification de contact résulte notamment en un niveau de résistance de contact plus faible.

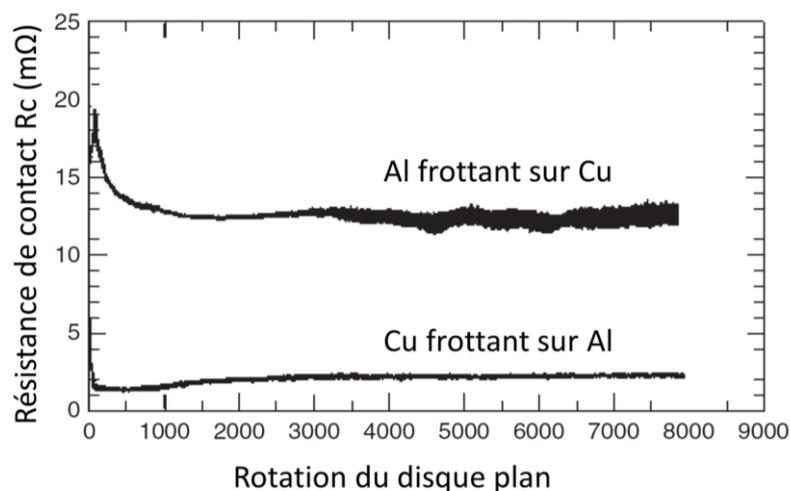


Fig. 1.5 : Évolution de la résistance de contact de Al frottant sur Cu et de Cu frottant sur Al, avec $I = 10$ A, $v = 250$ rot/min, $P_N = 75$ à 85 g, d'après les travaux de Chen et Vook [15].

1.2.3.2 Impact des vibrations de type fretting

Le fretting est une sollicitation particulière caractérisée par des petits débattements, inférieurs à la taille de contact [2], [3], [16], qui représente les vibrations subies par le système. Il provoque généralement une détérioration des propriétés électriques du système, et plus précisément de la résistance électrique. Le mécanisme d'usure est notamment influencé par la force normale, l'amplitude du glissement et le nombre de cycles de glissement ; il dépend donc du régime de glissement. Celui-ci permet de différencier deux types de fretting (Fig. 1.6) :

- Lorsque le glissement est partiel, il subsiste une zone sans glissement au centre entourée de zones de glissement. Cela conduit à une fissuration par fatigue à la frontière collant – glissant du fait de la singularité et de la discontinuité de la condition limite. Il est appelé fretting – fatigue ;
- Au contraire, lorsque le glissement est total, il est généralisé sur l'ensemble de l'aire de contact et est alors appelé fretting – usure. L'usure abrasive y est dominante.

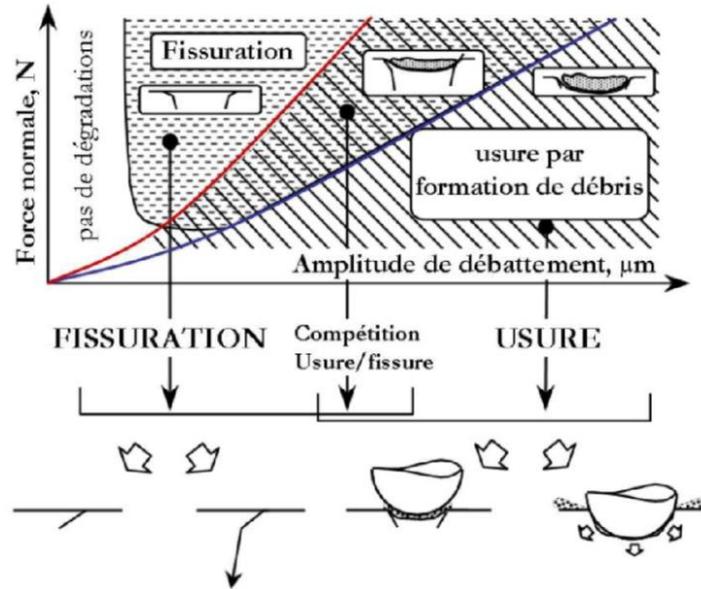


Fig. 1.6 : Carte de réponse du matériau à la sollicitation de type fretting [17], [18].

Dans des conditions de contact à sec, plusieurs études proposent de diviser en trois parties l'évolution de l'usure par fretting (Fig. 1.7 & Fig. 1.8) [19]–[21] :

- Dans les premiers milliers de cycles, le contact métal – métal est majoritaire et la rupture du film oxydé en surface mène à la formation de soudures locales soumises à de fortes contraintes. Dans cette étape, la surface devient de plus en plus rugueuse et induit de forts coefficients de frottement. La résistance de contact à ce stade reste faible ;
- Ensuite, une formation d'oxyde en surface, plus compact fait chuter le coefficient de frottement. La résistance de contact commence à être perturbée, et alterne entre des valeurs hautes et basses ;
- Enfin, un palier est atteint, avec un coefficient de frottement stable et une résistance de contact haute et très perturbée.

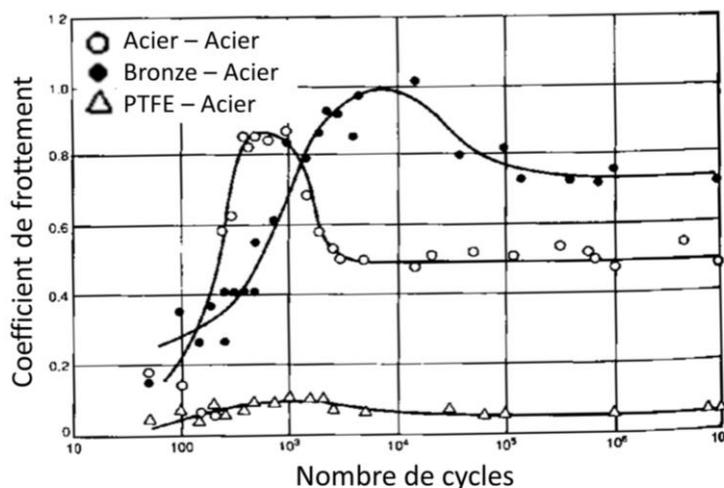


Fig. 1.7 : Courbes des coefficients de frottement en fonction du nombre de cycle de fretting, pour trois matériaux en contact avec de l'acier [3].

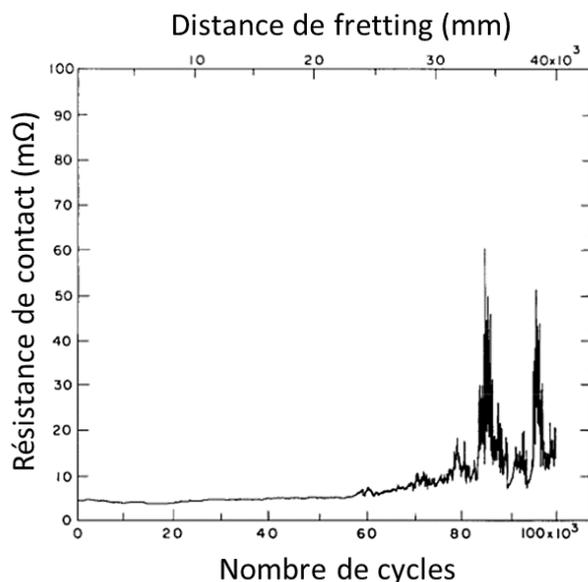


Fig. 1.8 : Évolution de la résistance électrique de contact de Cu, dans un contact Cu – AuAg, en fonction du nombre de cycles de fretting [6].

Dans le cas du fretting – usure, il est possible d’observer la formation de microparticules d’usure par abrasion ou fatigue. La formation des particules d’usure et leur évolution dans le contact (éjection, oxydation, compactage...) joue alors un rôle prépondérant sur la conductivité électrique. Ce genre de phénomène a notamment été observé dans les travaux de Laporte [22] effectués sur un dépôt d’Ag ainsi que les travaux de Pompanon et al. [14], [23]. Une composition particulière des surfaces caractéristiques après fretting a été observée : la rupture électrique est favorisée par la formation d’une couche d’oxydes isolants contenant un pourcentage trop faible de particules conductrices résiduelles. Les auteurs ont par la suite confirmé ces valeurs comme étant des seuils : la présence d’au moins 5%at d’Ag non oxydé garantit un contact électrique de bonne qualité. Ainsi, la robustesse de leurs contacteurs dépend essentiellement des phénomènes d’éjection des particules conductrices hors du contact. Dans certaines conditions, notamment dans des conditions plus humides, ils ont observé une cohésion renforcée des particules conductrices, ce qui retarde leur éjection du contact et donc améliore la durée de vie globale du système [14].

1.2.3.3 Impact combiné de grands glissements et de vibrations

Dans les travaux de Laporte [22], des cycles de fretting entrecoupés par des cycles de grands glissements (c’est-à-dire des mouvements d’actionnement de contacteur), ont été testés:

- Les grands glissements induisent des usures fortes (Fig. 1.9(a)), mais ce sont eux qui permettent la réalimentation du contact en particules conductrices, provenant d’une zone de l’échantillon relativement « neuve ». L’efficacité de la réalimentation dépend de l’amplitude des glissements, de leur vitesse et de leur fréquence ;

- Les vitesses de glissement élevées influencent l'éjection des particules d'usure hors du contact, ce qui génère un appauvrissement du contact en particules conductrices (Fig. 1.9(b)). Des vitesses élevées induisent aussi une augmentation de la température localement et donc favorisent l'adhésion.

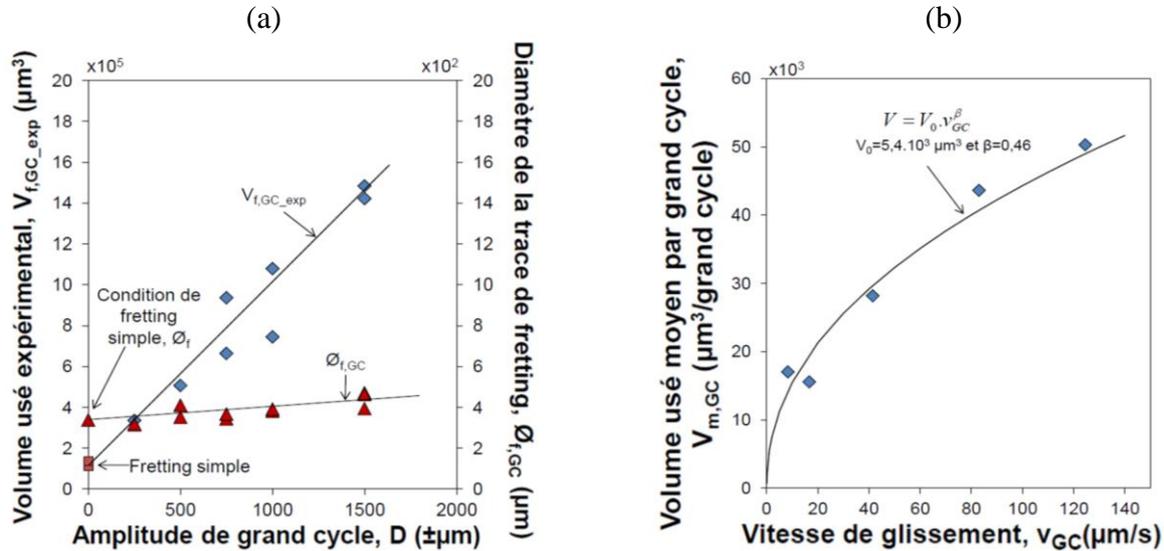


Fig. 1.9 : Évolution du volume d'usure en fonction des paramètres des grands glissements, dans les conditions étudiées par J. Laporte [22] ; (a) En fonction de leur amplitude, dans un contact Ag – Ag avec $P_N = 3 N$, $f = 30 Hz$, $A(\text{glissements}) = \pm 9 \mu m$ et $v(\text{grands glissements}) = 8,3 \mu m/s$; (b) En fonction de leur vitesse.

De manière plus générale, l'évolution du volume d'usure observée par Laporte [22] est linéaire par rapport au nombre de cycles de fretting, conformément à la théorie du fretting – fatigue [2].

1.2.4 Impact de l'environnement sur les contacts électriques

L'environnement dans lequel évolue le système électrique impacte ce dernier :

- Les variations de température peuvent être très importantes, et atteindre des extrêmes ; cela va impacter les mécanismes d'usure en modifiant les propriétés mécaniques des surfaces en contact ;
- L'environnement gazeux autour des contacts (humidité ou gaz corrosifs) peut favoriser l'apparition de phénomènes de corrosion de surfaces. En revanche, l'humidité peut également avoir un rôle lubrifiant si les molécules d'eau permettent une bonne séparation des surfaces ;
- Le courant électrique et le champ magnétique peuvent impacter le mécanisme d'usure par modification de propriétés de surfaces, mais également en favorisant les phénomènes de type arcs électriques ou électromigration. Ces phénomènes sont décrits dans le paragraphe suivant.

1.2.5 Impact du courant électrique sur les contacts électriques

Bien que la plupart des usures dans les systèmes électriques soient d'origine mécanique, plusieurs études montrent que les mécanismes d'usure peuvent être influencés par le courant électrique et le champ magnétique. Le passage d'un courant électrique peut changer les caractéristiques des matériaux en contact et faire augmenter la température localement, ce qui peut provoquer par exemple la formation d'oxydes [11].

Il modifie plus généralement les relations entre les paramètres suivants [24]–[26]:

- La vitesse de glissement ;
- Le coefficient de frottement (Fig. 1.10(a)) ;
- L'usure (Fig. 1.10(b)) ;
- Et la température (Fig. 1.10(c)).

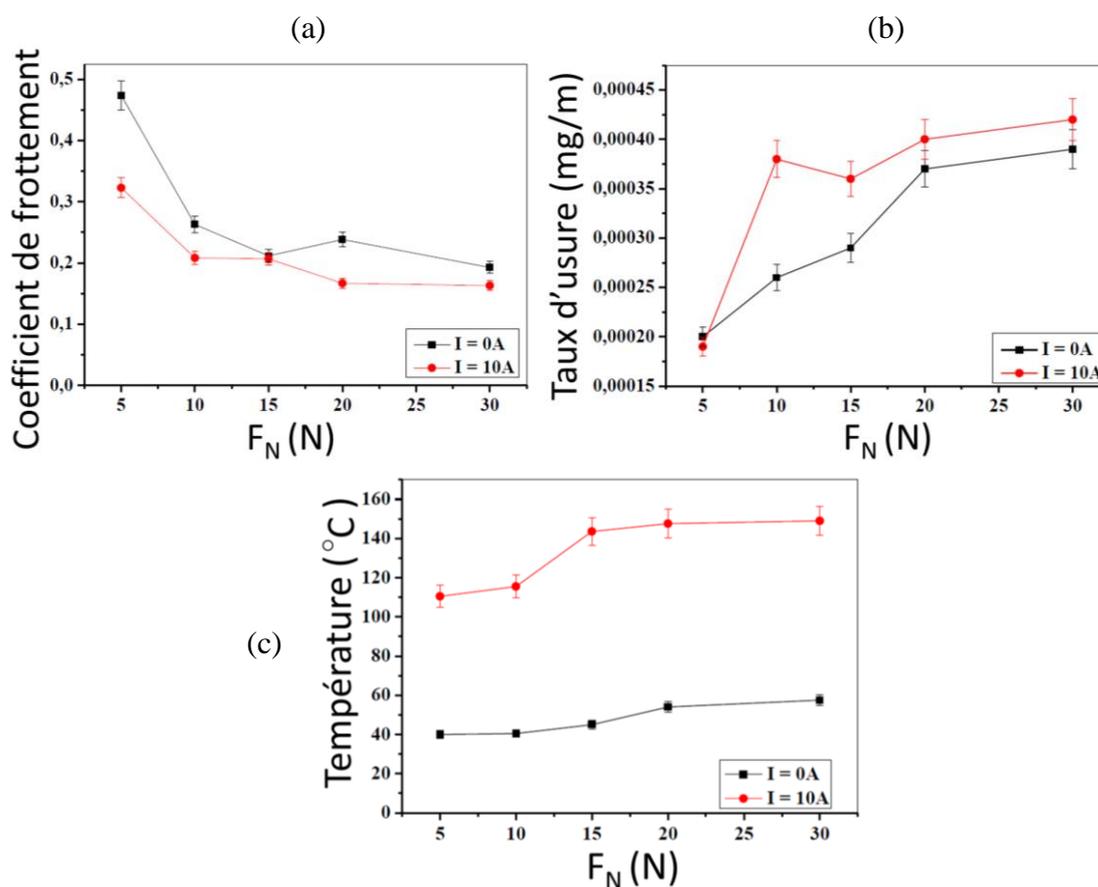


Fig. 1.10 : Effets d'un courant électrique de 10 A sur les systèmes tribologiques (en fonction de la charge normale), d'après les travaux de Benfoughal et al. [25]. Le contact étudié est un contact pion-disque, avec un pion en Cu pur (99,9%) et un disque en électro-graphite d'origine commerciale, avec une vitesse de 0,5 m/s ; (a) Évolution du coefficient de frottement, avec sa diminution de 10 à 50% ; (b) Évolution de l'usure, avec son augmentation d'au moins de 20%, sauf pour la charge de 5 N ; (c) Évolution de la température, avec des échauffements 4 fois supérieurs dus à la combinaison entre l'effet Joule, l'échauffement par frottement et l'apparition d'arcs électriques. Cet échauffement peut expliquer en partie l'évolution du coefficient de frottement (a) et du taux d'usure (b) en fonction de F_N .

Zhang et al. [24] ont également montré qu'une densité de courant variant de 1,5 A/mm² à 2 A/mm² peut amener l'augmentation de l'usure et du coefficient de frottement d'un contact glissant Cu – CuCr. Ils ont pu également observer une déformation plastique des surfaces lorsqu'un courant électrique passe dans le contact, due à leur dureté diminuée : c'est ce qui est appelé l'effet d'électroplasticité [12], qui modifie les propriétés d'un matériau par l'action d'un flux d'électrons. Selon cette théorie, un flux d'électrons pourrait en effet faciliter les mouvements des dislocations d'un matériau (les électrons « poussent » les atomes de manière coopérative), ce qui le rend plus ductile. Ces observations sont confirmées par d'autres travaux réalisés sur des contacts C – Cu, soumis à des courants variés, et plutôt élevés : de 0 à 10 A pour les travaux de Benfoughal et al. [25], et de 0 à 200 A pour les travaux de Ding et al. [26].

Le sens du courant passant dans un système tribologique peut également déterminer l'évolution du frottement et de l'usure des surfaces. Les travaux de Holm [27] étudient ces phénomènes, qui sont observés dans des contacts secs, dans des systèmes similaires à un montage pion-plan avec des pions en graphite et des plans de différentes natures (Cu, Ag, Au). Les courants électriques testés sont compris entre 5 et 20 A. La formation à l'interface d'un tribofilm, décrit comme un dépôt de graphite sur les surfaces métalliques, semble avoir des propriétés protectrices contre l'usure, car il recouvre les rugosités. Son évolution est sensible au sens du courant (détérioration ou conservation), et c'est ce qui semble déterminer l'évolution de l'usure du système. Les travaux de Holm montrent que les systèmes mettant en œuvre des métaux nobles comme l'argent ou l'or sont moins sensibles au sens du courant que ceux utilisant le cuivre, dans lesquels le graphite montre des usures pouvant être de 2 à 4 fois plus importantes pour des curseurs cathodiques que pour des curseurs anodiques (Tab. 1.1).

| Anneau | P (g) | I (A) | Distance (km) | Usure | |
|----------------|-------|-------|---------------|-------|------|
| | | | | (-) | (+) |
| Cuivre | 600 | 5 | 5360 | 4.4 | 0.61 |
| | 300 | 5 | 2450 | 3.1 | 1.2 |
| | 300 | 10 | 1320 | 11.0 | 3.1 |
| | 180 | 5 | 2860 | 1.8 | 0.6 |
| | 76 | 5 | 1700 | 1.8 | 0.4 |
| Cuivre (140°C) | 600 | 5 | 120 | 19.0 | 8.0 |
| | 600 | 10 | 980 | 21.0 | 6.0 |
| | 300 | 5 | 1650 | 15.0 | 8.0 |
| Argent | 300 | 0 | 4500 | 0.1 | 0.1 |
| | 300 | 5 | 1100 | 0.7 | 0.5 |
| | 300 | 10 | 1250 | 0.8 | 0.5 |
| | 300 | 20 | 400 | 0.5 | 0.5 |
| Argent sulfuré | 300 | 5 | 115 | 5.0 | 3.4 |
| Or | 300 | 0 | 1600 | 0.1 | 0.1 |
| | 300 | 5 | 1070 | 0.5 | 0.5 |
| | 300 | 10 | 1020 | 0.4 | 0.4 |
| | 300 | 20 | 1423 | 0.3 | 0.4 |
| | 115 | 5 | 2300 | 0.05 | 0.1 |

Tab. 1.1 : Résultats de Holm [27] sur l'usure (présentés en « nombre ») des curseurs graphite en fonction de leur position de cathode ou d'anode, dans un système similaire à un montage pion-plan avec différentes natures de plan.

Le courant électrique et les effets magnétiques peuvent provoquer d'autres phénomènes ; deux d'entre eux (électromigration et arcs électriques) sont décrits dans les paragraphes suivants.

1.2.5.1 Cas de l'électromigration

L'électromigration peut être décrite comme un transport de matière activé par un champ électrique : le flux d'électrons (circulant de la cathode vers l'anode) pousse les atomes environnants et provoque leur déplacement à travers l'échantillon. Les atomes libres sont soumis à 2 forces contradictoires : le flux d'électron qui les pousse vers l'anode, et la force due au champ électrique qui les attire vers la cathode. La prédominance d'une des forces est généralement déterminée par les propriétés de l'échantillon. La diffusion des atomes peut conduire ainsi à terme à de nombreuses lacunes coalesçant en pores d'un côté, et à l'accumulation importante de matière de l'autre, ce qui peut causer la défaillance des dispositifs électriques (court-circuit, augmentation de résistance, coupures, etc.) [28]–[31].

Dans le domaine de la microélectronique, le phénomène d'électromigration peut impacter fortement le comportement électrique des systèmes ou composants. Cela touche notamment les soudures, qui peuvent être dégradées rapidement. Lin et al. [32] expliquent ces défaillances à faible densité de courant par le type de matériau utilisé (Pt et Sn au lieu d'Al), par sa résistivité importante et par son faible module de Young.

Le phénomène dépend des propriétés des matériaux, notamment de leurs compositions et de leurs dimensions, mais aussi de l'orientation cristallographique des grains ou encore des traitements thermiques. Par exemple, de par la mobilité des atomes métalliques facilitée en surface, les échantillons fins de type monocouches sont plus sensibles à l'électromigration que des échantillons de grande dimension ; il est possible dans ce cas de l'observer à des densités de courant beaucoup plus faibles qu'en temps normal. Les échantillons monocouches sont d'autant plus sensibles aux faibles densités de courant que l'échauffement est rapide, favorisant la diffusion des ions métalliques vers la cathode [33]. Yasunaga et Natori [34] ont notamment démontré que pour des échantillons très fins (1 à 10 monocouches), une densité de courant de 10 A/cm² est suffisante pour provoquer l'électromigration des ions métalliques en surface.

Les effets de l'électromigration deviennent importants lorsque les échantillons sont traversés par de fortes densités de courant. De plus, plus les structures électroniques sont miniaturisées, plus cet effet devient important. En revanche, les courants électriques appliqués aux systèmes étudiés dans la présente thèse sont négligeables par rapport aux cas de forts courants présentés ci-dessus ; ils sont au maximum de 5 mA/mm². L'électromigration n'est donc pas une hypothèse retenue par la suite dans la discussion.

1.2.5.2 Cas des arcs électriques

Les arcs électriques sont définis comme étant une décharge électrique en milieu gazeux mettant en jeu des électrons, des ions et des métaux sous forme de vapeur. Ils surviennent dans des conditions particulières : haute densité de courant et haute température d'électrodes. La formation d'arcs électriques et leurs durées dépendent entre autres de la distance séparant les deux électrodes et de la composition et de la condition de l'atmosphère environnante. Ce genre d'événements a été notamment observé dans les systèmes de coupure

(fermeture/ouverture de contact) ou encore au niveau de caténaires (domaine des transports électriques). [35]–[38]

Les arcs électriques sont des phénomènes importants à prendre en compte, car ils peuvent provoquer une détérioration précoce du système tribologique, en amorçant par exemple de l'érosion électrique. En effet, dans le cas d'arcs courts (c'est-à-dire lorsque les surfaces sont très proches, voire en contact), la quasi-totalité des électrons de la cathode bombarde l'anode, sans perte d'énergie ; cela implique une augmentation importante de la température de l'anode, et un potentiel transfert de matière de l'anode vers la cathode. Dans certains cas, les arcs électriques peuvent même mener à des soudures. [35][39]

Les travaux de thèse ne s'inscrivent néanmoins pas dans un cadre propice à l'apparition d'arcs électriques ; de même que pour l'électromigration, les courants électriques appliqués de maximum 5 mA/mm^2 ne sont pas considérés comme suffisants pour justifier d'apparition d'arcs électriques dans les capteurs étudiés ; ils ne sont donc pas développés par la suite.

1.2.6 Origines du bruit électrique

Si le courant électrique peut influencer le système, celui-ci peut également influencer la qualité du signal. Le bruit du signal électrique dans les systèmes de glissement provient généralement de la fluctuation du rayon de contact. Celle-ci dépend notamment :

- De la charge appliquée, car lorsque la charge est importante, la taille des spots conducteurs est augmentée et permet donc la réduction de bruits (Fig. 1.11(a)) ;
- De la vitesse de glissement, celle-ci permettant de nettoyer les surfaces lorsqu'elle est élevée, en éjectant notamment hors du contact les particules d'usure. Le contact électrique est donc de meilleure qualité, et le bruit est réduit (Fig. 1.11(b)) ;

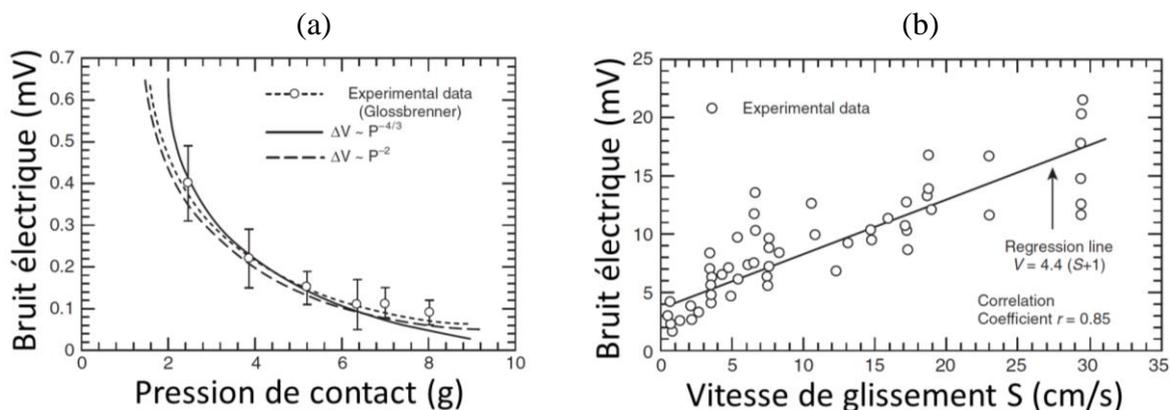


Fig. 1.11 : Relation du bruit électrique (a) En fonction de la force de contact selon K. Mano et Oguma [40] ; (b) En fonction de la vitesse de glissement selon Taniguchi et al. [41], dans un contact de type pion – plan avec un pion en Ag et un plan en résine recouvert d'un traitement de surface carbone (graphite) d'une épaisseur de $10 \mu\text{m}$. Les conditions appliquées en fonction de la mesure sont $I = 1 \text{ mA}$, $v = 0,3 \text{ à } 4,0 \text{ cm/s}$ et $P_N = 1,0 \text{ g}$.

- Des phénomènes d'adhésion, qui participent à générer des particules d'usure dans le contact, et à augmenter les rugosités de surface (et donc de limiter les spots de contact conducteur) ;
- De la formation de débris (discutée ci-dessous) ;
- De l'oxydation, les oxydes qui se forment à l'interface étant isolants.

Il existe une théorie de corrélation entre le bruit électrique et la taille de particules d'usure piégées dans le contact, ainsi qu'entre le bruit électrique et la rugosité de surface [12], dans certaines conditions. Ainsi Tsuchiya et Tamai proposent [42]:

$$V_n = 2 \times 10^{10} d_p^{-3,77} \quad (1.3)$$

$$V_n = 5,91 \times 10^3 R^{-3,77} \quad (1.4)$$

Avec V_n le bruit électrique (mV), d_p le diamètre des particules d'usure (μm) et R la rugosité de surface (μm). Le paramètre de rugosité « R » n'étant pas précisé par les auteurs, il est supposé qu'il s'agit de la rugosité moyenne R_a ou de la rugosité quadratique R_q .

Les conditions dans lesquelles ont été déterminées ces relations sont particulières (d'où l'utilisation de valeurs particulières en tant que constantes). Les auteurs ont étudié plusieurs contacts métalliques symétriques (c'est-à-dire que les deux surfaces en contact sont de même nature) dans un dispositif de mouvements plan – plan en glissements réciproques (aller/retour) sur une course de 50 mm, à une vitesse d'un aller/retour par seconde. Les charges appliquées sont de 2 g et 20 g sur une surface de contact de 5 mm². Les exposants identiques dans les deux relations suggèrent que la rugosité de surface et la taille des particules piégées dans le contact sont similaires dans leurs impacts sur le bruit électrique (plus elles sont de taille importante, moins le bruit électrique est important) ; en revanche, le facteur appliqué laisse penser que les particules d'usure auront plus d'impact dans le bruit électrique que les rugosités des surfaces, ou bien que les particules d'usure sont très petites par rapport à la rugosité de surface.

1.3 Mécanismes d'usure usuels

Le paragraphe précédent a fait état des divers phénomènes rencontrés dans les contacts électriques pouvant avoir un impact d'abord sur les mécanismes d'usure, puis sur les propriétés électriques des systèmes. Dans la suite du document, l'accent sera porté sur les principaux mécanismes d'usure rencontrés au cours de la thèse, à savoir les phénomènes d'abrasion et d'adhésion (voire un effet combiné des deux). Ils sont d'abord abordés pour des contacts de type métal – métal, puis pour des contacts particuliers asymétriques de type métal - polymère. Les rappels bibliographiques proposés dans ce paragraphe participent à la compréhension du paragraphe §1.5 consacré au concept de troisième corps.

1.3.1 Abrasion

Les mécanismes d'usure abrasive ont longtemps été étudiés et sont relativement courants dans le domaine industriel. L'abrasion est un phénomène qui survient lorsque les deux surfaces sont en contact direct, avec une surface plus dure que l'autre [1], [2], [35]. Deux types d'usure abrasive sont distinguées (Fig. 1.12) [5], [43] :

- L'abrasion 2 corps, avec deux surfaces en contact ;
- L'abrasion 3 corps, avec deux surfaces en contact et la présence d'un troisième corps à l'interface qui est souvent constitué de particules d'usure.

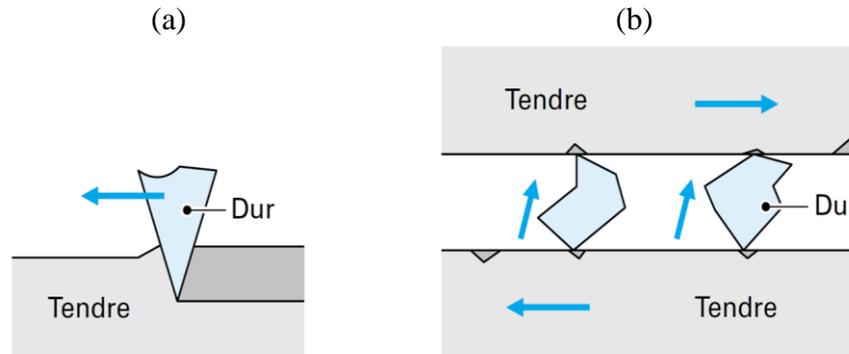


Fig. 1.12 : Types de mécanisme d'abrasion illustrés par Cartier et Kapsa [5] ; (a) L'abrasion 2 corps ; (b) L'abrasion 3 corps.

Les 4 paramètres les plus importants qui contrôlent l'usure abrasive sont la forme de l'abrasif (angles, acuité), sa dureté, la force normale appliquée et la résistance au cisaillement à l'interface (exprimée de 0 à 1). L'abrasion peut se montrer sous la forme de 5 modes différents (Fig. 1.13) : la coupe (formation et élimination de copeaux), la formation de bourrelets (avec rupture à la base du bourrelet, qui mène à la formation de particules d'usure), le labourage (déplacement de matière sans pertes), la microfatiqgue et les microfissures [3].

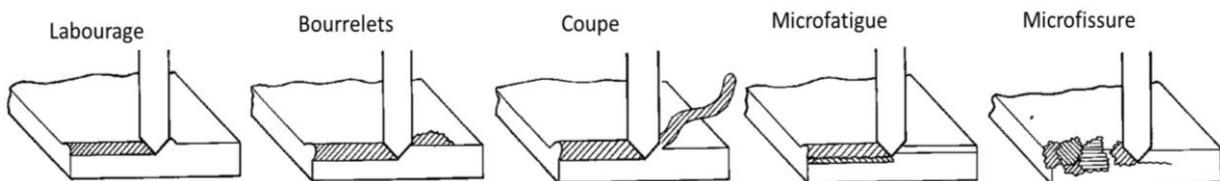


Fig. 1.13: Représentation des 5 modes d'usure abrasive [3].

Les travaux de Hokkirigawa et Kato [44] de rayures in situ dans un MEB ont débouchés sur la proposition d'un diagramme alliant (Fig. 1.14) :

- Les 4 paramètres contrôlant l'usure abrasive, représentés par la variable D_p . D_p est le degré de pénétration de l'abrasif dans la surface, et est défini par la profondeur de pénétration p divisée par le rayon de contact a ;
- Les 3 principaux modes d'usure abrasive des matériaux ductiles (Fig. 1.14(b) à (d) d'après les travaux de Kato [45]).

La transition d'un mode d'usure à l'autre dépend de la valeur de D_p : lorsque D_p dépasse la valeur de 0,2, le mode d'abrasion passe du labourage (et/ou formation de copeaux) à la coupe.

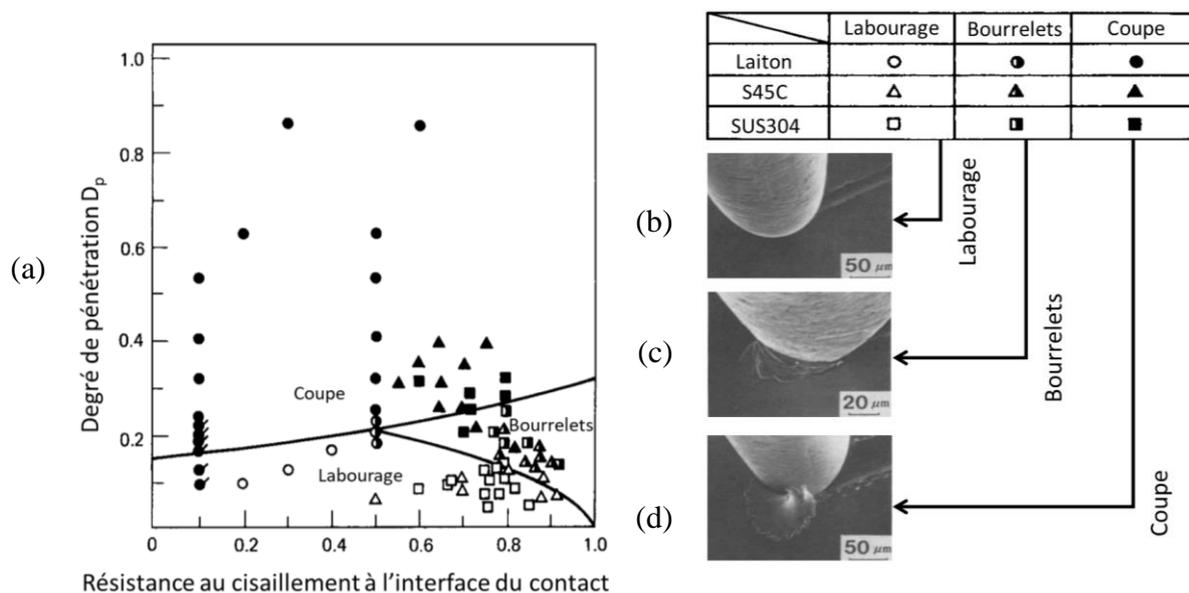


Fig. 1.14 : (a) Diagramme obtenu par Hokkirigawa et Kato [44], représentant les différents modes d'usure abrasive en fonction du degré de pénétration D_p et de la résistance au cisaillement à l'interface (exprimée de 0 à 1, elle correspond au coefficient de Tresca, par opposition au coefficient de frottement de Coulomb). Laiton : 60Cu-40Zn ($HV=92 \text{ kg.mm}^{-2}$), S45C : Acier à 0,45% C ($HV=191 \text{ kg.mm}^{-2}$), SUS304 : Acier austénitique 18Cr-8Ni ($HV=295 \text{ kg.mm}^{-2}$) ; Images MEB-SE des trois principaux mécanismes d'abrasion observés par Kato [45] ; (b) Labourage ; (c) Formation de bourrelets ; (d) Coupe.

Plusieurs études traitent de l'abrasion entre un métal et un papier abrasif et donnent des caractéristiques jugées standards d'une abrasion [43], [46], [47] :

- Dans une majorité des cas, le volume d'usure V_u évolue de façon linéaire avec la force normale F_N et la distance de glissement d :

$$V_u \propto F_N \times d \quad (1.5)$$

- La réduction de l'usure du métal est possible seulement si sa dureté H_m est supérieure à celle de l'abrasif H_a d'un facteur de 1,3 ; au-delà de ce facteur, aucune amélioration significative n'est obtenue d'après les travaux de T.S. Eyre [43] ;

$$H_m > 1,3 H_a \quad (1.6)$$

- 3 régimes sont distingués dans le mécanisme d'usure ; le régime de faible usure ($H_a < H_m$), le régime de transition ($H_a \approx H_m$) et le régime de haute usure ($H_a > H_m$) (Fig. 1.15).

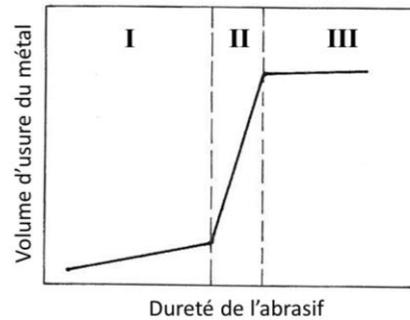


Fig. 1.15 : Influence de la dureté de l'abrasif sur l'usure du métal, divisée en trois parties ; les régimes de faible usure (I), de transition (II) et de forte usure (III) [1].

Outre des paramètres intrinsèques au matériau comme la dureté ou les sollicitations mécaniques comme la force normale appliquée, l'abrasion est un phénomène qui peut également dépendre de paramètres environnementaux :

- Les paramètres de dureté et de limite d'élasticité dépendent de la température et de la vitesse de glissement (soit par un caractère viscoplastique, soit par échauffement local des surfaces comme pour les polymères par exemple) ;
- Différentes études témoignent d'une influence de l'humidité sur l'abrasion. Dans certains cas elle est accentuée par l'apparition de fractures (fragilisations de surface) [48]–[50], ou encore par l'apparition d'oxydes durs à l'interface. Dans d'autres cas comme pour le titane, il a été observé une légère diminution de l'usure abrasive [51] ;
- Les effets de corrosion jouent un rôle couplé avec l'abrasion et forment un cycle. Cela a notamment été étudié par Quinn [52]–[54] et Stott [55] avec le concept d'usure oxydative. L'abrasion permet tout d'abord de rendre la surface réactive à l'oxydation, puis une couche protectrice d'oxyde se forme sur la surface, qui est par la suite éliminée par l'usure abrasive, laissant apparaître à nouveau une surface réactive à la corrosion, etc.

De manière plus générale, l'abrasion modifie les propriétés des surfaces, et provoque leur endommagement (plus particulièrement pour la surface molle). Il existe plusieurs moyens d'améliorer la résistance à l'abrasion, en jouant notamment sur les propriétés ou caractéristiques intrinsèques des matériaux, ou encore en modifiant la nature du contact par les solutions de traitement de surface. Les facteurs sur lesquels il est possible d'agir sont :

- La dureté des surfaces, qui est la propriété considérée comme étant la plus influente dans les phénomènes d'abrasion. À l'inverse, l'abrasion peut avoir un impact sur la dureté d'un matériau : c'est ce qui est appelé l'écrouissage (durcissement par déformation à froid). Richardson [56] a notamment montré que l'abrasion, via un labourage, peut provoquer un très fort durcissement des surfaces pour des métaux purs et des aciers ;
- La microstructure, qui détermine les propriétés mécaniques du matériau et donc sa résistance à l'usure abrasive, comme sa ductilité (capacité à se déformer plastiquement sans rupture) ou sa ténacité (capacité à éviter la propagation de fissures). Pour éviter

les déformations, il sera donc généralement attendu d'affiner les grains : l'augmentation de la densité de joints de grains permet le plus souvent d'augmenter la quantité des dislocations, qui s'opposent à la déformation, et ainsi augmenter la dureté du matériau par « effet Hall-Petch » (expliqué au paragraphe § 1.4.1). En revanche, les joints de grains peuvent être fragilisés, par exemple par la présence de précipitations ou de ségrégations, ce qui diminue fortement la ductilité du matériau et peut conduire à l'accélération de l'usure. De manière générale, il est donc primordial de trouver un compromis dans la quantité de joints de grains, pour permettre un durcissement de la surface, tout en assurant la cohésion de la matière [57] ;

- La présence de secondes phases [3], par exemple les précipités, qui peuvent augmenter fortement la dureté et la limite d'élasticité d'un matériau. Plusieurs paramètres importants sont à prendre en compte, comme le ratio taille des précipités / taille de grains, mais surtout les propriétés de la seconde phase. C'est en effet grâce à des particules dures dans les alliages mous que la résistance à l'abrasion est accrue. Mais la dureté n'est pas à l'origine de tous les bénéfices de la seconde phase : son orientation cristalline et son module d'élasticité sont également des paramètres à prendre en compte [58].

1.3.2 Adhésion

La principale différence entre les mécanismes d'adhésion et les mécanismes de type fatigue ou abrasion est le rôle joué par les interactions entre les matériaux en contact. En effet, si les autres mécanismes peuvent être décrits par les forces et les déformations, l'adhésion intervient dans les cas où l'aire de contact réelle est soumise aux forces à courte portée (interactions chimiques) [2]. Le type d'interaction dépendra essentiellement de la nature des matériaux en contact. Une forte solubilité entre matériaux favorise généralement les phénomènes d'adhésion, pouvant aller jusqu'à la formation de phases intermétalliques [59]. C'est en partie par ces phénomènes que se distingue l'usure adhésive qui, contrairement à l'usure abrasive, évolue particulièrement rapidement dans une forme sévère.

Un certain nombre d'études explique les phénomènes mécaniques liés à l'adhésion [9], [60]–[63] :

- Un stade initial d'activation est généralement nécessaire pour l'amorcer. Il consiste par exemple en la rupture de l'oxyde superficiel dans le cas de surfaces métalliques, ou encore par rupture de chaînes macromoléculaires et/ou formation de liaisons polaires par oxydation à plus haute température dans le cas de surfaces polymères. Ce stade contribue à faciliter les forces d'adhésion, qui sont de courte portée ;
- Lors d'un phénomène d'adhésion entre deux métaux, il se forme une jonction dès leur mise en contact (Fig. 1.16(a)). Cette jonction n'est pas immédiatement arrachée et reste intacte pendant le premier mouvement de glissement, grâce à l'accommodation par déformation plastique du métal environnant ;
- Lorsque le mouvement de glissement continue, la jonction connaît un développement (Fig. 1.16(b)). Sous l'effet de la résistance au cisaillement à l'interface, une

déformation plastique a lieu dans une direction opposée à celle du mouvement de glissement, ce qui provoque l'accumulation de matière dans la jonction (la distance séparant les surfaces augmente) ;

- Sous l'effet de la contrainte, une fracture survient soit dans la jonction à l'interface, si celle-ci est moins résistante que les deux surfaces ayant formé la liaison (rupture adhésive) ; soit à l'arrière de la jonction, sur une des deux surfaces, localisées sous chaque spot de contact, si la liaison formée entre les surfaces est très résistante, et que la force d'adhérence excède la résistance mécanique de l'un des deux matériaux en contact (rupture cohésive). Ce phénomène est défini comme un arrachement de la matière, du matériau le moins dur au matériau le plus dur (Fig. 1.16(c)).

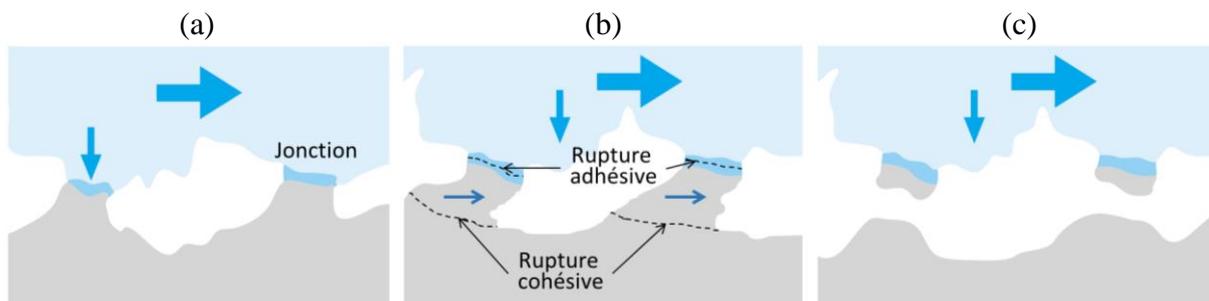


Fig. 1.16 : Phénomène d'adhésion dans un mouvement de glissement entre deux métaux [5], (a) Distorsion des surfaces après une très courte distance de glissement et formation d'une jonction adhésive ; (b) Évolution par déformation plastique de la jonction pendant les mouvements de glissements, avec deux zones de ruptures possibles ; (c) Arrachement de matière provoquant une rupture cohésive (ou adhésive dans d'autres cas, en fonction de la résistance des différents matériaux).

Le phénomène d'adhésion intervient seulement sous certaines conditions ; sous air et en présence de film liquide à l'interface, l'adhésion entre deux surfaces est négligeable. De plus, elle est connue pour être influencée par les contaminants de surface (qui contribue à la limiter) et l'effet de l'environnement ; il est ainsi difficile de relier directement le volume d'usure avec les propriétés nominales des matériaux.

Il est cependant indispensable de prendre en considération quelques paramètres [64]–[67]. Le film de contaminants présent sur chaque surface peut être cassé dès lors que l'on applique une force normale au système (dont les effets sont amplifiés lors d'un mouvement entre les deux surfaces). Les matériaux mous sont également plus enclins à former des jonctions durables, car contrairement aux matériaux durs, les relaxations élastiques sont moins importantes, et les jonctions formées sont plus ductiles. Cela mène donc à la conservation des jonctions formées. Les travaux d'Anderson [66] en particulier montrent qu'à l'interface Al - Cu, il se produit un mélange entre les deux métaux ainsi que leurs oxydes ; il a été notamment observé une interdiffusion chimique entre Al et Cu. Les travaux de Sikorski [67], quant à eux, montrent que certaines caractéristiques des surfaces en contact favorisent plus ou moins le phénomène d'adhésion : par exemple, des surfaces dures avec des modules élastiques élevés tendent à faire diminuer les risques d'adhésion.

Il existe plusieurs moyens d'améliorer la résistance à l'adhésion, mais ceux-ci passent généralement par un changement de nature de contact, car elle provoque la formation de liaisons interfaciales. Le but est donc de limiter l'apparition de ces liaisons ou de les fragiliser pour limiter l'endommagement des surfaces. Le moyen le plus efficace est ainsi de choisir des matériaux insolubles pour les deux surfaces en contact, ou bien procéder à un traitement de surface jouant le rôle de film protecteur. [57]

1.3.3 Effets combinés abrasion – adhésion

Les deux mécanismes détaillés ci-dessus sont parfois à prendre en considération dans un même mécanisme d'usure. Leur combinaison provoque généralement une usure plus sévère et souvent accélérée.

L'usure adhésive en particulier intervient rarement seule : la formation de particules d'usure dures dans le contact, durcie par écrouissage ou simplement sous forme oxydée aux propriétés de dureté accrues, peut être accompagnée d'une usure abrasive sévère des surfaces [2].

À l'inverse, il arrive souvent qu'une usure abrasive puisse dégénérer en usure adhésive :

- Lorsque l'usure abrasive forme des bourrelets, la formation de jonctions adhésives entre les deux surfaces peut être favorisée, notamment par activation des surfaces et suppression d'éventuelles couches oxydées (favorisant la solubilité des matériaux). Cela mène à terme à une usure adhésive par rupture adhésive ou cohésive ;
- Lorsque l'usure abrasive forme des particules d'usure libres dans le contact, ces dernières peuvent participer à une adhésion d'origine mécanique, correspondant à un ancrage des particules dans les cavités, les porosités ou encore les fissures de la surface la plus tendre.

1.3.4 Cas des usures de couples métal - polymère

La plus grande partie des études menées sur l'usure dans des systèmes tribologiques concerne des contacts métalliques. Lorsqu'une surface non métallique, comme par exemple un polymère, est utilisée dans un système tribologique, il est important de prendre en compte les différences des propriétés intrinsèques du matériau pour étudier le comportement du système complet. De par les différentes applications du sujet de thèse, il est important d'y consacrer un paragraphe.

1.3.4.1 Comportements tribologiques spécifiques dus à la réponse mécanique de polymères

Le comportement tribologique dans un contact métal – polymère est en grande partie régi par les propriétés mécaniques du polymère, plus élastique qu'un métal du fait de leur faible rapport E/H (avec E le module d'élasticité et H la dureté) [16].

L'indice de plasticité I_p (1.7) [68] permet entre autres d'estimer les effets de l'élasticité et de la plasticité du polymère, ceux de sa rugosité ou plus précisément de la statistique des pics, et ceux de l'environnement comme la température, qui va directement agir sur ses propriétés mécaniques :

$$I_p = \frac{E}{HV} \cdot \sqrt{\frac{\sigma_q}{r_c}} \quad (1.7)$$

Avec E le module d'élasticité, HV la dureté (estimée à 3 fois la limite d'élasticité Re , d'après Greenwood et Williamson [68]), σ_q l'écart-type des hauteurs des pics et r_c le rayon de courbure moyen au sommet des pics.

La valeur de l'indice de plasticité permet de définir le type de contact :

- Lorsque $I_p < 0,6$, le contact est « microélastique ». Le frottement dépend essentiellement de la dissipation d'énergie, et donc de la température de contact. La forte élasticité permet de minimiser l'irréversibilité des déformations provoquées par des aspérités de la surface antagoniste la plus dure (surface métallique par exemple), et donc minimise le frottement et l'usure, particulièrement les rayures. En revanche, l'usure de type fatigue est relativement courante ;
- Lorsque $0,6 < I_p < 1$, le contact transite du type « microélastique » à « microélastoplastique » ;
- Lorsque $I_p > 1$, le contact est « microélastoplastique », ce qui favorise des usures abrasives sévères. Comme décrit par Hokkirigawa et Kato [44], l'usure abrasive dans des interactions plastiques sera de type coupe ou labourage [69]. Les contacts microplastiques favorisent également des phénomènes d'adhésion, bien que l'absence d'interactions et de soudures métalliques ait tendance à les éviter. Comme montré dans les travaux de Shooter [70], il est possible d'observer des phénomènes d'adhésion (entre surfaces polymères ou entre acier et polymère) avec des charges appliquées suffisamment importantes pour provoquer le cisaillement en profondeur du polymère, plutôt qu'à l'interface. L'étude de Boissonnet et al. [71] montre également la formation d'un transfert du polymère vers la surface métallique, et d'un lien quantitatif entre les effets d'adhésion et l'évolution du frottement. D'autres études montrent des cas d'adhésion de polymère sur des métaux, avec différents mécanismes proposés [72]–[74], comme les forces électrostatiques de Coulomb, les forces de Van der Waals, ou des réactions chimiques : liaisons entre terminaisons de polymères ou radicaux

libres avec les surfaces métalliques ; ou rupture des chaînes polymères suivie de leur réaction avec les surfaces métalliques. Les effets adhésifs, quelles que soient leurs origines, contribuent à des usures accélérées du contact.

D'après l'indice de plasticité I_p , la vitesse d'usure abrasive du polymère dépend donc de la rugosité du métal antagoniste, comme montré par la figure Fig. 1.17 [75]. À faible module d'élasticité du polymère et à faible rugosité R_a de la surface antagoniste, l'indice de plasticité est faible : la déformation du polymère sur la plupart des microcontacts est élastique, ce qui résulte en une vitesse d'usure k faible. Lorsque R_a augmente, l'élasticité du polymère ne suffit plus ; I_p croît et le contact devient plastique. Dans ces conditions, de faibles duretés HV contribuent à une usure beaucoup plus rapide.

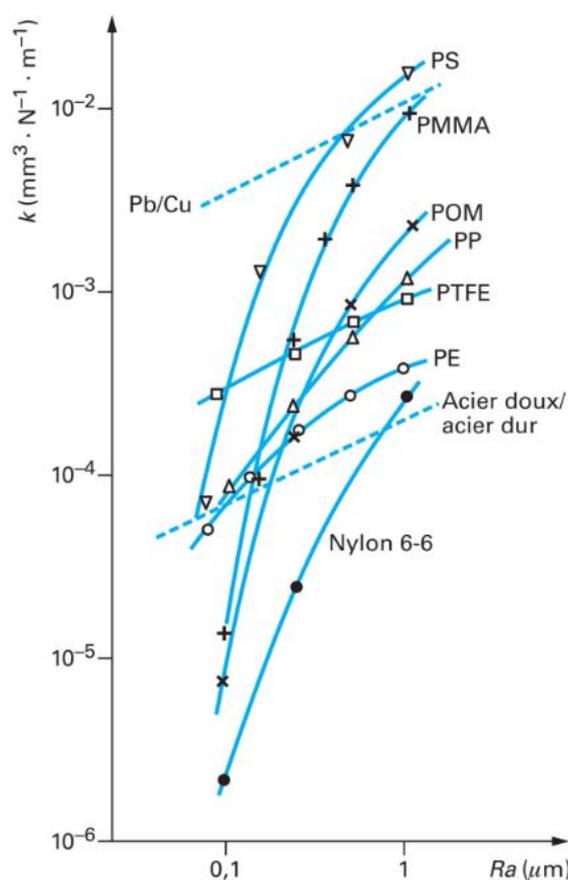


Fig. 1.17 : Évolution de la vitesse d'usure k , d'après Evans et Lancaster [76]. Comparaison de divers polymères (lignes pleines) avec divers métaux (lignes pointillées) en fonction de la rugosité de la surface antagoniste R_a (acier doux HV > 100).

Ces observations sont confirmées par Boissonnet et al. [71] : le coefficient de frottement d'un système métal – polymère en glissement augmente lorsque la rugosité de la surface métallique augmente, et l'usure évolue de façon linéaire avec la rugosité de la surface métallique (à l'exception des rugosités les plus importantes > 0,6 μm) (Fig. 1.18). Ces effets sont d'autant plus marqués que la force normale est élevée (à noter que le contact de Boissonnet est particulièrement sévère, avec un polymère très endommagé).

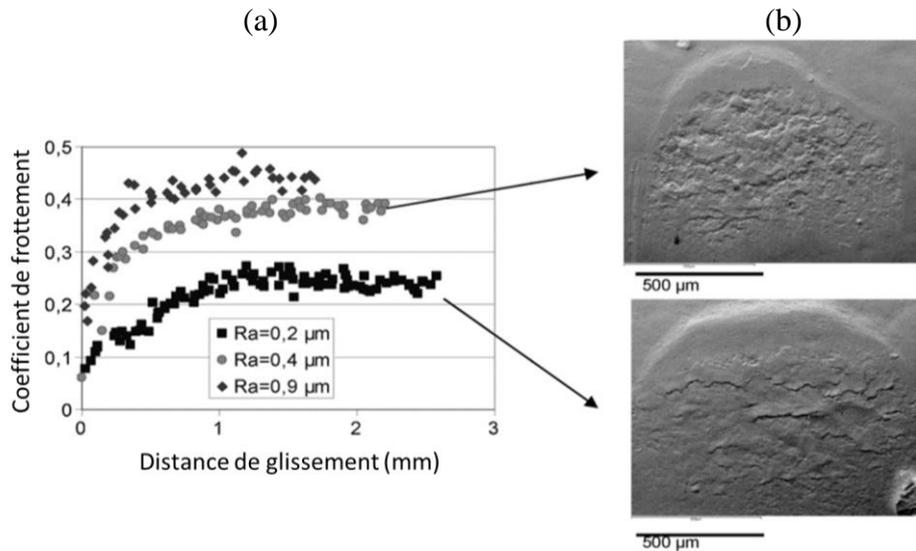


Fig. 1.18 : Influence de la rugosité de la surface métallique dans une expérience de mouvement de glissement (un aller) avec une force normale élevée $F_N=150\text{ N}$; (a) Évolution du coefficient de frottement pour différentes rugosités de ZnNi ; (b) Images MEB-SE de la surface polymère (revêtement époxy), d'après les travaux de Boissonnet et al. [71].

La figure Fig. 1.19 montre quant à elle que la dureté reste un paramètre dominant autant pour des contacts métalliques que pour des contacts métal – polymère, surtout lorsque I_p est élevé. Mais contrairement aux métaux, la vitesse d'usure des polymères avec du papier abrasif dur n'est pas totalement inversement proportionnelle à sa dureté. D'après Omar et al. [77], la vitesse d'usure d'un polymère dépend plus de sa ténacité que de sa dureté ; elle serait inversement proportionnelle au carré de la ténacité.

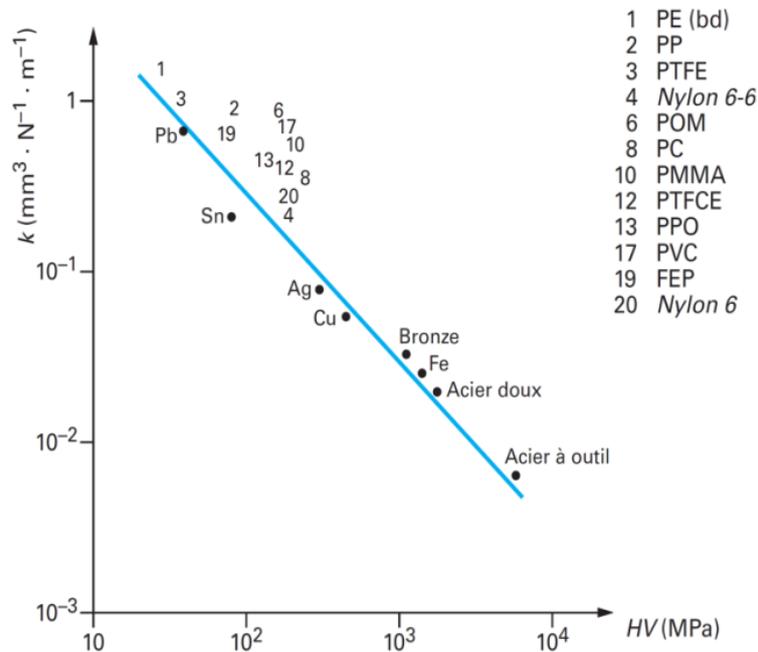


Fig. 1.19 : Évolution de la vitesse d'usure k , d'après Evans et Lancaster [76]. Comparaison de divers polymères avec divers métaux, en fonction de la dureté des échantillons, lors d'abrasion à sec par du papier abrasif SiC (grade 100 avec $Ra_{\text{éq}} \approx 38\ \mu\text{m}$).

Une autre caractéristique importante à prendre en compte dans un contact métal – polymère est la ductilité du polymère : lorsqu'il est très ductile, c'est-à-dire lorsqu'il a un allongement à la rupture supérieur à 10% environ, la vitesse d'usure a tendance à décroître au cours des cycles de frottement. Ce phénomène est expliqué notamment par la formation d'un transfert de polymère (à partir de particules ductiles) sur la surface métallique, qui contribue à faire diminuer la rugosité de ce dernier et donc diminuer l'usure. Au contraire, si les particules composant le transfert de polymères ne sont pas suffisamment ductiles, elles contribuent à faire augmenter la rugosité du métal et donc la vitesse d'usure.

En résumé, le comportement à l'usure des polymères va fortement dépendre de la surface antagoniste [16] :

- Si sa surface est lisse, l'usure peut se limiter à des phénomènes d'adhésion entre les deux surfaces, provoquant essentiellement des déformations de surface. Elle peut également provoquer de petites déchirures perpendiculaires à la direction des glissements, précédés de bourrelets, par l'apparition de contraintes de traction à l'arrière du contact. Pour des conditions plus douces, la capacité de retour élastique, voire de cicatrisation (disparition par relaxation viscoélastique) du polymère permet de limiter les endommagements de surfaces ;
- Si sa surface est rugueuse, les aspérités peuvent provoquer des phénomènes de labourage et la formation de microfissures par fatigue sur la surface polymère. L'aspérité dure pénètre dans le polymère et l'étire jusqu'à céder en traction. Elle y laisse une succession de déchirures, accompagnée de bourrelets, dans la direction du glissement.

1.3.4.2 Effets des conditions de sollicitation sur les réponses mécaniques de polymères

Le rapport E/H dépend de la nature du polymère mais également des conditions de sollicitation dans lesquelles il se trouve ; l'augmentation de la force normale appliquée au contact ou encore la vitesse de glissement augmente la puissance dissipée et la température des pièces, particulièrement dans le contact. Les polymères étant sensibles notamment à la température et ayant de faibles conductivités thermiques (et donc de faibles capacités à évacuer la chaleur), les nouvelles conditions de contact entraînent une évolution de certaines propriétés comme la diminution du module élastique ou de la limite d'élasticité, qui peut aller jusqu'à entraîner des transitions structurales (fusion de la phase cristalline, transition vitreuse, réactivité chimique) [78].

Les changements des modules élastiques peuvent par exemple impacter la capacité des aspérités à se déformer. Cela modifie le mode de déformation des aspérités pendant une indentation et pendant un cisaillement, et donc modifie les caractéristiques d'usure :

- Si la température approche la température de transition vitreuse T_g , la dissipation visco-élastique en sous-surface s'ajoute à la dissipation superficielle, ce qui mène à de forts frottements ;
- Si la température est éloignée de T_g et que le polymère se trouve dans le domaine vitreux, le frottement peut être faible ($\mu = 0,1$ à $0,5$), particulièrement lorsque sa température de fusion T_f est élevée.

Les paramètres les plus importants à considérer sont donc la température et la conduction thermique des polymères (beaucoup plus limitée que dans le cas des métaux). Par modification des propriétés du polymère, un effet sévère notamment sur l'usure et sur le coefficient de frottement peut être observé (Fig. 1.20). Généralement, une augmentation de température de 20°C ou plus augmente la ductilité et la ténacité des polymères [78].

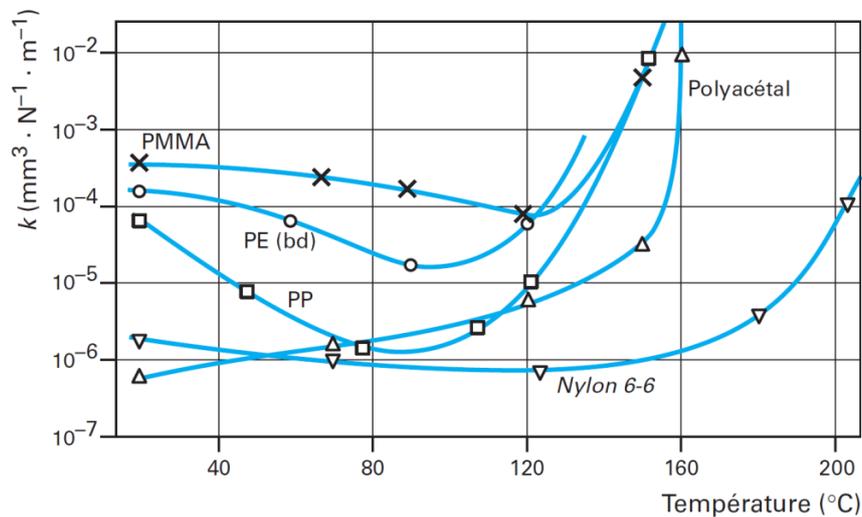


Fig. 1.20 : Évolution de la vitesse d'usure k en fonction de la température de la pièce en acier, pour différents polymères frottant à sec sur un acier doux ($R_a \approx 0,15 \mu\text{m}$), d'après Evans et Lancaster [76].

Dans les travaux de Vinogradov [79], lors du frottement rotatif d'un acier avec une résine phénol-formaldéhyde renforcée de fibre de verre, en fonction de la configuration des tests, l'échauffement mesuré est plus ou moins élevé et impacte de manière différente le coefficient de frottement (Fig. 1.21) :

- Dans la configuration où l'échauffement est important (polymère en contact permanent avec l'acier en rotation), le coefficient de frottement augmente fortement au début du test en passant de $0,1$ à $0,4$, puis diminue fortement lorsque le polymère atteint une température haute jusqu'à 170°C , retombant ainsi à une valeur de $0,1$. Ce comportement peut être attribué notamment à une transition vitreuse, dont la température critique T_g est atteinte ;

- Dans la configuration où l'échauffement est inférieur à 95°C (polymère en contact intermittent avec l'acier fixe), le coefficient de frottement augmente cette fois fortement en début de test, et atteint le palier où il se stabilise à 0,35.

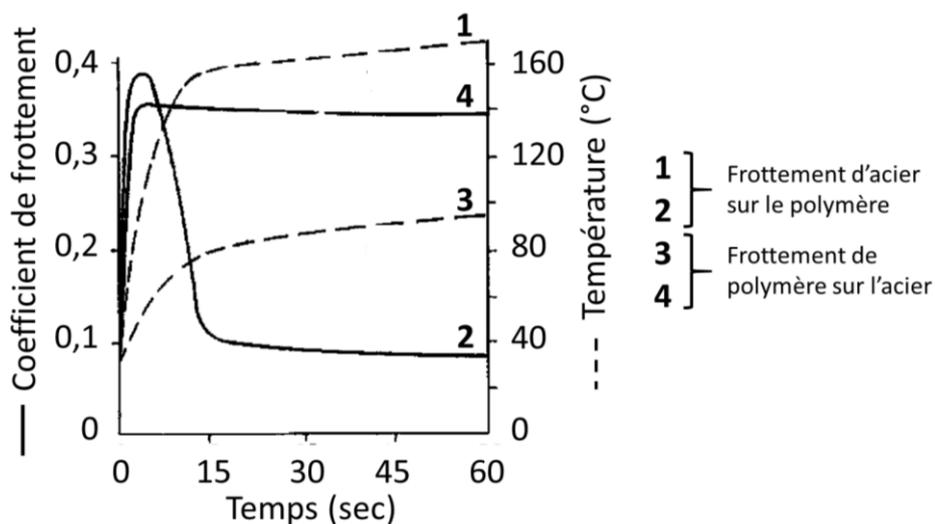


Fig. 1.21 : Évolution des coefficients de frottement en fonction de la température de contact (contact rotatif sous une charge de 30 kg et une vitesse de 0,45 m/s), d'après les travaux de Vinogradov [79] ; dans le cas de l'acier frottant sur le polymère (1&2) ; dans le cas du polymère frottant sur l'acier (3&4).

1.3.4.3 Phénomènes de transfert sous l'effet de charges électriques

Les paragraphes précédents font état de transfert du polymère vers le métal ou du métal vers le polymère sous certaines conditions. Ces transferts peuvent être permis par [80], [81] :

- La rupture des liaisons chimiques (dont les liaisons C-C) du polymère dont les énergies de liaison sont suffisamment importantes ;
- La rupture des chaînes des macromolécules, avec la formation de fortes concentrations de radicaux libres ;
- La participation de ces radicaux libres à différentes réactions chimiques.

La formation de radicaux libres, provenant de la dégradation de polymères, est permise entre autres par des fluctuations d'énergie thermomécanique [82]. Ces fluctuations peuvent également mener à la polymérisation de fragments macromoléculaires, qui résulte en la formation d'une structure secondaire très différente de l'initiale.

En outre, le frottement et le passage d'un courant électrique peut influencer la formation de transfert de matière d'une surface à l'autre. Un glissement entre un métal et un polymère provoque des changements importants de densité d'électrons à chaque point de contact. Le frottement cause notamment des changements de propriétés comme la conductivité électrique et thermique, sur la surface des polymères. Le transfert de charge à l'interface, et donc le courant électrique, peut se faire dans toutes les directions possibles ; lorsque le polymère

acquiert une charge électrique positive, il se forme un film polymère aux propriétés anti-frottement sur le métal ; lorsque le polymère acquiert une charge électrique négative, il est métallisé. [80]

L'étude de Lavielle [83] montre par exemple que le courant électrique, même faible (tensions appliquées de -100 V à 100 V), influence les effets d'adhésion dans un contact métal – polymère, dans un système pion-disque avec un disque en acier et un pion en polyméthylméthacrylate, avec une vitesse de 1,6 mm/s. En effet, en fonction du courant et de son sens, les chaînes macromoléculaires présentes à l'interface s'orientent de manière différente, ce qui influence donc leur capacité à adhérer sur la surface opposée. Ainsi, il observe que lorsque le courant électrique gêne les interactions d'adhésion du polymère, le coefficient de frottement diminue et il n'y a que peu de transfert de matière polymère. L'usure est donc moindre sur ce dernier. L'étude de Hurricks [84] montre également une augmentation marquée des coefficients de frottement apparents lors du passage d'un courant (tension appliquée comprise entre 0 et 1 000 V, courant de plusieurs dizaines de milliampères) (Fig. 1.22), dans le cas d'un contact entre un élastomère chargé avec du noir de carbone et une surface aluminium, à des vitesses comprises entre 61 et 610 mm/s.

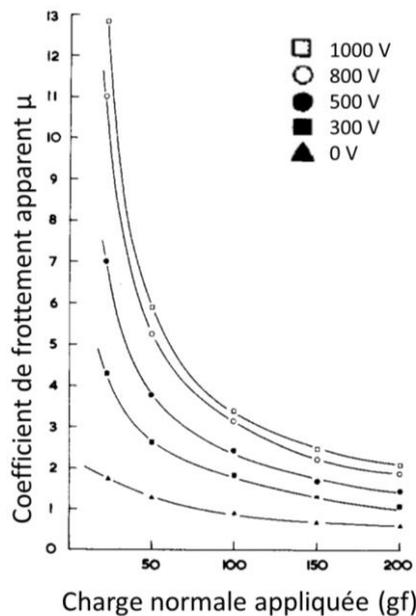


Fig. 1.22 : Variation du coefficient de frottement apparent en fonction de la charge normale et de la tension appliquées, d'après Hurricks [84].

1.4 Transformation de surface sous l'effet du frottement et de l'usure

L'ensemble des mécanismes d'usure présentés précédemment agissent sur les surfaces et les transforment mécaniquement. Les frottements et l'usure sont bien souvent à éviter dans les systèmes tribologiques dans l'industrie. En revanche, dans certains cas, les transformations structurales provoquées permettent d'éviter par exemple la déformation du matériau,

augmenter sa cohésion interne, ou encore introduire des contraintes internes de compression. Si elles sont contrôlées, ces transformations mécaniques peuvent être utilisées comme traitements de surface qui permettent d'acquérir de nouvelles propriétés mécaniques capables de supporter les différentes sollicitations du contact. [57]

1.4.1 Transformations microstructurales et déformations plastiques

Les procédés ou traitements par hyper-déformations permettent de former des surfaces micro-structurées, qui agissent selon différents modes sur les propriétés mécaniques du matériau. Le premier paramètre impacté est sa dureté, qui est augmentée pour différentes raisons :

- Par augmentation de joints de grains, appelé aussi « effet Hall-Petch ». En effet, l'hyper-déformation de surface provoque une réduction significative des tailles de grains, et donc l'augmentation de sous-joints et de joints de grains. Les dislocations se retrouvent ainsi piégées par les joints de grains plus nombreux, et l'activation de plans de glissement sous contrainte se retrouve fortement limitée. L'équation (1.8) décrit l'effet Hall-Petch et montre l'évolution de la résistance mécanique du matériau (limite élastique R_e) en fonction des propriétés mécaniques du matériau (σ_0), de la taille des grains (d_g), et d'une constante de proportionnalité K_{hp} qui dépend du matériau [85], [86] :

$$R_e = \sigma_0 + \frac{K_{hp}}{\sqrt{d_g}} \quad (1.8)$$

- Par accumulation de dislocations, qui est provoquée par la formation et le déplacement de dislocations dues aux fortes déformations plastiques. Lorsqu'il y a saturation de dislocations, ces dernières bloquent leur propre mouvement : pour le générer, il est ainsi nécessaire d'avoir une contrainte plus importante. L'équation de Taylor (1.9) évalue cette contrainte de cisaillement nécessaire au mouvement (τ) en fonction de la densité de dislocations (ρ_d), avec α une constante du matériau, b le vecteur de Burgers (définissant le déplacement d'une lèvre de la lacune formée par rapport à l'autre) et G le module de cisaillement :

$$\tau = \alpha G b \sqrt{\rho_d} \quad (1.9)$$

L'hyper-déformation impacte la dureté et donc finalement la résistance de la surface à l'usure ; c'est notamment ce qui est observé par Yao et al. [87] dans une surface déformée de Cu pur dont la surface a subi un polissage électrolytique, dans un système bille-plan à sec, avec une bille en WC-Co ($\varnothing = 10$ mm) de dureté 17,5 GPa. Ils démontrent une corrélation

entre le volume d'usure, la taille des grains et la dureté : lorsque la taille des grains augmente, la dureté diminue et le volume d'usure augmente (Fig. 1.23).

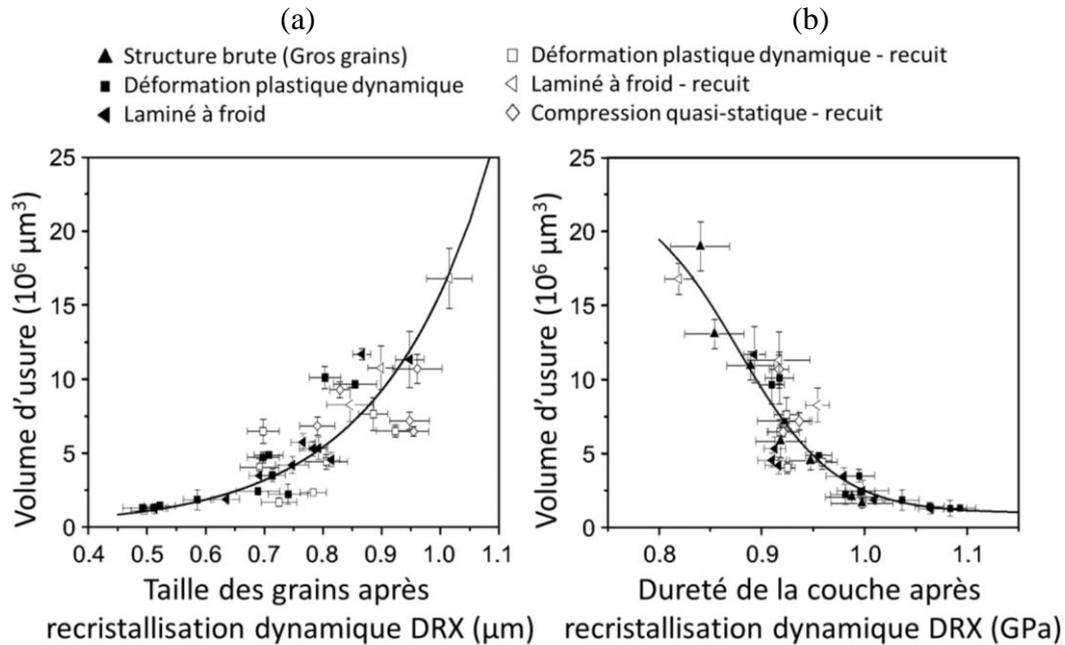


Fig. 1.23 : Évolution du volume d'usure d'un échantillon de cuivre, selon les travaux de Yao et al. [87]. Les différentes structures étudiées sont obtenues avec des forces normales de 10, 20 et 30 N, des fréquences de 1 à 30 Hz et des durées de 1 à 60 min ; (a) En fonction de la taille de grains ; (b) En fonction de la dureté.

1.4.2 Procédés de déformations plastiques sévères

Il existe un certain nombre de procédés utilisés pour la mise en forme des matériaux, qui peuvent provoquer des déformations plastiques sévères. Parmi eux, se trouvent notamment [88] :

- L'ECAP (Equal Channel Angular Pressing), dans lequel l'échantillon est pressé dans un tube de même diamètre mais comportant un coude. Ce dernier provoque des cisaillements qui sont à l'origine d'une forte déformation plastique et d'une modification microstructurale à chaque passage [89] (Fig. 1.24(a)) ;
- Le MDF (Multi-Direction Forging), qui consiste en des cycles de forgeage dans des directions orthogonales aux précédentes (« pétrissage »). Le volume et les dimensions initiales et finales de l'échantillon sont équivalents, mais les différentes étapes de forgeage induisent un raffinement de microstructure [90] (Fig. 1.24(b)) ;
- Le HPT (High Pressure Torsion), dans lequel un disque de quelques millimètres d'épaisseur est placé entre deux porte-échantillons en rotation opposée et sous une force normale. L'échantillon subit donc des contraintes normales et de cisaillement, qui provoquent une transformation hétérogène de sa microstructure (maximale dans les zones où le glissement et la charge sont maximales) [91] (Fig. 1.24(c)) ;

- L'ARB (Accumulative Roll Bonding), assimilable à un laminage à froid répétitif, qui provoque la déformation plastique par l'effet de deux disques en rotation, qui font diminuer la dimension de la section de l'échantillon. La particularité de ce laminage est le passage répété de l'échantillon, ce dernier étant coupé en deux et superposé avant de subir de nouveau un laminage. Le laminage est dit « à froid » lorsqu'il est appliqué à température ambiante [92], [93] (Fig. 1.24(d)).

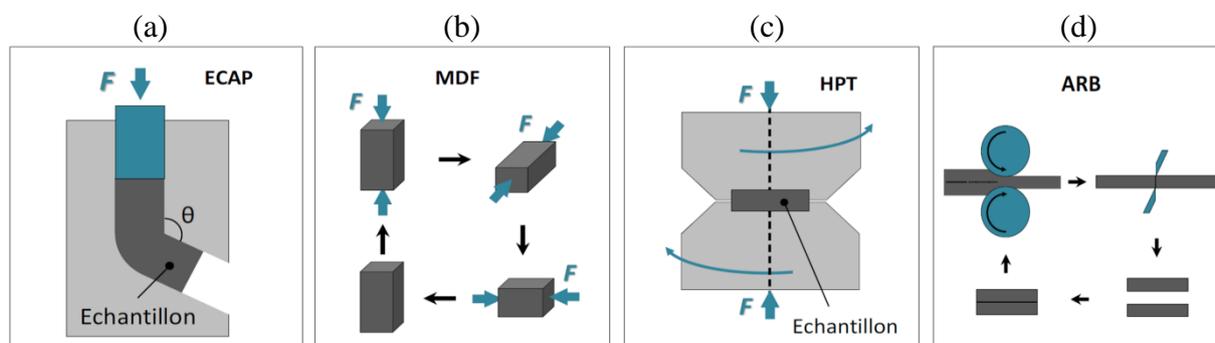


Fig. 1.24 : Représentation de différents procédés de déformation plastique sévère [94] ; (a) Equal Channel Angular Pressing (ECAP) ; (b) Multi Direction Forging (MDF) ; (c) High Pressure Torsion (HPT) ; (d) Accumulative Roll Bonding.

Ces différentes déformations plastiques sévères sont provoquées par des mises en forme de matériaux, qui ne sont pas nécessairement appliquées dans le but de durcir les surfaces pour réduire l'usure. Dans ces conditions, elles sont parfois perçues comme problématiques. En revanche, lorsqu'elles sont contrôlées, elles peuvent représenter un net avantage à la résistance des surfaces aux sollicitations mécaniques : c'est ce qui est appelé un traitement de transformation tribologique superficielle (TTS).

1.4.3 Traitements de transformations tribologiques superficielles

Le terme de Transformation Tribologique Superficielle (TTS) désigne toute évolution profonde, souhaitée ou non, de la structure superficielle et des propriétés mécaniques et tribologiques de la surface, induite par des combinaisons de sollicitations mécaniques (hyperdéformation en général), thermiques et chimiques (oxydation...) imposées par un contact. Dans la mesure où un fort durcissement par nanostructuration peut donner un avantage tribologique comme une résistance à l'usure, des traitements destinés à créer des TTS ont été imaginés. Généralement appliqués aux surfaces métalliques et à température ambiante, les traitements de TTS induisent la formation d'une couche superficielle transformée d'une épaisseur typique de quelques dizaines de micromètres, voire parfois jusqu'au millimètre (Tab. 1.2), dont les propriétés sont provoquées par déformation plastique sévère, en conséquence de charges mécaniques répétées. Cette couche est fortement durcie en raison des transformations microstructurales, mais cette structure peut aussi être responsable de la formation de particules d'usure dans le contact. L'épaisseur d'équilibre de la couche transformée est donc définie comme un phénomène de compétition entre sa formation par déformation mécanique et sa désintégration sous forme de particules d'usure. [94], [95]

| Profondeurs des échantillons impactées par les différents TTS | | |
|---|---------------------|-------------|
| ~ 10 μm | ~ 100 μm | ~ 1 mm |
| Sablage | | |
| | Martelage | |
| | | Chocs laser |
| Grenailage | | |
| SMAT | | |
| | Galetage | |

Tab. 1.2 : Classification de différents traitements de surfaces TTS en fonction des profondeurs d'échantillons impactées [94], [96].

Il existe plusieurs types de transformations mécaniques qui sont appliquées à une surface pour augmenter sa durabilité et sa résistance à d'autres sollicitations mécaniques, comme :

- Les TTS par impacts, comme le sablage, le grenailage qui consistent en des impacts à grande vitesse (jusqu'à 100 m/s) de billes métalliques dures ($\varnothing = 0,1$ à 2 mm), ou encore le SMAT (Surface Mechanical Attrition Treatment) provoqué par des billes ($\varnothing = 1$ à 10 mm) agitées par vibration à l'aide d'une sonotrode et sous vide (Fig. 1.25). Ils provoquent des transformations microstructurales sur quelques dizaines de micromètres (Fig. 1.25) ; la nanostructuration, très efficace, provient du fait que toutes les directions d'impact sont représentées, ce qui active tous les systèmes de glissement des grains superficiels. Par ailleurs ils génèrent des contraintes résiduelles de compression en sous-surface du matériau [14]. Celles-ci s'opposent à la formation et la propagation de fissures par fatigue ;

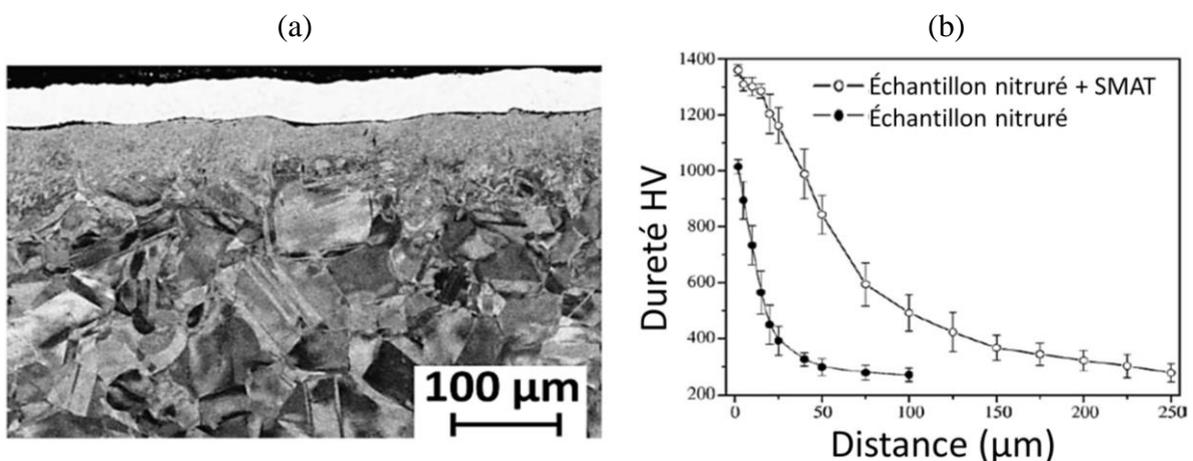


Fig. 1.25 : Exemple de l'impact d'un traitement de surface TTS de type SMAT ;
 (a) Transformation microstructurale avec une structure très fine en surface (AISI 316L) [97] ;
 (b) Gradient de duretés mesuré à partir d'une matrice d'indentation dans un acier 38CrMoAl [98].

- Les TTS par glissement, comme le galetage, qui est un polissage avec des galets métalliques (outil sphérique), et qui provoque plutôt des déformations par compression et cisaillement superficiel. Contrairement aux TTS par impacts, ils peuvent également servir de super finition, c'est-à-dire de traitement permettant l'amélioration de l'état de surface (diminution de rugosités notamment). Le traitement Platen Friction Sliding Deformation (PFSD) est également un TTS par glissement mettant en œuvre un bloc plan frottant sur un échantillon plan fixe ; un montage similaire est utilisé par Deng et al. [99] qui montrent dans leurs travaux que les surfaces sont fortement déformées (grains nanométriques) sur plus de 100 μm de profondeur. Ces transformations microstructurales sont bien accompagnées d'un durcissement de surface. (Fig. 1.26)

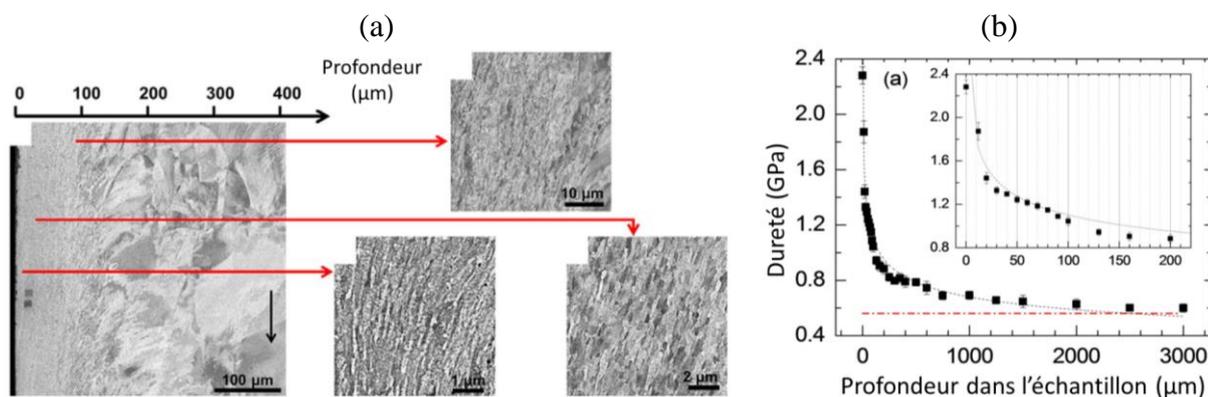


Fig. 1.26 : Effets d'un TTS de type PFSD sur un échantillon de cuivre frottant sur un bloc d'acier, sous une contrainte de 44 MPa, à température ambiante, d'après les travaux de Deng et al. [99] ; (a) Observation de la microstructure de l'échantillon sur 400 μm ; (b) Évolution de la dureté en fonction de la profondeur dans l'échantillon, dans la direction normale au glissement.

Les TTS, et plus généralement les transformations de surface sous l'effet de sollicitations mécaniques, peuvent être assimilées à des troisièmes corps se formant à l'interface de deux corps en contact. Ce concept de troisième corps, central dans ces travaux de thèses, est expliqué dans le paragraphe suivant.

1.5 Rôle du troisième corps dans un contact tribologique

La notion de troisième corps est introduite pour la première fois par Godet [100], complétée par la suite par les travaux de Berthier [101] ; il est décrit comme étant un matériau séparant les deux matériaux en contact, d'une composition différente de ces derniers, et qui permet de transmettre leurs efforts en accommodant leur différence de vitesses. Les auteurs ont observé que la production de particules et leur circulation dans le contact pouvaient avoir de nombreuses influences sur l'évolution tribologique du système, sans être toutefois obligatoirement néfastes. Dans ce concept, le troisième corps est défini par le processus comprenant [102] :

- Le détachement de particules ;
- L'action des particules dans le contact ;
- L'éjection des particules hors du contact.

La formation d'un troisième corps peut avoir de nombreuses origines (usures de surface, transformations de surface, lubrification) ; un tel système complexe est connu comme difficile à appréhender dans sa globalité, ou à modéliser correctement pour comprendre l'étendue de son action [102]–[108]. Cette partie a pour but d'introduire cette notion complexe, de la définir au mieux, et de décrire les différents impacts qu'il peut avoir dans un système tribologique.

1.5.1 Le triplet tribologique

La notion de troisième corps est généralement inscrite dans le concept plus large de triplet tribologique (Fig. 1.27). Celui-ci met en œuvre :

- Le mécanisme, correspondant à la sollicitation du contact. Globalement, il impose différents paramètres mécaniques comme la charge normale appliquée ou la cinématique, et des paramètres physico-chimiques comme l'environnement. Le comportement tribologique du système dépend donc de contributions extérieures au contact ;
- Les deux premiers corps, qui sont les matériaux mis en contact. Leurs propriétés mécaniques, physico-chimiques ou géométriques peuvent intervenir de façon indirecte dans le comportement du système, notamment en définissant la zone élémentaire de contact qui dépend de leurs déformations. Ce sont eux qui supportent les sollicitations imposées par le mécanisme ;
- Le troisième corps, défini comme le volume de matière séparant les deux premiers corps, est composé des films « écrans » superficiels présents sur les surfaces (contaminants, oxydes, molécules absorbées, etc.) qui déterminent les conditions d'adhérence entre les premiers corps et le troisième corps, ainsi que l'interphase dynamique contenant notamment des particules d'usure formées par les dégradations de surfaces.

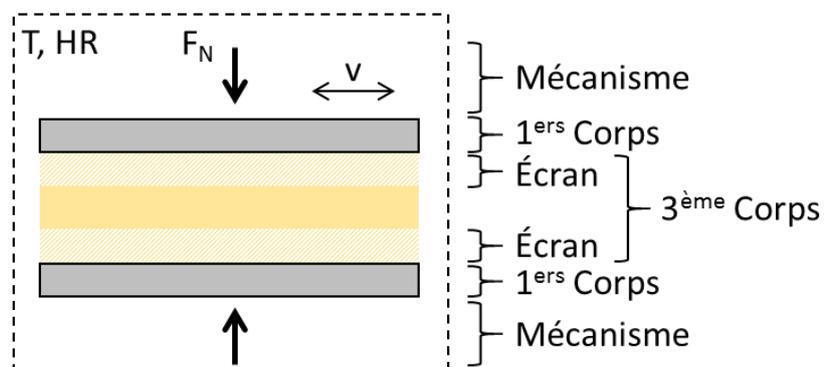


Fig. 1.27 : Représentation du triplet tribologique mettant en œuvre le mécanisme, les deux premiers corps et le troisième corps [16], [109].

1.5.2 Le troisième corps

Du point de vue de la cinématique, le troisième corps est défini comme étant une couche permettant l'accommodation de la différence de vitesses entre les deux premiers corps. Cet aspect appuie la théorie qu'il peut avoir un caractère lubrifiant en évitant les fortes usures des matériaux en contact. Ainsi, la théorie du troisième corps illustre le paradoxe du sacrifice des surfaces permettant sa formation, pour protéger les volumes des deux premiers corps.

Du point de vue matériau, le troisième corps est défini par Godet [100] comme la zone à l'interface où la composition chimique est différente de celles des deux premiers corps. Il est généralement constitué d'un mélange non homogène de particules d'usure (ou d'éléments étrangers comme des pollutions) et d'éléments du lubrifiants (épaississants) piégés à l'interface, permettant la séparation des deux premiers corps. Il peut également se présenter sous la forme de couche relativement compacte, formées de particules agglomérées ou de transfert de matière. L'origine de la formation du troisième corps peut être les phénomènes classiques d'abrasion, d'adhésion, ou encore une combinaison des deux :

- L'abrasion est un mécanisme provoquant la formation de nombreuses particules d'usure, pouvant circuler dans l'interface et donc entrer dans sa composition. Ce type d'usure abrasive « à trois corps » a été étudié par Hutchings et al. [110]–[112], notamment des abrasions par coupe, bourrelets ou labourage ;
- L'adhésion, quant à elle, mène à un transfert de matière, et forme un troisième corps par un arrachement de matière qui adhère à la surface opposée, dont la composition et les propriétés sont différentes des surfaces d'origine.

La formation d'un troisième corps, et plus généralement les phénomènes de transferts de matière à l'interface ont tendance à déterminer la symétrie d'usure, la formation de particules d'usure, les rugosités des surfaces, le coefficient de frottement et les résistances de contact [113]. L'étude de Descartes et al. [114] montre d'ailleurs qu'en fonction de la température ou de l'environnement oxydant, le troisième corps (utilisé comme lubrifiant solide et formé à partir d'un revêtement $\text{MoS}_{1,6}$) devient plus ou moins épais et change de propriétés rhéologiques, ce qui impacte sa capacité à accommoder la cinématique du système, et ce qui modifie in fine la durée de vie de leurs échantillons. Le troisième corps est donc déterminant dans les mécanismes d'usure, et en fonction de l'environnement dans lequel il apparaît, il peut :

- Soit favoriser l'usure du contact, par l'apport de débris piégés à l'interface et pouvant participer à un mécanisme d'usure de type abrasion ou même adhésion. Des débris particuliers, saillants ou de dureté augmentée par écrouissage ou oxydation, peuvent par exemple contribuer à une usure plus importante et plus rapide des deux premiers corps ;
- Soit améliorer la tenue à l'usure du contact, en formant une couche dont les propriétés sont plus avantageuses pour le contact, comme par exemple avec une surface plus lisse, ou encore par la circulation de débris de formes lamellaires pouvant jouer un rôle de lubrifiant solide.

1.5.2.1 Formation d'un troisième corps favorisant l'usure

La présence d'un troisième corps dans un système tribologique peut être associée à une sévèrisation du contact ; ses propriétés mécaniques et/ou chimiques peuvent mener à de l'usure prématurée de systèmes tribologiques. Plusieurs cas sont possibles :

- Les débris d'usure issus des surfaces en contact forment le troisième corps (éventuellement en interaction avec un lubrifiant). Lorsque le frottement et le lubrifiant ne permettent pas l'évacuation de ces débris, ceux-ci peuvent participer au mécanisme d'usure et provoquer des pertes de matière d'une des surfaces, par abrasion par exemple. De plus, ces derniers peuvent être menés à se compacter, jusqu'à la formation d'un film de transfert [115], [116] ;
- Le troisième corps est formé par la déformation plastique des surfaces en contact (comme décrit en paragraphe §1.4) et mène à une modification de propriétés mécaniques et chimiques des surfaces. Ce genre de phénomène, quel qu'en soit l'origine, peut provoquer l'accélération de l'usure dans le contact. L'usure dépend ainsi essentiellement des propriétés de ce nouveau film formé à l'interface, ainsi qu'à l'interaction qu'il peut avoir avec les paramètres environnementaux : le troisième corps possède des propriétés différentes de celles des deux premiers corps, en termes de microstructure, de composition chimique et de propriétés mécaniques (telles que la dureté). Par exemple, dans l'étude de Popov et al. [117], la surface d'un alliage de Ni a été durcie par l'action du frottement, en formant une couche nanostructurée plus dure ;
- L'évolution du troisième corps dans le temps peut jouer un rôle dans les mécanismes d'usure. L'étude de Diomidis et Mischler [118] portant sur des contacts acier – acier en situation de fretting tend à confirmer le lien entre l'évolution tribologique du système et la nature du troisième corps. Leurs résultats ont révélé l'existence dans leurs conditions d'une pression normale critique à partir de laquelle intervient un changement de nature de troisième corps, passant d'un film compact de particules d'usure métalliques oxydées à une surface totalement oxydée, qui fait augmenter rapidement le coefficient de frottement ;
- Dans des cas de frottement asymétrique métal – polymère, il n'est pas rare d'observer un transfert de matière du polymère vers le métal, qui résulte en un changement de nature de contact. Le contact polymère – polymère étant plus susceptible d'interagir qu'un contact métal – polymère, les coefficients de frottement ont tendance à être plus élevés [71]. L'usure est quant à elle dépendante notamment des propriétés du troisième corps (transfert sur la partie métallique), comme sa dureté.

1.5.2.2 Formation d'un troisième corps à caractère protecteur

Bien que le troisième corps soit parfois associé à une menace au bon fonctionnement d'un système tribologique, il peut dans certains cas avoir des caractéristiques lubrifiantes et contribuer ainsi à la protection du contact.

Il est notamment possible, dans certaines applications, que le troisième corps permette d'allonger la durée de vie d'un contact. Par exemple, les travaux de Descartes et al. [119] ou

Berthier et al. [120], font état d'une formation de troisième corps dans un contact roue-rail, qui permet la protection du système notamment en assimilant les débris d'usure, les pollutions extérieures, ou encore des résidus de lubrifiants (par agglomération et mélange). Ils ont également déterminé que ce troisième corps permet une accommodation du glissement entre les deux surfaces en contact. Dans ce cas, le bon fonctionnement du système dépend de ses propriétés, comme ses propriétés rhéologiques ou son mode de déformation [121]. Dans un autre domaine, celui de la médecine, un troisième corps appelé « compliant layer » a été volontairement introduit dans un système d'articulation pour permettre aux débris d'usure d'y être piégés, et de ne plus intervenir à l'interface évitant ainsi l'usure sévère des surfaces [122] ; ce genre de système fonctionne en utilisant le troisième corps comme un lubrifiant solide.

Dans le cas de contacts métal – polymère, il n'est pas rare d'observer la formation d'un transfert de polymère sur la surface métallique [69]–[74]. Les travaux de Mergler et al. [69] montrent que dans le cadre d'un test pion-disque, le transfert de polyoxyméthylène sur la surface métallique (acier) provoque l'augmentation du coefficient de frottement (d'environ 0,15 à 0,5). Mais après un certain nombre de mouvements de glissement, le transfert devient suffisamment épais pour recouvrir les aspérités de la surface métallique, ce qui permet d'éviter le labourage de la surface polymère et rend cette dernière plus lisse. Plusieurs études montrent notamment que l'usure peut diminuer lorsque la vitesse de glissement est augmentée [69], [123], [124], ce phénomène ayant été attribué à un potentiel changement de nature et de caractéristiques physiques du transfert polymère, ou encore à sa contribution viscoélastique. De plus, il faut tenir en compte que l'usure dépend également du type de rugosité, de son orientation par rapport à la direction du mouvement et de la taille des pics ; la combinaison entre la taille et l'orientation des rugosités peut ainsi mener à des résultats d'usure opposés.

Dans une application électrique, un troisième corps ne peut être défini comme bénéfique au système que s'il ne détériore pas ses propriétés électriques. En plus de ses propriétés mécaniques et physico-chimiques qui devront permettre de préserver le contact de l'usure, ses propriétés électriques telles que sa conductivité devront donc être conservées.

Un lubrifiant introduit dans l'interface d'un contact peut également être considéré comme un troisième corps, qui a pour but d'améliorer les conditions tribologiques du système. Il est formé de composants permettant la séparation des surfaces, de compositions chimiques différentes des deux premiers corps, et qui permettent généralement l'accommodation des vitesses. Il peut participer à l'évacuation hors du contact de particules favorisant l'usure, et il permet parfois de former un tribofilm par réaction physico-chimique avec les deux premiers corps, sous une sollicitation mécanique.

1.6 Rôle de la lubrification

La lubrification est un concept incontournable dans les systèmes tribologiques, qui est bien souvent utile à leur amélioration en jouant un rôle essentiel à l'interface des surfaces en contact. Le lubrifiant permet à la fois la bonne tenue mécanique du système, la diminution des

résistances au frottement et l'augmentation de la résistance du système à l'usure. En fonction de ses propriétés, il peut avoir des actions physico-chimiques plus étendues telles que l'augmentation de la résistance à la corrosion des surfaces ou la conductivité thermique ; mais dans un système électrique, il se doit de conserver les propriétés électriques.

Le lubrifiant peut se présenter sous différentes formes dans le contact (film épais ou mince), et peut agir sur le système tribologique de manière différente (cisaillement du lubrifiant, interactions chimiques entre le lubrifiant et la surface, etc.). L'ensemble de ces critères correspond aux différents régimes de lubrification.

1.6.1 Régimes de lubrification

En fonction de l'épaisseur du film lubrifiant, il est possible de distinguer trois régimes principaux de lubrification sur la courbe de Stribeck (Fig. 1.28), qui représente l'évolution du coefficient de frottement en fonction du paramètre de Tallian Λ (1.10), caractéristique de la sévérité du contact :

$$\Lambda = \frac{h_{min}}{\sigma} \quad (1.10)$$

Avec h_{min} épaisseur minimale du film lubrifiant dans le contact, et $\sigma = \sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2}$ moyenne quadratique des hauteurs des aspérités des deux surfaces combinées. Le paramètre de Tallian est en première approximation proportionnel au produit du facteur de viscosité avec la vitesse, sur la force normale et la rugosité ; la courbe de Stribeck peut ainsi représenter un essai de vitesse croissante (de gauche à droite) ou de charge croissante (de droite à gauche) (Fig. 1.28).

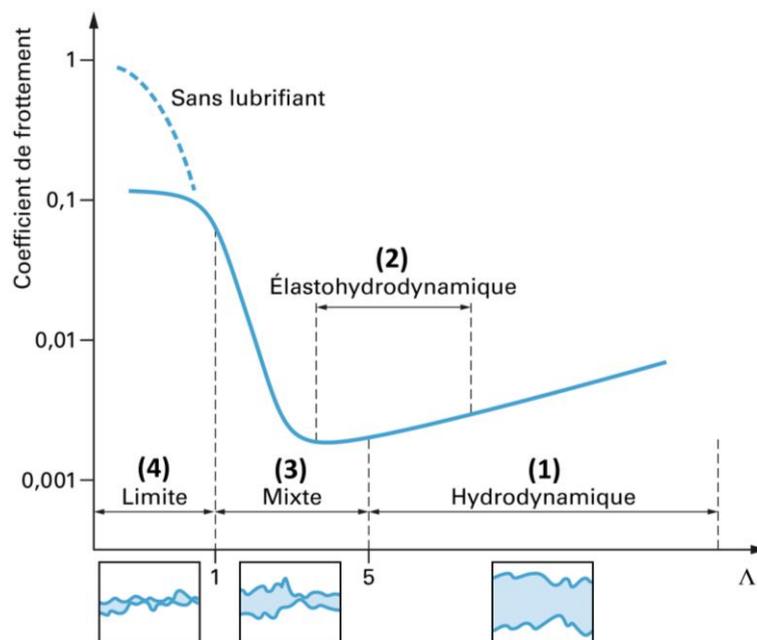


Fig. 1.28 : Courbe de Stribeck, évolution du coefficient de frottement en fonction du paramètre de Tallian Λ [125].

Les zones 1 et 2 ($\Lambda > 3$) sont les régimes les plus favorables à la protection du contact, les deux surfaces étant séparées par un film continu d'huile d'épaisseur h . Dans ces régimes, la force tangentielle correspond au cisaillement du lubrifiant (la seule résistance au mouvement provenant de la viscosité du lubrifiant). Le comportement tribologique ne dépend ainsi que de la rhéologie du lubrifiant et peut être estimé par des méthodes de calcul de la mécanique des fluides. La zone 2 correspond en particulier au régime élastohydrodynamique (EHD), où le film est fluide et complet, mais très mince (de 10 à 100 nm) sur les sommets des aspérités, où il ne subsiste que parce que celles-ci se déforment élastiquement.

La zone 3 ($1 > \Lambda > 3$) correspond à un régime mixte ; le film de lubrifiant n'est plus continu et a été chassé des sommets des aspérités, il existe ainsi des contacts entre aspérités assimilables à des contacts limites (additifs absorbés ou réactionnels), voire secs. Il est en fait supposé la coexistence des régimes hydrodynamique et limite, avec l'existence de deux zones : les vallées et les plateaux. Les plateaux sont les zones où le frottement et l'usure seront élevés, tandis que les vallées sont les zones où le film lubrifiant permet la bonne séparation des surfaces. Dans ce régime, la force normale est supportée en partie par le lubrifiant et en partie par les aspérités ; la force tangentielle est donc due pour une faible part au cisaillement du lubrifiant et pour l'essentiel aux interactions d'aspérités.

La zone 4 ($\Lambda < 1$) correspond à un régime limite, où l'épaisseur de lubrifiant devient insuffisante par rapport aux dimensions des aspérités de surfaces. La force normale est supportée presque entièrement par les aspérités, et les propriétés hydrodynamiques du lubrifiant deviennent secondaires. Le frottement et l'usure dépendent ainsi des interactions physico-chimiques entre les surfaces et le lubrifiant.

1.6.2 Formation d'un film de lubrifiant dans un contact plan-plan

La particularité des capteurs étudiés dans cette thèse réside dans leurs géométries de contact. Dans des situations de contact plan-plan, il est normalement difficile de former un film de lubrifiant entre les deux surfaces car les conditions de portance ne sont pas satisfaites ; la portance est une force perpendiculaire à la direction de glissement dans un fluide, qui soutient la surface supérieure du contact. Elle dépend de la viscosité du fluide, de la vitesse de glissement des surfaces et du gradient de pression appliqué au système. Dans le cas de deux surfaces planes parallèles ou d'un système cylindre-plan dans lequel les conditions aux limites seraient symétriques, la résolution de l'équation de Reynolds montre qu'aucune portance ne serait générée. Il existe cependant quelques mécanismes permettant la lubrification de surfaces texturées, qui sont présentés en fonction de la déformation de surfaces qu'ils provoquent.

1.6.2.1 Lubrification de contact plan-plan sans déformation significative des surfaces

Dans le cas d'une lubrification sans déformation significative des surfaces (lubrification hydrodynamique pure), la génération de portance est prédominante. Bien que difficile à provoquer dans des contacts plan-plan, elle peut être créée par des défauts, une forte rugosité ou de la texturation des surfaces, en particulier grâce à un effet de micro-cavitation. La cavitation est un phénomène qui s'applique dans un système typiquement constitué d'un convergent suivi d'un divergent (Fig. 1.29). On peut alors observer deux zones particulières : une où le film de lubrifiant est complet (hydrodynamique), et une où le film est discontinu et est entraîné par cisaillement constant, formant un mélange d'huile et de gaz (gaz dissous, vapeur d'huile). L'existence de la cavitation, qui impose dans le divergent une pression quasi nulle, fait que le profil de pression global a une résultante non nulle (une force portante), ce qui permet l'existence d'un film lubrifiant, malgré des surfaces macroscopiquement parallèles. La cavitation peut concerner l'ensemble d'un dispositif comme un palier ; elle peut aussi être engendrée à l'échelle microscopique par la rugosité (micro-cavitation).

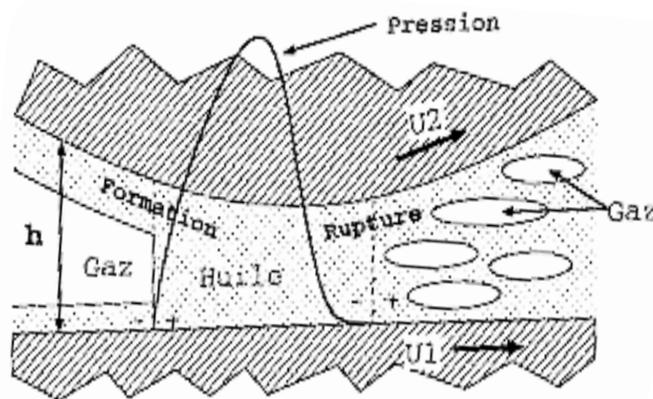


Fig. 1.29 : Formation et rupture de film d'huile dans l'étude de Letalleur [126]. Ce schéma décrit une situation de sous-alimentation représenté par la poche de gaz en entrée de contact (à gauche).

La micro-cavitation a été étudiée notamment par Letalleur [126], dans des cas de surfaces striées particulières, en lubrification hydrodynamique sur film ultra mince. Ces surfaces, en fonction des dimensions L_p , L_r , l_p et l_r choisies, peuvent simuler des surfaces texturées transversalement, parallèlement ou selon les deux directions par rapport au sens de glissement (Fig. 1.30). Dans le cas de rugosité transversale au mouvement, tous les phénomènes sont exacerbés, le lubrifiant étant dans l'obligation de passer par les plateaux sans possibilité de les contourner. Sur les plateaux, l'effet de cavitation est absent du fait de la géométrie plan-plan, qui induit une symétrie des surfaces en vis-à-vis (surfaces parallèles entre elles). L'effet de portance est donc créé par le pic de pression en entrée de plateau et l'annulation de la partie négative du champ de pression permise par le phénomène de cavitation.

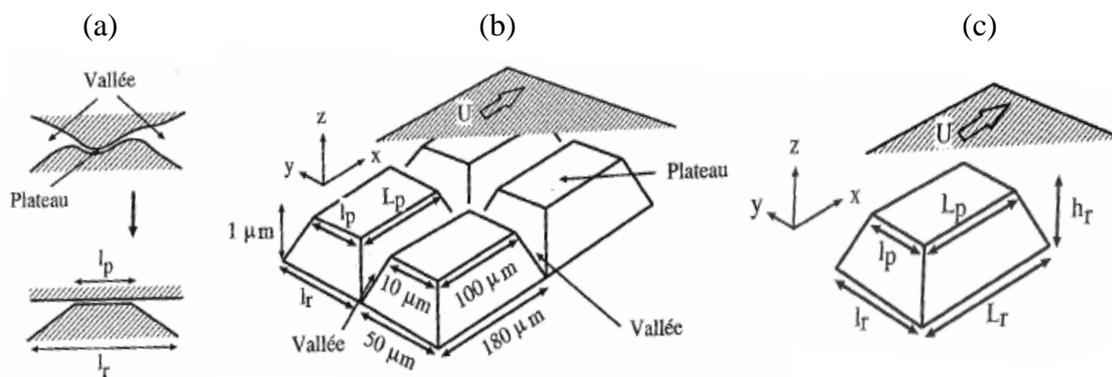


Fig. 1.30 : Surfaces dans l'étude de Letalleur [126] ; (a) Schéma de simplification d'une surface réelle en surface vallées-plateaux ; (b) Surface étudiée par Letalleur ; (c) Définitions des longueurs L_p , L_r , l_p et l_r .

Si le contact est suffisamment lubrifié, les champs de forces sur tous les plateaux seront similaires et périodiques. Dans un cas de sous-alimentation, c'est-à-dire lorsque la quantité de lubrifiant disponible n'est pas suffisante pour remplir le convergent du contact (cas qui conduit en général à la lubrification limite), le pic de pression en début de plateau est visible sur le premier plateau, puis disparaît pour les suivants. L'alimentation en lubrifiant est donc moins bonne pour les plateaux suivants.

1.6.2.2 Lubrification de contact plan-plan avec déformation significative des surfaces

Dans le cas d'une lubrification avec déformation significative des surfaces (cas de mise en forme de matériaux), deux autres mécanismes peuvent intervenir :

- La lubrification micro-plasto-hydrodynamique (MPHDL), dans laquelle une partie du lubrifiant piégée dans une poche fermée peut être libérée derrière elle par un mécanisme d'entraînement. Généralement, ce mode survient lorsque les forces de frottement sont faibles, ce qui implique un gradient de pression faible. Il est également favorisé par une viscosité de lubrifiant importante ;
- La lubrification micro-plasto-hydrostatique (MPHSL), dans lequel le lubrifiant est libéré devant la poche. Généralement, ce mode survient lorsque les forces de frottement sont élevées, avec un gradient de pression fort, la pression décroissant de l'arrière à l'avant de la poche (dû à la mécanique générale du procédé). Il est favorisé par une viscosité de lubrifiant faible car ici, les forces visqueuses s'opposent au mouvement de libération de l'huile.

Plusieurs paramètres peuvent intervenir dans le système et influencer le mode de lubrification, comme la viscosité, la vitesse de glissement, les pressions de surface ou les coefficients de frottement [127].

1.6.3 Un régime de lubrification adapté à l'application électrique

Pour l'application électrique, il est important de limiter l'épaisseur de lubrifiant dans le contact [11]. En effet, si l'épaisseur du lubrifiant à l'interface est trop importante, des pollutions, des débris d'usure, ou encore des éventuels additifs du lubrifiant peuvent entrer dans le contact, ce qui peut provoquer des pertes de contact électrique, comme décrit par Antler [7] (Fig. 1.31).

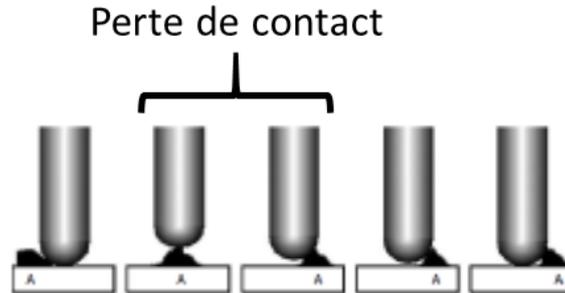


Fig. 1.31 : Perte de signal électrique causée par une particule non conductrice en surface (A), d'après M. Antler [7].

Mais une perte de contact peut aussi être causée par le film de lubrifiant lui-même : les lubrifiants sont bien souvent des isolants électriques, ce qui implique que leur résistivité électrique est bien supérieure à celle des matériaux sélectionnés pour constituer le contact électrique. Si les surfaces sont totalement séparées par un film continu de lubrifiant, la résistance de contact à considérer va dépendre de l'épaisseur du film de lubrifiant. Grâce à un calcul simple de résistances de contact (1.11), il est possible de démontrer qu'un film d'huile même fin (d'une centaine de nanomètres) peut mener à des ruptures du contact électrique (la valeur $10^{13} \Omega$ est trop importante pour permettre un bon contact électrique) :

$$R_c = \frac{\rho_l h}{S} \quad (1.11)$$

$$R_c \sim \frac{10^{13} 10^{-7}}{10^{-7}} \sim 10^{13} \Omega$$

Avec R_c la résistance de contact (Ω), ρ_l la résistivité du lubrifiant ($\Omega.m$), h l'épaisseur du film de lubrifiant à l'interface (m), et S la section de contact (m^2).

Bien que les lubrifiants soient considérés comme isolants dans leur forme classique, plusieurs études font état d'une bonne conduction en régime de lubrification limite, comme les travaux de Holm [11] et de Wilson [128]. Le lubrifiant en régime de lubrification limite est décrit comme n'ajoutant pas de résistance de constriction par rapport à un simple film de lubrifiant physisorbé sur une surface, et gardant ainsi une bonne conduction électrique. De plus, en fonction de la nature des matériaux à l'interface et de la température, plusieurs modes de conduction peuvent exister. Il est par exemple possible d'observer le phénomène d'effet tunnel, qui peut intervenir dans les cas où le film de lubrifiant est inférieur à 20 nm [35]. Pour ces épaisseurs de lubrifiant, il est possible d'obtenir des résistances tunnel (R_{ft}) faibles (1.12) (Tab. 1.3) :

$$R_{ft} = 10^7 \frac{\rho_t HB}{F_N} \quad (1.12)$$

Avec R_{ft} la résistance tunnel, ρ_t la résistivité tunnel, HB la dureté Brinell, et F_N la force normale. F_N/HB est une approximation de la surface de contact.

| h (nm) | ρ_t ($\Omega \cdot \text{cm}^2$) |
|---------------|--|
| 0,5 | 10^{-8} |
| 1,5 | 10^{-7} à $7 \cdot 10^{-7}$ |
| 2,0 | $2 \cdot 10^{-7}$ à 10^{-6} |
| 10 | 10^{-3} à 10^{-2} |

Tab. 1.3 : Valeurs de résistivités tunnel typiques pour différentes épaisseurs de films lubrifiants, d'après Pitney [35].

Pour obtenir une valeur de résistance électrique acceptable, il est donc indispensable d'avoir des films de lubrifiant très fins, ce qui conduit à un régime de lubrification limite ou mixte, a minima.

1.6.3.1 Régime de lubrification limite

Le régime de lubrification limite est connu pour avoir un fort impact sur les coefficients de frottement et sur l'usure des surfaces. Son efficacité dans les systèmes électriques repose sur sa capacité à jouer sur l'usure, et donc sur les composantes du coefficient de frottement ; celui-ci est défini comme une somme pondérée d'une composante due au cisaillement du lubrifiant et une composante due aux contacts métal – métal (correspondant aux contacts entre aspérités). En revanche, en régime de lubrification limite, la contribution du cisaillement du lubrifiant est négligeable ; la composante dominante est donc due aux interactions entre aspérités. Dans les travaux de Saka et al. [129], les auteurs indiquent qu'il faut considérer à la fois les contributions des aspérités dures et la circulation des particules d'usure dans le contact. Ils ont mis au point un modèle, en considérant les aspérités et les particules d'usure comme étant sphériques (1.13) :

$$\mu = \mu_p + \mu_s \quad (1.13)$$

Le terme μ_p est dû à l'usure provoquée par les aspérités dures (« plowing », qui est l'usure par labourage), et μ_s est due à l'adhésion des contacts directs solide – solide non lubrifiés. Chaque terme dépend de la profondeur de pénétration de l'aspérité ou de la particule d'usure dans la surface opposée (p), du rayon de l'aspérité ou de la particule d'usure (r_p), et des conditions de frottement à l'interface (différentes pour une lubrification limite ou pour un frottement à sec). Leurs travaux, à travers le test de leur modèle, concluent que dans le régime de lubrification limite, le mécanisme d'usure prédominant est l'usure par labourage par les aspérités ou les particules d'usure.

La présence de contacts directs entre les surfaces ne préserve donc que rarement ces dernières de l'usure. En revanche, si les aspérités de surfaces sont suffisamment présentes, elles peuvent former des réservoirs à lubrifiant qui se révèlent efficaces dans la protection des surfaces, lorsque le mouvement de glissement est une succession d'allers/retours. En effet, lorsque le glissement se fait uniquement dans une direction, le système évolue vers un contact sec car il s'appauvrit en lubrifiant qui est éjecté du contact sans pouvoir y revenir.

Dans le régime de lubrification limite, il est primordial de prendre en compte les interactions physico-chimiques entre le lubrifiant et les matériaux en contact. Les mécanismes de formation d'un film protecteur de lubrifiant à l'interface ont été classifiés en 3 types (Fig. 1.32) [1]–[3], [130], [131] :

- La physisorption (ou adsorption physique), lorsque les molécules du lubrifiant sont liées par des forces de van der Waals aux surfaces ; le film peut être monomoléculaire ou plurimoléculaire, et survient généralement pour des molécules polaires, les longues chaînes hydrocarbonées s'adsorbant préférentiellement dans une orientation quasi perpendiculaire à la surface. L'angle dépend de l'encombrement stérique des molécules, mais également du mode et du taux d'adsorption ; par exemple à faible taux d'adsorption, les molécules sont parallèles à la surface. La caractéristique principale de ce phénomène est qu'il est réversible et la physisorption n'est efficace que pour des conditions de faibles charges, faibles vitesses de glissement et faibles températures (les hautes températures provoquent des désorientations, des désorptions et parfois la fusion des films) ;
- La chimisorption (ou adsorption chimique) est caractérisée par la formation de liaisons chimiques entre les molécules du lubrifiant et les surfaces, liaisons qui ne sont pas facilement réversibles. Cela mène à une efficacité accrue par rapport aux films physisorbés, en supportant des charges, des vitesses de glissement et des températures modérées ;
- La réaction chimique entre solides et lubrifiants (échange d'électrons de valence) qui résulte en la formation d'un nouveau composé chimique à l'interface. L'épaisseur de film est régie par le taux de diffusion des atomes entre la surface et le lubrifiant. Il est important de noter qu'une trop grande réactivité entre les surfaces et le lubrifiant peut mener à des phénomènes d'usure tribochimique (forme de corrosion). Les films formés par réactions chimiques sont irréversibles et plus stables que dans les deux mécanismes précédents, et résistent à des conditions sévères de charges, de vitesses de glissement et de températures.

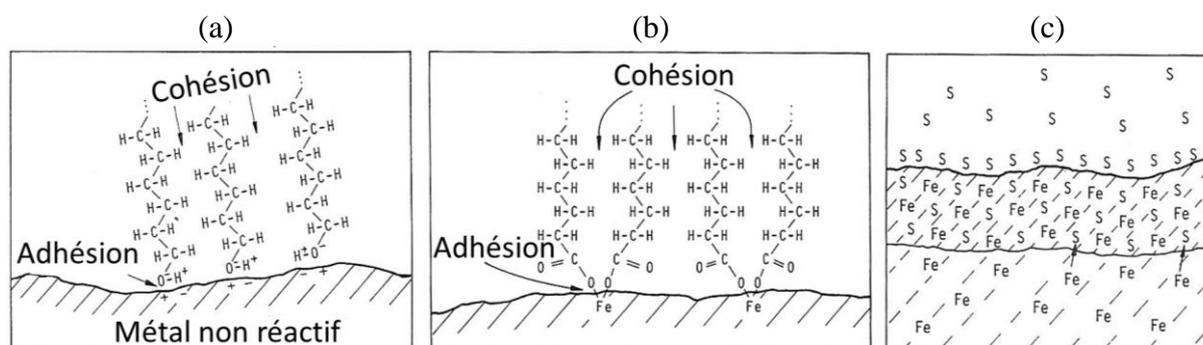


Fig. 1.32 : Schéma des 3 différentes formations de films protecteurs de lubrifiant à l'interface [1] ; (a) Par physisorption ; (b) Par chimisorption ; (c) Par réaction chimique entre solide et lubrifiant.

1.6.3.2 Impact de la formation d'un film de lubrifiant sur les propriétés électriques d'un contact

Dans le domaine des contacts électriques, tout l'enjeu repose sur le compromis choisi entre l'obligation de contacts directs entre les surfaces pour éviter le bruit électrique et les pertes de contact [7], et le besoin de contrôle de leurs usures facilité lorsque le film de lubrifiant est suffisamment épais [126], [127], [132]–[135]. Il existe donc un paramètre de plus par rapport aux systèmes mécaniques ; en contrepartie, les contraintes de contact sont en général relativement modérées. L'efficacité du lubrifiant dans un système électrique repose donc essentiellement sur un régime de lubrification adapté. D'après le livre de Holm [11], dans le cas de contacts électriques, le lubrifiant se doit de ne former que des films physisorbés et non chimisorbés sur les surfaces en contact afin de garantir les propriétés électriques du système.

Le régime qui semble le plus adapté est donc le régime limite. En revanche, comme présenté dans le paragraphe précédent (§ 1.6.3.1), certaines interactions entre le lubrifiant et les surfaces, comme la réaction chimique, peuvent mener à la formation de films dont les épaisseurs ne permettent plus une bonne conduction électrique. Le régime limite ne peut donc pas être la condition suffisante, d'autant plus qu'un régime mixte avec un film mince de lubrifiant, s'il permet suffisamment de spots conducteurs métalliques, pourrait également convenir. Dans le cadre de cette étude, plutôt que de distinguer le régime limite du régime mixte, il est donc plus intéressant de s'attacher à des monocouches de lubrifiant absorbées sur les surfaces métalliques (contrairement à un film réactionnel épais). Cependant, dans la plupart des ouvrages de référence sur les contacts électriques, le régime de lubrification limite est considéré comme étant le plus adapté, car il est associé systématiquement à la formation d'une monocouche de lubrifiant dans le contact ; il sera donc considéré comme le plus efficace dans la suite du document.

1.6.3.3 Apport d'une surface texturée dans le comportement tribologique du contact

Le régime de lubrification limite provoque les situations les plus sévères d'usure, mais celles-ci peuvent être minimisées par une géométrie rugueuse ou texturée d'une des deux surfaces en contact ; la succession régulière de plateaux-vallées génère un contact particulier entre les deux surfaces et favorise l'évacuation des particules d'usure hors du contact. Ce type de contact a été étudié par Tian et al. [132] (Fig. 1.33), avec une texturation obtenue par usinage, suivi d'un polissage avec une suspension de silice de $0,3 \mu\text{m}$ dans de l'eau, prévu pour éliminer les éventuels bourrelets, les irrégularités de surface ou les particules d'usure pouvant modifier le mécanisme d'usure. Des essais pion-plan (disque en titane et pion plat en acier $\varnothing = 6,35 \text{ mm}$) ont été réalisés en glissement pur en appliquant une force normale de 5 N (valeur minimale de $0,16 \text{ MPa}$; si le pion repose à plat sur plusieurs plateaux, elle doit être a priori $< 1 \text{ MPa}$).

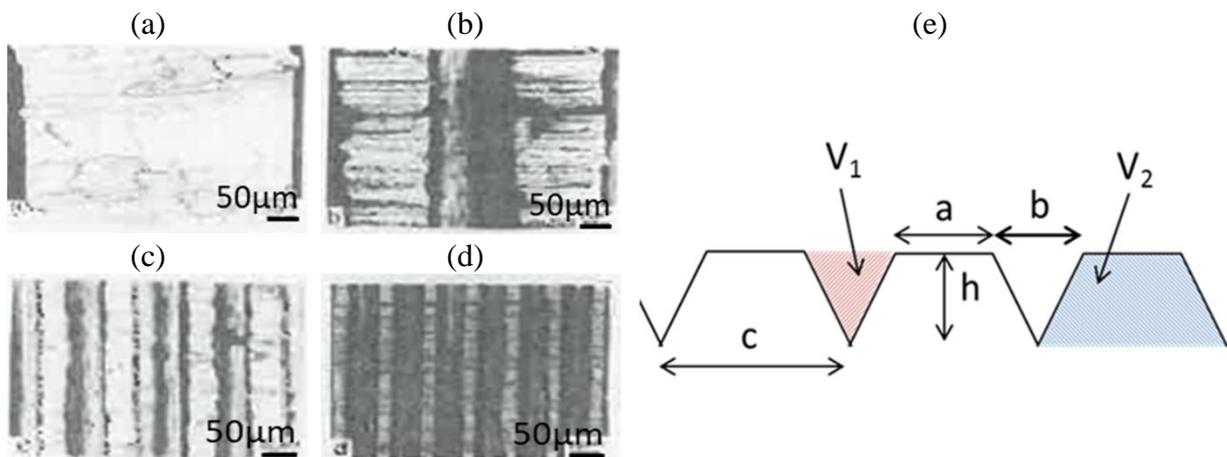


Fig. 1.33 : Surfaces texturées étudiées par Tian et al. [132] pour des surfaces en acier AISI 52100 sur du titane, avec une huile minérale. Le glissement se fait dans la direction horizontale de l'image, transverse à la texture de surface ; (a) Plateaux extra-larges ; (b) Plateaux larges ; (c) Plateaux moyens ; (d) Plateaux fins ; (e) Schéma de la surface texturée en Ti durant les tests pion-plan.

À travers ces essais, il a été démontré que les surfaces texturées sont plus avantageuses que les surfaces planes (Fig. 1.34(a)) : les coefficients de frottement sont moins élevés et la quantité de particules d'usure diminue lorsque la taille des plateaux diminue ; ceci est expliqué par l'hypothèse que les vallées servent de réservoirs aux lubrifiants visqueux, dont une petite quantité permet de réalimenter le contact par le passage du pion, et donc ainsi limiter l'usure. De plus, les vallées évitent la présence des particules dans le contact en les piégeant, ce qui impacte directement la contribution du labourage sur le coefficient de frottement ; en effet, dans le cas des surfaces planes, 80% du coefficient de frottement provient du labourage, tandis qu'avec des surfaces texturées, cette contribution varie entre 32% et 80% suivant la taille des plateaux. Pour les surfaces texturées, la contribution prédominante vient alors de l'adhésion. Avec l'huile silicone, une nette amélioration a été

observée pour les surfaces texturées, avec des coefficients de frottement qui passent de 0,45 à 0,25 environ (Fig. 1.34(b)).

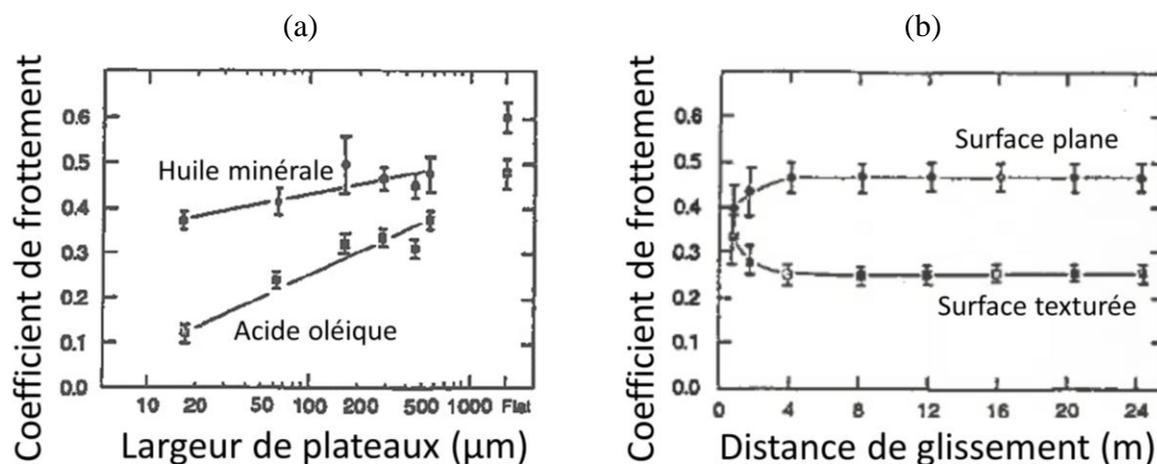


Fig. 1.34 : Étude des surfaces texturées étudiées par Tian et al.[132] ; (a) Coefficient de frottement en fonction de la taille de plateaux pour l'huile minérale et l'acide oléique ; (b) Coefficient de frottement en fonction de la distance de glissement pour une huile silicone.

Les auteurs ont également introduit, pour quantifier l'état de surface particulier de leur étude, un ratio de volumes de cavité (1.14) :

$$V_c = \frac{V_1}{(V_1 + V_2)} = \frac{1}{2} \left[1 - \frac{a}{c} \right] \quad (1.14)$$

Avec V_1 le volume des vallées, V_2 le volume des plateaux, a la longueur d'un plateau à sa surface, et c la longueur d'un plateau à sa base (voir schéma Fig. 1.33(e)). Leurs résultats montrent ainsi que la valeur $V_c = 0,1$ correspond au ratio de volume de cavité suffisant pour assurer l'alimentation du contact en lubrifiant. Une augmentation du volume des cavités n'améliore pas davantage le coefficient de frottement.

L'orientation de la texture de surface est un paramètre non négligeable, qui a été étudié notamment par Larsen-Basse et al. [133]. Dans cette étude, différents types de texture et d'orientation par rapport au mouvement de glissement ont été testés (Fig. 1.35(a)), les rayures les plus fines faisant 180 µm de largeur, espacées de 185 µm, et avec une profondeur de 20 µm. Les surfaces sont en acier austénitique inoxydable 304, dans un test pion-plan (pion plat $\varnothing = 3,2$ mm), et en conditions de lubrification limite avec une huile minérale paraffinique pure. La texture de surface est ici obtenue grâce à une pointe diamant d'indentation, puis elle est polie pour s'affranchir des bourrelets, des irrégularités de surface et des particules. La gamme de charges normales testées s'étend de 2 à 20 N (0,28 à 2,8 MPa). Pendant l'essai, le pion voit successivement les quatre types de surface à chaque cycle (Fig. 1.35(b)).

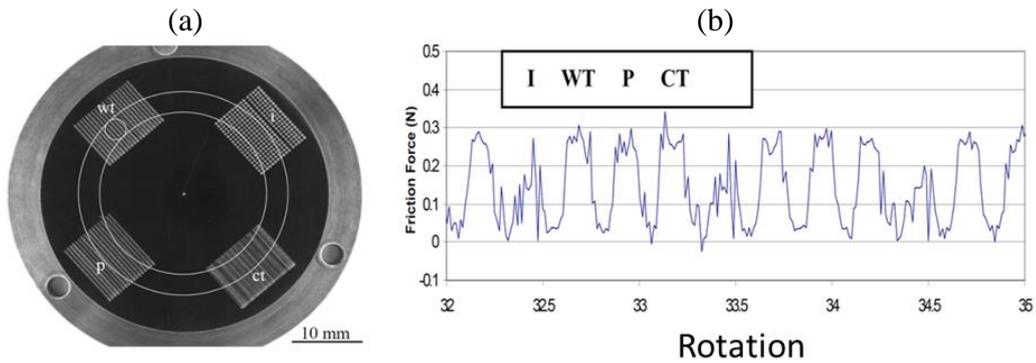


Fig. 1.35 : (a) Schéma du dispositif étudié par Larsen-Basse et al. [133] ; (b) Exemple de cycle de frottement correspondant (force de frottement en fonction de la révolution du disque), pour une force normale de 2 N avec (I) Indentation, (P) Grandes rayures parallèles à la direction de glissement, (WT) Grandes rayures transversales et (CT) Fines rayures transversales.

D'après la figure Fig. 1.36, le coefficient de frottement des textures transversales est plus élevé que celui des textures parallèles au mouvement. En reprenant la relation du ratio de volumes de cavités particulier V_c défini par Tian et al. [132] dans le cas des rayures transversales au mouvement et en l'appliquant sur les surfaces de Larsen-Basse et al. [133], les valeurs obtenues sont suffisantes pour assurer la bonne alimentation du contact en lubrifiant ($V_c = 0,45$ pour les rayures larges et $V_c = 0,49$ pour les rayures fines). En effet, lorsque la charge normale est inférieure ou égale à 5 N, les valeurs de coefficient de frottement sont très proches. On est donc théoriquement dans un cas où le coefficient de frottement ne dépend plus du volume de vallées. Au-delà de cette valeur de 5 N, le coefficient de frottement de la surface avec des rayures fines est plus élevé que celui de la surface avec des rayures larges, mais à des proportions quasi négligeables (Fig. 1.36).

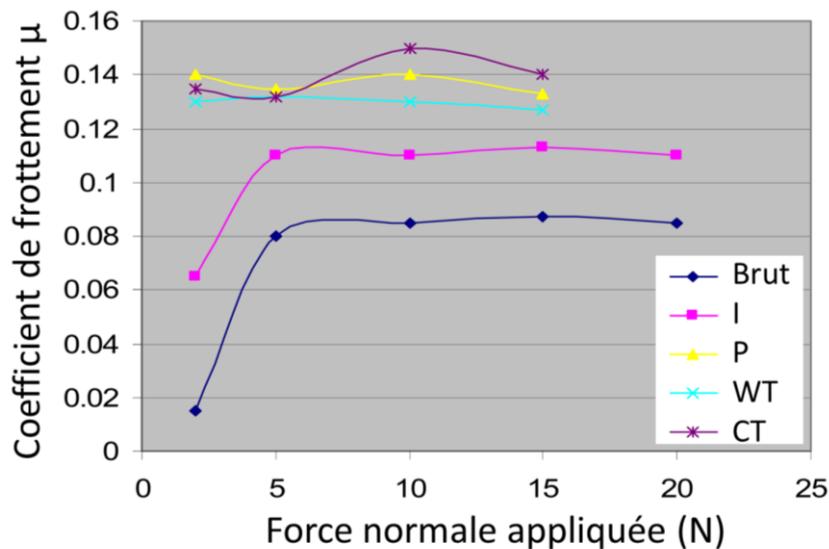


Fig. 1.36 : Coefficient de frottement en fonction de la force normale appliquée (N) dans l'étude de Larsen-Basse et al. [133] avec (I) Indentation, (P) Grandes rayures parallèles, (WT) Grandes rayures transversales et (CT) Fines rayures transversales.

Néanmoins, ces travaux montrent que les coefficients de frottement des surfaces texturées sont plus élevés que celui de la surface plane. D'après la courbe de la surface lisse, il semblerait que le régime de lubrification soit d'abord hydrodynamique (2 N, $\mu < 0,02$), puis il passe à un régime mixte à partir de 5 N ($\mu > 0,08$). Dans le cas des surfaces rayées, le régime de lubrification semble être mixte dès les premiers chargements ($\mu > 0,13$). Les résultats des travaux de Tian et al. et de Larsen-Basse et al. semblent à première vue contradictoires, mais les différences de conditions d'essai peuvent en être une explication. Le système titane – acier et le système acier inoxydable – acier inoxydable présentent tous deux de forts risques d'adhésion (bien plus qu'un disque et un pion en acier ou carbone par exemple). Les pressions appliquées sur ces systèmes sont, elles, très différentes, le cas de Tian et al. (0,16 MPa) pouvant être considéré comme étant en conditions douces par rapport à celles de Larsen-Basse (0,28 à 2,8 MPa). Il est à noter que les variations de coefficient de frottement observées par Larsen-Basse et al. (Fig. 1.36) sont beaucoup moins importantes que celles de Tian et al. (de l'ordre de 0,04 contre 0,4 respectivement). De même, les tailles de plateaux étudiées par Larsen-Basse et al. sont de l'ordre de celles jugées non influentes sur le coefficient de frottement par Tian et al. (à partir de 200 μm de longueur de plateaux, le coefficient de frottement est jugé constant).

Bien que la texture des surfaces influence les coefficients de frottement, elle ne peut pas à elle seule réguler le système entier. Une grande partie de l'amélioration tribologique du contact repose sur le choix du lubrifiant, qui se doit d'être efficace et stable pendant une longue durée de vie, tout en préservant la conduction électrique et en évitant le bruit électrique.

1.6.4 Types de lubrifiant et caractéristiques

Dans un régime de lubrification limite, l'efficacité d'un type de lubrifiant dépend fortement de son interaction avec les surfaces en contact, et donc de sa composition chimique [136]. Outre la composition de base des lubrifiants (nature chimique des huiles de base et des épaississants), ses différentes propriétés sont essentiellement dues aux additifs, en particulier ceux à action tribologique. Ce sont eux qui sont à l'origine de la formation efficace d'un film protecteur dans le contact.

En fonction du système électrique, deux options de lubrification peuvent convenir : la lubrification par de l'huile ou par de la graisse (la graisse étant un mélange d'huile et d'épaississant). Le choix se porte sur l'une ou l'autre en fonction de différents critères, mais la situation à éviter est le cas de sous-alimentation sévère (starvation), dans laquelle le lubrifiant est chassé progressivement de la zone de contact et son alimentation n'est plus assurée. La sous-alimentation repose sur le rapport entre la quantité de lubrifiant appliquée et la quantité de lubrifiant potentiellement entraînée dans le contact. Ce rapport peut notamment dépendre du système de lubrification (renouvellement de lubrifiant), de la quantité de lubrifiant

appliquée, de la nature du lubrifiant (huile ou graisse), ou encore de son affinité avec les surfaces (mouillabilité).

Les conditions de sous-alimentation, propres à chaque application, déterminent le lubrifiant le plus adapté :

- Dans le cas d'une lubrification par une huile, la capacité de formation d'un film dans le contact dépend essentiellement de sa viscosité, de sa tension de surface et de sa mouillabilité avec les surfaces. Par exemple, si la tension de surface est faible, le lubrifiant aura tendance à migrer sur les bords, le rendant inefficace ;
- Dans le cas de la graisse, la capacité de formation d'un film dans le contact dépend cette fois essentiellement de sa composition chimique, qui détermine sa structure. Elle est utilisée lors d'un besoin de quantité suffisante de lubrifiant dans le contact, de stabilité pendant une longue durée dans le contact, ou encore pour son étanchéité naturelle. De par sa nature, elle impose la condition de sous-alimentation du contact, mais de manière contrôlée, en permettant de conserver de l'huile piégée dans les alentours du contact.

Cousseau et al. [137], [138] ont notamment observé que les graisses ont de plus fortes capacités de formation de film lubrifiant dans le contact que les huiles de base correspondantes, utilisées seules (dans des conditions sans réalimentation, c'est-à-dire dans des conditions de sous-alimentation progressive).

Cela conforte le choix d'une graisse dans le cadre de cette thèse, qui fournit la solution à deux risques opposés :

- Elle permet d'assurer un film d'huile dans le contact en évitant la migration de lubrifiant par gravité, qui assèche la piste (Annexe I), même en étant appliquée en faible quantité. Elle est aussi adaptée aux systèmes aux longues durées de vie ;
- Le régime de lubrification reste limite, du fait de la microgéométrie plan-plan du contact qui ne permet pas de formation de film continu de lubrifiant dans le contact, bien que localement, la rugosité puisse entraîner des films épais.

1.6.5 Caractéristiques des graisses

En régime limite, un lubrifiant est classiquement rendu « efficace » par la modification de la chimie des films adsorbés ou réactionnels. Cela est permis notamment en jouant sur la composition nominale des graisses appliquées dans le contact.

1.6.5.1 Composition typique d'une graisse

Les graisses sont obtenues à partir d'un mélange contenant une huile (appelée « huile de base ») et un épaississant. Ce mélange peut ensuite être amélioré par l'introduction d'additifs, qui peuvent jouer sur différents paramètres de la graisse (dispersion, viscosité, résistance à

l'oxydation, etc.). L'importance des mélanges dans les graisses a été mise au jour ces dernières années, grâce aux études menées sur les roulements à billes. En effet, les combinaisons et interactions entre l'huile les épaississants et parfois les additifs influencent fortement les structures et impactent les propriétés physico-chimiques des graisses.

Les huiles de base utilisées dans les graisses peuvent être d'origine [130] ;

- Minérale, comme des dérivés pétroliers, les huiles paraffiniques ou naphthéniques ;
- Synthétique provenant de composés chimiques comme les poly-(alphaoléfines), les esters, les polyglycols ou les silicones ;
- Ou encore, pour certaines applications, naturelle, dérivée de plantes ou animaux comme les huiles de soja ou de colza.

Le choix est fait en fonction de différents paramètres, dont notamment celui de la viscosité, qui joue un rôle important pour assurer sa stabilité spatiale dans le contact, surtout dans des cas de contacts électriques soumis à une gamme de températures importantes. Ainsi, d'après la figure Fig. 1.37, si dans de nombreux cas l'huile minérale correspond aux attentes, sa viscosité est néanmoins plus sensible à la température que celle de l'huile silicone ; l'huile silicone chlorée, quant à elle, présente des caractéristiques de viscosité et de température à mi-chemin entre les huiles minérales et les huiles silicones classiques.

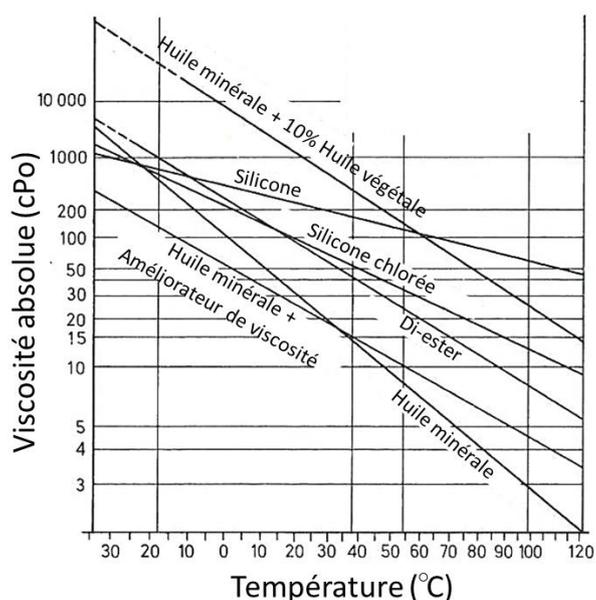


Fig. 1.37 : Caractéristiques viscosité - température de différentes huiles lubrifiantes [2].

Pour former une graisse, l'huile de base est ensuite mélangée à un (ou plusieurs) épaississant(s). Il en existe plusieurs types :

- Les savons, utilisés avec les huiles minérales, pour leur faible coût et leur grand nombre d'applications ;
- Les organiques autres que des savons, comme par exemple le poly-(tetrafluoroéthylène) (PTFE), qui offrent de bonnes propriétés thermiques et anti-corrosion ;

- Les inorganiques, dont les principaux sont la silice et les argiles, qui se révèlent excellentes pour les applications à très haute température.

Enfin, les caractéristiques de la graisse peuvent être améliorées par l'ajout de différents additifs. Il en existe deux catégories : les additifs fonctionnels, qui influencent des propriétés particulières (anti-usure, anti-corrosion, extrême-pression, améliorateur de viscosité, etc.), et les additifs de structure, qui modifient la structure globale de la graisse par réaction avec l'épaississant.

1.6.5.2 Comportement tribologique typique d'une graisse

Dans un essai tribologique, la graisse voit sa structure se modifier sous l'effet d'un cisaillement dû à un gradient de pression. En effet, à chaque cycle de glissement, la graisse libère un film mince d'huile dans le contact [3]. Ce film de lubrifiant est composé soit de l'huile de base utilisée dans la formulation de la graisse, soit d'un mélange de cette huile avec les additifs présents, et éventuellement avec l'épaississant [139]–[141]. Le mélange libéré par la graisse est par la suite appelé « huile relarguée ». Celle-ci participe directement à la lubrification du contact en formant un film entre les deux surfaces en contact.

La figure Fig. 1.38 présente un schéma de lubrification en fonction de la vitesse d'entraînement dans des conditions bille-plan (bille en acier 100C6 $\varnothing = 25,4$ mm, sur un plan en verre). Bien que les conditions dans le cadre de la thèse soient différentes, le comportement de la graisse présenté peut être similaire, particulièrement pour les phases I et II :

- Pendant la phase I, le relargage d'huile est insuffisant car le squelette formé par l'épaississant de la graisse reste en place ;
- Après un cisaillement de la graisse autour du contact, un film d'huile relarguée (appelée « lubrifiant fluide » dans la phase II) est libéré dans le contact par un double mécanisme. La thixotropie de la graisse fait qu'à haute vitesse, le squelette d'épaississant se désorganise et libère de l'huile ; l'augmentation de la vitesse facilite également l'entraînement de l'huile par effet hydrodynamique, qui permet d'augmenter l'épaisseur du film d'huile dans le contact (et donc éviter les risques de sous-alimentation) ;
- La différence de cinématique fait que dans les travaux de Couronné et al., le contact finit par s'appauvrir en lubrifiant (phase III), car ce dernier en est chassé définitivement à cause des fortes pressions, et n'a pas le temps d'y revenir par capillarité (tension de surface) ; c'est ce qui est défini comme une sous-alimentation sévère de contact (appelée « starvation »).

Dans le cas d'un glissement aller/retour, s'il existe suffisamment de réservoirs à lubrifiant et que la géométrie de contact le permet, le contact peut être régulièrement réalimenté et la sous-alimentation sévère peut être évitée.

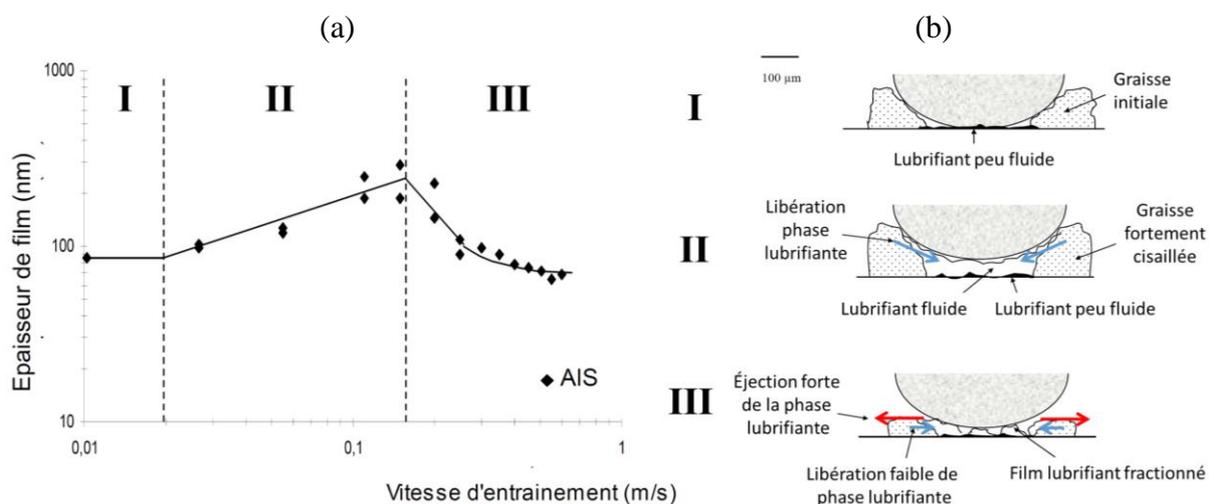


Fig. 1.38 : Proposition de schéma de lubrification d'une graisse à forte capacité de formation de film lubrifiant dans le contact (AIS : huile de base synthétique avec un épaississant savon complexe d'aluminium), dans les conditions bille-plan étudiées par Couronné [139] ; (a) Évolution de l'épaisseur de film en fonction de la vitesse d'entraînement ; (b) Comportement de la graisse pour les différentes zones de (a).

Les principales différences de caractéristiques des graisses proviennent de leurs microstructures, dépendantes de leurs compositions, qui impactent l'épaisseur de film lubrifiant libéré dans le contact. Globalement, le type d'huile et sa viscosité vont influencer l'épaisseur de film à haute vitesse d'entraînement, tandis qu'à basse vitesse d'entraînement, le facteur influent est l'interaction entre l'huile et l'épaississant [142].

Cousseau et al. [137], [138] ont étudié les huiles relarguées pour différentes compositions de graisses : une huile minérale épaissie au lithium, une huile ester épaissie au lithium et au calcium, et une huile PAO épaissie au polypropylène. D'après leurs travaux, la composition de l'huile relarguée dépend fortement de la composition de la graisse, de la taille des particules d'épaississants et d'additifs, et de la structure formée par l'interaction entre l'huile de base et l'épaississant. La structure va particulièrement jouer sur la capacité de la graisse à relarguer de l'huile et donc former une épaisseur de film plus ou moins importante (allant de quelques dizaines à quelques centaines de nanomètres d'épaisseur). Cela dépend de la taille des pores ou des mailles formés par l'épaississant qui retient l'huile : en effet, plus la structure de la graisse est dense avec des petits pores (de taille submicrométrique) similaires à une structure en éponge, plus le film d'huile relarguée formé est d'une faible épaisseur. Au contraire, les résultats montrent que plus la graisse est visqueuse (avec une structure plutôt fibreuse), plus le film d'huile relarguée formé est d'une épaisseur importante. L'épaisseur de l'huile relarguée, quant à elle, régule le passage des particules d'épaississant et/ou additifs dans le contact (en fonction de leurs tailles respectives) et influence donc les mécanismes d'usure du système.

Bien que pouvant être très différentes de celles de son huile de base, ce sont les propriétés de l'huile relarguée qui représentent le comportement de la graisse elle-même. Les prédictions de comportement tribologique des graisses sont donc plus précises lorsqu'elles sont

déterminées à partir des propriétés de l'huile relarguée. Il est cependant à noter que les propriétés de l'huile de base ont un impact direct sur celles de la graisse, qui elles-mêmes ont un impact direct sur celles de l'huile relarguée. Les propriétés de l'huile de base ont donc un effet indirect sur celles de l'huile relarguée ; c'est par exemple le cas pour la viscosité [130].

La composition des graisses, spécifique à chaque application, est étudiée pour former des films relargués capables de résister à la pénétration des aspérités de surfaces (ce qui demande une forte attraction entre de longues chaînes), avec une faible résistance au cisaillement (pour diminuer le coefficient de frottement), et avec un point de fusion haut (pour garantir l'intégrité du film protecteur à haute température) [1]–[3]. Face à la multitude de formulations possibles de graisses, il a été choisi dans la suite du document de se concentrer sur les familles de graisses s'apparentant à celles utilisées dans les travaux de la thèse, qui sont classiques dans le domaine de la microélectronique. Les compositions de graisses présentées ci-dessous seront donc les suivantes :

- Huiles silicones / PTFE ;
- Huiles PFPE / PTFE ;
- Huiles PAO / savon complexe de lithium.

1.6.6 Graisses épaissies avec des organiques

1.6.6.1 Huiles silicone

Plusieurs études et inventions ont permis la synthèse des différents polysiloxanes [143]. Il est notamment possible de les obtenir par hydrolyse des molécules méthylsilicone, après une réaction chimique avec par exemple des composés organiques bromés (réactivité avec les ions bromure). Les fluides silicones conventionnels (poly-(diméthylsiloxane)) (Fig. 1.39(a)) sont composés de chaînes polymères avec une flexibilité unique. Cela résulte en un des polymères dont la transition vitreuse est la plus faible. Ses caractéristiques de tension de surface favorisent la formation de films d'huile à partir du film adsorbé en surface. De plus, ses terminaisons chimiques triméthylsiloxy, qui sont des groupes chimiques non réactifs, lui confère une inertie chimique. Mais il est resté possible de créer un environnement destructif pour les silicones à partir de fluorure d'hydrogène par exemple, qui vont attaquer les liaisons Si-O. [144]

Les huiles silicone sont particulièrement appréciées dans les applications aéronautiques et aérospatiales du fait de leurs propriétés physico-chimiques. Elles sont connues pour être plus stables que les huiles minérales ou encore les esters synthétiques ; elles ont [143]–[145] :

- Une bonne inertie chimique avec peu de risques toxiques ;
- Une tension de surface faible, donc une faible volatilité ;
- Une bonne stabilité dans le temps et en température. Elles polymérisent cependant, très lentement, sous l'application de chaleur ;
- De faibles changements de viscosité en fonction de la température, ce qui permet une large gamme d'utilisation, généralement comprise entre -70°C et 200°C ;

- Une faible inflammabilité ;
- Une compressibilité importante (5,5% à 138 MPa) ;
- Une bonne résistance au cisaillement ;
- De bonnes propriétés électriques (environ 16 kV/mm), avec une stabilité diélectrique et une résistance au claquage.

Les huiles et graisses silicones sont souvent utilisées dans des applications en contact avec des surfaces métalliques. Plusieurs études montrent la formation d'un film adhérent aux métaux, sans dégradation de la molécule siloxane [146]–[148]. Ce phénomène est permis par l'interaction entre la surface métallique et les atomes d'oxygène composant le siloxane. Les critères chimiques et géométriques des molécules à base de siloxane jouent un rôle important dans la capacité à former des films d'huile dans le contact, qui dépend du nombre d'électrons disponibles, de la réactivité de la molécule, de l'encombrement stérique, etc.

Pour des hautes températures (à partir de 250°C), les silicones peuvent changer de propriétés en se volatilisant ou en gélifiant, ce second cas provoquant une forte augmentation de viscosité, particulièrement si elles sont exposées pendant de longues périodes sous air. Des additifs contenant des oxydes de fer ou de l'octoate de fer montrent une amélioration mais ne les résolvent pas totalement. L'étude menée par F.A.Buehler [149] montre que l'ajout d'une faible quantité d'additifs (0,01%mol jusqu'à 10%mol) contenant des composés sulfurés stabilise la composition et retarde de façon considérable les phénomènes de gélification (d'un facteur 4). Lorsque les composés sont fortement polymérisés, ils présentent des propriétés différentes comme une stabilité à la température accrue (jusqu'à 300°C), ou encore une meilleure résistance à l'humidité (par diminution de la perméabilité). Les propriétés physiques restent ainsi inchangées, et les polymères deviennent insolubles et infusibles [143].

Des modifications peuvent être apportées dans les monomères de l'huile silicone, afin d'améliorer certaines de ses propriétés :

- Le remplacement d'un groupe méthyle par un groupe aromatique phényle (Fig. 1.39(b)) ajoute une rigidité dans la chaîne silicone [144], [145]. Il est d'ailleurs possible de rendre ce polymère solide lorsque l'ajout de groupes aromatiques dépasse 75%mol. Pour les molécules de type poly-(méthylphénylsiloxane), des améliorations sur le pouvoir lubrifiant, la résistance à l'oxydation, la stabilité thermique (jusqu'à 300°C) et la résistance au cisaillement peuvent être observées. Dans un environnement clos sans oxygène, la stabilité en température est accrue (plusieurs centaines d'heures à 230°C). Les groupes phényles vont inhiber à la fois l'attaque thermique sur les liaisons Si-O grâce à l'encombrement stérique, et également l'oxydation (le groupe phényle étant moins sensible à l'oxydation que le groupe méthyle) [144] ;
- Lorsque les huiles silicones sont phénylchlorées (Fig. 1.39(c)), elles peuvent également réagir chimiquement avec des surfaces métalliques (en fonction de la réactivité des métaux). Dans une étude de Weng et al. [150], des lubrifiants à base d'huile silicone phénylchlorée (certaines ayant aussi des additifs fluorés) ont montré la formation d'un film par une réaction avec une surface d'acier : l'XPS a montré la formation d'espèces FeCl₂ et FeF₂. Il a été démontré que la présence de Cl et de F permettent une réduction

de frottement et d'usure. Cl réagit avec les surfaces et forme des liaisons C-Cl (par physisorption) et/ou des liaisons Métal-Cl (par chimisorption), ce qui permet la formation d'un film limite moléculaire nanométrique dans le contact. Cela met en évidence une potentielle affinité entre le Cl et les surfaces métalliques ;

- La compatibilité chimique organique des silicones peut être améliorée par remplacement d'un groupe méthyle par une fonction alkyle [144], [145] (Fig. 1.39(d)). Cette action peut notamment jouer sur le pouvoir lubrifiant des graisses dans des systèmes mettant en jeu des surfaces organiques, mais provoque aussi une diminution de la stabilité à l'oxydation. L'ajout d'une longue chaîne carbonée augmente la compatibilité des silicones avec des huiles hydrocarbure, mais fait également augmenter son point d'écoulement. Les meilleures propriétés sont obtenues pour des chaînes carbonées ne dépassant pas 8 atomes de carbone.

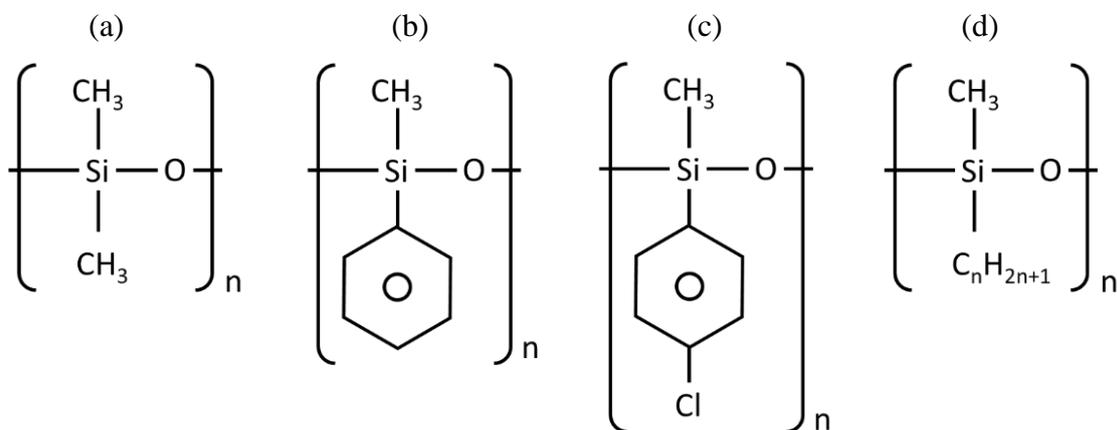


Fig. 1.39 : Différentes versions de polymères silicones ; (a) Poly-(diméthylsiloxane), polymère simple ; (b) Poly-(méthylphénylsiloxane), polymère aromatique ; (c) Poly-(méthylchlorophénylsiloxane), polymère aromatique chloré ; (d) Poly-(méthylalkylsiloxane), polymère avec chaîne alkyle.

1.6.6.2 Huiles PFPE

Les huiles perfluoropolyethers (PFPE), contrairement aux huiles silicones, sont depuis longtemps connues pour faire partie des lubrifiants les plus résistants aux hautes températures (leur décomposition ne survient que vers 450°C). Plutôt que de former des résidus solides lors de leur décomposition, les huiles PFPE ont plutôt tendance à montrer des phénomènes de dépolymérisation, avec des pertes de masse et de viscosité [151].

Les monomères des polymères PFPE contiennent généralement 1 à 3 atomes de carbone, et une grande variété de combinaisons est possible. Les chaînes polymères obtenues sont de longues chaînes alternant des atomes C et O, qui, de par leurs polarités, permettent de recouvrir la surface sur lesquelles elles sont utilisées. De plus, elles sont généralement fonctionnalisées en bout de chaîne par différentes terminaisons (généralement amine et alcool) [152], qui permettent un bon ancrage aux surfaces sur lesquelles elles sont appliquées ; les terminaisons de chaînes conduisent ainsi à la formation d'un film d'huile continu qui peut

être très fin. Les huiles PFPE sont d'ailleurs utilisées dans la grande majorité des cas en films nanométriques dans un contact, et sont destinées à travailler en film limite. Ces différentes propriétés confèrent donc aux PFPE des avantages dans des contacts soumis à de fortes pressions. L'avantage de ce type de lubrifiant réside dans la totale maîtrise de ses propriétés telles que sa viscosité ou sa masse moléculaire (dépendantes des longueurs de chaînes et des terminaisons).

Les graisses obtenues avec l'huile PFPE présente une résistance chimique accrue, et peuvent ainsi résister à un grand nombre de solvants. Elles résistent également à des environnements agressifs : acide sulfurique, acide chlorhydrique, halogènes, etc.

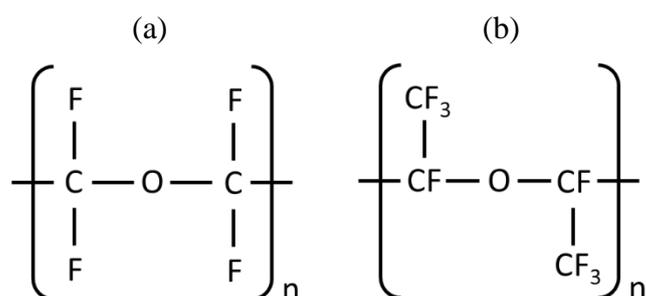


Fig. 1.40 : Polymères PFPE ; (a) Perfluoropolyether, polymère simple; (b) Perfluoro-alkyl-polyether, polymère dont une liaison C-F est modifiée par une liaison C-CF₃.

1.6.6.3 Comportement de l'épaississant PTFE dans la graisse

Un des composants clé de la graisse est le polytétrafluoroéthylène (PTFE) (Fig. 1.41). Il joue le rôle d'épaississant dans les graisses, en formant une structure permettant la formation d'un film d'huile dans le contact seulement sous sollicitation mécanique. En revanche, s'il passe dans le contact, il peut également jouer un rôle dans le mécanisme d'usure : soit en favorisant la séparation des surfaces et donc en protégeant ces dernières de l'usure, soit en contribuant à l'usure des surfaces sous forme de particules abrasives pour des surfaces molles (assimilable à un troisième corps agressif).

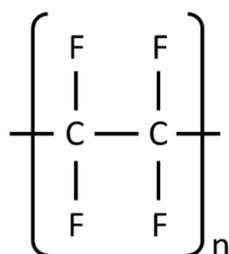


Fig. 1.41 : Polymère PTFE servant d'épaississant aux huiles silicone et PFPE.

Le comportement du PTFE dans les contacts en roulement/glissement a été étudié par Palios et al. [134]. Plusieurs suspensions ont été choisies :

- Deux commerciales dont une sans PTFE et une contenant 1% en masse de nanoparticules de PTFE de taille estimée entre 0,05 μm et 0,1 μm . Ces suspensions sont stables dans le temps ;
- Les autres sont formulées en laboratoire à base de polyalphaoléfine (PAO), fluide hydrocarboné synthétique, sans additif, avec 1% ou 5% en masse de PTFE de tailles de 1 μm et 5 μm . Ces suspensions décantent lentement, surtout pour des tailles de particules de PTFE importantes.

À haute vitesse de glissement, les avantages du PTFE n'ont pas pu être identifiés. À basse vitesse de glissement en revanche, il a été observé que le PTFE (jusqu'à 1 μm de diamètre) passe dans le contact pour augmenter momentanément l'épaisseur de film de lubrifiant. Ce comportement est d'autant plus visible que la température est élevée (120°C dans l'article) (Fig. 1.42). Aucune preuve n'a été apportée quant à une accumulation de particules de PTFE dans le contact, ce qui peut laisser penser qu'il n'adhère pas aux surfaces (ici, de l'acier).

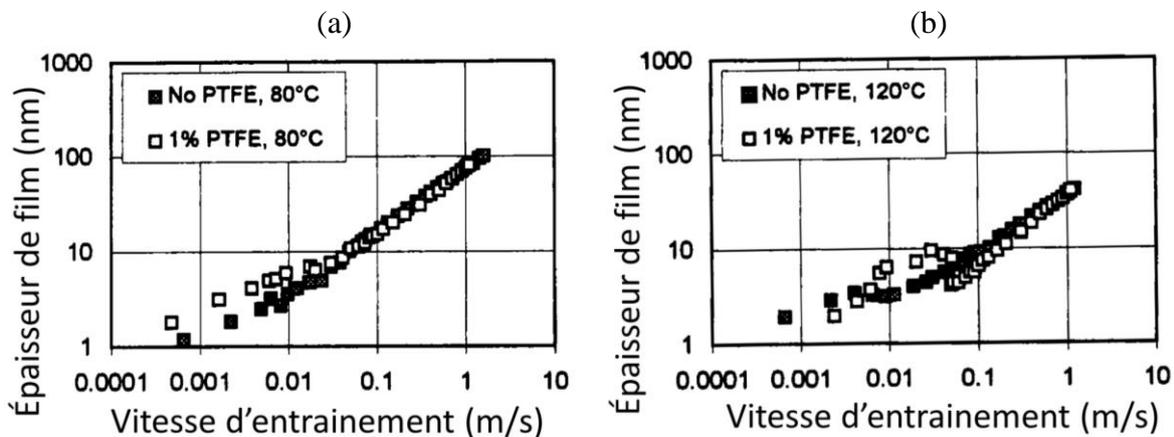


Fig. 1.42 : Épaisseur de film pour les huiles commerciales avec et sans PTFE de taille micrométrique, étudiées par Palios et al. [134] ; (a) À 80°C ; (b) À 120°C. Mesures par interférométrie dans un contact de roulement/glissement entre une bille en acier et un disque en verre recouvert d'une couche nanométrique de chrome (« spacer layer » qui améliore la résolution aux épaisseurs nanométriques).

En régime limite de lubrification, Palios et al. [134] observent que l'action du PTFE n'est pas pour autant toujours bénéfique ; ils font référence à une possible insuffisance de lubrifiant dans le contact due à l'accumulation de particules de PTFE qui crée un léger blocage de la réalimentation en entrée de contact. Ce phénomène est observé seulement pour les vitesses d'entraînement élevées. De plus, le PTFE ne semble pas apporter de contribution particulière (pas de différences visibles dans les coefficients de frottement). Il est supposé qu'il ne permet pas de former de couche sur les surfaces en contact, par manque d'adhérence. Deux raisons sont avancées : la première est que les particules trop petites de PTFE sont éjectées du contact, la seconde est qu'elles ne sont pas assez grosses pour supporter une proportion suffisante de la pression appliquée sur les surfaces du contact (dans l'article de Palios et al., les conditions sont de 4 N sur une bille $\varnothing = 6$ mm, ce qui correspond à une pression de contact de Hertz de 415 MPa). Le passage de particules observé par interférométrie est momentané, et est illustré par le graphique Fig. 1.42(b) avec l'épaule observé aux faibles vitesses. Ce passage se

fait malgré une taille de particules bien plus importante que les entrefers mesurés (de 50 à 100 nm contre une dizaine de nanomètres). L'utilisation d'une suspension de particules plutôt que d'une graisse peut expliquer ce passage de particules, la structure d'une graisse limitant la mobilité du PTFE. Dans un système électrique, une telle pénétration de particules de PTFE dans le contact pourrait provoquer des pertes de contact électrique ponctuelles et une augmentation de la résistance électrique, ce qui par conséquent doit être évité.

Une autre condition souvent avancée à l'efficacité du PTFE concerne sa dispersion : une bonne dispersion permet une bonne contribution des particules à la réduction de l'usure. Elle est généralement assurée d'abord par un traitement des particules, puis par l'ajout de dispersant. En effet, dans le brevet n°EP1007584 A1 déposé par Beatty [135], les particules de PTFE subissent dans un premier temps un traitement de surface comprenant une fonctionnalisation à partir de faisceaux d'électrons ou d'irradiation γ , puis elles sont mises en solution avec un dispersant.

Les dispersants sont généralement constitués de groupes polaires (comme des bases oxygène ou azote), et de longs groupes non polaires (comme une chaîne hydrocarbonée). Le groupe polaire s'associe avec les particules polaires, et le groupe non polaire contribue à mettre ces particules en suspension dans le lubrifiant (Fig. 1.43) [153]. L'effet d'un dispersant PIBSI (poly-(isobutylene succimide)) sur le PTFE a été explicité dans l'étude de Dubey et al. [154]. À l'ajout du dispersant, ils observent l'augmentation de la densité, l'augmentation de la viscosité, la diminution du point d'écoulement, l'augmentation du point éclair et une meilleure dispersion des particules de PTFE. Ainsi, bien que la concentration en PTFE soit un paramètre important, celle du dispersant doit être suffisante pour remplir pleinement son rôle. Une concentration micellaire critique (CMC) du dispersant et un mécanisme d'interaction associé ont été proposés par Matsuda et al. [155] (Fig. 1.43) :

- Quand $C_{\text{dispersant}} < \text{CMC}$, le PTFE reste en surface du mélange ;
- Quand $C_{\text{dispersant}} = \text{CMC}$, un brusque changement de propriétés est observé (viscosité, conductibilité, solubilité), et le PTFE est réparti dans tout le mélange ;
- Quand $C_{\text{dispersant}} > \text{CMC}$, la dispersion de PTFE est similaire à la précédente (car la couche monomoléculaire a été formée depuis la concentration $C_{\text{dispersant}} = \text{CMC}$).

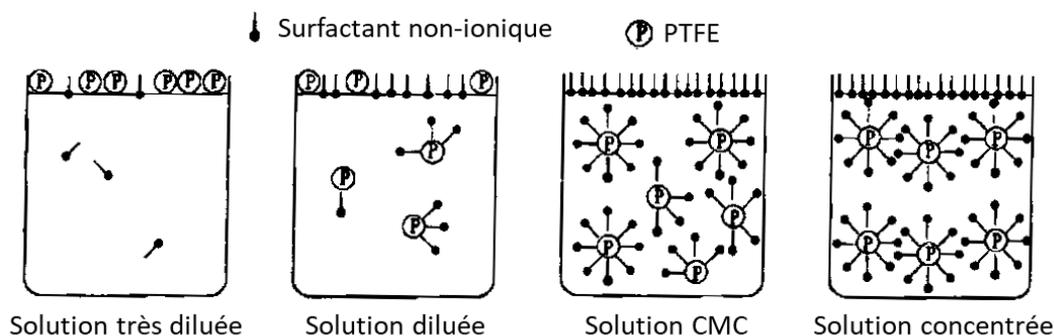


Fig. 1.43 : Mécanisme de miscibilité du PTFE dans l'huile en présence d'une concentration variable en dispersant non ionique, proposé par Matsuda et al. [155].

Dans ces travaux, les suspensions ont été agitées mécaniquement. La proposition de mécanisme en figure Fig. 1.43 semble refléter l'aspect physico-chimique. En effet, il semblerait qu'il y ait confusion entre la CMC (caractéristique du tensio-actif seul) et la concentration en tensio-actif, c'est-à-dire la concentration nécessaire en dispersant pour disperser une quantité donnée de PTFE. Cette concentration est directement impactée par l'aire surfacique totale des particules de PTFE (1.15) :

$$C_{dispersant} = xC_{PTFE} \quad (1.15)$$

Avec la constante $x = 3.10^{-2}$ pour des particules de diamètre $7 \mu\text{m}$.

Matsuda et al. ont contrôlé la bonne dispersion du PTFE par la mesure du pourcentage de transmittance (Fig. 1.44). Le pourcentage de transmittance informe sur la qualité de la dispersion des particules de PTFE : les particules faisant $7 \mu\text{m}$ de diamètre, la suspension devient opaque, donc la transmittance tend vers 0 lorsqu'elles sont bien dispersées ; dans le cas de particules nanométriques, la dispersion est bonne lorsque la transmittance est de 100% puisque la taille alors inférieure à la longueur d'onde de la lumière évite les phénomènes de diffusion de la lumière par les particules.

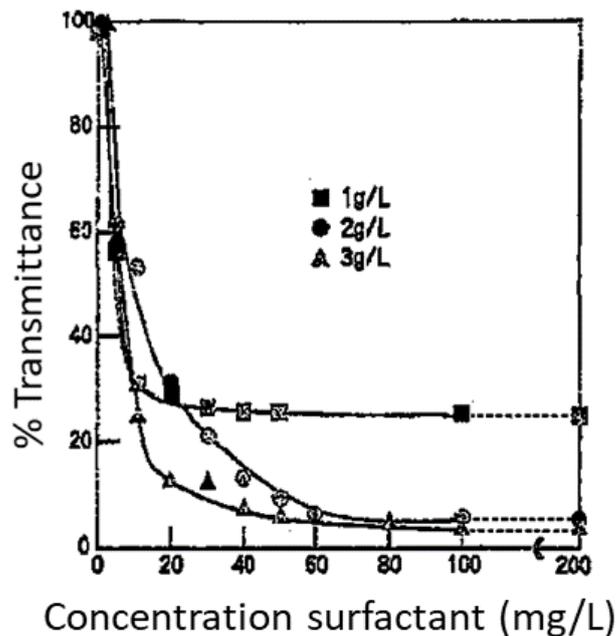


Fig. 1.44 : Transmittance de la dispersion en fonction de la concentration en dispersant, pour différentes concentrations en PTFE (taille micrométrique) 1 g/L, 2 g/L et 3 g/L, d'après Matsuda et al. [155].

Bien que la bonne dispersion de l'épaississant soit primordiale, sa quantité introduite dans la formulation de la graisse peut impacter ses propriétés finales. Généralement, le dispersant est le composé qui a la plus haute masse moléculaire de la graisse (mis à part dans les cas d'utilisation d'additifs améliorateurs de viscosité) [153], ce qui peut impacter notamment la viscosité de la graisse.

1.6.7 Graisses épaissies aux savons

Il existe trois types de graisses épaissies au savon :

- Les graisses à savon simple, résultat de la réaction d'un acide gras et d'une base (hydroxyde de métal) ;
- Les graisses à savon mixte, dans lesquelles l'acide gras réagit avec deux bases. Elles sont généralement meilleures que les graisses à savon simple et représentent le meilleur compromis qualité/prix ;
- Les graisses à savon complexe, avec deux acides gras réagissant avec une base, donnent généralement de très bonnes performances thermiques et anti-corrosion.

1.6.7.1 Huiles PAO

Les huiles polyalphaoléfine (ou hydrocarbones synthétiques) sont actuellement les huiles les plus utilisées comme lubrifiants dans des contacts frottants. Leur grande compatibilité chimique avec différents composés comme les huiles minérales ou les élastomères les rendent faciles d'utilisation. Une des qualités principales attribuées aux huiles PAO est leur excellente fluidité à très basse température, ce qui induit notamment un fort indice de viscosité. Outre leurs nombreuses propriétés comme leurs performances en températures basses, leurs faibles volatilités, leurs efficacités sous fortes contraintes et leurs stabilités à l'oxydation, elles sont généralement peu onéreuses contrairement aux autres huiles synthétiques.

Les huiles PAO sont de longues chaînes carbonées, obtenues par la synthèse d'une oléfine (éthylène). C'est une huile de synthèse qui se rapproche des propriétés d'une huile minérale. Il est possible d'en modifier facilement les propriétés par modification du monomère ; il est notamment possible d'augmenter la viscosité et abaisser l'indice de viscosité en allongeant la chaîne carbonée, en y ajoutant des ramifications, ou bien en ajoutant des groupes cycliques [156].

1.6.7.2 Épaississant savon complexe de lithium

Les épaississants à base de savons sont généralement obtenus à partir d'acides gras provenant de sources naturelles (dérivés de végétaux et animaux). Par exemple, une saponification de l'huile de ricin hydrogénée par l'hydroxyde de lithium utilisé comme matériau alcalin [157] permet d'obtenir le savon de lithium, dit « simple » car il n'est obtenu qu'avec un acide gras et un hydroxyde métallique (Fig. 1.45). Il est connu pour proposer des propriétés avantageuses, notamment une bonne étanchéité et une excellente stabilité mécanique, mais avec une faible résistance à la rouille. Sa température maximale d'utilisation est fixée à 135°C [130].

Le savon de lithium devient « complexe » lorsqu'il est mélangé avec un agent complexant, qui est généralement un sel métallique d'une chaîne courte d'acide organique [130]. Ce mélange permet une réaction de saponification, si celle-ci est thermiquement activée (environ

200°C), et contribue à la ramification du savon de lithium simple. Les savons complexes sont appréciés notamment pour leur point de goutte élevé, ce qui permet leur utilisation à plus haute température (bonne stabilité et résistance thermique). Leurs propriétés dépendent ainsi du type de métal, du type de savon simple, du type de l'agent complexant, du ratio de quantité entre les deux entités et des conditions de fabrication.

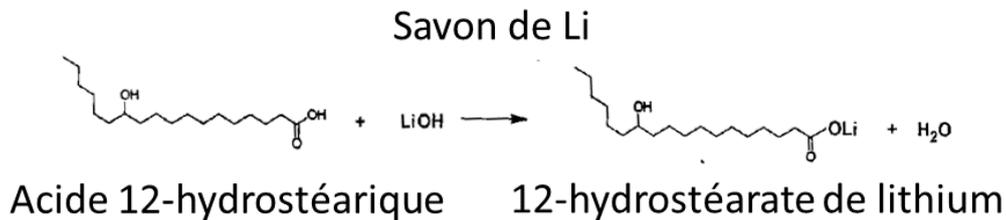


Fig. 1.45 : Réaction chimique de préparation de l'épaississant savon de lithium [130].

Plusieurs microstructures peuvent être décrites [140], [158] :

- Pour des huiles épaissies au savon de lithium, la structure est plutôt fibreuse, avec des diamètres de fibre d'environ 40 nm (Fig. 1.46). Ainsi, les molécules très volumineuses de polymère (comme les additifs de type améliorateur de viscosité) vont être plus facilement piégées dans les pores des réseaux et ainsi augmenter la viscosité de la graisse. Lorsque les savons de lithium sont complexes, ils ont tendance à avoir un effet gélifiant, transformant la structure fibreuse en éponge. Dans ce cas, les tailles de fibre sont plus importantes, ce qui les rend moins mobiles (moins de fibres dans le contact), et peut empêcher une bonne libération d'huile dans le contact ;
- Pour des huiles épaissies au savon complexe d'aluminium, la structure est colloïdale avec des tailles de particules d'environ 10 nm. La structure est plus fine, ce qui peut empêcher l'action de certains additifs, mais elle permet des contacts entre éléments beaucoup plus nombreux (Fig. 1.46).

Eriksson et al. [158] ont étudié deux graisses à base d'huile PAO épaissie avec du 12-hydroxystéarate de lithium (Li-12-OH) pour l'une (graisse A) et avec un savon de lithium complexe (Li-C) pour l'autre (graisse B). Les conditions tribologiques sont similaires à celles de Couronné [139], avec un système en roulement pur entre une bille d'acier et une surface en verre, avec de fortes pressions de 472 MPa et une vitesse de roulement de 0,1 m/s. Bien que ces conditions soient éloignées d'un glissement aller/retour en pion-plan, il est possible d'étudier l'influence de la structure des graisses sur leurs comportements, notamment sur la capacité à libérer un film d'huile dans le contact. En effet, Eriksson et al. décrivent la graisse A comme étant une structure fibreuse, tandis que la graisse B présente une structure spongieuse et à nouveau, la structure joue un rôle déterminant dans la libération d'huile des deux graisses (Fig. 1.47(a)). Après un test sous pression à 40°C pendant une semaine, la graisse A a permis une libération d'huile dès les premiers instants sous pression, tandis que la graisse B libère un film après environ 24 h (Fig. 1.47(b)). Comme précédemment décrit, les structures fibreuses semblent donc libérer plus facilement un film d'huile dans le contact, contrairement aux structures spongieuses (plus denses, avec des tailles de fibre plus importantes). En revanche, dans les deux cas, les fibres semblent passer dans le contact, mais

en quantité plus importante pour la graisse A (qui a des tailles de fibre plus petites). Le pourcentage d'épaississant contenu dans le lubrifiant ne semble pas influencer la quantité de passages de fibre dans le contact. Cette dernière dépend donc essentiellement de la structure de la graisse (fibreuse ou spongieuse).

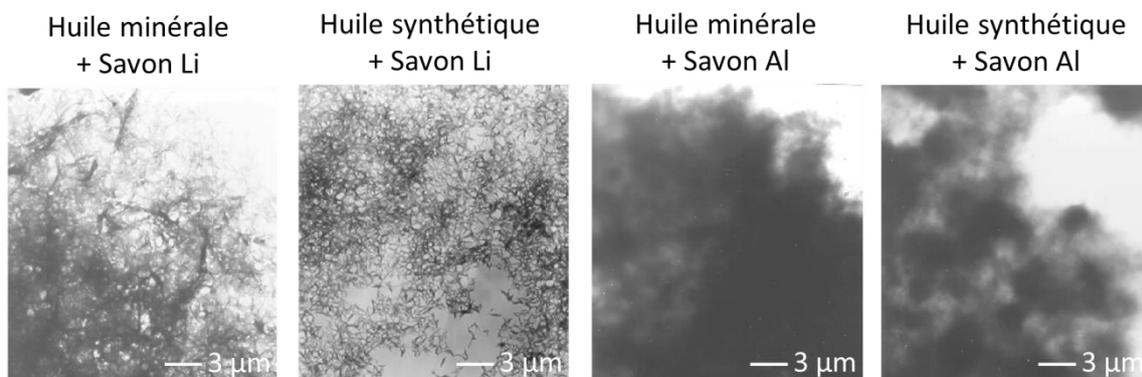


Fig. 1.46 : Microstructures des graisses étudiées par Couronné [139].

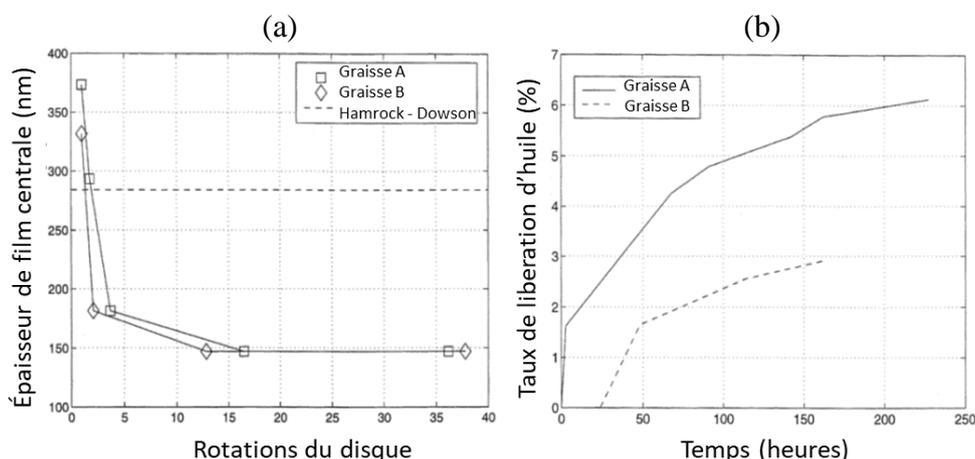


Fig. 1.47 : (a) Évolution de l'épaisseur centrale de film, dans une approche expérimentale classique de sous-alimentation. La mesure ne permet pas d'obtenir des résultats fiables en dessous de 150 nm d'épaisseur de film. L'épaisseur de film pour un cas de lubrification hydrodynamique avec une huile est de 220 à 280 nm ; (b) Évolution du taux de libération d'huile, selon la méthode ASTM D-1742-88 [158].

1.6.8 Vieillessement des graisses

Les paragraphes précédents ont montré que beaucoup de caractéristiques d'une graisse dépendent de sa composition. Mais cette dernière peut évoluer au cours du temps, au fur et à mesure qu'elle se charge de particules d'usure (généralement, les graisses noircissent). Ce phénomène correspond au vieillissement des graisses, qui, dans certaines conditions, peut s'avérer problématique dans l'évolution du système tribologique.

L'évolution d'une graisse au cours du temps et ses modes de dégradations dépendent fortement de sa microstructure. En effet, ces derniers jouent essentiellement sur la taille des chaînes polymères (donc la structure), par ruptures de chaînes ou par polymérisation.

L'évolution dans le temps des graisses dépendent donc de la nature des huiles de bases et des épaississants, ainsi que de l'interaction entre l'huile et l'épaississant. Mais d'autres facteurs sont à prendre en considération :

- La nature et la forme des épaississants (sphérique comme le PTFE, ou fibreuse comme les savons), qui détermine la sensibilité de la graisse en particulier à la température. En effet, à haute température, les graisses tendent à être plus « fragiles », et donc à permettre plus facilement des transformations irréversibles. Ce phénomène semble plus particulier aux savons, dont les fibres sont plus fragiles face aux contraintes mécaniques et face à des températures importantes (« fusion » irréversible des fibres). Au contraire, les particules de PTFE sont insensibles aux températures inférieures à 300°C. L'importance est donnée à la durée de maintien de la température, qui va déterminer si les transformations sont irréversibles ou non [139] ;
- Les additifs, qui parfois peuvent favoriser une perte de masse. En effet, Cousseau [137] a observé que la perte de masse de la graisse vieillie est plus importante que celle de son huile de base utilisée seule, dans les mêmes conditions. Ainsi, il en a été déduit que la perte de masse est un mélange huile + additifs ou huile + additifs + épaississants ; l'additif semble donc jouer un rôle dans la perte de masse. Mais la mesure de la différence de masse peut aussi être perturbée par les éventuelles transformations chimiques au sein de la graisse vieillie (par exemple, suite à une oxydation).

Une explication de phénomènes pendant le vieillissement a été proposée par Cousseau [137], dans laquelle il est démontré qu'une grande partie des changements de propriétés de la graisse est due au stress mécanique, et intervient dans les premiers mouvements de frottement, notamment par transformation irréversible et partielle de la structure des graisses. Les transformations chimiques, quant à elles, interviennent plus tard, à demi-vie de la graisse. Il est cependant expliqué que tant que le système est capable de relarguer suffisamment d'huile dans le contact, l'impact du vieillissement est limité car il n'y a pas de changement physico-chimique déterminant. Néanmoins, il peut parfois y avoir un changement de mécanisme de lubrification.

1.7 Conclusion

Ce chapitre avait pour but de poser les bases indispensables à la bonne compréhension des travaux réalisés pendant la thèse. Le sujet portant sur des phénomènes tribologiques dans les contacts électriques, plusieurs domaines ont été abordés, en commençant par l'explication de différentes interactions de surfaces, en passant par des précisions liées à l'application électrique, et en finissant par la lubrification.

Une première partie principale a d'abord présenté les différents phénomènes tribologiques généraux autour du frottement et de l'usure dans des contacts glissants. Des précisions ont été apportées à ces généralités afin de contribuer à la bonne compréhension de l'environnement

scientifique du sujet de thèse ; c'est pourquoi des explications à la fois des effets de l'usure sur les propriétés électriques des systèmes et des impacts du passage du courant électrique sur les mécanismes d'usure ont été proposées. L'usure peut soit améliorer le contact par effet de rodage, ou au contraire le détériorer en augmentant les rugosités, impactant ainsi la qualité du signal électrique. En parallèle, le passage du courant modifie les interactions entre différents paramètres tels que la vitesse de glissement, le coefficient de frottement, l'usure ou la température. Les mécanismes d'usure ont ensuite été précisés, par l'explication de l'usure abrasive et adhésive, dans les deux types de contact métal – métal et métal – polymère.

La partie centrale a été consacrée aux transformations des surfaces sous l'effet de sollicitations mécaniques, qui a permis d'introduire par la suite la notion de troisième corps. En décrivant les évolutions de propriétés des surfaces en contact durant un frottement, il a été possible d'expliquer les formations de tribofilms dans les interfaces, assimilables à des troisièmes corps. La formation de couches hyper-déformées (généralement plus dures) est le résultat de sollicitations mécaniques répétées, mais peut représenter un bon moyen de résistance à ces mêmes sollicitations mécaniques lorsqu'elle est maîtrisée. Ces couches peuvent être ainsi tantôt agressives pour les surfaces, tantôt protectrices. Les différentes contributions du troisième corps dans le contact ont été illustrées par quelques exemples.

Enfin, un des paramètres les plus importants des capteurs étudiés est leur lubrification ; la troisième partie a ainsi permis de décrire le régime de lubrification limite, ainsi que l'action de différents lubrifiants dans ces conditions particulières. Un descriptif des différentes graisses utilisées dans ces travaux de thèse a été proposé afin de mieux connaître leurs compositions et leurs propriétés, ainsi que leurs comportements dans les contacts glissants.

Chapitre 2

Matériaux & Démarche expérimentale

| | |
|---|------------|
| 2.3.2.4.2 Essais mécaniques de dureté (indentation) | 113 |
| 2.3.2.4.3 Microstructure..... | 115 |
| 2.3.2.4.4 Diffraction de Rayons X (DRX)..... | 116 |
| 2.3.2.4.5 Mesures de viscosité | 117 |
| 2.4 Conclusion..... | 118 |

2.1 Introduction

Ce chapitre a pour but de décrire les deux types de capteur étudiés dans cette thèse, puis de présenter la démarche expérimentale adoptée pour identifier et comprendre les mécanismes d'usure mis en jeu dans chaque cas spécifique. Ce chapitre est donc divisé en deux parties.

Les capteurs, de type rhéostat et potentiomètre, sont présentés dans la première partie. Chaque capteur est décrit selon son schéma électrique et son fonctionnement dans la situation réelle de son application (ici, aéronautique dans l'environnement cockpit). Les deux systèmes étudiés ne sont identiques ni dans les contributions électriques, ni dans les géométries de contact, et ne subissent pas les mêmes cinématiques. Les matériaux constituant chaque contact différent également et sont donc présentés séparément, en abordant notamment leurs étapes de fabrication et de traitements, ou encore leurs particularités physico-chimiques. Enfin, les natures des lubrifiants et leur terminologie sont établies pour clôturer cette partie.

La deuxième partie se concentre sur la démarche expérimentale adoptée pour comprendre et améliorer la tenue en service des systèmes étudiés. Elle aborde à la fois les moyens utilisés pour simuler les conditions réelles d'utilisation des capteurs, et les moyens de caractérisation utilisés pour analyser les surfaces frottées. Une partie des moyens expérimentaux a été fournie par l'entreprise Vishay, en particulier ceux qui reproduisent la cinématique de contact, ces derniers ayant été mis au point pour les applications spécifiques aéronautiques. Les moyens de caractérisation des surfaces utilisés sont pour la plupart fournis par le laboratoire du CEMEF et ont permis d'observer et d'analyser les surfaces des capteurs après les essais d'endurance de Vishay.

2.2 Configuration et principe des capteurs

Les capteurs étudiés dans le cadre de la thèse sont des capteurs de position à résistance variable (de type rhéostat ou potentiomètre), différant essentiellement par les matériaux et la géométrie de contact. Ils fonctionnent par le glissement d'un contacteur mobile, appelé curseur, sur une piste. Le curseur collecte une grandeur électrique analogique, proportionnelle à la distance entre le contact et le début de la piste, ce qui permet de traduire une position en un signal électrique : le rôle d'un capteur de position est de définir la position d'un objet dans un espace de référence, et de le transmettre sous forme de signal électrique. Ainsi, il est indispensable d'avoir une relation constante entre la position du curseur sur la piste et le signal électrique transmis. Lorsque cette relation est faussée, le capteur présente des perturbations électriques, qui peuvent être également accompagnées de bruit électrique.

De par leur application aéronautique, les produits sont soumis à un cahier des charges très strict :

- Stabilité en pression et température (-40°C / $+85^{\circ}\text{C}$) ;
- Résistance aux vibrations ;
- Très grande précision et stabilité électrique ;
- Durée de vie conséquente (environ 30 ans).

L'ensemble des paramètres de configuration des capteurs donnés par la suite peuvent évoluer dans le temps, pour différentes raisons : une usure des surfaces induisant un changement de géométrie de contact (notamment pendant la période de rodage), une fluctuation de température induisant des évolutions de propriétés mécaniques, un frottement modifiant les microstructures de surfaces (similaires aux TTS), etc. Les configurations présentées dans la suite sont donc les configurations nominales, correspondant à l'état initial des contacts.

2.2.1 Configuration du rhéostat

2.2.1.1 Schéma électrique du rhéostat

Un rhéostat est un capteur de position assimilable à une résistance variable montée en série et alimentée en courant constant, qui fait varier la tension en fonction de la position du curseur sur la piste (Fig. 2.1(a)). Le rhéostat étudié dans la thèse est utilisé pour acheminer les commandes issues des manettes de poussée. Un mouvement de la manette de poussée correspond à un mouvement de glissement du curseur sur la piste, modifiant l'angle θ , puis la valeur ohmique mesurée $R_{(\theta)}$. Une valeur ohmique correspond à une position du curseur sur la piste, et donc correspond à la commande provenant de la manette de poussée (Fig. 2.1(b)).

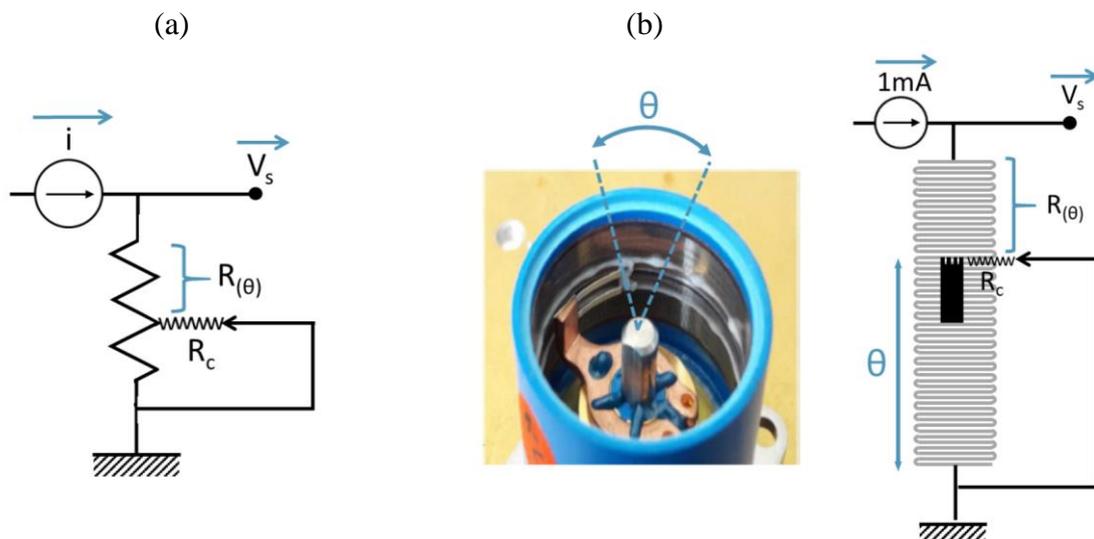


Fig. 2.1 : (a) Schéma électrique d'un rhéostat avec i le courant électrique, V_s la tension en sortie de circuit, R_c la résistance de contact et $R_{(\theta)}$ la résistance de la piste mesurée par le curseur ; (b) Fonctionnement d'un rhéostat, avec le glissement du curseur sur la piste d'un angle θ , modifiant in fine la valeur ohmique mesurée $R_{(\theta)}$.

Le rhéostat est composé de plusieurs éléments constituant le système tribologique (Fig. 2.2 & Fig. 2.3) :

- Une piste métallique en alliage résistif NiCr d'une épaisseur de $5 \mu\text{m}$ et d'une géométrie en serpentín, collée sur un substrat en polyimide. Sa géométrie a été calculée pour obtenir une valeur de résistance totale de la piste R_T de $10 \text{ k}\Omega$. Le serpentín

permet d'augmenter la longueur totale du NiCr, et donc sa R_T . Cela permet une meilleure résolution angulaire du capteur. La longueur nécessaire au serpentín a été calculée lors de la phase de conception en se basant sur la loi électrique générale suivante (2.1) :

$$R_T = \rho \frac{L}{S} \quad (2.1)$$

Avec R_T la résistance totale, ρ la résistivité, L la longueur (celle de la piste en serpentín) et $S = e.l$ la section conductrice (avec e l'épaisseur du NiCr et l la largeur d'un serpentín).

Cette formule est adaptée à la géométrie en serpentín des pistes NiCr (2.2), selon le calcul détaillé en Annexe II :

$$R_T = N \frac{\rho}{e} \left(\frac{L}{l} + \frac{\pi}{\ln\left(\frac{R_{ext}}{R_{int}}\right)} \right) \quad (2.2)$$

La formule s'écrit sous forme de somme entre la partie non courbe et la partie courbe des serpentíns, car il existe une variation de R dans les virages entre R_{int} (intérieur) et R_{ext} (extérieur) (L diffère à la corde, ce qui impacte les R_T) ;

- Un curseur métallique à 4 brins en alliage AgPdCu, se déplaçant transversalement par rapport au serpentín ; le contact consiste donc en une succession de « plateaux-vallées » induits par la piste et placés transversalement au sens de frottement. Le bout des brins est recourbé et le contact se fait sur la partie arrondie des brins, au niveau des coudes. La géométrie du curseur (épaisseur et rayon de courbure) fait que ses coudes ne descendent pas dans les « vallées » : ils sont en contact soit sur le dessus d'un plateau, soit avec les bords de deux d'entre eux ;
- Pour réduire le coefficient de frottement et protéger le contact contre l'usure, un lubrifiant à base d'huile silicone chlorée épaissie avec des particules de polytétrafluoroéthylène (PTFE) est utilisé. Son rôle est d'améliorer la qualité et la longévité du contact électrique, en limitant l'usure des surfaces.

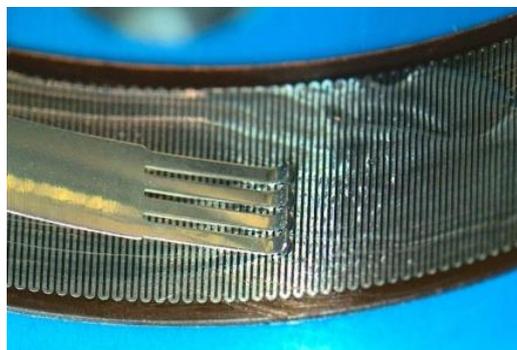


Fig. 2.2 : Photographie du contact piste NiCr – curseur AgPdCu, dans le rhéostat. La graisse translucide est visible autour du contact.

Le courant continu appliqué au rhéostat est de 1 mA (la densité de courant électrique est estimée à 4,4 mA/mm² après une période de rodage), et la valeur électrique collectée entre l'alimentation et le curseur AgPdCu est une tension électrique. La tension de sortie est impactée par la valeur de la résistance de contact R_c comme suit (2.3):

$$V_s = (R_{(\theta)} + R_c)I \quad (2.3)$$

R_c doit donc être négligeable ($\gg 1k\Omega$) et stable en température ; elle a été évaluée à environ 1 Ω en conditions de fonctionnement.

La pression de contact du curseur sur la piste est estimée à 5 MPa. Ces valeurs sont approximatives car la surface de contact augmente dès les premiers mouvements de glissement du fait des méplats qui se forment lors de la phase de rodage.

2.2.1.2 Matériaux dans le rhéostat

2.2.1.2.1 Piste NiCr

La piste NiCr est un matériau multicouche, composée d'un substrat sur lequel est collée la feuille en alliage de NiCr (Fig. 2.3).

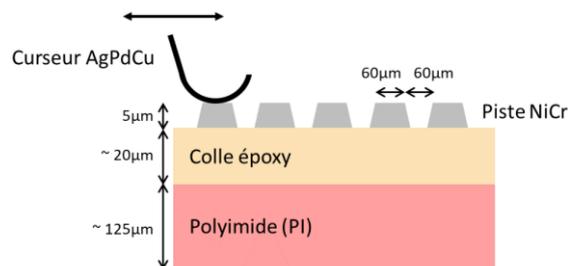


Fig. 2.3 : Schéma de l'empilement de la piste ; 5 μm de serpentin NiCr collé avec de la colle époxy sur le substrat polyimide.

Le substrat est un polyimide (PI) d'une épaisseur de 125 μm , obtenu par la polymérisation entre un dianhydride et une diamine aromatique. Ce matériau est très souvent utilisé dans des applications électriques, pour les différents avantages que représentent ses propriétés physiques, mécaniques, électriques et thermiques. En effet, il a l'avantage d'être souple, isolant électrique, résistant aux sollicitations mécaniques comme les vibrations, mais il est surtout reconnu comme conservant ses propriétés en température (entre -269°C et +400°C). C'est essentiellement cette haute stabilité qui a orienté le choix de ce substrat pour les différentes applications dans les capteurs de position.

La colle utilisée pour solidariser le substrat et la feuille métallique est une colle époxy, sous forme liquide. Celle-ci est déposée à la goutte sur le PI fixé sur un disque tournant, ce qui permet sa répartition globalement homogène en épaisseur fine (d'environ 1 μm) sur la surface à coller. Un autre moyen de collage est l'utilisation d'un film « sec » de colle époxy, dont l'épaisseur est estimée à 20 μm . Après dépôt de la feuille métallique, la colle est polymérisée au four à 180°C et sous 114 bar.

La feuille de métal collée au PI est un alliage de NiCr dont la composition globale est détaillée dans le tableau Tab. 2.1. Le NiCr a été choisi pour ses propriétés électriques, notamment pour la grande stabilité de sa résistivité en fonction de la température (coefficient thermo-résistif faible).

Une fois la feuille de NiCr collée sur le PI, la géométrie de surface est obtenue grâce à un traitement de gravure chimique : la surface du NiCr est d'abord protégée par un procédé de cuivrage électrolytique (en passant par une étape de création d'une couche de « Nickel de Wood » pour favoriser l'adhérence du cuivre), puis la gravure chimique est appliquée selon une géométrie précise par l'attaque de l'ensemble Cu + NiCr avec une solution d'acide chlorhydrique. Le décuivrage est ensuite permis par un bain de solution d'acide sulfurique. À cette étape, le NiCr ne se présente plus sous la forme de feuille pleine, mais sous la forme de serpents de 62 μm de largeur (espacées de 62 μm d'espace vide). Les dimensions de la piste sont telles que le V_c calculé à partir de l'étude de Tian et al. [132] présentée dans le chapitre 1 est de 0,5 (V_1 et V_2 sont équivalents, et a, b et c sont approximativement égaux). Cette valeur, bien au-delà de celle déterminée par Tian et al., tend à montrer que la géométrie des pistes en serpent est favorable à une bonne lubrification (avec une quantité largement suffisante de lubrifiant disponible dans le contact) ; le coefficient de frottement ne dépendra plus du volume des vallées.

Une dernière étape de « polissage » mécanique (papier abrasif au carbure de silicium 5 μm) est appliquée aux pistes NiCr avec une force de 9,8 N afin d'éliminer les pollutions diverses et obtenir une rugosité optimale au bon fonctionnement des capteurs de position (Fig. 2.4). Elle permet également de réajuster la valeur de R_T de la piste, qui est de $10 \text{ k}\Omega \pm 100 \Omega$: en effet, plus la surface des pistes est polie (donc l'épaisseur du NiCr diminue), plus la valeur de R_T va augmenter, selon la relation de la résistivité (2.1) détaillée en paragraphe §2.2.1.1.

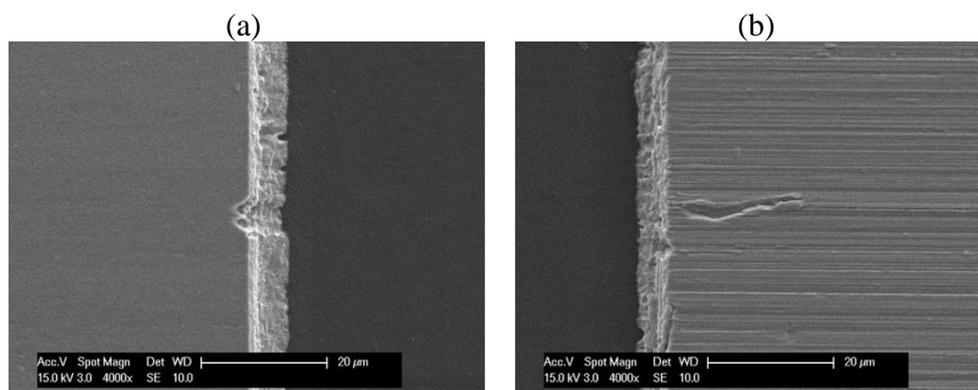


Fig. 2.4 : Images MEB-SE de l'impact de la dernière étape de fabrication (polissage mécanique) sur les pistes NiCr ; (a) Avant polissage, la surface est lisse ; (b) Après polissage, la surface est beaucoup plus rugueuse. Des traces d'« accidents » peuvent survenir au cours de la fabrication (les pistes concernées sont alors écartées du process sans être intégrées dans un capteur).

2.2.1.2.2 L'alliage de NiCr

L'alliage binaire NiCr existe à l'équilibre sous forme monophasée lorsque la quantité de Ni est supérieure à 70%. D'après le diagramme de phase (Fig. 2.5), il est constitué d'une solution solide γ riche en Ni, dont la structure cristalline est cubique faces centrées. Dans ce type de structure, les atomes de Cr viennent en substitution aux atomes de Ni. [159]

La composition de l'alliage est un paramètre important qui peut influencer la taille des grains, et finalement le comportement électrique du matériau. En effet, plus l'alliage contient de Ni, plus la taille des grains est importante, et donc moins il y a de joints de grains : la résistivité d'un matériau étant la somme des résistivités du matériau massique, de sa surface et des imperfections (impuretés et joints de grains), la diminution de joints de grains (et donc la diminution de la dispersion d'électrons aux joints de grains) a pour impact la diminution de la résistivité globale de l'échantillon. [159]

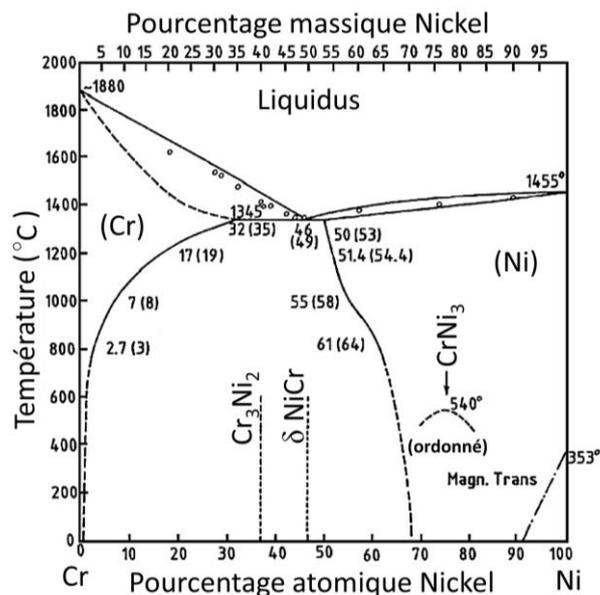


Fig. 2.5 : Diagramme de phase de l'alliage NiCr, d'après Vinayak et al. [159].

L'alliage utilisé dans les capteurs de type rhéostat est composé en majorité de Ni (73%_m) et de Cr (20%_m) (Tab. 2.1). Il est donc supposé être à l'état d'équilibre monophasé, composé de la solution solide γ riche en Ni.

| Éléments | Ni | Cr | Al | Cu | Si | Mn |
|----------------|------|------|-----|-----|-----|-----|
| % _m | 73,0 | 19,9 | 2,8 | 2,0 | 1,1 | 0,1 |

Tab. 2.1 : Composition de l'alliage NiCr utilisé dans les capteurs de type rhéostat (piste). Seuls les éléments dont le %massique est supérieur à 0,1%massique ont été renseignés. (Données fournisseur).

La composition majoritaire en Ni induit des tailles de grains plus importantes. Néanmoins, l'alliage de NiCr utilisé dans les rhéostats est sous forme de feuille de $5 \pm 0,5 \mu\text{m}$ d'épaisseur ; celle-ci est obtenue à partir d'un lingot de la même composition, qui est laminée

progressivement à froid jusqu'à obtenir l'épaisseur de 5 μm . Cela induit donc une forte diminution de la taille de grains du fait d'une déformation plastique sévère. Bien que toutes les étapes d'obtention des feuilles ne soient pas connues, d'après les fiches techniques du fournisseur, la dernière étape est un laminage à froid suivi d'un recuit (ou une étape de traitement thermique), modifiant les propriétés mécaniques finales du matériau, détaillées dans le tableau Tab. 2.2.

| État du NiCr | Contrainte à la rupture | Limite d'élasticité | % d'élongation | Dureté |
|-----------------------------|-------------------------|---------------------|----------------|--------|
| Recuit | 830 MPa | 480 MPa | 30 | 250 Hv |
| Laminage à froid | 1380 MPa | 1340 MPa | 1 | 430 Hv |
| Traitement thermique | 1650 MPa | 1620 MPa | 1 | 500 Hv |

Tab. 2.2 : Tableau comparatif des propriétés mécaniques du NiCr (dans l'état "Laminage à froid", suivi d'un recuit, d'après le fournisseur).

La structure et les phases d'un matériau dépendent des étapes subies par l'échantillon, dont notamment sa solidification. Si la fabrication des feuilles de NiCr inclut une étape de recuit prolongé, il est possible de retrouver les phases d'équilibre du NiCr du diagramme de phase (Fig. 2.5). Par la suite, ces phases sont conservées et constituent la structure finale des pistes. Les microstructures du NiCr peuvent jouer un rôle important dans les phénomènes tribologiques du système. Elles peuvent par exemple inclure des secondes phases dures, dans une matrice moins dure, qui pourraient provoquer des abrasions de surface, par génération de particules d'usure dures ou encore par contact direct avec la surface antagoniste. Il est donc important de déterminer les microstructures des surfaces, plus particulièrement dans le cas du NiCr. Des observations ont donc été réalisées selon les protocoles et techniques d'analyse expliqués dans la suite du chapitre (§2.3.2.4.3) : l'observation se fait au microscope (§2.3.2.2.3), par la surface après un polissage électrolytique, ou par la tranche après un polissage ionique.

D'après les différentes analyses, le NiCr présente des grains très allongés, structure typique des matériaux laminés, de largeur de 10 à 12 μm , et d'une longueur d'environ 200 μm et une épaisseur d'environ 0,5 μm (Fig. 2.6(a) et Fig. 2.8). Si ces grains sont équiaxes à la recristallisation, le facteur d'allongement est ainsi de 15 à 20 depuis le dernier recuit, d'après la conservation du volume. Les grains ont subi une grande déformation, ce qui résulte également en une hétérogénéité d'orientation dans chaque grain (Fig. 2.6(b) & Fig. 2.7). Ces différences au sein des mêmes grains sont attribuées à des bandes de cisaillement. Sur les analyses EBSD de la figure Fig. 2.7, il est possible de voir que dans la direction normale au plan (selon z), les grains ont majoritairement l'orientation [101], mais les défauts dans les grains ont plutôt l'orientation [111] ; en revanche, lorsque l'observation est faite selon la direction de laminage (c'est-à-dire selon x), les orientations sont mixtes [001] et [111].

Dans les deux configurations, les analyses chimiques montrent que les différences de contraste observables sur les figures Fig. 2.6(a) & Fig. 2.8(b), ne sont pas à attribuer à un contraste chimique : en effet, la composition chimique sur l'ensemble des surfaces est équivalente (proche de l'alliage NiCr 80:20). La couche de NiCr est donc considérée comme

homogène chimiquement, et le contraste de couleurs visible sur la figure Fig. 2.8(b) est attribué aux différentes orientations cristallographiques. Aucune seconde phase n'est observée dans ce matériau, ni en imageries MEB, ni en EBSD. En effet, 90% des points indexés en EBSD dans la figure Fig. 2.7 correspondent à la maille cristallographique du Ni, ce qui semble confirmer que la surface est composée de la solution solide γ de Ni de structure CFC. En revanche, des pores à la surface sont observés, provenant vraisemblablement des préparations d'échantillons lors des polissages électrolytiques et ioniques.

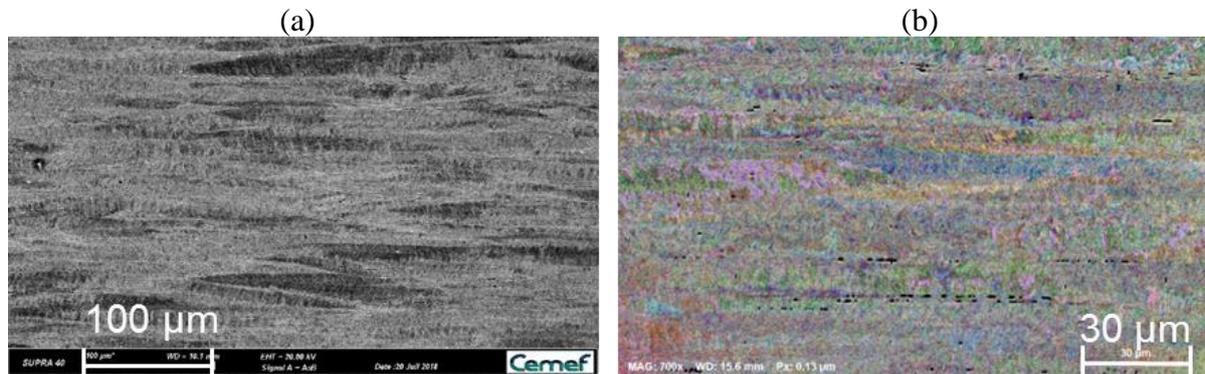


Fig. 2.6 : Images MEB de la surface du NiCr, préparée par polissage électrolytique et OPS mettant en évidence des grains allongés et non homogènes ; (a) Image BSE ; (b) Image FSD.

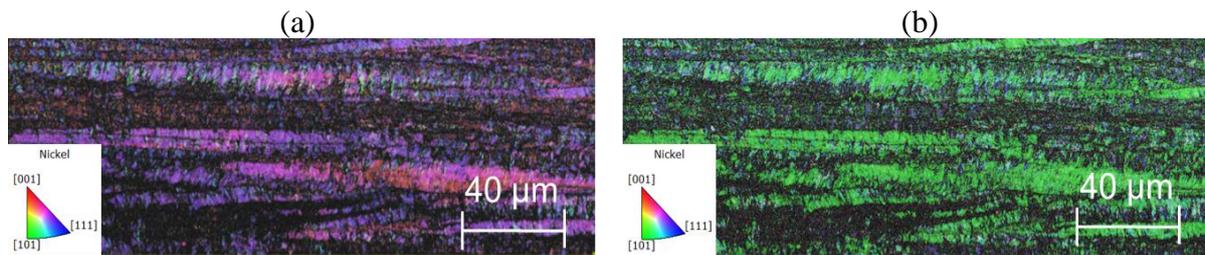


Fig. 2.7 : Analyse EBSD de la surface du NiCr, préparée par polissage électrolytique et OPS mettant en évidence des grains allongés et non homogènes. Plus de 90% des points indexés en EBSD correspondent à la maille cristallographique du Ni ; (a) Selon la direction de laminage x ; (b) Selon la direction normale au laminage y .

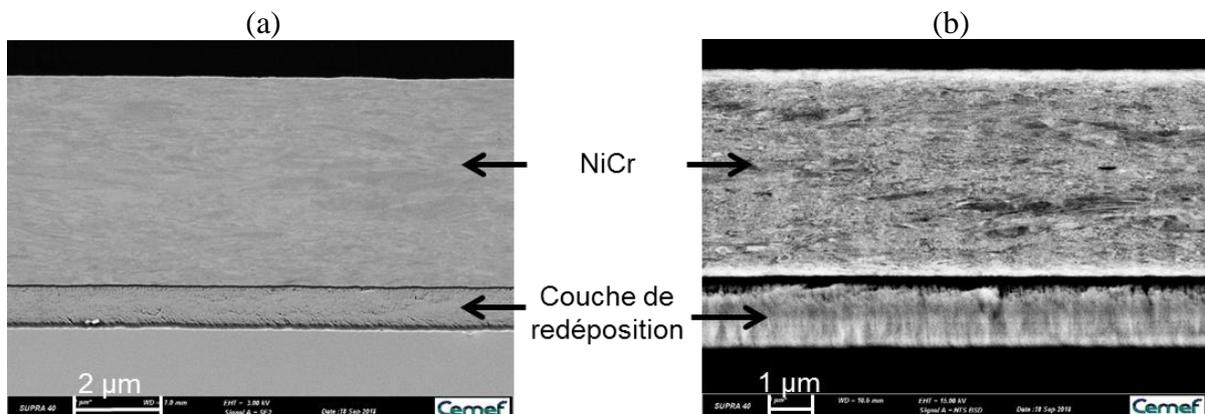


Fig. 2.8 : Images MEB du NiCr de la piste, observé par la tranche, après un polissage ionique transverse. Les conditions de manipulation du polissage ionique et la criticité de l'échantillon (attaque ionique du côté du substrat PI) a mené à une re-déposition de matière à la surface du NiCr. Cette couche est chimiquement similaire à la surface NiCr et mesure environ 1 μm d'épaisseur ; (a) Image SE ; (b) Image BSE.

2.2.1.2.3 Curseur AgPdCu

Le curseur dans les capteurs de position est en alliage AgPdCu dont la composition globale est détaillée dans le tableau Tab. 2.3. L'alliage AgPdCu a été choisi pour sa capacité à conduire correctement le courant, mais surtout pour s'affranchir de problèmes d'interactions chimiques comme les phénomènes de corrosion (l'AgPdCu est un alliage considéré comme noble). Aucune étape de fabrication liée au curseur n'est connue, mis à part la dernière qui est un durcissement par vieillissement (« age hardening »), a priori assimilable à un traitement thermique. Les propriétés mécaniques issues de ce type de traitement pour les alliages AgPdCu sont présentées dans le tableau Tab. 2.4.

| Éléments | Pd | Ag | Cu | Pt | Ni |
|----------|----|----|----|----|----|
| %m | 44 | 38 | 16 | 1 | 1 |

Tab. 2.3 : Composition de l'alliage AgPdCu utilisé dans les capteurs de position (curseur) (Données fournisseur).

| État de l'AgPdCu | Contrainte à la rupture | Limite d'élasticité | % d'élongation | Dureté |
|--------------------------|-------------------------|---------------------|----------------|------------|
| Recuit | 760 MPa | 380 MPa | 15 | 150 Hv |
| Traitement thermique | 1200 MPa | 760 MPa | 6 | 290-370 Hv |
| Durci par vieillissement | 1170MPa | 760 MPa | 2 | 270 Hv |

Tab. 2.4 : Tableau comparatif des propriétés mécaniques de l'AgPdCu après différents traitements (données fournisseur).

Les curseurs ont 4 brins de 380 μm de largeur qui sont espacés de 150 μm . Ils sont en contact avec la piste par la partie incurvée des coudes de leurs brins. Ainsi, le contact théorique est linéaire (4 x 380 μm). Mais après une période de rodage, la surface de contact s'élargit pour atteindre une géométrie rectangulaire : dans les cas classiques, c'est-à-dire lorsque le capteur ne présente aucune perturbation électrique et reste fonctionnel, la largeur du contact peut dépasser 150 μm de largeur ($A_c = 4 \times 380 \times 150 = 228\,000 \mu\text{m}^2$) (Fig. 2.9). Cette usure est d'ailleurs plutôt positive : la surface de contact est augmentée, ce qui favorise une baisse de pression de contact et une bonne conduction. L'usure n'évolue jamais jusqu'à la destruction du curseur, qui est bien plus épais que la piste de 5 μm .

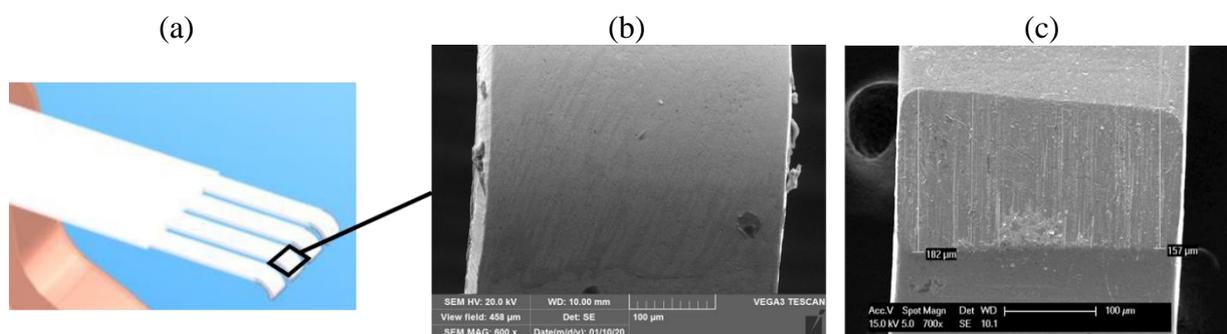


Fig. 2.9 : Zone de frottement des curseurs du système NiCr – AgPdCu ; (a) Schéma du curseur et de la zone de frottement observée ; (b) Image MEB-SE du curseur neuf ; (c) Image MEB-SE du curseur après une période de rodage.

2.2.1.2.4 Graisse utilisée dans le rhéostat

Le lubrifiant utilisé dans les rhéostats est une graisse composée :

- D'une huile de base chlorophénylméthyl-silicone, formant des poly-(chloro-méthylphénylsiloxane) ;
- D'un épaississant PTFE sous forme de particules sphériques micrométriques (voire submicrométriques).

Le tableau Tab. 2.5 présente la composition chimique de la graisse utilisée dans le rhéostat, d'après les analyses EDX et XPS réalisées sur de la graisse neuve (les principes des techniques sont expliqués dans le paragraphe §2.3.2.3). Les compositions obtenues avec les deux techniques sont légèrement différentes : avec la technique XPS, seule l'extrême surface de la graisse est analysée : les particules de PTFE présentes plutôt en profondeur (avec une petite tendance à sédimenter) ne sont donc pas détectées de la même manière qu'avec la technique EDX, qui sonde plus en profondeur dans les échantillons. Dans les deux techniques, les proportions Si:Cl observées ne sont pas en accord avec le monomère de l'huile de base (présenté en chapitre 1). En effet, contrairement à la proportion Si:Cl de 1:1 attendue, la concentration en Si est au moins 5 fois supérieure à celle du Cl. Le polymère n'est donc pas composé uniquement de monomères contenant un atome de Cl sur le groupement phényle. De plus, la proportion Si:C permet de démontrer que le groupement phényle est également rare ; si tous les monomères contenaient des groupements phényles, la quantité de C détectée en EDX et en XPS serait 7 fois supérieure à celle de Si. Or la composition donnée par l'XPS se rapproche plus du poly-(diméthylsiloxane). Ainsi, ces observations mènent à la conclusion que c'est l'ensemble du groupement phénylchloré qui n'est pas systématique dans les monomères de la graisse ; pour un monomère phénylchloré, le polymère contient 5 à 7 monomères non phénylchlorés.

| Éléments | Résultats EDX | Résultats XPS | |
|-----------|---------------|------------------------|------|
| | %at | Position des pics (eV) | %at |
| C | 33,1 | 284 | 49,3 |
| Cl | 6,9 | 200,5 | 3,1 |
| F | 6,9 | 686 | 0,1 |
| O | 18,8 | 531,6 | 23,6 |
| Si | 33,1 | 101,5 | 23,9 |

Tab. 2.5 : Composition de la graisse à base d'huile silicone chlorée épaissie au PTFE, utilisée dans les rhéostats, analysée avec la technique EDX et la technique XPS (expliquées dans le paragraphe §2.3.2.3).

La composition exacte du lubrifiant n'est pas connue, mais la présence d'au moins un dispersant ou d'un traitement de surface des particules de PTFE est suspectée, ce dernier étant connu pour sédimenter et donc ainsi perdre en efficacité. Il n'est cependant pas possible de le préciser à ce stade de l'étude, car les différentes analyses ne trouvent aucun élément marqueur (comme le N pour un succinimide ou le S pour un sulfonate, etc.).

Cette graisse a été choisie pour ses propriétés physico-chimiques en fonction des gammes de température d'utilisation conseillées : elle est connue pour être inerte chimiquement, très stable dans le temps, de faible volatilité et de forte résistance au claquage, ce qui est nécessaire aux applications électriques. De plus, elle présente une viscosité relativement stable en température, qui sont satisfaisantes autant en basse qu'en haute température (gamme d'utilisation entre -70°C et 200°C). L'indice de viscosité donné par le fournisseur est de 373 (déterminé selon la norme ASTM-D2270), ce qui illustre la stabilité de la viscosité en fonction de la température. En revanche, les huiles silicones sont sensibles à la gélification (réticulation lente) lors d'un séjour prolongé à des températures de l'ordre de 100°C .

2.2.2 Configuration du potentiomètre

2.2.2.1 Schéma électrique du potentiomètre

Un potentiomètre est un capteur de position assimilable à une résistance variable montée en dérivation, qui fonctionne en diviseur de tension en fonction de la position du curseur sur la piste (Fig. 2.10(a)). Le potentiomètre étudié dans la thèse est utilisé pour acheminer les commandes issues des manches. Un mouvement du manche correspond à un mouvement de glissement du curseur sur la piste, modifiant l'angle θ , puis la valeur de tension mesurée entre le point de référence de la piste (appelé « point milieu ») et le curseur, qui impacte finalement la valeur ohmique associée (Fig. 2.10(b)). Le point milieu est une borne placée à la valeur $V_e/2$, correspondant au $R_T/2$ de la piste. Au repos, c'est-à-dire lorsque le manche n'est pas actionné, le curseur est placé au niveau de ce point milieu.

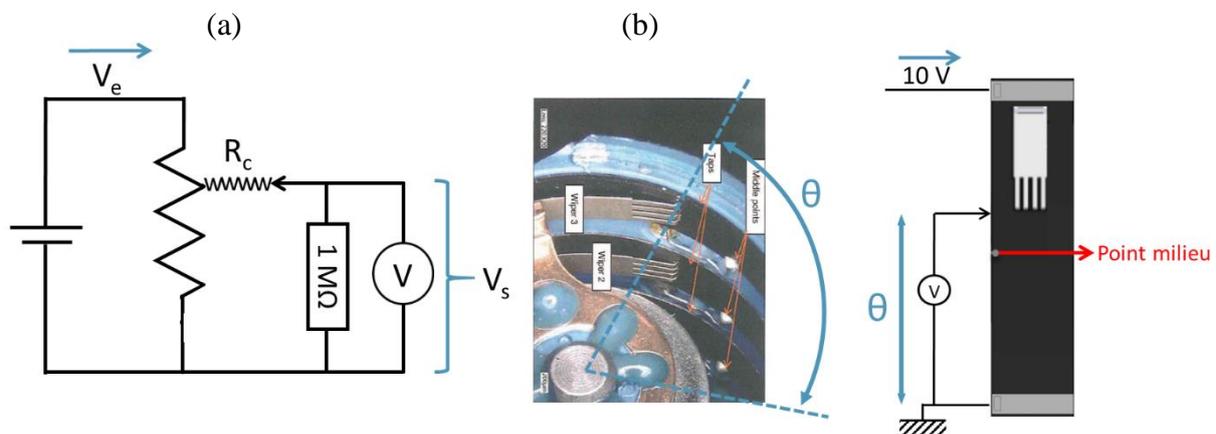


Fig. 2.10 : (a) Schéma électrique d'un potentiomètre avec V_e la tension d'entrée de circuit, V_s la tension en sortie de circuit, et R_c la résistance de contact. Une résistance de $1\text{ M}\Omega$ est ajoutée pour respecter $R_c \times I = 0$; (b) Fonctionnement du potentiomètre, avec le glissement du curseur sur la piste d'un angle θ , modifiant in fine la valeur ohmique mesurée $R_{(\theta)}$.

Le potentiomètre est composé de plusieurs éléments constituant le système tribologique (Fig. 2.11 & Fig. 2.12) :

- Une piste en polymère de type résine thermodurcissable, chargée en carbone d'une épaisseur de 12 à 15 μm , et directement appliquée sur un substrat PI. Le polymère utilisé sur la piste est chargé d'une quantité de carbone contrôlée (environ 30%), afin d'obtenir une valeur de R_T de la piste de 10 $\text{k}\Omega$. La piste obtenue a une géométrie plane (Fig. 2.11) ;
- Un curseur métallique à 4 brins en alliage AgPdCu, identique à celui utilisé dans le cas du rhéostat, mais se déplaçant sur l'extrémité de chaque brin (Fig. 2.11) ;
- Pour protéger le contact contre l'usure, le lubrifiant à base silicone chlorée épaissie PTFE est utilisé (identique à celui utilisé dans les rhéostats).

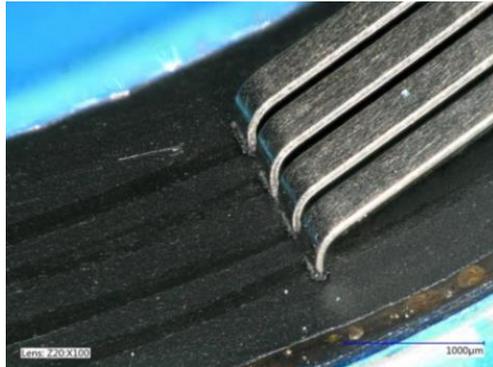


Fig. 2.11 : Photographie du contact curseur AgPdCu – piste polymère chargée carbone, dans le potentiomètre. La graisse dans ce contact est présente en faible quantité, ce qui la rend difficilement observable sur cette photographie.

La tension appliquée est de 10 V, et la valeur électrique collectée par le curseur est une intensité. La résistance de contact R_c a été mesurée à environ 100 Ω en conditions de fonctionnement. La pression de contact piste – curseur appliquée est d'environ 5 MPa.

2.2.2.2 Matériaux dans le potentiomètre

2.2.2.2.1 Piste polymère chargée carbone

La piste polymère est un matériau bicouche, composée d'un substrat sur lequel est « peint » le mélange de polymère + carbone (Fig. 2.12).

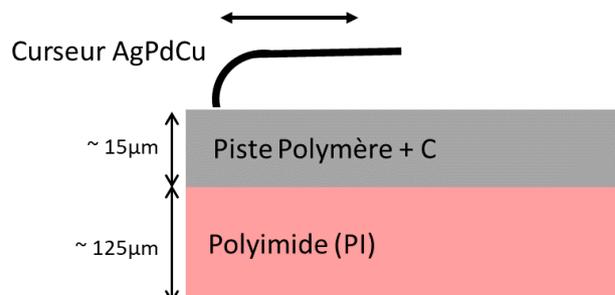


Fig. 2.12 : Schéma de l'empilement de la piste polymère ; environ 15 μm de polymère chargé carbone est déposé sur le substrat polyimide.

Comme pour le rhéostat, le substrat de la piste dans le potentiomètre est un film PI ; il est d'ailleurs choisi pour les mêmes raisons. Dans le cas du potentiomètre, il n'est cependant plus utilisé avec la colle époxy, déposée entre le substrat et la piste.

La piste polymère est fabriquée à partir d'un mélange chimique appelé « peinture », d'une certaine viscosité, qui est déposé et séché directement sur le substrat PI. La peinture est obtenue en mélangeant les monomères avec les charges carbonées (graphite et noir de carbone) dans différents solvants. L'ensemble est ensuite cuit selon un protocole visant à permettre l'évaporation des solvants, puis la polymérisation radicalaire (par l'ajout d'un initiateur au mélange). Une dernière étape de recuisson peut être appliquée pour stabiliser définitivement le mélange.

Il est possible de réaliser plusieurs types de peinture avec différentes résistivités, en modifiant la composition du mélange : les propriétés électriques du polymère dépendent de sa quantité des charges carbonées. Il est donc possible de maîtriser la résistivité, en ajoutant du graphite (qui est très conducteur et qui peut également servir de solide lubrifiant) et du noir de carbone (moins conducteur), en quantité contrôlée et modifiable. Dans cette étude et dans le cas particulier du capteur de position étudié, la peinture utilisée est fabriquée pour obtenir des pistes d'une valeur de R_T de $10 \pm 1 \text{ k}\Omega$.

2.2.2.2.2 Le polymère chargé carbone

Les charges carbonées contenues dans la piste polymère sont introduites afin de garantir sa conduction électrique par percolation de proche en proche. Des zones de film polymère neuf ont été analysées (grâce au Résiscope[®], présenté en paragraphe §2.3.2.1.2) et sont présentées dans la figure Fig. 2.13.

La matrice en résine thermodurcissable est observable avec une forte valeur ohmique supérieure ou égale à $10^{12} \Omega$ (en couleur rose ; $10^{12} \Omega$ étant la valeur limite de l'appareil de mesure) dans laquelle des particules sont piégées. Celles-ci ont une plus faible valeur ohmique d'environ $10^4 \Omega$ à $10^6 \Omega$ (en couleurs rouge à jaune), correspondant aux charges carbonées. Les particules de carbone sont de taille nanométrique (300 à 500 nm) et ne sont de ce fait visibles qu'aux plus fortes résolutions. Leur répartition est relativement homogène sur toute la zone analysée (Fig. 2.13(b)). En comparant avec les images topographiques, il est possible d'observer qu'une partie des particules de carbone sont en surface ou très proches, et sont responsables de la rugosité fine des films polymères.

En prenant en compte les conditions d'analyse (512×512 points sur une surface, donc 262 144 points) et les pourcentages donnés dans l'histogramme (Fig. 2.14) pour la surface d'analyses $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$, il est possible de calculer R_{eq} à partir de la formule donnée dans le paragraphe §2.3.2.1.2. La valeur ainsi obtenue est de $R_{\text{eq}} = 0,5 \Omega$. Cette valeur nous confirme que le film est conducteur et que les particules de carbone permettent le passage du courant.

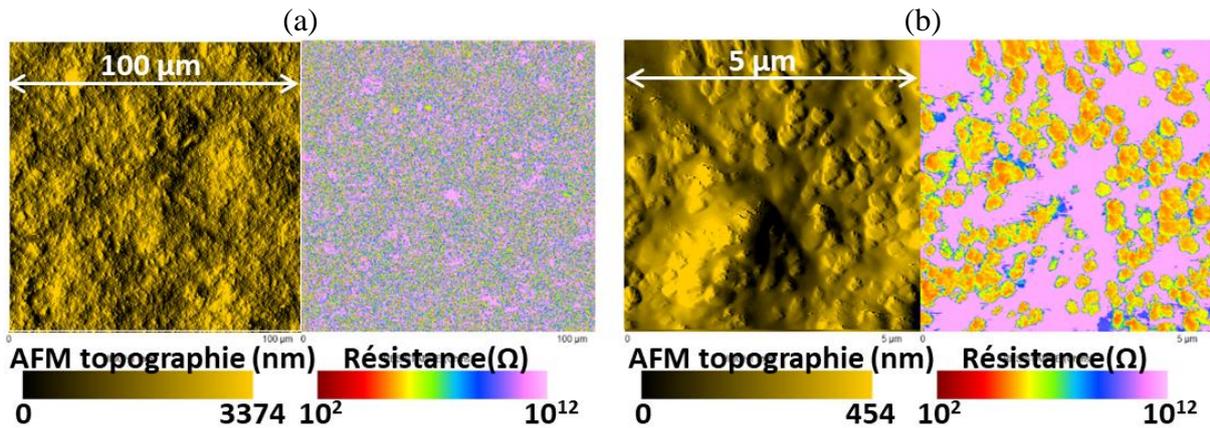


Fig. 2.13 : Images AFM-Résiscope® (topographie et valeurs de résistances) de pistes neuves en polymère chargé carbone ; (a) Couple d'images d'une zone de 100 μm × 100 μm ; (b) Couple d'images d'une zone de 5 μm × 5 μm (grossissement de (a)).

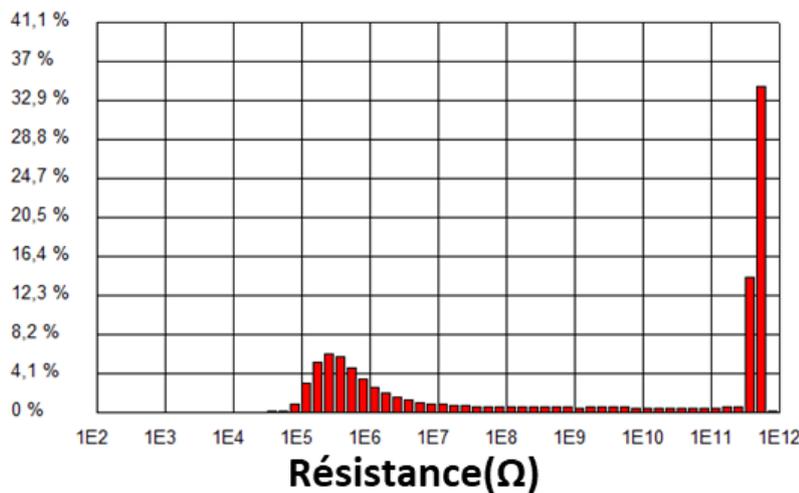


Fig. 2.14 : Histogramme des résistances mesurées sur la zone 5 μm × 5 μm associée à la figure Fig. 2.13(b). Les valeurs sont présentées en % de résistances comprises entre 10² et 10¹² Ω.

2.2.2.2.3 Curseur AgPdCu

Le curseur AgPdCu dans les potentiomètres est identique à celui du rhéostat. Dans le cas des potentiomètres, les curseurs sont cependant utilisés afin de créer le contact avec la piste par l'extrémité des brins. Celle-ci est ébavurée mécaniquement pour lui donner une forme arrondie. Ainsi, la surface de contact est théoriquement quasi-linéaire (4 × 380 μm). Mais après une phase de rodage, la surface de contact augmente et tend vers une géométrie rectangulaire : dans les cas classiques, c'est-à-dire lorsque le capteur reste fonctionnel sans aucun défaut électrique, la partie arrondie des extrémités des brins est supprimée, résultant en une largeur de contact de 50 μm ($A_c = 4 \times 380 \times 50 = 76\,000 \mu\text{m}^2$) (Fig. 2.15).

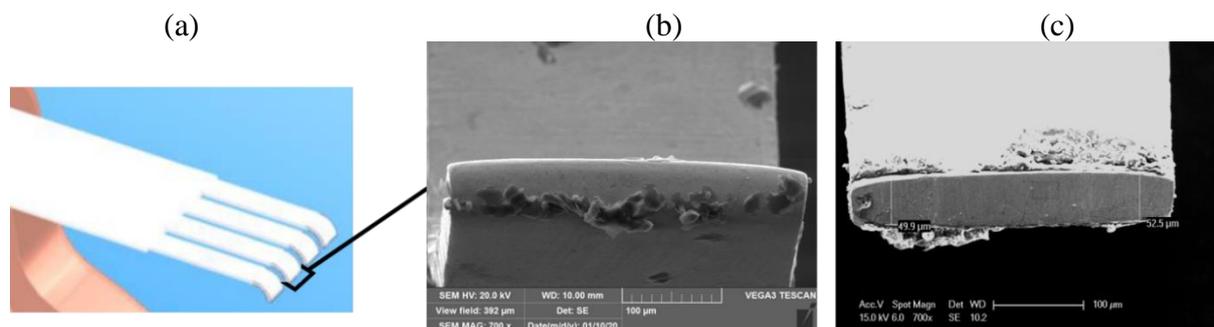


Fig. 2.15 : Zone de frottement des curseurs du système piste polymère – curseur AgPdCu ; (a) Schéma du curseur et de la zone de frottement observée ; (b) Image MEB-SE du curseur neuf ; (c) Image MEB-SE du curseur après une période de rodage.

2.2.2.2.4 Graisse utilisée dans le potentiomètre

Les capteurs de type potentiomètre sont lubrifiés avec la même graisse que dans le rhéostat, à base d’huile silicone chlorée + PTFE. Celle-ci est sélectionnée pour les mêmes raisons que dans le cas du rhéostat, l’application et l’environnement dans lequel évoluent les capteurs restant inchangés.

2.2.3 Autres lubrifiants utilisés durant les travaux de thèse

Dans le cadre de cette thèse, d’autres lubrifiants que la graisse silicone chlorée épaissie au PTFE ont été testés. Ils sont tous issus de formulations commerciales : leurs compositions n’ont pas été choisies dans cette thèse, ce qui implique que l’association d’une huile de base avec un épaississant est réalisée par les fournisseurs. Ils interviennent dans les différentes analyses rapportées dans les chapitres 3 et 4. Il convient donc de les décrire.

2.2.3.1 Description de tous les lubrifiants

Le tableau Tab. 2.6 présente uniquement les compositions en huile de base et épaississants des lubrifiants ; les éventuels additifs qu’ils contiennent ne sont pas connus et ne sont donc pas précisés dans les données.

| Nom | Huile de base | Épaississant |
|----------------------|------------------|---|
| A-1 (Huile de base) | Silicone chlorée | / |
| A-2 | Silicone chlorée | PTFE |
| A-3 (= A-2 « soft ») | Silicone chlorée | PTFE (quantité inférieure à celle de A-2) |
| B | PAO | Savon complexe de lithium |
| C-1 | PFPE | PTFE |
| C-2 | PFPE | PTFE |
| C-3 | PFPE | PTFE |

Tab. 2.6 : Noms attribués dans cette étude aux différents lubrifiants étudiés, avec leurs compositions en huile de base et épaississant.

Pour rappel, la graisse communément utilisée dans les deux capteurs étudiés dans ces travaux est la graisse nommée « A-2 ». L'huile nommée « A-1 » est l'huile de base silicone chlorée contenue dans les graisses A-2 et A-3. La graisse notée « A-3 » est une version dite « soft » de la graisse A-2. Cette dernière présente une composition très similaire à la version normale, mais est qualifiée de « soft » en raison de sa concentration supposée plus faible en particules PTFE. Cependant, au regard des fiches techniques fournies par le fournisseur, les viscosités des deux versions sont similaires ; l'indice de viscosité reste également inchangé, à 373. Ces données sont liées à l'huile de base commune aux deux graisses A-2 et A-3, les propriétés rhéologiques des graisses pouvant difficilement être illustrées par de simples valeurs de viscosité.

Les graisses « C-x », quant à elles, ont de compositions similaires entre elles (en huile de base et en épaississant) et de propriétés équivalentes, mais proviennent de trois fournisseurs différents ; les chaînes de monomères (ramifiées ou non) et la concentration en éventuels additifs peuvent donc différer.

2.2.3.2 Vieillessement des lubrifiants

Afin de garantir certaines propriétés, dont notamment la stabilité en température, la tenue pendant une longue durée de vie (DDV), et la compatibilité avec les surfaces en contact dans les potentiomètres, les lubrifiants ont préalablement été sélectionnés en fonction de leurs compatibilités avec l'application des capteurs, d'après leurs fiches techniques. Les lubrifiants précédemment présentés sont connus pour être stables pour l'application, mais il est important de s'assurer de leur stabilité dans le temps. Ils ont donc subi un test de vieillissement, représentatif de l'environnement global subi par les capteurs durant leur service (§ 2.3.1.3.2).

Les résultats des différentes caractérisations témoignent d'une stabilité des lubrifiants testés (Annexe III) : toutes les propriétés semblent rester inchangées lors de la comparaison entre l'avant et l'après test de vieillissement. Pour toutes les graisses, il n'y a ni écart significatif des masses, ni changement des viscosités. De plus, les analyses chimiques, dont la fiabilité est illustrée par leur bonne répétabilité, montrent les mêmes pics, aux mêmes positions.

Néanmoins, les valeurs de viscosité n'ont pas pu être précisément établies, du fait des effets de glissement entre le cône et le plateau lors des tests (effets d'autant plus marqués que les échantillons sont des lubrifiants) (§2.3.2.4.5). Ces phénomènes de glissement sont observables grâce aux pentes proches de -1 (en log-log) obtenues pour des taux de cisaillement appliqués $\dot{\gamma}$ élevés (Fig. 2.16). Mais il est possible de conclure que les comportements des viscosités des lubrifiants avant et après tests de vieillissement sont similaires.

Malgré ces différentes caractérisations, il est important de garder en mémoire que des effets électriques, ou encore catalytiques peuvent provoquer des modifications de propriétés des lubrifiants.

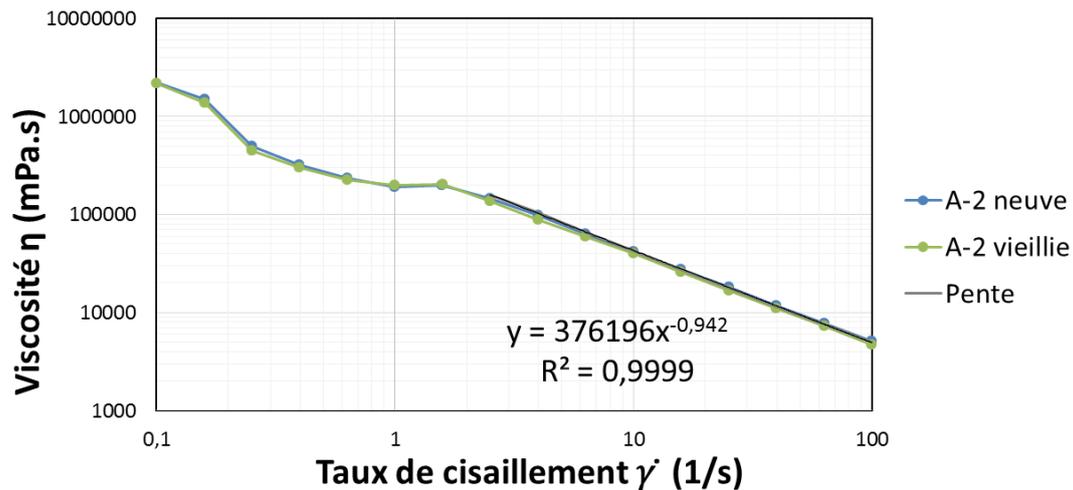


Fig. 2.16 : Exemple de courbe de viscosité en fonction du cisaillement appliqué $\dot{\gamma}$, pour la graisse silicone chlorée + PTFE (A-2), la pente étant ici égale à -0,942.

2.3 Démarche expérimentale

2.3.1 Moyens expérimentaux spécifiques

Le domaine de l'aéronautique est soumis à des exigences drastiques en termes de sécurité, de fiabilité et de stabilité de tous les appareillages de commande. Les capteurs de position ne sont de ce fait validés qu'après de longues procédures de vérification et de qualification. Les tests expérimentaux menés sur ces systèmes se doivent d'être représentatifs de la réalité, c'est-à-dire représentatifs de l'environnement cockpit (température, pression, vibration, etc.) dans le cadre de cette étude. Ils nécessitent donc généralement des outils expérimentaux spécifiques aux applications et à chaque type de capteur. Les deux moyens expérimentaux présentés ci-dessous ont été mis en place par Vishay pour reproduire au mieux l'environnement des rhéostats et des potentiomètres, sous forme de cycles de vieillissement (ou essai d'endurance) ; ces essais sont normalisés et validés selon les normes aéronautiques.

2.3.1.1 Simulation de contacts réels

Les cycles d'endurance mis au point pour les capteurs et déterminés pour les outils expérimentaux proviennent d'enregistrements de mouvements réels effectués en vol ; ils sont moyennés, accélérés et adaptés à l'échelle laboratoire. Ces tests sont ainsi considérés comme représentatifs des sollicitations mécaniques endurées par les capteurs durant toute leur durée de vie.

L'essai d'endurance se fait à température ambiante, mais un programme spécifique de variations de température peut y être combiné (protocole détaillé en paragraphe §2.3.1.3.1).

2.3.1.1.1 Cas du rhéostat

Le rhéostat est utilisé dans les manettes de poussée, qui permettent de contrôler la puissance des moteurs. Les mouvements relatifs de glissement des curseurs sur les pistes dépendent donc des phases de décollage/croisière/atterrissage avec, pour chacune, des particularités de vitesse, d'amplitude, de fréquence et de durée. L'essai d'endurance combine donc les mouvements d'actionnement (décollage/atterrissage) et les vibrations (croisière), mais permet également de faire la différence entre les effets d'amplitude et de vitesse par l'utilisation de différentes zones de la piste NiCr. Chaque cycle d'endurance complexe sollicite trois types de zone avec trois fréquences et longueurs différentes (Fig. 2.17) :

- Les zones A, B et C sont assimilables aux vibrations rencontrées pendant une grande partie du temps de vol (croisière), avec des fréquences élevées et des amplitudes courtes (3 mm à 1,2 Hz, vitesse moyenne de 6 mm.s⁻¹) ;
- La zone D est assimilable aux actionnements arrière de décélération (atterrissage), avec des fréquences faibles et de grandes amplitudes, comparables à des grands glissements (30 mm à 0,5 Hz, vitesse moyenne de 30 mm.s⁻¹) ;
- La zone E est assimilable aux actionnements avant d'accélération (décollage), avec des fréquences relativement faibles et de grandes amplitudes, comparables à des grands glissements (15 mm à 0,3 Hz, vitesse moyenne de 10 mm.s⁻¹).

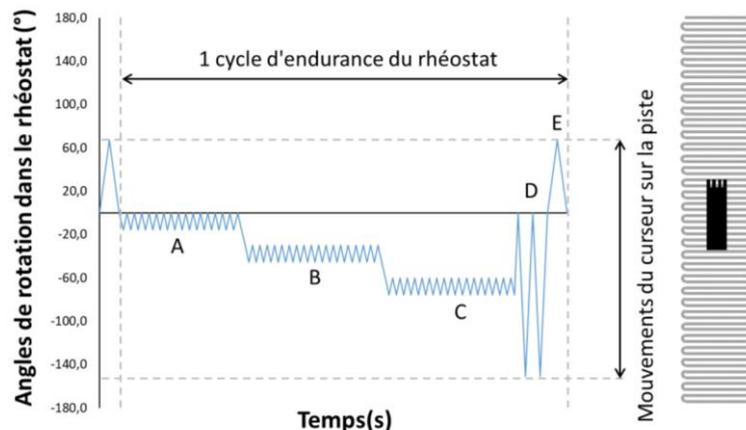


Fig. 2.17 : Schéma d'un cycle de l'essai d'endurance, pour simuler la situation réelle de vol d'avions, mis au point par la société Vishay et ses clients.

L'essai d'endurance consiste en plusieurs milliers de cycles ; 70 000 cycles correspondent à 100%DDV totale du rhéostat en situation réelle de fonctionnement (mais il peut être interrompu à tout moment). S'il est mené au bout, il peut durer une cinquantaine de jours.

À l'état initial, c'est-à-dire à la position « au repos », le curseur se trouve à l'angle de référence $\theta = 0^\circ$, ce qui correspond à la valeur de résistance de $5 \text{ k}\Omega \pm 10 \Omega$. La charge normale appliquée pendant l'essai est comprise entre 0,13 et 0,15 N, correspondant à environ 0,6 MPa. Les capteurs testés sont alimentés avec un courant continu de 1 mA, selon un montage électrique spécifique. Des mesures électriques de suivi sont réalisées en continu pendant l'essai (intensité et tension). Le multimètre utilisé est un Agilent 34420A (doté d'une précision de 0,02%).

2.3.1.1.2 Cas du potentiomètre

Le potentiomètre est utilisé dans les manches, qui permettent de contrôler la direction et l'inclinaison de l'avion. Les mouvements relatifs de glissement des curseurs sur les pistes dépendent donc à la fois des phases de vol en croisière et des vibrations subies pendant le vol ainsi qu'au sol. Contrairement à l'essai d'endurance des rhéostats, celui du potentiomètre ne présente pas de zones spécifiques à chaque commande : leurs actionnements du manche sont similaires ce qui peut être simplifié par un seul type de glissement (avec une seule amplitude et une seule vitesse). L'essai d'endurance mis au point par Vishay se fait donc en deux parties : d'abord des actionnements, qui provoquent un « vieillissement » des pistes artificiellement, suivi d'un test de vibrations situé dans la zone « au repos » de la piste, c'est-à-dire au point milieu.

Le cyclage, simulant les actionnements, consiste en des glissements réguliers à 2 Hz à $\theta = \pm 10^\circ$ du point milieu, à une valeur de résistance de $5 \text{ k}\Omega \pm 10 \Omega$. Sa durée classique appliquée sur les échantillons est de 1 million de cycles, ce qui correspond environ à 20% DDV du capteur en situation réelle de fonctionnement (environ 6 années de fonctionnement réel sur avion) ; ce test dure environ 5 jours.

Le test de vibrations, qui est un test de Densité Spectrale de Puissance (DSP), consiste en des mouvements vibratoires aléatoires, sur un potentiomètre dont le curseur est bloqué mécaniquement sur la position du point milieu. Les vibrations sont effectuées par un cube posé sur une table vibrante (Fig. 2.18), permettant des vibrations selon les trois axes. En fonction de la position dans laquelle sont fixés les curseurs, leur mouvement est soit longitudinal à la piste (axe x), soit transversal à la piste (axe z), soit en mode « tapping » où le curseur tape sur la piste (axe y).

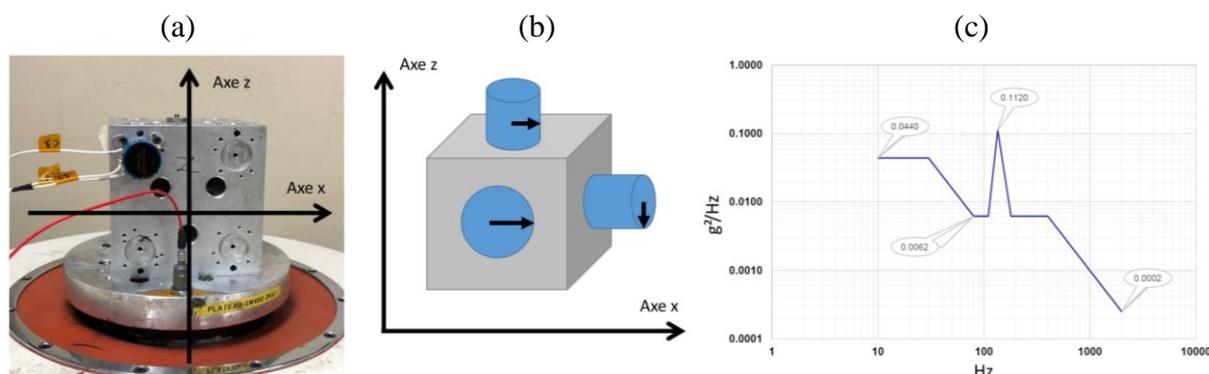


Fig. 2.18 : Description des essais de vibrations appliqués aux potentiomètres ;
 (a) Photographie du montage d'un capteur sur un bloc de vibrations aléatoires ; (b) Schéma du montage avec trois capteurs (en bleu) dont les curseurs (en noir) sont fixés selon les positions x, y et z ; (c) Graphique illustrant les vibrations aléatoires appliquées au bloc.

La charge normale appliquée pendant l'essai est comprise entre 0,10 et 0,12 N, correspondant environ à 1,5 MPa. Les capteurs testés sont alimentés en 10 V, selon un montage électrique spécifique. Le signal électrique est enregistré avec une période de 20 ms. Le multimètre utilisé est un Agilent 34420A (doté d'une précision de 0,02%).

2.3.1.2 Simulation du frottement à l'échelle laboratoire

En complément des simulations de frottements réels, des mesures de frottement et d'usure sur tribomètre ont été réalisées pour observer des phénomènes tribologiques dans des conditions simplifiées et mieux maîtrisées, notamment par l'utilisation de matériaux normalisés et connus. Pour ce faire, un tribomètre rotatif pion-disque en configuration glissement pur a été utilisé. Le pion est une bille en acier 100Cr6 de diamètre $\varnothing = 5$ mm et de rugosité $R_a = 0,14 \pm 0,01$ μm , et le disque correspond au matériau à tester (l'alliage de NiCr pour le rhéostat, et la piste polymère chargée carbone pour le potentiomètre). Les essais ont été réalisés en variant la force normale (4 N et 12 N) et la vitesse (21 mm/s et 42 mm/s) (Fig. 2.19). Ils peuvent être menés à sec ou bien en présence de lubrifiant (huile ou graisse).

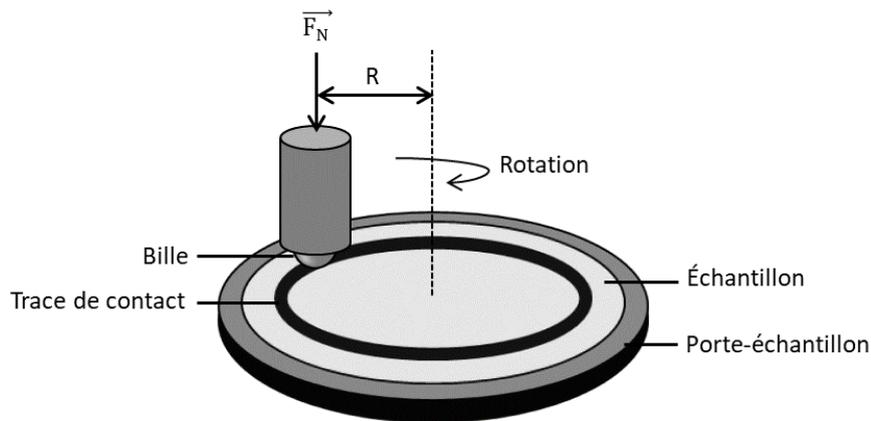


Fig. 2.19 : Schéma du dispositif expérimental pour des essais sur tribomètre en configuration pion-disque.

Ce type d'appareillage permet de mesurer la force tangentielle F_T en continu (permettant d'en déduire l'évolution du coefficient de frottement), au niveau du porte-échantillon entraînant le disque. Les variations rapides et lentes de forces de frottement sont mesurées grâce à différents capteurs pour obtenir des graphiques $F_T = f(t)$ (Fig. 2.20).

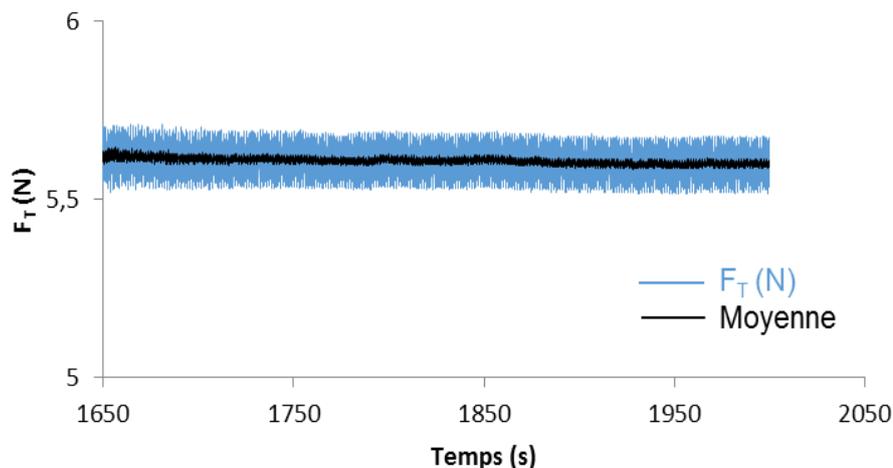


Fig. 2.20 : Évolution de F_T en fonction du temps, obtenue après des tests sur tribomètre pion-disque avec $v = 21$ mm/s et $F_N = 4,3$ N.

Les essais de frottement en laboratoire au tribomètre sont utilisés ponctuellement dans ce travail de thèse, comme analyse complémentaire des simulations de frottements réels. Contrairement à ces dernières, les essais au tribomètre permettent de mesurer en continu la F_T , mais avec des conditions d'essais qui peuvent parfois être très éloignées de l'application. L'essai de simulation de frottements réels (décrit en paragraphe §2.3.1.1) est donc un outil plus adapté à la compréhension des mécanismes d'usure rencontrés dans les capteurs. Malheureusement, il n'est pas équipé d'une mesure de F_T .

2.3.1.3 Simulation en température

2.3.1.3.1 Variation de température combinée avec les essais d'endurance sur les capteurs

Dans l'environnement cockpit d'un avion, l'intervalle de températures est estimé compris entre -40°C et $+85^{\circ}\text{C}$. Dans certaines études, il est nécessaire de prendre en compte ce paramètre, notamment dans le cas de systèmes lubrifiés, les lubrifiants pouvant être sensibles aux changements de température.

Dans le cas du rhéostat, les cycles d'endurance sont réalisés à des paliers de température fixes, qui sont atteints et stabilisés pendant 30 min sans actionnement, comme décrits dans le tableau Tab. 2.7. Les essais à chaud ($T > 25^{\circ}\text{C}$) et les essais à froid ($T < 25^{\circ}\text{C}$) sont réalisés séparément afin d'observer l'impact de la température sur les capteurs.

| Protocole à froid | | | Protocole à chaud | | |
|-----------------------|---------|---------------|-----------------------|---------|---------------|
| Température | Durée | Actionnements | Température | Durée | Actionnements |
| 25°C | 24 h | Oui | 25°C | 24 h | Oui |
| -40°C | 30 min | Non | $+85^{\circ}\text{C}$ | 3 h | Non |
| -40°C | 30 min | Oui | $+70^{\circ}\text{C}$ | 30 min | Non |
| -30°C | 30 min | Non | $+70^{\circ}\text{C}$ | 30 min | Oui |
| -30°C | 30 min | Oui | $+55^{\circ}\text{C}$ | 2 h | Oui |
| -15°C | 30 min | Non | 25°C | 100%DDV | Oui |
| -15°C | 30 min | Oui | | | |
| 25°C | 100%DDV | Oui | | | |

Tab. 2.7 : Tableau décrivant les protocoles des essais d'endurance effectués en température dans le cas du rhéostat. Lorsque les actionnements sont réalisés, les signaux électriques sont enregistrés en continu de la même manière que pendant les essais d'endurance réalisés à température ambiante ; lorsqu'il n'y a pas d'actionnement, le système est stabilisé à la température imposée.

Dans le cas du potentiomètre, l'essai en température est similaire à celui des rhéostats. Des mesures de R_c sont réalisées après quelques frottements glissants, à plusieurs températures fixes comprises entre -55°C et $+125^{\circ}\text{C}$, qui sont atteintes et stabilisées pendant 30 min ; mais cette fois-ci le suivi de l'influence de la température sur les valeurs de R_c est réalisé successivement à chaud et à froid.

2.3.1.3.2 Tests de vieillissement sur les lubrifiants

Les tests en température peuvent également être appliqués à l'étude des graisses. Appelé test de vieillissement, il sert à évaluer l'influence de la température sur la dégradation d'un lubrifiant. Le test est réalisé selon le protocole standard aéronautique EUROCAE ED-14E.

5 lubrifiants différents ont été testés : les trois lubrifiants A-x, la graisse B et la graisse C-1 (supposée de même composition chimique que les deux autres graisses C-x). Les échantillons, sont placés dans des étuves à $30 \pm 2^\circ\text{C}$ et $85 \pm 4\% \text{RH}$. Les conditions sont ensuite durcies petit à petit pendant $2 \text{ h} \pm 10 \text{ min}$ jusqu'à $50 \pm 2^\circ\text{C}$ et $95 \pm 4\% \text{RH}$, qui sont maintenues pendant 6 h minimum. Puis la température est diminuée petit à petit pendant $16 \text{ h} \pm 15 \text{ min}$ jusqu'à au moins $38 \pm 2^\circ\text{C}$, avec une humidité maintenue la plus haute possible avec un minimum de $83\% \text{RH}$. Ces deux dernières étapes sont répétées une fois, pour atteindre un temps total de test de 2 jours. Enfin, les échantillons sont retirés de l'étuve. (Fig. 2.21)

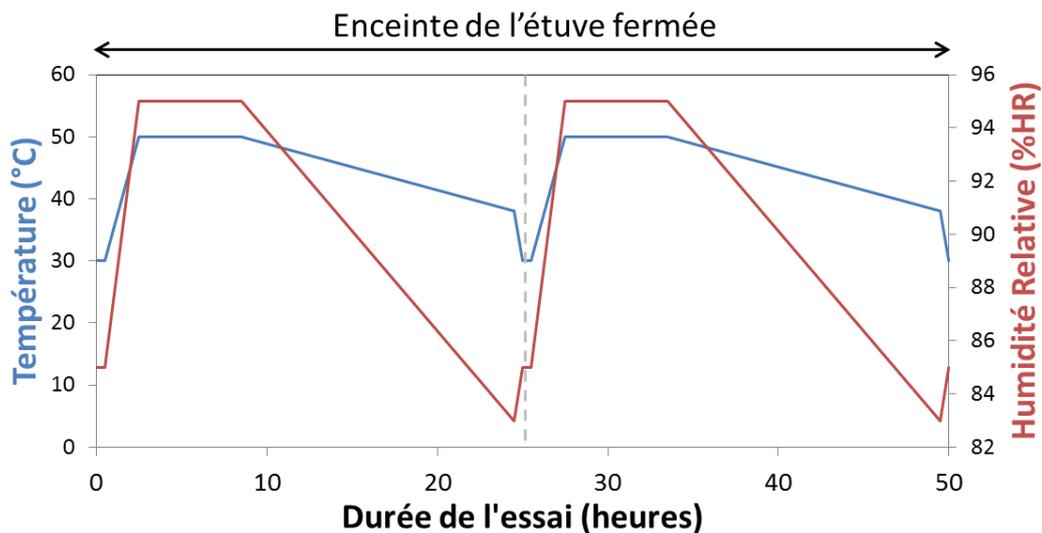


Fig. 2.21 : Cycle des tests de vieillissement réalisés dans l'enceinte d'une étuve, selon le protocole standard aéronautique EUROCAE ED-14E Section 6.

2.3.2 Analyse des surfaces frottées

Les essais d'endurance impactent l'interface piste – curseur des systèmes étudiés. Cet impact peut se traduire par une usure impliquant un changement de la chimie, de la microstructure ou encore des propriétés mécaniques et électriques des surfaces en contact. Afin d'évaluer et de comprendre l'origine de ces changements, des méthodes qualitatives et/ou quantitatives d'analyses de surface et de caractérisations mécanique et électrique ont été utilisées.

L'ensemble des échantillons observés provient de capteurs, soit dans un état neuf prélevés en fin de fabrication, soit après des essais d'endurance, soit après un fonctionnement en situation réelle. Les analyses de surface sont conduites de façon « post operentum » (après frottement) et sont considérées comme destructives (les échantillons analysés ne sont plus valides pour une réinsertion en service).

Lors de l'étude d'évolutions de comportement en fonction du temps, les observations ne sont donc pas réalisées sur les mêmes couples piste – curseur et proviennent de différents capteurs. En revanche, les différents capteurs proviennent toujours d'un groupe d'échantillons d'un même lot de fabrication et d'une même batterie de tests, pour garantir des conditions de comparaison idéales. Les échantillons sont considérés comme similaires et sont arrêtés successivement pendant les essais d'endurance pour permettre un suivi de l'évolution des états de surface.

2.3.2.1 Mesures électriques

2.3.2.1.1 Résistance de contact

Des mesures de résistance de contact macroscopique le long des pistes sont obtenues en utilisant un multimètre. Celui-ci est relié directement sur les capteurs de position, sans démontage, et relève les valeurs d'intensité et de tension dans le circuit pendant le glissement du curseur sur la piste (Fig. 2.22). Avec ce type de montage électrique, il est possible de déterminer une résistance de contact pour des faibles courants électriques, allant de 1 mA à 0,1 μ A.

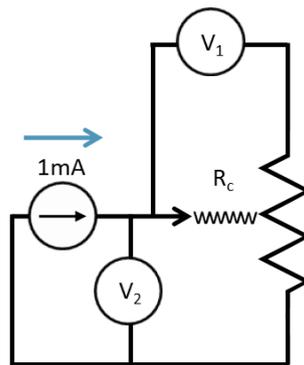


Fig. 2.22 : Schéma électrique du montage permettant la mesure de résistance de contact R_c .

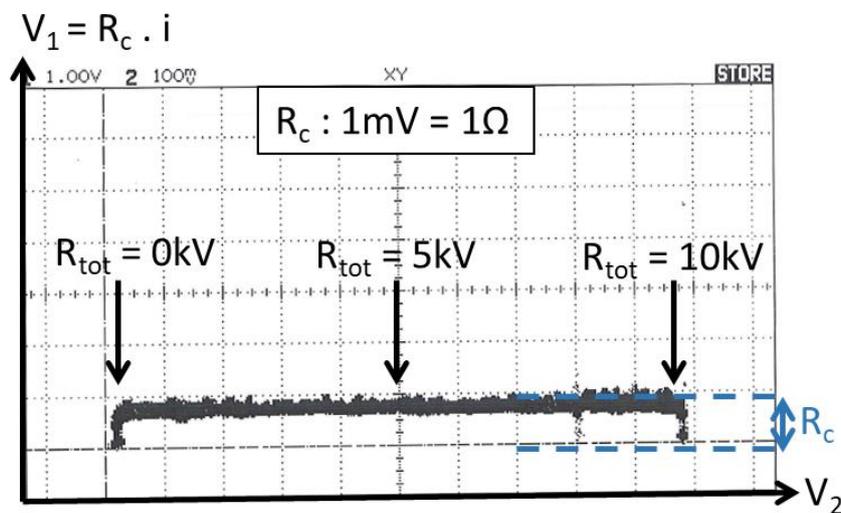


Fig. 2.23 : Mesure et interprétation de la R_c le long de la piste. « 1.00 V » correspond à la graduation sur l'axe x et « 100 mV » correspond à celle de l'axe y.

Ces mesures sont généralement réalisées avant et après les essais d'endurance. Les mesures post-endurance sont réalisées immédiatement après l'arrêt des tests, afin de mesurer l'état réel de la piste, sans pertes éventuelles d'information (comme des résidus restés collés aux pistes, par exemple).

Les valeurs de $R_c = \frac{V_1}{i}$ sont directement lues sur les courbes $V_1 = f(V_2)$: les valeurs clés relevées sont la valeur moyenne déterminée par rapport aux valeurs aux extrémités (où $R_c = 0 \Omega$), et la valeur maximale correspondant à la plus haute valeur de R_c mesurée. Un exemple de résultat est donné sur la figure Fig. 2.23.

2.3.2.1.2 Résiscope® couplé à la Microscopie à Force Atomique

À l'échelle microscopique, les mesures de résistivité de surface ont été réalisées avec un Résiscope® couplé à une plateforme de Microscopie à Force Atomique (AFM). Le Résiscope® est combiné avec le NanoObserver de CSI permettant la visualisation de l'échantillon, mais les mesures AFM standards sont, elles, effectuées avec l'AFM Brucker Multimode 8. Les analyses ont été réalisées au laboratoire GeePs (Génie électrique et électronique de Paris) de Centrale Supélec, à Gif-sur-Yvette.

Le principe de la méthode s'appuie sur celui de l'AFM : une pointe avec une extrémité de taille nanométrique balaie la surface de l'échantillon, et l'image de la topographie est obtenue par l'interaction entre la pointe et la surface (attraction/répulsion). Dans le cas d'un montage Résiscope®, la pointe AFM est conductrice et permet de collecter des informations électriques sur les surfaces (conducteur/résistant).

Il est à noter que les résultats obtenus peuvent dépendre de la préparation et du montage électrique de l'échantillon dans le Résiscope®. Dans cette étude, les échantillons ont été collés sur des pastilles métalliques conductrices à l'aide de Scotch® carbone, puis une de leurs deux extrémités a été recouverte de laque d'argent pour assurer le contact électrique. Il se fait ainsi entre la pastille conductrice et la pointe AFM balayant la surface (Fig. 2.24).

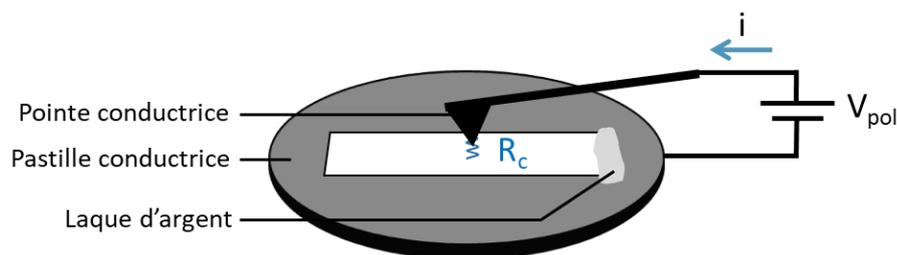


Fig. 2.24 : Schéma du contact dans la mesure au Résiscope®, avec la pointe conductrice de l'AFM et le schéma électrique permis par le contact électrique entre l'échantillon et la pastille conductrice.

Cette technique nous permet d'obtenir des images dont l'échelle de couleurs représente la résistivité de chaque phase présente dans la zone d'analyse (Fig. 2.25(b)). Ces mêmes

informations peuvent également être obtenues sous forme d'histogrammes (Fig. 2.25(c)). De plus, les montages AFM et Résiscope® étant similaires, il est possible de coupler les deux types de mesure pour une même zone d'échantillon, ce qui permet de corrélérer la résistance électrique à la morphologie de la surface (Fig. 2.25(a) & (b)).

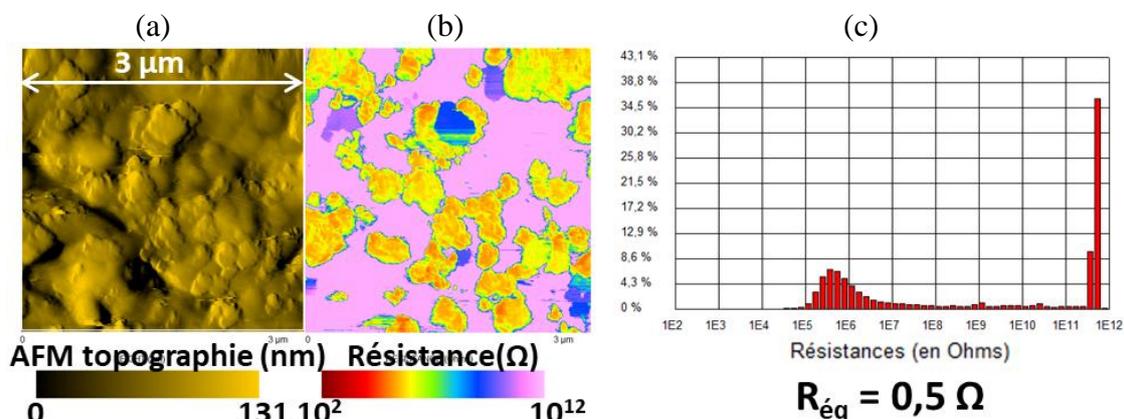


Fig. 2.25 : Résultats d'analyse au Résiscope® couplé avec de l'AFM ; (a) Image AFM-topographie avec les points bas en noir et les points hauts en jaune ; (b) Image AFM-Résiscope® avec les zones roses très résistantes et les zones rouges très conductrices ; (c) Histogramme associé à (b) permettant de quantifier chaque valeur de résistance et estimer une valeur de résistance équivalente sur une certaine surface de contact $R_{éq}$.

De l'histogramme de la répartition des résistances, il est possible d'évaluer l'impact des particules conductrices sur la totalité de l'échantillon (Fig. 2.25(c)). Toutes les résistances étant en parallèle, la résistance la plus faible va définir la résistivité globale du film ($R_{éq} < R_{i\ min}$). La valeur de la résistance équivalente sera donnée par la formule suivante (2.4) :

$$R_{éq} = \frac{1}{\sum \left(\frac{n_i}{R_i} \right)} \quad (2.4)$$

Avec n_i le nombre de résistances, et $R_i \in [1E5, 1E12]$ les résistances.

En prenant en compte les conditions d'analyses (512×512 points sur une surface, donc 262 144 points) et les pourcentages donnés dans l'histogramme pour une surface d'analyse dont on connaît les dimensions, il est possible d'obtenir une valeur de $R_{éq}$.

2.3.2.2 Analyses topographiques

Les performances des techniques d'analyse présentées ci-dessous sont résumées dans l'Annexe IV.

2.3.2.2.1 Rugosimétrie optique

La rugosimétrie optique permet d'effectuer des mesures tridimensionnelles d'un échantillon avec la particularité de ne pas entrer en contact avec celui-ci. Il est ainsi possible de préserver la surface. Elle peut avoir néanmoins quelques limites par rapport à une technique comme l'AFM, dont notamment la résolution en z . Le rugosimètre optique à disposition au CEMEF est un STIL-SurfaceMap CCS Prima (Chromatic Confocal Sensor) avec un détecteur optique MG210 d'une résolution en z de 3 nm. Le pas de mesure appliqué est de 1 μm .

Le rugosimètre permet de définir la texture d'une surface, en caractérisant :

- La micro-rugosité, qui est généralement le résultat de la mise en forme de la surface observée ;
- L'ondulation de surface, dont la longueur d'onde est supérieure à celle des micro-rugosités. Elle est attribuée à un défaut de surface macroscopique de l'échantillon (pouvant provenir d'une déflexion lors de la manipulation) et n'est pas prise en compte dans la caractérisation des usures de surface.

Cette technique a été utilisée pour déterminer la micro-rugosité des surfaces, essentiellement des pistes. Elle permet notamment d'observer et d'estimer les pertes de matière dues à l'usure (Fig. 2.26) : à l'aide du logiciel Gwyddion (version 2.47), il est possible d'établir une différence de hauteurs (équivalente à une « hauteur de marche ») entre les moyennes des altitudes de la surface frottée (zone de contact) et de la surface non frottée avoisinante (entre deux zones de contact). En tenant compte de la géométrie et des dimensions des échantillons, il est ainsi possible d'estimer un volume d'usure.

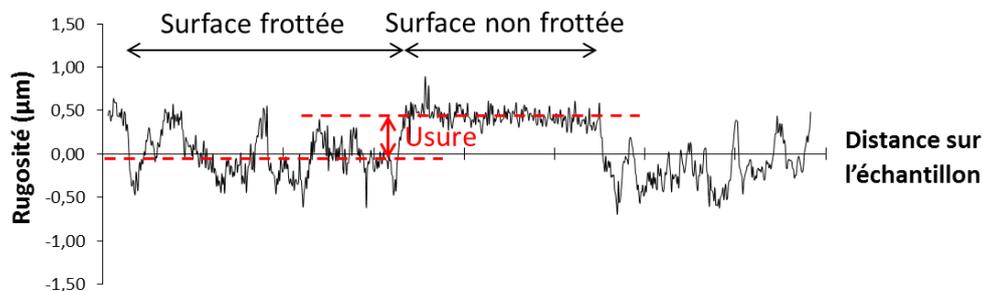


Fig. 2.26 : Détermination de la perte de matière (usure) à partir des mesures au rugosimètre optique, par la méthode de « hauteur de marche ».

2.3.2.2.2 Microscopie optique

La microscopie optique est généralement utilisée pour réaliser les premières observations d'un échantillon (Fig. 2.27). Elle peut notamment permettre de contrôler l'effet d'une manipulation physique ou chimique sur l'échantillon (polissages, attaques chimiques,...), mais sert généralement seulement de repérage pour d'autres techniques d'observation plus précises.

Le microscope optique utilisé dans cette étude est un LEICA DM4500P, permettant des grossissements allant de 50x à 1000x. Plusieurs modes sont disponibles, jouant notamment sur la source lumineuse qui peut être incidente ou transmise. Il est possible de travailler en contraste polarisant, en contraste de phase, en darkfield/brightfield (champ sombre/champ clair) ou encore en fluorescence.

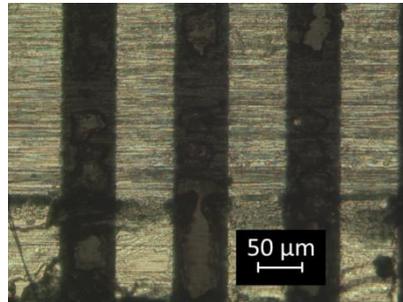


Fig. 2.27 : Image obtenue avec un microscope optique d'une piste NiCr.

2.3.2.2.3 Microscopie Électronique à Balayage (MEB)

La technique d'observation la plus utilisée dans cette étude est le Microscope Électronique à Balayage (MEB), qui permet de faire des observations à de forts grossissements (Fig. 2.29). En fonction du MEB utilisé, il est possible d'observer des détails micrométriques, voire nanométriques sur les échantillons. Bien que les informations topographiques soient associées à la surface des échantillons, il est possible d'incliner ces derniers afin d'obtenir des informations tridimensionnelles qualitatives.

L'observation MEB nécessite des échantillons conducteurs pour éviter les effets de charge. Les surfaces des curseurs et des pistes des capteurs de position sont conductrices, mais l'ensemble de l'empilement ne l'est pas (piste collée sur un substrat isolant PI). Dans les cas où le substrat est apparent, il est indispensable de procéder à une métallisation de l'échantillon. Cette étape de préparation de surface est réalisée grâce à un métalliseur (QUIO5T – Quorum), qui permet de recouvrir l'échantillon d'une couche conductrice de Pt d'environ 7 nm d'épaisseur.

La technique de MEB a été utilisée dans deux modes principaux, qui se différencient par le type d'électrons analysés par les détecteurs (Fig. 2.28) :

- Le mode « Secondary Electrons » (SE), ou électrons secondaires, permettant d'observer la topographie des échantillons ;
- Le mode « Back-Scattered Electrons » (BSE), ou électrons rétrodiffusés, permettant d'observer un contraste chimique entre différentes zones de l'échantillon.

En fonction des observations à réaliser, l'énergie de faisceau appliquée est comprise entre 3 keV (pour des informations de surface) et 20 keV (pour des informations plus en profondeur ainsi qu'en mode analyse chimique).

Les deux MEB utilisés au CEMEF sont :

- Un MEB environnemental Philips XL30, permettant des observations à haute pression ou à pression contrôlée, utile notamment dans le cas d'échantillons organiques ;
- Un MEB-FEG (Field Emission Gun ou canon à effet de champ) Zeiss Supra 40, permettant d'obtenir des images en haute résolution.

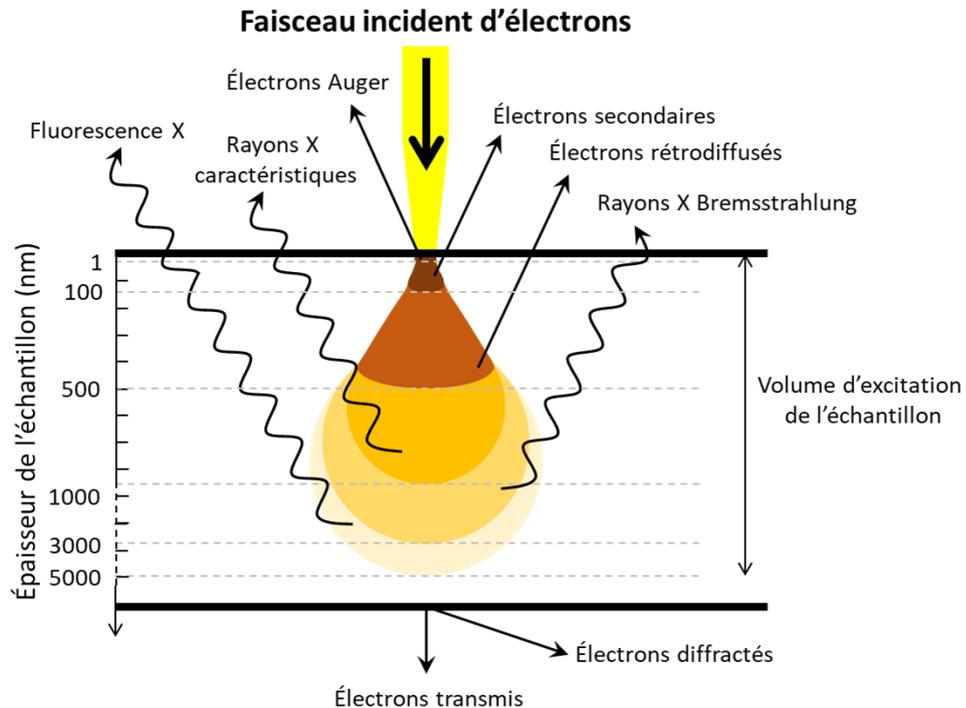


Fig. 2.28 : Poire d'interaction [160] entre un faisceau incident d'électrons (source utilisée dans la microscopie électronique) et un matériau. Ici, l'exemple utilise un échantillon mince qui peut laisser traverser des électrons (appelés « électrons transmis »). En fonction de l'énergie du faisceau incident et de la nature de l'échantillon, l'épaisseur impactée peut être différente (la graduation est donnée à titre d'exemple car elle dépend du matériau et de l'énergie du faisceau incident d'électrons).

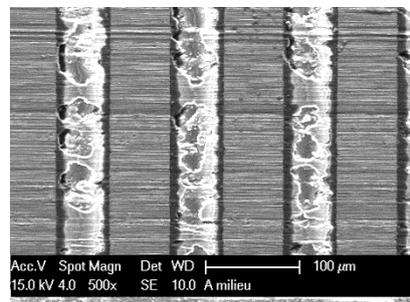


Fig. 2.29 : Image obtenue avec un MEB en mode SE à 15 keV de la même piste NiCr et dans une zone similaire à celle de la figure Fig. 2.27.

2.3.2.2.4 Microscopie Électronique à Transmission (MET)

Dans certains cas, le MEB ne suffit pas à obtenir toutes les informations nécessaires à la bonne caractérisation d'un échantillon. La solution est apportée par le Microscope Électronique à Transmission (MET), qui permet de meilleures résolutions que le MEB, pouvant aller jusqu'à 0,1 nm, et un accès à des analyses en profondeur des échantillons. Un des avantages du MET est notamment de combiner sa grande résolution avec les informations de l'espace de Fourier (analyses en diffraction).

La préparation des échantillons doit être particulièrement minutieuse pour les observations MET, car ils se doivent d'être très minces. En effet, le MET est une technique d'observation par transmission, ce qui implique que les échantillons doivent être suffisamment fins pour laisser passer les électrons. Les échantillons se présentent sous forme de coupes, réalisées à l'aide d'une sonde ionique focalisée (ou Focused Ion Beam, FIB) dans l'enceinte d'un MEB. Le processus de coupe transverse se déroule selon plusieurs étapes :

- Une couche protectrice de Pt est d'abord déposée par méthode ionique sur la surface de l'échantillon afin de prévenir des endommagements dus au FIB ;
- La FIB « usine » la surface (ou dégage de la matière) autour de la zone protégée par la couche de Pt. Une lame d'environ 2 μm d'épaisseur (d'une dimension de 5 μm \times 10 μm environ) est ainsi créée (Fig. 2.30(a)) ;
- Les contours de la lame sont ensuite découpés, en ne laissant que de fines liaisons avec le reste de l'échantillon (Fig. 2.30(b)) ;
- La lame est ensuite amincie petit à petit par polissage (« polishing ») jusqu'à une épaisseur inférieure à 100 nm (Fig. 2.30(c)) ;
- Enfin, la coupe est prélevée de son échantillon (« lift out »), puis collée à un porte-échantillon (Fig. 2.30(d)).

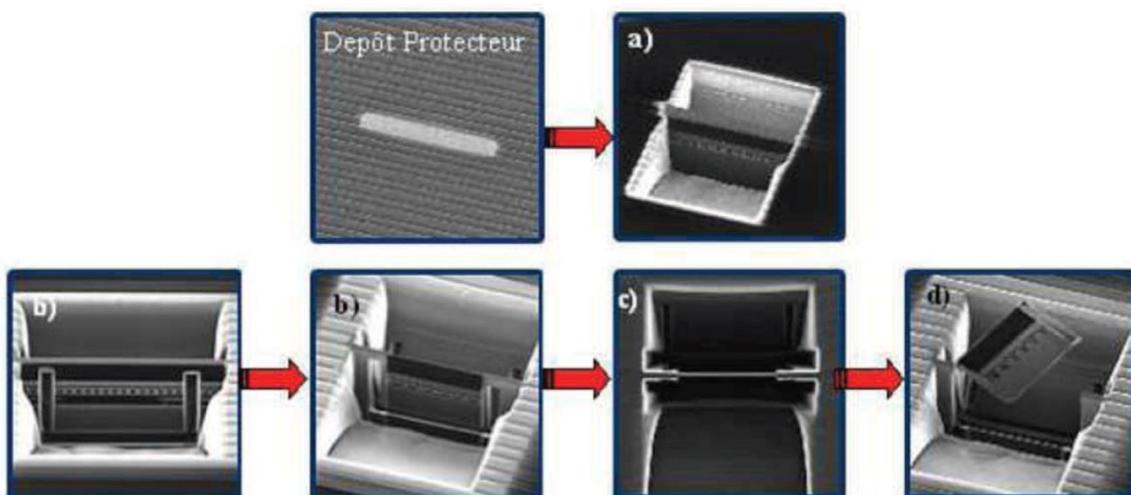


Fig. 2.30 : Images MEB enregistrées aux différents stades de la préparation d'échantillon (coupe FIB) par la méthode lift-out [161], [162].

Il est à noter que les coupes FIB peuvent altérer une surface de par le phénomène d'implantation ionique, ce qui peut éventuellement gêner des observations de réseaux cristallins. Il est possible d'y remédier par usinage à l'argon, pour enlever ces pollutions.

Les coupes FIB ont été réalisées dans un MEB-FEG Lyra3 muni d'une colonne FIB Canion (Gallium) à haute performance, auprès du laboratoire Tescan à Fuveau.

La coupe réalisée au FIB est ensuite introduite dans l'enceinte du MET. Lorsque le faisceau d'électrons la traverse, un certain nombre d'interactions se produisent et les particules collectées permettent différentes analyses en fonction du mode sélectionné au MET. Plusieurs modes du MET ont été utilisés pour caractériser les échantillons, en analysant les différents rayonnements détectés (Fig. 2.28) :

- Le mode Microscopie Électronique en Transmission à Balayage (ou Scanning Transmission Electron Microscopy, STEM), qui fonctionne sur le même principe qu'un MEB, mais avec un volume d'interaction beaucoup plus restreint, du fait des dimensions des échantillons et du faisceau ;
- Le mode champ clair (Bright Field, BF), où l'image est créée à partir des électrons transmis ;
- Le mode champ sombre (Dark Field, DF), où l'image est créée à partir des électrons diffractés ;
- Le mode diffraction des électrons (Selected Area Electron Diffraction, SAED), pour obtenir des clichés permettant de visualiser les directions de diffraction et donc caractériser la cristallographie des échantillons.

Les observations MET ont été réalisées en collaboration avec les laboratoires du CRHEA et de l'IMRA à Sophia-Antipolis, sur un JEOL 2100 FEG-TEM, à une énergie de faisceau de 200 keV.

2.3.2.3 Analyses chimiques

Un essai de frottement d'un contact peut mener à des changements de la nature chimique des surfaces, notamment via l'usure ou la formation de tribofilms. Ainsi, afin de comprendre en profondeur ces différentes évolutions de contact, il est indispensable d'obtenir des informations chimiques des surfaces, avant et après frottement. Les performances des techniques d'analyse présentées ci-dessous sont résumées dans l'Annexe IV.

2.3.2.3.1 Analyse Dispersive des Rayons X (EDX)

Les microscopes électroniques (MEB et MET) précédemment présentés sont équipés de sondes à Analyse Dispersive des Rayons X (EDX) qui permettent de réaliser des analyses chimiques en couplage avec les observations topographiques des microscopes. Les détecteurs

EDX utilisés au CEMEF sont le XFlash 6/30 combiné avec le MEB Philips XL30, et XFlash 5030 combiné avec le MEB Zeiss Supra 40, tous deux associés à des microanalyseurs Quantax QX400. Les informations sont analysées puis interprétées et quantifiées à l'aide du logiciel Esprit (version 1.9).

La technique EDX permet d'obtenir des analyses qualitatives et semi-quantitatives des éléments chimiques présents sur la surface des échantillons, en analysant les rayons X caractéristiques (Fig. 2.28). Elle est notamment utilisée (Fig. 2.31 & Fig. 2.32) :

- Pour obtenir des spectres quantifiant chaque espèce chimique présente en un point (en tenant compte de la taille du spot d'environ 1 μm^2) ou sur une zone ;
- Pour obtenir des cartographies chimiques prenant en compte la concentration de chaque élément.

En fonction de la tension appliquée (et donc de la taille de la « poire d'interaction » (Fig. 2.28) [160]), la profondeur analysée peut varier. Les analyses EDX ont été généralement réalisées avec une énergie de faisceau de 15 keV (nécessaire, afin de détecter des éléments comme le Ni et le Cr), ce qui correspond à une profondeur d'analyse estimée à environ 1 μm .

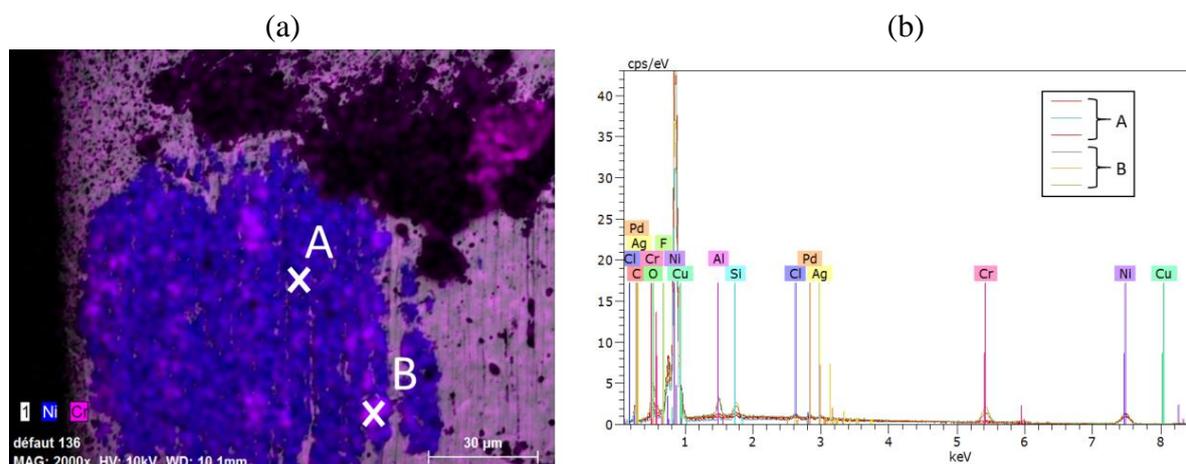


Fig. 2.31 : Analyses EDX d'une couche de transfert ; (a) Cartographie d'une zone d'un échantillon par éléments ; (b) Spectres EDX obtenus pour les zones A et B notées sur la cartographie (a).

| %at | C | O | F | Al | Si | Cl | Cr | Ni | Cu | Pd | Ag |
|-----|------|-----|-----|-----|-----|-----|------|------|-----|-----|-----|
| A | 23,3 | 5,5 | 1,5 | 0,5 | 1,9 | 1,1 | 1,1 | 55,4 | 7,8 | 1,0 | 0,9 |
| B | 13,7 | 9,4 | 1,5 | 3,8 | 3,1 | 0,7 | 13,1 | 49,7 | 4,4 | 0,4 | 0,2 |

Fig. 2.32 : Quantification en %at des éléments obtenue à partir des spectres EDX de la figure Fig. 2.31.

2.3.2.3.2 Spectroscopie Photoélectronique de Rayons X (XPS)

Les analyses en Spectroscopie Photoélectronique de Rayons X (XPS) permettent une analyse chimique plus précise en ne sondant que l'extrême surface des échantillons (maximum 10 nm de profondeur). Elle permet une analyse élémentaire, mais également une analyse des liaisons chimiques par reconstruction de pics. Elle est cependant très sensible aux pollutions de surface et nécessite une préparation d'échantillons minutieuse.

L'étape la plus critique de la préparation de surface concerne son nettoyage. Celui-ci est réalisé selon un protocole 3-Solvants (3S) : les échantillons sont successivement nettoyés dans des bains ultra-sons pendant 10 min, avec de l'heptane, puis de l'acétone et enfin de l'éthanol. Ces différentes étapes permettent de dégraisser et nettoyer les surfaces, pour limiter au maximum la présence de pollutions (et notamment une quantité importante de C en surface). L'efficacité du nettoyage 3S est testée au préalable sur chaque échantillon, par comparaison entre une surface lubrifiée puis nettoyée 3S et une surface vierge. Les échantillons sont ensuite manipulés avec précaution sans jamais toucher la surface à analyser.

Les spectres XPS, affinés pour chaque élément analysé, permettent d'obtenir des informations sur la quantité des éléments présents sur la surface et leurs environnements chimiques respectifs (liaisons chimiques) (Fig. 2.33(a)). De plus, lorsque l'XPS est couplé à une érosion par attaque ionique, il est possible de suivre la composition chimique de l'échantillon en fonction de la profondeur érodée (Fig. 2.33(b)). Dans ce cas, la technique devient destructive.

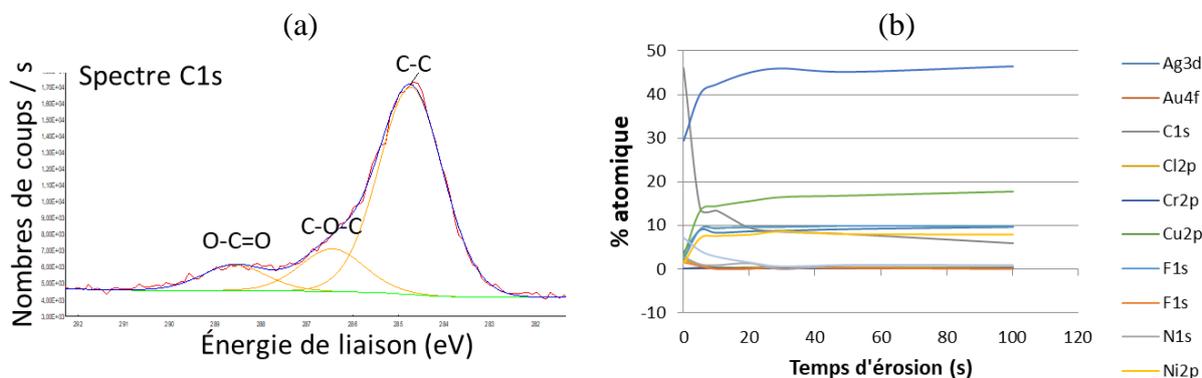


Fig. 2.33 : (a) Spectre XPS associé à la fenêtre de l'élément C1s en rouge, avec la ligne de base en vert, le spectre lissé en bleu, et les pics contributeurs associés à des espèces chimiques liées avec le C1s en fonction de leurs énergies (eV) en orange ; (b) Profil de concentration obtenu à partir de l'analyse de chaque spectre d'éléments XPS en fonction du temps d'érosion.

L'XPS utilisé est un système Thermofisher K- α , utilisant une source Al X-Ray monochrome, un « flood-gun » basse énergie (pour les compensations de charge), et un canon à ions Ar. La zone typique analysée est de dimensions 200 μm \times 400 μm . La calibration est faite sur le pic C1s sans déplacement chimique (correspondant aux interactions C-H et C-C), à 285 eV. Lorsque les concentrations sont calculées, la soustraction du fond est réalisée par le facteur de sensibilité Alscoof donné par le logiciel Advantage ALTHERMO 1.

2.3.2.3.3 Spectroscopie Infra-Rouge (IR)

La spectroscopie Infra-Rouge (IR) est une technique simple pour estimer la composition chimique d'un matériau (Fig. 2.34). Cette technique permet de détecter les types de liaison covalente présents dans les échantillons, et par là, les éléments chimiques. Chaque longueur d'onde absorbée par une liaison chimique contenue dans l'échantillon est matérialisée par un pic d'absorption. L'allure de ces pics donne différents renseignements permettant une analyse qualitative et quantitative de la nature chimique de l'échantillon.

L'appareil utilisé est un Bruker Tensor 27 FT-IR. Cet appareil permet une gamme spectrale de 8000 à 500 cm^{-1} , avec une résolution de 0,01 cm^{-1} et une résolution spatiale de 1 cm^{-1} . Les spectres sont analysés avec le logiciel OPUS.

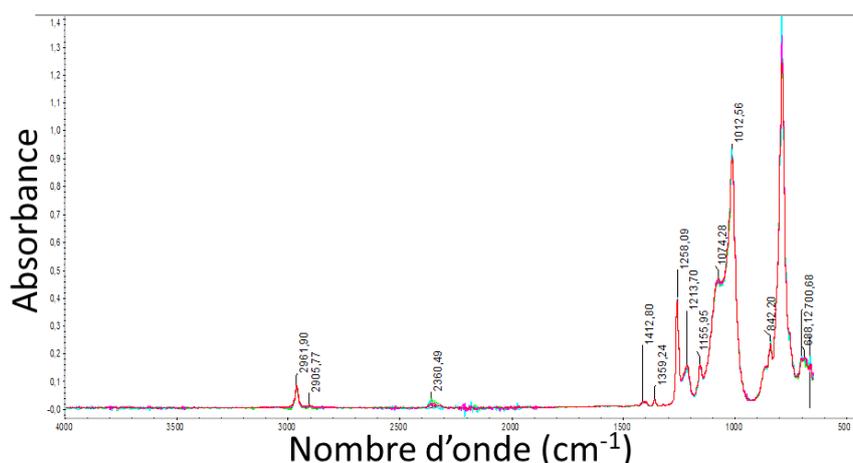


Fig. 2.34 : Spectre IR, avec les pics d'absorbance pouvant être associés à des liaisons covalentes en se référant à des tables IR de référence.

2.3.2.4 Caractérisation mécanique et structurale des matériaux

2.3.2.4.1 Essais d'adhérence

Afin d'évaluer qualitativement l'adhérence d'une couche superficielle (particules d'usure, traitement de surface, dépôt, etc.) d'un matériau, un essai d'adhérence peut être effectué. Cet essai, appelé aussi « test Scotch[®] », est un test simple consistant à appliquer à la main une bande adhésive (ici de type 3M Scotch Crystal[®]) sur la surface à tester, puis à la retirer rapidement. La surface testée ainsi que cette bande adhésive sont observées au MEB, pour évaluer le nombre de particules arrachées à la surface (Fig. 2.35). La bande adhésive étant un polymère non conducteur, il est nécessaire de métalliser sa surface (§2.3.2.2.3) afin de permettre une observation au MEB. Ses propriétés souples font que la métallisation a tendance à se craqueler (Fig. 2.35(b)).



Fig. 2.35 : (a) Photographie de la préparation d'échantillons du test Scotch® avant observation au MEB, avec la piste après le test Scotch®, et la bande adhésive métallisée ; (b) Image MEB-BSE d'une bande adhésive métallisée, avec la présence de craquelures.

2.3.2.4.2 Essais mécaniques de dureté (indentation)

Les essais de dureté mesurent la résistance d'une surface à la pénétration d'un indenteur plus dur. Dans le cas d'échantillons sous forme de « couche mince » comme pour les pistes NiCr dans les rhéostats (d'épaisseur 5 μm), les mesures de dureté s'avèrent être un défi expérimental. Dans un premier temps, pour respecter la « règle du dixième » proposée par Bückle [163], [164], la profondeur maximale d'indentation possible dans une épaisseur de 5 μm est de 500 nm (avec un minimum d'enfoncement de 200 nm pour limiter les effets de pointe).

En prenant en compte ces considérations, la nanoindentation par la surface a d'abord été testée, mais elle n'a pas permis d'obtenir de bons résultats, notamment en raison de l'empilement du substrat colle époxy + polyimide qui s'est révélé trop hétérogène et « mou ». Les mesures, bien que dépendant seulement des premiers 500 nm de la surface, ont été faussées par la contribution élastique et visqueuse de la déformation du PI (la feuille métallique étant très souple, elle se contente de suivre par flexion).

Une autre approche a donc été tentée, passant par une préparation d'échantillon plus complexe : l'indentation par la tranche. Les échantillons ont donc été enrobés dans une résine époxy à froid (résine industrielle Presi), puis polis comme décrit dans le tableau Tab. 2.8.

| | Étape 1 | Étape 2 | Étape 3 | Étape 4 | Étape 5 |
|---------------------|------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|---------------------------|
| Abrasif | SiC P320 | Diamant 6 μm | Diamant 3 μm | Diamant 1 μm | Silice 0,03 μm |
| Lubrifiant | Eau | Reflex Lub | Reflex Lub | Reflex Lub | Eau |
| Force | 2,0 daN | 2,0 daN | 2,0 daN | 2,0 daN | 1,5 daN |
| Vitesse | 300 tr/min | 150 tr/min | 150 tr/min | 150 tr/min | 150 tr/min |
| plateau | | | | | |
| Vitesse tête | 150 tr/min | 135 tr/min | 135 tr/min | 135 tr/min | 100 tr/min |
| Temps | 120 s | 240 s | 180 s | 90 s | 60 s + rinçage eau 30 s |

Tab. 2.8 : Protocole de polissage d'échantillons enrobés à froid.

L'indentation par la tranche permet de s'affranchir de l'empilement des couches et d'indenter dans un matériau quasi-massif ; les résultats sont ainsi moins dispersés, avec des

valeurs de dureté reproductibles, comme le montrent les courbes force-déplacement de la figure Fig. 2.36.

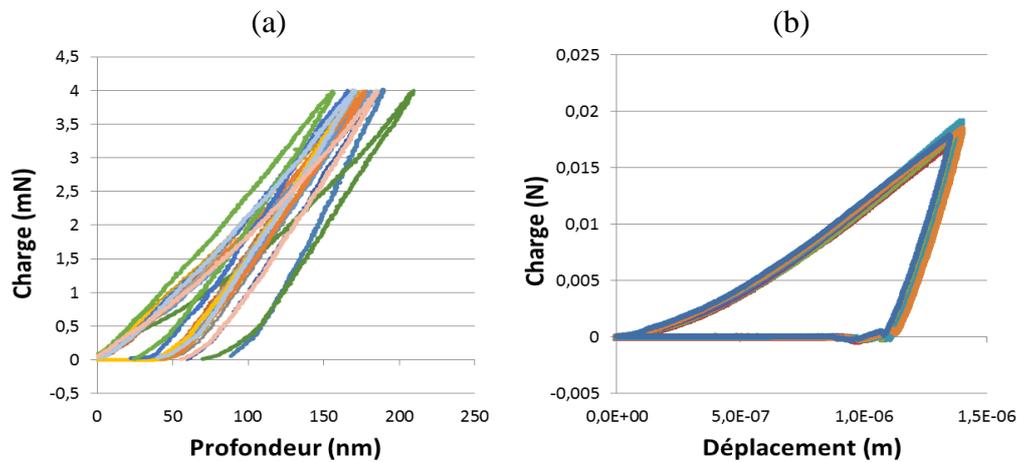


Fig. 2.36 : Courbes d'indentation réalisées sur des échantillons similaires ; (a) Indentations par la surface, avec des courbes dispersées ; (b) Indentations par la tranche.

Cette méthode a été rendue possible grâce à la plateforme de micro-indentation in situ ALEMNIS GmbH (Thun, Suisse), utilisée dans l'enceinte du MEB (Philips XL30 en mode SE) (Fig. 2.37). Cet appareil permet de procéder à des indentations de manière précise sur les échantillons, ce qui s'est révélé indispensable dans les cas où l'épaisseur des échantillons était faible (traces d'indentation à réaliser dans les 5 μm d'épaisseur du NiCr). Le système a été utilisé en mode déplacement contrôlé avec une vitesse adaptée, avec un indenteur « cube corner », à une profondeur d'indentation de 1,5 μm pour le NiCr et 3 μm pour l'AgPdCu. La force appliquée dépend de chaque échantillon, et elle est d'une dizaine de millinewtons. Les valeurs obtenues sont des moyennes sur environ dix indentations dans chaque échantillon, extraites des courbes force-déplacement par la méthode Oliver et Pharr [165].

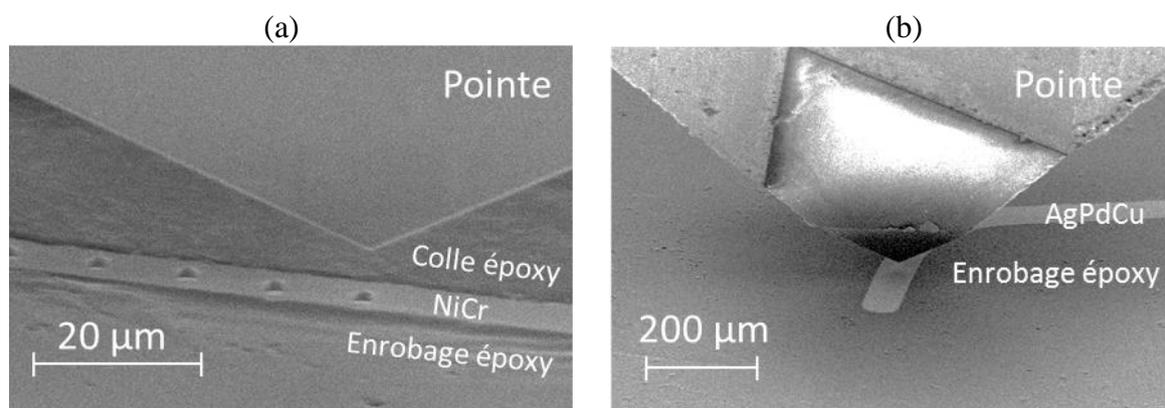


Fig. 2.37 : Images MEB-SE de la pointe ALEMNIS procédant à des indentations in situ sur les surfaces ; (a) De piste NiCr enrobée ; (b) De curseur AgPdCu enrobé.

Il est important de préciser que la présence des surfaces latérales (résine époxy) ne permet pas de respecter la règle de distance empreinte – surface “libre” d'au moins trois fois le

diamètre de la trace résiduelle d'indentation dans le cas d'échantillons peu épais. Une faible épaisseur ne permet pas de réaliser des indentations avec des enfoncements importants, sans risquer de s'approcher de trop près les bords (Fig. 2.37(a)). Sous la pointe, le flux de matière va être régi par le comportement mou de la résine époxy de l'enrobage. Cela va impacter les résultats : Jakes et al. [166] ont démontré que l'impact de surfaces libres voisines est plus prononcé sur les valeurs de modules élastiques, tandis qu'il est non significatif sur les duretés, dans le cas d'un échantillon PMMA. Les mesures de dureté ainsi obtenues sont donc des valeurs sous-estimées par l'effet de bord, mais des comparaisons entre les divers échantillons analysés restent possibles car les mesures sont cette fois parfaitement reproductibles. Les modules élastiques apparents, quant à eux, ne seront pas exploités dans ces travaux, du fait de leurs trop grandes imprécisions et dispersions.

2.3.2.4.3 Microstructure

L'observation de la microstructure a été appliquée exclusivement sur les échantillons de NiCr. Pour des raisons de dimensions d'échantillon, deux techniques ont été testées :

- Le premier moyen consiste à observer les échantillons par la surface. Ils subissent un polissage électrolytique avec une solution d'attaque spécifique au matériau à révéler pendant 30 secondes, suivi d'un polissage OPS (polissage avec une suspension de silice colloïdale) sur table vibrante pendant 4 h (Fig. 2.37(a)). La solution d'attaque utilisée est celle destinée aux alliages de Ni, qui est une solution réactive de Kalling (mélange de 58,6% m HCl, 38,9% m éthanol et 2,5% m CuCl_2) ;
- Le deuxième moyen testé est une observation par la tranche. L'échantillon subit un polissage ionique en mode découpe transverse à 6 kV pendant 8 h (TIC 3X Leica) (Fig. 2.37(b)). L'attaque ionique s'effectue par le substrat PI.

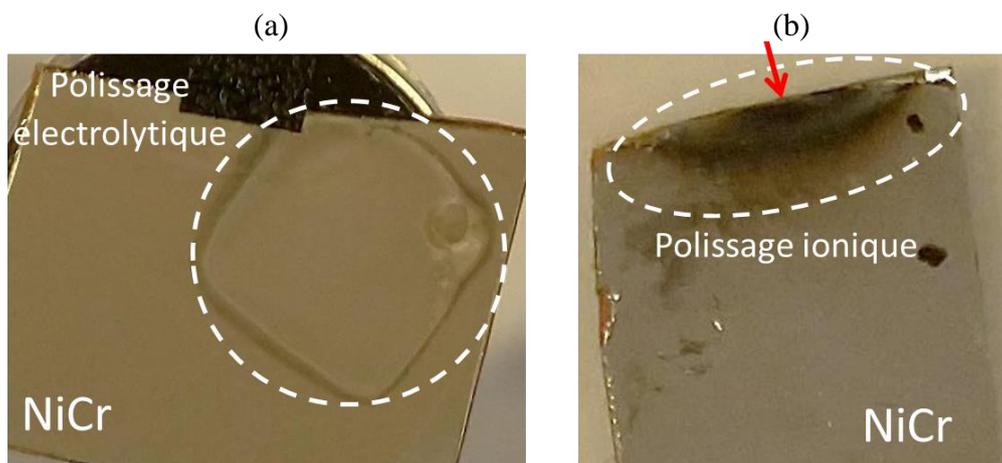


Fig. 2.38 : Photographie d'échantillons NiCr polis ; (a) Par polissage électrolytique par la surface avec une solution de Kalling. L'observation se fait par la surface ; (b) Par polissage ionique transverse, avec attaque par le substrat PI. L'observation de fait par la tranche, selon la flèche rouge.

L'observation des grains se fait ensuite dans l'enceinte d'un MEB, avec un détecteur de type ForeScattered Detector (FSD) ou Electron BackScattered Diffraction (EBSD) :

- Le détecteur FSD permet d'obtenir des images colorées à partir des trois couleurs élémentaires (rouge, bleu et vert), dépendant de l'intensité des électrons rétrodiffusés détectés. Le contraste de ces couleurs dépend essentiellement de l'orientation cristallographique, mais également du positionnement du faisceau incident par rapport au capteur, et de la topographie de l'échantillon ;
- Le détecteur EBSD, quant à lui, utilise des clichés de diffraction (appelés clichés de Kikuchi) pour identifier des orientations cristallographiques. La carte obtenue permet de déterminer des tailles de grains, des joints de grains, des phases du matériau, ou encore des textures de surface. Chaque couleur visible sur la cartographie est attribuée à une orientation cristallographique. Il est possible de visualiser les projections selon les trois directions cristallographiques (RD pour « Rolling Direction », TD pour « Transversal Direction » et ND pour « Normal Direction »), et ainsi mieux visualiser l'orientation cristalline dans les trois dimensions (Fig. 2.39).

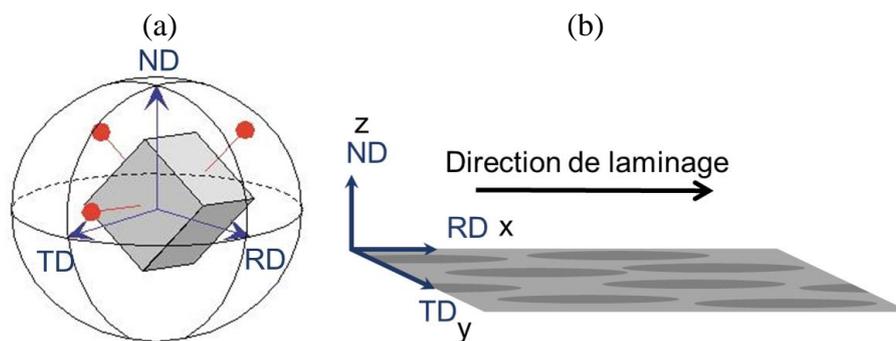


Fig. 2.39 : (a) Schéma de la projection stéréographique d'un cristal en fonction des trois directions RD-TD-ND ; (b) Alignement de la direction de laminage de l'échantillon x sur l'axe RD pour faciliter l'interprétation des analyses EBSD : la cartographie selon x (ou RD) montre l'orientation cristallographique dans la direction de laminage, tandis que la cartographie selon z (ou ND) montre l'orientation cristallographique dans la direction d'observation de la normale à la surface.

2.3.2.4.4 Diffraction de Rayons X (DRX)

La Diffraction de Rayons X (DRX) est une méthode d'analyse utilisée sur des matériaux cristallins ou partiellement cristallins (qui sont les seuls à pouvoir diffracter les rayons X, dont les longueurs d'onde sont de l'ordre de grandeur des distances inter-atomiques). Certains plans cristallographiques vont diffracter les rayons X à des angles précis obtenus d'après la loi de Bragg (2.5):

$$2d_{ir} \sin \theta_b = n\lambda \quad (2.5)$$

Un graphique $I = f(2\theta_b)$ est obtenu lors de la diffraction des rayons X par un plan cristallographique, selon un certain angle incident du faisceau. Les pics obtenus sur le spectre peuvent donc être associés à des plans cristallographiques de l'échantillon, et ainsi déterminer sa composition ou les paramètres de maille des composés qui le constitue.

L'appareil utilisé est un X'Pert Pro PANalytical, avec un montage θ - θ , avec fentes programmables en faisceau incident et compteur rapide Pixcel en rayons diffractés. Les spectres sont enregistrés à 45 kV / 30 mA, avec une anode Cu ($K\alpha_1 = 0,15406$ nm). Ils sont ensuite analysés grâce au logiciel Jade7.

2.3.2.4.5 Mesures de viscosité

Les mesures de viscosité ont été réalisées sur les graisses, en combinaison avec les tests de vieillissement afin de déterminer si ce dernier impacte leurs propriétés. Elles sont réalisées à l'aide d'un rhéomètre, dans une configuration cône-plan. Ces rhéomètres sont composés d'un cône rotatif et d'un plan fixe, séparés d'un entrefer dans lequel est placé l'échantillon. L'avantage du cône (plus qu'un plan) réside dans une meilleure maîtrise du taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ imposé à l'échantillon, qui est supposé quasi constant dans le volume de mesure. Les mesures sont réalisées à pression, température et force normale constantes.

La viscosité dynamique η est obtenue par le rapport entre le couple de rotation transmis et la vitesse de rotation imposée. Le comportement de la graisse est étudié par l'analyse des courbes $\eta = f(\dot{\gamma})$. Outre η et $\dot{\gamma}$, un rhéomètre permet également de mesurer les contraintes de cisaillement τ .

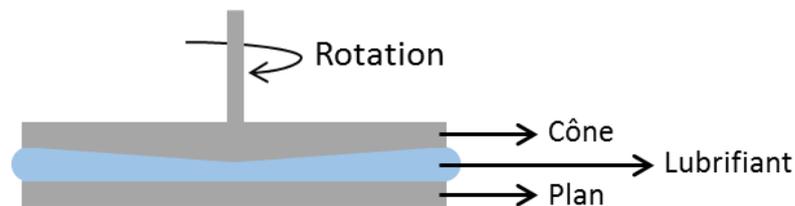


Fig. 2.40 : Rhéomètre cône-plan pour les mesures de viscosités de lubrifiants.

Le rhéomètre cône-plan du CEMEF Anton Paar MCR 302 Modular Compact Rheometer a été utilisé avec une vitesse inférieure à 100 tr/min.

2.4 Conclusion

Ce chapitre a permis de décrire les capteurs étudiés durant les travaux de thèse, dans leurs aspects physiques, chimiques et électriques, ainsi que les moyens et la démarche expérimentale adoptée pour cette étude.

Dans la première partie, les systèmes tribologiques issus des capteurs de position de type rhéostat et potentiomètre ont été présentés. Les principes de fonctionnement des capteurs ont été illustrés dans leurs aspects électriques. De plus, les matériaux utilisés dans le contact (piste, curseur et lubrifiant) ont été décrits d'après leur fabrication, mais également d'après leurs propriétés mécaniques. Il est à noter que la fabrication des pistes peut être contrôlée, tandis que les curseurs et les lubrifiants proviennent de fournisseurs externes.

La deuxième partie a d'abord présenté la méthode adoptée pendant ces travaux de thèse : pour chaque capteur, après avoir déterminé et défini la problématique, des essais d'endurance spécifiques et normés ont dû être mis en place et adaptés aux échantillons afin de respecter les différentes contraintes aéronautiques (pression, température, vibrations, durée de vie, stabilité électrique). Ces essais de frottement sont représentatifs de ce que subissent les capteurs en service. Ils transforment les surfaces en contact, qui sont ensuite observées puis caractérisées grâce à différentes analyses mises à disposition au CEMEF ou à l'extérieur (analyses topographiques, chimiques et matériaux). L'ensemble de ces dispositifs expérimentaux et techniques d'analyses a ensuite été présenté ; ils permettent d'obtenir une bonne caractérisation des phénomènes avec les techniques accessibles en interne ou externe au laboratoire. Des techniques plus adaptées pour la caractérisation du troisième corps existent (essais de rayures, mouillabilité, rhéologie, etc.), mais n'ont pas pu être mises en œuvre dans cette étude.

Chapitre 3

Troisième corps abrasif dans le capteur de type rhéostat

Sommaire

| | |
|--|------------|
| 3.1 Introduction | 121 |
| 3.2 Problématique rencontrée dans le capteur | 121 |
| 3.3 Mécanisme d'usure des surfaces en contact | 123 |
| 3.3.1 Usure abrasive des pistes NiCr | 124 |
| 3.3.2 Hypothèses sur l'abrasion du matériau dur par le matériau mou | 125 |
| 3.3.2.1 Duretés des deux surfaces en contact | 126 |
| 3.3.2.2 Essais d'adhérence sur les surfaces NiCr | 127 |
| 3.3.3 Formation d'un troisième corps par adhésion | 128 |
| 3.3.3.1 Caractéristiques du troisième corps | 128 |
| 3.3.3.2 Lien troisième corps-abrasion | 133 |
| 3.3.4 Hypothèses sur la disparition du Cr | 134 |
| 3.3.4.1 Éléments bibliographiques | 135 |
| 3.3.4.2 Comportement tribologique d'un contact NiCr-Acier | 136 |
| 3.3.5 Rôle du lubrifiant dans le contact NiCr – AgPdCu | 140 |
| 3.3.5.1 Affinité chimique des surfaces métalliques avec le lubrifiant | 140 |
| 3.3.5.2 Agglomération des particules de PTFE dans le contact | 145 |
| 3.3.6 Proposition d'un mécanisme d'usure | 145 |
| 3.4 Amélioration de la résistance à l'usure du contact | 147 |
| 3.4.1 Exploration de différentes pistes d'amélioration | 147 |
| 3.4.2 Introduction du traitement de tribofinition appliqué aux pistes NiCr | 149 |
| 3.4.2.1 Effets de la tribofinition sur les surfaces des pistes NiCr | 149 |
| 3.4.2.2 Effets de la tribofinition sur les propriétés électriques du contact NiCr – AgPdCu | 153 |
| 3.4.2.3 Effets de la tribofinition sur l'évolution des surfaces du rhéostat pendant les essais d'endurance | 155 |
| 3.4.2.4 Effets de la tribofinition sur les microstructures des surfaces du contact NiCr – AgPdCu | 157 |
| 3.4.3 Paramètres du traitement de tribofinition | 159 |
| 3.4.3.1 Effets du temps de tonnelage sur les surfaces NiCr | 160 |
| 3.4.3.2 Effets du temps de tonnelage sur les propriétés électriques | 161 |
| 3.4.4 Proposition d'un mécanisme d'usure avec la tribofinition | 162 |
| 3.5 Conclusion | 165 |

3.1 Introduction

Le premier capteur étudié dans ces travaux de thèse est de type rhéostat. Dans son application spécifique, le rhéostat montre parfois des instabilités de comportement électrique. Ce chapitre vise à les définir, à trouver leurs origines, et à y remédier.

La première partie du chapitre a pour objectif de définir la configuration du capteur de type rhéostat, de manière plus précise et factuelle qu'il ne l'a déjà été fait dans le chapitre 2. Ces éléments permettent de comprendre ce que sont les instabilités électriques du capteur ; elles sont caractérisées essentiellement pas une instabilité de la relation position-signal.

La deuxième partie est consacrée à la compréhension du mécanisme d'usure dans le rhéostat. Elle débute par l'analyse des surfaces et l'identification des types d'usure rencontrés dans ce système. Elle fait notamment état de la formation d'un troisième corps à l'interface, puis elle décrit ses propriétés et son rôle dans le contact. Quelques hypothèses sont avancées pour expliquer ses conditions de formation. Basé sur les différentes observations et analyses de surfaces, un scénario de mécanisme d'usure est proposé pour expliquer les phénomènes tribologiques mis en jeu au cours du fonctionnement du rhéostat.

La troisième partie concerne l'introduction d'un traitement de surface de type « tribofinition » appliqué sur les pistes afin de remédier aux phénomènes d'usure rencontrés. Une description du traitement et de son effet sur les surfaces traitées est d'abord présentée. L'impact de ce traitement sur la résistance à l'usure et sur les propriétés électriques du système est ensuite analysé. Afin de proposer une solution viable et optimisée, une étude des paramètres influents de la tribofinition est également abordée. Enfin, un nouveau scénario de mécanisme d'usure est proposé, en intégrant la solution de tribofinition et ses effets, pour expliquer l'efficacité de cette dernière dans l'amélioration du contact.

3.2 Problématique rencontrée dans le capteur

L'étude menée sur les rhéostats est étroitement liée à son application. Tous les capteurs subissent systématiquement l'essai d'endurance, mené jusqu'à 10% de la durée de vie (DDV) du produit en service ; celui-ci a permis de mettre au jour des instabilités électriques récurrentes qui consistent en :

- Une augmentation globale de la valeur ohmique, c'est-à-dire une dérive de la valeur de la résistance totale de la piste R_T (Fig. 3.1(a)). Cela induit un décalage de la relation R_T - position du curseur sur la piste, entre la valeur réelle et la valeur transmise (l'information transmise aux moteurs ne correspond plus à la position de la manette de poussée) ;
- Des perturbations du signal électrique, ce qui détériore sa qualité. Le signal est bruité et traduit un nombre important de pertes de contact locales pendant de courtes durées (25 ms) (Fig. 3.1(b)), ce qui fait que le signal envoyé aux moteurs est instable.

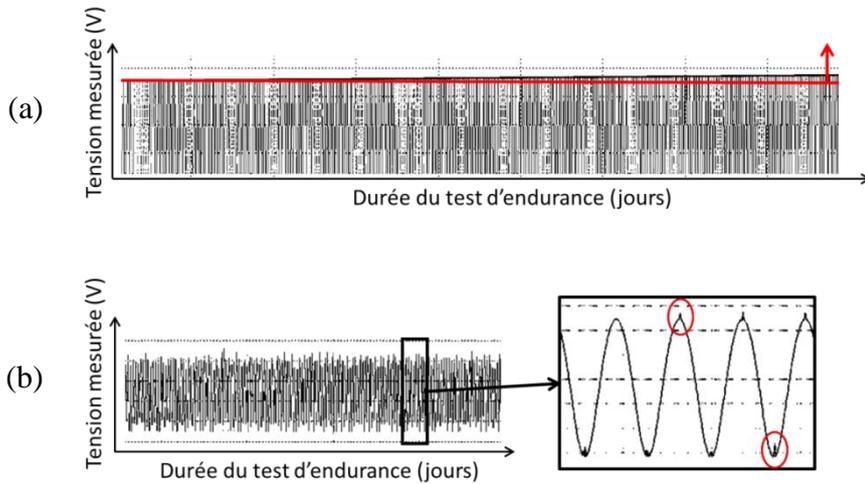


Fig. 3.1 : Extraits d'un essai d'endurance avec détection des instabilités électriques sur les enregistrements de tension des capteurs testés ; (a) Détection de la dérive de R_T avec l'augmentation des V_{max} progressive (crête supérieure) illustrée par la flèche ; (b) Détection des perturbations du signal électrique (pics ou « sauts » entourés).

La dérive de R_T a été rapidement attribuée à une perte de matière (usure) des pistes. En effet, d'après la loi de résistivité décrite dans le chapitre 2, une perte de matière de la piste, donc une perte d'épaisseur e va impacter localement la valeur de la section S , et va finalement provoquer l'augmentation de R_T (Fig. 3.2), selon le calcul présenté en Annexe II. Dans certains cas, l'usure est telle que cela peut mener jusqu'à la rupture de contact, et donc la coupure de circuit.

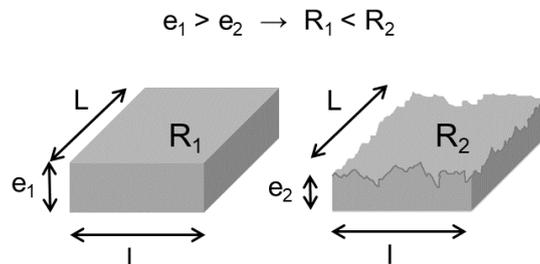


Fig. 3.2 : Description schématique du lien entre l'usure et l'augmentation de R_T de la piste.

Grâce aux enregistrements continus durant les essais d'endurance, il est possible d'observer la dérive en R_T des pistes en fonction du temps (Fig. 3.3). Les différentes observations montrent que les premiers mouvements de glissement provoquent une forte usure ; c'est donc pendant la période de rodage que se concentre généralement l'essentiel de la dérive de R_T . L'évolution de la dérive dans les premiers 10%DDV est donc considérée comme étant une bonne estimation de la dérive totale enregistrée à 100%DDV. Après cette période de rodage, les conditions tribologiques deviennent plus douces et la dérive de R_T se stabilise.

Cependant, certains rares capteurs ne suivent pas la même tendance de dérive (Fig. 3.3 courbe en vert clair). Les propriétés électriques, après une courte période stabilisée, se

détériorent au-delà de la période de rodage, à partir de 25%DDV. Cette ré-accélération de l'usure témoigne d'un endommagement de la matière, qui est provoqué par d'autres origines difficiles à cerner ; ces évolutions sont aléatoires et peuvent être liées par exemple à un micro-défaut particulier et local de la fabrication. C'est pourquoi dans le cadre de la thèse, le comportement des capteurs a été évalué sur des durées d'essai d'endurance pouvant atteindre jusqu'à 120%DDV, dans le but d'analyser et de comprendre la réponse électrique du système en lien avec l'état des surfaces.

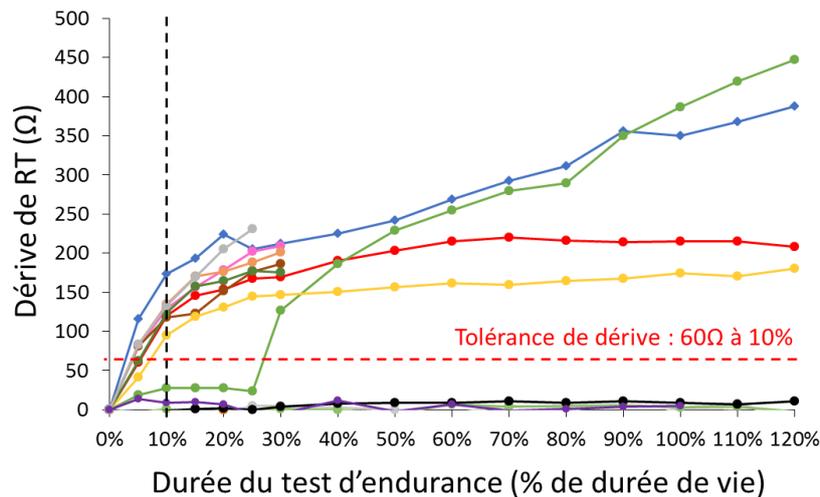


Fig. 3.3 : Évolution de la dérive de R_T au cours d'un essai d'endurance durant jusqu'à 120%DDV des capteurs. Les capteurs enregistrant une dérive supérieure au seuil de tolérance (60Ω) à 10%DDV sont qualifiés de « non viables », l'estimation de leur évolution de R_T à 100%DDV ne permettant pas de respecter le cahier des charges du client (dérive de R_T inférieure à 1%).

L'objectif de l'étude menée sur ces capteurs est d'améliorer la stabilité électrique du contact sur une longue période, et plus particulièrement de limiter la dérive de R_T pour qu'elle soit inférieure à 1%. Afin d'atteindre ce but, il est nécessaire de d'abord comprendre l'origine des perturbations électriques ; cela passe essentiellement par l'analyse du contact, pendant les essais d'endurance. Les différentes observations peuvent ensuite mener à la proposition d'une solution pour améliorer le contact.

3.3 Mécanisme d'usure des surfaces en contact

Les observations réalisées sur de nombreux capteurs (estimés à une centaine pour l'ensemble de l'étude) permettent de mieux comprendre les phénomènes tribologiques mis en jeu dans le système. La première étape du travail de compréhension réside dans l'observation des deux surfaces en contact (morphologies, composition chimique), avant et après l'essai d'endurance. Les analyses réalisées en premier lieu sont donc des observations MEB couplées à des analyses EDX. Ces résultats permettent d'estimer l'impact du frottement sur les surfaces, mais pour l'analyse plus spécifique, d'autres techniques de caractérisations sont parfois nécessaires.

3.3.1 Usure abrasive des pistes NiCr

Durant les essais d'endurance menés sur plus d'une centaine de capteurs, deux cas opposés sont observés dans les réponses tribologiques au frottement :

- Un cas caractérisé par une faible usure de piste et une usure « raisonnable » des curseurs. Il correspond aux capteurs enregistrant peu de dérive de R_T (capteur A) ;
- Un cas caractérisé par une forte usure des pistes et un transfert de matière présent sur les curseurs, correspondant aux capteurs enregistrant une forte dérive de R_T (capteur B).

En comparant la surface des pistes NiCr de deux rhéostats aux réponses tribologiques opposées A et B, une différence de traces d'usure est clairement visible : la perte de masse du capteur B est bien supérieure à celle du capteur A (Fig. 3.4). Il est à noter que plus la perte de matière est faible, moins la marche d'usure est détectable sur les mesures en rugosimétrie, et moins la mesure est précise (Fig. 3.4(b)) ; l'estimation de la perte de masse de quelques % dans le capteur A est donc imprécise. Malgré tout, ces observations sont en cohérence avec le comportement attendu : une usure des pistes NiCr (donc une perte d'épaisseur) est associée systématiquement à une augmentation de la valeur de R_T , et vice versa.

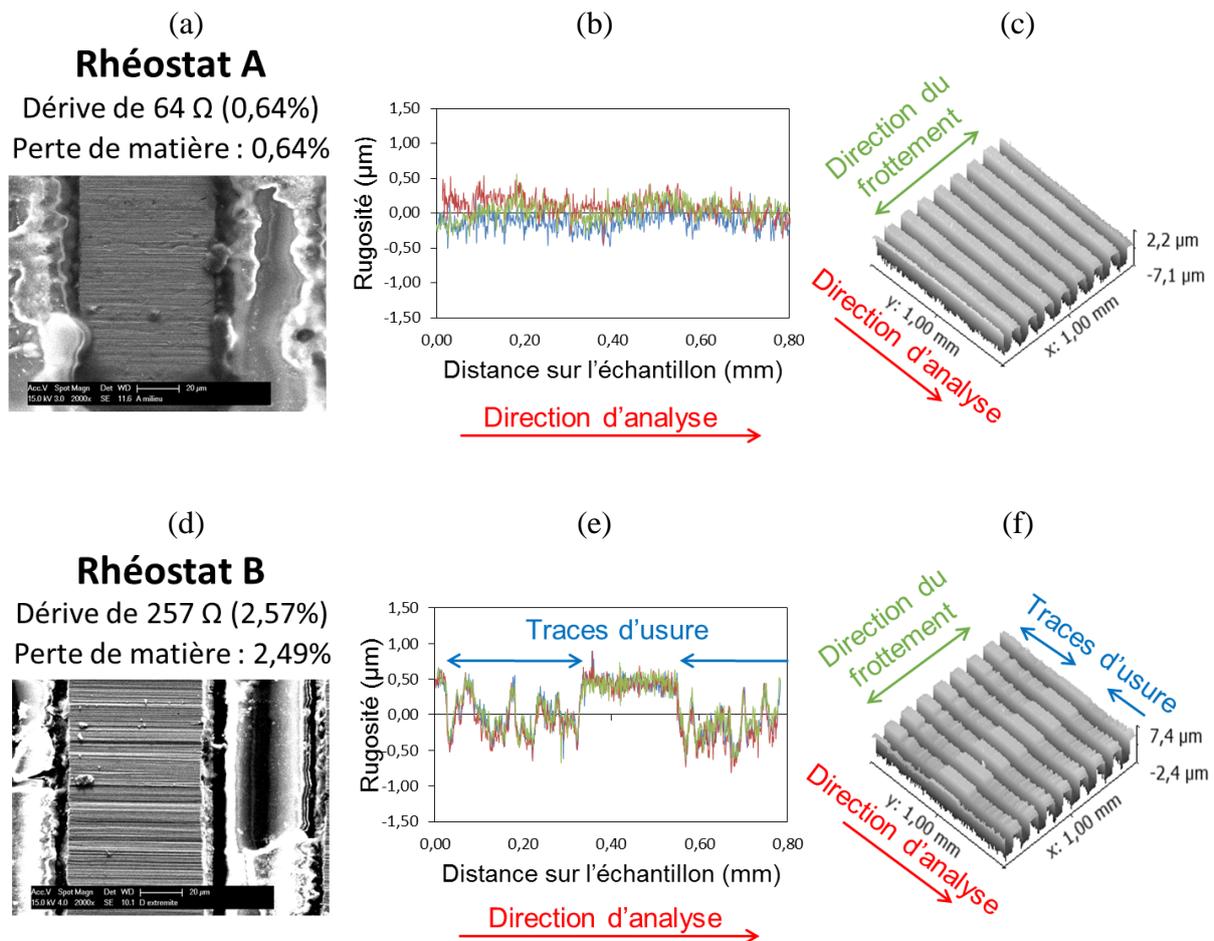


Fig. 3.4 : État de surface des rhéostats A et B sur les zones de frottement ; (a) Image MEB-SE de A ; (b) Profil du relief de A ; (c) Représentation 3D du relief de A ; (d) Image MEB-SE de B ; (e) Profil du relief de B ; (f) Représentation 3D du relief de B.

La tolérance de dérive ohmique acceptable est de 100Ω (1%), ce qui ne correspond qu'à une perte d'environ 50 nm de NiCr sur la totalité de la surface de glissement. Si cette usure peut paraître dérisoire dans certaines applications, l'épaisseur de seulement 5 μm de la piste représente un paramètre critique. En effet, dans les cas extrêmes, la ligne conductrice NiCr peut être coupée et le système est électriquement inopérant.

Dans le capteur B, l'origine de l'usure est bien le frottement du curseur sur la piste, car elle est uniquement localisée sous chaque brin du curseur. Elle est identifiée comme étant de nature abrasive, laissant des stries profondes sur la piste (Fig. 3.4(d)) et pouvant également causer sa déformation plastique. Cette dernière est visible par un déplacement de matière sur les bords du plateau du serpentin, sous forme de « bourrelets » (Fig. 3.5).

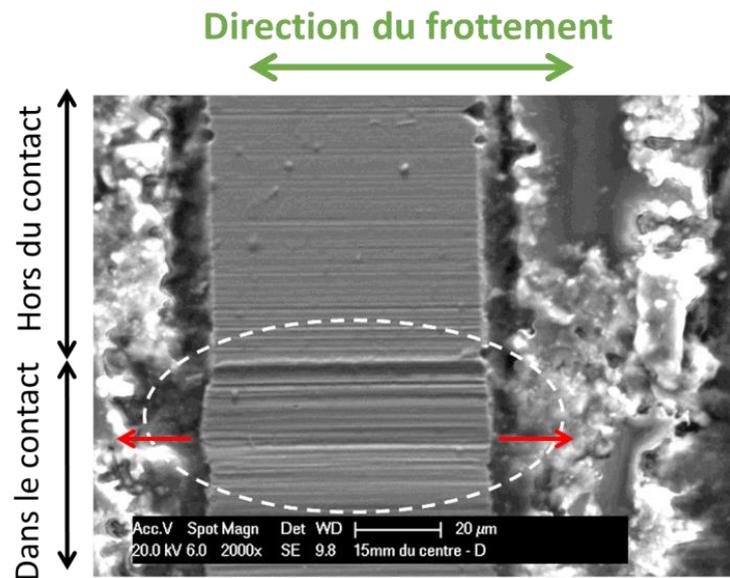


Fig. 3.5 : Image MEB-SE de l'état de surface de la piste NiCr du rhéostat B (de la figure Fig. 3.4), localisée sur une strie d'usure (entourée en blanc) accompagnée d'une forte déformation plastique (flèches rouges).

3.3.2 Hypothèses sur l'abrasion du matériau dur par le matériau mou

Les premières observations des rhéostats montrent que la surface des pistes peut être usée par abrasion. Or, les deux alliages NiCr et AgPdCu sont durcis mécaniquement ; les micro-duretés données par le fournisseur, et considérées comme valeurs nominales, sont respectivement de 430 HV et 270 HV. En tenant en compte ces données, l'usure abrasive semble donc peu probable car le matériau le plus dur (NiCr) est sujet à l'abrasion par le matériau le plus mou (AgPdCu). Afin de déterminer quelles peuvent être les autres origines de l'abrasion, plusieurs tests ont été menés : des tests de dureté pour obtenir les duretés réelles des matériaux du rhéostat, et des tests d'adhérence afin d'évaluer si les surfaces de NiCr sont assez fragiles pour être facilement usées et former facilement des particules d'usure.

3.3.2.1 Duretés des deux surfaces en contact

Du fait des dimensions des échantillons, des nano-indentations par la tranche ont été effectuées sur les surfaces vierges. Des mesures sur des surfaces usées ont également été faites, pour déterminer si l'usure abrasive des pistes pourrait être due à un durcissement éventuel des curseurs.

Le ratio épaisseur de NiCr / diamètre d'indentation est faible (environ 2), ce qui laisse à penser que les effets de bord sont importants. Pour des surfaces métalliques de type NiCr, l'effet de bord impacte les valeurs de dureté en les sous-estimant de 5 à 10%. Dans le cas du curseur AgPdCu, les échantillons sont suffisamment épais pour les éviter.

Sur les images MEB des traces d'indentation (Fig. 3.6 & Fig. 3.7), on remarque la formation de bourrelets sur les bords des traces. Cet effet est typique des matériaux durcis, avec une faible capacité de déformation résiduelle. Il peut influencer les résultats en impactant notamment les valeurs de duretés : l'aire de contact projetée augmente et devient plus grande que l'aire de la section réelle de l'indenteur, à la même profondeur d'enfoncement [167], [168]. Ainsi, les valeurs de dureté vont être surestimées car la méthode Oliver-Pharr, considérant l'aire projetée théorique, sous-estime l'aire de la section réelle [168].

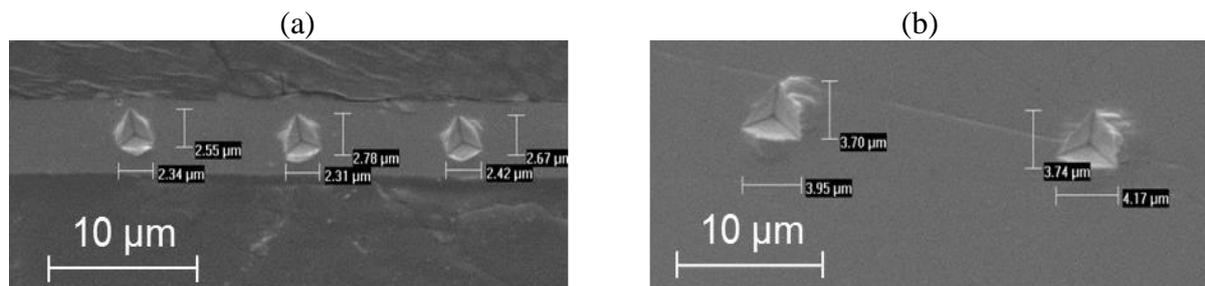


Fig. 3.6 : Images MEB-SE des traces d'indentation ; (a) Sur un échantillon NiCr ; (b) Sur un échantillon AgPdCu.

L'effet des bourrelets (Fig. 3.7) a été estimé avec le ratio de l'aire de contact mesurée sur les images MEB (A_r) sur l'aire de contact donnée par la méthode Oliver-Pharr ($A_{\text{Oliver-Pharr}}$) (3.1):

$$C_{HV} = \frac{A_r}{A_{\text{Oliver-Pharr}}} \quad (3.1)$$

Les facteurs de correction ainsi obtenus sont (Annexe V) : $C_{\text{NiCr}} = 1,30 \pm 0,04$ pour le NiCr, et $C_{\text{AgPdCu}} = 1,27 \pm 0,01$ pour l'AgPdCu.

Les effets de bords et la formation de bourrelets n'impactent donc pas les valeurs de dureté de manière à se compenser ; l'effet des bourrelets est plus important. Les valeurs des duretés présentées par la suite ont donc été corrigées par le facteur C_{HV} .

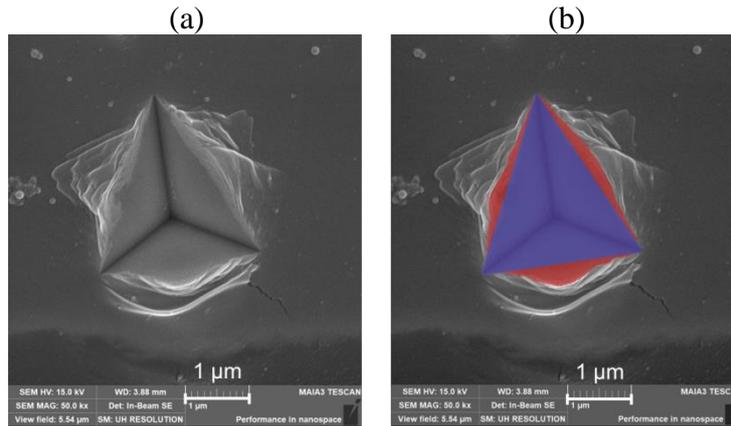


Fig. 3.7 : Image MEB-SE d'une trace d'indentation sur l'alliage NiCr ; (a) Trace d'origine sans mesure ; (b) Trace avec les mesures d'aires permettant d'obtenir le facteur C_{HV} , estimant l'effet des bourrelets sur les mesures de duretés. $A_{\text{Oliver-Pharr}}$ est représentée en bleu, et le surplus d'aire correspondant à $A_{\text{réelle}}$ est représenté en rouge.

La figure Fig. 3.8 présente les valeurs de dureté de couples piste – curseur de plusieurs rhéostats, en fonction de la dérive de valeur ohmique enregistrée pendant l'essai d'endurance. Les résultats montrent tout d'abord que les matériaux tels qu'approvisionnés présentent déjà une dispersion dans leurs duretés. Malgré tout, le NiCr reste plus dur que l'AgPdCu. Généralement, le NiCr est suffisamment dur pour être théoriquement protégé d'une usure abrasive provoquée par les curseurs. Cependant, le ratio de duretés tend à diminuer dans les cas où les capteurs ont connu une forte dérive de valeur ohmique.

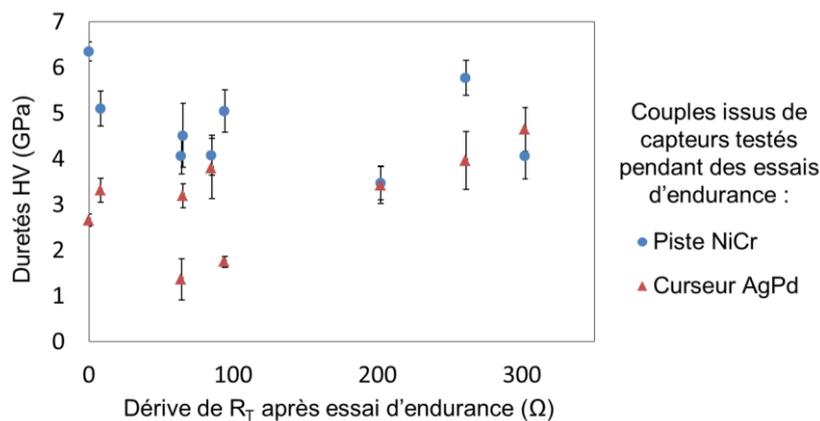


Fig. 3.8 : Duretés estimées avec la méthode Oliver-Pharr corrigées avec le facteur C_{HV} et issues des tests d'indentation par la tranche in situ dans le MEB (contrôle en déplacement).

3.3.2.2 Essais d'adhérence sur les surfaces NiCr

Des tests Scotch[®] ont été réalisés sur des feuilles de NiCr (matière première, avant manipulation et transformation) et sur des pistes en serpent. Ces tests permettent de déterminer si les échantillons NiCr ont, du fait de leur préparation (attaque, polissage...), des particules libres en surface, susceptible d'être arrachées dès les premiers mouvements de glissement et de participer ensuite à l'usure des surfaces au sein du troisième corps.

Les observations EDX des bandes adhésives montrent qu'il n'a pas été possible d'arracher d'éventuelles particules libres présentes en surfaces des échantillons. Les seuls éléments détectés sur les bandes adhésives sont des pollutions (riches en C, O, N, K, Na) ou encore la couche de métallisation Pt (Fig. 3.9). De même, les surfaces NiCr avant et après test Scotch® sont considérées comme identiques ; aucune particule libre n'est observée, et il n'y a pas de différence d'état de surface notable (comme une diminution de rugosité par exemple).

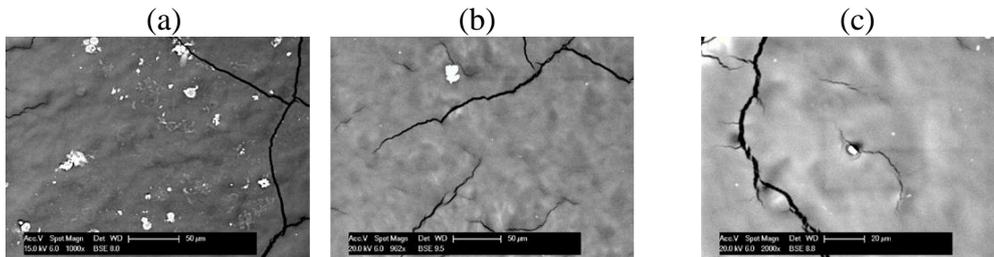


Fig. 3.9 : Images MEB-BSE des particules retrouvées sur la bande adhésive ; (a) et (b) Sur des feuilles NiCr provenant de deux lingots différents ; (c) Sur une piste NiCr en serpentin.

Pour générer des particules d'usure de NiCr, il semble donc nécessaire d'appliquer de fortes forces de frottement. Cependant, l'état de surface des pistes après l'ensemble des étapes de fabrication est plus rugueux, du fait de l'étape de polissage mécanique finale. Cet état de surface caractérisé par de grandes stries d'abrasion, très différent de celui des feuilles NiCr d'origine, peut participer à une usure prématurée des surfaces pendant le frottement.

L'ensemble des analyses menées pour comprendre l'origine de l'usure abrasive du NiCr n'a donc pas été concluante : les duretés ne justifient pas d'abrasion, et le NiCr ne semble pas assez fragile pour former facilement des particules d'usure. Un autre phénomène favorisant l'abrasion est donc suspecté.

3.3.3 Formation d'un troisième corps par adhésion

Les observations des surfaces après essais d'endurance montrent la formation d'un dépôt sur les curseurs AgPdCu, spécifiquement lorsque les propriétés électriques du rhéostat sont fortement perturbées. Ce dépôt est qualifié par la suite de « troisième corps ».

3.3.3.1 Caractéristiques du troisième corps

D'après les images MEB-SE de la surface, le troisième corps se présente sous la forme d'un transfert de matière compact, recouvrant des parties de rayures d'usure présentes sur le curseur. Il se présente sous forme d'amas de particules incrustées, étalées et compactées.

Ce troisième corps est une couche riche en Ni d'après les analyses EDX (Fig. 3.10) et XPS (Fig. 3.11). Les analyses EDX montrent la présence seulement de Ni dans le troisième corps (Fig. 3.10(c)), entouré des éléments de la graisse (Si et F). Le Cr n'est pas détecté dans le transfert, mais est présent en faible quantité sous forme de particules d'usure.

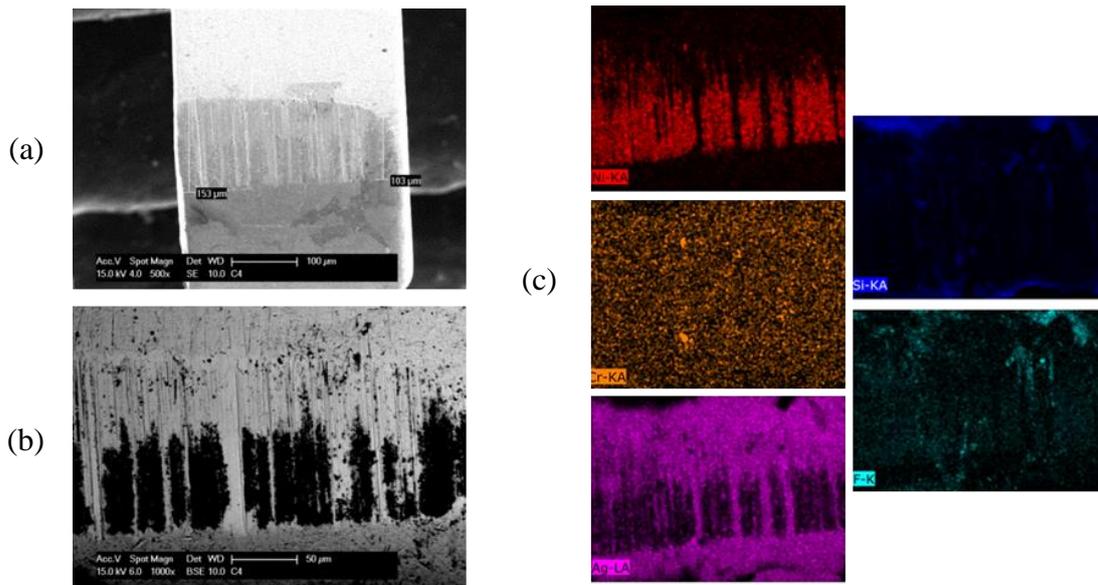


Fig. 3.10 : Présence du troisième corps sur les curseurs AgPdCu issu d'un capteur ayant eu une forte dérive de valeur de résistance R_T après les essais d'endurance (257Ω) ; (a) Image MEB-SE d'un brin du curseur AgPdCu ; (b) Image MEB-BSE de la zone de frottement zoomée de (a) ; (c) Analyse EDX de la zone (b) avec rouge = Ni, orange = Cr, rose = Ag, bleu = Si et cyan = F.

Les analyses XPS confirment les résultats EDX : l'analyse d'un couple piste – curseur issu d'un capteur à forte dérive de R_T montre la détection du nickel mais pas du chrome sur les curseurs recouverts du troisième corps (Fig. 3.11, spectres bleus). En effet, sur les spectres de l'élément Ni (Fig. 3.11(a)), les pics associés au Ni sont présents sur les deux surfaces du couple piste – curseur recouvert du troisième corps ; en revanche, sur le spectre de l'élément Cr (Fig. 3.11(b)), les pics associés au Cr sont présents sur la piste, mais pas sur le curseur recouvert du troisième corps.

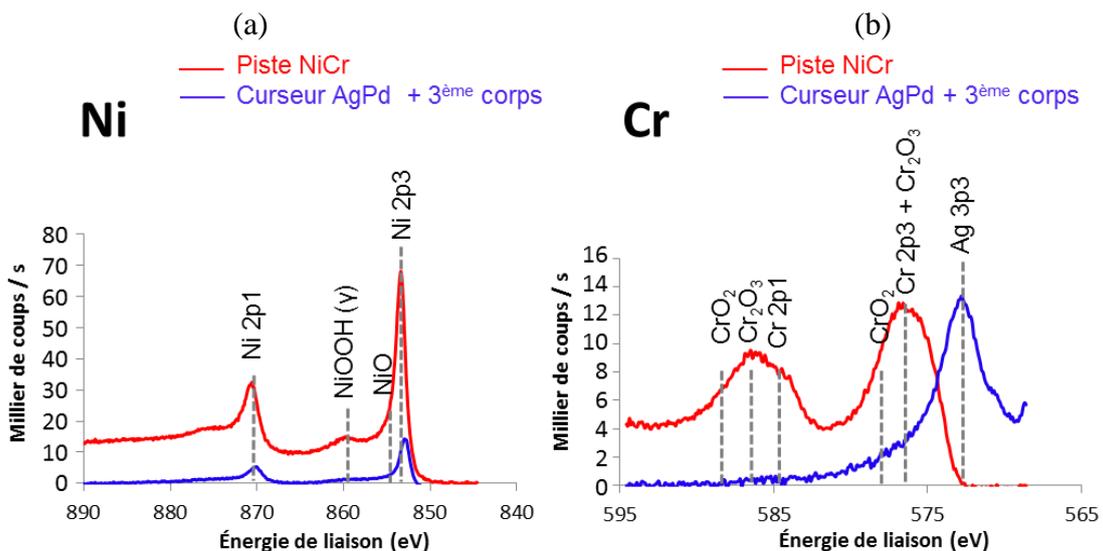


Fig. 3.11 : Spectres XPS des surfaces issues d'un capteur ayant eu une forte dérive de R_T après les essais d'endurance (257Ω) ; (a) Spectre du Ni: Ni est présent sur la piste et sur le curseur ; (b) Spectre Cr: Cr est présent sur la piste mais pas sur le curseur.

Afin de comprendre l'origine de la formation du troisième corps, ainsi que son effet destructeur sur la piste NiCr, des analyses complémentaires au MET ont été nécessaires. Des coupes FIB d'un couple piste – curseur provenant d'un capteur avec une forte dérive ohmique après essai d'endurance ont été réalisées.

Tout d'abord, l'observation des coupes au MET permet de confirmer l'état de la piste observée jusqu'ici : en profondeur (« dans la masse »), le NiCr présente des grains très allongés typiques des matériaux fortement laminés, comme observé dans le chapitre 2 grâce aux polissages électrolytique et ionique.

En surface, les grains sont déformés sur une profondeur pouvant atteindre jusqu'à 1 μm , et ne sont plus représentatifs d'une surface laminée. En effet, les images MET en mode STEM montrent que la surface a subi une forte déformation plastique, ce qui modifie l'aspect des grains qui sont moins allongés et plus hétérogènes en tailles (Fig. 3.12(a)). Ces observations laissent à penser qu'une recristallisation partielle et graduelle est provoquée par le frottement mécanique des curseurs sur les pistes. Cela est en accord avec la déformation plastique mise en évidence sur les observations MEB des surfaces NiCr après frottement, sur lesquelles il était possible d'observer un déplacement de matière dans le sens du glissement (Fig. 3.5).

Sur la figure Fig. 3.12(b), il existe une zone sur les pistes dont la microstructure est différente de celle du NiCr laminé ou de sa couche recristallisée sous l'action du frottement ; dans cette zone (entourée en pointillés noirs), la structure est beaucoup plus fine et semblable à des particules compactées. La présence de pores et fissures dans cette zone montre que ces particules fines semblent s'être incrustées petit à petit au cours du frottement. Elle est d'ailleurs localisée sur les fortes traces d'usure abrasive de la piste NiCr, là où la déformation plastique semble avoir été la plus importante. L'analyse chimique de cette zone, présentée dans la figure Fig. 3.13 et du tableau Tab. 3.1, montre que cette structure fine est très riche en élément Ni, mais ne contient pas de Cr. Elle se rapproche donc de la composition chimique du troisième corps adhérent aux curseurs AgPdCu.

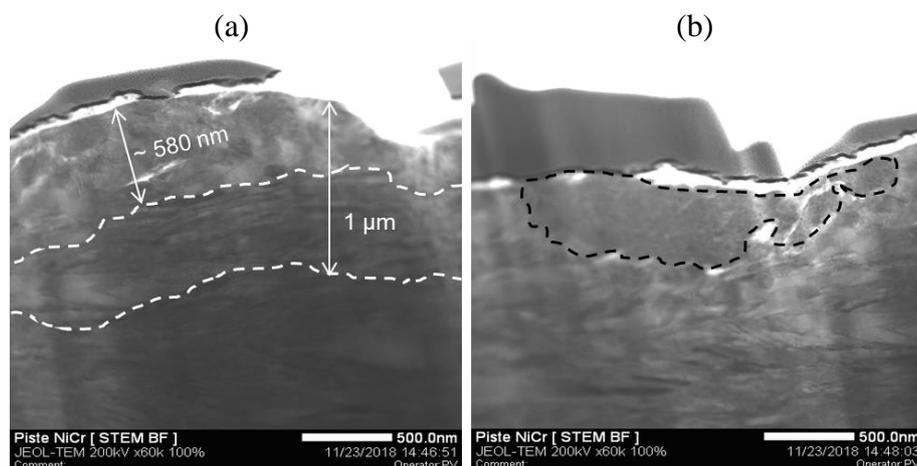


Fig. 3.12 : Images STEM-BF de la piste NiCr issue d'un capteur ayant une forte dérive de R_T après les essais d'endurance, dans la zone de contact ; (a) Surface très déformée avec, sur une épaisseur d'environ 1 μm , des grains qui ne sont plus allongés ; (b) Zone incrustée (entourée en pointillés noirs) présentant des différences de structures (amas de particules).

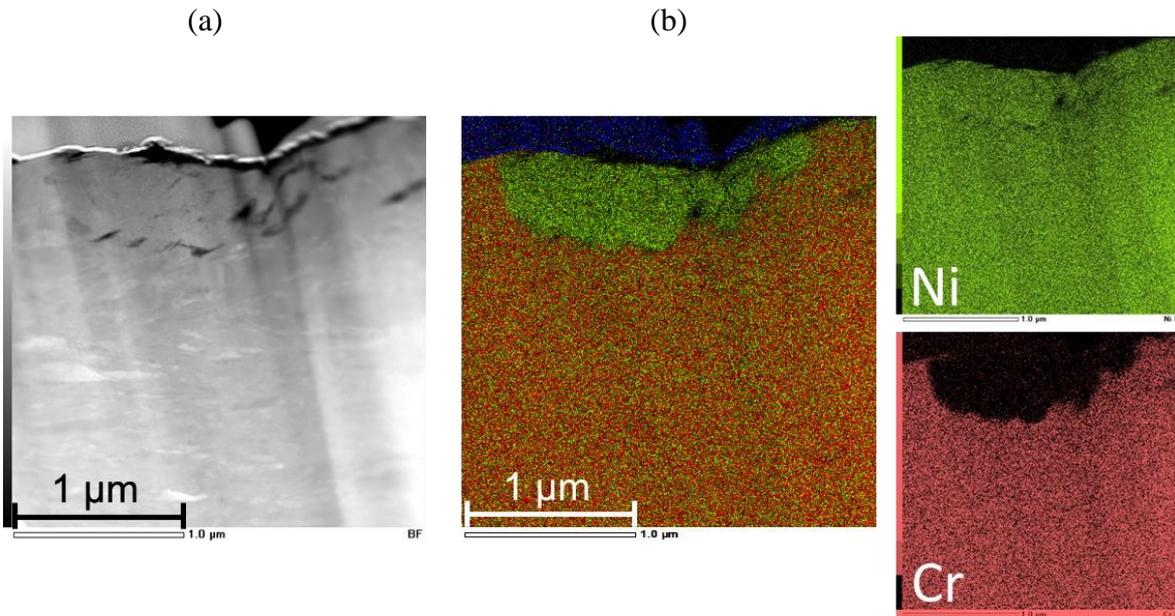


Fig. 3.13 : Analyses de la piste NiCr de la figure Fig. 3.12 ; (a) Images STEM-BF ; (b) Image en contraste chimique (EDX) de la zone (a), avec bleu = Pt (revêtement protecteur), vert = Ni, rouge = Cr.

| Élément | %at (zone matrice) | %at (zone nanocristalline) |
|---------|--------------------|----------------------------|
| C | 1,3 | 1,6 |
| O | 1,6 | 1,9 |
| Al | 0,7 | 0,0 |
| Si | 0,4 | 0,3 |
| Cr | 20,9 | 0,8 |
| Ni | 74,9 | 94,0 |

Tab. 3.1 : Tableau des %at de chaque zone correspondant aux analyses EDX de la figure Fig. 3.13(b) : celle du NiCr en masse (zone matrice) et celle de l'amas de nanoparticules (zone nanocristallisée).

Les analyses MET du curseur AgPdCu permettent de confirmer les différentes observations réalisées jusque-là :

- La microstructure de l'AgPdCu (présent sous le troisième corps), peut être décrite comme extrêmement déformée, sous l'effet de la contrainte mécanique induite par le frottement (Fig. 3.14(a)). Les grains ne sont plus allongés comme dans leur état initial (sans doute dû à une étape de tréfilage lors de la fabrication des curseurs). Avant ou pendant la formation du troisième corps, la surface du curseur est donc déformée plastiquement par l'action du frottement, ce qui est cohérent avec le rapport des duretés NiCr/AgPdCu ;

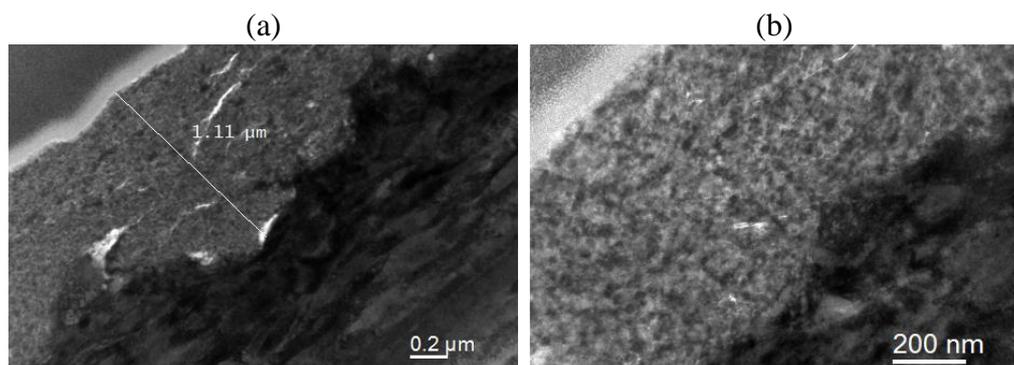


Fig. 3.14 : Images MET-BF du curseur AgPdCu issu d'un capteur ayant une forte dérive de R_t après les essais d'endurance, dans la zone de contact ; (a) Troisième corps incrusté d'environ 1 μm d'épaisseur. La surface métallique est déformée avec des grains qui ne sont plus allongés sur une épaisseur d'environ 700 nm ; (b) Zoom de (a) dans l'amas de nanoparticules.

- Le troisième corps est riche en Ni (Fig. 3.15 & Tab. 3.2), dont la présence est estimée à plus de 90%at. Les traces de Cr détectées en EDX sont négligeables ;

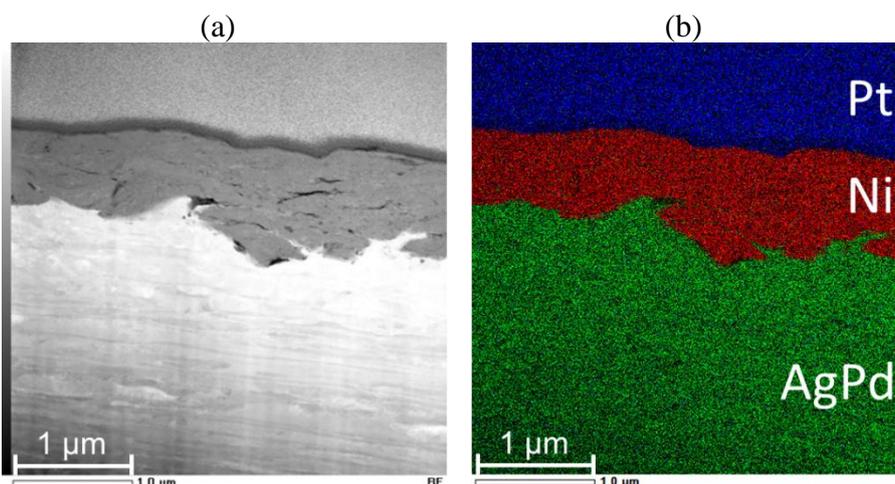


Fig. 3.15 : Analyses du curseur AgPdCu observé dans la figure Fig. 3.14 ; (a) Images STEM-BF de la zone choisie ; (b) Image en contraste chimique (EDX) de la même zone avec bleu = Pt, rouge = Ni, vert = AgPd.

| Élément | %at (zone matrice) | %at (zone dépôt) |
|---------|--------------------|------------------|
| O | 1,9 | 2,7 |
| Ag | 47,5 | 2,8 |
| Pd | 49,2 | 2,8 |
| Cr | 0,2 | 0,3 |
| Ni | 1,1 | 91,4 |

Tab. 3.2 : Tableau des %at de chaque zone correspondant aux analyses EDX de la figure Fig. 3.15(b) : celle de l'AgPdCu en masse (zone matrice) et celle de l'amas de nanoparticules (zone dépôt).

- Le troisième corps est un amas de particules nanométriques (Fig. 3.14(b)) incrusté dans la surface des curseurs. Les particules nanométriques forment en fait une structure nanocristalline (Fig. 3.16) ; les observations MET couplées à des analyses en diffraction témoignent de cette structure particulière.

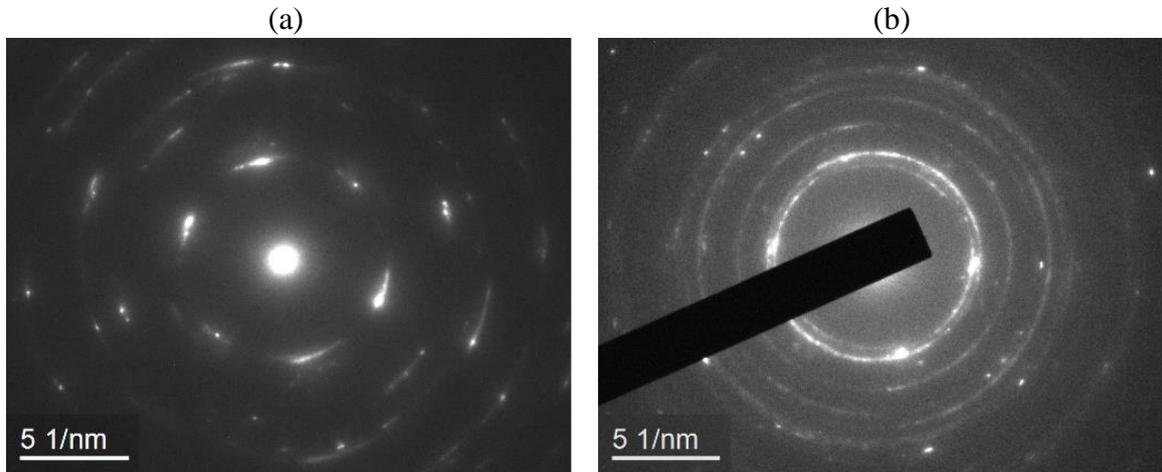


Fig. 3.16 : Clichés de diffraction en SAED associés aux analyses MET ; (a) Cliché du substrat de la piste NiCr ; (b) Cliché du troisième corps riche en Ni au caractère nanocristallin.

Le troisième corps se forme donc par incrustation progressive de particules d'usure nanométriques de Ni (plus dures que l'AgPdCu), issues de la surface NiCr.

3.3.3.2 Lien troisième corps-abrasion

La vérification de l'effet du troisième corps sur l'usure abrasive de la piste est rendue possible par l'observation simultanée des deux surfaces en contact. La mise en regard d'un curseur recouvert du troisième corps avec deux plateaux du serpent de la piste sur lesquels il a frotté montre que chaque amas de Ni retrouvé sur le curseur AgPdCu correspond à une strie d'abrasion sur la piste (Fig. 3.17).

L'usure abrasive de la piste est localisée sous chaque micro-zone où le troisième corps s'est formé sur le curseur AgPdCu. Cela peut être expliqué par l'état nanocristallin du troisième corps : cette microstructure particulière induit une augmentation importante de sa dureté, tout comme les surfaces hyper-déformées traitées en TTS sont plus dures de par leur microstructure plus fine. Les résultats de Popov et al. [117] ont d'ailleurs démontré une augmentation de dureté sur la surface d'un échantillon de Ni (quelques μm de la surface) par la contribution mécanique d'un frottement sévère, jusqu'à atteindre une dureté de 6,5 GPa. Cette augmentation de dureté est observée dans une étude de frottement de Ni pur de structure fcc, dont la dureté initiale est de $2,63 \pm 0,25$ GPa, face à de l'acier (AISI1040) en régime de lubrification limite avec l'huile PAO4. Dans ces conditions, la microstructure du Ni a été fortement modifiée en surface, avec l'apparition de grains « ultra-fins » équiaxes d'orientations diverses, qui provoquent une augmentation de dureté. Ces phénomènes sont

similaires au cas du rhéostat ; si ces résultats sont considérés comme représentatifs, la dureté de 6,5 GPa du Ni après frottement est suffisante pour provoquer l'abrasion de la piste NiCr.

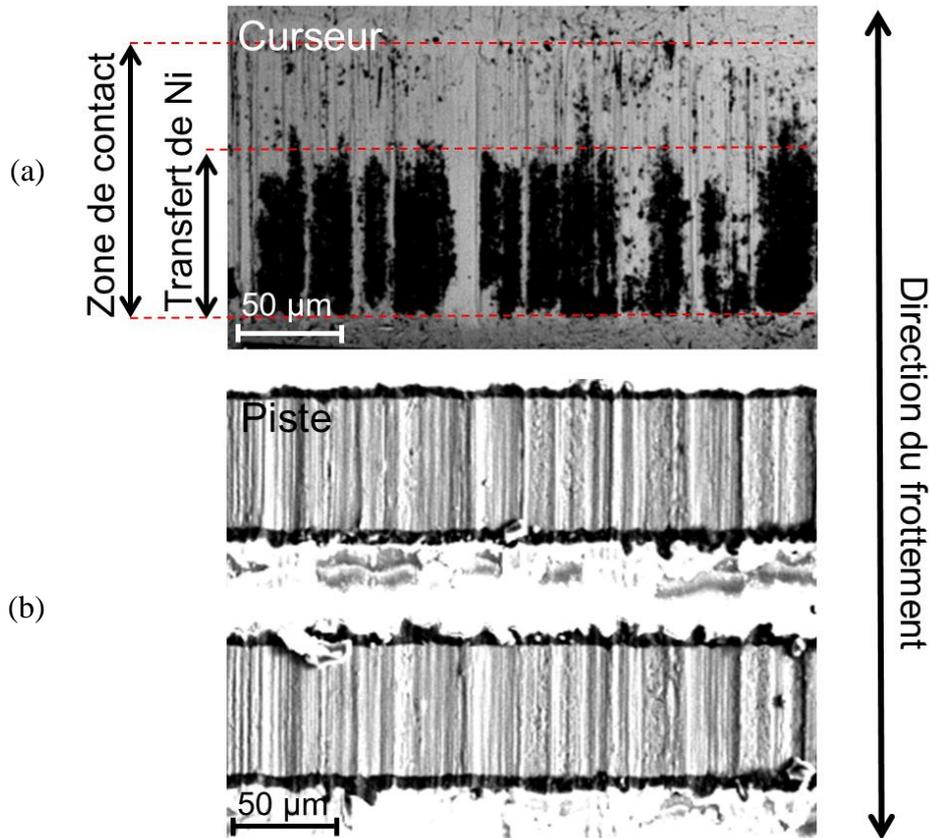


Fig. 3.17 : Analyse de la zone de contact d'un capteur ayant eu une forte dérive de R_T après les essais d'endurance ; (a) Image MEB-BSE du curseur AgPdCu ; (b) Image MEB-SE de la piste NiCr endommagée.

L'usure de la piste NiCr par le troisième corps semble faire intervenir uniquement les particules d'usure de Ni, et non celles du Cr et de l'alliage AgPdCu. S'il est possible d'expliquer que les particules d'AgPdCu n'interviennent pas dans la formation du troisième corps (par adhésion préférentielle sur les pistes NiCr plutôt que dans les amas Ni, ou par leur évacuation du contact grâce au lubrifiant), la disparition du Cr dans les particules d'usure pose question.

3.3.4 Hypothèses sur la disparition du Cr

Dans un mécanisme d'adhésion classique, les particules d'usure de Ni et de Cr formées à partir des pistes devraient se trouver toutes deux dans la composition du troisième corps. Mais sa composition est quasi-exclusive en Ni, alors que l'alliage NiCr est composé d'environ 20% en masse de Cr. La principale question qui se pose est donc de comprendre l'origine de la disparition du Cr lors de la formation du troisième corps.

3.3.4.1 Éléments bibliographiques

La formation d'un transfert sélectif a déjà été étudiée, notamment dans les usinages grande vitesse, pendant lesquels les hautes températures et les hauts gradients de pression accélèrent les phénomènes de diffusion, certains éléments pouvant alors avoir une vitesse de diffusion très supérieure à celles des autres. Les transferts peuvent être formés à des températures élevées dans les zones de cisaillement secondaire, comme pour les usinages d'alliages Ti par des outils bruts WC-Co [169], qui peuvent être simulés par un modèle thermomécanique d'usinage couplé à un modèle de diffusion [170].

Le chrome et les différents composés de Cr (CrO_3 , CrO , $\text{Cr}(\text{OH})_6$, $\text{CrO}_2(\text{OH})_2$, CrO_2Cl_2) sont connus comme étant potentiellement volatiles, mais souvent à des températures relativement élevées, d'au moins 600°C . Il faut également parfois la présence d'une humidité importante (pour une réactivité avec l'eau et l'oxygène, comme par exemple Cr_2O_3 qui devient $2\text{CrO}_2(\text{OH})_2$). Cela a été montré dans plusieurs travaux relatant ces phénomènes notamment dans des aciers inoxydables ou alliages Fe-Cr [171]–[176]. Dans le rhéostat, la température de contact n'atteint a priori pas ces températures, et l'environnement ne présente pas de taux d'humidité important. La volatilité des composés chromés semble difficile dans ces conditions. Néanmoins, quelques études comme celle de McDonald et Margrave [177] font état de la volatilité de CrO_3 à partir de 150°C , ce qui se rapproche des conditions du rhéostat.

Les travaux de Glazoff et al. [178] ont montré que la formation d'un oxyde sur la surface d'un revêtement en Ni dopé au Cr (sur de l'acier) empêche la migration des atomes de Cr et diminue ainsi leur volatilité (sous des conditions de température et d'humidité élevées). En temps normal dans un alliage NiCr pur non oxydé, du fait de leurs rayons atomiques similaires, le Cr diffuse particulièrement facilement dans la matrice de Ni (voir le diagramme de phase dans le chapitre 2). Mais pour des raisons de niveaux énergétiques, les atomes de Cr ont tendance à ne pas être en surface du Ni, mais se répartissent uniformément en-dessous sans former d'amas de Cr ; autrement dit, le Cr reste en solution solide dans l'alliage, mais avec une déplétion dans la première couche atomique. Cependant, dans les travaux de Glazoff et al., lors de l'oxydation du revêtement NiCr, il a été montré que la formations de liaisons Cr-O est plus favorable à celle des Ni-O, ce qui provoque la formation d'amas à la fois de Ni oxydé mais également de Cr oxydé. La composition locale réelle du revêtement est ainsi obtenue par la compétition entre la diffusion du chrome et la formation d'amas de CrO_x dans la matrice NiO.

Les phénomènes de diffusion d'atomes peuvent être également favorisés par d'autres mécanismes. L'électromigration, c'est-à-dire la diffusion accélérée d'atomes par l'effet de chocs d'électrons, en fait partie. Dans ce cas, la formation d'une ségrégation a tendance à se faire à l'extrémité d'un élément conducteur [31]. Il est également connu que le courant électrique et le champ magnétique peuvent impacter les mécanismes d'usure, et notamment la formation de troisièmes corps, via un changement de propriétés d'une surface comme la dureté [179], [180]. Dans le rhéostat, aucun champ magnétique significatif n'est présent dans le capteur (les intensités sont de l'ordre du milliampère), et les densités de courant sont

modérées (quelques milliampères par millimètre carré). Cela conforte l'idée que des effets directs électromagnétiques sont peu probables.

Le palladium contenu dans les curseurs AgPdCu, peut quant à lui provoquer des effets catalytiques ; il est notamment connu pour présenter une certaine réactivité chimique [181]. Le palladium est largement utilisé dans les industries chimiques et pétrolières [182], notamment pour la création de liaisons C-C qui a valu le Prix Nobel de Chimie 2010, mais également dans l'industrie automobile qui l'utilise dans les pots catalytiques afin de transformer des composés nocifs (CO, HC, etc.) en CO₂, N₂ et H₂O. L'action mécanique favorise également les effets catalytiques, comme par exemple avec la formation de polymère dans des systèmes de coupure (ouverture/fermeture de contact) mettant en œuvre un frottement Pd-Pd dans un environnement de faible concentration en vapeur organique [183], [184]. Enfin, combiné avec l'élément Ag, il peut favoriser des réactions chimiques, comme dans le cas présenté dans les travaux de Kumara et al. [185] de nanoparticules combinées de Pd et d'Ag utilisée comme additif dans une huile de base PAO et formant des tribofilms protecteurs sur les surfaces.

Les différents points à prendre en compte sont donc la température flash qui pourrait atteindre des valeurs élevées localement dans le contact, susceptibles de provoquer l'évaporation des oxydes et hydroxydes de chrome, et également de potentiels effets catalyseurs sur l'oxydation du Cr de la part du Pd contenu dans les curseurs AgPdCu ; ces deux points pouvant jouer des rôles combinés.

3.3.4.2 Comportement tribologique d'un contact NiCr-Acier

Des éléments bibliographiques peuvent établir des hypothèses quant à la disparition du Cr dans la formation du troisième corps. En revanche, une observation sur des contacts proches de ceux du rhéostat peut également apporter des éléments de réponse ; cela permet plus généralement de mieux comprendre les phénomènes de formation du troisième corps. Pour ce faire, des tests sur tribomètre ont été réalisés dans une configuration pion-disque, avec une bille de $\varnothing = 5$ mm en acier 100Cr6 ($R_a = 0,14 \pm 0,01 \mu\text{m}$). Bien que le disque soit du même matériau que la piste du capteur, il a été décidé de simplifier le contact en utilisant une surface non texturée donc sans gravure de serpent (Ra = 0,015 ± 0,001 μm). Le but principal de ce genre de test est de déterminer si le troisième corps peut se former dans des conditions proches de celles du rhéostat, mais en substituant l'alliage d'AgPdCu par de l'acier. S'il se forme, l'étude de sa composition chimique peut donner des renseignements sur la disparition du Cr dans le troisième corps.

Trois cas ont été testés, pour déterminer notamment l'influence de la nature des lubrifiants sur la formation du troisième corps :

- Feuille plane de NiCr – bille 100Cr6, en conditions de contact sec ;
- Feuille plane de NiCr – bille 100Cr6, lubrifié à la graisse standard A-2 ;
- Feuille plane de NiCr – bille 100Cr6, lubrifié à l'huile de base de A-2, A-1.

L'ensemble des tests montrent des résultats similaires pour les deux vitesses de glissement choisies, et pour les deux forces normales appliquées (conditions décrites au chapitre 2). Ainsi, il a été choisi d'analyser plus en détails les résultats pour une vitesse de glissement de 21 mm/s avec une force normale appliquée de 4,3 N. Tous les résultats présentés ont été sélectionnés pour montrer des comportements globaux aux systèmes, à partir de 4 mesures indépendantes mais réalisées dans des conditions similaires.

Dans un premier temps, il est possible d'observer des dépôts de matière aux interfaces, en particulier sur les billes en acier (Fig. 3.18(b), (d) & (f)). La composition de ces dépôts révélée par l'EDX (Fig. 3.19, Fig. 3.20 & Fig. 3.21) montre une association spatiale du Ni et du Cr, contrairement à ce qui est observé dans les capteurs de type rhéostat. En effet, le film qui se forme à la surface des billes en acier est composé de particules de NiCr oxydées ; ce film est :

- Un amas de particules éjectées du contact dans le cas du frottement à sec (Fig. 3.20) ;
- Un résidu de graisse A-2 dans lequel sont piégées des particules de NiCr dans le cas du frottement graissé (Fig. 3.21).

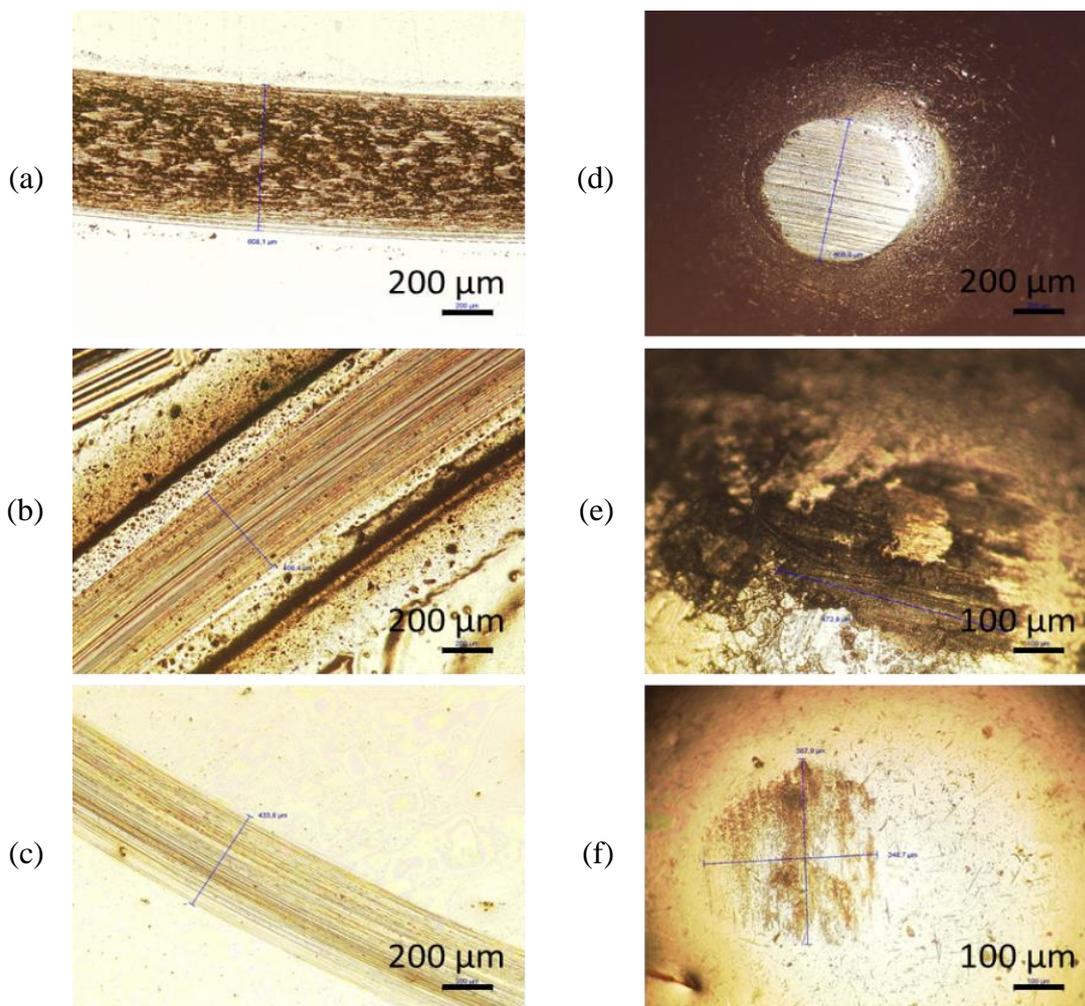


Fig. 3.18 : Observations au microscope optique ; (a) Trace sur le NiCr à sec ; (b) Trace sur la bille acier à sec ; (c) Trace sur le NiCr avec A-2 ; (d) Trace sur la bille acier avec A-2 ; (e) Trace sur le NiCr avec A-1 ; (f) Trace sur la bille acier avec A-1.

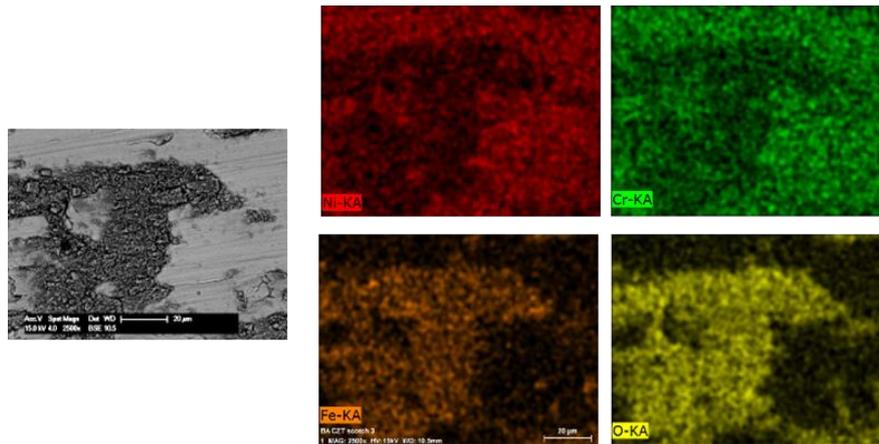


Fig. 3.19 : Image MEB-BSE et analyse EDX correspondante de résidus sur la piste NiCr à sec avec rouge = Ni, vert = Cr, orange = Fe et jaune = O.

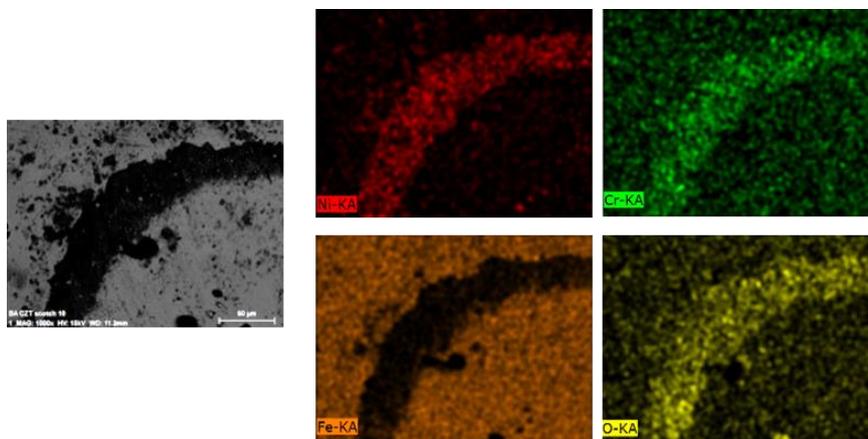


Fig. 3.20 : Image MEB-BSE et analyse EDX correspondante de résidus sur la bille acier à sec, avec rouge = Ni, vert = Cr, orange = Fe et jaune = O.

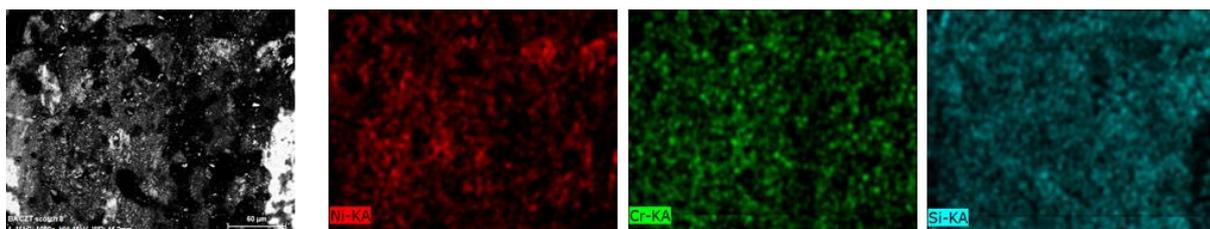


Fig. 3.21 : Image MEB-BSE des résidus sur la bille acier avec la graisse A-2 et son analyse EDX correspondante avec rouge = Ni, vert = Cr, cyan = Si.

S'il est possible de voir que la nature des matériaux peut influencer le contact, il en est de même pour la nature du lubrifiant ; le rôle et le comportement du lubrifiant permettent notamment d'évaluer l'efficacité de la graisse A-2 par rapport à l'huile de base A-1 ou par rapport aux frottements à sec. Dans le cas des conditions lubrifiées, les coefficients de frottement se stabilisent rapidement à des valeurs basses par rapport aux conditions à sec. Pour la graisse, il augmente rapidement de $\mu = 0,25$ à $\mu = 0,35$, puis diminue pour atteindre une valeur de $\mu = 0,1$ (Fig. 3.22) ; après quelques tours, la bille a subi le rodage (sa rugosité Ra passe de 0,14 à 0,08 μm), et la graisse a libéré un film d'huile dans le contact et a permis

sa réalimentation régulière au cours du temps, grâce notamment à l'effet du PTFE. Pour l'huile, il reste stable, $\mu = 0,25$ à $0,3$ (Fig. 3.22) ; l'huile semble ainsi efficace dès les premiers tours, mais a tendance à être éjectée du contact sans pouvoir y revenir facilement, d'où un coefficient de frottement moins stabilisé est plus important que dans le cas de la graisse. Cette différence d'évolution est donc attribuée aux différences de propriétés des deux lubrifiants (viscosité, quantité de PTFE), mais dans les faits, sur de longues durées d'essais, les deux lubrifiants présentent des performances de lubrification similaires. Dans les deux cas lubrifiés, la valeur basse des coefficients de frottement stabilisés témoigne de leur efficacité par rapport au frottement à sec : les traces d'usure sur les deux surfaces sont relativement faibles (environ $450 \mu\text{m}$ de largeur, -25% par rapport au cas sec), et il n'y a que très peu de particules d'usures dans le contact (Fig. 3.18). Les lubrifiants ont donc bien joué un rôle de piège à particules d'usure, et ont permis de les éjecter hors du contact.

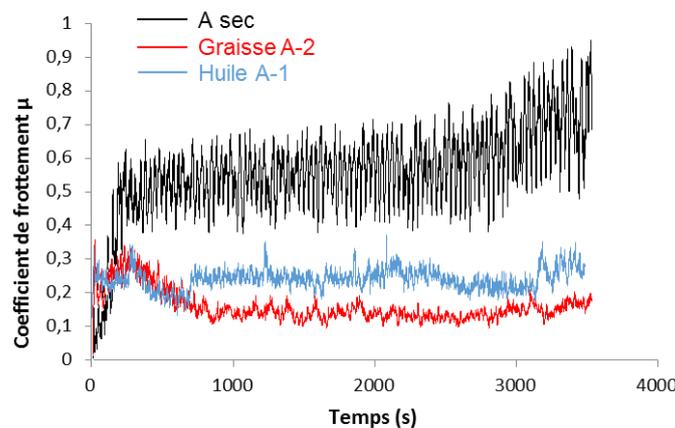


Fig. 3.22 : Évolution des coefficients de frottement μ durant les tests sur tribomètre ; pour un frottement à sec en noir ; pour un frottement lubrifié à la graisse A-2 en rouge ; et pour un frottement lubrifié à l'huile de base A-1 en bleu.

Pour démontrer le rôle de piège à particules d'usure joué par les lubrifiants, un échantillon de graisse A-2 après les essais sur tribomètre a été collecté et filtré, puis analysé en EDX. La graisse collectée contient une quantité importante de particules d'usure issues de l'acier et du NiCr, de tailles comprises entre 1 et $10 \mu\text{m}$ (Fig. 3.23). L'EDX permet d'identifier certaines des particules arrachées aux pistes par l'effet du frottement, comme étant bien du NiCr (association spatiale du Ni et du Cr). La disparition du Cr intervient donc dans un mécanisme différent, spécifique au contact dans le rhéostat. De ces analyses EDX ressort également que les particules d'usure du NiCr sont plus grandes que celles de l'acier (d'un facteur 10 environ).

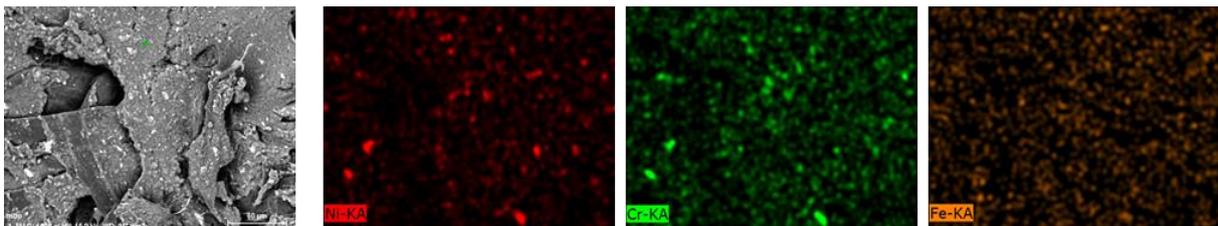


Fig. 3.23 : Image MEB-BSE et analyse EDX correspondante de la graisse usagée collectée à l'aide d'un filtre, avec rouge = Ni, vert = Cr et orange = Fe.

Les phénomènes observés dans ce cadre diffèrent donc de ceux provoquant la formation du troisième corps solide et nanocristallin riche en Ni dans les rhéostats (malgré la présence du lubrifiant et une température de contact vraisemblablement plus haute dans le cadre d'une estimation macroscopique). Ces tests mettent donc en lumière l'importance du matériau du curseur, comme suggéré précédemment ; l'AgPdCu favorise la formation d'un troisième corps sélectif en Ni, tandis que l'acier ne provoque ni la formation du troisième corps, ni la disparition de Cr (il ne fait que générer des particules d'usure de NiCr dans le contact). Comme attendu, les matériaux en contact ont un rôle primordial dans le mécanisme d'adhésion qui provoque la formation du troisième corps : l'AgPdCu et l'affinité qu'il a avec le NiCr sont essentiels. Les possibles mécanismes réactionnels de l'Ag catalysés par le palladium, comme dans les travaux de Kumara et al. [185], sont également toujours suspectés.

3.3.5 Rôle du lubrifiant dans le contact NiCr – AgPdCu

Un certain nombre de mécanismes laissent penser qu'une lubrification efficace est possible :

- Les tests sur tribomètre démontrent l'efficacité globale du lubrifiant dans un contact simplifié NiCr – acier, par le maintien d'huile dans le contact grâce au PTFE ;
- Les éléments bibliographiques du chapitre 1 tendent à montrer que les surfaces texturées peuvent préserver le contact de l'usure, par le rôle de réservoir à lubrifiant et piège à particules que jouent les vallées.

Le contact réel dans le rhéostat montre cependant que la lubrification n'empêche par la formation du troisième corps par adhésion, ni l'usure abrasive provoquée par la suite sur les pistes NiCr. Un certain nombre d'analyses peut donc être utilisé pour mieux comprendre l'effet du lubrifiant dans le contact rhéostat.

3.3.5.1 Affinité chimique des surfaces métalliques avec le lubrifiant

Il est important de mieux comprendre l'action du lubrifiant dans le rhéostat, un protocole expérimental a été mis en place pour évaluer l'affinité chimique entre les surfaces du contact et la graisse. Les pistes NiCr et les curseurs AgPdCu sont plongés pendant 7 jours dans les lubrifiants, dans un environnement stable (étuve à 80°C). Après un lavage 3S, des analyses XPS sont réalisées afin de déterminer si des éléments caractéristiques des surfaces métalliques (Ni, Cr, Ag, Pd, Cu) et ceux des graisses (C, O, F, Si, Cl) interagissent ensemble. Les graisses testées sont la A-2, et son huile de base seule, la A-1. Ces tests sont réalisés avec des surfaces non frottées.

Les résultats montrent que les surfaces métalliques sont recouvertes d'éléments de la graisse sur quelques nanomètres de profondeur (du signal sur les spectres du Si, Cl, et O est détecté). Des évolutions dans les spectres C1s et O1s sont également observées (notamment

une augmentation du pic issu des liaisons C-O par rapport au pic issu des oxydes métalliques). L'exemple pour le spectre O1s est présenté en figure Fig. 3.24 : l'inversion de contribution entre le pic attribué aux liaisons C-O et aux liaisons M-O (M = tout élément métallique) démontre la présence d'espèces organiques plus importante en surface après les tests de compatibilité avec la graisse A-2, malgré le lavage 3S.

Les formes des spectres Ni2p et Cr2p sont des additions de plusieurs pics (visibles sur les reconstructions de pics présentées en figure Fig. 3.25). Les pics métalliques (Ni2p et Cr2p) et les pics oxydés (NiO et Cr₂O₃) sont observés sur la surface de NiCr ; seule la proportion entre l'intensité de ces contributions différencie les échantillons bruts et lubrifiés.

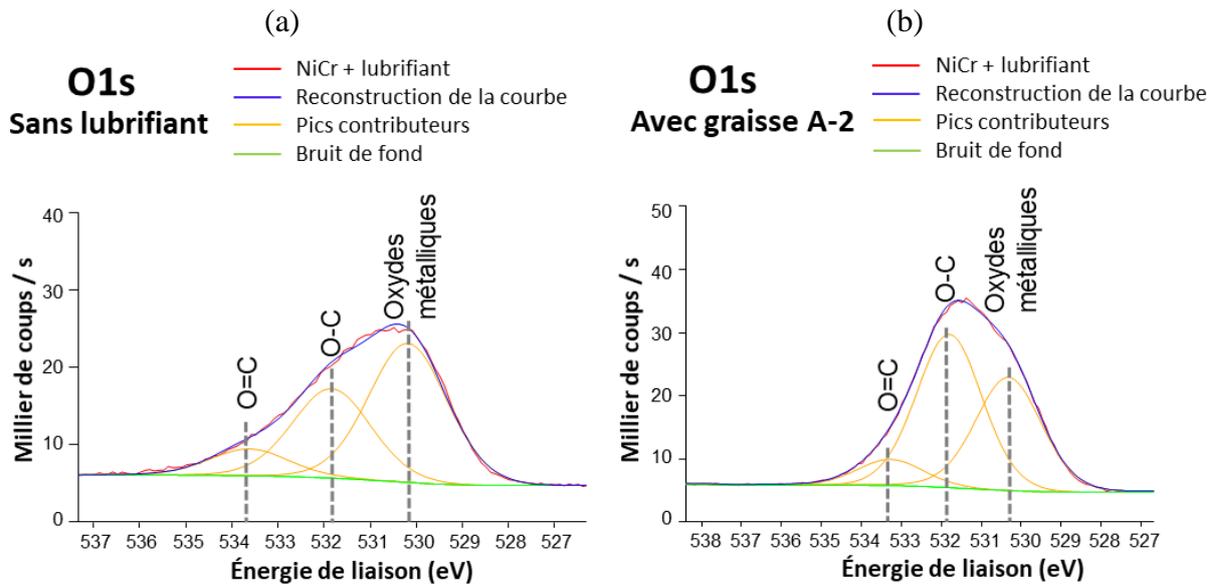


Fig. 3.24 : Spectres XPS de l'élément O1s, pour des pistes NiCr en rouge, avec la ligne de base en vert, le spectre lissé en bleu, et la déconvolution en pics contributeurs en orange ; (a) Piste NiCr brute ; (b) Piste NiCr plongées dans la graisse A-2 (puis nettoyées 3S).

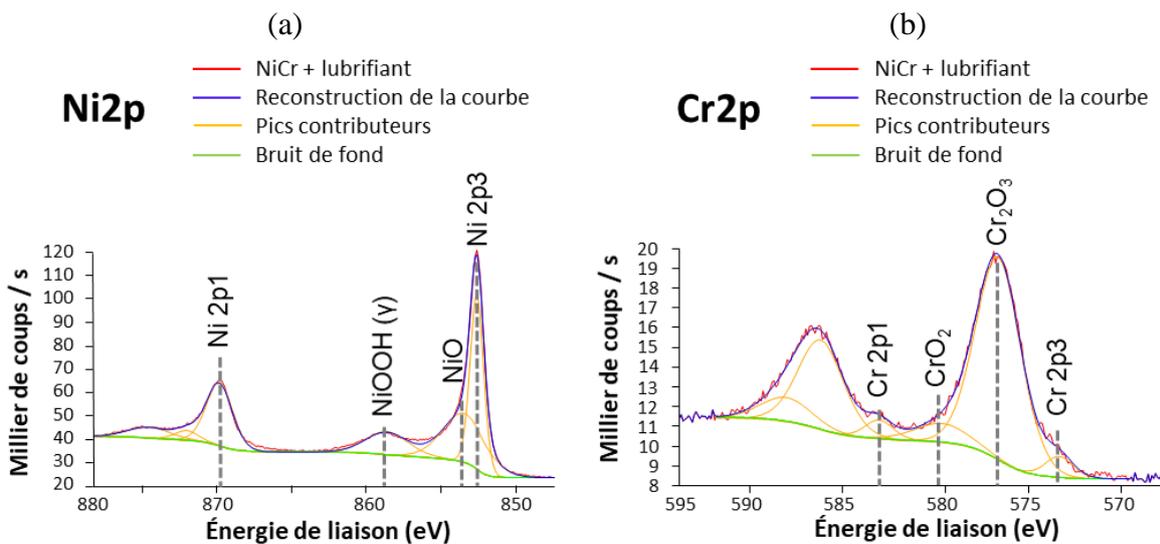


Fig. 3.25 : Spectres XPS des pistes NiCr plongées dans du lubrifiant (puis nettoyées 3S) en rouge, avec la ligne de base en vert, le spectre lissé en bleu, et la déconvolution en pics contributeurs en orange ; (a) Spectre du Ni ; (b) Spectre du Cr.

Dans le cas du NiCr lubrifié, les éléments de la graisse ne forment que des liaisons de type C-X (avec X = Cl, F ou Si), correspondant aux liaisons existant dans la graisse. Cela témoigne d'un simple phénomène de physisorption sur les surfaces métalliques. Au-delà de la présence ou non d'un film de lubrifiant protecteur en surface, il est possible de comparer les spectres obtenus avec et sans lubrifiants, pour le Ni et le Cr (Fig. 3.26). Pour Ni2p sur la figure Fig. 3.26(a), il n'y a pas de changement majeur (les spectres sont moins intenses pour les échantillons plongés dans les lubrifiants, car le NiCr n'est pas correctement détecté), mis à part l'apparition d'un pic à 857 eV pouvant correspondre à l'oxyde Ni₂O₃. En revanche, l'observation des spectres Cr2p présentés en figure Fig. 3.26(b) permet de mettre en évidence que la surface comporte essentiellement du Cr à l'état oxydé lorsque l'échantillon est en contact avec le lubrifiant alors que dans un échantillon sans lubrifiant, Cr est en partie à l'état métallique et en partie oxydé.

Les spectres des deux éléments Ni2p et Cr2p obtenus avec les deux lubrifiants sont équivalents (avec seulement un léger décalage de 1 eV pour l'huile A-1, dû à des effets de charge) : il n'y a pas de forte contribution d'interaction du F (contenu seulement dans le PTFE de la graisse, et en relativement faible quantité) avec ces derniers. Lorsque l'échantillon NiCr est plongé dans un des deux lubrifiants testés, le Ni est moins détecté (les pics du spectre sont divisés par 10), tandis que la détection du Cr est moins affectée (diminution de hauteur de pics de moins d'un facteur 2). Ces résultats questionnent quant à une possible surconcentration de Cr par rapport au Ni, détectée en surface de l'échantillon en contact avec le lubrifiant, ce qui n'est pas cohérent avec un état stable de NiCr où le Cr a tendance à délaissier les premières monocouches d'atomes. Cela peut témoigner entre autres d'une certaine réactivité entre le NiCr et les lubrifiants. En tenant compte de cette possible surconcentration en surface de Cr, la question de sa disparition lors de la formation du troisième corps reste en suspens.

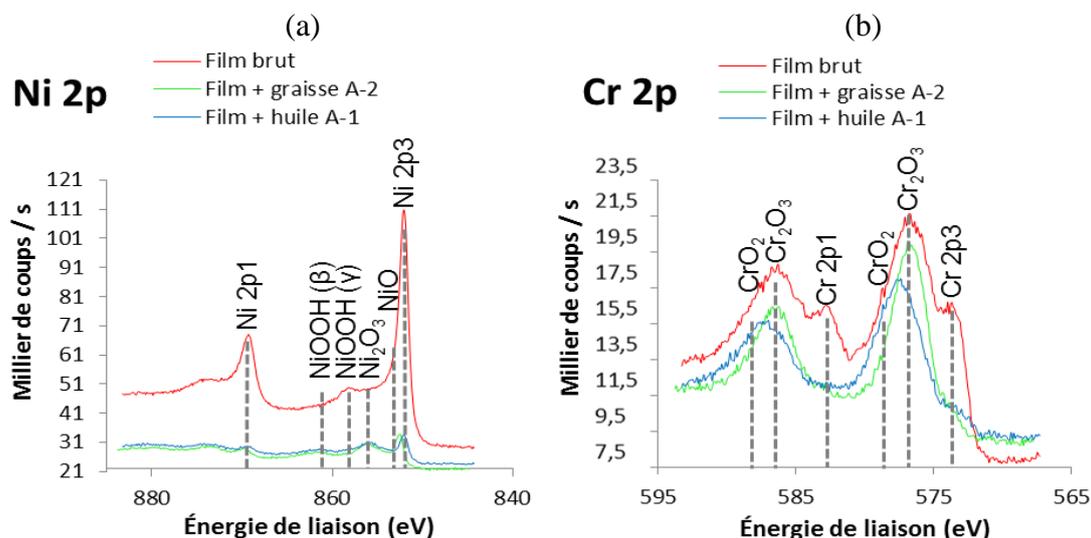


Fig. 3.26: Spectres XPS des pistes NiCr brutes et en contact avec du lubrifiant ; (a) Spectre du Ni ; (b) Spectre du Cr, le Cr en contact avec du lubrifiant est essentiellement oxydé.

Dans le cas de l'AgPdCu, l'élément Cl de la graisse forme des liaisons M-Cl (avec M = Ag, Pd ou Cu) avec les surfaces métalliques, qui peut s'apparenter à de la chimisorption. Ces

formations de liaisons métalliques sont admises comme étant exclusives aux échantillons ayant été en contact avec de la graisse ; le spectre Cl2p de la graisse neuve ne présente pas ces mêmes pics M-Cl (Fig. 3.27). La superposition avec les spectres Cl2p obtenus avec des curseurs usés tend à montrer que la formation de liaisons M-Cl sur les surfaces AgPdCu intervient également dans les conditions réelles de frottement dans les capteurs (Fig. 3.27 & Tab. 3.3). De plus, ce phénomène est indépendant de la dérive de valeur ohmique subie par les capteurs testés en endurance : les spectres sont similaires pour les deux cas de faible ou forte dérive de valeur ohmique. Lors des tests d'affinités, une quantité plus importante de Cl est détectée (4,6%at) par rapport à la quantité de Si (1,4%at), ce qui ne correspond pas à la proportion Si:Cl classique dans les lubrifiants qui est d'environ 5:1 (voire 7:1). Cette proportion n'est toujours pas retrouvée dans les cas de rhéostats frottés, sur lesquels le Cl est beaucoup plus présent que prévu, bien que la quantité de Si ait augmenté. Cela confirme que le Cl a une affinité particulière avec les surfaces en AgPdCu et forme des liaisons de type M-Cl, tandis que le Si adhère aux surfaces uniquement après des sollicitations mécaniques de frottement.

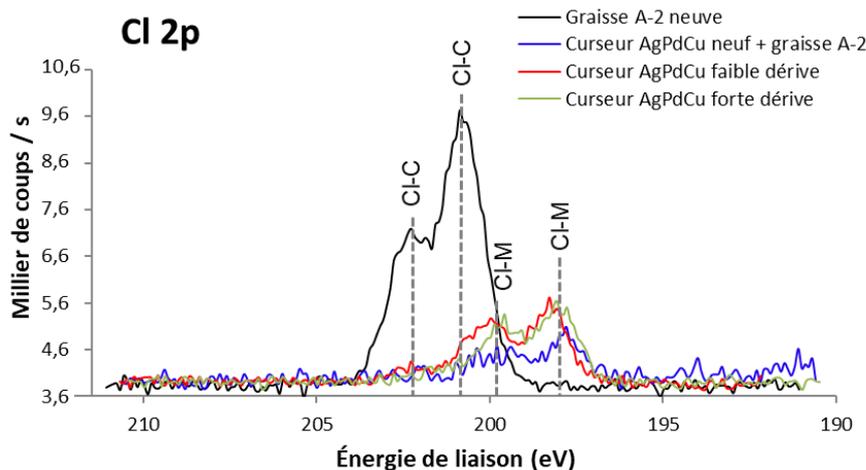


Fig. 3.27 : Spectres XPS de la graisse A-2 brute et des curseurs AgPdCu en contact avec du lubrifiant (issus du test d'affinité ou des essais d'endurance). La graisse A-2 ne présente que des liaisons C-Cl, tandis que le chlore des curseurs en contact avec de la graisse est essentiellement impliqué dans des liaisons M-Cl ($M = \text{Ag}, \text{Pd}$ ou Cu).

| Configuration | Composition chimique (%at) | | | | | |
|---|----------------------------|------|------|-----|------|------|
| | Ag3d | Cl2p | Cu2p | F1s | Pd3d | Si2s |
| Graisse A-2 neuve | / | 12,1 | / | 1,8 | / | 86,1 |
| AgPdCu après immersion dans la graisse A-2 | 34,9 | 4,6 | 23,0 | 4,3 | 31,8 | 1,4 |
| AgPdCu faible dérive | 14,5 | 14,9 | 10,2 | 6,9 | 10,2 | 43,3 |
| AgPdCu forte dérive | 18,4 | 11,1 | 12,2 | 7,6 | 15,2 | 35,6 |

Tab. 3.3 : Composition en %at de la graisse A-2 brute et des curseurs AgPdCu en contact avec elle, obtenue à partir des analyses XPS dont les spectres sont présentés en Fig. 3.27. Le tableau exclut les quantités de C et de O, qui sont présents en majorité sur les surfaces des échantillons testés.

Plus que de la chimisorption classique, il est possible qu'une rupture des liaisons phénylchlorées de la graisse ait lieu pour former les liaisons M-Cl sur la surface métallique. Cela s'apparenterait plutôt à une chimisorption-dissociative, séparant la partie chlorée de la partie silicone, expliquant ainsi la proportion Si:Cl qui n'est jamais équivalente à celle des graisses neuves. Ce type de réaction pourrait finalement fragiliser la structure de la graisse et en altérer ses propriétés.

Ce phénomène a été observé dans d'autres travaux, comme ceux de Weng et al. [150] avec des huiles silicones phénylchlorées, avec ou sans terminaison trifluorobutyle, ou encore ceux de Petrushina et al. [186] avec une huile paraffine chlorée.

Les contacts testés par Weng et al. [150] sont des contacts acier – acier ou acier – CuSn. Pour chaque configuration, des réductions de frottement et d'usure ont été observées grâce à l'introduction des groupes chlorophényle et trifluorobutyle à une huile silicone présentant déjà de bonnes propriétés physico-chimiques. Cette amélioration des propriétés tribologiques est attribuée à une réaction tribochimique entre l'huile et l'acier, qui permet la formation de FeCl_2 et FeF_2 notamment. L'apparition de ces composants sur des surfaces en acier mène à la formation d'un film lubrifiant protecteur, qui préserve les surfaces de l'usure.

Les surfaces testées par Petrushina et al. [186] sont des aciers inoxydables contenant notamment du Ni et du Cr. D'après les résultats obtenus par analyse thermique différentielle (DTA), le chlore contenu dans le lubrifiant réagit autant avec le fer et le nickel qu'avec le chrome. Cette réaction n'a lieu qu'à des températures relativement élevées, au-delà de 200°C pour Fe, voire 280°C avec le nickel et le chrome. Si la paraffine chlorée est plus stable que le lubrifiant utilisé dans les capteurs, une possible réaction entre le chlore de la silicone chlorée et Ni et Cr peut survenir à des températures plus basses. Cependant, dans le cas des rhéostats, aucune formation de liaisons type M-Cl n'a pu être observée ni avec le Ni, ni avec le Cr. Ce type de liaisons s'est uniquement formé à la suite d'une réactivité avec les curseurs AgPdCu.

Dans le cas des rhéostats, la formation de liaisons M-Cl, peut aider à la formation d'un film protecteur dans le contact. Néanmoins, le lubrifiant adsorbé sur les surfaces métalliques disparaît dès les premières secondes d'érosion ; après 5 secondes d'érosion dans l'XPS, le doublet M-Cl sur les spectres du $\text{Cl}2p$ ne sont plus détectés. Aucun véritable tribofilm n'est donc formé, ce qui est confirmé par les images MET, sur lesquelles aucune trace de lubrifiant n'est détectée. Le lubrifiant, bien que choisi pour ses propriétés en accord avec les conditions de l'application, ne semble donc pas former de tribofilm efficace contre l'usure des surfaces. Ce résultat montrant que la formation de liaisons M-Cl sur le curseur est indépendante de la bonne lubrification des surfaces est d'ailleurs confirmé par le fait qu'elles sont retrouvées autant pour les capteurs dont la dérive électrique est faible que pour ceux où elle est élevée (Fig. 3.27). Des essais d'endurance menés sur des capteurs à sec démontrent que le lubrifiant joue tout de même un rôle indispensable dans l'évacuation des particules d'usure hors du contact (et donc limite le bruit électrique).

Il est possible d'en conclure que le Cl est l'élément le plus réactif du lubrifiant mais il a un rôle qui reste limité dans le contact. Cela s'explique par sa concentration relativement faible par rapport à l'élément Si dans les graisses et par la formation uniquement d'une couche très fine de chlorure sur les surfaces AgPdCu par dissociation, malgré son ancrage très efficace. Les chaînes silicones adsorbées (dont témoigne Si) ont quant à elles un rôle limité dans l'interaction avec les surfaces ; il sert plutôt à les séparer durant un frottement. L'efficacité du lubrifiant, notamment dans des conditions de lubrification limite, n'est pas prouvée. L'analyse chimique des surfaces ne confirme pas de formation de tribofilm protecteur de lubrifiant dans le contact, ce qui explique en partie les faiblesses de ce dernier observées dans le contact réel dans le rhéostat. Au contraire, il est parfois observé une accumulation de graisse et des éléments qu'elle contient dans le contact, qui pourraient mener à une détérioration des propriétés électriques du capteur.

3.3.5.2 Agglomération des particules de PTFE dans le contact

L'observation de nombreux rhéostats après frottement témoigne de la présence de résidus de graisse dans le contact. Les analyses XPS ont montré des interactions du Si et du Cl avec les surfaces, mais pas d'effets notables avec le F mis à part sa liaison C-F ; cela est cohérent car il est très fortement lié au carbone dans le PTFE, réputé chimiquement très stable. Même s'il ne participe pas à des réactions tribochimiques, son action dans le mécanisme de lubrification n'est pas à négliger car c'est grâce au squelette formé par le PTFE que l'huile silicone peut être libérée dans le contact à chaque sollicitation mécanique.

Dans certains cas sur les observations EDX, il a été possible d'observer des amas riches en F sur les pistes : les particules de PTFE, qui mesurent environ 1 μm , ont donc tendance à s'agglomérer pour former des amas d'environ 40 μm (Fig. 3.28). Ces derniers, adhérents sur les pistes dans la zone de contact, peuvent contribuer à des pertes de contact ponctuelles et temporaires.

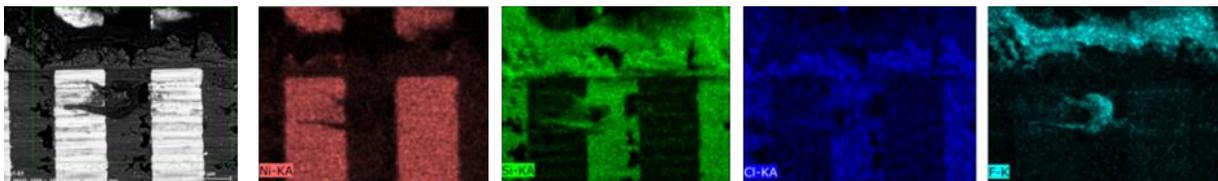


Fig. 3.28 : Image MEB-BSE et son analyse EDX d'une zone de la piste NiCr avec un amas de PTFE ; rouge = Ni, vert = Si, bleu = Cl et cyan = F.

3.3.6 Proposition d'un mécanisme d'usure

L'ensemble des résultats obtenus sur la centaine de capteurs observés montre que la dérive de valeur de R_T des rhéostats dépend des mécanismes d'usure des surfaces en contact. Il a été possible de détailler ces mécanismes et d'isoler les deux types d'usure mis en jeu : l'usure adhésive et l'usure abrasive. L'aspect déterminant des mécanismes d'usure est la formation du

troisième corps à l'interface, qui est un film riche en Ni nanocristallin incrusté sur les curseurs AgPdCu. Un mécanisme d'usure peut donc être maintenant proposé (Fig. 3.29).

La phase de rodage caractérisée par une usure abrasive légère intervient dès les premiers mouvements de frottement, et permet de rendre les surfaces plus lisses en supprimant les rugosités et les bavures. Cette phase libère des particules d'usure issues des deux surfaces dans le contact. Les particules d'usure circulent dans le contact à travers le lubrifiant, et les nanoparticules de Ni viennent s'incruster progressivement dans la surface des curseurs AgPdCu par un mécanisme adhésif, jusqu'à former à terme un troisième corps épais d'environ 1 μm . Ce dernier, de structure nanocristalline, est donc très enrichi en Ni. Le contact initialement NiCr – AgPdCu est ainsi modifié en un contact NiCr – Ni (dur). Ce troisième corps, de par sa structure nanocristalline et donc sa dureté accrue, déclenche ensuite une abrasion massive de la piste NiCr, pouvant aller jusqu'à la coupure dans les cas les plus sévères. La perte de matière que représente cette abrasion correspond à la dérive des valeurs R_T pendant les essais d'endurance subis par les capteurs. Dans cette étape, des parties du troisième corps sont amenées à se détacher (le caractère nanoparticulaire compact résulte en une certaine friabilité), et finissent par s'incruster par endroits dans les pistes NiCr. Ces zones sont entourées de pores et d'amas agglomérés, qui témoignent de leurs incrustations au cours du frottement ; elles ne sont pas présentes dans l'état initial de la piste NiCr.

Si l'augmentation de la valeur ohmique peut être attribuée à l'usure des pistes, la perturbation du signal électrique a, elle, des origines moins évidentes : elle peut être due à une faiblesse du lubrifiant comme l'agglomération des particules de PTFE, des modifications temporaires de surface (de type transfert de matières), ou encore à des pollutions comme des particules d'usure piégées dans le contact.

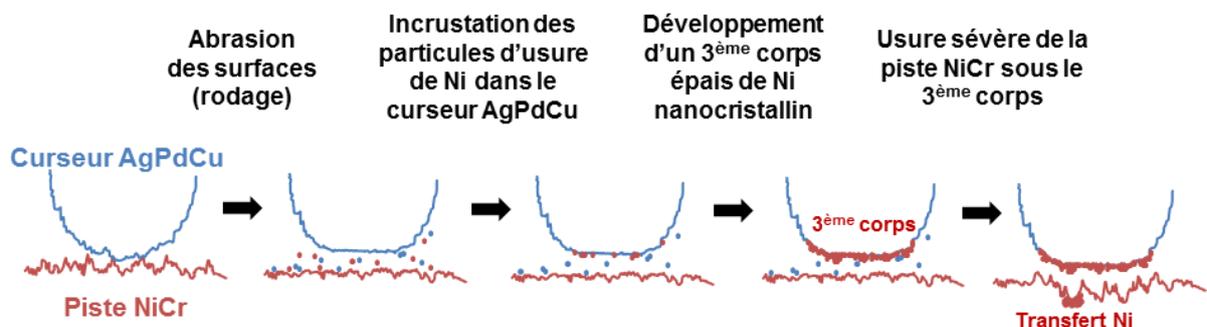


Fig. 3.29 : Scénario proposé pour décrire les mécanismes d'usure mis en jeu dans le contact NiCr - AgPdCu.

Le mécanisme d'usure est initié par la phase de rodage, qui libère les premières particules d'usure dans le contact, dont les nanoparticules de Ni participant à la formation du troisième corps agressif. Les phénomènes qui se produisent durant cette période sont encore à définir : la formation de particules d'usure de Ni, qui est l'élément le plus dur du système, est provoquée par les curseurs plus mous. Il a été démontré que les surfaces de NiCr ne favorisent pas la formation facile de particules d'usure (tests Scotch®). Mais il y a des possibilités de catalyse par l'AgPdCu qui provoquerait la dissociation du Cr (par oxydation, hydroxylation

ou encore par évaporation) de la surface, ce qui favoriserait donc la libération de nanoparticules de Ni dans le contact.

Le but de cette thèse est d'améliorer les performances électriques du rhéostat, ce qui implique d'empêcher la formation du troisième corps ; le principal point d'amélioration est donc d'éviter les premières libérations de nanoparticules de Ni dans le contact pendant la période de rodage.

3.4 Amélioration de la résistance à l'usure du contact

Plusieurs solutions peuvent être mises en place pour limiter l'usure des pistes. Il est notamment possible de modifier :

- La géométrie de contact, qui permet notamment de jouer sur les pressions de contact et les méthodes d'alimentation en lubrifiant ;
- Les natures des matériaux, qui modifient les interactions adhésives, ou le ratio de duretés des surfaces, et peuvent donc permettre de limiter les usures adhésives et abrasives intervenant dans la formation du troisième corps ;
- La nature du lubrifiant, qui peut jouer à la fois sur les interactions chimiques qu'il a avec les surfaces en contact et sur le mécanisme de lubrification ;
- L'état de surface de la piste et/ou du curseur, en modifiant par exemple les rugosités et donc les interactions mécaniques entre les deux surfaces.

3.4.1 Exploration de différentes pistes d'amélioration

Dans un premier temps, l'utilisation d'un alliage à base d'or dans le contact, plus noble et donc plus résistant à l'oxydation que l'alliage NiCr et AgPdCu, a été testée. Il a également des propriétés électriques adaptées à l'application et il est connu pour être un lubrifiant solide efficace (notamment grâce à sa ductilité plus importante). Il a été testé sous différentes formes :

- En dépôt mince sur les pistes NiCr, qui a été abandonné car il avait tendance à s'étaler au point de former des ponts conducteurs entre plusieurs serpents ;
- En remplacement des curseurs AgPdCu par un curseur en alliage AuCu de géométrie différente (demi-cylindre plutôt que 4 brins). Les résultats ont montré une nette amélioration des dérives de valeur ohmique avec un taux de capteurs sans dérive passant de 10% à presque 40% ; mais le caractère aléatoire des phénomènes d'usure reste inchangé. La suite du paragraphe présente les résultats de cette configuration.

La figure Fig. 3.30 montre notamment une dispersion dans l'ensemble des échantillons d'une même batterie de tests qui permettait de tester l'influence de la pression de contact appliquée au curseur, celle de la quantité de lubrifiant à l'interface et celle de la température, en testant les extrêmes pour chaque paramètre. Bien qu'il ait été déterminé que les rhéostats avec une faible pression de contact et une quantité de lubrifiant importante (dans des

conditions à froid ou à l'ambiante) présentaient globalement les meilleures performances électriques, l'apparition du troisième corps sur les curseurs AuCu n'a pas été évitée de manière systématique (Fig. 3.31). Il a été possible de l'observer sur les rhéostats présentant de fortes dérives ohmiques, et il est toujours sélectif en Ni comme le montrent les images EDX (Fig. 3.31(b) & (c)). L'analyse comparative de ces différentes solutions démontre que le troisième corps se forme sous certaines conditions : il est nécessaire d'avoir simultanément dans le contact des métaux précieux (Ag, Pd, Cu, Au, Pt) et du lubrifiant à base de silicone chlorée (dont le chlore est réactif seulement avec les curseurs).

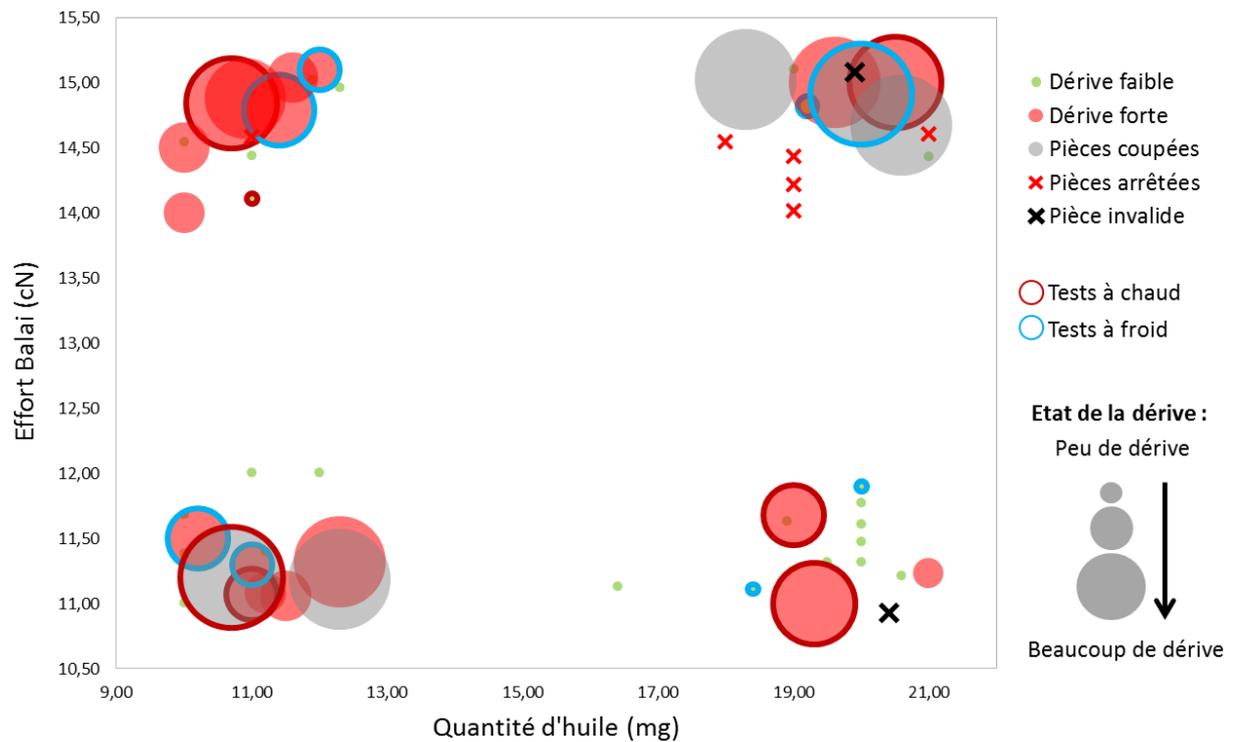


Fig. 3.30 : Résultats du plan d'expérience incluant le changement de curseur AuCu : dérives ohmiques des capteurs en fonction de leurs conditions tribologiques (paramètres testés : pression de contact, quantité de lubrifiant et température).

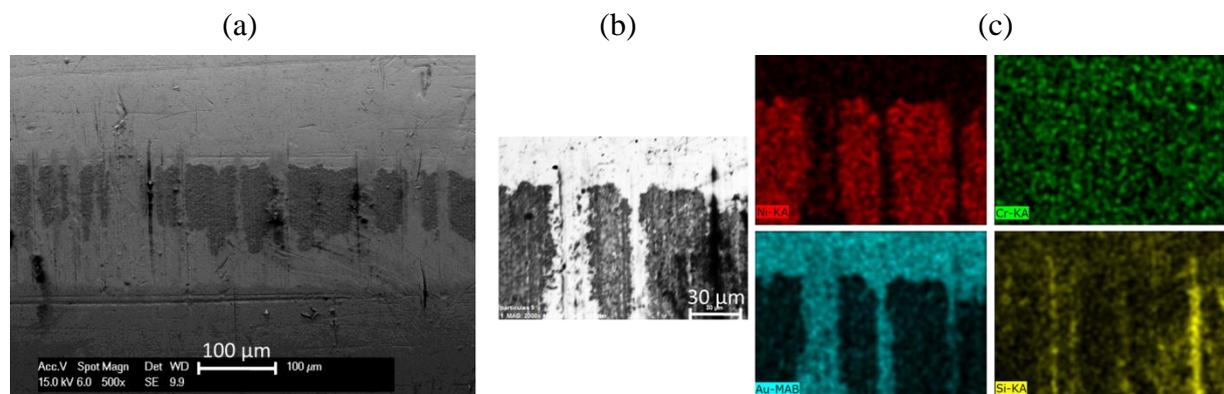


Fig. 3.31 : Analyse du curseur AuCu pour un capteur testé dans les conditions FF (faible pression, faible graissage, en bas à gauche sur la figure Fig. 3.30), dont la piste a été fortement utilisée ; (a) Image MEB-SE du curseur avec un dépôt au niveau de la zone du contact ; (b) Image MEB-BSE d'une zone du contact ; (c) Analyse EDX de la zone (b) avec rouge = Ni, vert = Cr, cyan = Au et jaune = Si.

Une nouvelle solution est donc proposée, agissant directement sur les pistes NiCr pour améliorer les propriétés tribologiques du contact. Un traitement de tribofinition par tonnelage a été appliqué sur les pistes de NiCr, afin d'améliorer leur état de surface (éliminer les bavures, laver la surface, diminuer la rugosité), ce qui est un moyen connu pour réduire le coefficient de frottement et l'usure des surfaces en contact [187]–[190]. En effet, les pistes NiCr dans les capteurs présentent des bords de serpentins peu homogènes et avec des arêtes pouvant contribuer à de fortes usures et la formation de quantité importante de particules d'usure, pouvant être très dures et circuler dans le contact. Ces dernières peuvent diminuer le pouvoir lubrifiant de la graisse, ou encore favoriser la formation du troisième corps.

3.4.2 Introduction du traitement de tribofinition appliqué aux pistes NiCr

Après gravure et polissage de la piste, un traitement final de tonnelage, appelé par la suite « tribofinition » a été appliqué. Le tonneau, de volume utile 3 617 cm³, est en rotation à 75 tr/min. Il contient 260 g de billes de verre ($\varnothing = 2$ mm) et 3,3 g d'alumine en poudre composée de particules lamellaires dont la taille est comprise entre 10 nm et 1 μ m, avec une épaisseur d'environ 50 nm (Fig. 3.32). Le remplissage est assuré par 250 g d'eau déminéralisée. Pour les traiter, les pistes NiCr sont collées aux surfaces du tonneau.

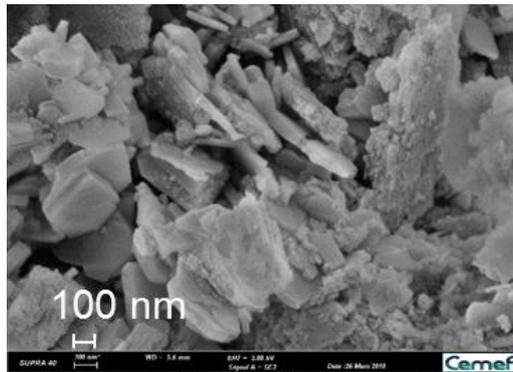


Fig. 3.32 : Image MEB-SE de la poudre d'alumine utilisée dans le traitement de tribofinition.

La poudre d'alumine est composée en majorité de la forme corindon, α -Al₂O₃ (Annexe VI). La dureté du corindon est de 9 sur l'échelle de Mohs (échelle permettant d'évaluer la dureté des minéraux et leur capacité à rayer un échantillon de référence, allant de 1 à 10, du moins dur au plus dur). L'alumine utilisée dans la tribofinition est donc supposée être capable de rayer les pistes NiCr, mais sa forme en plaquettes peut également faciliter un glissement et ainsi adoucir les conditions tribologiques du rhéostat.

3.4.2.1 Effets de la tribofinition sur les surfaces des pistes NiCr

Le temps de traitement de tribofinition testé est de 30 min. Après traitement, il n'a pas été observé de différence notable de dureté ou de traces d'usure sur les pistes de NiCr. En effet,

les paramètres du traitement sont relativement doux (faible vitesse de rotation et peu de billes de verre), qui ne provoquent donc pas de transformations mécaniques.

Une très faible perte de matière de la piste NiCr est cependant suspectée : la valeur de la résistance totale de la piste NiCr augmente légèrement après la tribofinition (d'environ 10Ω), ce qui démontre une perte de matière superficielle de quelques nanomètres. Des tests de capteurs dont la piste a subi un traitement de tribofinition sans alumine (tribofinition seulement avec l'eau et les billes de verre) ont été réalisés, pour vérifier la contribution séparément de chaque composant du traitement sur les surfaces de NiCr. Bien que cela soit difficile à évaluer correctement au MEB, la tribofinition (et notamment les billes de verre) a permis :

- D'abaisser la rugosité, ce qui confirme la faible perte de matière illustrée par la légère augmentation de résistance. Cette diminution de rugosité est observable sur la figure Fig. 3.33 par comparaison entre les images (a) et (c) ;
- D'ébavurer la surface, et particulièrement les bords des serpentins, visible sur la figure Fig. 3.33 par comparaison entre les images (d) à (f).

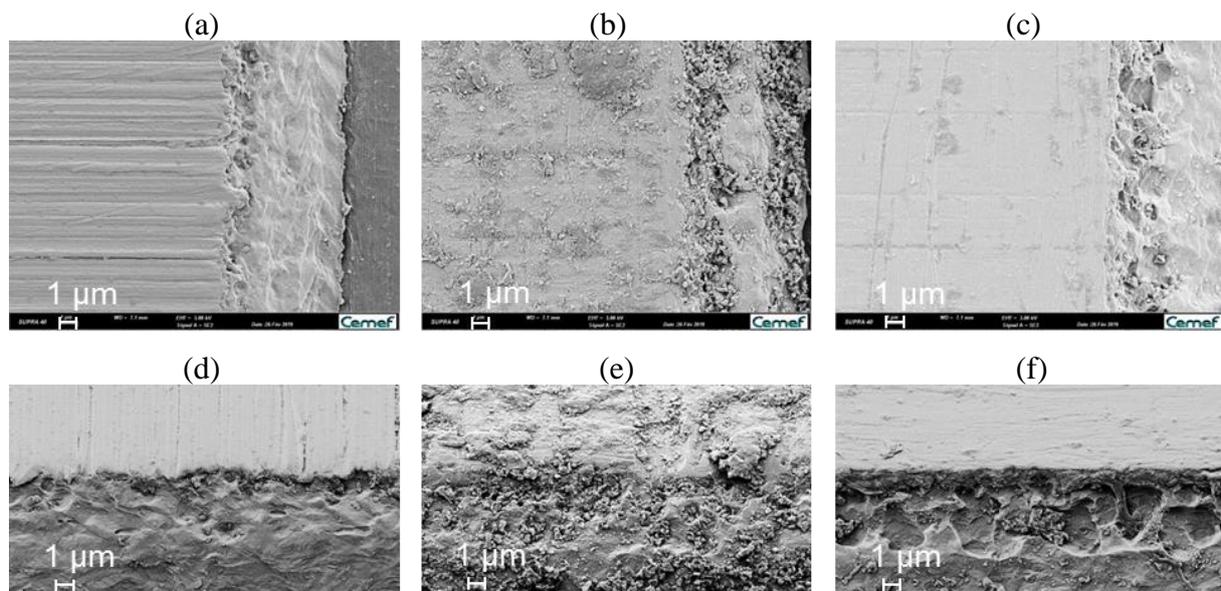


Fig. 3.33 : Images MEB-SE de la piste NiCr, centrées sur les bords des serpentins ; (a) Piste non tribofiniée ; (b) Piste tribofiniée avec particules d'alumine ; (c) Piste tribofiniée sans particules d'alumine dans le tonneau ; (d) Piste non tribofiniée avec un tilt de 40° ; (e) Piste tribofiniée avec particules d'alumine avec un tilt de 40° ; (f) Piste tribofiniée sans particules d'alumine dans le tonneau avec un tilt de 40° .

En revanche, une quantité importante de particules déposées sur la surface des pistes NiCr a été observée, dans un premier temps dans un MEB (Fig. 3.33(b) & Fig. 3.34). Les analyses EDX de ces images montrent que les particules (taches noires en BSE) sont de l'alumine, riche en Al et en O avec une bonne correspondance spatiale (Fig. 3.35).

Les analyses d'images MEB à différentes échelles permettent de déterminer plusieurs types de collage d'alumine sur les surfaces NiCr (Fig. 3.34). En effet, dans la figure Fig.

3.34(a), de nombreuses taches d'un gris plus sombre en SE sont observées, provoquées par la détection d'une quantité d'électrons rétrodiffusés (comme dans le mode MEB-BSE) ; elles sont composées d'éléments plus légers que le Ni et le Cr. À plus fort grossissement (Fig. 3.34(b) & (c)), cela se révèle être des agglomérats compactés de particules d'alumine, étalées sur la piste NiCr par l'action des billes de verre. À plus fine échelle et entre les agglomérats, il est possible d'observer des particules d'alumine lamellaires isolées, collées individuellement et recouvrant des zones de la surface de la piste NiCr (Fig. 3.34(d) & (e)). Ces dernières sont particulièrement adhérentes dans les stries d'abrasion des pistes.

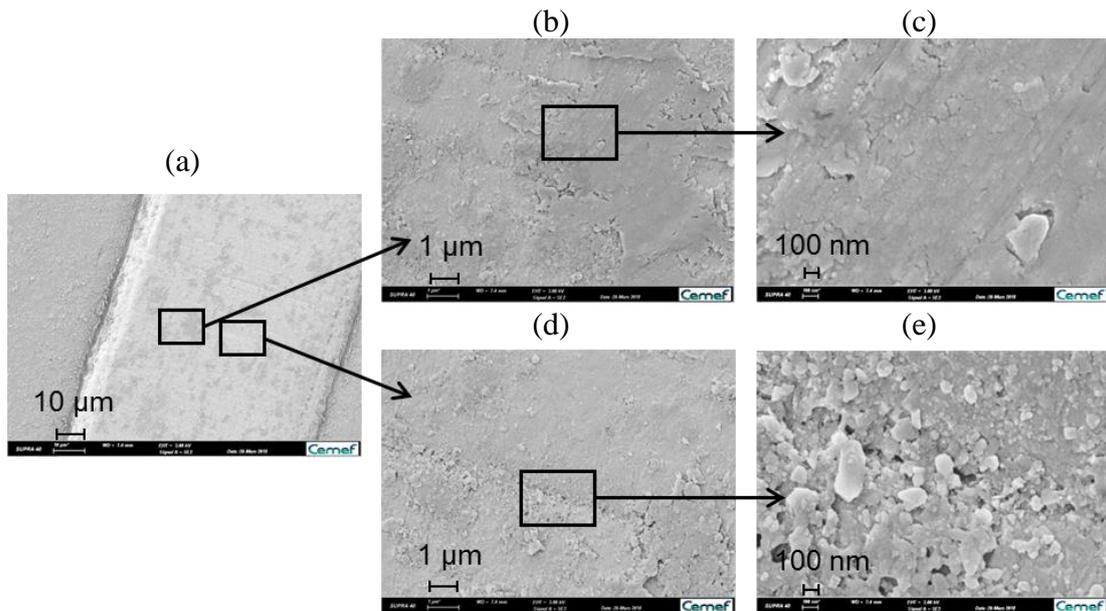


Fig. 3.34 : Images MEB-SE d'une piste NiCr après 30 min de tribofinition ; (a) À grande échelle, les plus gros amas d'alumine sont visibles (en gris un peu plus foncé) ; (b) & (c) Zooms sur une tache grise de (a), agglomérat de particules d'alumine ; (d) & (e) Zooms entre deux taches grises de (a), particules d'alumine individuelles.

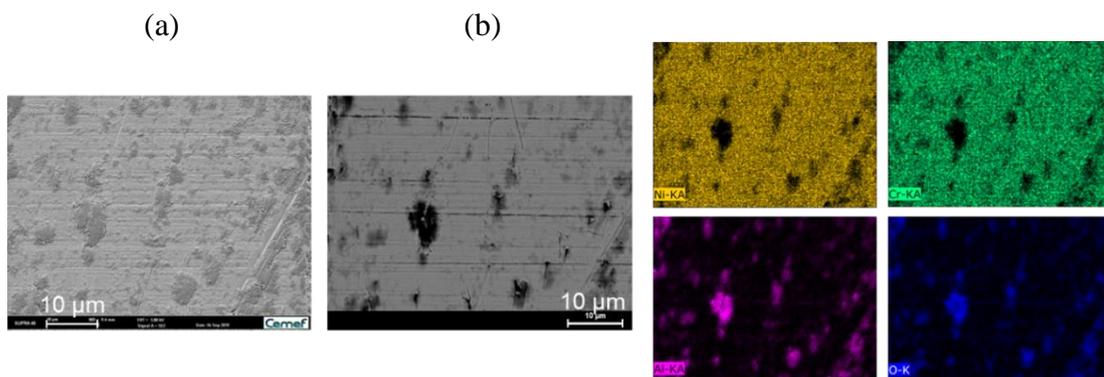


Fig. 3.35 : (a) Image MEB-SE d'une piste NiCr après 30min de tribofinition ; (b) Image MEB-BSE et son analyse EDX correspondante à (a) ; jaune = Ni, vert = Cr, rose = Al et bleu = O.

Les particules d'alumine sont particulièrement bien adhérentes sur les surfaces des pistes, comme en témoignent les tests Scotch® (Fig. 3.36) qui n'impactent pas visuellement l'état des

pistes (Fig. 3.36(a) & (b)). Sur la bande adhésive, les particules arrachées sont réparties en bandes (Fig. 3.36(c)); cette distribution des particules d'alumine montrent qu'elles proviennent essentiellement des flancs (ou des vallées) des gravures en serpentin de la piste (les mesures de distance entre bandes correspondent aux dimensions du serpentin Fig. 3.36(d)). Les particules d'alumine sont donc fortement adhérentes sur les plateaux de la piste, et peuvent éventuellement protéger leur surface. Une certaine quantité d'alumine provenant des vallées des pistes peut également participer au système tribologique, mais en étant mobiles dans le contact.

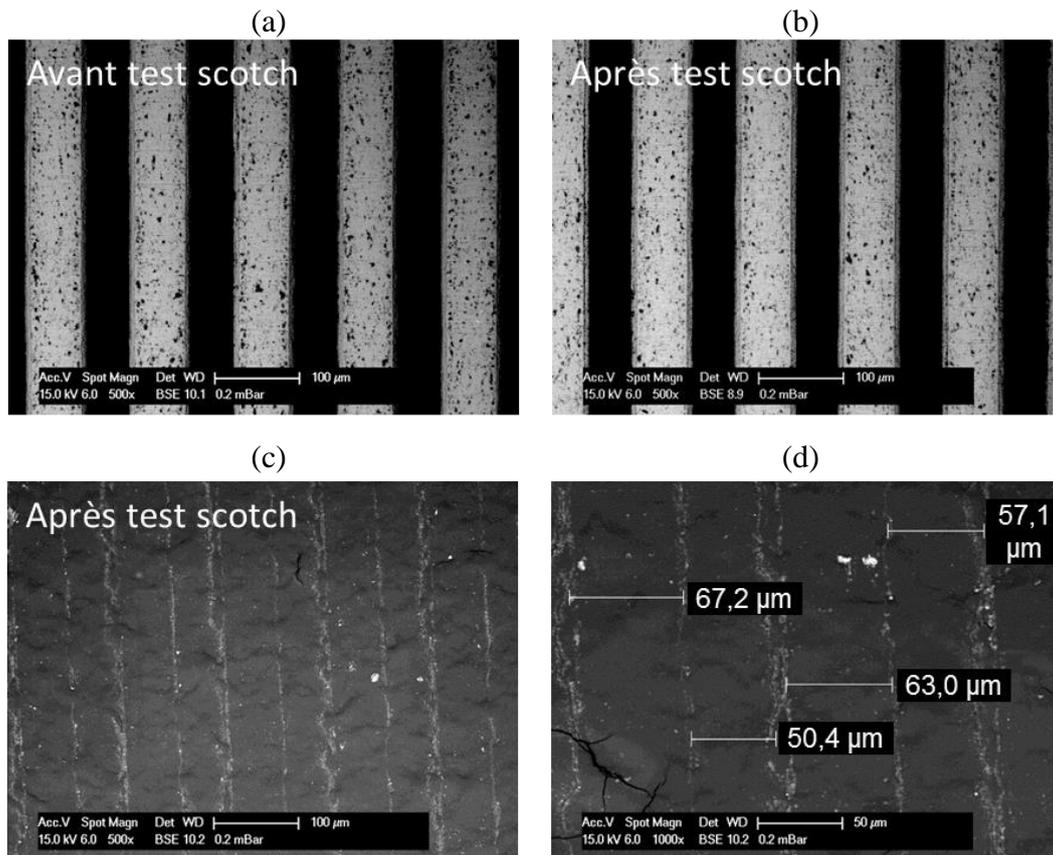


Fig. 3.36 : Résultats du test Scotch[®], observé en MEB-BSE ; (a) État de la piste NiCr avant test Scotch[®] ; (b) État de la piste NiCr après test Scotch[®] ; (c) État de la bande adhésive après test Scotch[®], avec la présence de particules plus claires correspondant à de l'alumine ; (d) Zoom de (c) avec des mesures entre chaque ligne de particules d'alumine.

Une estimation du taux de recouvrement de l'alumine sur les pistes NiCr a été établie, grâce à un traitement d'image MEB réalisé avec le logiciel ImageJ, par la méthode de soustraction du fond (Fig. 3.37). La valeur obtenue est de 5%. Mais compte tenu du fait que les images MEB traitées ne font ressortir que les plus gros amas compacts de particules, le taux de recouvrement obtenu par cette méthode est sous-estimé. En effet, les nombreuses particules individualisées qui recouvrent une partie des pistes NiCr ne sont pas détectables sur les images MEB-BSE à grande échelle, et ne sont donc pas comptabilisées par la méthode de soustraction du fond.

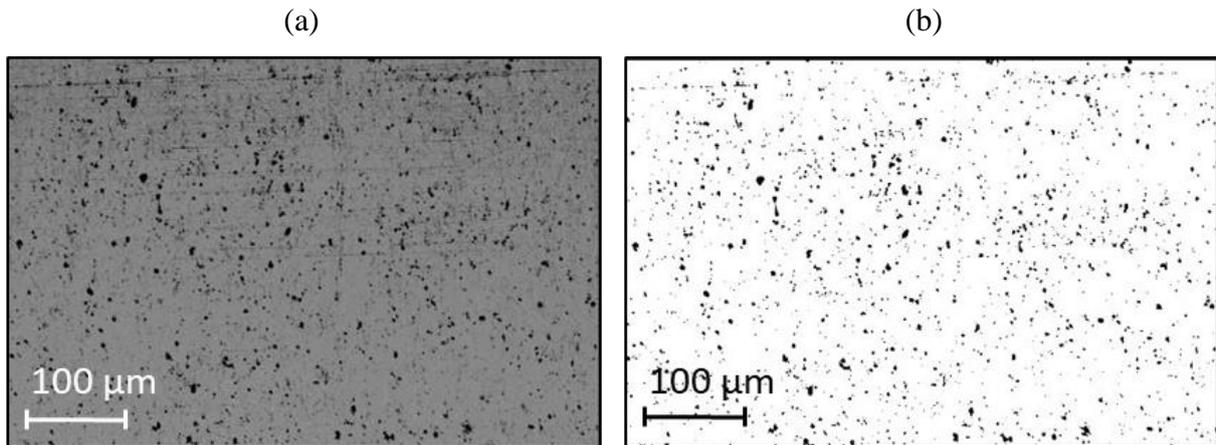


Fig. 3.37 : Traitement d'image réalisé avec le logiciel ImageJ ; (a) Image MEB-BSE de la surface de NiCr couverte d'amas de particules d'alumine ; (b) Image binaire correspondante obtenue après la méthode de soustraction de fond.

Les différentes observations menées sur les surfaces après traitement de tribofinition ont mis en évidence qu'il se forme un revêtement partiel de la surface de NiCr par l'alumine. Dans la suite, les effets de ces traitements sur les performances tribologiques et électriques sont évalués, puis l'influence des conditions de la tribofinition sur ce taux de recouvrement est analysée.

3.4.2.2 Effets de la tribofinition sur les propriétés électriques du contact NiCr – AgPdCu

Les résultats des suivis électriques pendant les essais d'endurance montrent que les rhéostats avec une piste traitée en tribofinition ont une bien meilleure performance électrique que les rhéostats non tribofinis. La dérive de valeur ohmique est significativement réduite, et ce pour la quasi-totalité des capteurs testés. En effet, les capteurs non tribofinis présentent à 90% des dérives de plus de 60Ω à 10%DDV, tandis que les capteurs tribofinis présentent à 95% des dérives de moins de 60Ω à 10%DDV.

La tribofinition sans alumine a été démontrée comme non efficace : le comportement électrique des capteurs tribofinis sans alumine est similaire à celui des capteurs non tribofinis (Fig. 3.38). La formation d'un troisième corps riche en Ni est à nouveau observée sur le curseur, accompagnée de la forte usure abrasive de la piste (Fig. 3.39(a)), qui résulte finalement en une dérive de valeur ohmique importante. Au contraire, les contacts avec une piste tribofinie avec l'alumine ne montrent plus de formation de troisième corps riche en Ni (Fig. 3.39(b)). Le traitement de tribofinition n'est donc efficace que lorsqu'il est réalisé avec l'alumine ; elle est donc responsable de la protection du contact contre l'usure.

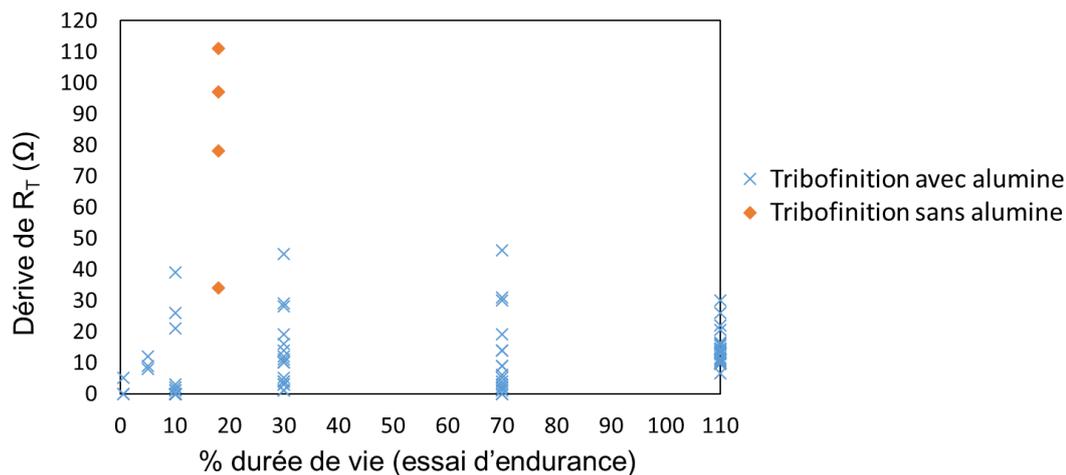


Fig. 3.38 : Dérive de R_T , en fonction de la durée des essais d'endurance, exprimée en %DDV des capteurs. Les résultats de différents capteurs après tribofinition, réalisée avec ou sans alumine, sont présentés dans ce graphique.

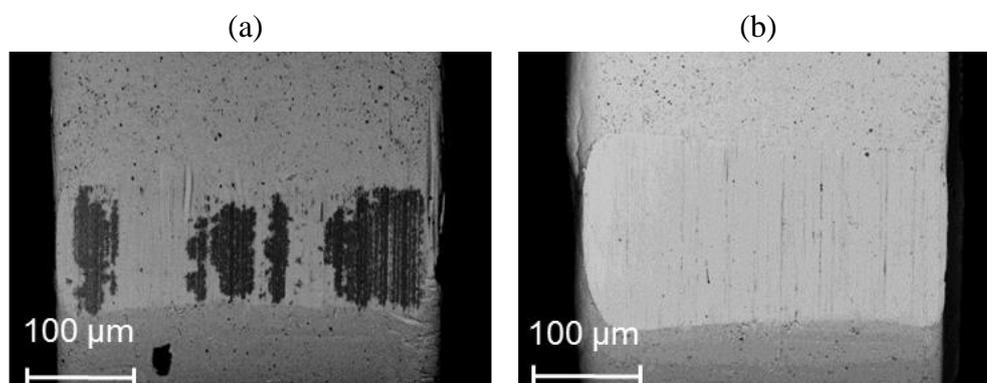


Fig. 3.39 : Images MEB-BSE de la surface d'un brin du curseur AgPdCu ; (a) Après traitement de tribofinition sans alumine ; (b) Après traitement de tribofinition avec alumine.

Comme décrit précédemment, le traitement de tribofinition en lui-même provoque la perte superficielle de matière des pistes NiCr ; cela peut provenir d'un effet abrasif des particules d'alumine et/ou des billes de verres qui, bien que les vitesses de tonnelage ne soient pas élevées, peuvent contribuer à aplanir ou ébavurer la surface des pistes. Cette perte de matière en amont des essais d'endurance semble bénéfique pour la stabilité électrique des capteurs, car une corrélation entre les deux paramètres peut être observée : une relativement forte augmentation de la R_T initiale de la piste lors de la tribofinition permet de diminuer significativement les valeurs de la dérive ohmique après essai d'endurance (Fig. 3.40). L'augmentation de la R_T initiale après le traitement des pistes est dite « forte » mais ne représente en réalité qu'une augmentation de 10 à 15 Ω (environ 1/1000ème de la valeur de la R_T de la piste) qui correspond à une perte de matière d'une dizaine de nanomètres sur la totalité de la piste. Bien que ces variations semblent faibles, l'augmentation de la R_T initiale de la piste semble être un bon indicateur de la qualité des rhéostats fabriqués, et peut amener à une réduction de jusqu'à 80% de la dérive de la valeur ohmique (Fig. 3.40). Comme prévu, la diminution de rugosité de surface permet des conditions tribologiques plus douces et limite ainsi leur usure.

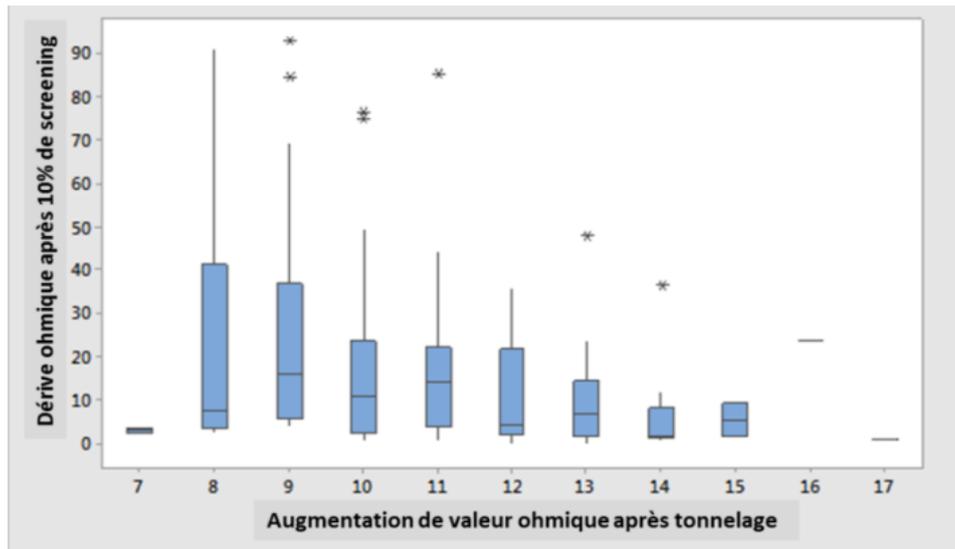


Fig. 3.40 : Dérive de la R_T de capteurs après essai d'endurance (10%DDV), en fonction de l'augmentation de la R_T mesurée directement après le traitement de tribofinition.

Si la présence d'alumine dans le contact est définie comme le paramètre déterminant pour l'amélioration des propriétés électriques dans le rhéostat, son action n'est pas encore totalement comprise. Il est notamment intéressant de déterminer son évolution dans le contact au cours du frottement pour comprendre comment il empêche la formation du troisième corps riche en Ni sur les curseurs AgPdCu.

3.4.2.3 Effets de la tribofinition sur l'évolution des surfaces du rhéostat pendant les essais d'endurance

Jusqu'ici, les capteurs testés en endurance n'étaient observés qu'après un certain nombre de cycles représentant généralement entre 10%DDV et 110%DDV. Or, à ces étapes de durée de vie, l'usure est déjà présente et ne permet pas de comprendre son déroulement dans le temps et son mécanisme initiateur. Il faut ainsi procéder à des essais d'endurance arrêtés, par exemple à 0,5%DDV et 5%DDV pour suivre l'évolution et l'action dans le temps de l'alumine. Chaque couple piste – curseur a été observé au MEB, et analysé en EDX (Fig. 3.41 & Fig. 3.42).

Dès les tout premiers mouvements de frottement, un dépôt d'AgPdCu se forme sur la piste NiCr, particulièrement sur les bords des zones de contact avec le curseur (correspondant aux traces blanches sur les figures Fig. 3.41(a) & (b)). Ce phénomène est similaire à celui observé pour des rhéostats non tribofinis dont la dérive de valeur ohmique est faible. Néanmoins, le troisième corps adhésif riche en Ni peut toujours se former (dans environ 20% des cas), sur certaines zones du curseur, accompagné d'une légère usure des surfaces NiCr. Il est à nouveau riche en Ni, mais présente des traces de Cr, contrairement à tout ce qui a été observé sur les versions non tribofinies des rhéostats. Après plusieurs cycles de l'essai d'endurance, le dépôt d'AgPdCu sur le NiCr devient plus régulier (Fig. 3.42(a) & (b)), et le troisième corps

riche en Ni disparaît de la surface du curseur (Fig. 3.41(c)). Les agglomérats de particules d'alumine sont chassés petit à petit hors du contact ; ils finissent pas disparaître de la zone de contact, comme le montrent les analyses EDX comparatives des zones dans et hors contact. (Fig. 3.42).

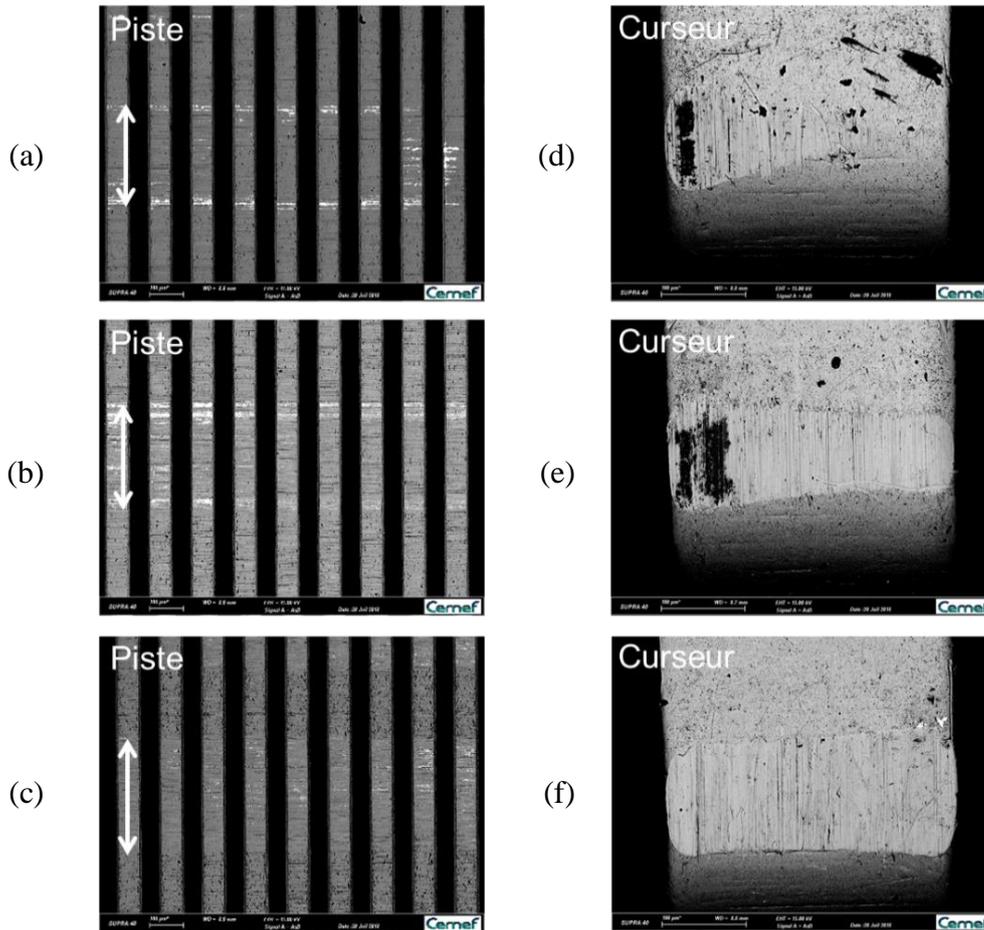


Fig. 3.41 : Images MEB-BSE de couples piste – curseur issus de capteurs après traitement de tribofinition ; (a) Après 0,5%DDV ; (b) Après 5%DDV ; (c) Après 110% DDV. Les zones de contacts sur les pistes sont identifiées par des flèches blanches. Les couples piste – curseur sont issus de trois rhéostats différents, arrêtés à des stades d’essais d’endurance différents, car leur observation est destructive et ne permet pas une poursuite de l’essai.

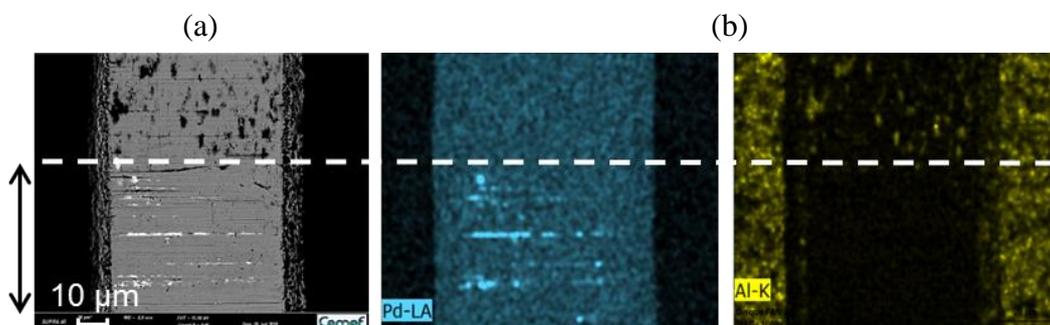


Fig. 3.42 : Analyse de la zone de contact sur les pistes NiCr après traitement de tribofinition et après 110%DDV ; (a) Image MEB-BSE montrant les zones hors contact (au-dessus des pointillés) et dans le contact marqué par la flèche noire (en-dessous des pointillés) ; (b) Analyse EDX de la zone correspondante à (a), avec cyan = Pd et jaune = Al.

3.4.2.4 Effets de la tribofinition sur les microstructures des surfaces du contact NiCr – AgPdCu

Pour obtenir des réponses concernant l'impact de l'alumine sur le mécanisme d'usure, des analyses MET ont été réalisées sur une piste NiCr tribofiniée avec alumine, provenant d'un capteur ayant montré une faible dérive ohmique après l'essai d'endurance. (Fig. 3.43)

Après les essais d'endurance, les pistes du capteur non tribofini et du capteur tribofini ont toutes deux montré des déformations plastiques sévères de leurs surfaces, sous l'action mécanique du frottement. Une différence d'épaisseur des couches déformées laisse penser que les pistes non tribofiniées subissent des contraintes plus importantes que les pistes tribofiniées, sans pouvoir en cerner totalement les origines :

- Dans le cas de la piste NiCr non tribofiniée, les grains de la surface se sont nano-structurés (recristallisation partielle) sur plus de 500 nm de profondeur, jusqu'à 1 μm (Fig. 3.43(a)). Cette déformation peut provenir de différentes sollicitations mécaniques, comme la dernière étape d'abrasion du processus de fabrication des pistes ou l'abrasion sévère provoquée par le troisième corps. Elles peuvent impacter la surface sur des profondeurs différentes, mais compte tenu de la sévérité des contacts, le troisième corps semble être la cause la plus probable de la déformation profonde ;
- Dans le cas de la piste NiCr tribofiniée, la surface est très déformée sur une centaine de nm seulement (Fig. 3.43(b)). Une déformation moins marquée est observée sur environ 200 nm, plus en profondeur. Deux sollicitations peuvent en être à l'origine ; le traitement de tribofinition impacte les surfaces sur environ 300 nm de profondeur et provoque une déformation légère de la surface, suivi du frottement du curseur pendant l'essai d'endurance qui provoque des déformations plus sévères mais moins profondes, sur une centaine de nanomètres. De par la disparition du troisième corps riche en Ni dans ces capteurs, la déformation structurale profonde des pistes n'est plus observée.

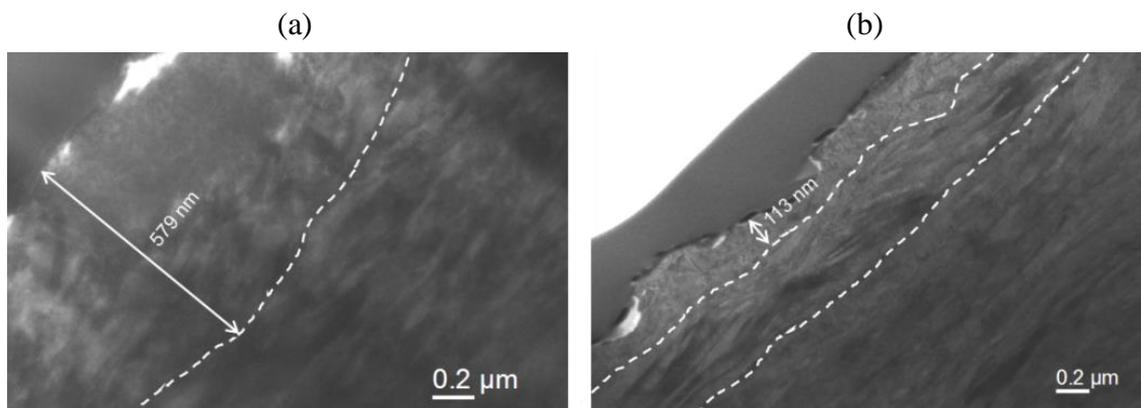


Fig. 3.43 : Images MET-BF dans la zone de contact de la piste NiCr. Les limites de zones déformées sont matérialisées par les lignes en pointillés ; (a) Piste NiCr issue d'un capteur ayant montré une forte dérive de R_T après les essais d'endurance, sans traitement de tribofinition. La surface métallique est déformée avec des grains équiaxes sur une épaisseur de plus de 500 nm ; (b) Piste NiCr issue d'un capteur ayant montré une faible dérive de R_T après les essais d'endurance, après traitement de tribofinition. L'image montre sur une centaine de nm, des grains équiaxes et plus petits que les grains allongés en profondeur.

Les observations MET mettent également en évidence la formation d'un dépôt riche en AgPdCu (d'une épaisseur pouvant aller jusqu'à une centaine de nanomètres), non homogène sur toute la surface (Fig. 3.44 & Tab. 3.4). Cela confirme les différentes observations précédentes, notamment les images MEB qui montraient un dépôt AgPdCu sur les pistes NiCr dès les premiers cycles de l'essai d'endurance. Ce dépôt, expliqué par la différence de dureté entre les deux matériaux NiCr et AgPdCu (le curseur AgPdCu a été démontré plus mou et estimé plus ductile que la surface opposée en NiCr, ce qui permet son étalement/adhésion), permet la protection de la surface de NiCr d'une éventuelle usure abrasive : la nature du contact dans ces zones est modifiée, d'un contact NiCr – AgPdCu à un contact AgPdCu – AgPdCu, considéré plus doux. Les particules d'usure issues du curseur se déposent en surface des pistes, et se voient étalées sous l'action du frottement ; leur cliché en SAED montré dans la figure Fig. 3.45 démontre le caractère particulaire de ce transfert d'AgPdCu sur le NiCr. C'est un phénomène attendu dans les capteurs de type rhéostat ne présentant pas d'endommagement de surface ou de détérioration de propriétés électriques.

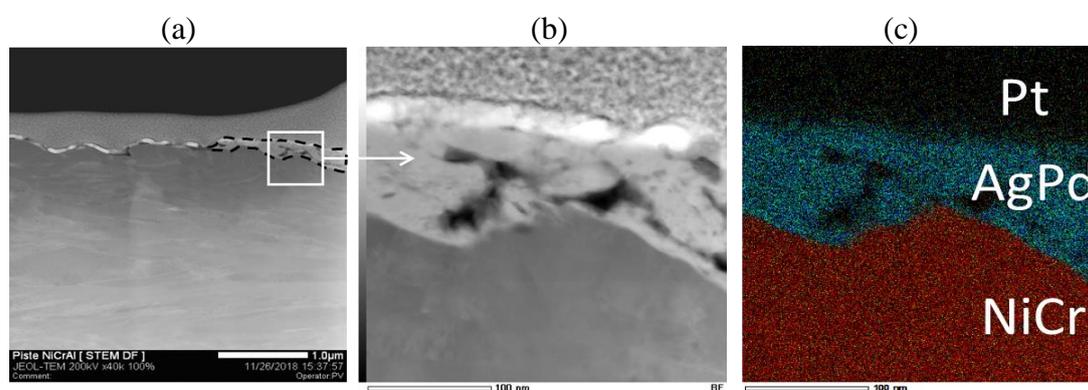


Fig. 3.44 : Analyses en contraste chimique de la piste NiCr dans la zone de contact, issue d'un capteur avec traitement de tribofinition et ayant montré une faible dérive de R_T ; (a) Image MET-DF montrant un dépôt d'une épaisseur pouvant aller jusqu'à 100 nm (entourée en noir) ; (b) Images MET-BF d'une zone zoomée de (a) ; (c) Image en contraste chimique de la même zone ; noir = Pt, bleu = AgPd, rouge = NiCr.

| Élément | %at (zone matrice) | %at (zone dépôt) | %at (zone pores du dépôt) |
|-----------|--------------------|------------------|---------------------------|
| C | / | 13,4 | / |
| O | 2,3 | 20,6 | 54,4 |
| Al | 2,9 | 0,1 | 0,6 |
| Si | 1,4 | 6,6 | 17,1 |
| Cr | 20,8 | 2,6 | 6,4 |
| Ni | 72,2 | 9,0 | 19,6 |
| Ag | 0,1 | 25,2 | 0,6 |
| Pd | 0,2 | 22,4 | 1,2 |

Tab. 3.4 : Tableau des pourcentages chimiques de chaque zone visible sur la figure Fig. 3.44 : celle de la piste NiCr (zone matrice), celle du dépôt (zone dépôt) et celles des traces dans le dépôt ressortant en noir dans les images en contraste chimique.

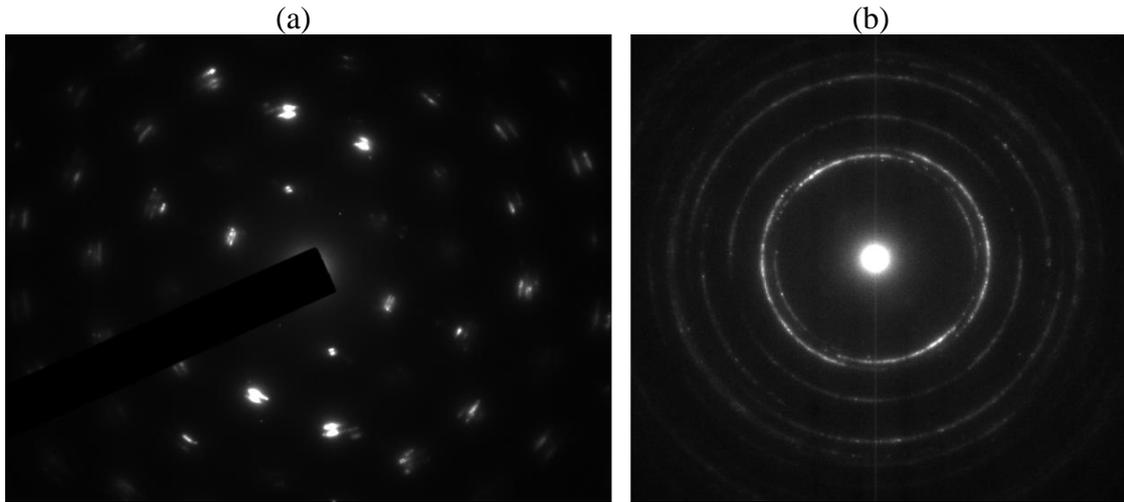


Fig. 3.45 : Clichés de diffraction en SAED associé aux analyses MET ; (a) Cliché du curseur AgPdCu massif ; (b) Cliché du transfert AgPdCu adhérent aux surfaces NiCr.

En outre, il n'a pas été possible d'observer de particules d'alumine en surface de l'échantillon issu d'une piste NiCr tribofinie après un essai d'endurance de 120%DDV, ce qui confirme les observations précédentes qui tendaient à montrer que l'alumine disparaît des zones de contact après un certain nombre de cycles de l'essai d'endurance (Fig. 3.42).

3.4.3 Paramètres du traitement de tribofinition

Dans le but d'optimiser les conditions et l'efficacité du traitement de tribofinition, plusieurs configurations ont été testées, pour étudier leur impact sur l'augmentation de la résistance après traitement et sur la dérive de valeur ohmique après essai d'endurance. Les constatations suivantes ont été faites :

- Augmenter la vitesse de tonnelage de 25 à 80 tr/min double la prise de résistance ΔR (de 10 à 20 Ω) mais diminue la dérive de valeur ohmique d'un facteur 20 après essai d'endurance ;
- Passer le temps de tonnelage de 15 min à 1 h multiplie ΔR par 5 (de 10 à 50 Ω) mais diminue également fortement la dérive de valeur ohmique d'un facteur 70 après essai d'endurance ;
- Accroître la quantité de particules d'alumine de 1,6 g à 6,6 g n'impacte pas significativement la résistance totale initiale de la piste mais diminue la dérive de valeur ohmique après essai d'endurance d'un facteur 3.

Ces résultats montrent que les paramètres les plus influents sont la vitesse et le temps de tonnelage, c'est-à-dire plus généralement le nombre de rotations du tonneau. Ce qui semble en fait le plus efficace, c'est le nombre de chocs des billes sur la piste qui peuvent à la fois améliorer l'état de surface des pistes et y favoriser l'adhérence de l'alumine. Le choix a été porté sur un protocole faisant varier le temps de tonnelage, en fixant la vitesse à 75 tr/min, car c'est ce qui semble induire le plus d'amélioration dans les rhéostats.

3.4.3.1 Effets du temps de tonnelage sur les surfaces NiCr

Différents temps de traitement ont été considérés (15 min, 30 min, 45 min, 1 h et 1h15) pour des traitements sur des feuilles pleines de NiCr, afin de faciliter par la suite les analyses XPS (Fig. 3.46) ; en effet, les vallées des pistes gravées retiennent une partie de l'alumine du traitement de tribofinition (comme décrit précédemment dans le test Scotch® en §3.4.2.1), ce qui fausse la quantification.

Les observations MEB-BSE (Fig. 3.46) montrent visuellement une augmentation du taux de recouvrement du NiCr par les particules d'alumine (agglomérées ou non). Il n'a cependant pas été possible d'établir une corrélation quantitative et reproductible entre le taux de recouvrement mesuré et le temps de traitement de tribofinition par la méthode de soustraction du fond avec le logiciel ImageJ : la méthode se heurte aux mêmes problèmes d'échelle que précédemment (§3.4.2.1). Pour tenter d'estimer le taux de présence d'alumine en surface du NiCr, la méthode d'imagerie a donc été complétée par des analyses XPS de ces différentes surfaces. Les résultats sans érosion sont présentés dans le tableau Tab. 3.5. Tout d'abord, les surfaces NiCr sans traitement de tribofinition (l'échantillon « 0 min ») comportent une quantité non négligeable d'élément Al. Cette concentration d'Al en surface provient de la composition de l'alliage NiCr, qui comporte environ 3% en masse d'Al. Cet échantillon est considéré comme témoin, et l'interprétation des résultats pour les échantillons tribofinis se fait en comparaison avec ce dernier.

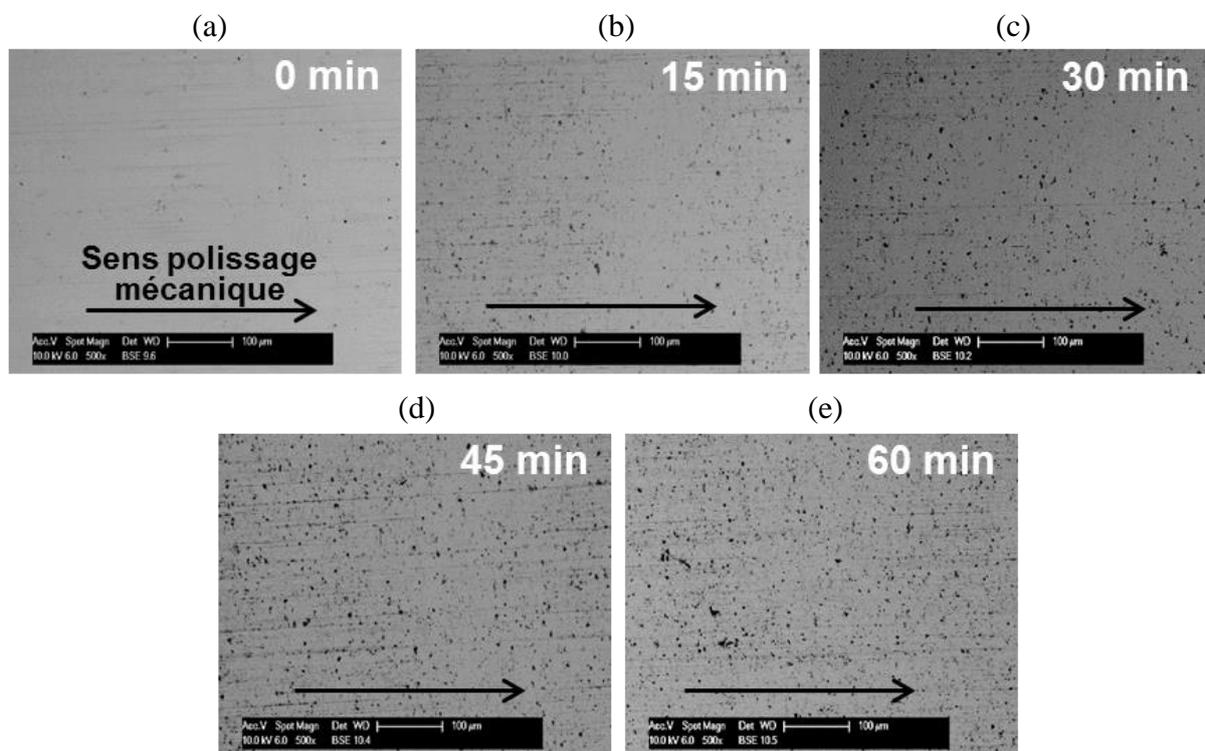


Fig. 3.46 : Images MEB-BSE de la surface de NiCr couverte d'amas de particules d'alumine, après différents temps de traitement de tribofinition ; (a) Après 0 min ; (b) Après 15 min ; (c) Après 30 min ; (d) Après 45 min ; (e) Après 60 min.

| Sans érosion | Composition chimique (%at) | | | | |
|---------------|----------------------------|------|------|------|------|
| | Al2p | C1s | Cr2p | Ni2p | O1s |
| 00 min | 9,1 | 16,9 | 15,1 | 16,2 | 42,8 |
| 15 min | 12,6 | 31,6 | 5,4 | 6,4 | 44,0 |
| 30 min | 12,6 | 25,3 | 7,6 | 9,2 | 45,3 |
| 45 min | 12,2 | 32,2 | 4,0 | 5,3 | 46,3 |
| 60 min | 13,1 | 19,9 | 6,1 | 8,7 | 52,1 |

Tab. 3.5 : Résultats d'analyses XPS réalisées sur les surfaces de NiCr non gravées couvertes d'amas de particules d'alumine, après différents temps de traitement de tribofinition. Sans traitement de tribofinition (« 0 min »), la surface comporte une quantité non négligeable d'élément Al, provenant de la composition nominale de la feuille de NiCr.

Le %at d'Al entre l'échantillon non tribofini et les échantillons tribofinis augmente (+30% environ). Cependant, pour des temps de traitement inférieurs à 45 min, la concentration d'Al en surface est similaire ; une quantité d'alumine adhère rapidement aux surfaces de NiCr dès les premières minutes de traitement de tribofinition, puis cette quantité stagne. Enfin, à partir d'une heure de traitement, la concentration d'alumine sur le NiCr est légèrement plus forte (+20% environ) (Tab. 3.5).

3.4.3.2 Effets du temps de tonnelage sur les propriétés électriques

Le temps de tonnelage permet d'augmenter le taux de présence d'alumine sur les surfaces, qui semble indispensable dans la préservation des contacts. Pour évaluer si la quantité d'alumine adhérente impacte les propriétés électriques des rhéostats, les pistes traitées avec différents temps de tonnelage sont ensuite testées avec les essais d'endurance.

À 30 min de tonnelage, les résultats confirment que les capteurs présentent de bonnes performances électriques (Tab. 3.6). Au-delà, l'amélioration supplémentaire n'est pas significative. Les dérives de valeur ohmique à 100%DDV sont généralement comprises entre 10 et 20 Ω .

| Durée de tonnelage | 30 min | 45 min | 60 min | 1h15 |
|---|-------------|-------------|-------------|-------------|
| Dérive moyenne de valeur ohmique à 110%DDV | 14 Ω | 19 Ω | 15 Ω | 16 Ω |
| Valeur min | 7 Ω | 15 Ω | 4 Ω | 14 Ω |
| Valeur max | 30 Ω | 26 Ω | 32 Ω | 21 Ω |

Tab. 3.6 : Impact de la durée de traitement de tribofinition sur la dérive de résistance après essai d'endurance (110%DDV).

En revanche, à des temps de tonnelage inférieurs, à 15 min, les capteurs sont similaires aux capteurs non tribofinisés, avec les mêmes problématiques (forte usure et formation du troisième corps riche en Ni) (Fig. 3.47(a)).

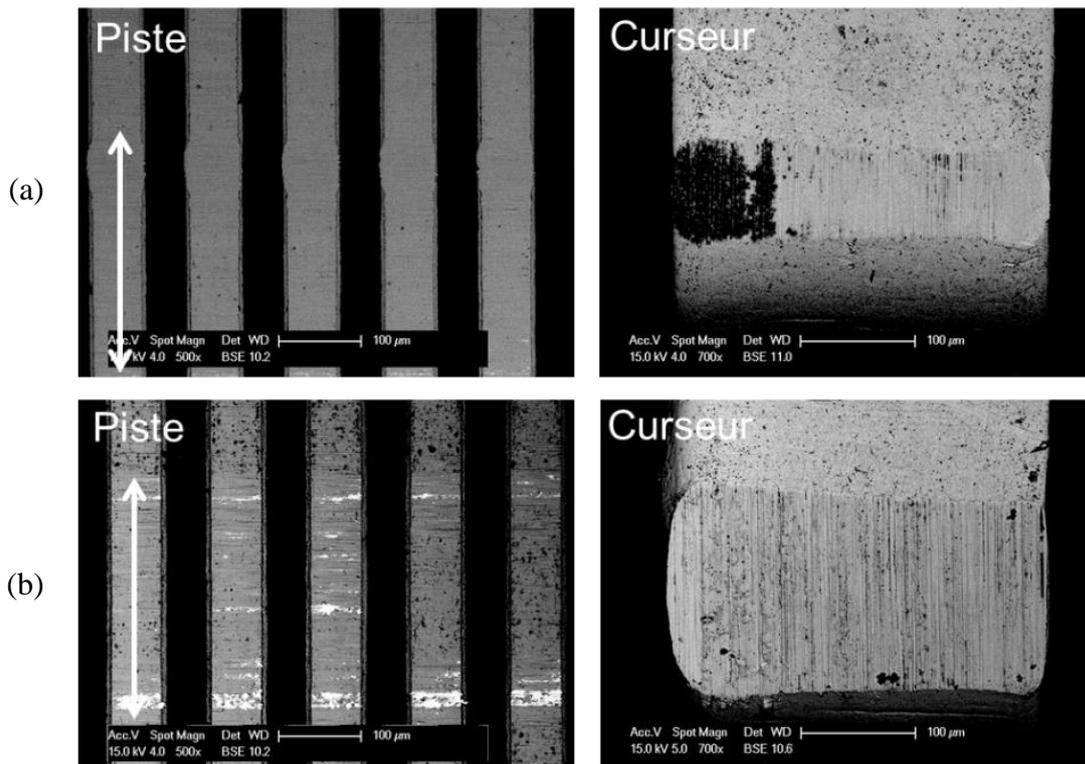


Fig. 3.47 : Images MEB-BSE de couples piste – curseur issus de capteurs après traitement de tribofinition et essai d’endurance à 120%DDV. Les zones de contacts sur les pistes sont identifiées par des flèches ; (a) 15 min en tribofinition. Une déformation plastique est visible sur la piste, en vis-à-vis du transfert noir présent sur les curseurs ; (b) 45 min en tribofinition.

Pour l’amélioration du contact, le temps de tonnelage de 60 min a finalement été choisi plutôt que celui de 30 min, pour sa fiabilité : 100% des capteurs traités 60 min présentent des dérives de R_T de moins de 60 Ω à 10%DDV, contre 95% à 30 min.

3.4.4 Proposition d’un mécanisme d’usure avec la tribofinition

La solution retenue pour améliorer les performances électriques des capteurs est donc un traitement de tribofinition mettant en œuvre des particules d’alumine. D’après les différents tests menés, l’amélioration par traitement de tribofinition est permise à la fois par l’action d’ébavurage et de lissage des pistes NiCr, et par l’impact de l’alumine sur le mécanisme d’usure du système. L’alumine permet d’éviter la formation du troisième corps sélectif en Ni, ou de l’éliminer lorsqu’il se forme dans les stades initiaux ; cela a pour effet de limiter l’usure sévère de la piste NiCr.

Un mécanisme d’usure est proposé à partir des différentes observations effectuées dans le cadre de l’étude de la solution de tribofinition (Fig. 3.48). Tout d’abord, il a été démontré que

le recouvrement des surfaces des pistes par les nanoparticules d'alumine a un fort impact sur les mécanismes d'usure et permet d'améliorer significativement les performances électriques des capteurs pendant les essais d'endurance. Le rôle de l'alumine est primordial notamment pendant la période de rodage, car elle permet de préserver en partie le NiCr du frottement et du contact direct avec le curseur, par sa présence sous forme d'amas et par son caractère nanoparticulaire et lamellaire. Cela contribue à diminuer l'usure abrasive, ce qui libère moins de nanoparticules de Ni dans le contact.

Ainsi, l'adhésion des particules d'usure de Ni à l'origine de la formation du troisième corps sur les curseurs est limitée, voire évitée. De plus, l'évolution de l'usure abrasive en usure adhésive demande une certaine longueur de glissement pour se produire, avec des phénomènes de cisaillement et de pétrissage de particules métalliques. Lorsque le NiCr est protégé par des amas anti-adhésifs comme l'alumine, et ce de manière relativement homogène avec un taux de recouvrement suffisant, les contacts glissants directs NiCr – AgPdCu ne sont pas assez étendus pour favoriser l'usure adhésive. Cela permet de limiter la formation du troisième corps riche en Ni, donc l'abrasion sévère des pistes.

Si localement les amas d'alumine ne sont pas assez rapprochés et laissent apparaître des zones vierges de NiCr, le troisième corps adhésif peut se former sur les curseurs. Sa composition est légèrement différente de celle des cas non tribofinis, car il n'est pas sélectif en Ni mais contient de petites zones localisées riches en Cr ; même lorsqu'il se forme, il sera donc supposé moins agressif envers les pistes NiCr. En outre, il n'est généralement que peu présent, et tend à être éliminé au cours au fur et à mesure du frottement dans un équilibre dynamique entre formation et destruction. Dans ce cas, les amas d'alumine peuvent également jouer le rôle de réservoirs de particules disponibles : l'alumine peut en effet se mélanger avec la graisse après quelques mouvements de glissement, et jouer un rôle abrasif sur le troisième corps dans les zones étendues du contact. L'usure abrasive des pistes provoquée par le troisième corps adhésif n'est donc pas assez durable dans le temps pour induire de fortes dérives de valeurs de R_T .

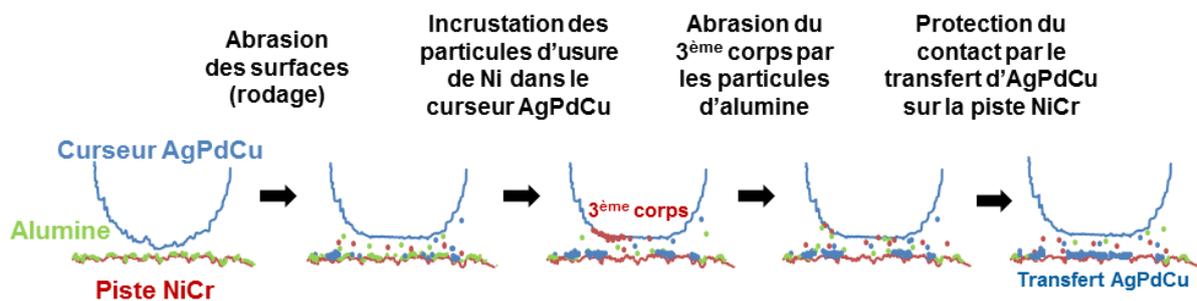


Fig. 3.48 : Scénario proposé pour décrire les mécanismes d'usure mis en jeu dans le contact NiCr – AgPdCu, avec le traitement de tribofinition.

L'évolution des amas d'alumine dans le contact tend à montrer qu'elle est par la suite mélangée au lubrifiant, en se détachant petit à petit des pistes NiCr ; en effet, après un certain nombre de cycles de l'essai d'endurance, il n'est plus possible d'observer de particules d'alumine sur le NiCr dans les zones de contact (il n'y a plus ni d'amas sur les images MEB-

EDX, ni de particules libres sur les images MET). Les « vallées » dues à la géométrie particulière des pistes NiCr et la nouvelle rugosité obtenue par les amas d'alumine sur le NiCr jouent le rôle de réservoir de lubrifiant chargé en particules d'alumine ; cela permet d'alimenter le contact avec de petites quantités d'alumine, qui sont récupérées à chaque mouvement de glissement des curseurs sur les pistes.

Pour ce genre d'application, la bonne répartition des amas d'alumine sur les pistes présente des avantages car il est possible de s'affranchir de problèmes de dispersion initiale de particules dans un lubrifiant ; cela rend ce nouveau lubrifiant d'autant plus efficace dans le contact. Utiliser l'alumine directement en suspension dans les graisses peut présenter d'autres avantages, mais les mécanismes d'usure peuvent être différents de celui proposé dans le cadre de cette thèse ; la présence massive d'alumine sur les surfaces, entre autres, peut être essentielle à la protection du contact, surtout en début de sollicitations en frottement.

Il existe un certain nombre de travaux portant sur des nanoparticules jouant le rôle d'additifs dans les lubrifiants ; dans la plupart des cas, l'addition de nanoparticules permet une réduction de l'usure [191]–[200]. Une réduction importante pour des particules de WS₂ de taille typique de 100 nm a été démontrée par Rapoport et al. [191], pouvant aller, dans les conditions de leurs essais, jusqu'à un facteur 10. Pour une grande partie des études [191]–[195], [198], le rôle bénéfique des nanoparticules dans les lubrifiants est attribué à la formation d'un tribofilm (généralement par des mécanismes physiques comme le frittage ou la déposition), réduisant le frottement direct entre les aspérités de surfaces et protégeant ainsi le contact de l'usure. Les nanoparticules, de par leur taille nanométrique, peuvent impacter les lubrifiants même en film limite, grâce à leur capacité à rentrer dans le contact (même de très faible entrefer) et à leur caractère particulière qui leur permet de s'écouler et de couvrir les surfaces [193].

Concernant plus particulièrement les nanoparticules d'alumine, d'autres travaux montrent leurs effets bénéfiques dans la réduction de l'usure des surfaces en contact, dans différentes configurations. L'étude menée par Radice et Mischler [196] montre notamment que les nanoparticules d'alumine dans des suspensions aqueuses réduisent considérablement la taille des traces d'usure, dans un contact bille-plan avec une bille en alumine et un plan en acier (AISI316). De plus, il a été observé une adhérence des particules d'alumine, formant un troisième corps compact dans et hors contact ; celui-ci était intégralement supprimé par un nettoyage simple (10 min US) hors contact, mais seulement partiellement supprimé dans le contact. Ce phénomène peut être attribué à l'effet de compaction qui intervient dans le contact, et qui induit une plus forte adhérence qu'en dehors du contact. La protection des surfaces est de ce fait attribuée à la formation d'un tribofilm, qui permet la séparation des surfaces frottantes. De plus, l'étude montre l'importance de la taille des particules : l'alumine de taille micrométrique est moins efficace contre l'usure, et ce phénomène est attribué à sa tendance à sédimenter rapidement. L'efficacité des additifs dans un lubrifiant pour la bonne alimentation du contact reposant sur leur bonne dispersion, l'alumine micrométrique est donc moins adaptée que l'alumine nanométrique.

En effet, les nanoparticules d'alumine sont connues pour être efficaces pour la réduction de l'usure et du coefficient de frottement (évaluée à 22% de réduction par Jiao et al. [197]) mais ont tendance à ne pas rester correctement dispersées dans les lubrifiants pour des temps longs [196], [197]. Une des solutions avancées pour remédier à ce problème est proposée par Jiao et al., avec l'utilisation de nanoparticules composites alumine/silice, permettant d'allier la réduction d'usure avec l'alumine, et la bonne dispersion de la silice dans les lubrifiants. Les résultats montrent une réduction de coefficient de frottement pouvant aller jusqu'à 50%. Mais il est également possible de faire appel à des dispersants, tout comme dans le cas des particules de PTFE ; un certain nombre de travaux ont été menés sur différents dispersants organiques (sous forme de copolymères, d'acide citrique ou d'électrolytes), montrés efficaces pour la bonne dispersion de particules d'alumine jusqu'à 500 nm de diamètre [201]–[204].

Dans l'industrie automobile, récemment, l'alumine sous forme de nanoparticules a été étudiée comme additif solide dans des lubrifiants dans les huiles moteurs [205] (mélangées avec des particules de TiO₂ [205] ou encore de CuO [206]). Les performances à l'usure ont pu être améliorées, particulièrement dans le régime de lubrification limite, en formant un tribofilm qui évite les contacts directs entre surfaces métalliques. Cependant, les nanoparticules d'alumine sont aussi connues pour avoir un effet abrasif, ce qui peut conduire à la réduction de la rugosité de surface et ainsi des contacts directs entre aspérités (particulièrement pendant la période de rodage). Cela peut également activer les surfaces et faciliter l'action d'autres additifs [206].

3.5 Conclusion

Ce chapitre, consacré au rhéostat, a permis de décrire les différents phénomènes tribologiques mis en jeu dans le système en glissement NiCr – AgPdCu lubrifié à la graisse A-2. Il a notamment permis de décrire la formation par adhésion d'un troisième corps abrasif.

La première partie a présenté les problématiques spécifiques au système, tournant essentiellement autour de l'usure abrasive sévère observée sur les pistes. Cette usure a été associée aux perturbations électriques caractéristiques du rhéostat, et représente donc le phénomène à étudier et auquel il est proposé de remédier.

La deuxième partie a permis de présenter les différentes usures subies par le capteur. Elle a commencé par la description de l'usure abrasive sévère des pistes NiCr. Différents tests ont été menés pour tenter de l'expliquer : le matériau dur est usé par le matériau mou. Puis la cause a été attribuée à un autre phénomène tribologique, avec l'observation, l'analyse et l'explication de la formation du troisième corps agressif : un transfert de matière sélectif nanocristallin de Ni adhérent aux curseurs AgPdCu. Sur base bibliographique, celui-ci est supposé plus dur que les pistes NiCr brutes, de par sa composition chimique et sa microstructure. Il a donc été identifié comme la cause de leur usure abrasive ; l'effet du troisième corps sur le mécanisme d'usure global a ainsi été explicité et démontré par des observations MEB et MET notamment. De ces différentes informations, il a été possible de proposer un mécanisme d'usure général pour le capteur de type rhéostat.

Un certain nombre de solutions pour remédier à la problématique du capteur ont été testées dont une principale a été détaillée dans le troisième paragraphe : un traitement de tribofinition appliqué aux pistes qui améliore leur état de surface et adoucit ainsi les conditions tribologiques du système. Le résultat le plus notable est l'adhérence des particules d'alumine contenues dans le traitement de tribofinition sur la surface de NiCr. Cette alumine contribue efficacement à la disparition (ou à l'absence de formation, en fonction de sa répartition) du troisième corps adhésif riche en Ni, ce qui permet d'éviter les diverses perturbations électriques. Dans cette même partie a été discutée l'influence des différents paramètres du traitement de tribofinition sur les performances globales des capteurs traités, particulièrement le temps de tonnelage. Cela a permis d'optimiser le traitement, afin de le rendre le plus efficace possible. Grâce à ce traitement et aux optimisations apportées, 95% des rhéostats présentent maintenant des dérives inférieures à la tolérance ; il est à ce jour définitivement adopté dans ses étapes de fabrication. Enfin, cette partie a été clôturée par la proposition d'un nouveau mécanisme d'usure, prenant en compte l'effet du tonnelage et en particulier celui de l'alumine sur le système tribologique.

Chapitre 4

Troisième corps protecteur dans le capteur de type potentiomètre

Sommaire

| | |
|--|------------|
| 4.1 Introduction | 169 |
| 4.2 Problématique du capteur | 169 |
| 4.3 Mécanismes de frottement et d'usure dans le contact métal – polymère..... | 170 |
| 4.3.1.1 Morphologie du troisième corps | 171 |
| 4.3.1.2 Adhésion du troisième corps à la piste..... | 173 |
| 4.3.1.3 Composition chimique du troisième corps..... | 174 |
| 4.3.1.4 Impacts du troisième corps sur les propriétés électriques..... | 179 |
| 4.3.2 Hypothèses sur le mécanisme de formation du tribofilm | 182 |
| 4.3.2.1 Mécanisme de tribopolymérisation | 183 |
| 4.3.2.2 Effets de la température dans le contact..... | 185 |
| 4.3.2.3 Effets des conditions de contact..... | 186 |
| 4.3.2.4 Effets catalytiques du curseur AgPdCu | 187 |
| 4.3.2.5 Proposition du mécanisme de tribopolymérisation dans le potentiomètre... | 188 |
| 4.3.3 Un cas de défaillance en conditions réelles de fonctionnement | 189 |
| 4.4 Contrôle du mécanisme de lubrification | 189 |
| 4.4.1 Configuration de contact à sec..... | 190 |
| 4.4.2 Effets de la quantité de graisse dans le contact | 191 |
| 4.4.3 Diminution de la quantité de PTFE avec la graisse A-3..... | 194 |
| 4.4.4 Effets de la nature des graisses sur le mécanisme de lubrification..... | 196 |
| 4.4.4.1 Utilisation d'une graisse PAO + savon complexe de Li | 197 |
| 4.4.4.2 Utilisation d'une graisse PFPE-PTFE..... | 201 |
| 4.4.5 Effets de la température | 209 |
| 4.5 Conclusion..... | 213 |

4.1 Introduction

Le second capteur étudié dans ces travaux de thèse est de type potentiomètre, qui met en œuvre un contact métal – polymère conducteur. Malgré les risques d’instabilités électriques, il montre des comportements satisfaisants dans une grande majorité des cas. Ce chapitre vise à étudier le contact et définir ce qui le rend robuste, puis tenter d’optimiser sa lubrification.

La première partie du chapitre a pour objectif de définir la problématique liée aux potentiomètres et au troisième corps qui se forme systématiquement sur la surface des pistes polymères. Contrairement au chapitre 3, la dérive de la résistance totale R_T observée est très faible dans ce capteur dans sa version « classique » (c’est-à-dire lubrifié avec la graisse A-2) ; l’étude est davantage orientée sur l’impact du troisième corps sur la tenue à l’usure du contact.

Suite à la mise au point d’un essai d’endurance aux conditions proches de la réalité, il est possible d’observer des transformations des surfaces au cours du frottement. Cela fait l’objet de la deuxième partie, qui permet de proposer des éléments de compréhension sur l’évolution du système. Le troisième corps est d’abord caractérisé en fonction de son aspect macro- et microscopique, ainsi qu’en fonction de sa composition chimique. Son effet sur le contact et notamment sur les propriétés électriques est ensuite discuté. Un cas particulier d’instabilités électriques liées à la formation du troisième corps dans un capteur ayant fonctionné en conditions réelles est également présenté ; une meilleure maîtrise du/des mécanisme(s) de lubrification est donc envisagée.

La troisième partie permet de s’intéresser plus précisément aux mécanismes de lubrification dans le potentiomètre. Différentes configurations sont testées, comme par exemple des contacts à sec ou graissés plus abondamment que la normale. Il s’avère que le paramètre le plus influent semble être la nature du lubrifiant ; la suite de cette partie est donc consacrée à la description de l’action de différents types de graisses dans le contact. Enfin, le paramètre température est étudié car le cycle de fonctionnement des capteurs impose des variations thermiques (-55 à 125°C) qui peuvent impacter les mécanismes de lubrification des graisses.

4.2 Problématique du capteur

Dans le domaine de l’aéronautique, les potentiomètres de précision à piste plastique sont des composants dont la fiabilité est reconnue. Lors de l’observation de contacts dans des capteurs ayant fonctionné en conditions réelles, il a été mis en évidence la formation d’un troisième corps à l’interface. Les premières observations semblent montrer que celui-ci n’impacte pas fortement les propriétés électriques du capteur, le signal électrique n’étant ni perturbé, ni sujet à des dérives dans le temps.

Afin de déterminer la nature du troisième corps, son effet structural et électrique dans le contact et son mécanisme de formation, une étude poussée du contact et de son évolution dans le temps a été menée sur une centaine de capteurs provenant d’avions, ainsi que sur d’autres

testés en laboratoire dans des conditions similaires aux conditions réelles. Contrairement au cas du rhéostat, la propriété électrique surveillée n'est plus la dérive de la résistance totale du film R_T (car aucune dérive ohmique n'est enregistrée sur ces capteurs) mais l'évolution de la résistance de contact R_c , c'est-à-dire l'évolution de la conduction électrique entre piste et curseur. Cette dernière est connue pour être sensible à plusieurs paramètres comme le passage du courant, les interactions physico-chimiques et les sollicitations mécaniques ; ces trois contributions peuvent soit agir séparément, soit mener à un système multi-physique complexe lorsqu'ils interagissent entre eux (Fig. 4.1). Les sollicitations mécaniques dans le potentiomètre sont en partie des actionnements d'amplitudes relativement grandes, et en partie des vibrations (avec le curseur immobile sur les pistes). Les vibrations dans ce cas peuvent être assimilées à des mouvements de fretting, qui est défini par des petits débattements inférieurs à la taille de contact.

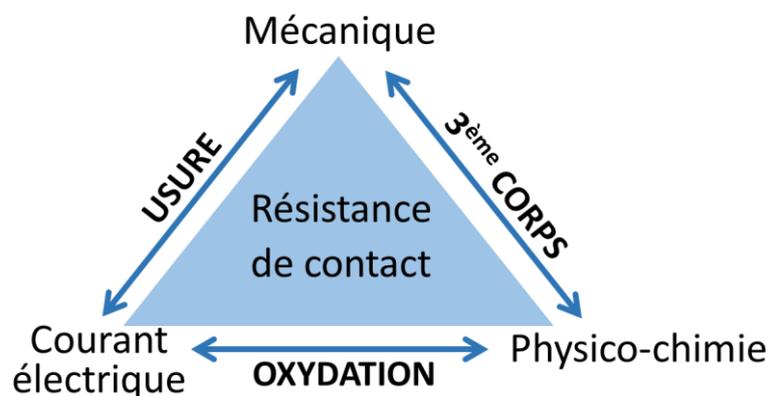


Fig. 4.1 : Schéma du système multi-physique des mécanismes influençant la résistance électrique de contact R_c .

Le but de cette partie est d'étudier le système tribologique dans des conditions réelles et dans des conditions reproduites en laboratoire, pour déterminer les mécanismes de formation du troisième corps, son influence dans le contact et sa contribution sur les performances du capteur. Un axe d'optimisation du contact est ensuite proposé.

4.3 Mécanismes de frottement et d'usure dans le contact métal – polymère

À l'état initial, les surfaces des pistes neuves comportent des particules de carbone conductrices piégées dans la matrice polymère isolante ; la répartition des particules de carbone conditionne la topographie surfacique de la piste tandis que leur caractère conducteur permet le passage du courant de proche en proche. Lorsque le contact est vieilli, soit par les essais d'endurance, soit en situation réelle de fonctionnement, un troisième corps est formé à l'interface des surfaces métal – polymère en contact (il a été observé systématiquement sur une centaine de potentiomètres observés).

Pour être considéré comme protecteur du contact, le troisième corps doit permettre la préservation des surfaces et ne pas faire obstacle à la conduction électrique. La suite du paragraphe est donc dédiée à sa caractérisation approfondie.

4.3.1.1 Morphologie du troisième corps

Les images MEB montrent que le troisième corps apparaît dès les premiers cycles de glissement sur la surface des pistes polymères, qu'il est régulier sur toute la zone de contact (qui s'étend de $+10^\circ$ à -10° autour du point milieu), sous chacun des 4 brins du curseur. Les vibrations, localisées uniquement au point milieu, n'induisent ni un élargissement, ni une détérioration, ni une augmentation d'épaisseur ou de largeur du troisième corps dans cette zone ; cela confirme donc qu'il apparaît sous l'action des frottements, et dépend en majorité des mouvements de glissement du curseur (Fig. 4.2). En mode MEB-BSE, il apparaît comme étant hétérogène, avec la présence de zones d'un gris plus clair, donc composés d'éléments plus lourds que ceux spécifiques à la piste (C, O).

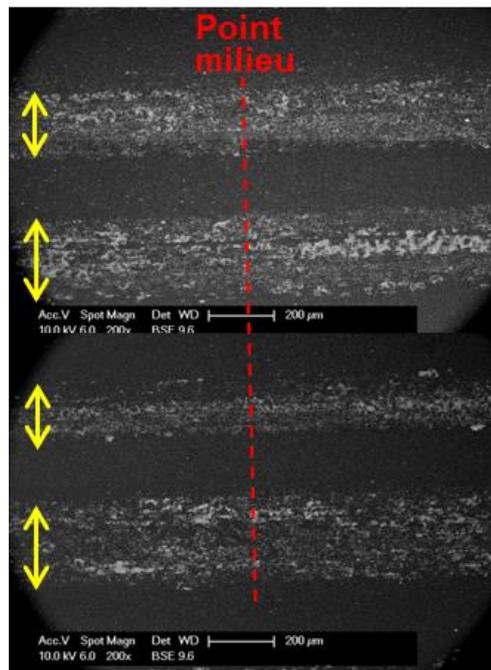


Fig. 4.2 : Image MEB-BSE mettant en évidence le troisième corps dans la zone des glissements et au point milieu. Les flèches jaunes indiquent les zones de contact avec les 4 brins du curseur.

Les analyses au rugosimètre permettent de déterminer si les zones plus claires de la figure Fig. 4.2 sont en relief et peuvent être associées à des amas, ou si au contraire elles sont similaires à de l'usure. Elles font ainsi apparaître deux autres caractéristiques du troisième corps :

- La surface des zones de contact est plus lisse ($R_a \sim 0,3 \mu\text{m}$) que la piste vierge ($R_a \sim 0,5 \mu\text{m}$) (Fig. 4.3). Cela peut être associé à un phénomène d'usure des aspérités, qui sont formées des charges carbone ;
- Les 4 zones de contact apparaissent globalement en relief lors de la comparaison entre leurs centres et une zone hors contact environnante (Fig. 4.3). Des amas de 2 à 3 μm sont observables en particulier mais pas uniquement sur les bords des contacts visibles (en jaune-rouge sur la figure Fig. 4.4). L'épaisseur moyenne du troisième corps est estimée à environ 500 nm. Même si cette valeur proche de la rugosité est peut-être surestimée, elle suggère le dépôt ou l'intégration de matière qui ne peut pas être formée uniquement des particules d'usure, mais également d'autres éléments, comme ceux de la graisse.

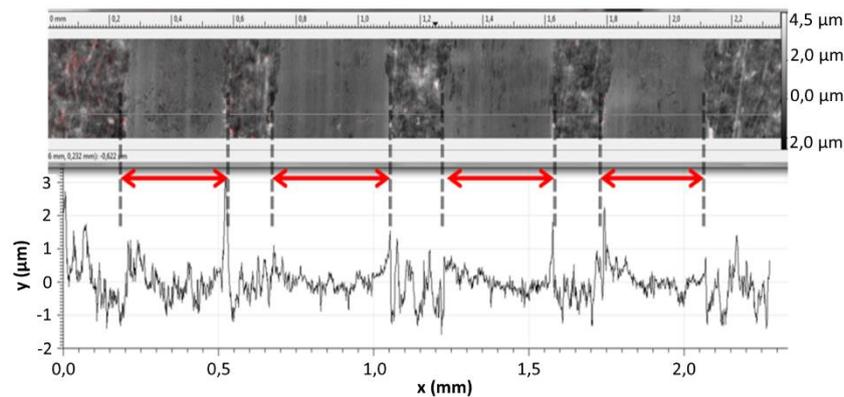


Fig. 4.3 : Analyses en rugosimétrie de la piste polymère dans une zone de passage du curseur. Sous chaque brin, une couche en surépaisseur et moins rugueuse que la piste vierge est observée, et est visible sur l'image 2D avec un profil correspondant. Les traces de passage de chaque brin sont indiquées par des flèches rouges.

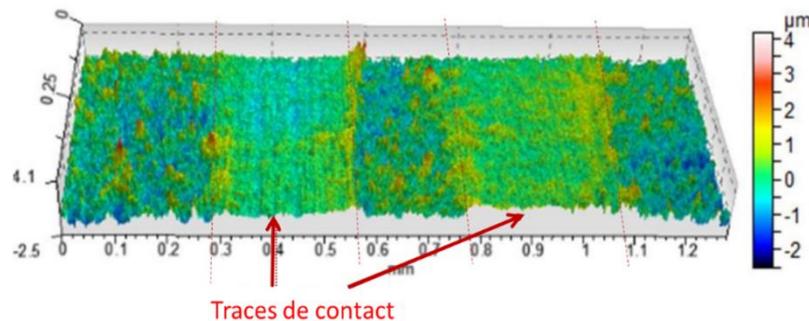


Fig. 4.4 : Analyses en rugosimétrie de la piste polymère dans une zone de 2 passages du curseur, en représentation 3D, réalisée dans un laboratoire indépendant sur un capteur ayant subi les conditions réelles de fonctionnement.

L'épaisseur du troisième corps semble protéger la piste de l'usure, en évitant les contacts directs entre le curseur et la piste. Sur les images MEB-SE (Fig. 4.5(a)), des stries d'usure abrasive sont uniquement visibles sur le troisième corps, issues du frottement du curseur.

À fort grossissement, il est possible de déterminer plusieurs textures sur et autour du troisième corps (Fig. 4.5(b) à (d)) :

- Son hétérogénéité semble laisser paraître la piste vierge par endroit (Fig. 4.5(c)), qui montre une morphologie cohérente avec ce qui est attendu, c'est-à-dire une matrice contenant des particules pouvant être identifiées comme les charges conductrices de carbone. Contrairement à leur taille estimée de 300 à 500 nm dans le chapitre deux, elles semblent mesurer plutôt une centaine de nanomètres ;
- Lorsque la piste est couverte de graisse ou de troisième corps (Fig. 4.5(d)), une morphologie complexe peut être observée, similaire à une structure spongieuse, et qui semble également intégrer des particules de taille sub-micrométrique (PTFE, particules d'usure...). L'observation de telles structures, malgré le nettoyage 3S (« 3 solvants » sous ultra-sons) des échantillons, montre que le pouvoir adhérent du troisième corps sur les pistes n'est pas négligeable.

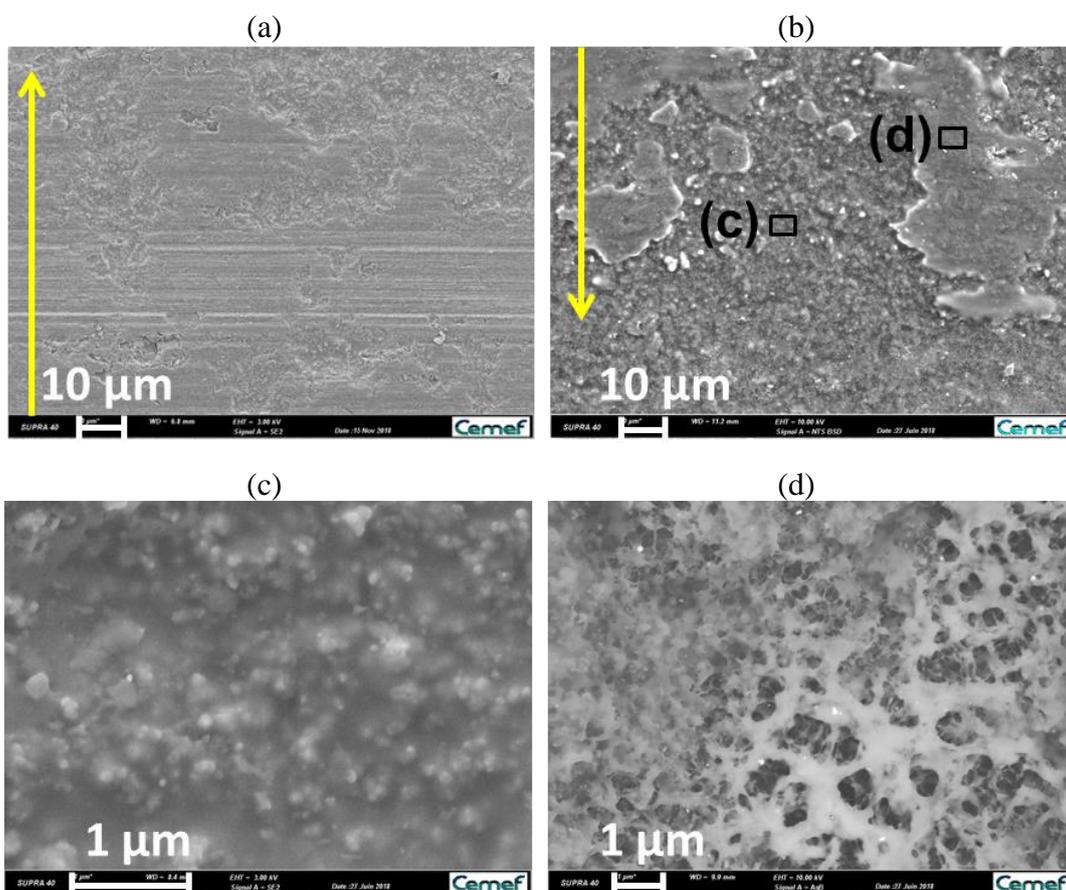


Fig. 4.5 : Images MEB-SE de la piste polymère après l'essai d'endurance. La zone de contact recouverte du troisième corps est illustrée par les flèches jaunes ; (a) Des stries de frottement sont visibles sur une partie du troisième corps en surépaisseur ; (b) Plusieurs textures autour de la zone de contact ; (c) & (d) Zooms des encadrés noirs correspondants sur (b).

4.3.1.2 Adhésion du troisième corps à la piste

Le troisième corps a été défini comme une couche adhérent aux pistes polymères, sous forme d'amas répartis de façon inhomogène. Les « tests Scotch® » confirment ces observations, et montrent que le troisième corps est bien adhérent (Fig. 4.6) : quelques

particules collées ont été observées sur la bande adhésive, mais ce sont des particules plus libres présentes sur les bords de la zone de contact (Fig. 4.6(a)), qui ont a priori subi des conditions de contact plus douces (sur les bords des curseurs, les pressions de contact sont moins élevées et la lubrification est mieux assurée). La plus grande partie du troisième corps reste collée aux pistes polymères, particulièrement au milieu des zones de frottement où il est le plus présent et le plus aggloméré (Fig. 4.6(b)).

Les particules arrachées par l'adhésif sont des particules libres qui peuvent potentiellement agir dans l'interface du contact, s'y déplacer ou éventuellement s'accumuler. Ce genre de comportement pourrait mener à l'évolution du contact et à des transformations du troisième corps ; mais les particules arrachées ne semblent pas assez nombreuses pour y jouer un rôle déterminant.

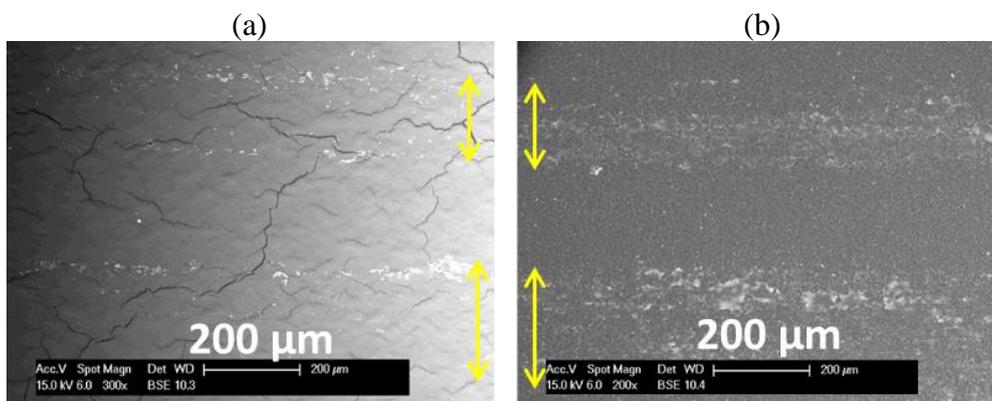


Fig. 4.6 : Images MEB-BSE du test Scotch[®] réalisé sur une piste polymère recouverte du troisième corps. Les zones de contact sont indiquées par les flèches jaunes ; (a) Surface de l'adhésif métallisé sur lequel des particules plus claires, provenant du troisième corps, sont collées ; (b) Surface de la piste polymère après test Scotch[®].

4.3.1.3 Composition chimique du troisième corps

La caractérisation chimique du troisième corps a été réalisée à l'aide d'images MEB couplées à des analyses EDX, complétées par des analyses XPS. Dans les analyses EDX, les éléments C et O caractéristiques de la piste sont observés ; cela montre soit une détection de la piste sous le troisième corps, soit l'intégration de particules d'usure issues des pistes dans ce dernier. Les amas sont, quant à eux, riches en Si et F (ainsi qu'en Cl) qui ne peuvent provenir que de la graisse A-2 (Fig. 4.7 & Tab. 4.1). Le tableau Tab. 4.1 montre une proportion Si:Cl dans le troisième corps similaire à celle de la graisse neuve (d'environ 7:1), avec une forte concentration en F localisée dans les amas. À ce stade des observations, l'hypothèse d'un squelette de PTFE solide qui se forme à l'interface a été émise, permettant de piéger une partie de l'huile silicone dans le contact. Ce type de comportement diffère de celui attendu d'une graisse même s'il pourrait également permettre une bonne lubrification du contact. Mais l'analyse EDX permet d'apporter des précisions sur la structure spongieuse observée précédemment sur la figure Fig. 4.5(d) : riche en Si, elle est donc essentiellement formée par l'huile silicone, qui intègre des particules riches en fluor identifiées comme étant des

particules de PTFE. Cela tend à montrer que la formation d'une structure spongieuse par l'huile silicone forme le troisième corps, plutôt que l'action des amas de fluor retenant l'huile dans le contact.

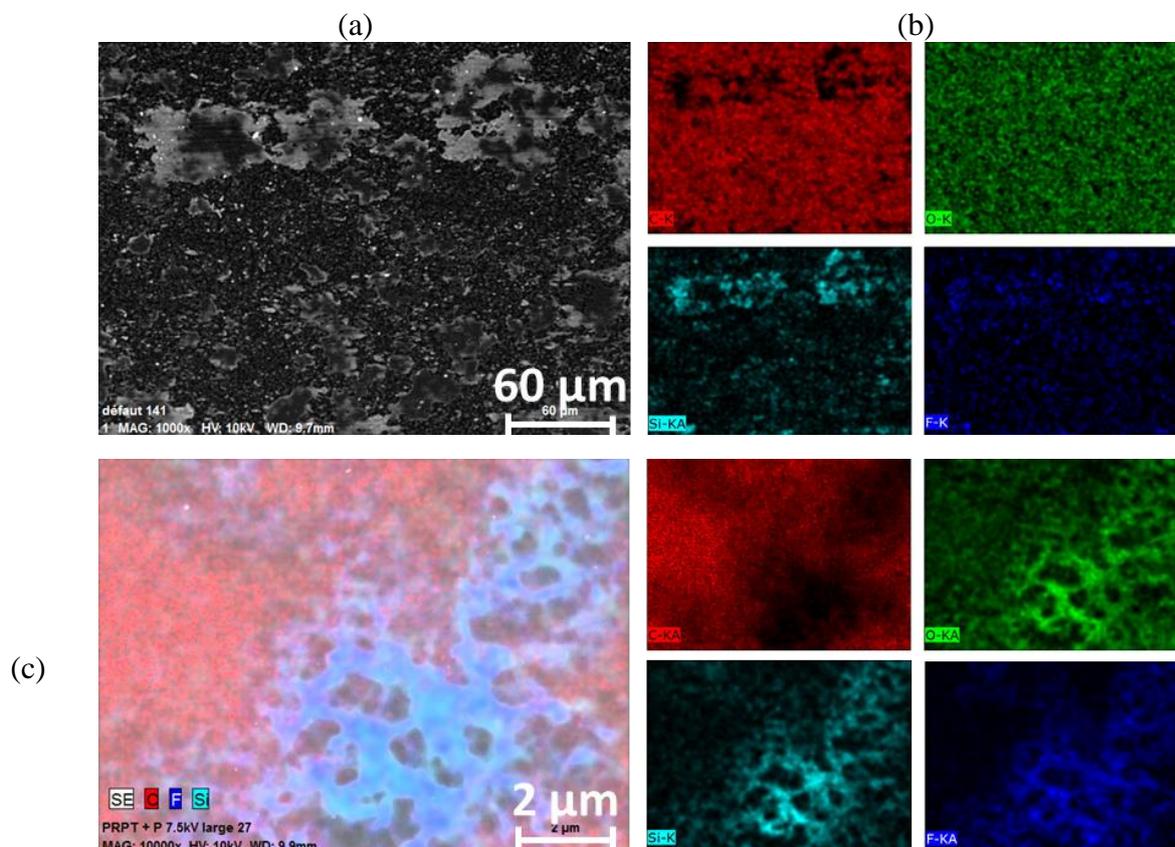


Fig. 4.7 : Images MEB de la surface des pistes polymères recouvertes du troisième corps, après essai d'endurance ; (a) Image MEB-BSE de la piste polymère dans la zone de contact ; (b) Cartographie EDX correspondante ; (c) Cartographie EDX correspondant au zoom de la figure Fig. 4.5(d) ; Avec rouge = C, vert = O, cyan = Si, bleu = F.

| %at | C | O | F | Al | Si | Cl | Ag |
|--|------|------|------|-----|------|-----|-----|
| Piste polymère sans troisième corps | 80,7 | 19,0 | - | - | 0,3 | - | - |
| Troisième corps dans les amas | 35,3 | 27,4 | 21,0 | 0,2 | 13,6 | 1,8 | 0,6 |
| Troisième corps hors des amas | 72,3 | 25,5 | - | 0,2 | 1,9 | 0,2 | - |

Tab. 4.1 : Composition du troisième corps en comparaison avec une piste sans troisième corps, en %at, analysée en EDX à l'aide de pointés dans les différentes zones (moyenne sur plusieurs mesures).

| %at | C1s | O1s | F1s | Si2p |
|---|------|------|-----|------|
| Piste neuve sans troisième corps | 73,7 | 23,1 | / | 2,7 |
| Piste frottée hors contact | 61,0 | 27,1 | 0,9 | 10,3 |
| Piste frottée dans le contact | 55,1 | 27,8 | 3,0 | 13,5 |

Tab. 4.2 : Composition du troisième corps en comparaison avec une piste sans troisième corps, en %at, analysée en XPS.

De plus, le tableau Tab. 4.1 montre également une possible affinité entre le Si et les pistes polymères, même hors des contacts, avec la détection d'une concentration en Si de 1,9%at. Les analyses EDX ont été complétées par les analyses XPS (Tab. 4.2) qui confirment d'abord une présence de F dans le troisième corps (3%at) ; et ensuite la présence de Si à la fois dans et hors des zones de contact, et ce, dans des proportions proches (10,3%at hors contact contre 13,5%at dans le contact).

L'huile silicone semble donc bien avoir une affinité particulière avec les pistes polymères, surtout dans les zones frottées. Elle semble d'ailleurs relativement forte, car la figure Fig. 4.8 montre qu'une quantité de Si est détectée à la surface de la piste polymère sur une profondeur estimée à une dizaine de nanomètres (visible avec la courbe rouge, jusqu'à un temps d'érosion d'environ 700 s). En outre, le frottement, qui favorise l'apparition du troisième corps, provoque une augmentation de Si en surface, mais également en profondeur, que l'on peut supposer correspondre à la profondeur troisième corps + surface de la piste polymère (Fig. 4.8 courbe verte).

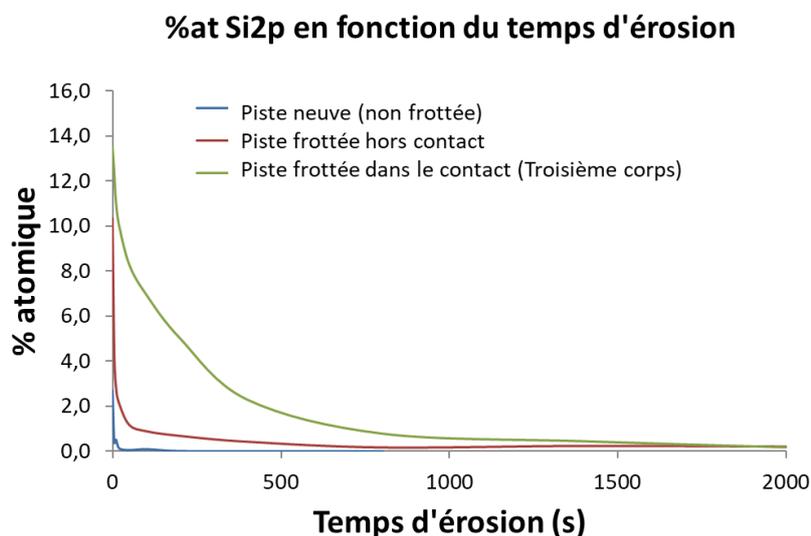


Fig. 4.8 : Profils XPS du %at du Si en fonction du temps d'érosion (donc en fonction de la profondeur). Analyses réalisées sur une piste neuve et une piste qui a subi un essai d'endurance (hors et dans le troisième corps)

Au-delà d'une simple affinité, il semblerait qu'une transformation chimique ait lieu dans la graisse neuve pour former le troisième corps, qui mène à une détection proportionnellement plus importante des pics relatifs à SiO_2 par rapport aux pics Si-C, à la fois sur le spectre du O1s et du Si2p du troisième corps en XPS (Fig. 4.9 & Fig. 4.10) dans la trace de contact. Cela témoignerait d'une modification du polymère de l'huile silicone, dont les Si seraient proportionnellement liés, après frottement, à moins d'atomes de C que de O, alors que le monomère d'origine voudrait qu'ils soient liés à autant de C que de O (2 liaisons de chaque). Les travaux de Hirahara et al. [207] suggèrent que le pic SiO_2 (à 103,4 eV sur le spectre Si2p) serait caractéristique de l'oxydation de $\text{O-Si}(\text{C}_x\text{H}_y)_2\text{-O}$ (Si^{2+}) de l'huile silicone en $\text{O-Si}(\text{C}_x\text{H}_y)(\text{O})\text{-O}$ (Si^{3+}) et $\text{O-Si}(\text{O})_2\text{-O}$ (Si^{4+}), espèces constitutives des ponts entre les molécules linéaires.

En accord avec les tests Scotch® (Fig. 4.6), le troisième corps semble adhérer aux pistes polymères grâce à la solubilité partielle de l'huile silicone dans le polymère des pistes, qui peut également aider au mélange entre les particules de la graisse et les particules d'usure issues des pistes. L'ensemble des observations tendent à montrer que le troisième corps solide est permis par la formation d'une structure spongieuse par l'huile silicone qui semble être transformée chimiquement. Les autres composants de la graisse, le fluor et le chlore, semblent quant à eux relativement inertes face aux pistes polymères ; les particules riches en F ont tendance à s'agglomérer et à former des amas dans les zones de contact, comme dans le cas des rhéostats, mais ne semblent pas participer directement à la formation du troisième corps.

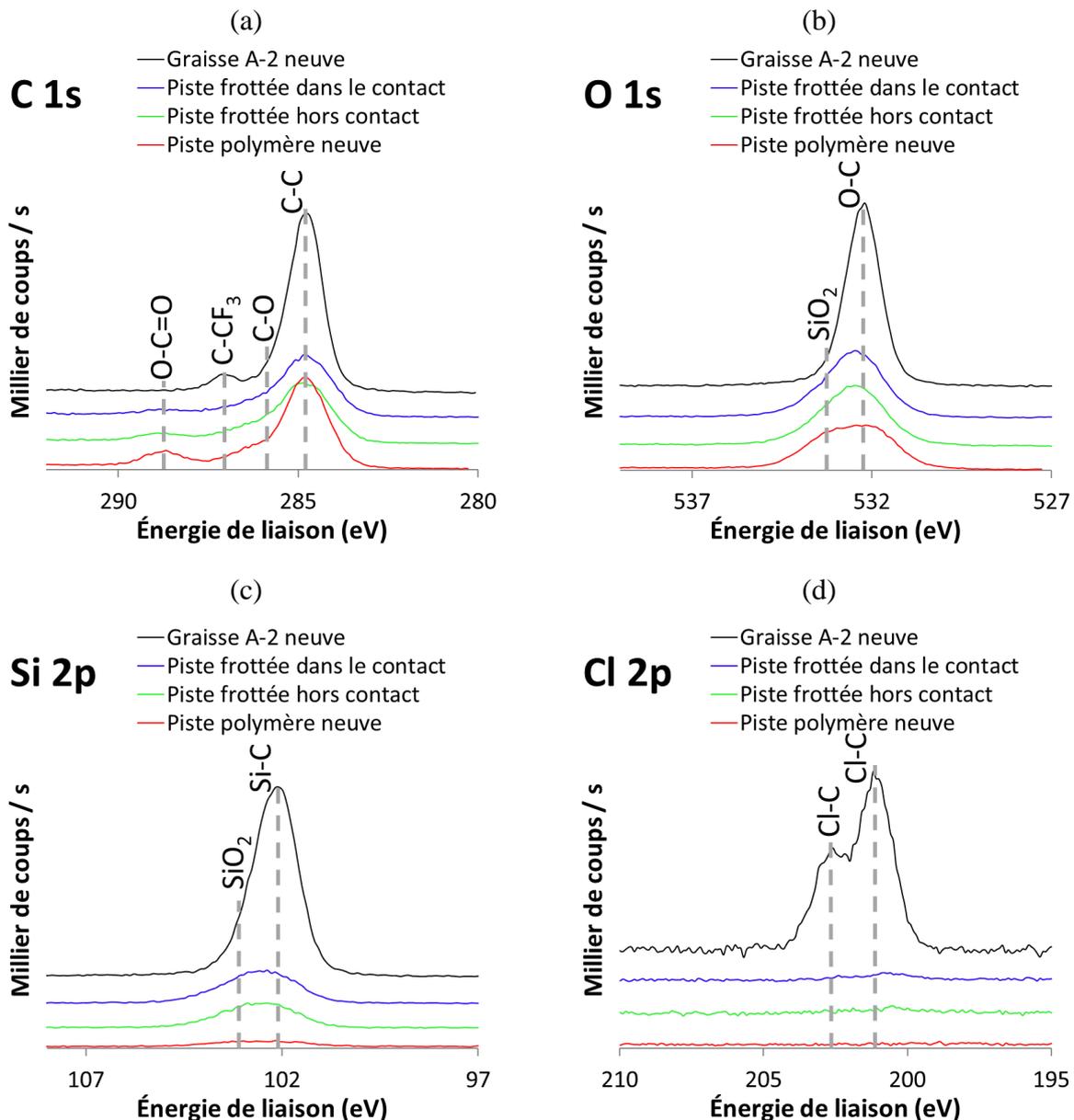


Fig. 4.9 : Spectres XPS comparant la graisse A-2 neuve, la piste non frottée, et la piste frottée dans la zone de contact (= Troisième corps) et hors contact après un essai d'endurance ; (a) Spectre C1s ; (b) Spectre O1s ; (c) Spectre Si2p ; (d) Spectre Cl2p.

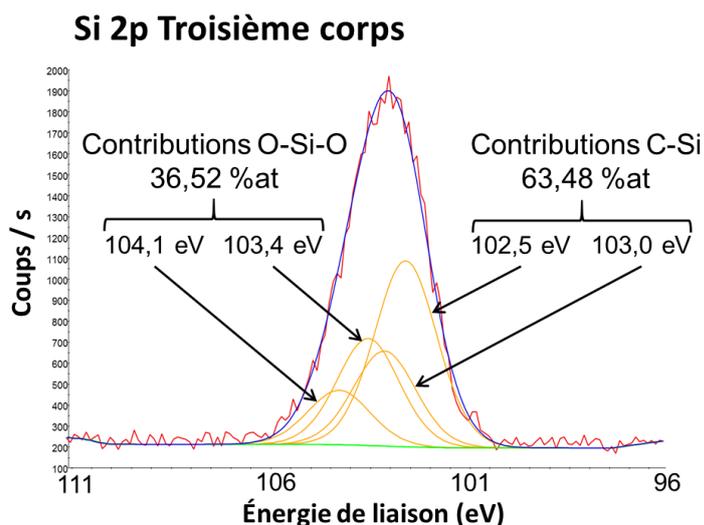


Fig. 4.10 : Spectres XPS de l'élément Si2p pour le troisième corps en rouge, avec la ligne de base en vert, le spectre lissé en bleu, et la déconvolution en pics contributeurs en orange. Deux contributions notées en %at sont identifiées, correspondant à SiO₂ et Si-C.

Pour résumer, trois zones distinctes sont observables sur les pistes polymères dans les potentiomètres :

- Hors des zones de contact, il n'est pas possible d'observer au MEB après nettoyage de troisième corps sur la surface des pistes. En revanche, une quantité non négligeable de Si est détectée en EDX et en XPS (Fig. 4.8, courbe rouge), qui mettent en évidence une affinité chimique entre le Si et les pistes polymères : lorsque la piste entre en contact avec la graisse, le Si est partiellement adsorbé en surface (sur quelques nanomètre de profondeur) et reste en place malgré un nettoyage 3S ;
- Dans les amas du troisième corps (de 2 à 3 µm d'épaisseur) qui couvrent partiellement les pistes polymères, la composition détectée est riche en Si et en F. D'après les images MEB à fort grossissement, il semblerait que l'huile silicone ait une structure spongieuse, qui intègre des particules fluorées. Ce PTFE supposé inerte, est fortement détecté dans les amas car il a tendance à s'agglomérer, mais ne semble pas particulièrement à l'origine de la formation du troisième corps. En effet, les analyses XPS des zones avec le troisième corps montrent que ce dernier est surtout riche en Si, et ce, sur toute son épaisseur (Fig. 4.8, courbe verte) ; il est également plus présent dans les amas que dans les zones non frottées des pistes ;
- Dans les zones moins claires sur les images MEB-BSE, entre deux amas, là où le troisième corps semble peu présent, la même composition chimique que celle des amas est observée, mais à des proportions plus faibles ; la composition analysée est plus proche de celle de la piste. La nature chimique du troisième corps reste donc la même, mais son épaisseur moyenne est nettement plus faible que dans les amas ; cela induit une détection des composants de la piste vierge à travers le troisième corps. Ces observations confirment l'aspect hétérogène du troisième corps, qui laisse paraître la piste polymère à quelques endroits de la zone de contact.

Le troisième corps est décrit comme étant riche en éléments de la graisse, ce qui le rendrait potentiellement isolant ; de plus, il semble relativement bien adsorbé sur la surface des pistes. La formation d'une telle entité à l'interface risque d'impacter les propriétés électriques du capteur, et notamment augmenter R_c . Pour le considérer comme bénéfique dans cette application au-delà de sa protection des pistes face à l'usure, il est nécessaire qu'il ne détériore pas les propriétés électriques du capteur.

4.3.1.4 Impacts du troisième corps sur les propriétés électriques

Du fait de son comportement, le paramètre surveillé dans les potentiomètres n'est plus R_T mais R_c . Le signal électrique de sortie est tout de même enregistré durant les essais d'endurance, mais n'a montré aucune perturbation ; il reste stable pendant toute la durée des essais. R_c , quant à elle, est mesurée pour la première rotation du curseur sur le film après les essais d'endurance (Fig. 4.11). Le capteur mesuré n'est ni ouvert, ni nettoyé avant la mesure, ce qui permet de détecter R_c sans intervention d'autres paramètres environnementaux ; par comparaison avec la R_c initiale, il est donc possible d'évaluer directement l'impact du troisième corps sur les propriétés électriques du capteur.

Les résultats montrent que pour 50% des capteurs testés, aucune variation de R_c n'est observée, tandis que pour les 50% restant, une augmentation de R_c locale d'une centaine d'ohms est enregistrée (la valeur moyenne de R_c sur les pistes vierges étant de $90 \pm 20 \Omega$), ce qui représente environ 1% de la valeur de R_c critique. Les pics de résistance sont enregistrés pour la plupart à -10° et $+10^\circ$ du point milieu (Fig. 4.11(b)). Ces zones correspondent aux extrémités de la zone de cyclage, c'est-à-dire aux extrémités où le curseur s'arrête et inverse sa vitesse dans son cycle aller/retour. Les extrémités sont sujettes à l'accumulation de graisse en surplus et/ou de particules d'usure, ce qui peut expliquer ces pics, liés à l'épaisseur de graisse, isolante, passant dans le contact.

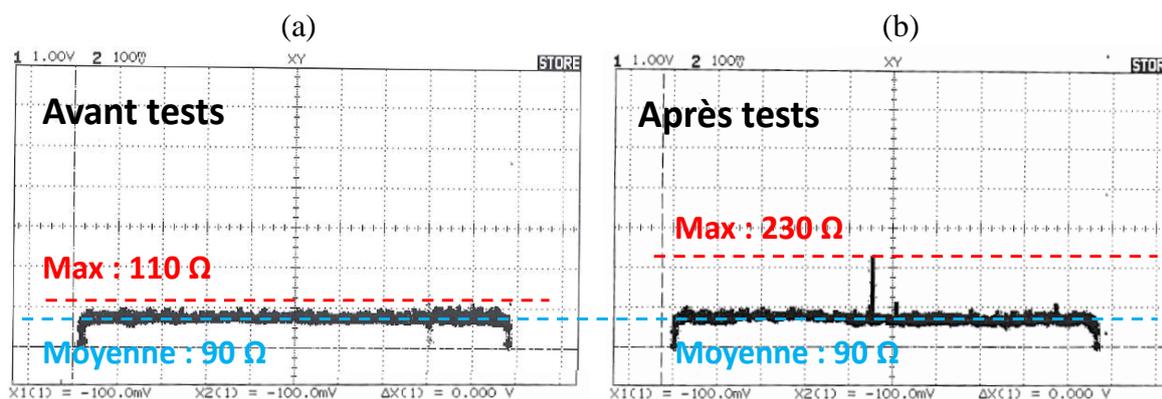


Fig. 4.11 : Mesure de R_c ; (a) Avant essai d'endurance, R_c est faible, stable et peu dispersée sur la totalité du film ; (b) Après essai d'endurance, des pics de R_c sont mesurés, sur les bords de la zone frottée.

Le suivi des signaux électriques et les mesures de R_c , particulièrement au centre de la zone de cyclage, montrent que le troisième corps ne détériore pas les propriétés électriques du potentiomètre. Malgré les suspicions de coupure de circuit dues au caractère isolant de la graisse qui le compose en partie, l'augmentation de R_c se limite en fait à une centaine d'ohms, ce qui n'est pas considéré comme significatif dans l'application. La conservation de la conduction électrique peut notamment provenir de l'hétérogénéité du troisième corps.

Les analyses au Résiscope[®] permettent d'obtenir davantage de précisions sur sa nature (Fig. 4.12). Tout d'abord, les analyses sur des fenêtres $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$ et $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ illustrent son aspect similaire à un composite : il est composé d'une matrice très résistive (résistance mesurée par la pointe supérieure ou égale à $10^{12}\ \Omega$) qui contient des particules sub-micrométriques plus conductrices (de $10^4\ \Omega$ à $10^8\ \Omega$). Ces dernières sont montrées comme étant en relief, lorsque les données du Résiscope[®] sont comparées à celles de la topographie en AFM, visibles sur le zoom fait dans un amas du troisième corps (Fig. 4.12(b)).

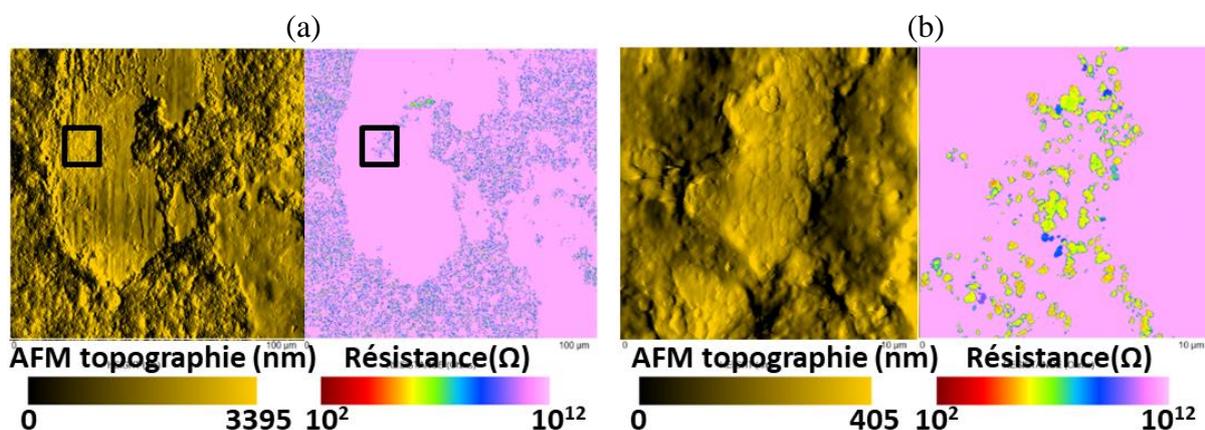


Fig. 4.12 : Images AFM-Résiscope[®] (topographie-valeurs de résistances) de pistes polymères chargées carbone dans des zones recouvertes de troisième corps ; (a) Couple d'images d'une zone de $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$; (b) Couple d'images d'une zone de $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ (grossissement de (a) dans un amas du troisième corps, correspondant à l'encadré noir).

Le caractère conducteur des particules intégrées dans le troisième corps laisse penser qu'elles proviennent du carbone de la piste polymère, seule entité non métallique conductrice, ou de particules d'usure des curseurs. Elles constituent un réseau 3D, intégrées dans une matrice isolante formée par les composants chimiques de la graisse.

Deux méthodes permettent d'appréhender l'impact du troisième corps sur les propriétés électriques du capteur, grâce aux histogrammes de chaque zone mesurée au Résiscope[®]:

- La première est celle décrite dans le chapitre 2, qui permet d'évaluer l'impact d'un troisième corps dans sa version « réelle » (c'est-à-dire en tenant compte des particules conductrices qu'il contient), mais recouvrant la zone de contact de manière homogène. Avec les données de la figure Fig. 4.13 correspondant à une zone $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ de la piste recouverte de troisième corps d'une épaisseur d'environ $500\ \text{nm}$, la valeur de résistance équivalente est de $R_{\text{éq}} = 40\ \Omega$. Cette valeur, bien que supérieure à celle de la piste polymère neuve sans frottement (pour lequel $R_{\text{éq}} = 0,5\ \Omega$ est la valeur obtenue

selon la même méthode), n'est pas significative pour le contact. Cette augmentation représente environ 0,4% de l'augmentation critique ;

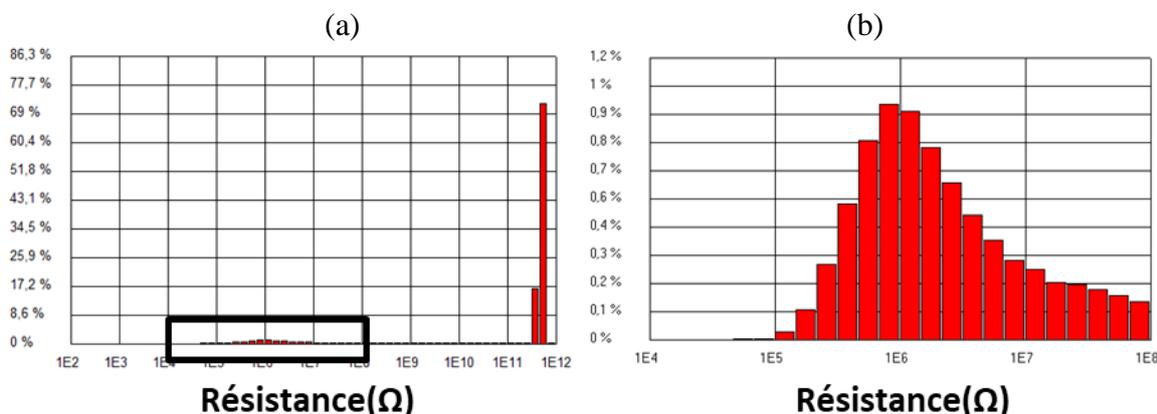


Fig. 4.13 : Histogrammes des résistances en Ω mesurées sur la zone présentée en Fig. 4.12(b) ; (a) Résistances comprises entre 10^2 et 10^{12} Ω ; (b) Restriction aux résistances comprises entre 10^4 et 10^8 Ω (zoom de l'histogramme (a), correspondant à l'encadré noir).

- Une deuxième méthode consiste à ne prendre en compte que les conditions les moins favorables au passage du courant. Dans cette méthode, la pointe AFM est donc considérée comme neuve avec un diamètre de 20 nm. La résistance du tube résistif sous la pointe est donnée par le courant mesuré avec le Résiscope[®], sous une polarisation de 1 V. Dans cette méthode, le troisième corps est considéré homogène sur toute la zone de contact de $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$, avec une épaisseur de 500 nm ; il est également considéré comme totalement isolant (la totalité des résistances est considérée égale à 10^{12} Ω), sans tenir compte des particules conductrices qu'il contient. Pour calculer la résistivité du troisième corps $\rho_{3\text{ème corps}}$, la formule suivante est appliquée (4.1) :

$$\rho_{3\text{ème corps}} = \frac{R_{3\text{ème corps}} \times S_{\text{contact}}}{L_{3\text{ème corps}}} \quad (4.1)$$

La valeur obtenue est de $\rho_{3\text{ème corps}} \geq 628 \Omega \cdot \text{m}$. Cette valeur est généralisée ensuite sur la totalité du contact, qui est l'addition des surfaces de contact sous les quatre brins du curseur : $4 \times 70 \mu\text{m}$ (largeur de la trace d'usure) $\times 380 \mu\text{m}$ (longueur du brin du curseur) = $106\,400 \mu\text{m}^2$. Ainsi, la valeur obtenue est de $R_{\text{éq}} = 2\,951 \Omega$ pour un troisième corps isolant et homogène de 500 nm d'épaisseur, sous les quatre brins du curseur. Cette valeur est obtenue si la totalité des résistances mesurées au Résiscope[®] est considérée égale à 10^{12} Ω , qui représente la limite de mesure de l'appareil. Lorsque la résistivité réelle des particules de PTFE est considérée égale à 10^{18} Ω [208] (matériau dont la résistivité est la plus élevée), la valeur obtenue est de $R_{\text{éq}} = 2\,951 \cdot 10^6 \Omega$, dans le cadre de cette hypothèse. Cette augmentation de résistance provoquée par un troisième corps totalement isolant peut ainsi suffisamment impacter les propriétés électriques du capteur.

Dans les faits, le troisième corps formé dans les potentiomètres est suffisamment hétérogène, tant par sa morphologie que par sa composition, pour permettre la conduction électrique (Fig. 4.11). Néanmoins, s'il est trop épais et ne contient pas assez de particules conductrices, même localement, il peut faire obstacle au passage du courant et mener à une augmentation considérable de R_c (un cas de défaillance est présenté au paragraphe §4.3.3).

L'ensemble des analyses réalisées sur le troisième corps permettent de le définir comme une couche solide fortement adhérente aux surfaces des pistes, d'une structure et d'une composition hétérogènes ; elle est constituée de particules d'usure issues des pistes et des curseurs, mélangées à une matrice solide composée d'éléments de la graisse (structure spongieuse de l'huile, combinée avec des amas fluorés), et étalées par les mouvements de glissement. Cela conduit à la formation d'un matériau similaire à un composite, comportant des particules conductrices piégées dans une matrice isolante. Ces observations laissent penser que le lubrifiant, et particulièrement l'huile silicone, passe d'un stade fluide à un stade solide, qui permet à terme la formation d'un tribofilm dans le contact.

4.3.2 Hypothèses sur le mécanisme de formation du tribofilm

Dans les contacts électriques, les lubrifiants sont choisis en fonction de leur efficacité à réduire l'usure des surfaces afin de garder une R_c faible et stable. Il est possible de parvenir à ce résultat par la formation d'un film protecteur à l'interface, résistant à l'usure et au vieillissement du contact. Il est idéal lorsqu'il permet un faible coefficient de frottement et une baisse de l'usure, à condition qu'il soit conducteur pour ne pas altérer les propriétés de conductivité électrique.

Durant les essais d'endurance menés sur les potentiomètres, une transformation systématique de l'aspect des surfaces après frottement est observée, avec la formation du troisième corps, maintenant identifié comme un tribofilm. En fonction des conditions tribologiques auxquelles sont soumis les capteurs, plusieurs phénomènes peuvent mener à sa formation à l'interface des contacts :

- À partir de particules et débris d'usure piégés dans le contact, qui s'agglomèrent pour former une couche adhérente à une des deux surfaces. Ces particules d'usure peuvent provenir des mécanismes d'abrasion, d'adhésion ou de délaminage des surfaces. L'abrasion est un mécanisme connu pour provoquer l'usure de la surface la plus molle par la surface la plus dure [209], en induisant également de fortes déformations plastiques [210]. Des mécanismes d'usure similaires sont observables dans les cas de matériaux composites (matrice en polymère chargée en particules), en contact avec un matériau plus dur (ici, l'alliage AgPdCu du curseur). Les contributions mécaniques dans ce genre de système provoquent l'arrachement des particules du composite et leur libération en tant que particules d'usure libres dans le contact. Dans les cas où le régime de lubrification limite est recherché, ces particules d'usure peuvent être bénéfiques et favoriser la formation d'un tribofilm dans le contact. De plus, en

fonction des caractéristiques des particules d'usure, celles-ci peuvent améliorer les propriétés du tribofilm, en particulier les propriétés mécaniques ;

- Par des procédés de tribochimie, ce qui résulte en la formation d'un tribofilm. Cela consiste en de la physisorption, de la chimisorption ou encore des réactions chimiques avec ou sur les surfaces solides. Le phénomène de tribopolymérisation du lubrifiant est une forme de mécanisme tribochimique qui permet la formation d'un film protecteur par réaction chimique sur les surfaces solides, ce qui permet de réduire les phénomènes d'adhésion et l'usure des surfaces [211]–[219] ;
- Par la combinaison de différentes contributions, comme une décomposition des composants du lubrifiant sous frottement suivie d'un mélange avec des particules d'usure des surfaces pour donner un tribofilm. C'est notamment le cas des tribofilms dérivés de dialkyldithiophosphate de zinc (ZDDP) formés sur les surfaces en acier, dans lesquels les particules d'usure en Fe oxydé sont incorporées dans les produits de décomposition de ZDDP [220].

Le tribofilm formé dans les potentiomètres fait intervenir la graisse, qui change d'état sous l'effet de sollicitations mécaniques. L'hypothèse vraisemblable de sa formation est donc un procédé de tribochimie.

4.3.2.1 Mécanisme de tribopolymérisation

Le mécanisme de tribopolymérisation est défini par Furey et al. [214] comme « un mécanisme de lubrification limite, qui permet la formation d'un film polymérique protecteur entre deux surfaces frottantes, de manière directe et continue, et qui permet la réduction de leur usure en utilisant des concentrations faibles de monomères capables de former des films polymères in situ ». Dans les mécanismes de tribopolymérisation, les monomères du lubrifiant mis en jeu (molécules organiques issues des huiles : alcènes, esters...) polymérisent sous l'effet du frottement, parfois via la formation de radicaux libres, et forment de nouvelles chaînes de polymères (Fig. 4.14). Ce mécanisme dépend d'un certain nombre de paramètres tels que :

- L'émission d'électrons par les surfaces frottées provoquant la formation de radicaux libres à partir des molécules du lubrifiant ;
- La température des surfaces ;
- Les effets catalytiques des éléments présents dans les surfaces en contact.

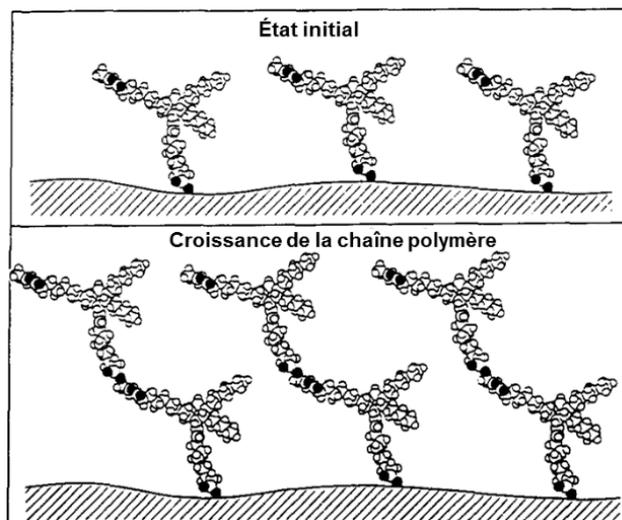


Fig. 4.14 : Proposition schématique du mécanisme de tribopolymérisation extraite des travaux de Tripathy et al. [212] ; (a) L'état initial se forme par l'adsorption des terminaisons carboxyliques des monoesters aux surfaces de la céramique ; (b) Après une réaction chimique des monoesters avec la surface formant un savon, il y a formation et croissance des polymères donnant naissance à un tribofilm protecteur sur une surface céramique.

Les travaux de Furey et al. [212]–[214], [219] font état du mécanisme de tribopolymérisation lors de l'utilisation de monomères capables de former des chaînes polymères par le mécanisme de polycondensation. Par exemple, l'interaction de groupes diacides (comme la classe des monoesters fabriqués avec de l'« acide dimère C₃₆ ») et glycols (comme l'éthylène glycol) a été trouvée très efficace pour réduire l'usure via la formation d'un tribofilm par polycondensation, dans le cas de frottements acier – acier [214]. Les analyses IR (Fourier Transformed InfraRed, FTIR) dans les traces de contact montrent la présence de dérivés de ces monoesters. La comparaison des spectres obtenus avec ceux des monoesters standards montre la perte du pic correspondant à l'acide carbonyle, ce qui traduit une augmentation des liaisons esters, et donc la formation d'une longue chaîne comparable à une polymérisation. De nouvelles structures chimiques ont été découvertes dans la trace d'usure lubrifiée avec les monoesters ; l'une d'elle a été attribuée au groupe carboxylate tandis que les autres ont été associées à des processus plus complexes.

Svahn et Csillag [217] ont étudié l'interaction de monomères combinés (le ϵ -caprolactame, une amine cyclique utilisée généralement pour la production de nylon-6) avec un lubrifiant solide (IF-WS₂ et 2H-WS₂) utilisé comme additif dans l'huile. La tribopolymérisation du monomère caprolactame avec à la fois des particules de 2H- et de IF-WS₂ permet la formation d'un tribofilm composite, un polymère nylon renforcé en nanoparticules lubrifiantes. L'amélioration des performances tribologiques du contact provient d'un phénomène de piège à particules à proximité du contact, qui augmente la concentration en particules dans le tribofilm. Cela peut également conduire à une réduction du coefficient de frottement dans des conditions de lubrification limite.

Dans les travaux de Furey et al. et Svahn et Csillag, les composants sont choisis dans le but de former des tribofilms résistants et lubrifiants, dans une démarche d'ingénierie

tribochimique. La structure de l'huile silicone utilisée comme base à la graisse A-2 est proche de celle décrite dans les mécanismes de tribopolymérisation. Elles sont sensibles à la gélification, en particulier à des températures de l'ordre de 100°C, et en présence de vapeur d'eau, comme décrits dans les travaux de Tabor et Willis [147]. Cette gélification correspond à une réticulation qui transforme des chaînes isolées en un réseau tridimensionnel. Plusieurs études [146], [147], [221] montrent les propriétés lubrifiantes en régime limite des silicones et silicones substituées alkyle. La formation d'un film polymérique à partir d'une température de 100°C environ a été mise en évidence ; en comparant les résultats sous air et sous argon, les auteurs concluent au rôle essentiel de l'oxygène et à des phénomènes oxydatifs des groupes alkyles ou aryles de la chaîne. Cela conduit par exemple à la formation de fonctions acides mises en évidence par FTIR, puis à la condensation formant des ponts entre les molécules. Les aryl-silicones sont réputées moins sensibles que les alkyl-silicone, mais elles ont besoin d'être protégées, par exemple par des dispersions fines d'oxyde de fer ou par une addition d'octanoate (« octoate ») de fer, ou encore par des molécules organiques soufrées en synergie avec l'oxyde de fer (comme proposé par Buehler [149]). C'est notamment le cas lors de l'utilisation de l'huile de base seule A-1 dans les capteurs, dont l'addition d'octanoate de fer permet la stabilisation et de meilleures performances dans la durée.

Si la graisse A-2 est sujette à la tribopolymérisation de par la structure de son huile silicone, d'autres paramètres peuvent faciliter le mécanisme, comme la température, le courant électrique ou les effets catalytiques. Les effets théoriques de ces derniers sont décrits par la suite ; leurs éventuelles contributions réelles dans le potentiomètre sont ensuite discutées.

4.3.2.2 Effets de la température dans le contact

Dans le cas de contact métal – polymère, l'évacuation locale de la chaleur générée par le contact peut être problématique. Cet aspect est considéré comme déterminant pour la bonne compréhension des phénomènes tribologiques mis en jeu, car la température de contact peut favoriser ou non le mécanisme de tribopolymérisation [16]. Pour estimer une température réelle de contact, il faut considérer deux échelles [78], [222] :

- La température de contact dépend majoritairement de l'échauffement microscopique (échelle des aspérités) lorsque la force normale est modérée (contact limité aux sommets desdites aspérités) et la vitesse de glissement élevée (longueur de diffusion faible dans les temps caractéristiques) ;
- Au contraire, l'échelle macroscopique est dominante lorsque la force normale est élevée (aspérités écrasées, aire réelle de contact proche de 100%) et la vitesse de glissement est faible (diffusion thermique à longue distance).

Dans le potentiomètre, l'article d'Archard [223] a été utilisé comme référence. La formule à sélectionner est décidée par le nombre de Péclet :

$$Pe = \frac{v \cdot L_c}{2\alpha_p} \quad (4.2)$$

Avec v la vitesse de glissement (~ 30 mm/s), L_c la longueur de contact (~ 70 μm) et α_p la diffusivité thermique du polymère de la piste ($\sim 10^{-7}$ m^2/s). Le nombre de Péclet est ainsi estimé à environ $Pe \approx 10$, ce qui correspond au régime « haute vitesse », et la température maximale du contact vaut donc :

$$\Delta T_c = \frac{2q_p \sqrt{t_c}}{\beta_p \sqrt{\pi}} \quad (4.3)$$

Avec β_p l'effusivité du polymère (~ 500 $\text{J}/\text{K} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{s}^{1/2}$), t_c le temps de contact (avec $t_c = L_c / v$). Le flux de chaleur dissipé dans l'interface et entrant dans le polymère q_p , est donné par un coefficient de partage au prorata des effusivités β :

$$q_p = \frac{\beta_p}{\beta_p + \beta_c} \cdot \frac{\mu F_N \cdot v}{w \cdot L_c} \quad (4.4)$$

Avec F_N/w la force normale par unité de largeur du contact (0,04 N / 280 μm), et $\mu = 0,25$. Pour l'alliage noble du curseur, très conducteur, $\beta_c \approx 20\,000$ $\text{J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1/2}$.

Finalement, la valeur de l'échauffement du contact obtenue est de $\Delta T_c \approx 0,04$ K (d'autres méthodes de calcul basées sur des approches macroscopiques montrent $\Delta T_c < 1$ K). Cette valeur peut être considérée comme très faible, mais elle peut être sous-estimée : la formule utilisée est valable pour un passage unique du curseur sur la piste, alors que le mouvement réel est répétitif. Mais compte tenu de la faible fréquence (2 Hz), chaque passage peut être considéré comme un événement indépendant. De plus, le polymère n'a pas le temps de s'échauffer dans la masse, c'est d'ailleurs pourquoi le partage par les effusivités a été choisi.

La valeur de T_c , même si elle est ici sous-estimée, ne peut que difficilement atteindre les 100°C mentionnés par Tabor et Willis [147] pour démarrer la gélification d'huiles silicones et provoquer une tribopolymérisation de la graisse à l'interface. D'autres effets peuvent donc en être à l'origine.

4.3.2.3 Effets des conditions de contact

Les phénomènes d'arcs électriques peuvent jouer un rôle dans la formation de tribofilm dans un contact, et notamment impacter R_c . C'est par exemple le cas pour les alliages d'AgPd dont le comportement a été décrit par Sawa et al. [224]. Dans leur étude, ils montrent la formation de film polymère sur les surfaces de l'alliage lors d'arcs électriques, et ce, quelle que soit la composition de l'alliage AgPd ; en revanche, la teneur en Pd influence les

conditions d'arcs, ce qui modifie l'homogénéité du film polymère formé, et donc impacte en fine l'augmentation de R_c .

La densité électrique utilisée d'une dizaine de milliampères par millimètre carré dans le potentiomètre ne semble cependant pas suffisante pour amorcer la tribopolymérisation (ni les phénomènes d'arcs électriques). Dans ce cas de figure, les effets mécano-chimiques sont plus susceptibles d'impacter le contact que les effets électriques. Les électrons, émis par la mise sous contraintes de surfaces isolantes (exoélectrons), peuvent réagir avec le lubrifiant et mener à la formation d'ions négatifs et de radicaux libres dans le contact, qui amorcent par la suite la formation d'un tribofilm [215], [216], [218]. Les sollicitations mécaniques peuvent également provoquer des fluctuations de R_c comme le montrent les travaux de Karasawa et al. [181] qui les expliquent par la formation de particules d'usure ainsi que d'une couche d'oxyde accumulée en surface.

Même en considérant l'aire de contact réelle, les contraintes de cisaillement qui interviennent dans les transformations physico-chimiques du troisième corps et peuvent déclencher ou orienter des réactions tribochimiques, sont relativement faibles dans le potentiomètre (de l'ordre de 1 MPa, du moins en valeur moyenne sur le contact).

4.3.2.4 Effets catalytiques du curseur AgPdCu

Dans le schéma réactionnel étudié par Tabor et Willis [147], l'hypothèse d'une action catalytique de la surface métallique (ou de son oxyde), qui est dans leur cas le cuivre, est privilégiée. Cette hypothèse est envisageable dans le cas du potentiomètre, dans lequel une affinité chimique a été mise en évidence entre les curseurs AgPdCu et l'huile silicone, par la formation de liaisons M-Cl sur la surface métallique (détaillée dans le chapitre 3). Ce type de réaction chimique tend à fragiliser la molécule de silicone, en la rendant notamment plus sensible à la gélification, et peut être aggravé par exemple lors d'une oxydation du groupe phényle.

De plus, le palladium est présenté dans la littérature comme potentiellement réactif [181]. Sous l'effet de contributions mécaniques (et non électriques), Hermance et Egan [183] ont découvert la formation d'un film polymère isolant se formant sur les surfaces de palladium, dans des systèmes de coupure (ouverture/fermeture de contact) mettant en œuvre un frottement Pd-Pd dans un environnement de faible concentration en vapeur organique. Les auteurs ont émis l'hypothèse que ce dépôt est formé à l'origine par la chimisorption de la vapeur de benzène sur le palladium, activée ensuite par le frottement pour former une couche polymérisée de matériau organique. Ces phénomènes sont également observés par Antler [184] dans un contact frottant entre le palladium avec lui-même ou avec d'autres métaux nobles, qui permet la formation d'un film polymère isolant dans l'interface, provenant de polluants organiques adsorbés.

4.3.2.5 Proposition du mécanisme de tribopolymérisation dans le potentiomètre

Les effets de la température, du courant électrique ou des sollicitations mécaniques ne peuvent individuellement pas être à l'origine de la tribopolymérisation, car les conditions du potentiomètre ne semblent pas y être propices. Par contre, les métaux nobles de l'alliage AgPdCu du curseur sont connus pour leurs effets catalytiques et pourraient faciliter la tribopolymérisation. Les travaux de Tabor et Willis [147], qui décrivent à la fois les phénomènes de gélification des huiles silicones et des effets catalytiques des métaux nobles, constituent l'hypothèse la plus solide pour la formation d'un tribofilm dans les potentiomètres. De plus, un effet combiné de plusieurs paramètres n'est pas inenvisageable ; les sollicitations mécaniques (pressions de contact, passages répétés du curseur) ou encore l'action des particules d'usure qui se mélangent avec le lubrifiant peuvent faciliter sa formation.

Dans le potentiomètre, l'huile silicone aurait tendance à polymériser dans un mécanisme de gélification. La réticulation de l'huile mènerait à la formation d'un réseau tridimensionnel (semblable à une structure en éponge), piégeant les particules d'usure de la piste et des curseurs. Cela résulterait en un tribofilm solide sous chaque brin du curseur (Fig. 4.15). Celui-ci maintient le contact électrique pour plusieurs raisons :

- Grâce à son hétérogénéité de structure, qui laisse des zones où la piste est vierge ;
- Grâce aux particules conductrices mélangées au tribofilm qui continuent de garantir le passage de courant de proche en proche ;
- Et grâce aux contacts multiples des curseurs 4 brins, un seul suffisant à assurer la fonction électrique.

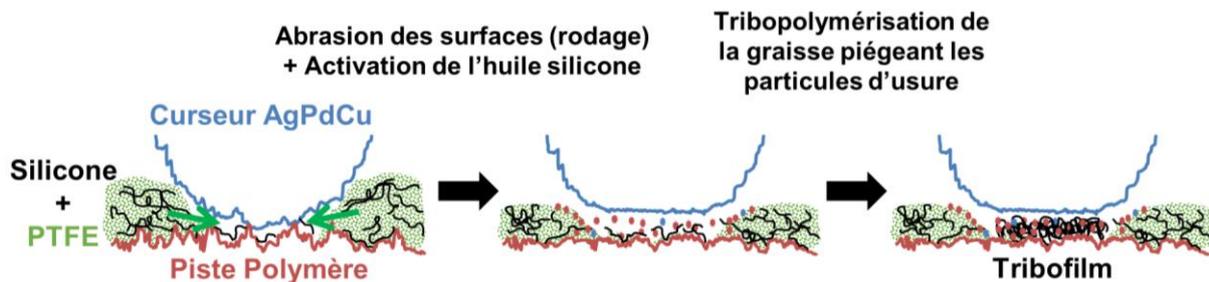


Fig. 4.15 : Schéma réactionnel de tribopolymérisation proposé pour décrire les mécanismes de formation du tribofilm dans le contact piste polymère – AgPdCu lubrifié à la graisse A-2.

Le tribofilm est considéré comme protecteur, car il sert de couche sacrificielle qui s'use tout au long des glissements, ce qui contribue à protéger la piste polymère ; son épaisseur est d'ailleurs contrôlée par le frottement.

Dans tous les capteurs issus des essais d'endurance observés, le tribofilm formé à l'interface piste – curseur est hétérogène et n'augmente pas significativement R_c . En revanche, sa morphologie ou sa composition ne sont pas totalement contrôlées. Il peut parfois devenir localement isolant, comme dans le cas suivant.

4.3.3 Un cas de défaillance en conditions réelles de fonctionnement

Une détérioration électrique a été suspectée dans un potentiomètre où le tribofilm est apparu comme totalement isolant localement, augmentation considérable de R_c jusqu'à la perte de contact au point milieu. Les analyses MEB-EDX montrent un élargissement du tribofilm au point milieu avec une forte concentration en particules riches en fluor (PTFE) agglomérées, dans et hors zones de frottement (Fig. 4.16 & Tab. 4.3). Les particules de PTFE étant isolantes, leur concentration localisée mène par conséquent à l'augmentation de R_c localisée.

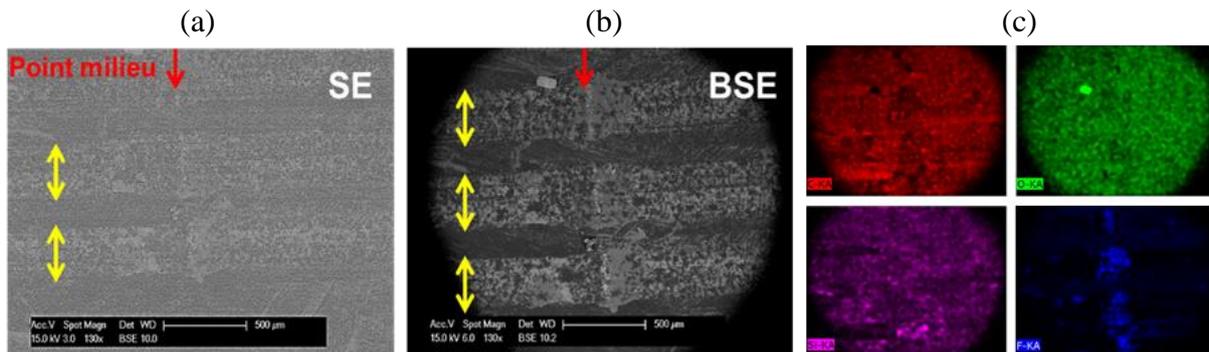


Fig. 4.16 : Analyses MEB-EDX sur une piste polymère après essais d'endurance, dans les zones de contact marquées par les flèches jaunes, dans le cas d'un capteur dont le tribofilm apparaît comme isolant ; (a) Image MEB-SE de la zone de contact ; (b) Image MEB-BSE de la zone correspondante à (a) ; (c) Analyses EDX de la même zone avec rouge = C, vert = O, rose = Si, bleu = F. Une forte concentration en F est détectée au point milieu, correspondant aux fortes R_c mesurées en ce point.

| %at | Point milieu | Dans contact hors point milieu | Hors contact |
|-----------|--------------|--------------------------------|--------------|
| C | 56,3 | 63,5 | 80,8 |
| O | 7,4 | 21,0 | 17,6 |
| F | 33,6 | 10,6 | 1,3 |
| Si | 0,8 | 3,0 | 0,2 |

Tab. 4.3 : Résultats EDX (après nettoyage 3S) sur la piste polymère d'un capteur dont le tribofilm apparaît comme isolant, correspondant à la Fig. 4.16.

Mis à part ce cas unique de défaillance, tous les tribofilms observés tout au long de cette étude intègrent suffisamment d'éléments conducteurs pour ne pas impacter les R_c ; il est cependant manifestement possible d'obtenir dans des cas rares des tribofilms isolants en fonction des conditions subies par le capteur, dont la forte agglomération du PTFE s'oppose au passage de courant.

4.4 Contrôle du mécanisme de lubrification

Éviter les agglomérats de PTFE a été identifié comme primordial pour préserver les propriétés électriques des potentiomètres ; plusieurs propositions d'améliorations du contact

ont été investiguées (Annexe VII), mais le choix a finalement été porté sur la modification du mécanisme de lubrification qui semble le plus probant pour optimiser le contact. Pour cela, plusieurs solutions ont été testées :

- Supprimer le lubrifiant, ce qui, dans le cas de contact métal – polymère, peut être un avantage pour éviter les perturbations électriques, en évitant la formation du tribofilm ;
- Augmenter la quantité de graisse pour permettre notamment la meilleure circulation de particules dans le contact ;
- Diminuer la quantité d'épaississant PTFE dans le lubrifiant pour limiter le risque d'agglomération ;
- Utiliser d'autres lubrifiants, pour modifier le mécanisme d'usure et de lubrification, en agissant sur la formation et la nature du tribofilm.

4.4.1 Configuration de contact à sec

Le contact sec montre des propriétés électriques détériorées. La mesure de R_c témoigne d'une augmentation sur toute la longueur de frottement (Fig. 4.17). Des pics sur les extrémités de la zone et également au point milieu sont observés, à l'endroit où sont réalisées les vibrations (Fig. 4.17(b)), avec un maximum de 580 Ω . L'augmentation localisée de R_c peut notamment provenir d'une usure des films polymères dans la zone de frottement, qui résulte en de nombreuses particules d'usure dans le contact.

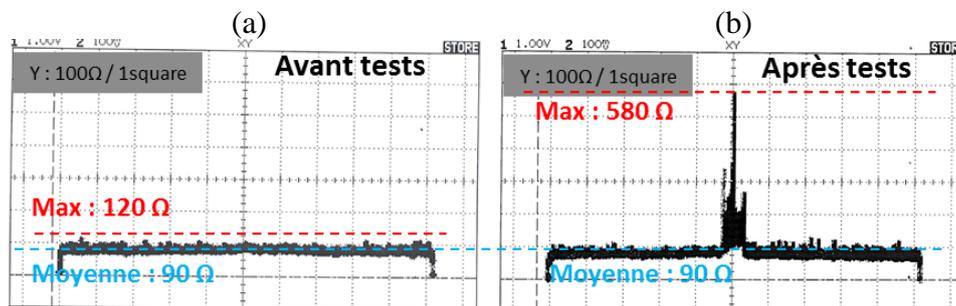


Fig. 4.17 : Mesure de R_c , dans le cas d'un contact sec ; (a) Avant essai d'endurance, R_c est faible, stable et peu dispersée ; (b) Après essai d'endurance, des pics importants de R_c sont mesurés, sur toute la zone frottée, avec une légère augmentation du bruit. Des pics en extrémité de zone frottée (dus au cyclage) et au point milieu (dû aux vibrations) apparaissent.

Les observations montrent d'ailleurs que les aspérités de surfaces sont usées (Fig. 4.18) ; des stries d'abrasion peu profondes sont observées sur les rugosités aplanies. Sur les images MEB, il n'a pas été possible d'observer les particules d'usure, celles-ci ayant été vraisemblablement évacuées lors du nettoyage des échantillons. Elles ne forment pas de troisième corps solide en particulier dans le contact, mais ne semblent pas pour autant en être efficacement évacuées pendant l'essai. Leur accumulation, notamment au point milieu, semble avoir une action double :

- Elles peuvent atténuer l'usure de la piste en la protégeant physiquement. Les signaux électriques enregistrés pendant la durée des essais ne montrent aucune anomalie et

restent stables et sans dérive de R_T . Cela montre notamment que l'usure dans la zone de frottement, étendue seulement sur environ 5% de la longueur totale de la piste, est suffisamment faible pour être négligeable dans la valeur de R_T ;

- Mais si elles sont en majorité issues de la matrice isolante de la piste, elles peuvent impacter à la fois la qualité du signal (le bruit augmente) et R_c localement.

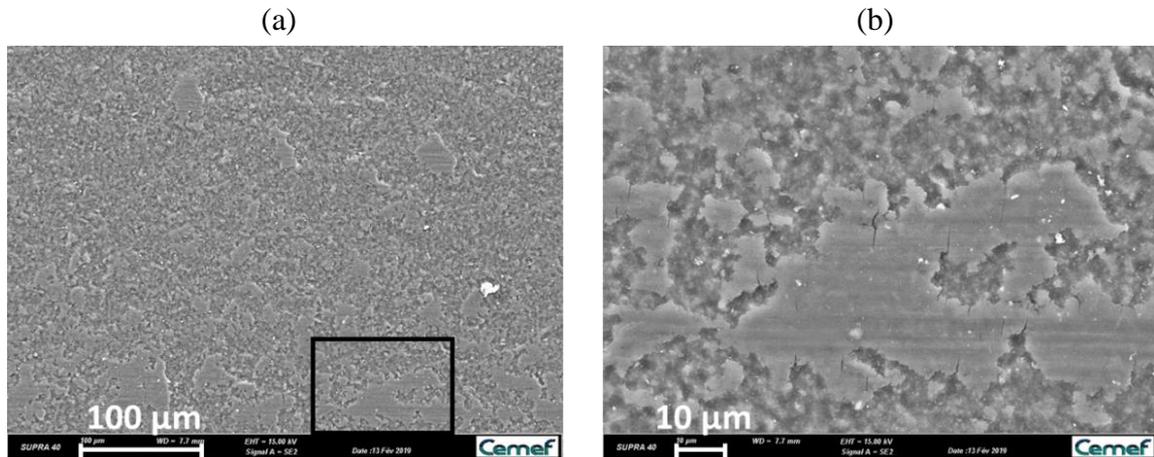


Fig. 4.18 : Images MEB-SE de la piste polymère après essai d'endurance à sec ; (a) Image d'une zone entière de contact ; (b) Zoom correspondant au cadre noir sur (a).

Le lubrifiant ne semble pas améliorer particulièrement la résistance à l'usure des pistes polymère, mais il permet néanmoins une nette amélioration des propriétés électriques du contact. Si le contact doit donc idéalement être lubrifié, le choix du lubrifiant et sa quantité à utiliser dans le contact restent à étudier.

4.4.2 Effets de la quantité de graisse dans le contact

Pour éviter une accumulation de particules non conductrices dans le contact, une solution serait de les évacuer en augmentant la quantité de graisse à l'interface (pour rappel, la version actuelle du contact est « faiblement graissée »).

Les mesures électriques montrent que le capteur lubrifié avec une quantité élevée de graisse présente les mêmes propriétés électriques que le capteur faiblement graissé (Fig. 4.19).

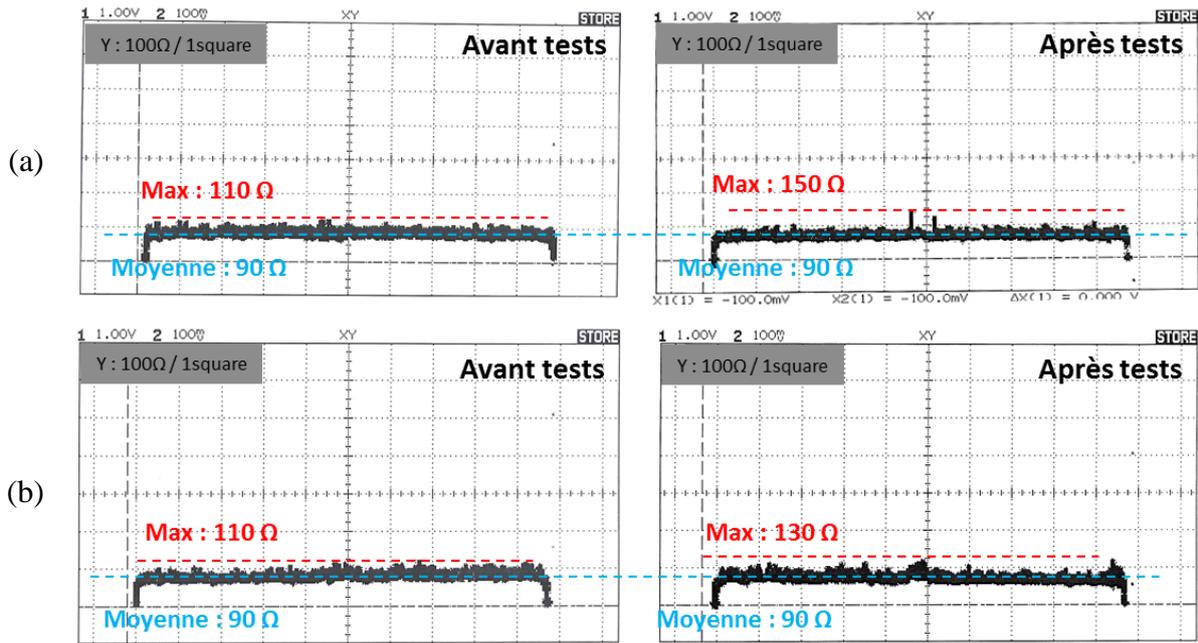


Fig. 4.19 : Mesure de R_c , dans le cas d'un contact lubrifié à la graisse A-2 ; (a) Avant et après essai d'endurance pour un graissage normal (environ $0,5 \text{ g/m}^2$) ; (b) Avant et après essai d'endurance pour un graissage fort (environ 9 g/m^2).

En revanche, l'aspect du tribofilm est différent entre un faible et un fort graissage, et constitue la plus importante divergence. Dans le cas d'un graissage fort, les amas du tribofilm sont beaucoup plus nombreux et traduisent la formation d'une couche plus homogène (Fig. 4.20(b)), qui couvre davantage les pistes. Par contre, seule une légère augmentation de l'épaisseur du tribofilm, ou du moins de ses amas, est à noter : l'estimation au rugosimètre monte jusqu'à 650 nm d'épaisseur, moyenne établie sur une dizaine de mesures.

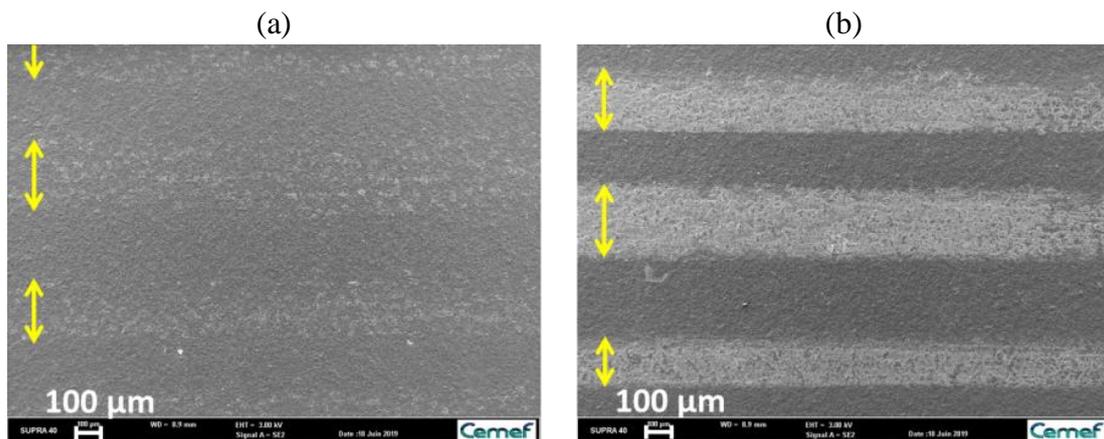


Fig. 4.20 : Image MEB-SE des tribofilms indiqués par des flèches jaunes, après test d'endurance ; (a) Dans le cas d'un faible graissage ; (b) Dans le cas d'un fort graissage.

En appliquant une quantité accrue de graisse dans le contact, il n'est pas exclu que le système quitte le régime de lubrification limite (indispensable pour les systèmes électriques), mais le mécanisme d'action des graisses détaillé dans le chapitre 1 fait que l'épaisseur du film

lubrifiant passant dans le contact reste relativement stable et suffisante, que la quantité de graisse appliquée initialement soit faible ou forte, car c'est la cinétique de relarguage qui est le facteur dominant de l'épaisseur de film. C'est d'ailleurs ce qui semble être illustré à la fois par la figure Fig. 4.19, qui montre que même à fort graissage, le comportement du potentiomètre reste inchangé, et par la quasi-stabilité de l'épaisseur du tribofilm mesurée au rugosimètre. La quantité de graisse semble jouer uniquement sur la disponibilité accrue de la graisse au fil des glissements, qui contribue à rendre le tribofilm plus homogène.

Les spectres IR de la figure Fig. 4.21 montrent une absorbance supérieure dans le cas des capteurs fortement graissés : la piste vierge transparait moins, du fait de l'homogénéité du tribofilm plus que de son épaisseur. Les espèces détectées restent les mêmes : la composition globale du tribofilm est identique. Mais les rapports d'intensité semblent indiquer une variation plus importante pour les liaisons provenant que l'huile silicone (Si-O) que du PTFE (C-F), ce qui sous-entendrait que la composition d'un tribofilm plus homogène est proportionnellement plus riche en polymère silicone réticulé qu'en particules de PTFE. Ces résultats sont cependant à considérer avec prudence, car le traitement des données de la figure Fig. 4.21 rend les analyses qualitatives peu fiables. Ces résultats confirment que le PTFE ne participe qu'indirectement à la formation du tribofilm, et qu'il reste inerte envers les surfaces en contact.

Si R_c reste acceptable malgré un tribofilm plus homogène, c'est que ce dernier intègre suffisamment de particules conductrices. Le risque d'un fort graissage est l'augmentation trop forte de composants isolants dans le contact, qui pourrait contribuer à diminuer le taux de particules conductrices contenues dans le tribofilm. Une autre solution doit donc être apportée, en diminuant notamment la quantité de PTFE disponible de la graisse.

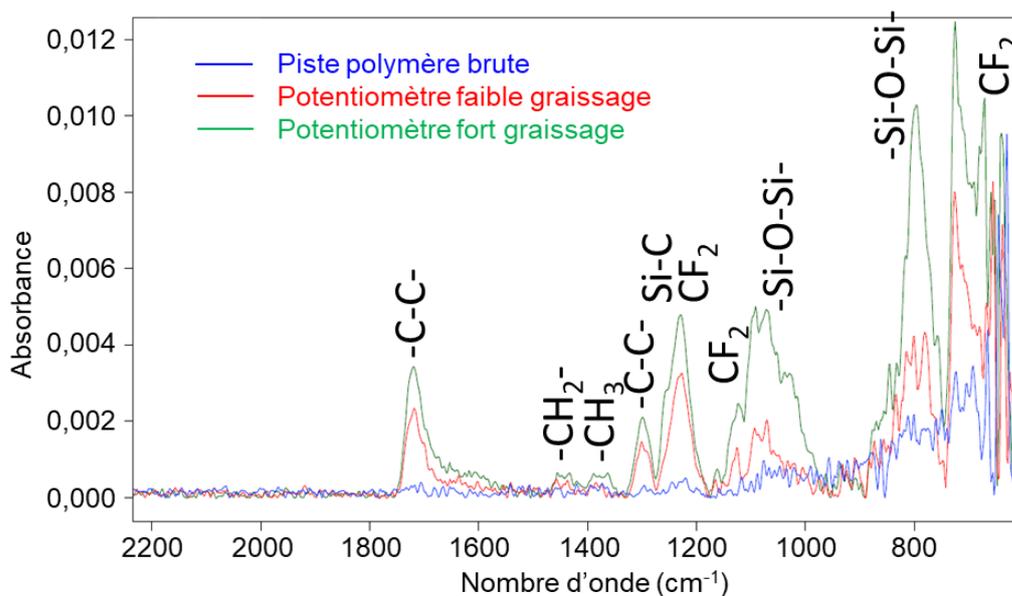


Fig. 4.21 : Spectres d'absorption IR de pistes polymères ; brute en bleu, recouverte de tribofilm peu homogène en rouge (cas du faible graissage) et recouverte de tribofilm relativement homogène en vert (cas du fort graissage). De par la correction de la ligne de base, ces analyses sont utilisées de manière qualitative et non quantitative.

4.4.3 Diminution de la quantité de PTFE avec la graisse A-3

Le changement de la graisse A-2 par la graisse A-3 ne fait varier que la quantité de PTFE disponible dans le contact. L'impact de la quantité de particules fluorées des graisses n'est que peu visible sur les mesures de R_c , qui sont similaires pour les deux versions de la graisse (Fig. 4.22).

En revanche, l'épaisseur du tribofilme est légèrement moins importante dans le cas des capteurs lubrifiés à la graisse A-3 (estimation de 450 nm d'épaisseur), ce qui semble avoir un lien direct avec la concentration de particules de PTFE que celle-ci contient : les mesures au rugosimètre prennent essentiellement en compte les plus gros amas, qui ont été démontrés riches en PTFE. Si la quantité de PTFE diminue, les amas seront donc moins épais et l'estimation globale de l'épaisseur du tribofilme va diminuer.

Cette hypothèse est confirmée avec les analyses MEB-EDX, qui montrent la présence d'amas plus gros et plus étendus pour la graisse A-2 (Fig. 4.23). De plus, les analyses XPS confirment la faible concentration de F dans le tribofilme formé avec la graisse A-3 ; 0,7%at contre 3,0%at dans celui formé avec la graisse A-2. La proportion Si:F passe d'environ 5:1 à 9:1 dans le tribofilme (Tab. 4.4). La concentration en PTFE de la graisse joue donc directement sur la formation des amas fluorés dans le contact et leur épaisseur ; les risques d'une accumulation de particules non conductrices localement sont donc moins importants.

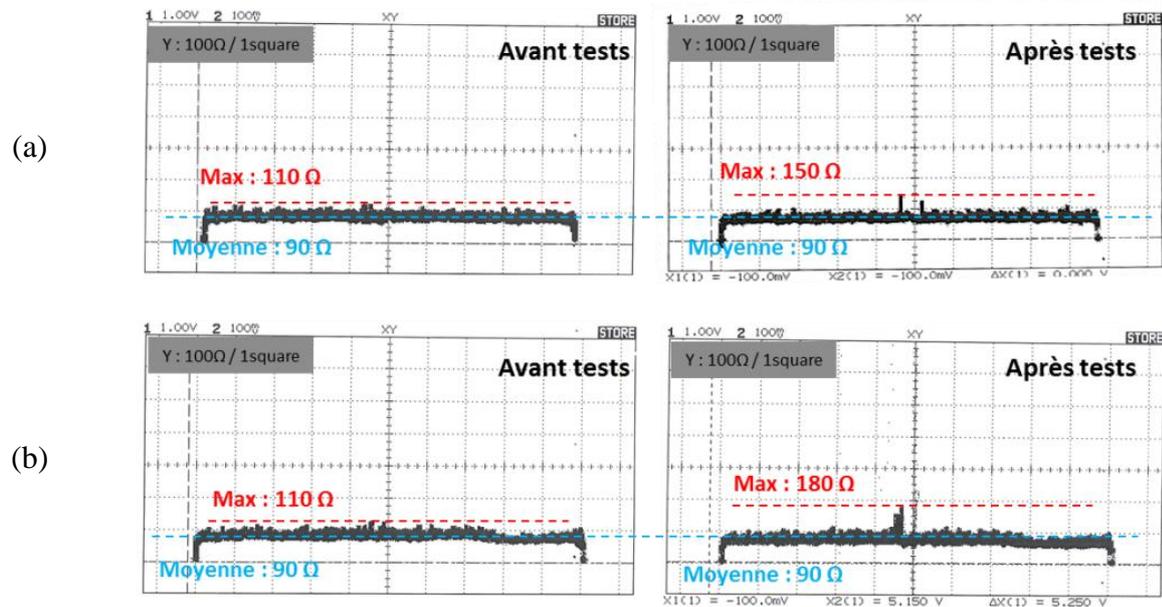


Fig. 4.22 : Mesure de R_c ; (a) Avant et après essai d'endurance pour le lubrifiant A-2 ; (b) Avant et après essai d'endurance pour le lubrifiant A-3.

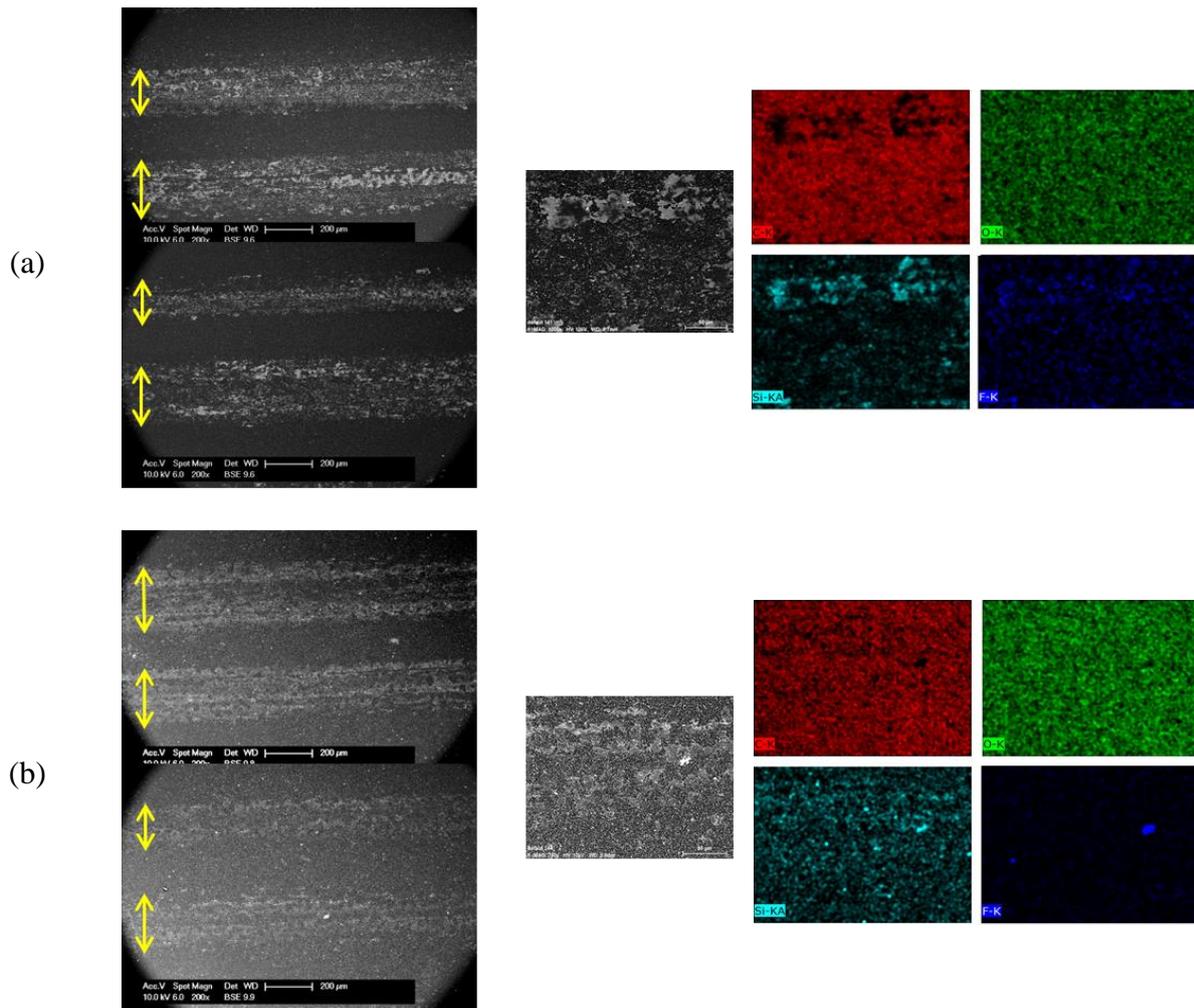


Fig. 4.23 : Images MEB-BSE et analyses EDX d'une zone zoomée sur le tribofilm de la piste polymère, après essai d'endurance, avec rouge = C, vert = O, cyan = Si, bleu = F ;
 (a) Lubrifiée avec la graisse A-2 ; (b) Lubrifiée avec la graisse A-3.

Le PTFE, même s'il a été montré comme chimiquement inerte dans le contact, peut contribuer à libérer un film d'huile silicone continu dans le contact dès les premiers mouvements de glissement et l'y maintenir ; cela pourrait faciliter le mécanisme de tribopolymérisation de l'huile, ce qui mènerait à des tribofilms plus homogènes dans les zones de contact (Fig. 4.23). Cette tendance est notamment vérifiée avec les analyses XPS (Tab. 4.4), qui tendent à montrer que la diminution de F dans les tribofilms formés avec la graisse A-3 est accompagnée de la diminution de Si. Ce n'est donc pas seulement le PTFE, mais tout le tribofilm qui est présent en quantité moindre dans le contact.

| %at | C1s | O1s | Si2p | Cl2p | F1s |
|--|------|------|------|------|-----|
| Tribofilm formé avec la graisse A-2 | 55,3 | 27,9 | 13,5 | 0,3 | 3,0 |
| Tribofilm formé avec la graisse A-3 | 67,4 | 25,0 | 6,2 | 0,7 | 0,7 |

Tab. 4.4 : Analyses XPS des compositions chimiques des tribofilms formés à partir des graisses A-2 et A-3.

Les graisses A-x restent cependant toutes les deux équivalentes dans leur contribution à la formation du tribofilm ; le mécanisme de lubrification en soi n'est pas modifié. Il faut donc considérer d'autres lubrifiants dont les compositions chimiques diffèrent des graisses A-x.

4.4.4 Effets de la nature des graisses sur le mécanisme de lubrification

Afin d'optimiser le contact, il a été choisi de modifier la nature des graisses, en modifiant leurs huiles de bases et/ou leurs épaississants notamment. Dans le cadre de ces tests, le protocole est légèrement modifié afin de dépasser la simple application du potentiomètre et essayer de correspondre à une plus large gamme d'utilisation. Ainsi, les tests de vibrations sont supprimés, ceux-ci ayant été démontrés comme sans influence majeure sur les performances électriques (sauf à sec) ; seul le test de cyclage est effectué durant les essais d'endurance. Les principaux paramètres modifiés sont les suivants :

- Le cyclage se fait à une fréquence de 1 Hz pendant 1 million de cycles et avec une longueur de glissement qui passe de $-10^{\circ}/+10^{\circ}$ à $-25^{\circ}/+25^{\circ}$. Cet ensemble de modifications impacte notamment la vitesse de glissement, mais de façon modérée, en passant de 8 mm/s à 10 mm/s, ce qui est considéré comme négligeable ;
- La température est testée, dans des conditions d'essai d'endurance particulières. Des relevés de R_c sont effectués à températures fixes comprises entre -55°C et $+125^{\circ}\text{C}$, stabilisées par des paliers de 30 min. À chaque mesure de R_c , le cyclage est effectué sur une courte durée (quelques centaines de cycles). Les surfaces sont observées après leur passage par tous les paliers de température ;
- L'ensemble des tests est effectué avec un faible graissage (estimé à environ $0,5 \text{ g/m}^2$) et un fort graissage (estimé à environ 9 g/m^2).

Afin de sélectionner les graisses pouvant remplacer la graisse A-2, en amont des essais d'endurance, il a été nécessaire de garantir certaines propriétés, dont notamment la stabilité en température, la tenue pendant une longue durée de vie, et la compatibilité avec les surfaces en contact dans les potentiomètres. Les graisses ont préalablement été sélectionnées d'après leurs fiches techniques, puis après des tests de vieillissement adaptés à l'application (Annexe III). Ainsi, différents groupes de graisse ont été testés : une graisse PAO épaissie au savon complexe de lithium (B), et 3 graisses PFPE épaissies par des particules de PTFE (C-x). Le choix de conserver le PTFE comme épaississant pour les graisses C-x malgré les risques d'agglomération dans le contact réside dans le comportement éventuellement différent qu'il présentera s'il est en présence de PFPE, plus inerte chimiquement que l'huile silicone chlorée. La taille de particules de PTFE peut également être différente, ainsi que sa dispersion dans les huiles ; ces paramètres pourraient contribuer à un mécanisme de lubrification très différent de celui rencontré pour les graisses A-x.

4.4.4.1 Utilisation d'une graisse PAO + savon complexe de Li

La substitution de la graisse A-2 par la graisse B semble avoir un impact fort dans le contact. En effet, les mesures de R_c sont surprenantes en raison de sa diminution dans la zone frottée (d'une vingtaine d'ohms) (Fig. 4.24) ; cela traduit une meilleure qualité de contact, ce qui laisse penser à un « nettoyage » qui pourrait être attribué à un lissage d'aspérités pendant la période de rodage. Sur les extrémités de la zone de contact, les pics de R_c sont à nouveau observés, associés à des amas de graisse chassée du contact ou de particules d'usure (Fig. 4.24(b) & (c)).

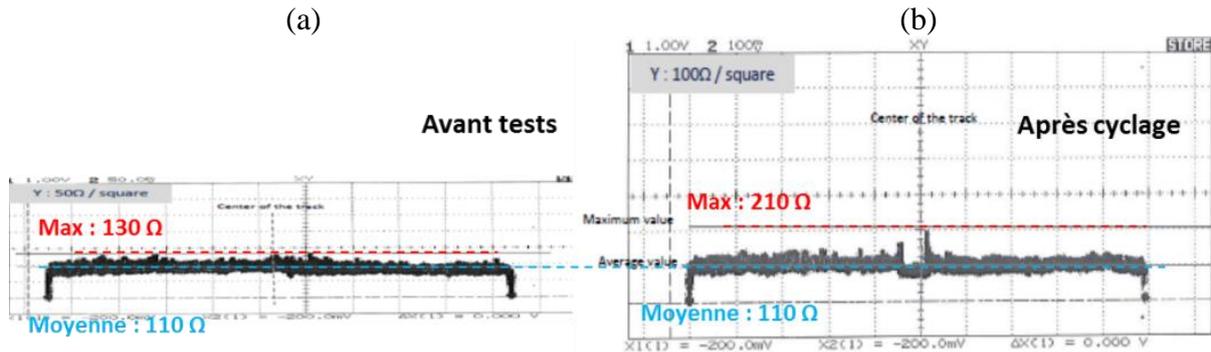


Fig. 4.24 : Mesure de R_c , dans le cas d'un contact lubrifié à la graisse B ; (a) Avant essai d'endurance (attention, l'échelle est doublée par rapport à celle de (b)) ; (b) Après le cyclage.

Les images MEB de la figure Fig. 4.25 montrent de fortes stries d'usure abrasive sur les pistes polymères, et plus particulièrement dans le cas d'un fort graissage. L'usure semble relativement sévère, avec des arrachements de matière importants et impliquant de fortes déformations plastiques.

Les analyses MEB-EDX de la zone de contact montrent qu'aucun tribofilm n'est formé : aucun contraste chimique entre la zone de contact et la zone hors du contact n'est détecté. Les limites de la technique EDX empêchent d'analyser des éléments caractéristiques de la graisse B comme le Li, trop léger pour être correctement détecté. Les analyses chimiques ne sont donc pas totalement concluantes ; les résultats EDX montrent que la composition chimique dans le contact est très similaire à la piste polymère vierge (Tab. 4.5). Le pic de Li est très peu intense dans les analyses XPS, et peut être facilement confondu avec le bruit de fond. Le facteur de sensibilité du lithium est faible, ce qui n'arrange rien, mais il est tout de même possible de conclure que la quantité de Li dans le contact est faible, de l'ordre de 1,7%at (Tab. 4.6). Il est d'ailleurs supposé que le savon de lithium est éliminé par le nettoyage des échantillons, car les images MEB-SE n'ont pas permis de montrer la présence de fibres sur les surfaces (Fig. 4.25).

Bien que la présence ou non d'épaississant dans le contact ne soit pas un paramètre concluant sur la formation d'un tribofilm (la tribopolymérisation faisant par exemple intervenir plutôt l'huile de base), il semblerait qu'aucun tribofilm ne se forme dans le contact, lors de l'utilisation de la graisse B. Les tests de compatibilité chimique effectués sur des

surfaces non frottées ont d'ailleurs montré que la graisse B ne réagit pas avec les matériaux du potentiomètre, pas plus par son huile PAO que par son épaississant.

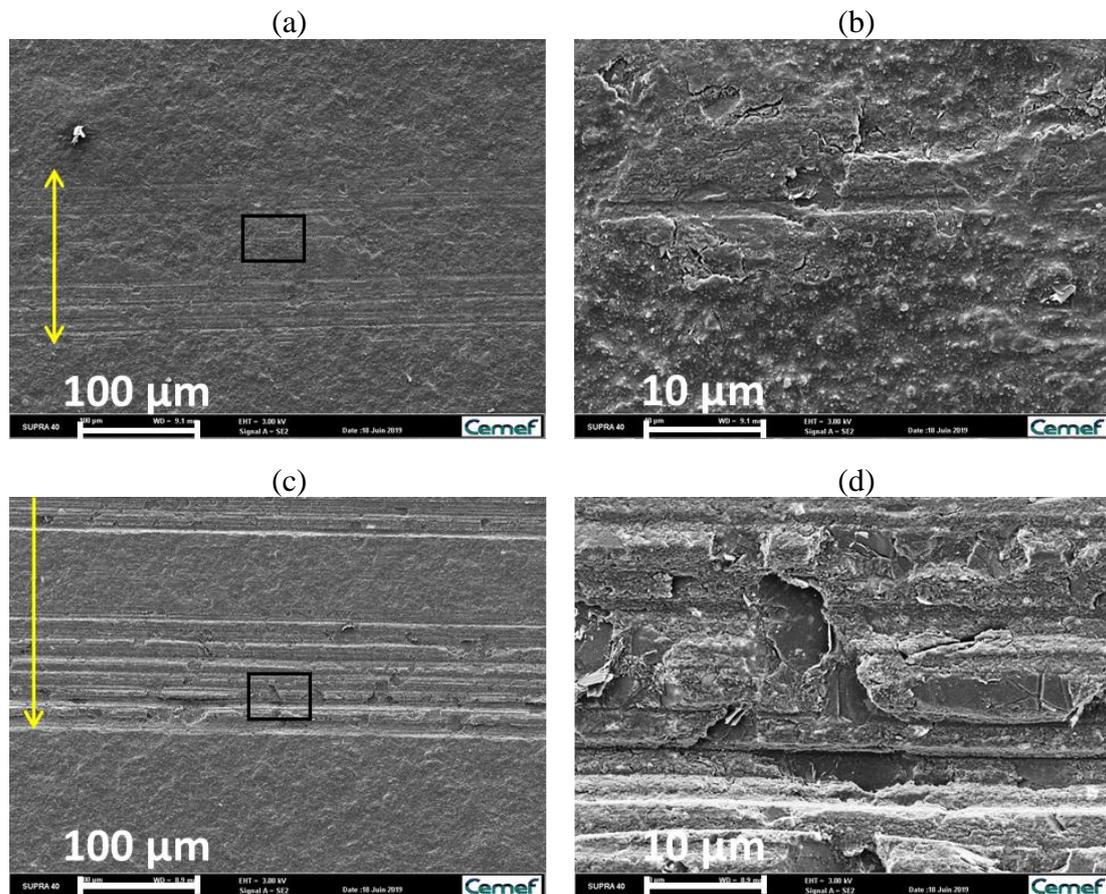


Fig. 4.25 : Images MEB-SE de la piste polymère après essai d'endurance. Les zones de contact sont identifiées par les flèches jaunes ; (a) & (b) Dans le cas d'un faible graissage B avec son zoom ; (c) & (d) Dans le cas d'un fort graissage B avec son zoom. Les zooms correspondent aux encadrés noirs des images MEB associées.

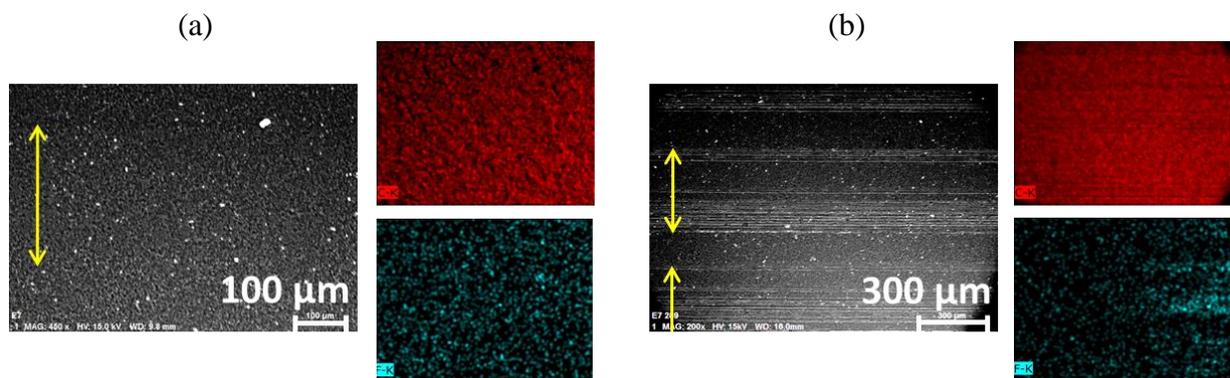


Fig. 4.26 : Images MEB-BSE et analyses EDX correspondantes de la piste polymère graissée à la graisse B, après essai d'endurance, avec rouge = C et cyan = F. Les zones de contact sont identifiées par les flèches jaunes ; (a) Dans le cas d'un faible graissage ; (b) Dans le cas d'un fort graissage.

| %at (moyenne sur trois mesures) | Dans le contact | Sur la piste polymère hors contact |
|---------------------------------|-----------------|------------------------------------|
| C | 88,3 | 87,6 |
| O | 11,4 | 11,8 |

Tab. 4.5 : Résultats EDX des pistes polymères après essais d'endurance, dans le cas de contacts lubrifiés avec de la graisse B en faible quantité.

| %at | Sans érosion | 50 sec d'érosion |
|-----|--------------|------------------|
| C | 71,6 | 89,7 |
| O | 26,7 | 9,5 |
| Li | 1,7 | 0,8 |

Tab. 4.6 : Résultats XPS des pistes polymères après essais d'endurance, dans le cas de contacts lubrifiés avec de la graisse B. Les résultats montrent une évolution de la composition entre l'extrême surface (sans érosion) et en profondeur (après quelques nm d'érosion).

Le rugosimètre permet d'apporter des précisions dans la compréhension du mécanisme de lubrification avec la graisse B :

- Aucune surépaisseur n'est détectée qui pourrait correspondre à un tribofilm, à part directement autour des traces d'usure (bourrelets), ce qui est cohérent avec les analyses chimiques (Fig. 4.27) ;

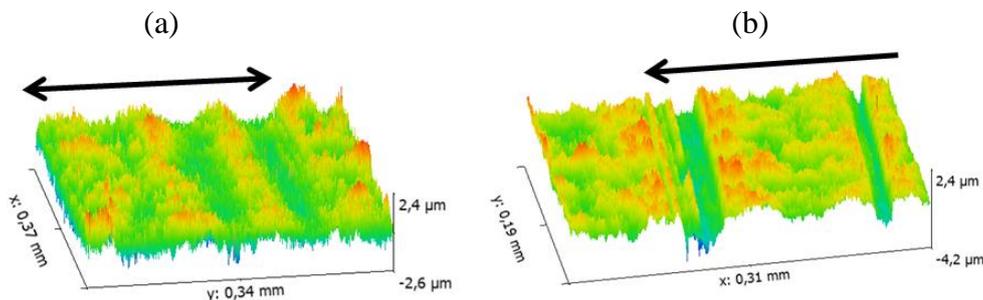


Fig. 4.27 : Analyses en rugosimétrie de la piste polymère, en représentation 3D, dans le cas d'un graissage avec la graisse B. Les zones de contact sont identifiées par des flèches noires ; (a) Dans le cas d'un faible graissage ; (b) Dans le cas d'un fort graissage.

- Dans le cas d'un faible graissage, le passage du curseur permet de diminuer légèrement la rugosité de la piste polymère initiale, comme dans le cas de potentiomètres secs ou de la graisse A-2. L'usure est peu marquée, ce que confirment les images MEB de la figure Fig. 4.25(a) & (b) (Fig. 4.27(a)) ;
- Dans le cas d'un fort graissage, le comportement est différent. Les stries d'usure sont étonnamment plus profondes qu'en faible graissage (Fig. 4.27(b) & Fig. 4.28). Leurs profondeurs sont variables et peuvent aller jusqu'à plusieurs micromètres, ce que confirment les images MEB de la figure Fig. 4.25(c) & (d).

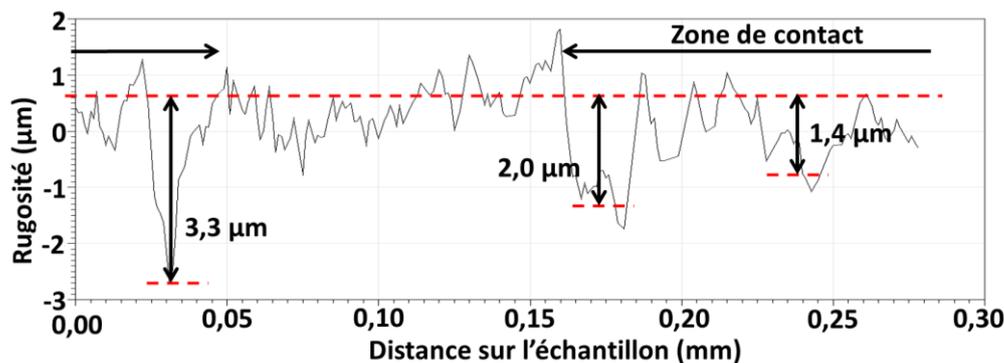


Fig. 4.28 : Mesure en rugosimétrie de deux zones de contact (notées avec des flèches) sur la piste graissée avec la graisse B (fort graissage). De fortes usures apparaissent ($1,4 \mu\text{m}$ à $3,3 \mu\text{m}$ de profondeur), mais sous forme de stries, localisées à quelques endroits de la zone de contact.

En outre, un fort graissage entraîne également une forte usure des curseurs AgPdCu qui montrent des stries profondes d'usure abrasive (Fig. 4.29) ; cela n'est pas vérifié en faible graissage. Ces résultats sont reproductibles (sur une dizaine de couples piste – curseur). Il est intéressant de signaler ici les essais avec la graisse B qui ont été réalisés sur les rhéostats (contact NiCr – AgPdCu) ; le même comportement que dans le cas du potentiomètre y a aussi été observé, avec l'usure des curseurs qui pouvait aller jusqu'à la coupure de leurs brins. Ces fortes usures questionnent donc sur la compatibilité chimique entre la graisse B et les matériaux du potentiomètre, combiné avec l'effet des sollicitations mécaniques, ou de possibles effets électrochimiques avec le catalyseur palladium contenu dans les curseurs AgPdCu.

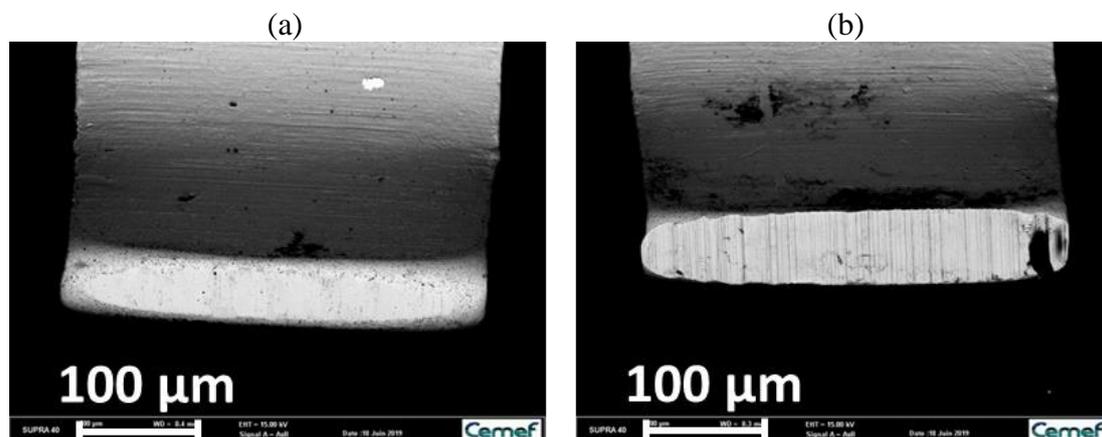


Fig. 4.29 : Images MEB-BSE d'un brin du curseur AgPdCu, après frottement en présence de fort graissage ; (a) Pour la graisse A-2 ; (b) Pour la graisse B.

En conclusion, la graisse B, de par sa nature différente, ne mène pas à la formation de tribofilm protecteur dans le contact. Dans ces conditions, une quantité importante de particules d'usure est libérée dans le contact ; la graisse peut avoir tendance à les conserver dans le contact particulièrement en fort graissage, ce qui entraîne une usure d'autant plus sévère des surfaces par usure abrasive à trois corps (Fig. 4.30).

La problématique dans ce cas se rapproche de celle du rhéostat, car l'usure des pistes induit une dérive importante de la résistance de piste R_T des capteurs, ce qui les rend inopérants. La solution mettant en œuvre la graisse B n'est éventuellement envisageable qu'en faible graissage, pour lequel R_c est améliorée et l'usure des pistes est faible. En revanche, il n'est pas envisagé de la qualifier définitivement, même dans cette configuration : les potentiomètres n'ont subi que le test d'endurance d'un million de cycles, ce qui ne représente pas la durée de vie totale en situation réelle.

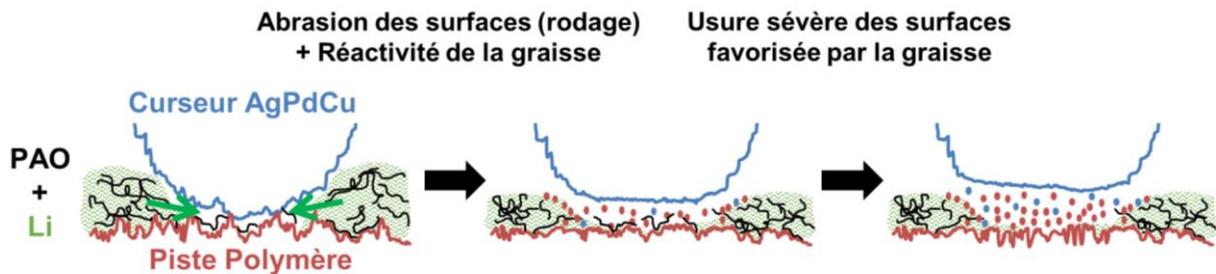


Fig. 4.30 : Schéma proposé pour décrire les mécanismes de lubrification dans le contact piste polymère – AgPdCu lubrifié à la graisse B.

4.4.4.2 Utilisation d'une graisse PFPE-PTFE

Trois différentes graisses C-x provenant de trois fournisseurs différents ont été testées. Leurs compositions sont très proches, ce qui est notamment visible sur les analyses IR ; seules les intensités des pic CF_2 et CF_3 pour la graisse C-1 varient (Fig. 4.31). Cela peut témoigner de chaînes polymères plus courtes ou des chaînes branchées pour la graisse C-1 (moins de CF_2 et plus de CF_3). Les différents tests menés sur les capteurs montrent une forte similitude entre les graisses et leurs actions. La discussion proposée par la suite présente donc des résultats généraux, tirés des différents tests issus de ces 3 graisses.

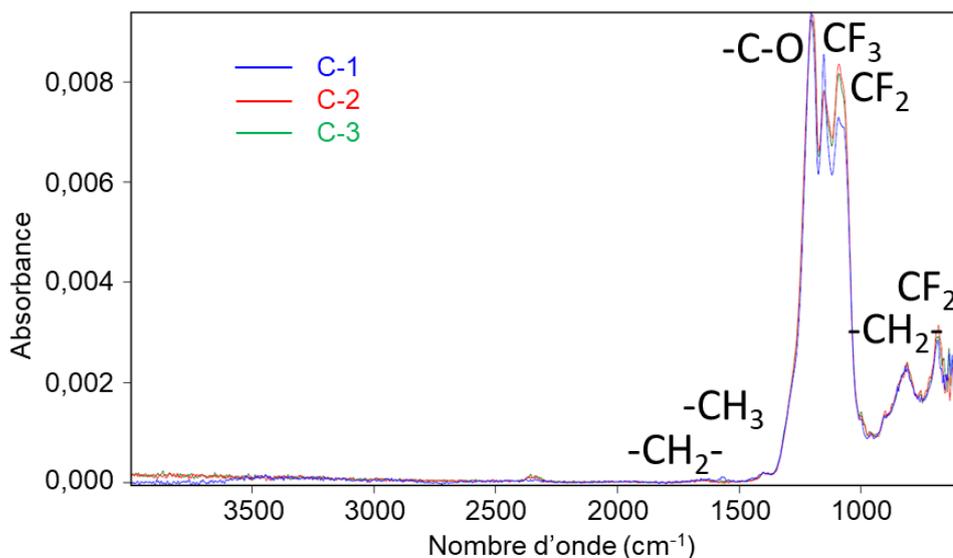


Fig. 4.31 : Spectres d'absorption IR des trois graisses PFPE/PTFE.

Tout d'abord, la première observation réalisée dans ce type de configuration est le bon recouvrement de la graisse sur les pistes polymères. Comme attendu, les PFPE montrent une bonne adhérence aux surfaces ; le lavage classique éthanol US 10 min n'a d'ailleurs pas été suffisant pour éliminer efficacement la graisse recouvrant les pistes. Il a été nécessaire de procéder à des lavages plus poussés avec un solvant adapté du commerce (3M Novec 71DA, mélange de méthyl-fluorobutylether, de dichloroéthylène et d'éthanol) pour parvenir à nettoyer les pistes.

Une fois le surplus de graisse éliminé, les analyses MEB-EDX montrent qu'il reste un tribofilm sur les pistes, dans la zone de contact. Il se forme dans les deux cas de faible et fort graissage, et est similaire au tribofilm des potentiomètres graissés avec la graisse A-2 par son aspect et sa composition chimique :

- Le tribofilm formé, bien que présent sur les surfaces de manière plus homogène que dans le cas de la graisse A-2, alterne des zones recouvertes de gros amas de particules, et des zones où transparaît la piste vierge (Fig. 4.32). Sa rugosité apparente semble relativement faible. En revanche, les amas sont ici composés de particules agglomérées de différentes tailles. Des particules d'environ 500 nm semblent entrer dans la structure du tribofilm, tandis que des particules d'une centaine de nanomètres semblent plus libres (Fig. 4.32(c)). Les premières pourraient être des charges carbone issues des pistes, tandis que les secondes pourraient être des particules d'usure fragmentées ou encore l'épaississant PTFE. Quoiqu'il en soit, les particules ne sont pas de l'ordre du micromètre, comme c'est le cas du PTFE utilisé dans les graisses A-x. Dans le cas des graisses C-x, les particules de PTFE sont vraisemblablement plus fines ;

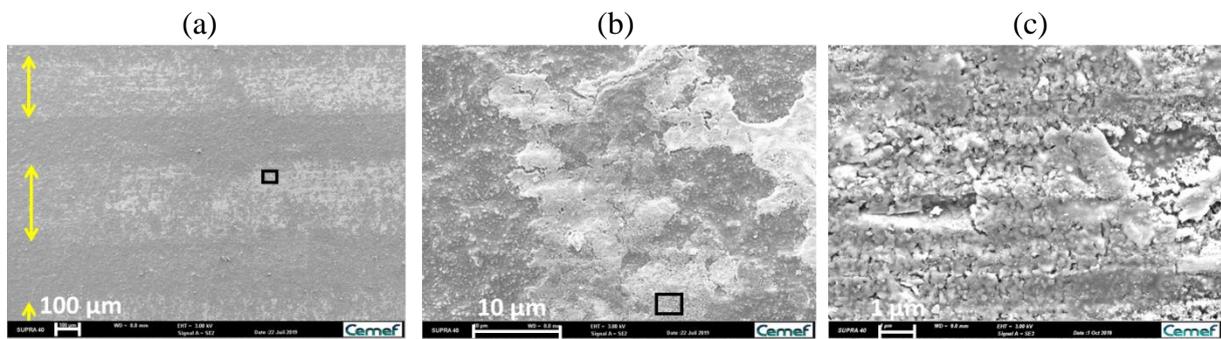


Fig. 4.32 : Image MEB-SE de la surface de la piste polymère graissée avec la graisse C-3 (faible graissage) après lavage avec le solvant Novec 71DA. Il est possible d'observer la formation d'un tribofilm. La largeur des contacts est indiquée par des flèches jaunes ; Zooms de (a) à (c) correspondants aux encadrés noirs.

- Les mesures au rugosimètre montrent une hétérogénéité de l'épaisseur du tribofilm, qui laisse paraître de gros amas, d'épaisseur plus importante que pour la graisse A-2. Les plus gros amas peuvent ainsi mesurer jusqu'à 1 µm d'épaisseur (Fig. 4.33), à comparer avec la taille des aspérités hors contact, mais la surépaisseur moyenne du tribofilm a été estimée à environ 540 nm, ce qui reste équivalent au tribofilm des potentiomètres actuels ;

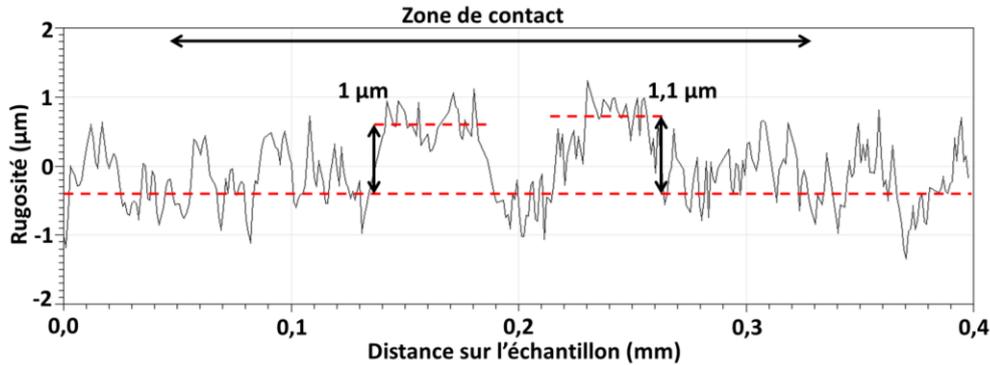


Fig. 4.33 : Mesure en rugosimétrie du tribofilm formé avec la graisse C-2 (faible graissage). Celui-ci est hétérogène et laisse paraître deux amas d'épaisseurs importantes ($1\ \mu\text{m}$ et $1,1\ \mu\text{m}$).

- Lors de tests Scotch[®], il est possible d'arracher un certain nombre de particules, provenant toutes des zones de la piste recouvertes du tribofilm (Fig. 4.34). Ces particules sont très riches en F et certaines contiennent également des éléments métalliques issus des curseurs (Ag, Pd et Cu ; elles correspondent aux particules en gris très clair sur la figure Fig. 4.35(a)). Elles semblent avoir été arrachées sur la totalité du tribofilm et plus particulièrement des plus gros amas ; la piste après test est semblable à la piste initiale, sans diminution notable en optique de quantité ou d'épaisseur du tribofilm. Formé à partir de graisse à base de PFPE, il adhère beaucoup moins bien aux pistes que dans le cas de la graisse A-2. Cela peut contribuer à l'augmentation de quantité de particules circulant dans le contact ;

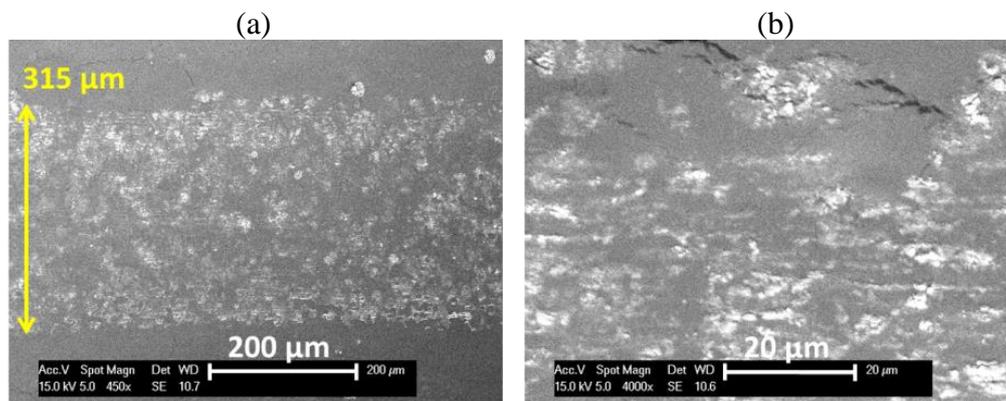


Fig. 4.34 : Images MEB-SE des particules collées au ruban adhésif lors des tests Scotch[®] ; (a) Particules arrachées le long du tribofilm formé en faible graissage ; (b) Zone agrandie de (a).

- Contrairement à la graisse B, les graisses C-x semblent protéger efficacement le contact d'usures sévères de la piste et des brins des curseurs. Le tribofilm formé dans ce contexte semble donc remplir le même rôle protecteur que le tribofilm formé avec les graisses A-x ;

- Les amas sont riches en fluor (Fig. 4.35). L'état actuel des observations ne permet pas de trancher sur l'origine du fluor, qui peut provenir cette fois aussi bien du PFPE que du PTFE. Ce point est discuté par la suite, avec l'apport d'analyses chimiques plus précises ;

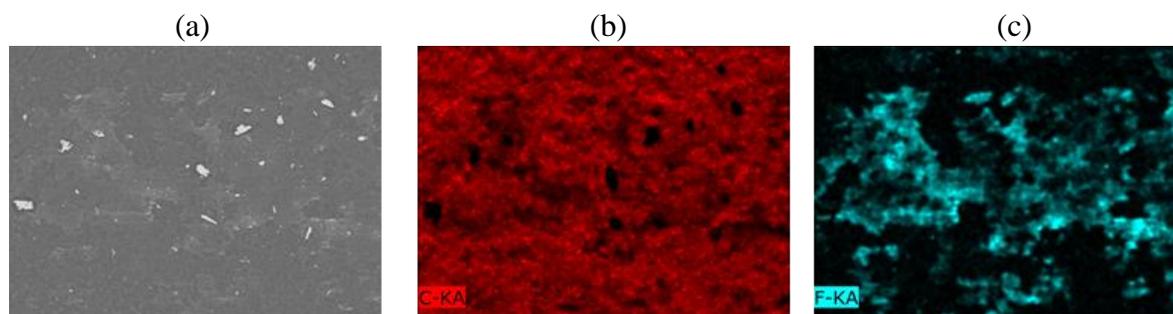


Fig. 4.35 : Image MEB-BSE et analyse EDX correspondante du tribofilm de la piste polymère, après essai d'endurance, avec rouge = C et cyan = F ; pour un graissage C-3. Les particules en gris très clair sur l'image (a) sont riches en éléments métalliques.

- Dans les conditions de faible graissage, le tribofilm n'impacte pas fortement R_c et permet même un certain lissage pouvant être attribué au nettoyage de surface ou à un rodage diminuant les rugosités initiales des pistes ; cela limite ainsi le bruit de R_c dans la zone de contact (Fig. 4.36(b)). Lors d'un graissage fort, il contribue à augmenter légèrement R_c dans la zone de contact, d'une vingtaine d'ohms (Fig. 4.36(c)). Bien qu'un tribofilm se forme à l'interface, il semblerait que, de manière similaire au tribofilm formé par la graisse A-2, il remplit au moins une des conditions pour permettre la conduction électrique (hétérogénéité de structure, intégration de particules conductrices, contact 4 brins multiple).

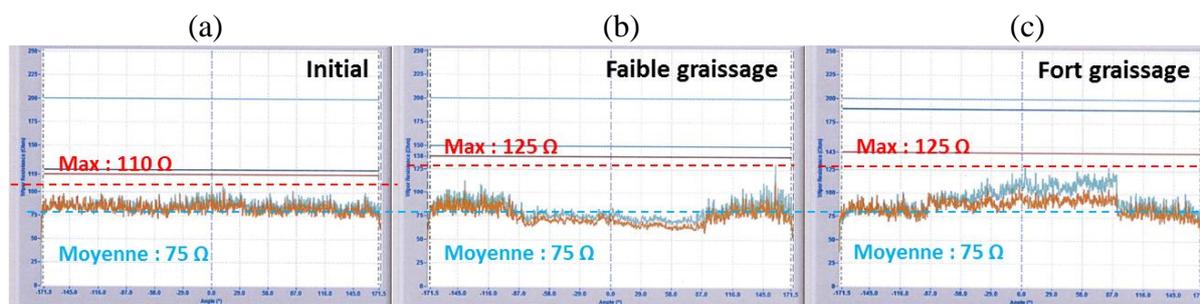


Fig. 4.36 : Mesures de R_c , dans le cas d'un contact lubrifié à la graisse C-2, avec la courbe bleue correspondant à la mesure aller, et la courbe rouge correspondant à la mesure retour ; (a) Avant essai d'endurance ; (b) Après test de cyclage, pour le cas d'un faible graissage ; (c) Après test de cyclage, pour le cas d'un fort graissage.

Les graisses C-x ont la particularité d'être composées à la fois d'huile et d'épaississant fluorés. La présence de F dans les analyses EDX ne permet donc pas d'affirmer si le tribofilm est formé à partir de l'huile PFPE polymérisée pour devenir solide, créant ainsi un tribofilm, ou de l'épaississant PTFE bloqué dans le contact, ou bien encore un mélange des deux.

Pour tenter d'apporter des éléments de réponse, des analyses XPS ont donc été réalisées, en comparant la composition chimique en surface des pistes, dans et hors des contacts (Fig. 4.37). Une nette différence est tout d'abord observée dans les %at du fluor : il est clairement plus présent dans le contact qu'en dehors (variation d'environ 10%at). Le pic spécifique du fluor (F1s) est cependant similaire dans les deux zones car la seule contribution détectée est attribuée à la liaison F-C. Ce n'est donc pas l'analyse des spectres F1s qui permettront d'évaluer si le F provient du PFPE ou du PTFE. La suite de l'analyse se porte donc sur les spectres C1s qui, eux, présentent des contributions propres à la piste (C-C, C-O et O-C=O) distinguables des contributions propres à la graisse (CF₂, CF₃ et O-CF₃). De plus, il est possible d'isoler les contributions dues à l'huile PFPE avec les liaisons CF₃ et O-CF₃ ; CF₂ est quant à elle une liaison qui est commune au PFPE et au PTFE.

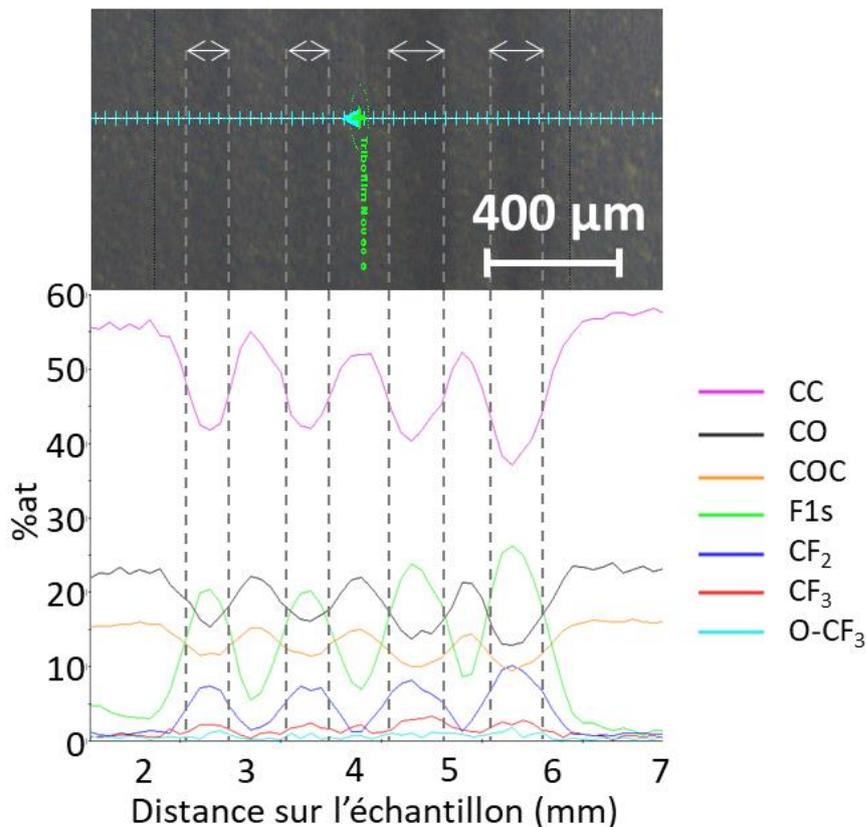


Fig. 4.37 : Résultats XPS des %at de liaisons caractéristiques du PTFE, du PFPE et de la piste vierge, selon une ligne de mesures effectuées transversalement aux sens de passage des 4 brins du curseur (identifiés par les flèches blanches). Des compositions différentes sont observées dans et hors contact.

Ainsi, la figure Fig. 4.37 permet de montrer que dans les contacts, les pics de la graisse augmentent proportionnellement à la diminution des pics de la piste. Une autre approche a été essayée pour tenter de séparer la contribution du PFPE et du PTFE, en effectuant le rapport des deux : la figure Fig. 4.38(a) représente en vert l'ensemble des contributions spécifiques à la graisse, tandis que la courbe bleue représente le rapport entre la contribution du fluor sur celle de l'huile PFPE seule. La courbe bleue représente ainsi la proportion de CF₂ associée uniquement au PTFE. Elle montre des pics aux abords directs des zones de contact, ce qui

rappelle des amas de PTFE chassés du contact (en cohérence avec le mécanisme classique de lubrification par une graisse). Dans le contact, la comparaison entre les deux courbes tend à montrer qu'une majorité du fluor présent dans le contact lié sous forme de CF_2 provient en fait de l'huile PFPE. Cela suggérerait que c'est l'huile PFPE qui permet la formation du tribofilm dans le contact, et que le PTPE joue ici uniquement son rôle d'épaississant. Cette analyse doit cependant être prise avec précaution, pour la raison suivante : la courbe bleue est influencée par l'évolution de l'ensemble des pics CF_2 , CF_3 et $O-CF_3$, mais la comparaison des spectres C1s entre les deux zones montre que la grande majorité de l'évolution est portée par le pic CF_2 (Fig. 4.38(b) & (c)). Dans le même temps, les pics CF_3 et $O-CF_3$ sont faibles et ne semblent pas fortement évoluer d'une zone à l'autre. Or, comme le pic CF_2 est commun à la fois au PFPE et au PTFE, son unique évolution peut ne pas décrire la réalité dans le contact. Les difficultés de l'état des tribofilms et des analyses XPS ne permettent pas de meilleures conclusions pour trancher de la présence majoritaire de l'huile ou de l'épaississant dans le contact, d'autant plus que le nettoyage avec le solvant adapté du commerce est efficace sur le PFPE, mais pas forcément sur le PTFE.

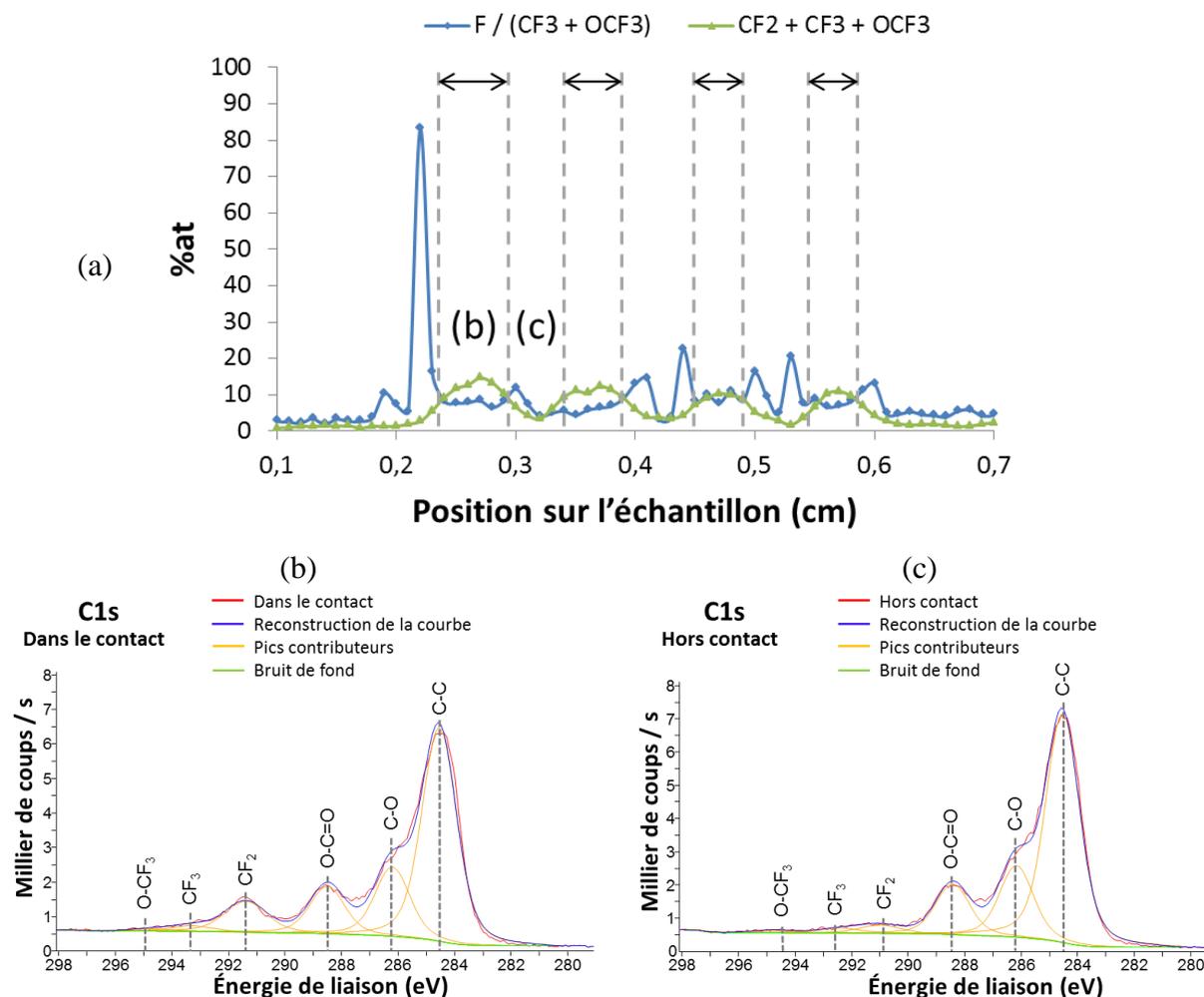


Fig. 4.38 : Résultats XPS centrés sur l'exploitation des spectres C1s (calibration à 284,5 eV) ; (a) Rapport de %at entre les contributions exclusivement attribuées à l'huile PFPE ($O-CF_3$ et CF_3) et la contribution CF_2 ; (b) Spectre C1s dans le contact ; (c) Spectre C1s hors contact.

Au-delà de la présence de fluor dans les zones de contact sur les films polymères, une affinité entre le fluor et les éléments métalliques du curseur a également pu être mise en évidence. Le pic du fluor dans la zone de contact montre en majorité la contribution CF_2 , mais un petit pic contributeur correspond aux liaisons F-M ; le fluor pourrait ainsi parfois se lier aux particules d'usure métalliques issues des curseurs qui sont présentes dans la zone de contact sur les pistes. (Fig. 4.39)

Cela a également été vérifié durant les tests de compatibilité chimique réalisés en amont avec des curseurs neufs plongés dans de la graisse neuve, sans frottement. Ces tests montraient que sur les curseurs, une quantité non négligeable de fluor est détectée (près de 55,4%at), en surface mais aussi plus en profondeur. Le fluor est adsorbé dans des épaisseurs de quelque dizaines de nanomètres. Cela aura pour effet de former des amas plus épais dans le contact.

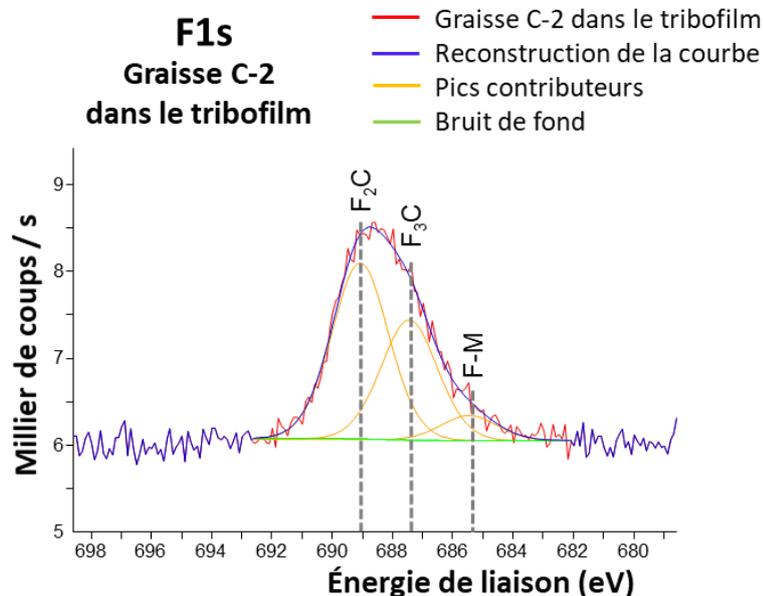


Fig. 4.39 : Spectre XPS de l'élément F1s mesuré dans une zone de contact sur une piste polymère, après un test d'endurance avec la graisse C-2. Malgré l'intensité faible du pic, il est possible d'observer des contributions dont une est associée à la liaison métallique F-M.

D'après les différentes observations menées sur le contact graissé avec les graisses C-x, le tribofilm semble se former à partir d'un mélange de PFPE et PTFE, mais avec la contribution plus importante de l'huile (le PTFE semble être inerte), avec une suspicion de dégradation de l'huile PFPE. Les graisses à base d'huile PFPE sont connues pour se dégrader sous certaines conditions de frottement, ce qui mène notamment à des ruptures de chaînes des groupes fluoroacétals ($-O-CF_2-O-$) comme montré dans les travaux de Mia et al. [225]. Cela s'accompagne d'une diminution permanente de viscosité de l'huile dans le contact. D'autres travaux comme ceux de Bhushan et Cheng [226] montrent des décompositions catalytiques couplées à des décompositions sous frottement de PFPE, particulièrement avec le Z-dol car ce dernier comporte des terminaisons alcool réactives. Le résultat de ces réactions est la formation de CFO, CF_2O , HCF_2 , CF_3 , CF_2CF_3 , CF ou encore CF_2 . Le composé $CF_2=O$ en particulier peut ensuite réagir avec d'autres surfaces, comme l'aluminium pour former

d'autres composés comme AlF_3 , $AlOF$ ou encore AlO_2F [227]–[229]. Les travaux de Prabakaran et al. [230] mettent en évidence l'importance des terminaisons des PFPE, en comparant le type Z-dol (terminaisons $-OH$) et le type Z-03 (terminaisons $-CF_3$) : de par la réactivité des terminaisons alcool, les Z-dol forment des liaisons C-O-M avec les surfaces métalliques et restent ainsi dans le contact malgré des nettoyages poussés. Ils contribuent également à une amélioration de la résistance à l'usure du système. Cette amélioration est également observée dans des travaux menés par Ye et al. [231] et Liu et al. [232], qui est accompagnée d'une diminution de coefficient de frottement, dans des cas de frottement mettant des contacts céramique – céramique et céramique – métal lubrifiés avec des huiles fluorées. Dans ces travaux, les lubrifiants fluorés forment des produits tribochimiques fluorés avec la surface céramique (qui permet de catalyser la réaction).

L'huile PFPE, en fonction de ses terminaisons, peut donc montrer une réactivité non négligeable avec les surfaces, souvent accompagnée de ruptures de chaînes. Si cette réactivité est suffisante, elle peut aller jusqu'à former un tribofilms à l'interface du contact, relativement bien adhérent et pouvant résister à des nettoyages poussés.

Dans le cas du potentiomètre, il est donc possible que les graisses C-x n'aient pas de comportement identique à la graisse A-2 qui est sujette à la tribopolymérisation, mais présentent plutôt des dégradations avec ruptures de chaînes menant à des réactions chimiques avec la piste polymère (Fig. 4.40). Ce type de structure semble néanmoins plus fragile que celle d'un film tribopolymérisé, car elle ne résulte pas en un réseau 3D à proprement parler. Contrairement à la structure spongieuse de l'huile silicone gélifiée, le tribofilms formé avec les graisses C-x ressemblerait plus à une couche de particules (particules d'usure et PTPE fin) piégé dans les rugosités de la piste et maintenu par un réseau fragile de PFPE. Cela serait d'ailleurs cohérent avec la friabilité du tribofilms observée grâce aux tests Scotch[®]. Avec des mécanismes différents, les deux cas résultent finalement en des tribofilms de caractéristiques électriques similaires, et qui permettent une protection des surfaces à l'usure.

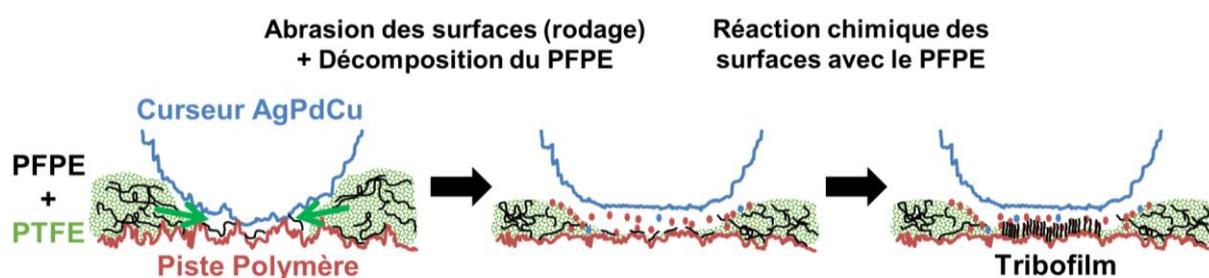


Fig. 4.40 : Schéma réactionnel de décomposition de PFPE et de réaction chimique avec la piste polymère, proposé pour décrire les mécanismes de formation du tribofilms dans le contact piste polymère – AgPdCu lubrifié avec une des graisses C-x.

Ainsi, les graisses C-x, malgré la présence de PTFE, peuvent représenter une bonne alternative à la graisse A-2. À ce stade de l'étude, aucun paramètre réhibitoire n'a été observé, et une faible quantité nécessaire en graisse C-x contribuent à améliorer les R_c et les R_T en limitant le risque de formation de gros amas de PTFE dans le contact.

4.4.5 Effets de la température

De par l'application, les essais d'endurance réalisés à température ambiante doivent être complétés par des tests en température. Les tests préliminaires de vieillissement ont montré une bonne stabilité thermique des graisses sélectionnées, mais ces derniers ne permettent pas de conclure sur leurs comportements à différentes températures dans un contact glissant ; ce paramètre a donc été testé.

La première observation réalisée sur la figure Fig. 4.41 est que les capteurs faiblement et fortement graissés n'ont pas le même comportement électrique en température. De manière générale, un fort graissage (lignes en pointillés) entraîne des valeurs de R_c plus élevées qu'un faible graissage (lignes pleines), et ce, pour toutes les températures testées. Cela peut être expliqué par le fait que la graisse, malgré ses propriétés rhéologiques stables, peut montrer une sensibilité à la température de par la forte variation de la viscosité (au moins un ordre de grandeur sur la plage de température étudiée); de par son taux de présence dans le contact, la sensibilité de la graisse aux températures impacte moins le contact à faible graissage qu'à fort graissage. L'augmentation de R_c aux basses températures (observable pour toutes les graisses) peut être interprétée comme suit : la viscosité des graisses à froid est nettement supérieure à celle à température ambiante, ce qui veut dire que les forces de cisaillement appliquées par l'huile sont davantage susceptibles d'entraîner dans le contact des particules (d'usure, ou de PTFE par exemple) ; les effets hydrodynamiques deviennent non négligeables. Un faible graissage permet d'éviter ces variations, en favorisant un état de sous-alimentation du contact en lubrifiant (« starvation »).

La deuxième information tirée de la figure Fig. 4.41 est la similitude entre les valeurs de R_c en début et en fin de test. En tenant en compte les R_c initiales différentes pour chaque graisse (celles des graisses C-x sont aux alentours de 200 Ω , tandis que les autres sont plutôt d'une centaine d' Ω), les valeurs finales obtenues après le passage par tous les paliers de températures sont proches des valeurs initiales. Cela démontre que les variations de R_c provoquées par les températures sont dues à quelque chose qui reste dans le contact pendant toute la durée des tests (donc a priori pas des particules d'usure qui peuvent circuler librement) : le tribofilm seul dans les cas où il se forme, ou encore un film de lubrifiant qui reste constamment dans le contact peuvent donc en être à l'origine. Dans le cas des graisses formant des tribofilms par exemple, les mécanismes en compétition de formation d'une couche isolante (plutôt à froid) et de sa destruction ensuite par frottement permet un équilibre dans le contact qui résulte en un système globalement réversible avec des R_c initiales et finales équivalentes.

Les systèmes sont globalement réversibles, mais le comportement de la graisse dans le contact aux températures basses et hautes est en réalité semi-réversible. En comparant les R_c mesurées à différents paliers à 20°C (3 paliers au total dans le cycle correspondent à cette température, marqués sur la figure Fig. 4.41), il est possible de le remarquer :

- Les R_c mesurées après les basses températures (2) sont globalement plus faibles que les R_c initiales (1), sauf pour la graisse B. Aux basses températures, la viscosité des graisses est plus élevée (en particulier pour la graisse B), et une grande quantité de

particules non conductrices peut passer dans le contact, ce qui fait augmenter R_c . Mais lorsque la température augmente pour atteindre 20°C, le lubrifiant retrouve petit à petit sa fluidité qui contribue à la fois à le chasser du contact et à empêcher sa bonne réalimentation au cours des glissements. Le film de lubrifiant n'est reformé dans le contact qu'après un certain temps à température ambiante. C'est pourquoi les R_c sont plus faibles après les températures basses, le film de lubrifiant isolant étant supposé moins épais dans le contact ;

- À l'inverse, les R_c mesurées après les très hautes températures (3) sont plus élevées que les R_c initiales (1) pour les graisses C-x. Aux hautes températures, la viscosité des graisses est plus faible ce qui favorise la bonne réalimentation du contact au cours des glissements. Une quantité plus importante de lubrifiant entre dans le contact, et participe à l'augmentation des R_c mesurées.

Évolution de la R_c en fonction de la température

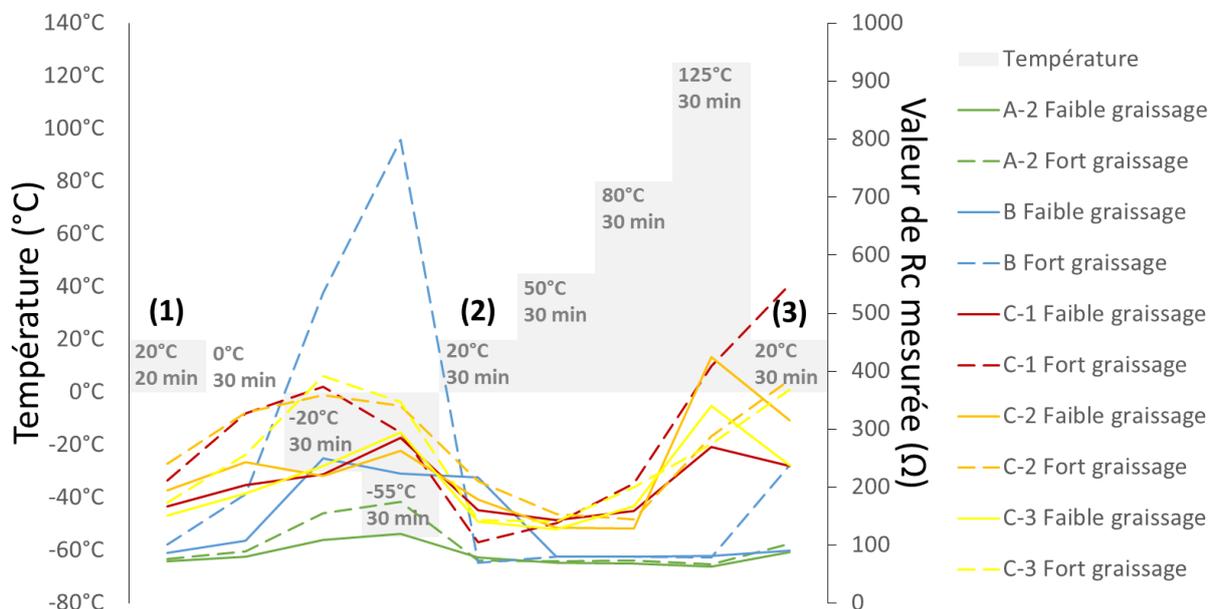


Fig. 4.41 : Évolution des valeurs de R_c mesurées en fonction des paliers de température. Chaque point est une valeur moyenne de R_c mesurée sur plusieurs couples piste – curseur. Les valeurs sont mesurées durant des mouvements de glissement réalisés à chaque palier de température, après une période de stabilisation de 30 min. Les marqueurs (1), (2) et (3) correspondent aux trois paliers identiques à 20°C.

L'évolution des propriétés rhéologiques en fonction de la température dépend de la nature de la graisse :

- Comme attendu, la graisse A-2 est moins sensible à la température que les autres, car elle forme des tribofilms réticulés et bien ancrés sur les pistes. Ses propriétés électriques sont moins impactées par la fluctuation thermique, et la différence entre un fort et un faible graissage est relativement faible. La seule différence réside dans les températures basses, où le fort graissage double les valeurs de R_c . Elle ne dépasse cependant jamais 200 Ω ;

- La graisse B, quant à elle, semble être la moins impactée par les températures après la A-2, mais seulement en faible graissage ; le savon complexe de Li permet de former des films ultra-minces, ce qui impacte moins R_c . La quantité de lubrifiant dans le contact devient essentielle en fort graissage, particulièrement aux basses températures ; la graisse B est une graisse plus visqueuse que les autres, qui a tendance à se solidifier plus rapidement aux basses températures. Une fois dans le contact, l'huile relarguée aura tendance à être peu mobile et peut contribuer à la formation d'un film du lubrifiant épais et isolant dans le contact qui fait augmenter la R_c . En revanche, cette même propriété physique la rend efficace à hautes températures, et montre des valeurs de R_c similaires à celles obtenues avec la graisse A-2 ;
- Enfin, les graisses C-x montrent des comportements similaires entre elles. Elles semblent sensibles particulièrement aux températures extrêmes (avec une dérive de R_c même au retour à température ambiante). En effet, de -20°C à 80°C elles montrent des valeurs de R_c relativement faibles, mais ces dernières augmentent à -55°C et 125°C . Le tribofilm est a priori plus concentré en particules PTFE, qui sont plus enfoncées dans les pistes polymères (le PTFE est plus fin et adhère mieux).

Ces résultats confortent le choix d'un faible graissage dans les potentiomètres ; quelle que soit la graisse, les comportements en faible graissage sont toujours meilleurs que ceux en fort graissage.

Bien que les résultats électriques montrent des sensibilités des graisses testées aux variations de températures, les valeurs des R_c mesurées sont pour la plupart inférieures à $500\ \Omega$ et donc considérées comme peu impactantes sur les propriétés globales du potentiomètre pour cette application. De plus, aucune différence n'a été relevée au niveau de l'aspect des pistes et des curseurs, qui sont relativement équivalents aux essais d'endurance à température ambiante. Lorsqu'il se forme, le tribofilm (Fig. 4.42 & Fig. 4.43) apparaît dès les premiers glissements. Sa structure peut paraître moins homogène (particulièrement pour la graisse A-2) après les tests en température, mais cela peut être expliqué par le nombre de cycles de glissement que subissent les capteurs dans le cadre des tests en température, qui représentent environ 1% des essais d'endurance, et qui, par conséquent, ne sont pas assez nombreux pour provoquer les mêmes aspects de surfaces que précédemment. En revanche, les hautes températures peuvent faciliter l'apparition des tribofilms, même si leur impact lorsque les cycles ne sont pas assez nombreux est discutable. Elles peuvent par exemple favoriser les mécanismes de tribopolymérisation pour la graisse A-2, dont l'huile silicone a des tendances à gélifier à partir de 100°C , ou encore les mécanismes de dégradation de PFPE pour les graisses C-x qui interviennent dès des températures supérieures à 65°C .

Les variations de température semblent donc impacter les mécanismes de lubrification dans les potentiomètres, de manière semi-réversible, mais ces effets restent cependant limités, particulièrement pour de faibles graissages, car l'augmentation de R_c reste raisonnable.

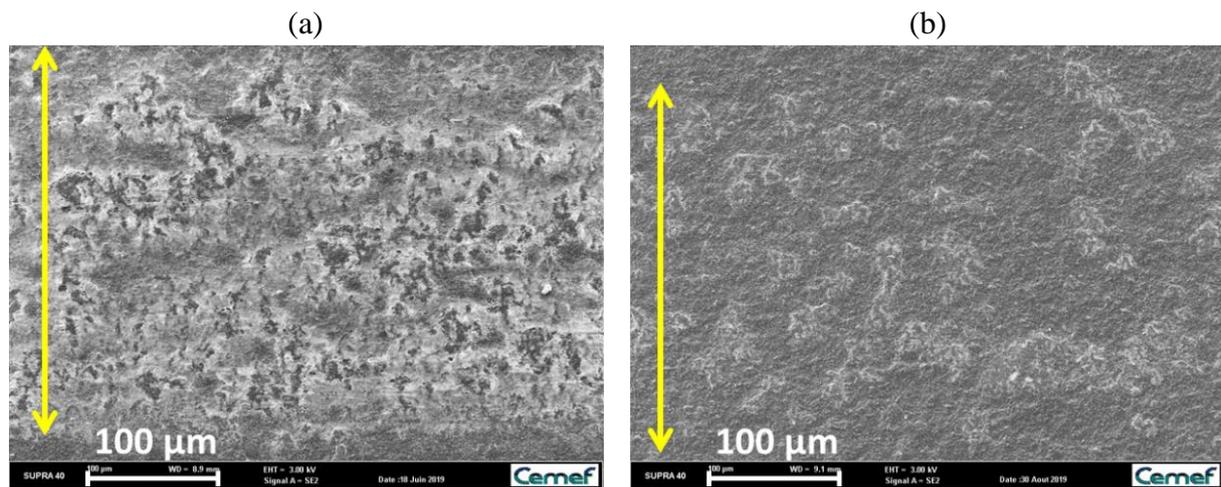


Fig. 4.42 : Image MEB-SE du tribofilm pour une piste graissée à la graisse A-2, fort graissage. Les passages des brins du curseur sont indiqués avec des flèches jaunes ; (a) Test à l'ambiante (cyclage complet) ; (b) Test en températures (cyclage réduit).

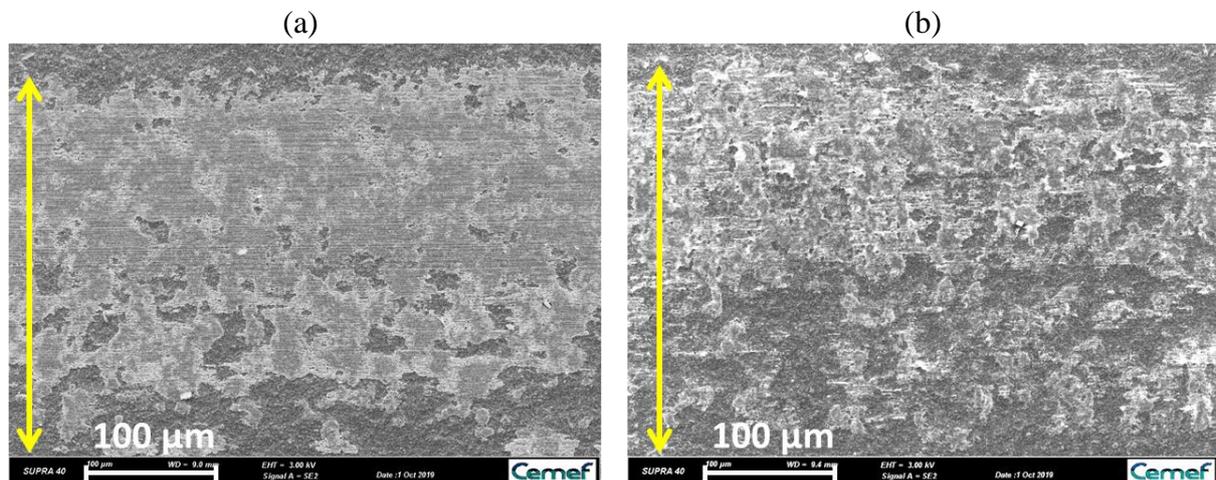


Fig. 4.43 : Image MEB-SE du tribofilm pour une piste graissée à la graisse C-2, faible graissage. Les passages des brins du curseur sont indiqués avec des flèches jaunes ; (a) Test à l'ambiante (cyclage complet) ; (b) Test en températures (cyclage réduit).

En tenant en compte ces résultats et ceux des tests à température ambiante, les graisses PFPE/PTFE présentent à ce stade de l'étude le meilleur compromis pour optimiser les potentiomètres : elles forment un tribofilm protecteur qui protège les pistes d'une usure abrasive et qui intègre suffisamment de particules conductrices pour ne pas impacter les R_c . De plus, en température et en condition de faible graissage, elles permettent des valeurs de R_c relativement stables, qui augmentent d'au maximum 200 Ω . La phase de développement industriel est cependant toujours en cours et les différentes graisses doivent encore être testées dans des conditions sévères.

4.5 Conclusion

Ce chapitre, consacré au potentiomètre, a permis de décrire les différents phénomènes tribologiques mis en jeu dans le système de frottement en glissement polymère chargé carbone – AgPdCu, lubrifié à la graisse A-2. Il a également permis de décrire la formation d'un troisième corps protecteur dans le contact.

La première partie a présenté avec plus de précision la problématique rencontrée dans les potentiomètres, avec la formation du troisième corps. La compréhension de sa formation et de son influence sur la réponse électrique du potentiomètre est primordiale pour tenter d'optimiser ses performances. La piste, bien que moins résistante à l'usure qu'un matériau métallique, est protégée de l'usure par le troisième corps. Cela a permis d'orienter la suite de l'étude vers un contrôle plus poussé des R_c (résistance électrique de contact) plutôt que des R_T (résistance de la piste).

La deuxième partie porte sur le mécanisme de frottement et d'usure rencontré dans les potentiomètres. Une attention particulière a été apportée à la formation d'un tribofilm protecteur à l'interface. Ses propriétés (caractéristiques électriques, topographiques et chimiques) y ont été décrites en détail. L'observation, l'analyse et l'explication de la formation du tribofilm a permis de conclure quant à son efficacité à prévenir l'usure ; c'est un film intégrant des particules d'usure conductrices, piégées dans une matrice solide formée à partir de produits réactionnels de la graisse. Une hypothèse a été proposée pour expliquer ce phénomène : appelé « tribopolymérisation », il est rendu possible par les conditions de frottement, mais surtout par la nature de l'huile de base (silicone chlorée) utilisée dans la graisse A-2. Un complément bibliographique a permis de mieux cerner les différentes contributions, notamment celle du curseur en alliage noble qui catalyserait la réaction de formation du tribofilm protecteur.

Bien que le tribofilm ait été défini comme n'impactant pas R_c , un cas a été décrit où il se trouve être isolant localement au point milieu, du fait de l'accumulation de particules de PTFE sous les 4 brins du curseur simultanément ; dans ce cas, il contribue à une détérioration de propriétés électriques pouvant aller jusqu'à la coupure. La troisième partie a été consacrée à des essais de différentes familles de graisses afin de mieux maîtriser la lubrification du contact, et notamment les caractéristiques du tribofilm, en fonction de la présence de PTFE et de sa quantité dans la graisse. Les tests réalisés avec les graisses A-x n'ont pas été concluants, car le mécanisme de lubrification reste inchangé. Il a été démontré que le paramètre le plus influent sur les mécanismes de lubrification est la nature de la graisse. En effet, pour des graisses constituées à partir d'huiles de base différentes (PAO et PFPE), le tribofilm peut ne pas être formé, ou présenter des comportements tribologiques différents. Par exemple, l'huile de base PAO ne permet pas la formation du tribofilm par tribopolymérisation, mais elle ne permet pas non plus la protection efficace des pistes d'une usure abrasive. Quant aux graisses à base d'huile PFPE, il semblerait que le contact soit préservé des dommages ; l'huile PFPE recouvre totalement les pistes polymères et permet une lubrification efficace du contact, sans perturber de façon importante R_c (et le comportement électrique en général). Cette huile semble permettre la formation d'un tribofilm, de nature légèrement différente de celui formé

avec la graisse à base silicone, mais qui possède aussi un comportement protecteur envers les pistes polymère.

De manière générale, un fort graissage n'a pas été bénéfique au contact, en particulier pour les graisses B pour lesquelles l'usure a été accrue, mais également pour les autres graisses formant des tribofilms plus homogènes qui accroissent les risques d'augmentation de R_c .

Enfin, la troisième partie a également permis d'aborder les effets des températures sur le comportement des graisses dans le contact (en fort et faible graissage) : la graisse A-2 est la plus stable en température, comme attendu, tandis que la graisse B, en raison de son index de viscosité comparativement faible, est sensible aux basses températures mais pas aux hautes températures. Les graisses C-x, quant à elles, démontrent une sensibilité particulière aux températures extrêmes (-55°C et 125°C). Un compromis doit donc être trouvé entre les propriétés électriques garanties à température ambiante mais également aux températures extrêmes ; de l'ensemble des tests, il est possible de conclure que les graisses à base d'huile PFPE épaissies au PTFE, en faible graissage, semblent être les meilleures candidates au remplacement des graisses à base d'huile silicone, à ce stade du développement.

Conclusion générale

Conclusions

Les capteurs étudiés dans cette thèse, soumis à l'exigence du domaine aéronautique notamment au sujet de la sécurité, se doivent d'être robustes dans le temps. Cela passe entre autres par la fiabilité et la qualité du signal électrique, qui sont deux critères essentiels ; la thèse a contribué à les comprendre, puis à les améliorer.

Deux capteurs différents mais évoluant dans le même environnement cockpit ont été étudiés durant cette thèse : le rhéostat et le potentiomètre. Tous deux sont assimilables à des systèmes tribologiques de par le contact entre une piste et un curseur (métal – métal pour le premier et métal – polymère pour le second), dans un mouvement aller/retour de frottement glissant. Bien que les matériaux soient différents, le but reste commun : assurer une qualité et une stabilité électrique sans dérive au cours de la durée de vie du capteur, c'est-à-dire garantir une bonne cohérence entre la position du curseur sur la piste et les commandes électriques générées. Dans les deux types de capteurs, des troisièmes corps se sont formés à l'interface ; dans un cas, celui-ci s'est révélé agressif pour les surfaces, tandis que dans l'autre, il a été décrit comme protecteur sous réserve de ne pas faire augmenter la résistance électrique de contact. L'ensemble du travail de thèse a donc été centré sur la description des mécanismes de formation de ces troisièmes corps, décrire leurs comportements dans les contacts, et tenter d'optimiser les capteurs en les modifiant.

Le présent document s'est articulé autour de deux chapitres principaux. Après un chapitre sur la bibliographie générale des contacts électriques glissants, et un chapitre sur les matériaux et méthodes utilisés, les deux capteurs et leurs différentes caractéristiques ont fait l'objet des chapitres 3 et 4. Ces derniers permettent de décrire les troisièmes corps formés.

Le rhéostat est un capteur dont la valeur de résistance totale tendait à dériver au cours du temps. En effet, ces dérives entraînent des décalages entre les informations électriques transmises et reçues, et impactent donc la fiabilité du capteur. Il a été démontré que la dérive électrique trouve son origine dans une perte de matière de la piste conductrice (constituée en alliage NiCr), résultant d'une usure abrasive sévère. Dans ce système tribologique particulier, la géométrie de la piste a constitué tout l'enjeu de la problématique : à l'état neuf, la piste ne mesure que 5 μm d'épaisseur. Une usure abrasive jugée modérée dans d'autres cas (pouvant aller jusqu'à 1 μm de perte de matière) a donc ici une importance capitale. Dans le rhéostat, l'usure abrasive devient ainsi un paramètre non négligeable, à éviter pour garantir la bonne tenue du capteur dans la durée. L'origine de cette usure abrasive a été investiguée et il a été démontré que :

- Les duretés ne sont théoriquement pas favorables à l'usure abrasive des pistes, l'alliage NiCr de la piste étant suffisamment dur par rapport à l'alliage AgPdCu des curseurs ;
- Ni l'alliage de NiCr, ni celui de l'AgPdCu ne semblent comporter de secondes phases dures, pouvant provoquer l'usure abrasive des pistes ;
- La piste NiCr ne semble pas sujette à la libération facile de particules d'usure dans le contact (pouvant participer à une abrasion 3 corps), car sa surface ne comporte pas de particules libres.

L'usure abrasive du NiCr n'est donc pas attribuée aux propriétés des matériaux en contact. Par la suite, la formation d'un troisième corps adhérent à la surface du curseur a été observée. Ce troisième corps est composé exclusivement de Ni, d'une structure nanocristalline. Celui-ci provient vraisemblablement d'une transformation de surface de la piste NiCr due aux sollicitations mécaniques, qui résulte en une couche nanocristalline en surface et dont la dureté est accrue. Ainsi, le troisième corps se forme par adhésion des nanocristaux de Ni sur le curseur, et de par sa dureté, provoque l'usure abrasive sévère de la piste NiCr. Quelques hypothèses sur le caractère sélectif en Ni du troisième corps ont été proposées : le Cr est particulièrement sensible aux hautes températures par sa capacité importante à la diffusion et par sa volatilité. Un potentiel effet combiné entre la température flash pouvant être atteinte dans le contact et les effets catalytiques du Pd contenu dans l'alliage du curseur peuvent mener à ce genre de formation de troisième corps. Il a d'ailleurs été démontré dans un test avec un tribomètre que le troisième corps ne se forme pas lorsque le curseur AgPdCu est remplacé par une bille en acier 100Cr6 ; d'autres tests tendent à montrer qu'il faut la présence simultanée de métaux précieux et de l'huile silicone chlorée pour favoriser la formation du troisième corps dans le contact.

Le troisième corps agressif dans le cas du rhéostat a été reconnu comme se formant à cause d'une transformation de surface sous sollicitation mécanique. Cela peut être causé par l'état de surface des pistes NiCr, une défaillance de lubrification ou encore par les conditions tribologiques du système. Il a été choisi dans cette thèse d'apporter une solution d'amélioration de l'état de surface des pistes, par un traitement de tribofinition consistant en une étape de polissage de finition réalisée dans un tonneau, en présence d'eau, de billes de verre et d'alumine en poudre. Il s'est avéré que la tribofinition modifie les surfaces, par ébavuration et par polissage (contribuant à faire augmenter R_T de quelques ohms). Mais l'évolution la plus marquante du contact est l'adhérence des particules lamellaires d'alumine sur les surfaces des pistes, jouant un rôle protecteur (a priori en tant que lubrifiant solide), et qui a permis d'éviter une des premières étapes du mécanisme d'usure, à savoir la formation de nanoparticules de Ni dans le contact pendant l'étape de rodage. Ainsi, la protection des surfaces des pistes NiCr contribue à la diminution, voire l'élimination du troisième corps adhésif riche en Ni, et donc évite à terme l'usure sévère de la piste. Les propriétés électriques du rhéostat sont donc préservées : dans le cas des capteurs traités par tribofinition, 95% sont jugés sans dérive rédhibitoire de la valeur de résistance totale (contre 10% dans le cas de capteur non traités). Concernant l'étude sur le rhéostat, la thèse a donc permis de proposer un mécanisme d'usure et d'y remédier par l'introduction d'une étape de tribofinition protectrice des surfaces.

Dans le cas du potentiomètre, la problématique a été abordée différemment. L'étude s'est d'abord centrée autour de la compréhension du mécanisme de formation du troisième corps dans ce contact métal – polymère. Celui-ci apparaît dès les premiers mouvements glissants, après les tests d'endurance ou le fonctionnement en conditions réelles. Il se présente comme un troisième corps adhérent aux pistes polymère, sous chaque brin du curseur. Les analyses chimiques montrent qu'il est composé d'éléments de la piste polymère mélangés avec ceux de la graisse. La graisse, devient donc une entité solide à l'interface, qui se mélange ensuite avec des particules d'usure issues des pistes. Le phénomène qui semble le plus probable dans cette situation et qui mène à la formation d'un tribofilm à l'interface est la tribopolymérisation. Ce phénomène est favorisé par certains types d'huile (donc certains types de monomères), qui polymérisent sous l'action d'une sollicitation mécanique. À nouveau, les hautes températures et la présence du catalyseur Pd dans l'alliage AgPdCu du curseur favoriseraient la tribopolymérisation. Le lubrifiant A-2 utilisé est sujet à la gélification et semble particulièrement adapté à une tribopolymérisation.

Bien qu'un troisième corps se forme dans ce système sous forme de tribofilm, il a été démontré comme étant protecteur du contact : celui-ci n'impacte pas significativement les propriétés électriques du potentiomètre. Sa structure, hétérogène, permet encore des contacts directs entre la charge carbone des pistes polymères et les curseurs métalliques. De plus, sa composition chimique démontre qu'il intègre également des particules de carbone conductrices, ce qui est confirmé par les mesures au Résiscope®. Le tribofilm forme ainsi une couche en surépaisseur d'environ 500 nm sur les pistes polymère, ce qui permet de les préserver d'une usure abrasive ou adhésive sévère.

Si le tribofilm est généralement protecteur envers les surfaces, il a été observé dans une forme isolante dans un capteur ayant fonctionné en conditions réelles. Dans ce cas spécifique, une accumulation de particules non conductrices au centre de la piste a mené à des pertes de contact pouvant aller jusqu'à la coupure. Ces particules ont été identifiées comme étant des particules de PTFE agglomérées, ce qui a remis en cause l'efficacité des graisses classiques silicones chlorées épaissies au PTFE. La problématique a donc évolué pour s'intéresser à des alternatives à cette graisse, pouvant éviter les phénomènes d'agglomération de PTFE. Plusieurs voies ont été investiguées (contact sec, contact fortement graissé ou encore concentration en PTFE diminuée) pour modifier les mécanismes de lubrification dans le système.

Le paramètre le plus influent semble être la nature du lubrifiant ; deux types de lubrifiant adaptés à l'application ont donc été testés. La comparaison a été faite entre les graisses à base silicone chlorée avec PTFE (A-x), celles à base PAO avec un savon complexe de Li (B) et celles à base PFPE avec PTFE (C-x). La sélection s'est tout d'abord réalisée grâce à des tests de vieillissement et de compatibilité chimique avec les matériaux des capteurs, afin de s'assurer de leur stabilité chimique au cours des sollicitations mécaniques et environnementales. Les comportements entre les différentes familles de graisses sont décrits à la fin du chapitre 4. En effet, si les trois graisses sont a priori adaptées pour l'application aéronautique, les différents comportements dans le contact tendent à montrer que :

- Les graisses A-x présentent la meilleure stabilité sur la gamme de températures testée (de -55°C à 125°C). Le mécanisme en compétition entre la formation du tribofilm et son usure par le curseur protégeant la piste polymère est efficace et représente un bon compromis entre performances tribologiques et qualité de signal électrique ;
- La graisse B peut mener à de meilleures résistances de contact, particulièrement en faible graissage, mais ne mène pas à la formation de tribofilm protecteur dans le contact. Cela résulte en une usure accélérée des pistes, mais également des curseurs. Une affinité chimique entre la graisse B et les curseurs AgPdCu a d'ailleurs été suspectée. De plus, son index de viscosité est plus important que les autres graisses, ce qui la rend moins efficace aux basses températures, mais idéale aux hautes températures ;
- Les graisses C-x sont particulièrement efficaces lors de faibles graissages. Leur composition chimique permet un bon ancrage sur les surfaces et contribue à une bonne lubrification même en faible quantité. Ces graisses forment d'ailleurs facilement un tribofilm à l'interface, sans pour autant impacter de manière significative les propriétés électriques des capteurs. La nature du tribofilm semble proche de celui formé dans le cas des graisses A-x, mais le mécanisme de formation semble légèrement différent : les huiles PFPE ne semblent pas sujettes aux phénomènes de tribopolymérisation, mais ont tendance à se décomposer dans le contact par rupture de chaînes polymères. Les terminaisons de ces nouvelles chaînes peuvent contribuer à leur bon ancrage sur les pistes, et favorisent ainsi la formation du tribofilm. En revanche, ce tribofilm est plus fragile, autant aux sollicitations mécaniques qu'aux températures. Elles montrent notamment des faiblesses aux températures extrêmes, particulièrement en situation de fort graissage.

De par ces différentes observations, le meilleur compromis à ce stade du développement pour remplacer les graisses A-x est représenté par les graisses C-x, utilisées en faible quantité dans le contact. Il est possible que ces dernières détériorent légèrement les valeurs de résistances de contact à très basse et très haute température, mais elles sont efficaces dans leur rôle protecteur des surfaces, et contribuent donc à une stabilité électrique dans le temps (bien que pouvant présenter des défauts électriques ponctuels, elles évitent les dérives électriques dans la durée).

De nombreuses perspectives peuvent être proposées pour la suite de cette thèse. En effet, chacune des études menées a été réalisée pour répondre à une problématique industrielle, mais elles peuvent encore être approfondies, par la compréhension plus poussée des mécanismes mis en jeu.

Perspectives industrielles

Dans le cas du rhéostat, le traitement de tribofinition a été jugé efficace et doit être mis en place dans la totalité de la production des capteurs, avec une durée de traitement d'une heure. En accord avec l'application aéronautique, les essais de tribofinition sont poursuivis dans différentes conditions d'essais d'endurance pour assurer un niveau de confiance suffisant.

Dans l'étude des potentiomètres, les premiers résultats des tests de différentes graisses montrent les graisses C-x comme étant les plus aptes à remplacer les graisses A-x. L'utilisation d'une graisse C-x dans le cadre de tests d'endurance prolongés sur les potentiomètres est notamment prévue. De plus, il est important de pousser les tests à très basse et très haute température afin de garantir leur efficacité dans un système réel, malgré les faiblesses que ces graisses ont pu laisser entrevoir.

Perspectives scientifiques

Dans le cas du rhéostat, un certain nombre de points reste encore sans réponse. Tout d'abord, le caractère sélectif en Ni du troisième corps agressif n'a pas encore été expliqué. Des hypothèses centrées sur la migration et la volatilité du Cr ont été proposées mais restent à être prouvées. Il semblerait en revanche que l'apparition d'un tel troisième corps est permise par une action combinée de Cl dans la graisse et de présence de catalyseurs métalliques comme le Pd, le Cu ou le Pt. Pour trancher, il conviendrait de faire varier séparément le curseur et la graisse dans l'essai d'endurance lui-même, afin de déterminer de manière plus systématique quelles sont les conditions nécessaires et suffisantes à cette sélectivité.

Le véritable comportement de l'alumine dans le contact reste également à être précisé. Bien que son rôle protecteur ne soit pas remis en cause, son mode de fonctionnement n'a pas été démontré, soit en tant que réservoir de lubrifiant solide sur les surfaces de NiCr, soit en tant que protecteur des surfaces contre les contacts directs entre aspérités, soit en tant qu'additif solide dans les graisses, soit en tant qu'abrasif du troisième corps riche en Ni, soit en combinant plusieurs de ces hypothèses. Celles-ci restent en suspens et nécessitent encore d'être étudiées, notamment par des essais à sec mettant en œuvre uniquement les particules d'alumine, ou encore par l'utilisation de particules moins abrasives (comme le graphite par exemple).

Dans le cas du potentiomètre, il a été montré que le troisième corps, sous forme de tribofilm, est généralement protecteur et n'impacte pas significativement les propriétés électriques des capteurs. Le mécanisme de formation du tribofilm a pu être en partie expliqué mais certains points demandent encore à être éclaircis. Le caractère semi-aléatoire de sa composition chimique est notamment un aspect de l'étude à approfondir. En effet, bien qu'il ait été décrit comme une couche en surépaisseur composée de particules d'usure de la piste polymère et de graisse tribopolymérisée, sa composition dans certaines situations peut dégénérer, ce qui mène à une défaillance électrique des capteurs. Afin d'éviter ce genre de

situation, il serait intéressant de continuer l'étude du tribofilm, dans des conditions tribologiques éventuellement plus sévères ou encore en conditions réelles de fonctionnement. Dans la même démarche que dans le cas du rhéostat, il serait intéressant de faire varier le curseur et les graisses dans les essais d'endurance pour s'approcher d'un mécanisme physico-chimique plus détaillé.

Plusieurs axes d'amélioration de la lubrification du contact doivent être étudiées prochainement :

- L'intégration directe des particules de PTFE dans la piste polymère lors de sa fabrication, leurs permettant de servir de lubrifiant solide interne. Dans ce genre de système, il est prévu d'utiliser la graisse B, qui permet les meilleures propriétés électriques mais qui ne protège pas les pistes de l'usure (ce qui serait comblé par les particules de PTFE) ;
- Dans la même logique, le mélange d'huile PFPE avec la piste polymère, pour mener à la fabrication d'une piste autolubrifiante. Ce genre de système ne nécessiterait plus l'utilisation de lubrifiant ; il est prévu de laisser le contact à sec.

Enfin, des études plus poussées autour du comportement des graisses dans le contact seraient intéressantes. De nombreuses questions restent ouvertes autour de l'utilisation des graisses B et C-x. Pour la première, les fortes usures abrasives spécifiques au fort graissage restent un mystère et nécessitent notamment des essais évolutifs pour suivre l'évolution dans le contact ; pour les secondes, la caractérisation du tribofilm, et de ce fait son mécanisme de formation, doit encore être précisé car il n'a pas encore été possible de trancher quant à l'origine de la concentration en F détectée dans les traces de contact (le F appartient-il au PFPE ou au PTFE ?). Des essais comparatifs mettant en œuvre uniquement l'huile PFPE sont d'ailleurs envisagés, pour déterminer si ces conditions permettent la formation du tribofilm.

Une amélioration peut également être apportée sur les techniques d'analyse :

- L'utilisation de la spectrométrie de masse d'ions secondaires par temps de vol ToF-SIMS (ou SIMS) permet d'identifier de manière qualitative des éléments, même en faible concentration. Dans les rhéostats, elle permettrait notamment de déterminer si la composition du troisième corps varie en fonction des conditions de son apparition, tandis qu'elle pourrait aider à la compréhension de la formation du tribofilm dans les potentiomètres, particulièrement dans le cas d'utilisation des différentes graisses C-x. Pour l'analyse des graisses, en fonction de la préparation des échantillons, elle pourrait permettre d'identifier et de différencier les molécules d'additifs (ou d'épaississant) par rapport à celles de l'huile de base ;
- La spectroscopie des électrons Auger (AES) permet d'identifier un grand nombre d'éléments (sauf H et He), de manière plus localisée que la technique XPS. Une précision et des informations complémentaires peuvent être apportées à l'XPS, dans la caractérisation des troisièmes corps et des graisses. Cette technique pourrait notamment analyser des zones très localisées dans les traces de contact ou dans le troisième corps,

en révélant des éléments jusque-là difficiles à détecter, comme le Li provenant de l'épaississant de la graisse B ;

- Pour pousser les analyses sur les graisses et leurs compositions, la spectroscopie Raman peut être utilisée comme technique d'analyse physico-chimique. Elle donne des informations sur la structure de l'échantillon (liaisons chimiques, arrangement cristallin, symétrie, phase, etc.), même dans des milieux hétérogènes, ce qui permettrait notamment de différencier l'huile de base, l'épaississant et les additifs dans les graisses. Cette technique pourrait être particulièrement utile dans la caractérisation de l'huile silicone chlorée des lubrifiants A-x, ou encore dans la différenciation PFPE/PTFE dans les graisses C-x.

Annexes

Annexe I : Étude du comportement d'une huile dans un capteur de type rhéostat

Le lubrifiant utilisé dans les capteurs actuels est une graisse silicone épaissie au PTFE. D'après les différentes observations réalisées sur les rhéostats et les potentiomètres, le PTFE a été reconnu comme pouvant être défavorable à une bonne lubrification des surfaces et à leur protection, car il a tendance à s'agglomérer pour former des amas. Il a également été observé que les graisses vieillissent et changent d'aspect et de texture (ce qui impacte le pouvoir lubrifiant).

La viscosité est un des paramètres les plus importants lors du choix d'un lubrifiant pour une application donnée. La graisse, qui a une viscosité importante, sera plus favorable à la bonne séparation des surfaces ; mais une fois chassée du contact, il lui sera difficile d'y retourner. L'huile, quant à elle, permet la formation d'un film d'huile immédiat mais celui-ci risque l'écoulement hors du contact.

Lorsque deux surfaces lubrifiées avec une huile dans un système bille-disque entrent en contact, il est possible d'observer un ménisque formé par l'huile autour de la bille. Lorsqu'un mouvement est appliqué à la bille, le ménisque est mobile et sa forme autour de cette dernière reste inchangée. Il existe deux types de forme du ménisque d'huile décrit par Glossbrenner [233] (Fig. I.1) :

- Le ménisque, qui se forme pour les lubrifiants de type « anaérobie » (Fig. I.1(a)) permet d'isoler le contact de l'environnement, ce qui retarde la réactivité des surfaces. Le lubrifiant permet de recouvrir la zone de contact et évite notamment aux débris d'usure d'accéder ou de rester dans la zone de contact. Généralement, la résistance à l'usure dépend de la capacité du système à maintenir ces conditions d'anaérobie ;
- La perte de lubrifiant conduit aux conditions d'aérobie (Fig. I.1(b)), et peut être due à plusieurs paramètres, comme l'évaporation, l'écoulement, les réactions chimiques ou l'absorption autour de particules d'usure.

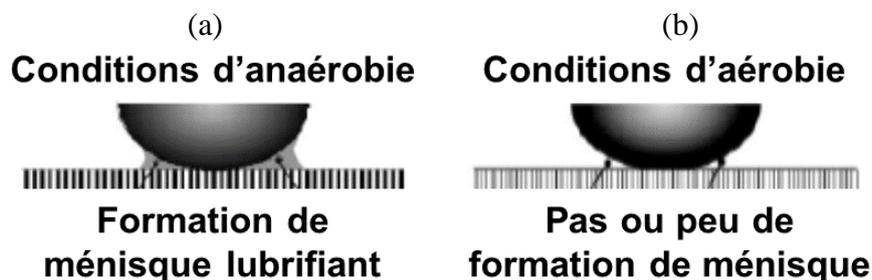


Fig. I.1 : Schémas des contacts dans le cas d'un lubrifiant de type huile ; (a) Dans les conditions d'anaérobie ; (b) Dans les conditions d'aérobie, selon Glossbrenner [233].

La principale propriété déterminant les conditions anaérobie et aérobie semble être la mouillabilité des surfaces. Plus la mouillabilité de l'huile sur les surfaces est importante, plus

il est facile de former un ménisque dans le contact, et donc plus le contact est protégé de l'usure notamment.

Le lubrifiant testé dans la suite de l'étude est l'huile A-1, c'est-à-dire l'huile de base silicone chlorée de la graisse A-2. Celle-ci est dopée avec 0,1% d'octoate de fer, connu pour être un stabilisant de fluides de type alkyle chlorophényle.

La tenue de l'huile a été testée dans des rhéostats stockés 4 h à 85°C et à température ambiante, positionnés de telle manière à ce que le contact soit vers le haut ; c'est la position supposée la plus favorable à l'écoulement de l'huile sous l'effet de la gravité, ce qui priverait le contact d'huile dans certaines parties du capteur (Fig. I.2(a)). Ces tests ont montré qu'après un stockage à haute température ou à température ambiante, le ménisque formé par l'huile autour du curseur est inchangé (Fig. I.2(b)). De plus, après avoir fait une légère rotation aller-retour, on observe que le ménisque est mobile et sa forme autour du curseur reste inchangée.

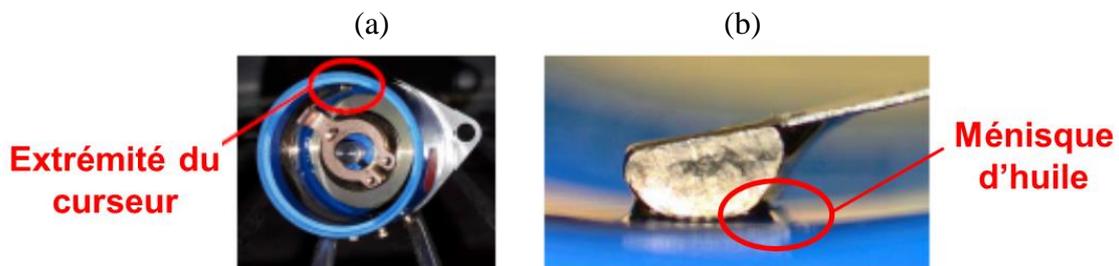


Fig. I.2 : Photographies du système pour le test de la tenue de l'huile ; (a) Positionnement du capteur dans l'étude, de telle façon à ce que le curseur soit en position « haute » ; (b) Ménisque formé par l'huile autour du curseur.

Des mesures de perte d'huile ont donc été réalisées, en plaçant les capteurs ouverts et retournés sur du papier buvard, 24 h à 85°C (Fig. I.3). Comme attendu, l'huile est sujette à l'écoulement hors des pistes (Tab. I.1). Cependant, il semble qu'après l'écoulement du surplus, la perte d'huile se stabilise. La durée totale du plus long test est de 72 h, au repos, c'est-à-dire sans mouvements de glissement. Il est possible que le comportement de l'huile dans un contact en mouvement et dans d'autres conditions soit différent.



Fig. I.3 : Photographie de la perte d'huile.

| Capteur | Quantité d'huile initiale (mg) | Perte d'huile à 85°C 24h (mg) | Perte d'huile à température ambiante (mg) | | | |
|---------|--------------------------------|-------------------------------|---|-----|-----|-----------|
| | | | 24h | 48h | 72h | Après 72h |
| 1 | 19 | 3 | / | / | / | 3 |
| 2 | 12 | 3 | / | / | / | 3 |
| 3 | 19 | / | 2 | 3 | 0 | 5 |
| 4 | 13 | / | 2 | 0 | 0 | 2 |

Tab. I.1 : Résultats du test de perte de masse.

Dans le cadre des tests de rhéostat dont la configuration est un frottement entre les pistes NiCr avec les curseurs AuCuPt, lubrifié à l'huile A-1, les images MEB des surfaces frottées montrent que l'huile permet d'éliminer la présence de particules d'usure dans le contact, en faveur d'une augmentation de collage d'AuCuPt sur le NiCr (Fig. I.4(b) & (d)). Elle semble également réduire considérablement la quantité de collage de Ni sur le curseur en AuCuPt massif, (Fig. I.4(a) & (c)). Les deux paramètres les plus critiques pour l'usure, c'est-à-dire la présence de collage de Ni sur le curseur (favorable à l'usure) et la présence de particules d'usure d'AuCuPt sur les pistes (favorable au bruit électrique), sont donc maîtrisés. Ces caractéristiques se retrouvent d'ailleurs sur les performances électriques des capteurs qui sont bien meilleures que celles des systèmes classiques NiCr – AgPdCu.

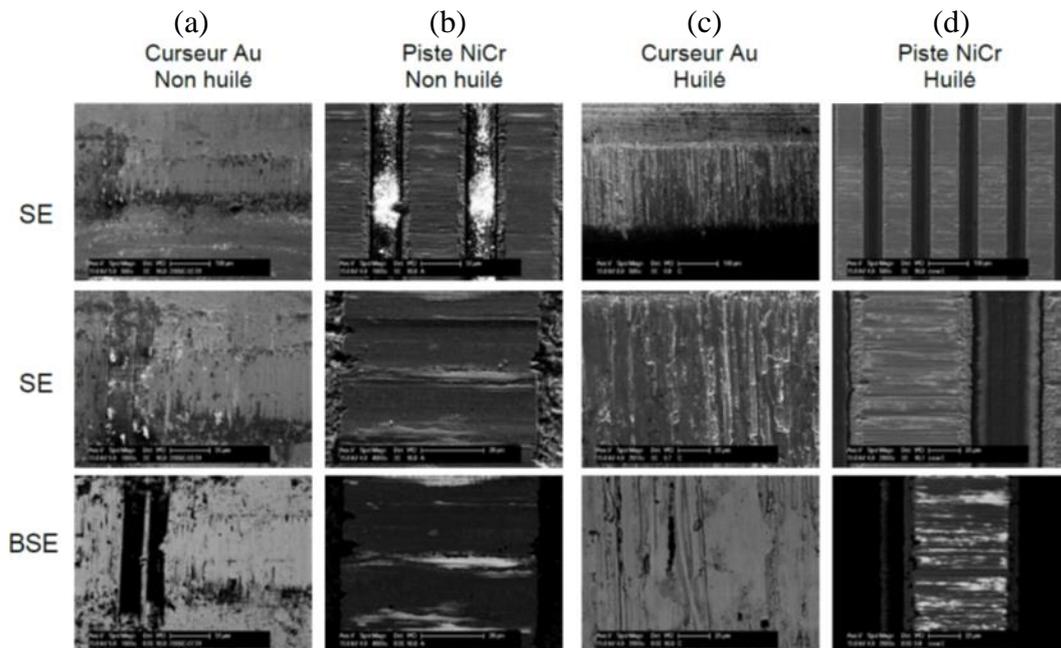


Fig. I.4 : Images MEB du système NiCr – AuCuPt ; (a) & (b) Dans le cas sec ; (c) & (d) Dans le cas lubrifié à l'huile A-1.

Annexe II : Adaptation de la loi électrique de résistivité générale à la géométrie en serpentín des rhéostats

La géométrie en serpentín des pistes NiCr dans les rhéostats (Fig. II.1) oblige à l'adaptation de la loi électrique générale suivante :

$$R_T = \rho \frac{L}{S} \quad (II.1)$$

Avec R_T la résistance totale, ρ la résistivité, L la longueur (celle de la piste en serpentín) et $S = e.l$ la section conductrice (avec e l'épaisseur du NiCr et l la largeur d'un serpentín).

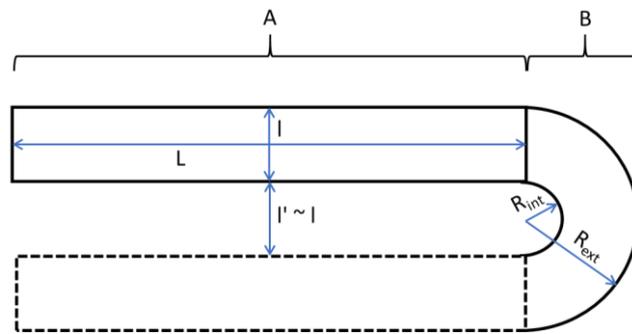


Fig. II.1 : Schéma d'une unité répétitive du serpentín de la piste NiCr dans les rhéostats ; avec L la longueur, l la largeur, l' la largeur entre deux serpentíns, R_{int} le rayon interne de la courbure et R_{ext} le rayon externe de la courbure. A est la partie sans courbure, et B est la partie courbée.

Dans les parties sans courbures (A)

$$R_A = \rho \frac{L}{e.l} \quad (II.2)$$

Dans les parties courbes (B)

Chaque tube de largeur dr (compris entre r et $r + dr$) a une résistance :

$$R_{\text{élément B}} = \rho \frac{\pi r}{e.dr} \quad (II.3)$$

Ces tubes sont en parallèle. Il faut donc sommer les conductances, inverses des résistances :

$$R_B = \int_{R_{int}}^{R_{ext}} \frac{e.dr}{\pi r \rho} = \frac{e}{\pi \rho} \cdot \ln \left(\frac{R_{ext}}{R_{int}} \right) \quad (II.4)$$

Dans le serpentín contenant N éléments de répétition (N(A+B)) (en réalité, pour N parties A, il y a N-1 parties B)

Pour N éléments de répétition en série :

$$R_T = N(R_A + R_B) \quad (II.5)$$

$$R_T = N \left(\rho \frac{L}{e \cdot l} + \pi \frac{\rho}{e} \cdot \frac{1}{\ln \left(\frac{R_{ext}}{R_{int}} \right)} \right) \quad (II.6)$$

$$R_T = N \frac{\rho}{e} \left(\frac{L}{l} + \frac{\pi}{\ln \left(\frac{R_{ext}}{R_{int}} \right)} \right) \quad (II.7)$$

Sachant que $R_{ext} = R_{int} + 1$ et, si $l' \sim 1$, $R_{int} \sim 1/2$ et $R_{ext}/R_{int} = 3$:

$$R_T \sim N \frac{\rho}{e} \left(\frac{L}{l} + \frac{\pi}{\ln(3)} \right) \sim N \frac{\rho}{e} \left(\frac{L}{l} + 2,86 \right) \quad (II.8)$$

Lors d'une usure de la piste NiCr provoquée par le contact dans le rhéostat

Lors d'une usure sur la piste NiCr, la perte de matière est concentrée dans les parties non courbes A (la partie courbe B reste inchangée). L'épaisseur $e(x)$ n'est plus constante :

$$R_A = \int_0^L \frac{\rho \cdot dx}{e(x) \cdot l} \quad (II.9)$$

$$R_B = \frac{\pi \rho}{e} \cdot \frac{1}{\ln \left(\frac{R_{ext}}{R_{int}} \right)} \quad (II.10)$$

$$R_T = N \left(\rho \frac{dx}{e(x) \cdot l} + \pi \frac{\rho}{e} \cdot \frac{1}{\ln \left(\frac{R_{ext}}{R_{int}} \right)} \right) \quad (II.11)$$

Annexe III : Résultats des tests de vieillissement sur les lubrifiants

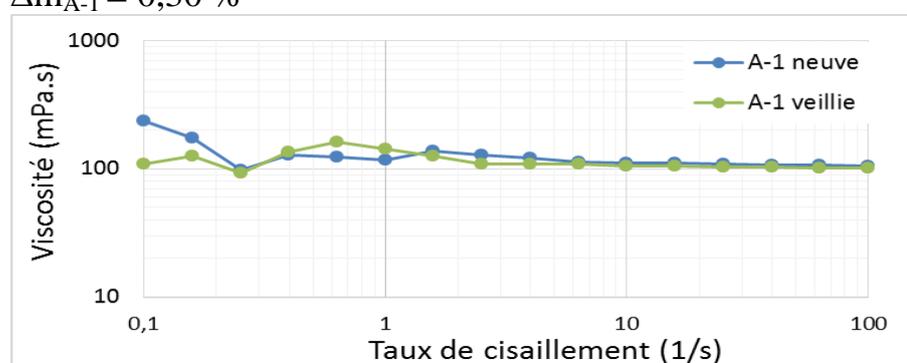
Les tableaux suivants décrivent les résultats obtenus pour différents lubrifiants, suite aux tests de vieillissement. Les différentes techniques de caractérisation démontrent la stabilité des lubrifiants, car aucune modification significative dans les propriétés mécaniques et physico-chimiques n'est observable (de Tab. III.1 à Tab. III.5). Ces résultats supposent qu'aucune décomposition de lubrifiant n'a lieu, dans le cadre d'un test simulant la durée de vie totale des capteurs en application aéronautique (environnement cockpit).

Huile A-1

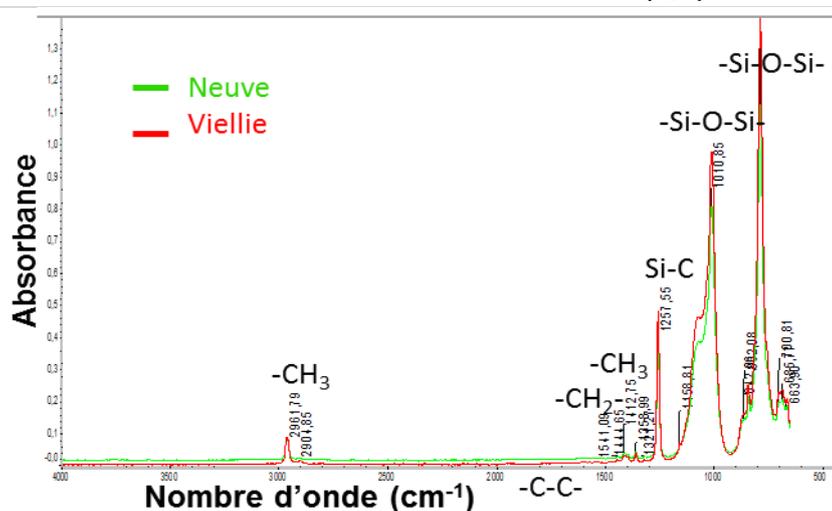
Perte de masse

$\Delta m_{A-1} = 0,30 \%$

Viscosité



Analyses IR



Analyses XPS

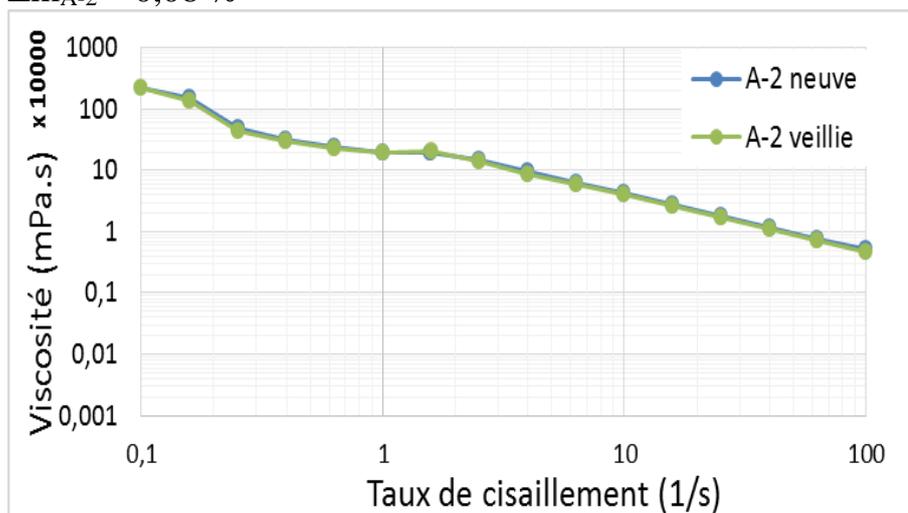
| Élément | Position pic | %at moyen | |
|---------|--------------|-----------|---------|
| | | Neuve | Vieille |
| C1s | 284 | 49,61 | 49,59 |
| Cl2p | 200,5 | 2,90 | 2,90 |
| F1s | 686 | 0,10 | 0,02 |
| Fe2p | 719 | 0,00 | 0,03 |
| O1s | 531,6 | 23,54 | 23,61 |
| Si2p | 101,5 | 23,85 | 23,84 |

Tab. III.1 : Caractérisations et résultats du test de vieillissement pour l'huile silicone chlorée (A-1).

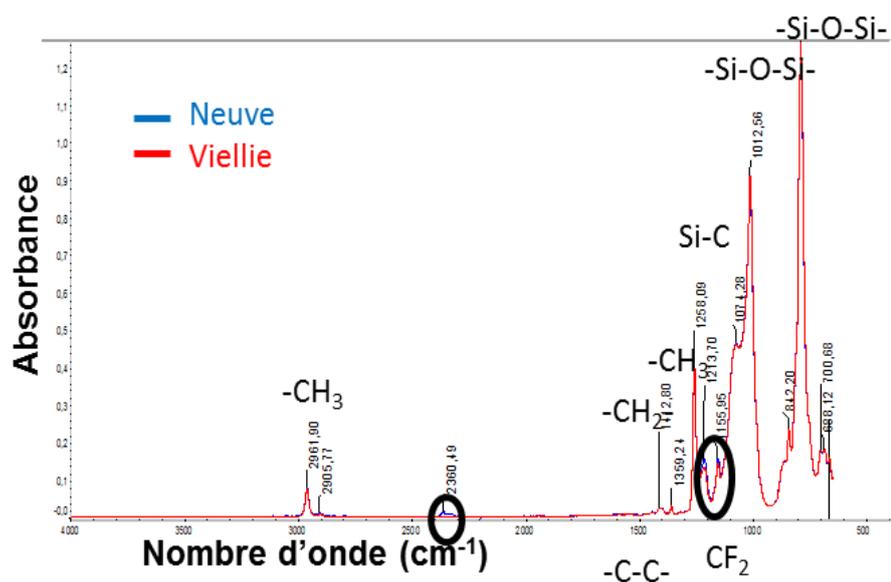
Graisse A-2

Perte de masse
Viscosité

$$\Delta m_{A-2} = 0,08 \%$$



Analyses IR



Analyses XPS

| Élément | Position pic | %at moyen | |
|---------|--------------|-----------|---------|
| | | Neuve | Vieille |
| C1s | 284 | 49,31 | 49,39 |
| Cl2p | 200,5 | 3,07 | 3,13 |
| F1s | 686 | 0,10 | 0,17 |
| O1s | 531,6 | 23,64 | 23,64 |
| Si2p | 101,5 | 23,87 | 23,69 |

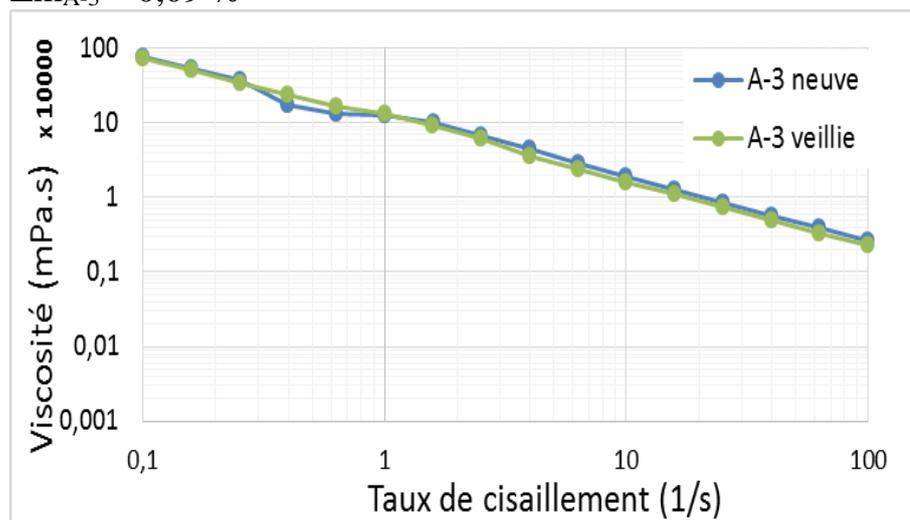
Tab. III.2 : Caractérisations et résultats du test de vieillissement pour la graisse silicone chlorée + PTFE (A-2).

Graisse A-3

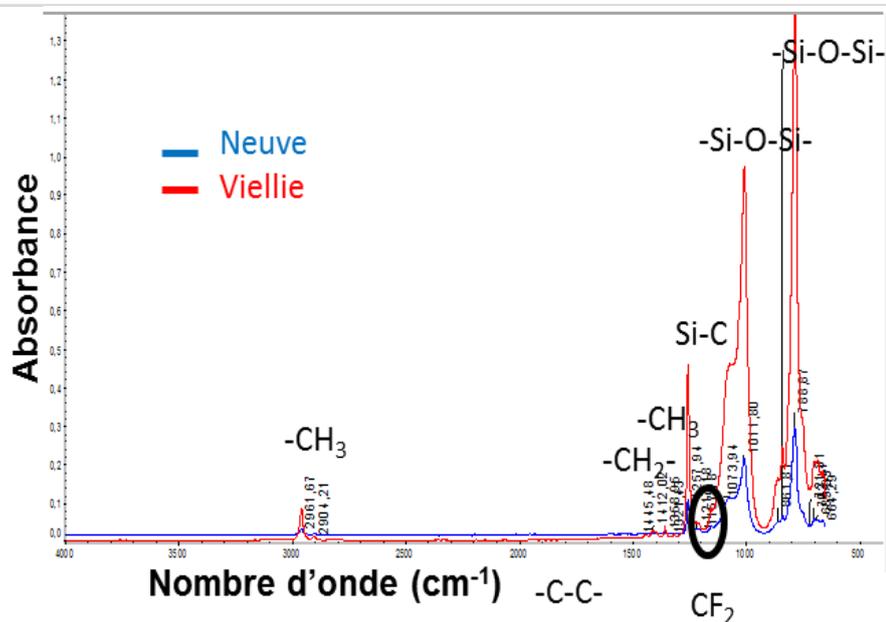
Perte de masse

$$\Delta m_{A-3} = 0,09 \%$$

Viscosité



Analyses IR



Analyses XPS

| Élément | Position pic | %at moyen | |
|---------|--------------|-----------|---------|
| | | Neuve | Vieille |
| C1s | 284 | 49,80 | 49,27 |
| Cl2p | 200,5 | 2,85 | 2,91 |
| F1s | 686 | 0,15 | 0,13 |
| O1s | 531,6 | 22,34 | 23,65 |
| Si2p | 101,5 | 24,87 | 24,04 |

Tab. III.3 : Caractérisations et résultats du test de vieillissement pour la graisse "soft" silicone chlorée + PTFE (A-3).

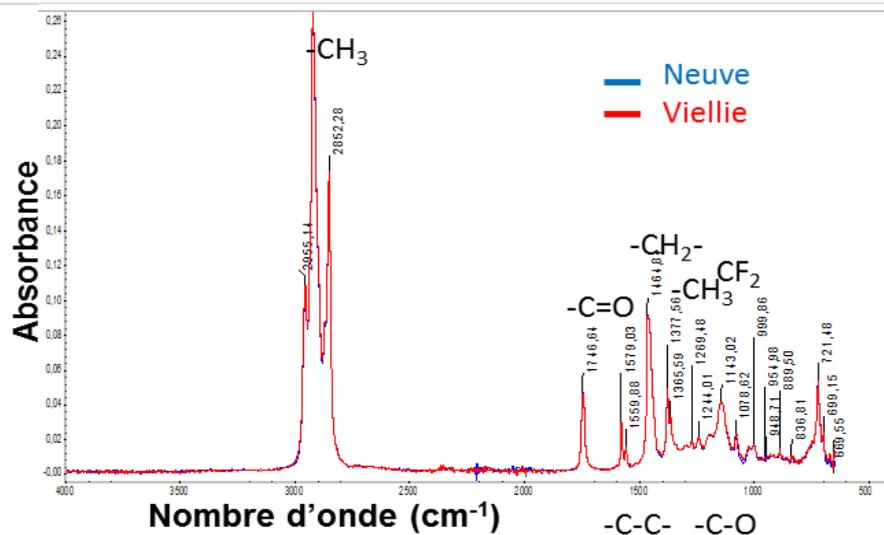
Graisse B

Perte de masse
Viscosité

$$\Delta m_B = 0,02 \%$$



Analyses IR



Analyses XPS

| Élément | Position pic | %at moyen | |
|---------|--------------|-----------|---------|
| | | Neuve | Vieille |
| C1s | 284 | 95,73 | 75,99 |
| Cl2p | 200,5 | 0,00 | 0,18 |
| F1s | 686 | 0,03 | 0,10 |
| O1s | 531,6 | 3,60 | 15,38 |
| Si2p | 101,5 | 0,64 | 8,35 |

Tab. III.4 : Caractérisations et résultats du test de vieillissement pour la graisse PAO + savon complexe lithium (B).

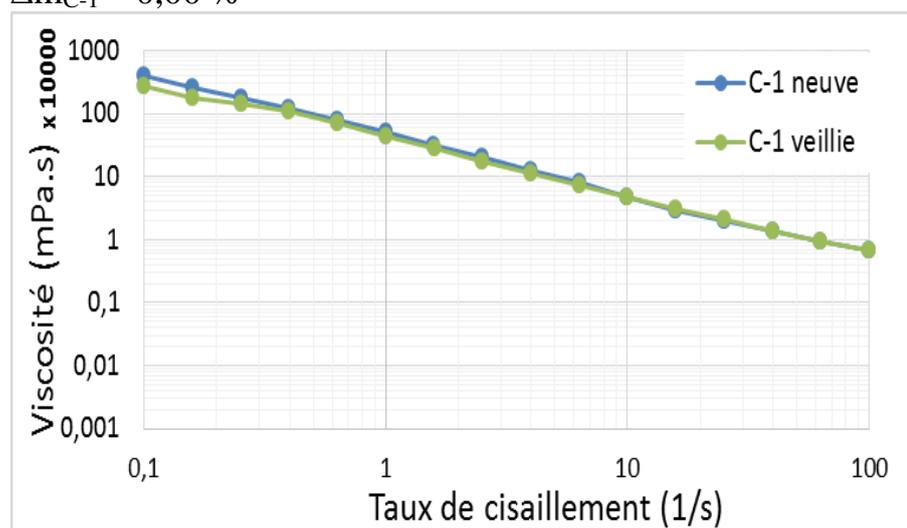
Dans le cas de la graisse B (Tab. III.4), une quantité d'élément Si a été observée sur les analyses XPS. La composition initiale de cette graisse ne contient pas de Si : une pollution de l'échantillon XPS a été suspectée, du fait de sa proximité spatiale dans l'enceinte d'analyse avec l'échantillon de la graisse silicone chlorée. Ce pic est donc considéré comme une erreur et n'a pas été pris en compte dans l'analyse globale. En revanche, si la quantité de Si n'est pas comptée dans les résultats XPS, le rapport C:O dans la graisse vieillie est de 9:1, ce qui est 3 fois supérieur la proportion à l'état initial. Il est donc possible que la graisse B (et en particulier l'huile PAO) ait subi une oxydation durant les tests de vieillissement.

Graisse C-1

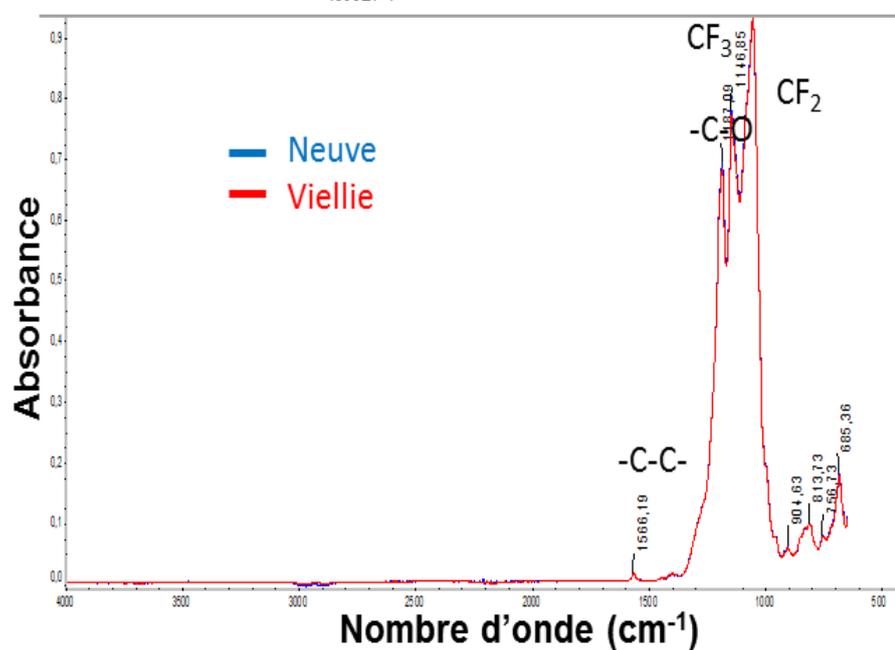
Perte de masse

 $\Delta m_{C-1} = 0,00 \%$

Viscosité



Analyses IR



Analyses XPS

| Élément | Position pic | %at moyen | |
|---------|--------------|-----------|---------|
| | | Neuve | Vieille |
| C1s | 292 | 24,83 | 24,77 |
| Cl2p | 197 | 0,00 | 0,00 |
| F1s | 687,7 | 58,85 | 58,90 |
| O1s | 534,5 | 16,32 | 16,29 |
| Si2p | 96 | 0,00 | 0,05 |

Tab. III.5 : Caractérisations et résultats du test de vieillissement pour la graisse PFPE + PTFE (C-1).

Annexe IV : Performances des techniques d'analyse de surface

Les performances des techniques d'analyse de surface utilisées durant ces travaux de thèses sont résumées dans le tableau suivant (Tab. IV.1) :

| Technique | Nature de la source | Nature de la détection | Limite de détection | Profondeur d'analyse | Résolution latérale | Type d'information |
|---------------------------|---------------------|------------------------|---------------------|----------------------------|---------------------|---|
| Microscope optique | Photons | Photons | / | / | 0,2 µm | Topographie Différence de phases |
| MEB | Électrons | Électrons | / | 10 nm (SE) 500 nm (BSE) | 5 nm | Topographie (SE) Contraste masse atomique (BSE) |
| MET | Électrons | Électrons | / | / | 0,1-5 nm | Observations haute résolution État microstructural |
| AFM | Pointe | Force | 0,1 nN 0,01 nm | / | 2 nm | Topographie Contraste propriétés mécaniques entre phases |
| EDX | Électrons | Photons X | 1%at | 1 µm | <1 µm | Composition élémentaire |
| XPS | Photons X | Électrons | 0,1-1%at | 1-10 nm | 10 µm | Composition élémentaire Liaisons chimiques de l'atome émetteur Cartographie |
| IR | Photons IR | Photons IR | 0,1-100 ppm | 1-100 µm | 5 µm- 1 mm | Liaisons moléculaires |

Tab. IV.1 : Tableau résumant les performances de différentes techniques d'analyse de surface.

Annexe V : Calcul du facteur de correction C des traces d'indentation (effet des bourrelets)

Pour évaluer l'effet de bourrelets dans les mesures d'indentation, il est indispensable de calculer le facteur C. Pour rappel :

$$C = \frac{A_{réelle}}{A_{Oliver-Pharr}} \quad (V.1)$$

La valeur de l'aire $A_{Oliver-Pharr}$ est obtenue lors des mesures d'indentation, et dépend des conditions d'indentation. En revanche, pour obtenir la valeur $A_{réelle}$, il est nécessaire d'évaluer la surface projetée réelle, visible sur les images MEB ; celle-ci est obtenue par traitement d'images (ici, avec le logiciel Gwyddion 2.47). La figure Fig. V.1 présente les images MEB originales (Fig. V.1(a)), les représentations des aires $A_{Oliver-Pharr}$ correspondantes (Fig. V.1(b)) dont les valeurs sont données lors des tests d'indentation, et l'estimation des aires $A_{réelle}$ correspondantes (Fig. V.1(c)) dont les valeurs sont données par le logiciel de traitement d'image. Les différentes valeurs obtenues sont données dans le tableau Tab. V.1.

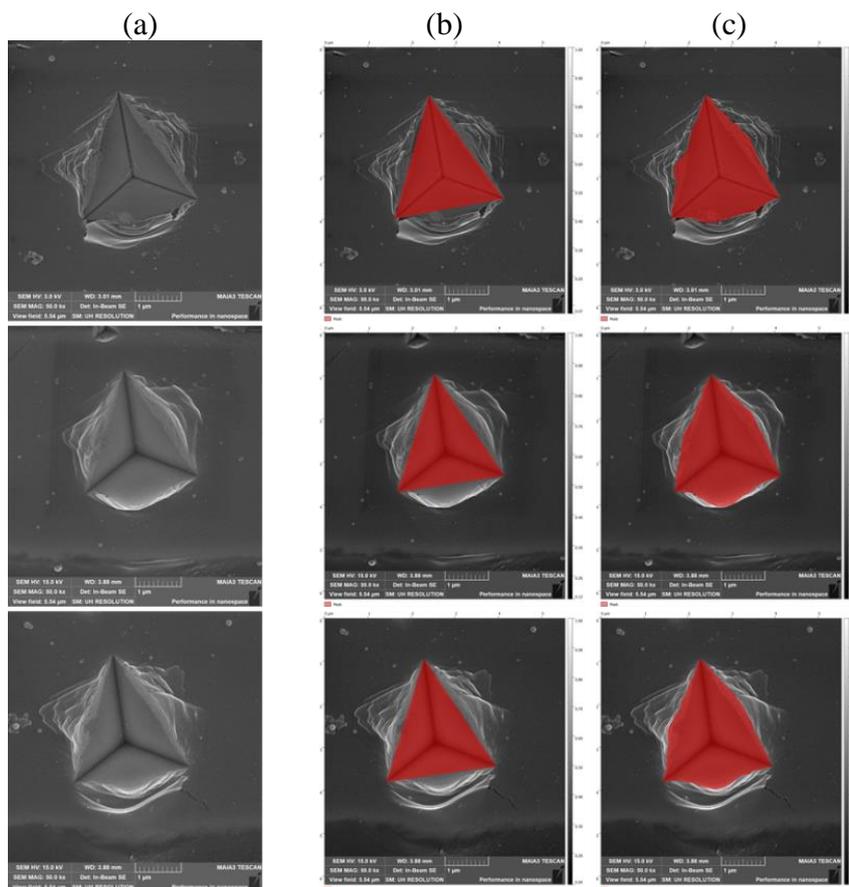


Fig. V.1 : Images MEB-SE des traces d'indentation sur la surface du NiCr ; (a) Images brutes ; (b) Aire de contact donnée par la méthode Oliver-Pharr ($A_{Oliver-Pharr}$) ; (c) Aire de contact réelle ($A_{réelle}$).

| Trace | Théorique | Réelle | C |
|----------------|--|--|-------------|
| 1 | 3,46 μm^2 | 4,38 μm^2 | 1,27 |
| 2 | 3,29 μm^2 | 4,49 μm^2 | 1,36 |
| 3 | 3,51 μm^2 | 4,47 μm^2 | 1,27 |
| Moyenne | 3,42 μm^2 | 4,45 μm^2 | 1,30 |

Tab. V.1 : Valeurs des aires mesurées pour les indentations sur la surface du NiCr.

Le calcul du facteur C se fait exactement par la même méthode pour les curseurs AgPdCu. La méthode et les valeurs sont présentées dans la figure Fig. V.2 et dans le tableau Tab. V.2.

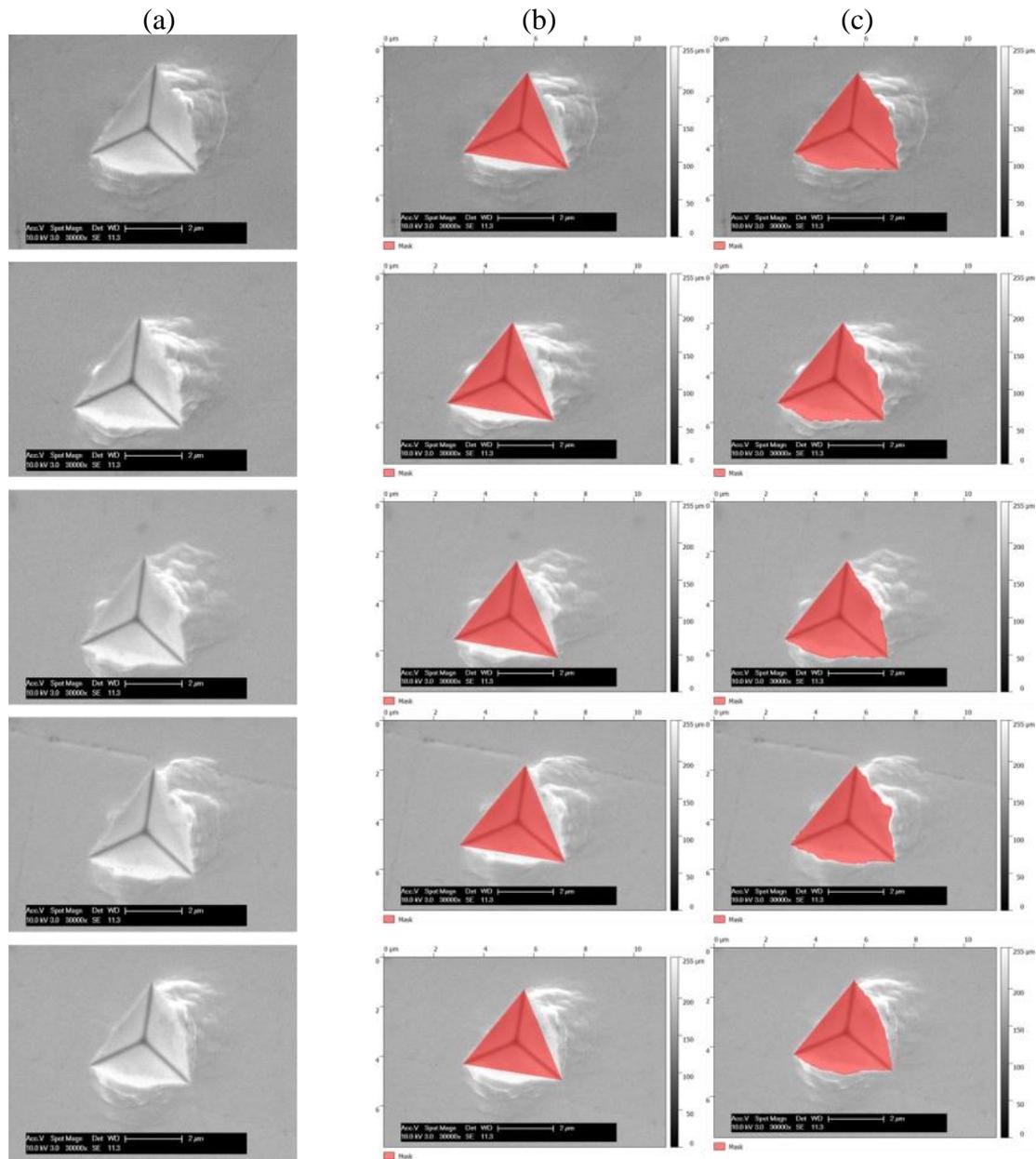


Fig. V.2 : Images MEB-SE des traces d'indentation sur la surface de l'AgPdCu ; (a) Images brutes ; (b) Aire de contact donnée par la méthode Oliver-Pharr ($A_{\text{oliver-pharr}}$) ; (c) Aire de contact réelle ($A_{\text{réelle}}$).

| Trace | Théorique | Réelle | C |
|----------------|----------------------|----------------------|----------|
| 1 | 7,77 μm^2 | 9,85 μm^2 | 1,27 |
| 2 | 7,93 μm^2 | 9,98 μm^2 | 1,26 |
| 3 | 7,50 μm^2 | 9,42 μm^2 | 1,26 |
| 4 | 7,75 μm^2 | 9,77 μm^2 | 1,26 |
| 5 | 6,78 μm^2 | 8,72 μm^2 | 1,29 |
| Moyenne | 7,55 μm^2 | 9,59 μm^2 | 1,27 |

Tab. V.2 : Valeurs des aires mesurées pour les indentations sur la surface de l'AgPdCu.

En tenant compte de ces différentes valeurs, les facteurs C obtenus sont :

- $C_{(\text{NiCr})}=1,30\pm 0,04$, pour le NiCr ;
- $C_{(\text{AgPdCu})}=1,27\pm 0,01$, pour l'AgPdCu.

Annexe VI : Analyse DRX de la poudre d'alumine utilisée dans la solution de tribofinition

Il est possible d'y observer dans un premier temps, une ligne de base qui ne semble pas plane. Son augmentation globale aux bas angles 2θ est attribuée à une entité non cristalline contenue dans la poudre, comme une alumine amorphe.

La poudre d'alumine utilisée dans la tribofinition est définie comme étant en majorité d'espèce corindon (Fig. VI.1), dans un état cristallographique hexagonal (groupe R-3c), et avec les paramètres de maille suivants : $a = 0,47660$ nm et $c = 1,30100$ nm. Le reste de la composition a été identifié comme étant de l'hydroxyde d'aluminium $\text{Al}(\text{OH})_3$, dans deux états cristallographiques différents : la première espèce est nommée Gibbsite, dans l'état monoclinique (groupe P21/c, $a = 0,86410$ nm, $b = 0,50700$ nm et $c = 0,97190$ nm) ; la deuxième espèce est nommée Bayérite, dans l'état hexagonal ($a = 0,50470$ nm et $c = 0,47300$ nm).

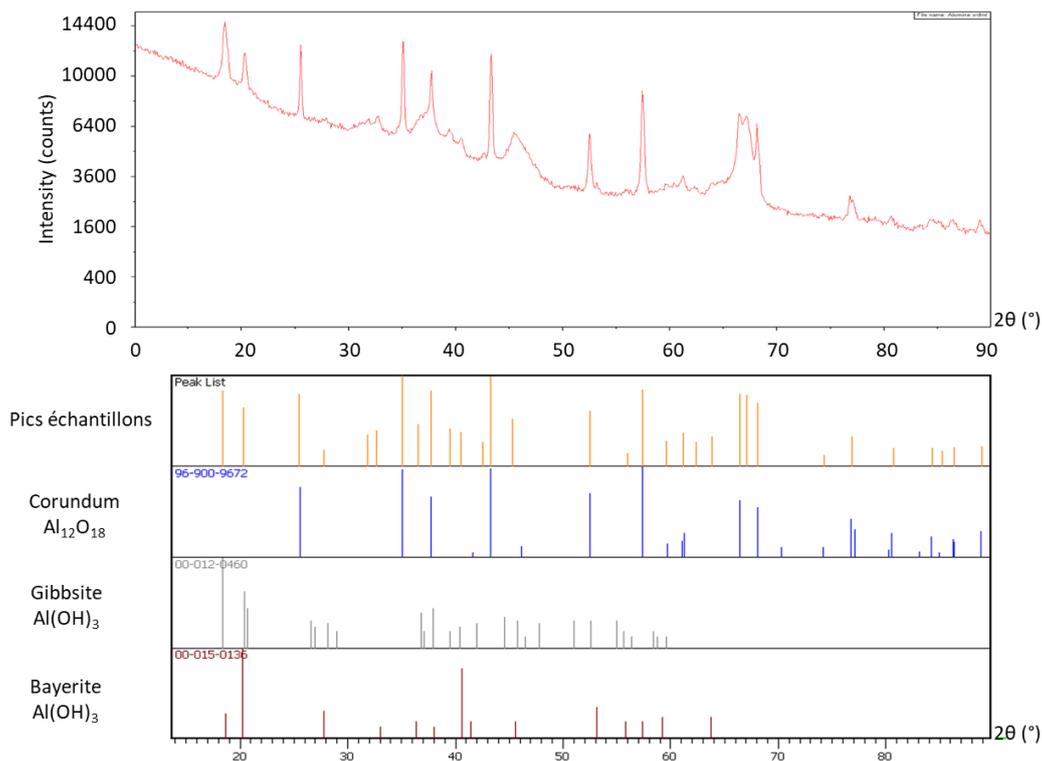


Fig. VI.1 : Analyses DRX de la poudre d'alumine utilisée dans la solution de tribofinition.

Annexe VII : Proposition d'amélioration du contact métal – polymère dans le potentiomètre

Afin de déterminer si les conditions de fonctionnement du potentiomètre peuvent influencer sur les caractéristiques du contact et notamment du tribofilm, plusieurs paramètres ont été testés : la solution de tribofinition, appliquée sur les pistes polymères et la modification de la géométrie de contact, avec le changement de curseurs AgPdCu 4 brins par des curseurs AgPdCu 10 fils. Les essais d'endurance sont relativement courts (< 1 million de cycles).

Application de la solution tribofinition

Des pistes polymères ont été soumises à la tribofinition mettant en œuvre des particules d'alumine dans un traitement au tonneau. Les caractérisations des surfaces après les essais d'endurance montrent que le tonnelage modifie l'aspect des films hors contact, mais aussi l'aspect des tribofilms (Fig. VII.1). Les mesures au rugosimètre indiquent que le traitement de tribofinition réduit les rugosités de surface des pistes polymères d'environ 30%, ce qui est confirmé par les observations des images MEB (Fig. VII.1(a) & (b)). La rugosité hors contact pour une piste polymère sans tribofinition est $R_a \approx 505$ nm, tandis que pour un film après tribofinition $R_a \approx 348$ nm. Cela impacte ensuite la formation du tribofilm et son aspect final : les mesures au rugosimètre indiquent que les pistes polymères tribofinies forment des tribofilms nettement moins épais (d'environ 210 nm d'épaisseur).

La nature du tribofilm reste néanmoins similaires dans les deux cas, et se présente sous forme de mélange de particules d'usure de la piste polymères et de la graisse A-2. Il est à noter qu'aucune augmentation en concentration d'Al n'est observée avant et après tribofinition ; comme attendu (et contrairement au cas du rhéostat), les particules d'alumine n'adhèrent pas aux surfaces. Elles sont éliminées lors de l'étape de lavage simple (nettoyage eau et éthanol) réalisé lorsque les pistes sont sorties des tonneaux. A priori, l'alumine ne joue cette fois qu'un rôle abrasif sur les rugosités des pistes polymères, et non plus un rôle protecteur contre l'usure.

Le changement d'aspect du tribofilm n'est donc dû qu'à la diminution de la rugosité des pistes. En effet, si le traitement de tribofinition a des effets similaires à la période de rodage, alors la quantité de particules d'usure conductrices disponibles à l'interface pour la formation du tribofilm se trouve diminuée. Cela pourrait donc expliquer les épaisseurs de tribofilm moins importantes, mesurées en rugosimétrie dans le cas des pistes tribofinies.

En revanche, les mesures électriques montrent qu'une piste tribofinie garantit une conduction électrique (Fig. VII.2). Les mesures de R_c ne montrent d'ailleurs qu'une diminution du bruit, que l'on pourrait attribuer à la diminution de rugosité causée par la tribofinition.

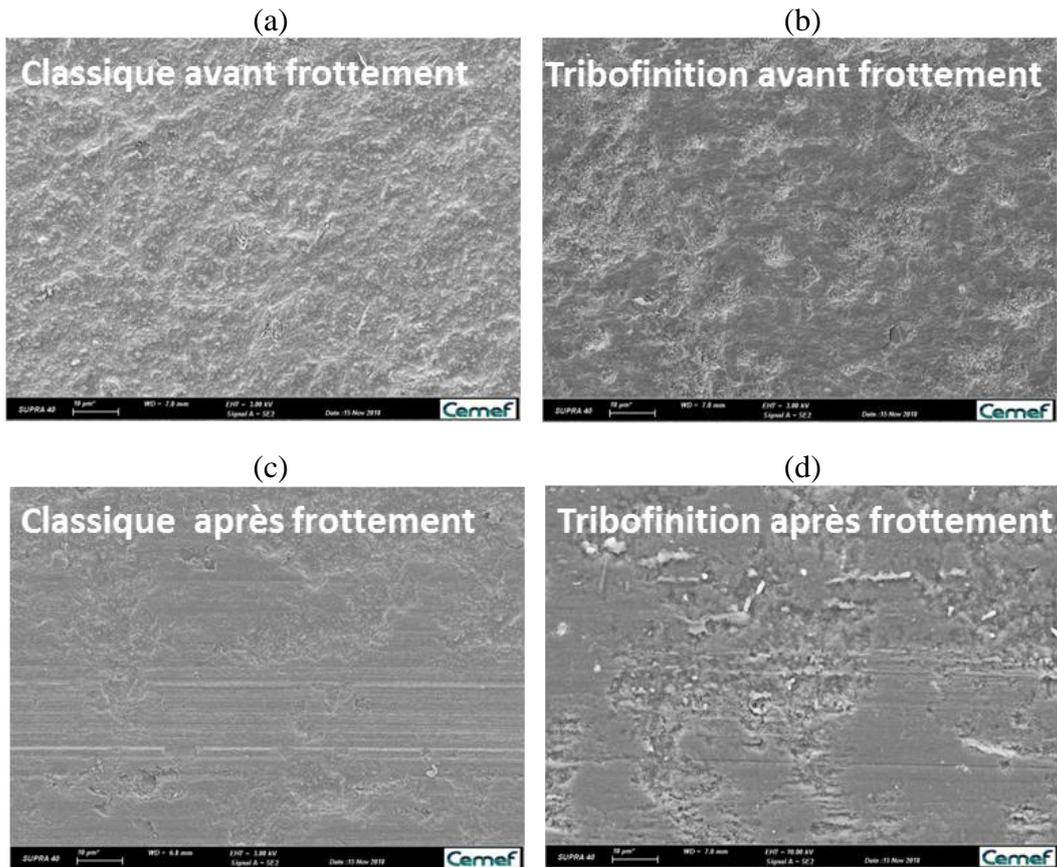


Fig. VII.1 : Images MEB-SE de la piste polymère. Les tribofilms formés sont peu visibles, notamment car les essais d'endurance sont relativement courts (< 1 million de cycles) ; (a) Avant traitement de tribofinition, dans une zone hors contact ; (b) Après tribofinition dans une zone hors contact ; (c) Sans tribofinition dans la zone de contact ; (d) Après tribofinition dans la zone de contact.

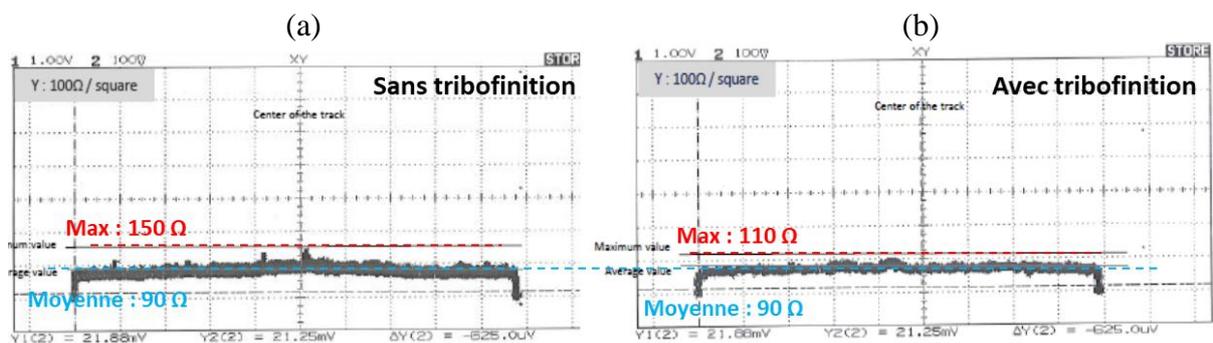


Fig. VII.2 : Mesure de la résistance de contact R_c dans le cas d'un contact lubrifié à la graisse A-2 ; (a) Avec une piste polymère non tribofiniée ; (b) Avec une piste polymère tribofiniée.

Un traitement de tribofinition appliqué sur les pistes n'est pas nécessairement plus efficace dans la conduction électrique, mais sa contribution à diminuer les rugosités de surfaces provoque certaines évolutions : le bruit électrique est diminué et aucune usure des pistes n'est observée, ce qui est certainement dû à la formation d'un tribofilm (même s'il est moins épais), et à l'augmentation de l'aire réelle de contact.

Changement de la géométrie du curseur

Le changement de curseur 4 brins en un curseur 10 fils a été testé, afin de multiplier les contacts redondants, ce qui limite la probabilité d'une coupure localisée du contact sous chaque brin du curseur. Le curseur 10 fils est fabriqué avec le même alliage AgPdCu que le curseur 4 brins. Comme pour ce dernier, le contact se fait sur l'extrémité de chacun des brins, et non sur leurs parties arrondies (Fig. VII.3).



Fig. VII.3 : Photographies des différents contacts de la piste polymère avec les curseurs en alliage AgPdCu ; (a) Curseur classique 4 brins ; (b) Curseur 10 fils.

Comme les différents capteurs précédents, il n'y a pas de perturbation de signal électrique pendant les tests. Mais le changement de la géométrie du curseur provoque une meilleure qualité de contact, grâce à leur multiplication. En effet, un meilleur comportement dans le test des résistances de contact est observé, avec une valeur maximale après tests de l'ordre de la valeur moyenne (Fig. VII.4), et le bruit électrique est nettement diminué. De plus, chaque contact est favorable à la préservation des surfaces, grâce à l'angle d'attaque plus petit.

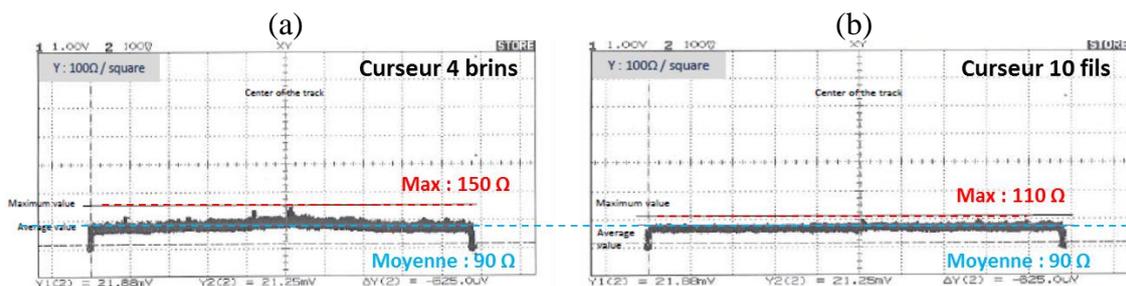


Fig. VII.4 : Mesure de la résistance de contact R_c dans le cas d'un contact lubrifié à la graisse A-2 ; (a) Après le test d'endurance pour un curseur AgPdCu 4 brins ; (b) Après test d'endurance pour un curseur AgPdCu 10 fils.

Dès les premiers mouvements de glissement, les contacts s'usent et atteignent des aires de contact idéales. Dans le cas du curseur 10 fils les contacts sont assimilés à des contacts ponctuels, tandis que ceux des curseurs 4 brins sont considérés comme linéaires, mais l'usure leur permet de rapidement les modifier en un contact plan-plan. En revanche, malgré l'usure, les contacts des curseurs 10 fils restent plus sévères que ceux du curseur 4 brins. En effet :

- Pour les curseurs 4 brins : $A_{\text{contact}}(4 \text{ brins}) = 4 \times 70 \mu\text{m}$ (largeur de la trace d'usure) $\times 380 \mu\text{m}$ (longueur du brin du curseur) $= 106\,400 \mu\text{m}^2$;
- Pour les curseurs 10 fils : $A_{\text{contact}}(10 \text{ fils}) = 10 \times 25^2 \mu\text{m}$ (rayon de la trace d'usure) $\times \pi = 19\,635 \mu\text{m}^2$.

Dans le cas du curseur 10 fils, l'usure sur le tribofilms formé à l'interface sera donc plus rapide. Ces différences de sollicitations mécaniques induisent une modification de l'aspect des tribofilms : il semble plus homogène dans sa répartition (Fig. VII.5). Les pressions de contacts élevées dans les premiers mouvements de glissement provoquent la formation de nombreuses particules d'usures dans le contact. En prenant en compte les zones de contacts plus restreintes dans le cas du curseur 10 fils, le tribofilm a donc tendance à recouvrir une plus grande partie de la piste polymère sous ces contacts, contrairement au cas des capteurs classiques qui présentent des zones de contact plus étendues. Il n'est pourtant pas plus épais : les analyses au rugosimètre montrent que l'épaisseur du tribofilm sous un fil du curseur est d'environ 300 nm, tandis que le tribofilm sous un brin du curseur 4 brins est d'environ 500 nm. Cette différence d'épaisseur peut provenir à la fois de la forme du contact et de l'angle d'attaque du curseur sur les films, mais également de la répartition des pressions de contact différentes entre un curseur 10 fils et un curseur 4 brins, la force d'appui restant similaire dans les deux versions du capteur. Les pressions de contacts plus élevées pour les curseurs 10 fils auront tendance à provoquer l'usure du tribofilm (épaisseurs moindres).

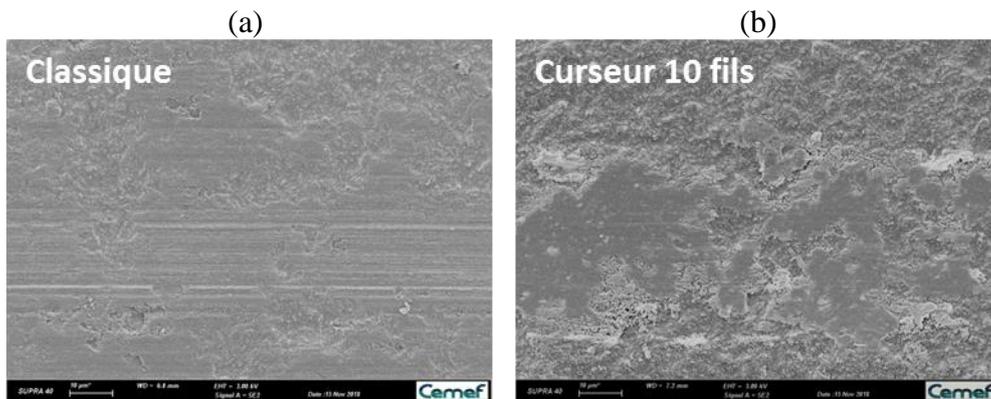


Fig. VII.5 : Images MEB-SE de la piste polymère après frottement. Les tribofilms formés sont peu visibles, notamment car les essais d'endurance sont relativement courts (< 1 million de cycles) ; (a) Système avec le curseur AgPdCu 4 brins classique ; (b) Système avec le curseur AgPdCu 10 fils.

L'utilisation des curseurs 10 fils améliore clairement la qualité du signal électrique, qui est beaucoup moins bruité de par la multiplication des contacts redondants. En revanche, ils induisent des pressions de contact localement plus élevées, qui peuvent questionner sur la durabilité du système dans la protection des pistes contre l'usure.

Bibliographie

- [1] H. Czichos, *Tribology, a system approach to the science and technology of friction, lubrication and wear*, Tribology. 1978.
- [2] M. J. Neale, *Tribology Handbook*, Butterworth-Heinemann. 1973.
- [3] *ASM Handbook, Vol.18: Friction, Lubrication and Wear Technology*, ASM Intern. 1992.
- [4] E. Rabinowicz, *Friction and Wear of materials*, Wiley. New York, 1995.
- [5] M. Cartier et P. Kapsa, “Usure des contacts mécaniques - Manifestations de l’usure,” *Tech. l’Ingénieur*, vol. BM5067, pp. 1–13, 2001.
- [6] N. Saka, M. J. Liou, et N. P. Suh, “The role of tribology in electrical contact phenomena,” *Wear*, vol. 100, pp. 77–105, 1984.
- [7] M. Antler, “Wear, friction and electrical noise phenomena in severe sliding systems,” *ASLE Trans*, vol. 5, no. 2, pp. 297–307, 1962.
- [8] M. D. Bryant, “Tribology issues in electrical contacts,” Report, Austin, Texas, 2005.
- [9] M. Cartier et P. Kapsa, “Usure des contacts mécaniques - Problématiques et définitions,” *Tech. l’Ingénieur*, vol. BM5065, pp. 1–10, 2001.
- [10] J. Laporte, S. Fouvry, O. Perrinet, et G. Blondy, “Influence of large periodic sliding sequences on the electrical endurance of contacts subjected to fretting wear,” *Proc. 59th IEEE Holm*, pp. 40–48, 2013.
- [11] R. Holm, *Electric Contacts, Theory and applications*, Springer. 1967.
- [12] M. Braunovic, V. V. Konchits, et N. K. Myshkin, *Electrical Contacts : Fundamentals, Applications and Technology*, CRC Press. Boca Raton, FL, USA, 2006.
- [13] M. El Mansori, D. Paulmier, J. Ginsztler, et M. Horvath, “Lubrication mechanisms of a sliding contact by simultaneous action of electric current and magnetic field,” *Wear*, vol. 225–229, pp. 1011–1016, 1999.
- [14] F. Pompanon, S. Fouvry, et O. Alquier, “Influence of humidity on the endurance of silver-plated electrical contacts subjected to fretting wear,” *Surf. Coat. Technol.*, vol. 354, pp. 246–256, 2018.
- [15] J.-C. Chen et R. W. Vook, “Characterization of Sliding Al-Cu Electrical Contacts,” *IEEE*, vol. CHMT-9, no. 1, pp. 17–22, 1986.
- [16] G. Zambelli et L. Vincent, *Matériaux et contacts, une approche tribologique*, Presses Po. 1998.
- [17] S. Fouvry, P. Kapsa, et L. Vincent, “Quantification of fretting damage,” *Wear*, vol. 200, pp. 186–205, 1996.
- [18] S. Heredia et S. Fouvry, “Introduction of a new sliding regime criterion to quantify partial, mixed and gross slip fretting regimes: Correlation with wear and cracking processes,” *Wear*, vol. 269, pp. 515–524, 2010.
- [19] P. L. Hurricks, “The mechanism of fretting - A review,” *Wear*, vol. 15, pp. 389–409, 1970.

-
- [20] D. Aldham et J. Warburton, "The unlubricated fretting wear of mild steel in air," *Wear*, vol. 106, pp. 177–201, 1985.
- [21] R. B. Waterhouse, "The role of adhesion and delamination in the fretting wear of metallic materials," *Wear*, vol. 45, pp. 355–364, 1977.
- [22] J. Laporte, "Etude et modélisation de l'endurance électrique de micro-contacts soumis à des sollicitations de fretting-usure : caractérisation de nouveaux dépôts base Argent," Thèse de Doctorat, Ecole centrale Lyon, 2016.
- [23] F. Pompanon, J. Laporte, S. Fouvry, et O. Alquier, "Normal force and displacement amplitude influences on silver-plated electrical contacts subjected to fretting wear: A basic frictionenergy –contact compliance formulation," *Wear*, vol. 426–427, pp. 652–661, 2019.
- [24] Y. Zhang, M. Qiu, L. Sun, Y. Chen, et B. Shangguan, "Tribo-electric behaviors of copper under dry sliding against Cu–Cr alloys," *Proc. World Tribol. Congr. III*, vol. 1, pp. 203–204, 2005.
- [25] A. Benfoughal, A. Bouchoucha, et Y. Mouadji, "Effect of electrical current on friction and wear behavior of copper against graphite for low sliding speeds," *UPB Sci. Bull.*, vol. 80, no. 3, pp. 117–130, 2018.
- [26] T. Ding, Y. Li, G. Xu, Y. Yang, et Q. He, "Friction and wear behaviors with electric current of carbon strip / copper contact wire for pantograph / catenary system," in *Asia-Pacific Engineering and Technology Conference*, 2017, pp. 1253–1257.
- [27] E. Holm, "Dependance of the conduction mechanism on polarity in stationary and sliding contacts when high-resistivity film is present in the contact," *IEEE Trans. Power Appar. Syst.*, vol. 84, no. 5, pp. 404–411, 1965.
- [28] S. J. Horowitz et I. A. Blech, "Electromigration in Al/Cu/Al films observed by transmission electron microscopy," *Mater. Sci. Eng.*, vol. 10, pp. 169–174, 1972.
- [29] S. J. Horowitz et I. A. Blech, "The incubation time for hole formation due to electromigration in Al and Al/Cu/Al thin films," *J. Electron. Mater.*, vol. 4, no. 6, pp. 1171–1180, 1975.
- [30] I. A. Blech, "Electromigration and crevice formation in thin metallic films," *Thin Solid Films*, vol. 13, pp. 117–129, 1972.
- [31] D. A. Golopentia et H. B. Huntington, "A study of electromigration of nickel in lead," *J. Phys. Chem. Solids*, vol. 39, pp. 975–984, 1978.
- [32] Y. H. Lin, Y. C. Hu, C. M. Tsai, C. R. Kao, et K. N. Tu, "In situ observation of the void formation-and-propagation mechanism in solder joints under current-stressing," *Acta Mater.*, vol. 53, pp. 2029–2035, 2005.
- [33] I. A. Blech et E. Kinsbron, "Electromigration in thin gold films on molybdenum surfaces," *Thin Solid Films*, vol. 25, pp. 327–334, 1975.
- [34] H. Yasunaga et A. Natori, "Electromigration on semiconductor surfaces," *Surf. Sci. Rep.*, vol. 15, pp. 205–280, 1992.
-

- [35] K. E. Pitney, *Ney contact manual, electrical contacts for low energy uses*. 1973.
- [36] L. Doublet, N. Ben Jemaa, S. Rivoirard, C. Bourda, E. Carvou, D. Sallais, D. Givord, et P. Ramoni, "New contact material for reduction of arc duration for DC application," *Eur. Phys. J.*, vol. 50, no. 12901, pp. 1–6, 2010.
- [37] S. Kubo et K. Kato, "Effect of arc discharge on wear rate of Cu-impregnated carbon strip in unlubricated sliding against Cu trolley under electric current," *Wear*, vol. 216, pp. 172–178, 1998.
- [38] M. M. Atalla, "Arcing of electrical contacts in telephone switching systems," *Bell Syst. Tech. J.*, pp. 203–220, 1955.
- [39] B. Bhushan, R. E. Davis, et M. Gordon, "Metallurgical re-examination of wear modes, I: Erosive, electrical arcing and fretting," *Thin Solid Films*, vol. 123, pp. 93–112, 1985.
- [40] K. Mano et T. Oguma, "The frequency characteristics of sliding precious metal contact noise," in *Proceedings of 5th International Research Symposium on Electrical Contact Phenomena*, 1990, pp. 297–300.
- [41] M. Taniguchi, T. Inoue, et K. Mano, "The Frequency Spectrum of Electrical Sliding Contact Noise and Its Waveform Model," *IEEE Trans. components, hybrids, Manuf. Technol.*, vol. CHMT-8, no. 3, pp. 366–371, 1985.
- [42] K. Tsuchiya et T. Tamai, "Fluctuation of contact resistance in sliding contact," *Wear*, vol. 16, pp. 337–349, 1970.
- [43] T. S. Eyre, "Wear characteristics of metals," *Tribol. Int.*, vol. 9, no. 5, pp. 203–212, 1976.
- [44] K. Hokkirigawa et K. Kato, "An experimental and theoretical investigation of ploughing, cutting and wedge formation during abrasive wear," *Tribol. Int.*, vol. 21, no. 1, pp. 51–57, 1988.
- [45] K. Kato, "Wear mode transitions," *Scr. Met.*, vol. 24, pp. 815–820, 1990.
- [46] R. C. D. Richardson, "The wear of metals by relatively soft abrasives," *Wear*, vol. 11, pp. 245–275, 1968.
- [47] M. M. Khrushov, "Principles of abrasive wear," *Wear*, vol. 28, pp. 69–88, 1974.
- [48] J. Larsen-Basse, "Influence of atmospheric humidity on abrasive wear - I. 3-body abrasion," *Wear*, vol. 31, pp. 373–379, 1975.
- [49] J. Larsen-Basse, "Influence of atmospheric humidity on abrasive wear - II. 2-body abrasion," *Wear*, vol. 32, pp. 9–14, 1975.
- [50] M. Ciftan et E. Saibel, "Rebinder effect and wear," *Wear*, vol. 56, pp. 69–80, 1979.
- [51] A. P. Mercer et I. M. Hutchings, "The influence of atmospheric humidity on the abrasive wear of metals," *Wear*, vol. 103, pp. 205–215, 1985.
- [52] T. F. J. Quinn, "Role of oxidation in the mild wear of steel," *Br. J. Appl. Phys.*, vol. 13, pp. 33–37, 1962.

-
- [53] T. F. J. Quinn, "Oxidational wear," *Wear*, vol. 18, pp. 413–419, 1971.
- [54] T. F. J. Quinn, J. L. Sullivan, et D. M. Rowson, "Origins and development of oxydational wear at low ambient temperatures," *Wear*, vol. 94, pp. 175–191, 1984.
- [55] F. H. Stott, "The role of oxidation in the wear of alloys," *Tribol. Int.*, vol. 31, pp. 61–71, 1998.
- [56] R. C. D. Richardson, "The maximum hardness of strained surfaces and the abrasive wear of metals and alloys," *Wear*, vol. 10, pp. 353–382, 1967.
- [57] R. Gras, "Traitements et revêtements de surface à usage tribologique," *Tech. l'Ingénieur*, vol. TRI2100, pp. 1–23, 2011.
- [58] K. H. Zum Gahr, *Microstructure and Wear of Materials*, Elsevier. 1987.
- [59] D. V. Keller, "Adhesion between solid metals," *Wear*, vol. 6, pp. 353–365, 1963.
- [60] M. Cocks, "Shearing of junctions between metal surfaces," *Wear*, vol. 9, pp. 320–328, 1966.
- [61] D. Landheer et J. H. Zaat, "The mechanism of metal transfer in sliding friction," *Wear*, vol. 27, pp. 129–145, 1974.
- [62] M. Cocks, "The formation of wedge of displaced metal between sliding metal surfaces," *Wear*, vol. 8, pp. 85–92, 1965.
- [63] D. Tabor, "Junction growth in metallic friction: the role of combined stresses and surface contamination," *Proc. R. Soc. Lond. A. Math. Phys. Sci.*, vol. 251, no. 1266, pp. 378–393, 1959.
- [64] M. E. Merchant, *Interdisciplinary approach to friction and wear; Friction and Adhesion*, NASA SP-18. 1968.
- [65] J. S. McFarlane et D. Tabor, "Adhesion of solids and effect of surface films," *Proc. R. Soc. Lond. A. Math. Phys. Sci.*, vol. 202, no. 1069, pp. 224–243, 1950.
- [66] O. L. Anderson, "The role of surface shear strains in the adhesion of metals. Part I," *Wear*, vol. 3, pp. 253–273, 1960.
- [67] M. E. Sikorski, "The adhesion of metals and factors that influence it," *Wear*, vol. 7, pp. 144–162, 1964.
- [68] J. A. Greenwood et J. B. P. Williamson, "Contact of nominally flat surfaces," *Proc. R. Soc. London.*, vol. A 295, pp. 300–319, 1966.
- [69] Y. J. Mergler, R. P. Schaake, et A. J. Huis in't Veld, "Material transfer of POM in sliding contact," *Wear*, vol. 256, pp. 294–301, 2004.
- [70] K. V. Shooter, "Frictional properties of plastics," *Proc. R. Soc. Lond. A. Math. Phys. Sci.*, vol. 212, no. 1111, pp. 488–491, 1952.
- [71] L. Boissonnet, B. Duffau, et P. Montmitonnet, "A wear particle-based model of friction in a polymer-metal high pressure contact," *Wear*, vol. 286, pp. 55–65, 2012.
-

- [72] S. Bahadur, "The development of transfer layers and their role in polymer tribology," *Wear*, vol. 245, pp. 92–99, 2000.
- [73] E.-L. Yang, J.-P. Hirvonen, et R. O. Toivanen, "Effect of temperature on the transfer film formation in sliding contact of PTFE with stainless steel," *Wear*, vol. 146, pp. 367–376, 1991.
- [74] K. Tanaka, Y. Uchiyama, et S. Toyooka, "The mechanism of wear of polytetrafluoroethylene," *Wear*, vol. 23, pp. 153–172, 1973.
- [75] E. Felder, "Usure des polymères - Étude expérimentale. Mécanique du contact," *Tech. l'Ingénieur*, vol. AM3135, pp. 1–19, 2005.
- [76] D. C. Evans et J. K. Lancaster, "The wear of polymers," in *Treatise on materials science and technology*, Vol. 13., D.Scott, Ed. New York: Academic Press, 1979, pp. 85–139.
- [77] M. K. Omar, A. G. Atkins, et J. K. Lancaster, "The role of crack resistance parameters in polymer wear," *J. Phys. D. Appl. Phys.*, vol. 19, pp. 177–195, 1986.
- [78] E. Felder, "Usure des polymères - Aspects thermiques et applications," *Tech. l'Ingénieur*, vol. AM3136, pp. 1–13, 2005.
- [79] G. V. Vinogradov, "Friction, wear and lubrication of plastics," *Wear*, vol. 5, pp. 467–477, 1962.
- [80] S. N. Postnikov, *Electrophysical and electrochemical phenomena in friction cutting, and lubrication*, Van Nostra. 1978.
- [81] P. Y. Butyagin, A. M. Dubinskaya, et V. A. Radstig, "Electron spin resonance spectra, conformation, and chemical properties of free radicals in solid polymers," *Russ. Chem. Rev.*, vol. 38, no. 4, pp. 290–305, 1969.
- [82] V. R. Regel, A. M. Leksovskii, A. I. Slutsker, et V. P. Tamuzh, "Polymer breakdown and fatigue," *Polym. Mech.*, vol. 8, no. 4, pp. 516–527, 1972.
- [83] L. Lavielle, "Electric field effect on the friction of a polyethylene-terpolymer film on a steel substrate," *Wear*, vol. 176, pp. 89–93, 1994.
- [84] P. L. Hurricks, "The effect of applied voltage on the frictional behaviour of carbon black filled elastomers," *Wear*, vol. 52, pp. 365–380, 1979.
- [85] T. G. Nieh et J. Wadsworth, "Hall-Petch relation in nanocrystalline solids," *Scr. Metall. Mater.*, vol. 25, pp. 955–958, 1991.
- [86] S. O. Gashti, A. Fattah-aldhosseini, Y. Mazaheri, et M. K. Keshavarz, "Effect of grain size and dislocation density on strain hardening behavior of ultrafine grained aa1050 processed by accumulative roll bonding," *J. Alloys Compd.*, vol. 658, pp. 854–861, 2016.
- [87] B. Yao, Z. Han, et K. Lu, "Correlation between wear resistance and subsurface recrystallization structure in copper," *Wear*, vol. 294–295, pp. 438–445, 2012.
- [88] Y. Estrin et A. Vinogradov, "Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science," *Acta Mater.*, vol. 61, pp. 782–817, 2013.

-
- [89] V. M. Segal, "Materials processing by simple shear," *Mater. Sci. Eng.*, vol. A197, pp. 157–164, 1995.
- [90] M. R. Jandaghi, H. Pouraliakbar, M. K. G. Shiran, G. Khalaj, et M. Shirazi, "On the effect of non-isothermal annealing and multi-directional forging on the microstructural evolutions and correlated mechanical and electrical characteristics of hot-deformed Al-Mg alloy," *Mater. Sci. Eng.*, vol. A 657, pp. 431–440, 2016.
- [91] S. Descartes, C. Desrayaud, et E. F. Rauch, "Inhomogeneous microstructural evolution of pure iron during high-pressure torsion," *Mater. Sci. Eng.*, vol. A528, pp. 3666–3675, 2011.
- [92] Z. Yanushkevich, A. Belyakov, R. Keibyshev, C. Haase, et D. A. Molodov, "Effect of cold rolling on recrystallization and tensile behavior of a high-Mn steel," *Mater. Charact.*, vol. 112, pp. 180–187, 2016.
- [93] Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji, et T. Sakai, "Novel ultra-high straining process for bulk materials-development of the accumulative roll-bonding (ARB) process," *Acta Mater.*, vol. 47, no. 2, pp. 579–583, 1999.
- [94] D. Tumbajoy Spinel, "Caractérisation du comportement mécanique de surfaces hyper-déformées par des phénomènes de contact," Ecole des Mines de Saint-Etienne, 2016.
- [95] E. Felder, "Glossaire de tribologie," *Tech. l'Ingénieur*, vol. TRI110, pp. 1–16, 2016.
- [96] J. Marteau et S. Bouvier, "Characterization of the microstructure evolution and subsurface hardness of graded stainless steel produced by different mechanical or thermochemical surface treatments," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 296, pp. 136–148, 2016.
- [97] E. Frutos, M. Multigner, et J. L. Gonzalez-Carrasco, "Novel approaches to determining residual stresses by ultramicroindentation techniques: Application to sandblasted austenitic stainless steel," *Acta Mater.*, vol. 58, pp. 4191–4198, 2010.
- [98] W. P. Tong, Z. Han, L. M. Wang, J. Lu, et K. Lu, "Low-temperature nitriding of 38CrMoAl steel with a nanostructured surface layer induced by surface mechanical attrition treatment," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 202, pp. 4957–4963, 2008.
- [99] S. Q. Deng, A. Godfrey, W. Liu, et N. Hansen, "A gradient nanostructure generated in pure copper by platen friction sliding deformation," *Scr. Mater.*, vol. 117, pp. 41–45, 2016.
- [100] M. Godet, "The third-body approach : a mechanical view of wear," *Wear*, vol. 100, pp. 437–452, 1984.
- [101] Y. Berthier, "Experimental evidence for friction and wear modelling," *Wear*, vol. 139, pp. 77–92, 1990.
- [102] N. Fillot, I. Iordanoff, et Y. Berthier, "Wear modeling and the third body concept," *Wear*, vol. 262, pp. 949–957, 2007.
- [103] K. C. Ludema, "Third bodies in wear models," *Tribol. Ser.*, vol. 21, pp. 155–160, 1992.
- [104] K. C. Ludema, "Mechanism-based modeling of friction and wear," *Wear*, vol. 200, pp. 1–7, 1996.
-

- [105] J. J. Kalker, "Modification of the two-body contact conditions to account for the third body," *Tribol. Ser.*, vol. 21, pp. 183–189, 1992.
- [106] I. L. Singer, "How third body processes affect friction and wear," *MRS Bull.*, vol. 23, no. 6, pp. 37–40, 1998.
- [107] S. Stupkiewicz et Z. Mróz, "A model of third body abrasive friction and wear in hot metal forming," *Wear*, vol. 231, pp. 124–138, 1999.
- [108] M. Nouari et I. Jordanoff, "Effect of the third-body particles on the tool-chip contact and tool-wear behaviour during dry cutting of aeronautical titanium alloy," *Wear*, vol. 40, pp. 1351–1359, 2007.
- [109] J. Denape, Y. Berthier, et 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*, 2001, pp. 393–411.
- [110] R. I. Trezona, D. N. Allsopp, et I. M. Hutchings, "Transitions between two-body and three-body abrasive wear: influence of test conditions in the microscale abrasive wear test," *Wear*, vol. 225–229, pp. 205–2014, 1999.
- [111] R. I. Trezona et I. M. Hutchings, "Three-body abrasive wear testing of soft materials," *Wear*, vol. 233–235, pp. 209–221, 1999.
- [112] K. Adachi et I. M. Hutchings, "Wear-mode mapping for the micro-scale abrasion test," *Wear*, vol. 255, pp. 23–29, 2003.
- [113] M. Antler, "Processes of metal transfer and wear," *Wear*, vol. 7, pp. 181–203, 1964.
- [114] S. Descartes, C. Godeau, et Y. Berthier, "Friction and lifetime of a contact lubricated by a solid third body formed from a MoS₂ coating at low temperature," *Wear*, vol. 330–331, pp. 478–489, 2015.
- [115] A. Marcellan, O. Bondil, C. Boué, et A. Chateauminis, "Third body effect in the wear of polyamide: Micro-mechanisms and wear particles analysis," *Wear*, vol. 266, pp. 1013–1020, 2009.
- [116] M. Patel et P. B. Aswath, "Structure and chemistry of crankcase and cylinder soot and tribofilms on piston rings from a Mack T-12 dynamometer engine test," *Tribol. Int.*, vol. 77, pp. 111–121, 2014.
- [117] I. Popov, A. Moshkovich, S. R. Cohen, V. Perfilyev, A. Vakahy, et L. Rapoport, "Microstructure and nanohardness of Ag and Ni under friction in boundary lubrication," *Wear*, vol. 404–405, pp. 62–70, 2018.
- [118] N. Diomidis et S. Mischler, "Third body effects on friction and wear during fretting of steel contacts," *Tribol. Int.*, vol. 44, pp. 1452–1460, 2011.
- [119] S. Descartes, C. Desrayaud, et E. Niccolini, "Presence and role of the third body in a wheel-rail contact," *Wear*, vol. 258, pp. 1081–1090, 2005.
- [120] Y. Berthier, S. Descartes, M. Busquet, E. Niccolini, C. Desrayaud, L. Baillet, et M. C. Baietto-Dubourg, "The role et effects of the third body in the wheel-rail interaction," *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, vol. 27, no. 5, pp. 423–436, 2004.

-
- [121] Y. Sun, Y. Berthier, B. Fantino, et M. Godet, "A quantitative investigation of displacement accommodation in third-body contact," *Wear*, vol. 165, pp. 123–131, 1993.
- [122] M. Flannery, E. Jones, et C. Birkinshaw, "Compliant layer knee bearings. Part II: Preliminary wear assessment," *Wear*, vol. 269, pp. 331–338, 2010.
- [123] S. Odi-Owei et D. J. Schipper, "Tribological behaviour of unfilled and composite polyoxymethylene," *Wear*, vol. 148, pp. 363–376, 1991.
- [124] S. E. Franklin, "Wear experiments with selected engineering polymers and polymer composites under dry reciprocating conditions," *Wear*, vol. 251, pp. 1591–1598, 2001.
- [125] P. Guay, "Principes de base de la lubrification," *Tech. l'Ingénieur*, vol. TRI1500, pp. 1–19, 2014.
- [126] N. Letalleur, "Influence de la géométrie des aspérités dans un contact hydrodynamique lubrifié ultra mince. Effets locaux et comportement moyen," Thèse de Doctorat, INSA de Lyon, 2000.
- [127] J. Bech, N. Bay, et M. Eriksen, "Entrapment and escape of liquid lubricant in metal forming," *Wear*, vol. 232, pp. 134–139, 1999.
- [128] R. W. Wilson, "The contact resistance and mechanical properties of surface films on metals," *Proc. Phys. Soc.*, vol. 68 B, pp. 625–641, 1955.
- [129] N. Saka, H. Tian, et N. P. Suh, "Boundary Lubrication of Undulated Metal Surfaces at Elevated Temperatures," *Tribol. Trans.*, vol. 32, no. 3, pp. 389–395, 1989.
- [130] R. Silverstein et L. R. Rudnick, "Section VI Applications - Additives for grease applications," in *Lubricant additives - Chemistry and applications*, CRC Press., Scottsdale, Arizona, 2003, pp. 513–540.
- [131] D. Gordfrey, *Interdisciplinary approach to friction and wear; Boundary lubrication*, NASA SP-18. 1968.
- [132] H. Tian, N. Saka, et N. P. Suh, "Boundary Lubrication Studies on Undulated Titanium Surfaces," *Tribol. Trans.*, vol. 32, no. 3, pp. 289–296, 1988.
- [133] J. Larsen-Basse, L. Ives, et S. M. Hsu, "Boundary lubricated friction experiments with coarse surface texture," *Proc. World Tribol. Congr. III*, vol. 2, pp. 337–338, 2005.
- [134] S. Palios, P. M. Cann, et H. A. Spikes, "Behaviour of PTFE suspensions in rolling/sliding contacts," *Tribol. Ser.*, vol. 31, pp. 141–152, 1996.
- [135] R. P. Beatty, "Process for forming a dispersion of polytetrafluoroethylene," US Patent EP1007584 A1, 2000.
- [136] M. Antler, "The lubrication of gold," *Wear*, vol. 6, pp. 44–65, 1963.
- [137] T. Cousseau, "Film thickness and friction in grease lubricated contacts : Application to rolling bearing torque loss," Doctoral Thesis, University of Porto, 2013.
- [138] T. Cousseau, M. Björling, B. Graça, A. Campos, J. Seabra, et R. Larsson, "Film thickness in a ball-on-disc contact lubricated with greases, bleed oils and base oils," *Tribol. Int.*, vol. 53, pp. 53–60, 2012.
-

- [139] I. Couronné-Darrak, “Etude expérimentale du comportement de graisses lubrifiantes pour roulements à billes,” Thèse de Doctorat, INSA de Lyon, 2000.
- [140] I. Couronné, P. Vergne, D. Mazuyer, N. Truong-Dinh, et D. Girodin, “Nature and Properties of the Lubricating Phase in Grease Lubricated Contact,” *Tribol. Trans.*, vol. 46, no. 1, pp. 37–43, 2003.
- [141] I. Couronné, P. Vergne, D. Mazuyer, N. Truong-Dinh, et D. Girodin, “Effects of Grease Composition and Structure on Film Thickness in Rolling Contact Effects,” *Tribol. Transactions*, vol. 46, no. 1, pp. 31–36, 2003.
- [142] N. De Laurentis, A. Kadiric, P. Lugt, et P. Cann, “The influence of bearing grease composition on friction in rolling/sliding concentrated contacts,” *Tribol. Int.*, vol. 94, pp. 624–632, 2016.
- [143] E. G. Rochow, “Methyl aryl silicones and insulated conductors and other products utilizing the same,” US Patent 2,258,222, 1941.
- [144] Gelest Inc., “Silicone fluids: stable, inert media,” Manufacturer’s document, Morrisville, USA, 2012.
- [145] J. H. MacMillan, “Formulating silicone adhesives gels and sealants,” UCT Inc. report, Bristol, USA.
- [146] D. Tabor et R. F. Willis, “Thin film lubrication with substituted silicones: the role of physical and chemical factors,” *Wear*, vol. 11, pp. 145–162, 1968.
- [147] D. Tabor et R. F. Willis, “The formation of silicone polymer films on metal surfaces at high temperatures and their boundary lubricating properties,” *Wear*, vol. 13, pp. 413–442, 1969.
- [148] A. E. Jemmett, “Chemical behaviour of siloxanes at metal interfaces,” *Tribology*, vol. 1, no. 3, pp. 173–177, 1968.
- [149] F. A. Buehler, “Stabilization of silicone fluids,” US Patent 3,352,781, 1967.
- [150] L. Weng, H. Wang, D. Feng, W. Liu, et Q. Xue, “Tribological behavior of the synthetic chlorine- and fluorine-containing silicon oil as aerospace lubricant,” *Ind. Lubr. Tribol.*, vol. 60, no. 5, pp. 216–221, 2008.
- [151] R. I. Kobzova, E. M. Nikonorov, T. K. Ostrovskaya, et K. I. Klimov, “New high-temperature greases based on perfluoropolyethers and their operating capabilities in rolling-contact and sliding bearings,” *Chem. Technol. Fuels Oils*, vol. 13, no. 8, pp. 566–568, 1977.
- [152] Z. Zhao et B. Bhushan, “Tribological performance of PFPE and X-1P lubricants at head-disk interface. Part I. Experimental results,” *Tribol. Lett.*, vol. 6, pp. 129–139, 1999.
- [153] S. Q. A. Rizvi, “Section I Deposit control additives: Oxidation inhibitors - Dispersants,” in *Lubricant additives - Chemistry and applications*, CRC Press., Scottsdale, Arizona, 2003, pp. 137–170.
- [154] M. K. Dubey, J. Bijwe, et S. S. V. Ramakumar, “Effect of dispersant on nano-PTFE

- based lubricants on tribo-performance in fretting wear mode,” *R. Soc. Chem.*, vol. 6, pp. 22604–22614, 2016.
- [155] H. Matsuda, M. Nishira, Y. Kiyono, et O. Takano, “Effect of surfactant addition on the suspension of PTFE particles in electroless plating solutions,” *Trans IMF*, vol. 73, no. 1, pp. 16–18, 1995.
- [156] W. A. Zisman, *Historical review lubricants and lubrication, synthetic lubricants*, Reinhold. New York, 1962.
- [157] D. Klamann, *Lubricants and related products*. Verlag Chemie, Weinheim, 1984.
- [158] P. Eriksson, V. Wikstrom, et R. Larsson, “Grease passing through an elastohydrodynamic contact under pure rolling conditions,” *Proc. Inst. Mech. Eng.*, vol. 214, pp. 309–316, 2000.
- [159] S. Vinayak, H. P. Vyas, et V. D. Vankar, “Microstructure and electrical characteristics of Ni-Cr thin films,” *Thin Solid Films*, vol. 515, pp. 7109–7116, 2007.
- [160] J. I. Goldstein, D. E. Newbury, J. R. Michael, N. W. M. Ritchie, J. H. J. Scott, D. C. Joy, *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*. Kluwer Academic / Plenum Publishers, 2003.
- [161] C. Matta, “Lubrification des couches minces de carbon adamantin non hydrogéné : Supraglissement avec les alcools,” Thèse de Doctorat, École Centrale de Lyon, 2008.
- [162] P. Njiwa, “Comparaison du comportement tribologique des molécules de thiophosphates et de phosphates de zinc en tant qu’additifs anti-usure,” Thèse de Doctorat, École Centrale de Lyon, 2011.
- [163] H. Bückle, “La microdureté et ses applications métallurgiques,” *Rev. Métallurgie*, vol. 12, pp. 957–965, 1951.
- [164] S. Zhang et N. Ali, *Nanocomposite Thin films and coatings, Processing, Properties and Performance*, Imperial C. 2007.
- [165] W. C. Oliver et G. M. Pharr, “An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments,” *J. Mater. Res.*, vol. 7, no. 6, pp. 1564–1583, 1992.
- [166] J. E. Jakes, C. R. Frihart, J. F. Beecher, R. J. Moon, P. J. Resto, Z. H. Melgarejo, O. M. Suárez, H. Baumgart, A. A. Elmustafa, et D. S. Stone, “Nanoindentation near the edge,” *J. Mater. Res.*, vol. 24, no. 3, pp. 1016–1031, 2009.
- [167] Y. H. Lee, J. H. Hahn, S. N. Nahm, J. I. Jang, et D. Kwon, “Investigation on indentation size effects using a pile-up corrected hardness,” *J. Phys. D. Appl. Phys.*, vol. 41, no. 074027, 2008.
- [168] K. W. McElhaney, J. J. Vlassak, et W. D. Nix, “Determination of indenter tip geometry and indentation contact area for depth-sensing indentation experiments,” *J. Mater. Res.*, vol. 13, no. 5, 1998.
- [169] O. Hatt, P. Crawforth, et M. Jackson, “On the mechanism of tool crater wear during titanium alloy machining,” *Wear*, vol. 374–375, pp. 15–20, 2017.

- [170] A. Molinari et M. Nouari, "Modeling of tool wear by diffusion in metal cutting," *Wear*, vol. 252, pp. 135–149, 2002.
- [171] R. Sachitanand, M. Sattari, J.-E. Svensson, et J. Froitzheim, "Evaluation of the oxidation and Cr evaporation properties of selected FeCr alloys used as SOFC interconnects," *Int. J. Hydrogen Energy*, vol. 38, pp. 15328–15334, 2013.
- [172] W. Wongpromrat, H. Thaikan, W. Chandra-ambhorn, et S. Chandra-ambhorn, "Chromium vaporisation from AISI 441 stainless steel oxidised in humidity oxygen," *Oxid Met.*, vol. 79, pp. 529–540, 2013.
- [173] S. Seetharaman, G. J. Albertsson, et P. Scheller, "Studies of vaporization of chromium from thin slag films at steelmaking temperatures in oxidizing atmosphere," *Metall. Mater. Trans.*, vol. 44B, pp. 1280–1286, 2013.
- [174] H. Falk-Windisch, J.-E. Svensson, et J. Froitzheim, "The effect of temperature on chromium vaporization and oxide scale growth on interconnect steels for solid fuel cells," *J. Power Sources*, vol. 287, pp. 25–35, 2015.
- [175] H. Falk-Windisch, M. Sattari, J.-E. Svensson, et J. Froitzheim, "Chromium vaporization from mechanically deformed pre-coated interconnects in solid oxide fuel cells," *J. Power Sources*, vol. 297, pp. 217–223, 2015.
- [176] C. Collins, J. Lucas, T. L. Buchanan, M. Kopczyk, A. Kayani, P. E. Gannon, M. C. Deibert, R. J. Smith, D.-S. Choi, et V. I. Gorokhovskiy, "Chromium volatility of coated and uncoated steel interconnects for SOFCs," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 201, pp. 4467–4470, 2006.
- [177] J. D. McDonald et J. L. Margrave, "Mass spectrometric studies at high temperatures XVI. Sublimation and vaporization of chromium trioxide," *J. Inorg. Nucl. Chem.*, vol. 30, pp. 665–667, 1968.
- [178] M. Glazoff, S. N. Rashkeev, et J. S. Herring, "Controlling chromium vaporization from interconnects with nickel coatings in solid oxide devices," *Int. J. Hydrogen Energy*, vol. 39, pp. 15031–15038, 2014.
- [179] M. El Mansori et M. Nouari, "Dry machinability of nickel-based weld-hardfacing layers for hot tooling," *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, vol. 47, pp. 1715–1727, 2007.
- [180] M. El Mansori et D. Paulmier, "Effects of selective transfer on friction and wear of magnetised steel-graphite sliding couples," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 144–145, pp. 233–237, 1999.
- [181] K. Karasawa, Z.-K. Chen, et K. Sawa, "Contact resistance increase in palladium material as a result of mechanochemical reaction," *Electron. Commun. Japan*, vol. 80, no. 2, pp. 568–578, 1997.
- [182] J. P. Wolfe et J. J. Li, *Palladium in heterocyclic chemistry: A guide for the synthetic chemist, Chapter 1: An introduction to palladium catalysis*, Tetrahedro. 2007.
- [183] H. W. Hermance et T. F. Egan, "Organic deposits on precious metal contacts," *Bell Syst. Tech. J.*, vol. 37, no. 3, pp. 739–776, 1958.
- [184] M. Antler, "Fretting of electrical contacts: an investigation of palladium mated to other

- materials,” *Wear*, vol. 81, pp. 159–173, 1982.
- [185] C. Kumara, H. M. Meyer III, et J. Qu, “Synergistic interactions between silver and palladium nanoparticles in lubrication,” *ACS Appl. Nano Mater.*, vol. 2, no. 8, pp. 5302–5309, 2019.
- [186] I. M. Petrushina, F. Grange, R. Kaminski, C. Claudin, G. Kermouche, J. Rech, et A. Texier, “On the chemical nature of boundary lubrication of stainless steel by chlorine- and sulfur-containing EP-additives,” *Wear*, vol. 246, pp. 98–105, 2000.
- [187] F. Salvatore, F. Grange, R. Kaminski, C. Claudin, G. Kermouche, J. Rech, A. Texier, “Experimental and numerical study of media action during tribofinishing in the case of SLM titanium parts,” *Procedia CIRP*, vol. 58, pp. 451 – 456, 2017.
- [188] M. J. Furey, “Surface roughness effects on metallic contact and friction,” *ASLE Trans.*, vol. 6, pp. 49–59, 1963.
- [189] S. Noguchi et S. Aihara, “Tribological characterization of barreled surface in sliding contact,” *Japanese J. Tribol.*, vol. 38, no. 8, pp. 1121–1130, 1993.
- [190] C. Guangxiong, Z. Zhongrong, P. Kapsa, et L. Vincent, “Effect of surface topography on formation of squeal under reciprocating sliding,” *Wear*, vol. 253, pp. 411–423, 2002.
- [191] L. Rapoport, V. Leshchinsky, I. Lapsker, Y. Volovik, O. Nepomnyashchy, M. Luovsky, R. Popovits-Biro, Y. Feldman, et R. Tenne, “Tribological properties of WS 2 nanoparticles under mixed lubrication,” *Wear*, vol. 255, pp. 785–793, 2003.
- [192] S. Tarasov, A. Kolubaev, S. Belyaev, M. Lerner, et F. Tepper, “Study of friction reduction by nanocopper additives to motor oil,” *Wear*, vol. 252, pp. 63–69, 2002.
- [193] S. Qiu, Z. Zhou, J. Dong, et G. Chen, “Preparation of Ni nanoparticles and evaluation of their tribological performance as potential additives in oils,” *J. Tribol.*, vol. 123, pp. 441–443, 2001.
- [194] Q. Xue, W. Liu, et Z. Zhang, “Friction and wear properties of a surface-modified TiO₂ nanoparticle as an additive in liquid paraffin,” *Wear*, vol. 213, pp. 29–32, 1997.
- [195] Z. S. Hu, R. Lai, F. Lou, L. G. Wang, Z. L. Chen, G. X. Chen, et J. X. Dong, “Preparation and tribological properties of nanometer magnesium borate as lubricating oil additive,” *Wear*, vol. 252, pp. 370–374, 2002.
- [196] S. Radice et S. Mischler, “Effect of electrochemical and mechanical parameters on the lubrication behaviour of Al₂O₃ nanoparticles in aqueous suspensions,” *Wear*, vol. 261, pp. 1032–1041, 2006.
- [197] D. Jiao, S. Zheng, Y. Wang, R. Guan, et B. Cao, “The tribology properties of alumina/silica composite nanoparticles as lubricant additives,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 257, pp. 5720–5725, 2011.
- [198] O. P. Modi, S. Rathod, B. K. Prasad, A. K. Jha, et G. Dixit, “The influence of alumina particle dispersion and test parameters on dry sliding wear behaviour of zinc-based alloy,” *Tribol. Int.*, vol. 40, pp. 1137–1146, 2007.
- [199] X. Cao, W. L. Huang, C. G. He, J. F. Peng, J. Guo, W. J. Wang, Q. Y. Liu, et M. H.

- Zhu, "The effect of alumina particle on improving adhesion and wear damage of wheel/rail under wet conditions," *Wear*, vol. 348–349, pp. 98–115, 2016.
- [200] A. Hernandez Battez, R. González, D. Felgueroso, J. E. Fernández, M. del Rocío Fernández, M. A. García, et I. Peñuelas, "Wear prevention behaviour of nanoparticle suspension under extreme pressure conditions," *Wear*, vol. 263, pp. 1568–1574, 2007.
- [201] S. Baklouti, M. R. Ben Romdhane, S. Boufi, C. Pagnoux, T. Chartier, et J. F. Baumard, "Effect of copolymer dispersant structure on the properties of alumina suspensions," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 23, pp. 905–911, 2003.
- [202] P. C. Hidber, T. J. Graule, et L. J. Gauckler, "Citric acid - A dispersant for aqueous alumina suspensions," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 79, pp. 1857–1867, 1996.
- [203] B. J. Briscoe, A. U. Khan, et P. F. Luckham, "Optimising the dispersion on an alumina suspension using commercial polyvalent electrolyte dispersants," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 18, pp. 2141–2147, 1998.
- [204] K. Okura, T. Ochiai, et K. Kawada, "Alumina dispersant, alumina dispersion liquid, agent for trating inkjet-printing materials ans inkjet-printing mateirals," US 6,476,083 B1, 2002.
- [205] M. K. A. Ali, A. Elagouz, et M. A. A. Abdelkareem, "Minimizing of the boundary friction coefficient in automotive engines using Al₂O₃ and TiO₂ nanoparticles," *J. Nanoparticle Res.*, vol. 18:377, pp. 1–16, 2016.
- [206] L. Pena-Paras, J. Taha-Tijerina, et L. Garza, "Effect of CuO and Al₂O₃ nanoparticle additives on the tribological behavior of fully formulated oils," *Wear*, vol. 332–333, pp. 1256–1261, 2015.
- [207] H. Hirahara, K. Mori, T. Kudo, Y. Matsuno, et K. Mori, "Adhesion between cured silicone rubbers," *Int. Polym. Sci. Technol.*, vol. 41, no. 2, pp. 21–26, 2014.
- [208] DuPont, *Teflon PTFE fluoropolymer resin*.
- [209] D. Tabor, "Mohs' hardness scale - A physical interpretation," *Proc. Phys. Soc.*, vol. B 67, pp. 249–257, 1954.
- [210] Y. Xie et J. A. Williams, "The prediction of friction and wear when a soft surface slides against a harder rough surface," *Wear*, vol. 196, no. 1–2, pp. 21–34, 1996.
- [211] M. J. Furey, *Encyclopedia of materials science and engineering*. Pergamon, Oxford, 1986.
- [212] B. S. Tripathy, M. J. Furey, et C. Kajdas, "Mechanism of wear reduction of alumina by tribopolymerisation," *Wear*, vol. 181–183, pp. 138–147, 1995.
- [213] C. Kajdas, "On a negative-ion concept of EP action of organo-sulfur compounds," *ASLE Trans.*, vol. 28, pp. 21–30, 1983.
- [214] M. J. Furey, C. Kajdas, T. C. Ward, et J. W. Hellegetch, "Thermal and catalytic effects on tribopolymerizations as a new boundary lubrication mechanism," *Wear*, vol. 136, pp. 85–97, 1990.
- [215] C. Kajdas, "Importance of the triboemission process for tribochemical reaction," *Tribol.*

-
- Int.*, vol. 38, pp. 337–353, 2005.
- [216] A. Ciniero, J. Le Rouzic, I. Baikie, et T. Reddyhoff, “The origins of triboemission correlating wear damage with electron emission,” *Wear*, vol. 374–375, pp. 113–119, 2017.
- [217] F. Svahn et S. Csillag, “Formation of low-friction particle/polymer composite tribofilms by tribopolymerization,” *Tribol. Lett.*, vol. 41, pp. 387–393, 2011.
- [218] Y. Wan et Q. Xue, “Boundary lubrication of an aluminum alloy by tribopolymerization of a monomer under a fretting contact condition,” *Wear*, vol. 205, pp. 15–19, 1997.
- [219] C. Kajdas, P. M. Lafleche, M. J. Furey, J. W. Hellgeth, et T. C. Ward, “A study of tribopolymerisation under fretting contact conditions,” *Lubr. Sci.*, vol. 6–1, pp. 51–89, 1993.
- [220] H. Spikes, “The history and mechanisms of ZDDP,” *Tribol. Lett.*, vol. 993, no. 17, pp. 469–489, 2004.
- [221] A. G. Ponomarenko, G. G. Chigarenko, A. S. Burlov, A. V. Bicherov, T. A. Shiryayeva, B. G. Konoplev, O. A. Ageev, A. S. Kolomiitsev, S. B. Zaichenko, V. A. Chetverikova, A. D. Garnovskii, et V. I. Minkin, “Study of lubricating compositions based on polyorganosiloxanes involving azomethine metalocomplexes,” *J. Frict. Wear*, vol. 31, no. 5, pp. 387–397, 2010.
- [222] J. K. Lancaster, “Estimation of the limiting PV relationships for thermoplastic bearing materials,” *Tribology*, vol. 4, pp. 82–86, 1971.
- [223] J. F. Archard, “The temperature of rubbing surfaces,” *Wear*, vol. 2, pp. 438–455, 1958.
- [224] K. Sawa, M. Hasegawa, et K. Miyachi, “Influence of arc discharge types on contact resistance of Ag-Pd alloys,” *Electron. Commun. Japan*, vol. 71, no. 9, pp. 1255–1263, 1988.
- [225] S. Mia, H. Komiya, S. Hayashi, S. Morita, N. Ohno, et S. Obara, “Viscosity loss in PFPE lubricant for space applications under EHL conditions,” *Tribol. Online*, vol. 2, no. 2, pp. 54–58, 2007.
- [226] B. Bhushan et Y. Cheng, “Wear and degradation mechanisms of magnetic thin-film rigid disks with different lubricants using mass spectrometry,” *J. Appl. Phys.*, vol. 81, pp. 5390–5392, 1997.
- [227] J. Wei, W. Fong, D. B. Bogy, et C. S. Bhatia, “The decomposition mechanisms of a perfluoropolyether at the head/disk interface of hard disk drives,” *Tribol. Lett.*, vol. 5, pp. 203–209, 1998.
- [228] C.-Y. Chen, D. B. Bogy, et C. S. Bhatia, “Effects of backbone and endgroup on the decomposition mechanisms of PFPE lubricants and their tribological performance at the head-disk interface,” *Trans. ASME*, vol. 123, pp. 364–367, 2001.
- [229] M. Y. Keating et J. L. Howell, “Decomposition of perfluoropolyether lubricants,” *J. Therm. Anal. Calorim.*, vol. 106, pp. 213–220, 2011.
- [230] S. Prabakaran, S. Jayaraman, D. H. Minh, et S. K. Sinha, “The role of functional end of
-

- perfluoropolyether (Z-dol and Z-03) lubricants in augmenting the tribology of SU-8 composites,” *Tribol. Lett.*, vol. 56, pp. 423–434, 2014.
- [231] C. Ye, W. Liu, Y. Chen, et Z. Ou, “Tribological behavior of Dy–sialon ceramics sliding against Si₃N₄ under lubrication of fluorine-containing oils,” *Wear*, vol. 253, pp. 579–584, 2002.
- [232] W. Liu, C. Ye, Y. Chen, Z. Ou, et D. C. Sun, “Tribological behavior of sialon ceramics sliding against steel lubricated by fluorine-containing oils,” *Tribol. Int.*, vol. 35, pp. 503–509, 2002.
- [233] E. W. Glossbrenner, “Sliding contact for instrumentation and control,” in *Electrical Contacts: Principles and Applications*, Marcel Dek., 1999, pp. 885–941.

RÉSUMÉ

Dans le domaine aéronautique, une attention toute particulière est portée à la fiabilité des composants électriques, ce qui demande la compréhension essentielle des phénomènes tribologiques mis en jeu dans le contact. Ces travaux de recherche s'intéressent à deux capteurs de position, de type rhéostat (contact métal – métal) et potentiomètre (contact métal – polymère). Dans les deux cas, un mouvement de glissement entre une piste et un curseur constitue l'origine de transformations des surfaces, qui peuvent ensuite impacter leurs propriétés électriques. L'étude a permis de mettre en évidence la formation de troisièmes corps à l'interface, qui jouent des rôles différents en fonction des systèmes. Dans le rhéostat, un transfert adhésif sélectif de nickel nanostructuré issu de la piste de NiCr se forme sur le curseur en alliage d'argent, et entraîne une forte abrasion ; un traitement de tribofinition mettant en œuvre de la poudre d'alumine, a permis de l'éviter. Dans le potentiomètre, c'est le lubrifiant lui-même qui forme le troisième corps sous forme de tribopolymère adhérent à la piste. L'étude de ses caractéristiques permet d'expliquer la préservation des propriétés électriques de contact. C'est dans un lubrifiant de substitution qu'est cherchée une solution plus stable, dans une démarche d'ingénierie du troisième corps.

MOTS CLÉS

Aéronautique, Contact électrique, Tribologie, Essai d'endurance, Durée de vie, Usure, Résistance électrique de contact, Troisième corps, Tribofilm, Graisse lubrifiante, Tribopolymérisation.

ABSTRACT

In the aeronautic field, the reliability of electrical contacts is a major challenge that requires a fundamental understanding of the tribological phenomena taking place in the interfacial material contacts. This PhD study focuses on two types of position sensors consisting of rheostat sensors (metal – metal contact) and potentiometer sensors (metal – polymer contact). In both cases, a sliding movement between a mobile cursor and a track causes surface transformations, which can then impact their electrical properties. The study highlighted the formation of third bodies in the interface, which play different roles depending on the system. In the rheostat, a selective adhesive transfer of nanostructured nickel from the NiCr track is formed on the silver alloy cursor, and causes a severe abrasive wear; a tribofinishing treatment using alumina powder allows this to be avoided. In the potentiometer, it is the lubricant itself that forms the third body, in the form of a tribopolymer which adheres to the track. A balance between an efficient protection against wear and sufficient contact spots is suggested to be at the origin of the reliability of the potentiometers. A more stable solution is to be sought in a replacement lubricant, using a third body engineering approach.

KEYWORDS

Aeronautic, Electrical contact, Tribology, Endurance test, Lifetime, Wear, Electrical contact resistance, Third body, Tribofilm, Lubricating grease, Tribopolymerization.