

N°d'ordre NNT : 2018LYSEC001

**THESE de DOCTORAT DE
L'UNIVERSITE DE LYON**

Délivrée par l'Ecole Centrale de Lyon

Spécialité : **Matériaux**

Ecole Doctorale Matériaux de Lyon (ED N° 34)

Soutenue publiquement le 22 janvier 2018 par

Estelle MARC

Ingénieure diplômée de l'INSA de Lyon

Analyse de la réponse tribologique d'un contact cylindre/plan
soumis à des sollicitations de fretting sous chargement
complexe : influence d'une solution Lithium-Bore

Préparée au
Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes

Devant le jury composé de :

| | | | |
|---------------|------------|---------------------------------------|------------------------------|
| Y. BERTHIER | DR/CNRS | INSA Lyon – LaMCoS | <i>Président du jury</i> |
| J. DENAPE | Professeur | ENI Tarbes | <i>Rapporteur</i> |
| C. RICHARD | Professeur | Université François-Rabelais de Tours | <i>Rapporteuse</i> |
| I. LEMAIRE | MdC | SUPMECA – Laboratoire Quartz | <i>Examinatrice</i> |
| S. FOUVRY | DR/CNRS | Ecole Centrale de Lyon - LTDS | <i>Directeur de thèse</i> |
| H. MAITOURNAM | Professeur | IMSIA - ENTA ParisTech | <i>Co-directeur de thèse</i> |
| C. PHALIPPOU | Ingénieur | CEA Saclay | <i>Encadrant CEA</i> |

Résumé

Ce mémoire présente une analyse de la réponse tribologique d'un contact cylindre/plan soumis à des sollicitations de fretting sous *chargement complexe*, à savoir une sollicitation normale de force sinusoïdale et une sollicitation tangentielle de déplacement sinusoïdal, toutes deux possiblement sujettes à des fluctuations d'amplitude, de fréquence et de déphasage entre sollicitations. On s'intéresse plus particulièrement à l'usure des guides de grappe en 304L par les crayons en 316L nitrurés, induite par les vibrations de l'écoulement du fluide primaire dans les réacteurs nucléaires.

L'étude expérimentale menée dans un environnement non représentatif mais très simple, à savoir un milieu sec et à l'ambiante, montre une usure non négligeable des deux contre-corps ce qui révèle les propriétés fragiles du tube nitruré dans cet environnement. Une très forte dépendance des faciès d'usure avec l'amplitude de glissement est notée. Seule la cinétique d'usure du tube nitruré est influencée par l'évolution de la charge normale. Aussi, une description analytique de l'énergie de frottement est développée, en prenant compte de l'ensemble des paramètres de chargement.

En solution aqueuse lithium-bore, choix de milieu un peu plus représentatif mais en restant néanmoins à l'ambiante, seul le plan en acier 304L s'use, le cylindre en acier 316L nitruré n'étant pas sujet à de l'usure détectable. Un couplage avec des phénomènes corrosifs est proposé. En fretting simple, le confinement du contact augmente localement la valeur du pH et l'analyse de l'influence de la fréquence de fretting suggère que seule la couche passive est usée entre chaque glissement. Sous *chargement complexe*, la fluctuation de la charge normale permet une meilleure accessibilité de la solution dans l'interface frottée, augmentant localement les effets tribocorrosifs. Une loi d'usure multiplicative prenant en compte les différents effets de fluctuation des sollicitations est introduite et sa stabilité est vérifiée.

Un modèle de calculs par éléments finis permet de simuler les profils d'usure en fretting simple et aussi en présence de force normale variable. En fretting simple, les résultats de simulation d'essais où seul le plan 304L s'use sont satisfaisants. En revanche, la non-superposition des profils expérimentaux et numériques lorsque la force normale fluctue confirme la présence de phénomènes physiques dans l'interface non encore représentés dans l'outil numérique.

Mots-clés : fretting-usure, chargement complexe, environnement, corrosion, grappe de commande

Abstract

This PhD thesis presents an analysis of the fretting wear of a cylinder/plane contact subject to complex loading conditions, namely a normal sinusoidal force solicitation and a tangential sinusoidal displacement, both possibly subject to fluctuations in amplitude, frequency and phase shift between signals. The purpose of this work is to study the wear of 304L cluster guides by nitrided 316L rods due to flow-induced vibrations of primary fluid in nuclear reactors.

Firstly, the experimental study conducted in a dry and ambient temperature - a non-representative but very simple environment - shows significant wear of both counter-bodies, which reveals the fragile properties of the nitrided tube in this environment. A very strong dependence of the fretting scar morphology with the sliding amplitude is noted. Only the wear kinetics of the nitrided tube is influenced by the evolution of the normal load. Also, an analytical description of friction energy is developed, taking into account all loading parameters.

In a second hand, in aqueous lithium-boron solution, a slightly more representative choice of medium but still remaining in the ambient, only the 304L steel plane wears out, the 316L nitrided steel cylinder is not subject to detectable wear. A coupling with corrosive phenomena is proposed. In simple fretting, contact confinement locally increases the pH value. Moreover, the analysis of the influence of the fretting frequency suggests that only the passive layer is worn between each slip. Under complex loading, the fluctuation of the normal load allows a better accessibility of the solution in the rubbed interface, increasing locally the tribocorrosive effects. A multiplicative wear law taking into account the various effects of normal force fluctuation is introduced and its stability is checked.

Finally a finite element calculation model is used to simulate wear profiles in simple fretting and also in the presence of variable normal force. Only cases where the plan wears out (lithium-boron environment) have been simulated. In simple fretting, test simulation results are satisfactory. On the other hand, the non-superposition of the experimental and numerical profiles when the normal force fluctuates, confirms the presence of physical phenomena in the interface which are not yet represented in the numerical tool.

Keywords : fretting-wear, complex normal force, environment influence, corrosion, rod cluster control assembly

Remerciements

Pendant ces trois années passées au Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes, j'ai côtoyé un grand nombre de personnes qui ont participé, chacune à leur échelle, à la réussite de ce doctorat. Je tiens fortement à toutes les remercier.

En premier lieu je tiens à remercier mes encadrants, Siegfried Fouvry, en sa qualité de directeur de thèse, ainsi que Christian Phalippou et Habibou Maitournam. Tout d'abord merci à vous d'avoir cru en moi, et de m'avoir donné l'opportunité de réaliser cette thèse, je vous en serais toujours très reconnaissante. Merci d'avoir été présents et disponibles, de m'avoir conseillée mais aussi de m'avoir énormément appris, tant sur le plan scientifique que personnel. Je remercie également les membres du jury pour avoir consacré autant de temps et d'énergie à la relecture de ce manuscrit, et pour avoir accepté de faire le déplacement. Je remercie vivement Caroline Richard et Jean Denape d'avoir rapporté ce travail, merci également à Isabelle Lemaire et Yves Berthier d'avoir pris part au jury.

Merci aussi à toutes les personnes du labo DYN du CEA Saclay, en particulier Thomas Laporte et Jean-Luc Fayard, pour leur soutien et leur accompagnement. Merci également à Carole Falcand et Guillaume Perillat.

Soyons honnête, une thèse ne se déroule jamais seul. Et c'est généralement parce que nous sommes bien entourés que tout se déroule pour le mieux.

Je tiens donc en second lieu à remercier les deux acolytes du premier étage du D4. Comme Sabrina l'avait prédit, le chemin de la machine à café-chocolat fût vite trouvé pour eux deux, et ce, à tout heure de la journée. Je remercie Nicolas, un garçon fan de *post-it* et d'escalade, pour qui, l'amour des *Princes* grandit chaque jour, et avec qui, l'ennui est un mot qui n'existe pas. Un grand merci à toi pour ta gentillesse, ta patience à toute épreuve et ton soutien. Merci également à Johnny, alias Jojo Kun, Monsieur Pommes ou encore Encarta, pour ces bons moments passés, ici ou de l'autre côté de l'Atlantique.

Merci aux copines de bureau, bureau qui est devenu de plus en plus « girly » au fil du temps. Tout a commencé quand j'ai rejoint Sana, une personne discrète mais avec le cœur sur la main. Puis, après un an d'absence, Nora nous a fait son grand retour. Un grand merci à toi pour ta joie de vivre, ta bonne humeur, ton rire décalé, et tes « câlins-bisous-bisous » dans les bons moments, mais aussi dans les moins bons. Merci également à Alixe, la « petite » dernière, pas si petite que ça d'ailleurs ;).

Merci à Jean-Michel, le MacGyver du 2^{ème}, pour son aide apportée, le thé du matin, et les rougets de Ré. Maintenant que je suis docteure et (un peu plus) responsable, plus de petits sauts de chat dans les couloirs, et plus de « pouf-pif-toc », promis ! Merci également à Olivier pour son temps passé sur la meilleure des manips, et ces quelques descentes à la neige. Ce n'est que partie remise ! Sur cette même lancée, je remercie Simon pour toute son aide apportée sur la partie numérique. Merci aussi à tous les ingénieurs conception et d'études qui se sont succédés et qui ont toujours été de très bons conseils (Anna, JS, Benjamin, Hugo, Julie, Xavier, Odin, Sylvain...).

Merci à Alix d'avoir été présente, même en étant au pays des caribous. Merci à Thibaut, partenaire de thèse CEA/LTDS, qui lors de nos venues à Saclay ne me laissait jamais seule avec les 5 desserts sur le plateau. Merci à Ariane avec qui, les nuages ont été une forte source d'inspiration pendant cette période de rédaction. Merci à Richard, ami éternel des écureuils. Merci à Julie pour ses histoires de Cantal ;). Merci aux amis des animaux, Florent, Pierre, Julien & Julien. J'espère que votre animalerie participative tiendra le coup ! Merci à Dominique pour son empathie et son franc parlé. Merci également à Bruno, Michèle et Bernard. Merci à tous les anciens doctorants de l'équipe, mais aussi aux nouveaux arrivants, la nouvelle relève !

Pour finir, j'ai une petite pensée pour le groupe d'escalade. Nombreuses sont les personnes qui ont déjà été citées, mais merci à vous tous pour tous ces bons moments passés ensemble ! Cela a commencé avec Nicolas, puis, très vite sont arrivés JS, Odin et Malik, et pour finir Hugo, Benjamin et Florent. Bizarrement, à la fin les séances prenaient plus un air de cacahuète-saucisson-bière, mais à la vue de l'équipe, rien d'étonnant !

Enfin, un énorme merci à mes parents, pour leur amour, leur soutien infailible, et à qui je dois tout.

Merci.

Sommaire général

| | |
|---|-----|
| Résumé | iii |
| Abstract | v |
| Remerciements | vii |
| Nomenclature | ix |
| Introduction | 1 |
| Chapitre I Etude bibliographique..... | 7 |
| I.1. Introduction | 8 |
| I.2. Définition et endommagements sous sollicitation de fretting..... | 9 |
| I.3. Principaux modes d'usure | 16 |
| I.4. Modélisation de l'usure | 22 |
| I.5. Mécanismes de tribocorrosion dans les contacts glissants | 30 |
| I.6. Conclusion..... | 37 |
| Chapitre II Matériaux et Méthodes | 39 |
| II.1. Introduction..... | 40 |
| II.2. Matériaux testés : aciers inoxydables austénitiques | 41 |
| II.3. Dispositif expérimental de fretting-usure | 48 |
| II.4. Méthodes d'expertises des endommagements | 55 |
| II.5. Conclusion | 58 |
| Chapitre III Comportement tribologique des contacts secs sous chargement complexe | 61 |
| III.1. Introduction..... | 62 |
| III.2. Fretting-usure sous chargement constant | 63 |
| III.3. Fretting-usure sous chargement complexe | 76 |
| III.4. Conclusion | 104 |

| | | |
|--------------------------|--|-----|
| Chapitre IV | Comportement tribologique en solution lithium-bore des contacts sous chargement complexe | 109 |
| IV.1. | Introduction | 111 |
| IV.2. | Fretting usure sous chargement simple | 112 |
| IV.3. | Fretting usure sous chargements complexes..... | 124 |
| IV.4. | Etude de la réponse du 304L en fretting-corrosion..... | 147 |
| IV.5. | Discussion & conclusion | 172 |
| Chapitre V | Modélisation de l'usure sous Cast3m..... | 179 |
| V.1. | Introduction | 180 |
| V.2. | Modèle éléments finis | 181 |
| V.3. | Comparaison expérimental – numérique | 185 |
| V.4. | Conclusion..... | 194 |
| Conclusion..... | | 197 |
| Références..... | | 201 |
| Liste des figures..... | | 209 |
| Liste des tableaux | | 219 |

Nomenclature

Abréviations

| | | |
|-----|---|-------------------------------------|
| CE | - | contre-électrode |
| ER | - | électrode de référence |
| ET | - | électrode de travail |
| MP | | milieu primaire |
| OCP | - | potentiel libre |
| ppm | - | partie par million |
| REP | - | réacteur à eau pressurisée |
| SCE | - | électrode au calomel saturée au KCl |
| SHE | - | électrode standard d'hydrogène |

Matériaux et paramètres géométriques

| | | |
|----------------|----------------------|----------------------------|
| A% | - | allongement (ductilité) |
| E | (MPa) | module de Young |
| e | (mm) | épaisseur |
| E* | (MPa) | module de Young équivalent |
| H | - | dureté |
| L | (mm) | génératrice |
| ϕ | (mm) | diamètre |
| R | (mm) | rayon |
| R _a | (μm) | rugosité |
| ρ | (g/cm ³) | masse volumique |
| σ_m | (MPa) | résistance à la rupture |
| $\sigma_{0.2}$ | (MPa) | limite d'élasticité à 0,2% |
| σ_0 | (MPa) | limite élastique |

Outils statistiques

| | | |
|----------------|---|-----------------------------------|
| %E | - | erreur relative |
| % σ | - | dispersion relative (statistique) |
| R ² | - | dispersion relative (statistique) |

Paramètres associés au fretting

| | | |
|----------------|-------------------|---------------------------|
| a _H | (μm) | Rayon de contact Hertzien |
|----------------|-------------------|---------------------------|

| | | |
|-------------------|------------------------------|--|
| Δa | ($\pm \mu\text{m}$) | variation de la taille de contact |
| α | ($\mu\text{m}^3/\text{J}$) | coefficient énergétique d'usure |
| α_i | ($\mu\text{m}^3/\text{J}$) | coefficient d'usure énergétique individuel |
| c | - | rapport de confinement |
| D | (m) | distance parcourue |
| δ | (μm) | déplacement |
| δ^* | ($\pm \mu\text{m}$) | amplitude de débattement |
| δ_t^* | ($\pm \mu\text{m}$) | amplitude de déplacement à la transition entre GP/GT |
| δ_0 | (μm) | ouverture de cycle |
| δ_0^* | ($\pm \mu\text{m}$) | amplitude de glissement |
| $\delta_{0,th}^*$ | ($\pm \mu\text{m}$) | amplitude de transition |
| Ed | (J) | énergie dissipée par cycle de fretting |
| Ed_{th} | (J) | énergie du seuil d'activation de l'usure |
| ΣEd | (J) | énergie dissipée cumulée |
| ΣEd^* | (J) | énergie dissipée cumulée réduite |
| ΣEd_{ss} | (J) | énergie dissipée cumulée en régime stabilisé |
| E_t | (J) | énergie dissipée totale |
| f_f | (Hz) | fréquence de fretting |
| F_n | (N) | effort normal |
| f_p | (Hz) | fréquence de pulsation |
| κ_α | - | coefficient de proportion entre les surfaces |
| μ | - | coefficient de frottement |
| μ_e | - | coefficient de frottement énergétique |
| μ_0 | - | coefficient de frottement moyen |
| M_w | - | critère de forme |
| $M_{w,th}$ | - | valeur seuil du critère de forme M_w |
| N | - | nombre de cycles de fretting |
| P | (N/mm) | force normale |
| P_0 | (N/mm) | force normale moyenne |
| ΔP | ($\pm \text{N/mm}$) | amplitude de l'effort normal |
| p | (MPa) | pression de contact |
| φ | (rad) | déphasage des signaux |
| Q | (N) | Force tangentielle |
| Q^* | ($\pm \text{N}$) | Amplitude de la force tangentielle |
| R_f | - | rapport de fréquence |
| R_i | - | rapport d'impulsion |
| R_p | - | rapport de charge |
| t | (s) | temps |
| T | (°C) | température |

Volumes d'usure

| | | |
|------------|---------------------|---|
| S_- | (μm^2) | aire négative située sous la ligne de base |
| S_+ | (μm^2) | aire positive située au-dessus de la ligne de base |
| S_{TB} | (μm^2) | aire correspondant au troisième corps (<i>third body</i>) |
| V | (μm^3) | volume d'usure |
| ΔV | (μm^3) | différence de volume d'usure |
| V_- | (μm^3) | volume d'usure négatif associée à S_- |
| V_+ | (μm^3) | volume d'usure positif associée à S_+ |
| V_{ec} | (μm^3) | volume d'usure engendré par érosion-corrosion |
| V_{ND} | (μm^3) | volume d'usure endommagé (<i>net damage</i>) |
| V_{NM} | (μm^3) | volume d'usure manquant (<i>net missing</i>) |
| V_{TB} | (μm^3) | volume de troisième corps (<i>third body</i>) |
| V_{tce} | (μm^3) | volume d'usure engendré par tribocorrosion-érosion |
| V_{tot} | (μm^3) | volume d'usure total |

Numérique

| | | |
|--------------|----------------------|--|
| β | - | facteur d'accélération |
| $h(x)$ | (mm) | profondeur d'usure à la position x |
| M | - | nombre de cycles numériques |
| n_{incr} | - | nombre d'incrément |
| $\varphi(x)$ | (J/mm ²) | densité d'énergie de frottement dissipée par cycle de fretting |
| t_c | (s) | temps de calcul |
| TM | (μm) | taille de maille |

Corrosion

| | | |
|------------|----------------------|--|
| A_a, A_c | (mm ²) | aire anodique, aire cathodique |
| a_c, b_c | - | coefficient de Tafel |
| E_b | (V) | potentiel de rupture |
| E_c | (V) | potentiel mesuré pendant le frottement |
| E_{corr} | (V) | potentiel de corrosion |
| E_p | (V) | potentiel de passivation |
| F | (C/mol) | constante de Faraday |
| i | (A/mm ²) | densité de courant |
| i_a | (A/mm ²) | densité de courant anodique |
| I | (A) | courant mesuré |
| I_{moy} | (A) | intensité du courant moyen anodique |
| M | (g/mol) | masse molaire |
| n | - | nombre de charge (valence du métal) |

Q_c (C) quantité d'électricité

Exposants/Indices

$(304L)_p$ qui réfère au plan en 304L
 $(316LN)_c$ qui réfère au cylindre en 316L nitruré
chem chimique
 η exposant correcteur du rapport de charge R_p
exp expérimental
f final
fretting qui fait référence à l'étude de fretting (cylindre/plan)
m exposant correcteur du rapport de fréquence R_f
max maximum
mec mécanique
min minimum
moy moyenne
 ω exposant correcteur du rapport de pulsation R_i
ref référence
sec qui réfère au milieu sec
sol1 qui réfère à la solution lithium-bore
theo théorique
tribo qui fait référence à l'étude de fretting-corrosion (sphère/plan)

Introduction

La tribologie est la science qui étudie les phénomènes susceptibles de se produire entre deux systèmes matériels en contact, qu'ils soient immobiles ou bien animés de mouvements relatifs. Autrement dit, elle fait référence à la science de l'usure et du frottement. De nos jours, la tribologie doit faire face à des problèmes complexes qui mettent en jeu des contacts solides dans des systèmes mécaniques tout aussi complexes les uns que les autres. D'un point de vue industriel, la maîtrise de ces phénomènes présente un enjeu très important, tant pour l'optimisation de la conception des composants, que pour l'établissement d'une politique de maintenance ou encore pour la compréhension de l'origine des problèmes accidentels.

Depuis plusieurs années, l'industrie nucléaire entreprend des recherches dans le but de mieux comprendre les phénomènes d'usure ayant lieu dans le circuit primaire. Ce projet de thèse s'intègre dans le cadre du projet USURE de l'Institut Tripartite (I3P) entre le Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives (CEA Saclay), EDF et AREVA. Le travail présenté dans ce manuscrit a été réalisé en collaboration avec le laboratoire de Dynamique (DYN) du CEA Saclay, le Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes (LTDS) de l'École Centrale de Lyon et l'Unité de Mécanique de l'ENSTA ParisTech.

Les centrales nucléaires sont des centrales dites thermiques. En effet elles utilisent la chaleur dégagée par des réactions de fission nucléaire afin de produire de l'électricité. Le combustible nucléaire est utilisé afin de chauffer l'eau et obtenir de la vapeur. Cette vapeur permet ensuite de faire tourner des turbines qui, entraînant un alternateur, engendrent la production de courant électrique (Figure 0-1).

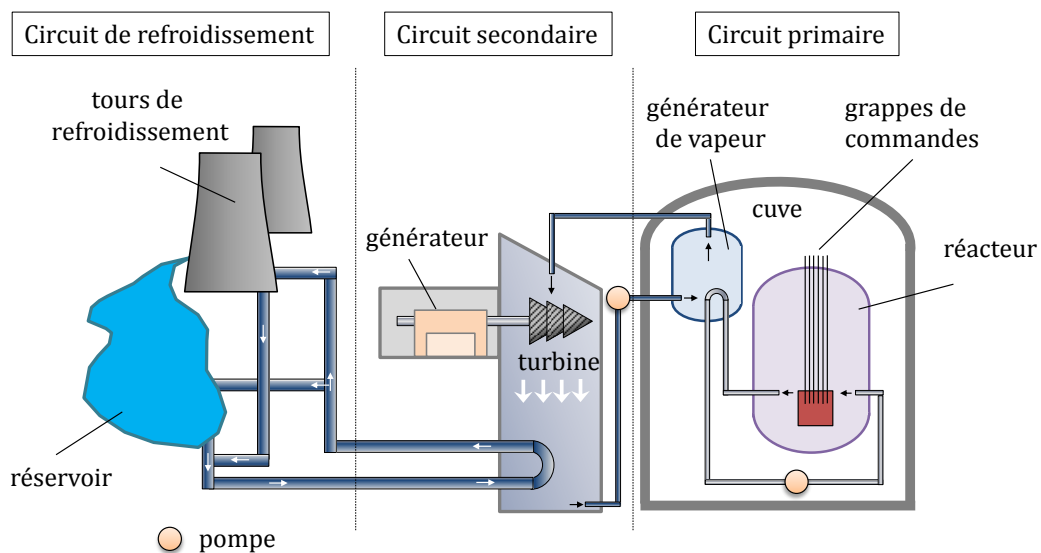


Figure 0-1 : Schéma de fonctionnement d'un réacteur à eau sous pression.

Le cœur du réacteur est constitué de nombreux éléments, dont les grappes de commande (Figure 0-2.a).

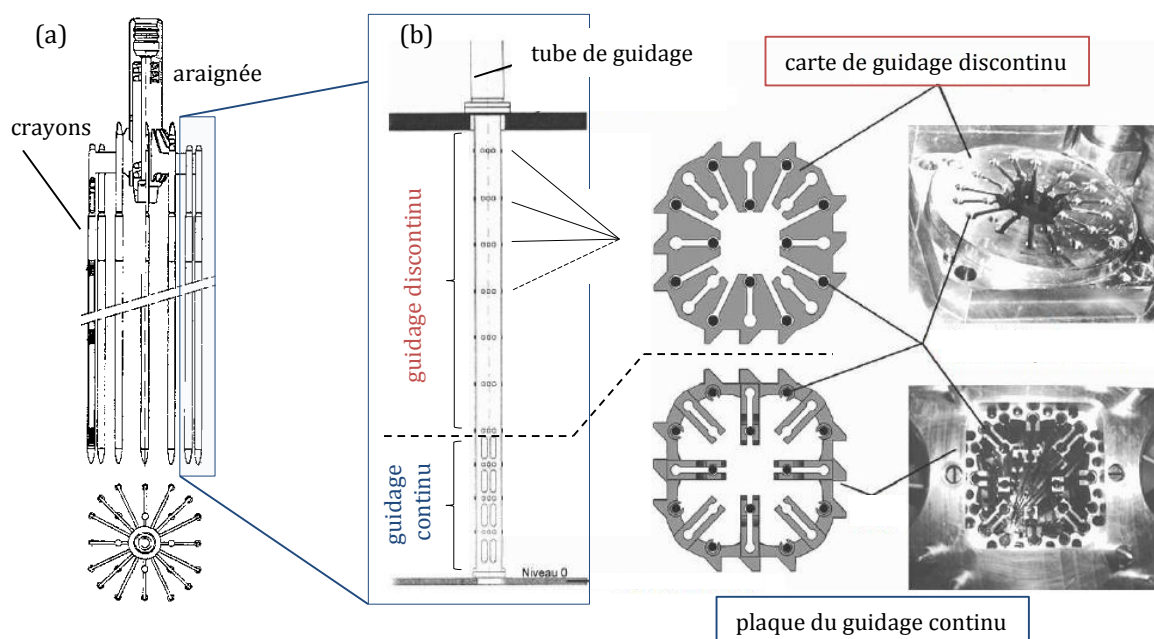


Figure 0-2 : (a) grappe de commande et (b) ses guides (continu et discontinu).

Le rôle des grappes de commande est double :

- Un premier groupe de grappes permet de réguler la puissance thermique du réacteur et donc la puissance électrique de la centrale en fonction de la demande, grâce à de lents mouvements de translation verticale.
- Le reste des grappes font partie des constituants du système de sécurité et permettent l'arrêt quasi complet et instantané de la réaction en chaîne de fission nucléaire, pour des raisons d'entretiens techniques (maintenance) ou en cas d'arrêt d'urgence, par la chute gravitaire des grappes dites d'arrêt.

Ces grappes de commandes sont composées de crayons en acier inoxydable 316L nitruré regroupés entre eux et à leur tête par une pièce appelée araignée (Figure 0-2.a). Le guidage des grappes est assuré par l'intermédiaire d'un dispositif discontinu dit « cartes de guidage » en partie haute sur une hauteur d'environ 4 mètres, et par un dispositif dit de guidage « continu » dans la partie basse de guide de grappe (Figure 0-2.b). Les guides de grappes comportent des cartes de guidage au nombre de 8 sur le palier 900 MW et de 11 sur les paliers 1300 et 1450 MW. Les cartes de guidage comportent des canaux qui permettent le passage des 24 crayons absorbants dans la grappe de commande.

L'ensemble est exposé, à l'intérieur du réacteur, à de l'eau à haute température (280°C à 320°C) et haute pression (155 bars). La température crée des couches d'oxyde sur les matériaux. L'eau contient du bore soluble pour des raisons liées à la neutronique. Pour ne pas rendre l'environnement très corrosif (milieu aqueux primaire), une chimie particulière de l'eau est spécifiée, on a de l'eau borée lithiée et hydrogénée avec un pH légèrement alcalin, de l'ordre de 7,2 à 320°C. La recirculation permanente de ce milieu engendre des mouvements de fluide qui transmettent aux crayons un comportement vibratoire varié et complexe (Figure 0-3).

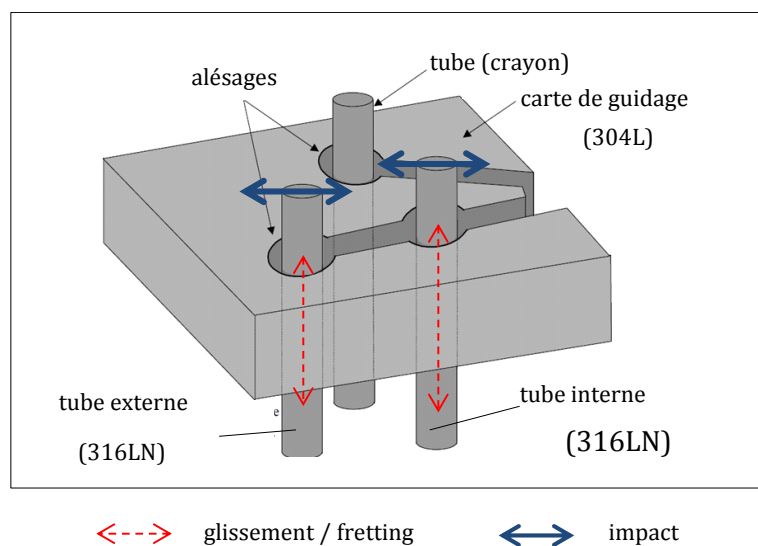


Figure 0-3 : Illustration des problèmes de contacts rencontrés au niveau des alésages des cartes de guidage (guidage discontinu).

Les crayons entrent alors en contact avec leur carte de guidage. Les sollicitations mécaniques associées au contact peuvent être apparentées à des impacts, du glissement et du fretting. Ces perturbations génèrent un endommagement et une usure des cartes de guidage en 304L par les crayons en 316L nitruré qui ont une dureté nettement plus élevée. Dans les cas les plus extrêmes, l'usure avancée des guides de grappe pourrait engendrer un dysfonctionnement des grappes d'arrêt du réacteur. Pour y pallier, EDF remplace préventivement des guides de grappe mais une meilleure compréhension de leur usure reste une question posée et un challenge difficile pour les acteurs EDF, AREVA et CEA.

Dès les années 80, l'étude sur l'usure vibratoire des matériaux dans les réacteurs nucléaires ont été menées sur les grappes de commande mais aussi sur les générateurs de vapeurs qui présentent eux aussi des cinétiques d'usure similaires bien que les matériaux diffèrent. Ainsi, certains auteurs se sont penchés sur les cinématiques de glissement pur [1], d'impact purs [2] mais aussi d'impact-glissement combinés ([3]–[6]). D'autres auteurs se sont penchés sur les phénomènes de tribocorrosion opérant dans ces types de contact ([7]–[9]). Tous sont arrivés aux mêmes conclusions : quels que soient le type de sollicitation et l'environnement étudié, les mécanismes d'usure sont difficiles à appréhender car ils dépendent de nombreuses variables et plusieurs mécanismes couplés coexistent.

L'objectif de ce travail est d'essayer d'appréhender les phénomènes et mécanismes tribologiques qui peuvent avoir lieu entre les crayons de grappe de commande et leurs cartes de guidage sous un type de sollicitation non abordé dans les thèses antérieures. On s'intéresse tout particulièrement aux effets de la transition entre une sollicitation de fretting-simple (où la charge normale appliquée est constante) et une sollicitation de fretting sous chargement complexe (où la charge normale appliquée présente des oscillations au cours d'un cycle de fretting), tant sur le plan expérimental que numérique. Pour cela un tribomètre spécifique a été adapté au sein du laboratoire, permettant d'engendrer ce type de sollicitation à sec et en solution sur un contact simplifié cylindre/plan (316LN/304L).

Ce travail de thèse s'articule en 5 phases.

Le *Chapitre I* est consacré à une étude bibliographique introduisant les principes élémentaires qui seront par la suite utilisés dans ce manuscrit. Dans un premier temps la sollicitation de fretting ainsi que les principaux modes d'usure en découlant sont abordés (usure adhésive, abrasive, érosive ainsi que les transformations tribologiques superficielles). Ensuite, un volet portant sur la modélisation numérique est développé. Une dernière partie est consacrée à la tribocorrosion, présentant les différentes approches existantes ainsi que les résultats d'études relatives aux grappes de commandes.

Le *Chapitre II* est quant à lui purement descriptif afin d'établir les bases de l'étude. Une première partie aborde les propriétés des matériaux étudiés ainsi que leurs microstructures. Les effets de la température sur les phases de l'acier inoxydable ainsi que ceux du traitement de nitruration sont aussi abordés. Le tribomètre de fretting sous chargement complexe, ainsi que les techniques de caractérisation *post-mortem* utilisées au cours de cette étude, sont présentés.

Le comportement tribologique du contact cylindre/plan (316L nitruré/304L) dans un environnement sec est décrit dans le *Chapitre III*. Une première partie permet de définir la cinétique d'usure de base en fretting-simple via l'étude de l'amplitude de glissement. L'analyse des endommagements de l'interface soumise à des sollicitations sous chargement variable et complexe est abordée. Tout d'abord une description analytique des cycles de fretting engendrés sous ce type de sollicitation est détaillée. Enfin des analyses morphologiques et énergétiques sont introduites dans le but de quantifier et distinguer les effets apportés par les différentes cinématiques.

Le *Chapitre IV* se focalise sur les comportements tribologiques des contacts en milieu aqueux. Dans un premier temps, le même contact qu'étudié précédemment a été utilisé et son comportement tribologique vis-à-vis des différents types de sollicitations est analysé (fretting-simple, variable et complexe). Suite à cette analyse, la question de phénomènes de tribocorrosion se produisant au sein de l'interface va être soulignée. Un deuxième axe porte alors sur l'évaluation de la synergie entre les processus mécaniques et la corrosion vis-à-vis de l'usure globale pour un contact simplifié. Ce chapitre se clôture par une discussion générale permettant d'amener quelques éléments de compréhension supplémentaires.

Enfin, le *Chapitre V* est dédié à la modélisation numérique de l'usure par éléments finis. Le code d'éléments finis utilisé sous Cast3m est partiellement décrit dans une première partie, puis une confrontation entre résultats numériques et expérimentaux est réalisée pour différents cas de chargement en solution.

Chapitre I Etude bibliographique

| | | |
|----------|--|----|
| I.1. | Introduction..... | 8 |
| I.2. | Définition et endommagements sous sollicitation de fretting..... | 9 |
| I.2.1. | Définition..... | 9 |
| I.2.2. | Paramètres associés au fretting..... | 10 |
| I.2.3. | Condition de glissement en fretting..... | 12 |
| I.2.4. | Critères énergétiques..... | 13 |
| I.2.5. | Coefficient de frottement..... | 14 |
| I.2.6. | Carte d'endommagement..... | 14 |
| I.3. | Principaux modes d'usure..... | 16 |
| I.3.1. | Usure adhésive..... | 17 |
| I.3.2. | Usure abrasive..... | 17 |
| I.3.2.1. | Abrasion à deux corps..... | 17 |
| I.3.2.2. | Abrasion à trois corps..... | 18 |
| I.3.3. | Usure érosive..... | 19 |
| I.3.4. | Les transformations tribologiques superficielles (TTS)..... | 19 |
| I.3.4.1. | La mécanosynthèse..... | 19 |
| I.3.4.2. | La recristallisation dynamique..... | 20 |
| I.3.4.3. | Approche énergétique..... | 21 |
| I.3.5. | Usure-corrosive ou tribochimique..... | 21 |
| I.4. | Modélisation de l'usure..... | 22 |
| I.4.1. | Modélisation quantitative de l'usure..... | 22 |
| I.4.1.1. | Loi d'Archard et puissance d'usure..... | 22 |
| I.4.1.2. | Approche énergétique..... | 24 |
| I.4.2. | Concept de troisième corps..... | 25 |
| I.4.3. | Modélisation numérique déterministe de l'usure par éléments finis..... | 26 |
| I.5. | Mécanismes de tribocorrosion dans les contacts glissants..... | 30 |
| I.5.1. | Mécanismes de tribocorrosion..... | 30 |
| I.5.1.1. | L'approche synergique..... | 30 |
| I.5.1.2. | Approche mécanique..... | 31 |
| I.5.2. | Etudes de l'usure relatives aux grappes de commandes..... | 32 |
| I.6. | Conclusion..... | 37 |

I.1. Introduction

En général, à une cinématique de contact sont associés un ou plusieurs modes d'usure. Ko [10] a proposé de relier les principaux mécanismes fondamentaux et les différents types d'usure aux cinématiques de contact (Figure I-1). Il existe des cas, où la distinction entre les modes d'endommagement et les mécanismes basiques est discutable. En effet, bien que Ko considère le fretting comme un type d'usure, nous préférons le classer comme une cinématique de glissement particulière.

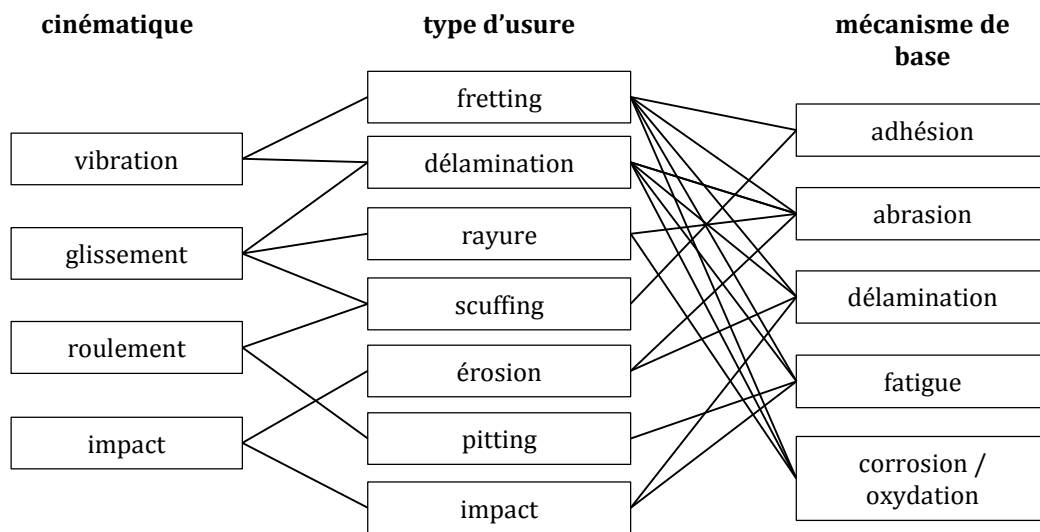


Figure I-1: Classification de l'usure selon Ko [10].

Dans un premier temps, ce chapitre aborde des généralités sur la cinématique de fretting avec entre autres, la définition du contact et des paramètres associés, ainsi que les endommagements liés à l'amplitude de glissement. Comme décrit par Ko, à chaque cinématique peut correspondre différents mécanismes d'usure. La deuxième partie décrit les mécanismes de base pouvant être induits par la cinématique de fretting. On retrouve alors les mécanismes d'usure adhésive, abrasive, mais encore les transformations tribologiques superficielles (TTS) ainsi que l'usure chimique. Enfin de nombreux auteurs se sont penchés sur la modélisation de l'usure en fonction du type de cinématique et de mécanisme rencontrés dans l'interface de contact. La troisième partie de ce chapitre est consacré à la description des modèles quantitatifs (comme la loi d'Archard et l'approche énergétique qui en découle), mais aussi il se focalise sur la modélisation numérique de type déterministe, qui permet notamment de prédire l'usure via un modèle éléments finis. Pour clore cette étude bibliographique, les phénomènes de tribocorrosion sont abordés dans une dernière partie avec notamment le développement de des différentes approches existantes. Enfin, les principaux résultats de travaux portant sur la tribocorrosion en milieu REP sont exposés.

I.2. Définition et endommagements sous sollicitation de fretting

Les notions de fretting et de glissement alterné sont utilisées pour décrire une situation dans laquelle deux surfaces en contact sont soumises à des déplacements oscillants. Différents types de glissement sont définis en fonction de l'amplitude de débattement δ^* et de la taille du contact hertzien a_H .

I.2.1. Définition

Le terme de *fretting* est utilisé pour définir un contact soumis à de faibles oscillations. Ces déplacements sont très faibles comparativement à la taille du contact. La distinction entre la sollicitation de fretting et la condition de glissement alternée (ou *reciprocating-sliding*) peut être définie en introduisant le ratio e tel que :

$$e = \frac{\delta^*}{a_H} \quad (I-1)$$

avec δ^* l'amplitude de glissement et a_H le rayon de contact hertzien. Dans le cas d'un contact élastique le rayon de contact a_H , aussi appelée aussi demi-largeur de contact, peut être déterminé à partir des équations provenant de la théorie de Hertz (1882). Ces équations dépendent des matériaux, de la géométrie de contact ainsi que des conditions de chargement.

La condition de fretting est alors abusivement attribuée à une valeur de e inférieure à 1, ce qui correspond à la situation où il existe systématiquement une zone au centre du contact non-exposée au milieu ambiant. On peut tracer cette frontière en fonction de la force normale P et de l'amplitude de débattement δ^* (Figure I-2).

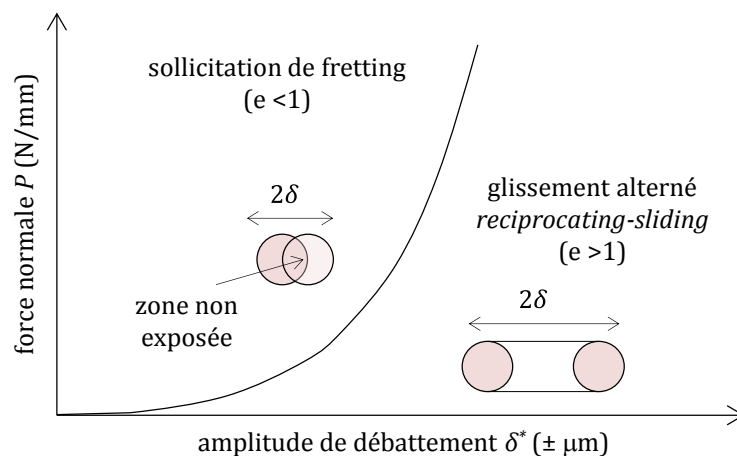


Figure I-2: définition du fretting par rapport au glissement alterné.

Cependant cette définition peut conduire à une surestimation de l'amplitude associée au fretting. Pour des contacts de plusieurs centimètres, l'amplitude associée à la transition entre le fretting et le *reciprocating-sliding* sera aussi de plusieurs centimètres. Varenberg *et al.* [11] ont proposé une autre définition en introduisant la notion de « *slip index* (δ_{index}) » (adimensionnel) :

$$\delta_{index} = A_d \times \frac{S_c}{P} \quad (I-2)$$

avec A_d l'amplitude totale de débattement imposée, S_c la pente du cycle de fretting due à l'élasticité et P l'effort normal appliqué (Figure I-3).

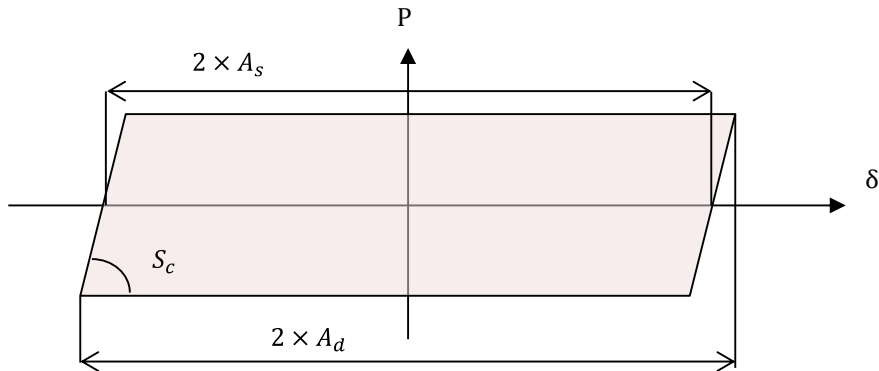


Figure I-3: Cycle de fretting et paramètres du « slip index » défini par Varenberg *et al.* [11].

Ainsi, si le « *slip index* » est supérieur à 11, le contact est dans le domaine du *reciprocating-sliding* et s'il est inférieur à 10 le contact se trouve dans le domaine du *fretting*. Cette définition du fretting est non plus basée sur l'amplitude du cycle de fretting mais plutôt sur la distribution locale du déplacement relatif. Varenberg considère alors que ce critère est utilisable quelle que soit l'échelle du contact. Dans les cas industriels pratiques, on a généralement une amplitude de transition vers le glissement alterné de l'ordre de la centaine de microns.

I.2.2. Paramètres associés au fretting

Il existe de nombreux paramètres associés au fretting, comme le cycle de fretting qui est défini comme la représentation du chargement tangential Q en fonction du déplacement δ (Figure I-4).

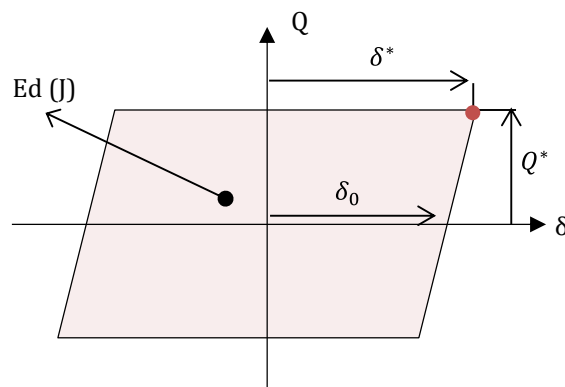


Figure I-4 : Cycle de fretting et paramètres associés.

Plusieurs paramètres observables peuvent être définis à partir d'un cycle de fretting. Ces paramètres permettent alors d'identifier intégralement les conditions de chargements imposées lors de ce cycle :

- *l'amplitude de débattement maximale δ^** , correspond à la demi amplitude imposée. Cependant cette valeur ne correspond pas exactement au déplacement relatif des deux corps en contact. En effet, il faut prendre en compte la déformation élastique du montage, déformation appelée complaisance.
- *l'ouverture de cycle δ_0* est définie comme étant la demi-amplitude pour une force tangentielle nulle ($Q=0$). Elle décrit le glissement réel entre les deux corps en contact et est indépendante de la souplesse du montage. Ce paramètre est asservi par le système de pilotage.
- *l'amplitude maximale de l'effort tangentiel Q^** représente l'effort tangentiel maximal transmis par le contact.
- *l'énergie dissipée E_d* par frottement pendant un cycle de fretting est représentée par l'aire du cycle de fretting (ou de la courbe d'hystérésis). Cette énergie dissipée E_d est définie par l'aire d'un cycle de fretting tel que :

$$Ed(i) = \int_{-\delta^*}^{+\delta^*} Q(\delta)d\delta \quad (I-3)$$

Si l'on somme cette énergie sur l'ensemble des cycles de fretting N effectués, l'énergie dissipée cumulée totale du système étudié est alors obtenue :

$$\Sigma Ed = \sum_{i=1}^N Ed(i) = \sum_{i=1}^N \int_{-\delta^*}^{+\delta^*} Q(\delta)d\delta \quad (I-4)$$

Dans le domaine de glissement total, on montre que l'énergie totale dissipée peut être approchée par les paramètres de chargement initiaux via la relation suivante :

$$Ed \approx 4 \times \mu \times N \times \delta_0 \times P \quad (I-5)$$

avec μ le coefficient de frottement, N le nombre de cycles de fretting, δ_0 l'ouverture de cycle et P la force normale appliquée sur le contact.

I.2.3. Condition de glissement en fretting

La Figure I-5 exprime l'amplitude de la force tangentielle Q^* en fonction de l'amplitude de débattement δ^* . L'évolution de la force tangentielle est à l'origine de la présence de deux régimes de glissement majeurs en fretting : le glissement partiel et le glissement total.

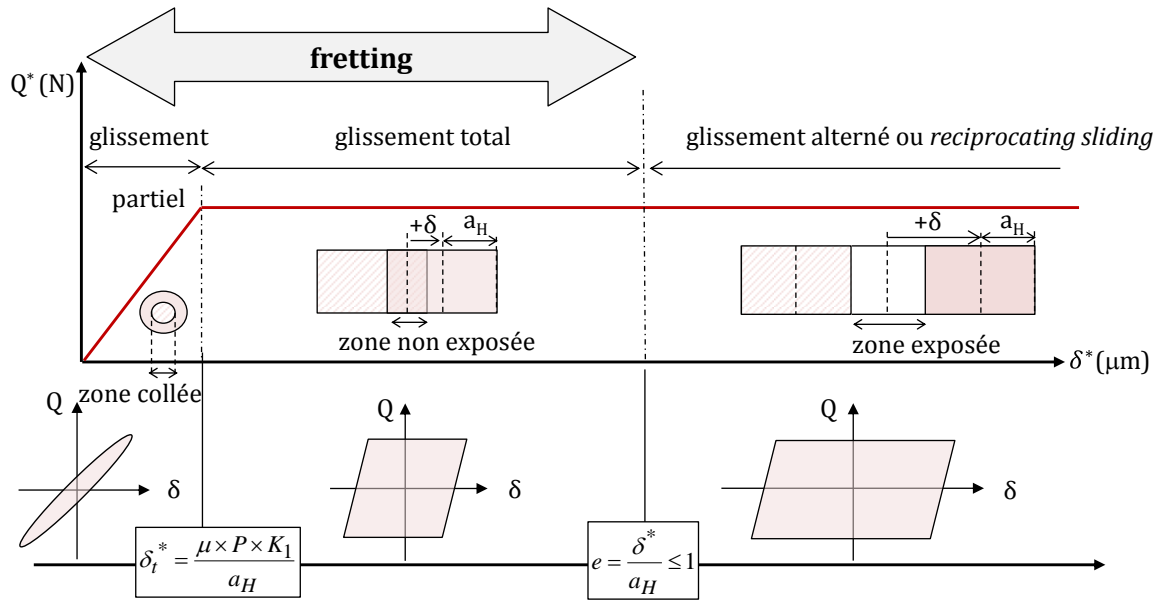


Figure I-5 : Condition de glissement : fretting en glissement partiel et en glissement total, et *reciprocating-sliding* ou glissement alterné.

Le *glissement partiel* est établi lorsque l'amplitude de débattement est inférieure à une amplitude seuil, dite de transition δ_t^* . Le contact est alors caractérisé par une zone centrale collée et une zone en périphérie qui, elle, est glissante. Plus l'amplitude de glissement dans ce régime est élevée, plus les zones glissantes s'agrandissent et moins la zone collée centrale est importante. Dans le cas d'un contact élastique, le cycle de fretting dans le plan force tangentielle – déplacement présente une forme elliptique. On retiendra qu'en régime de glissement partiel le rapport entre l'amplitude de la force tangentielle Q^* et de la force normale P ne peut pas être défini comme le coefficient de frottement ($\mu \neq Q^*/P$) puisque le chargement tangentiel n'est autre que le résultat du frottement dans les zones en glissement mais aussi de l'accommodation élastique au niveau des zones collées.

Si l'amplitude est supérieure à l'amplitude à la transition δ_t^* la condition de *glissement total* est activée. Le cycle de fretting dans le plan force tangentielle-déplacement présente une forme trapézoïdale. Dans ce cas, l'amplitude de la force tangentielle est indépendante de l'amplitude de déplacement. Qui plus est, le coefficient de frottement peut être classiquement défini comme étant le rapport entre l'amplitude de la force tangentielle et la force normale appliquée.

Dans le cas d'amplitude de glissement encore plus élevée, on retrouve le domaine du *reciprocating-sliding* ou *glissement alterné*. Dans ce régime, tout le contact est exposé à un moment donné au milieu ambiant. Le cycle de fretting dans le plan force tangentielle-déplacement présente lui aussi une forme trapézoïdale mais plus élancée en comparaison au domaine de glissement total.

I.2.4. Critères énergétiques

Comme on l'a vu précédemment, une forme elliptique est traditionnellement associée au glissement partiel alors qu'une hystérésis ouverte est associée à une condition de glissement total. Cette description qualitative reste cependant ambiguë et subjective, en particulier au voisinage de la transition glissement partiel/glissement total. Fouvry [12] a alors proposé trois critères quantitatifs de transition établis à partir du formalisme de Mindlin pour un contact sphère/plan élastique (Figure I-6).

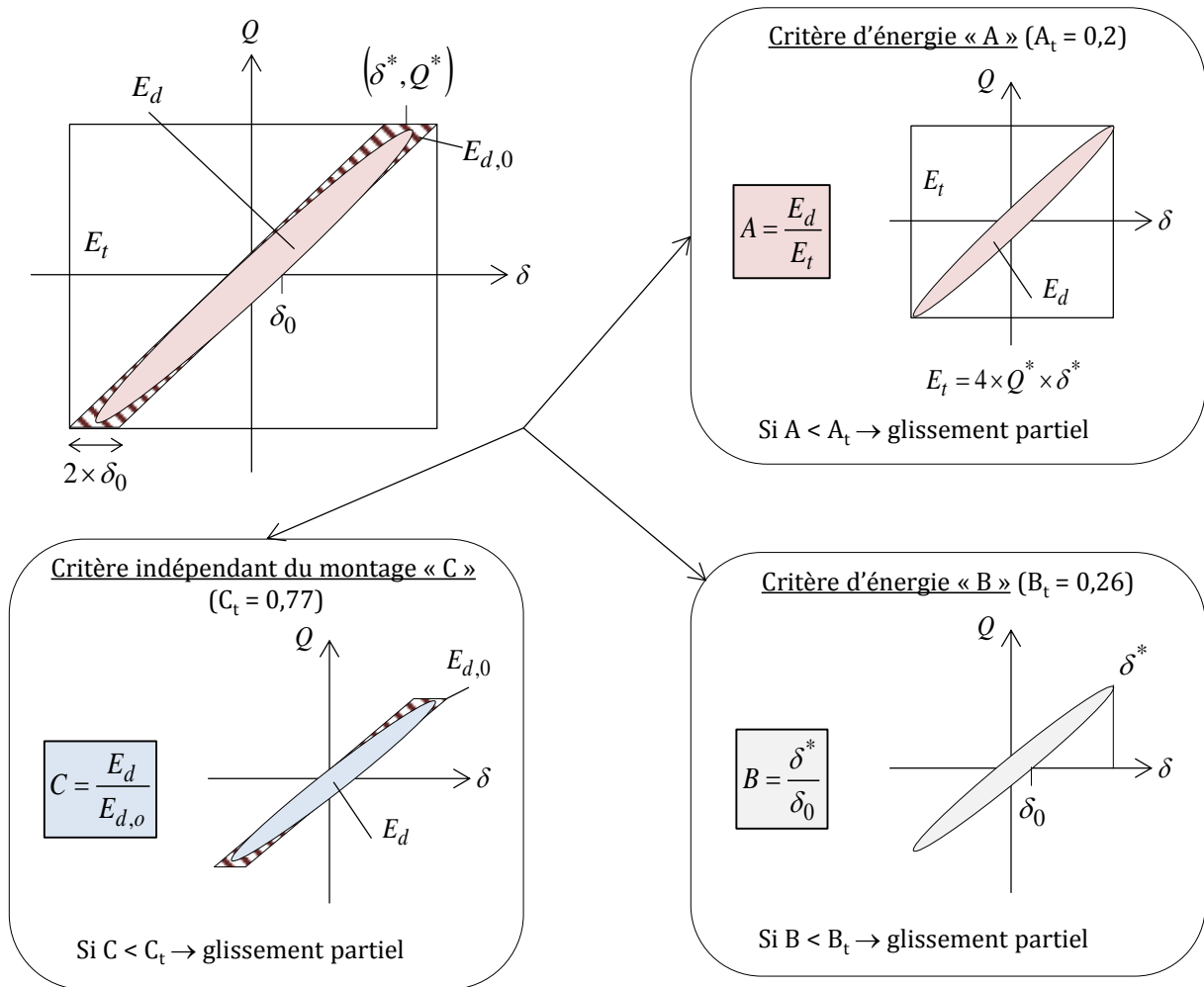


Figure I-6: Critères de transition de glissement : critère d'énergie « A », critère d'ouverture de cycle « B » et critère indépendant du montage « C » [12].

Le critère d'énergie « A » et le critère d'ouverture de cycle « B » fonction de l'amplitude δ^* dépendent de la complaisance du montage mais présentent toutefois une grande stabilité en termes de détermination de la transition de glissement. Le critère « C » est quant à lui indépendant du montage mais implique un appareillage de fretting très performant en raison de la faible différence entre les valeurs d' $E_{d,0}$ et d' E_d . Afin de déterminer le régime de glissement dans lequel se situe le contact, il suffit de comparer les coefficients A, B et C aux constantes A_t (0,2), B_t (0,26) et C_t (0,77) définies pour une géométrie sphère/plan indépendamment du matériau et du rayon de la sphère.

I.2.5. Coefficient de frottement

Le comportement tribologique n'est pas une propriété intrinsèque des matériaux mais dépend de nombreux paramètres du système tribologique (corps, environnement...), des caractéristiques tribologiques (coefficient de frottement, taux d'usure) ainsi que des variables opératoires (chargement, vitesse, température...). De manière générale le coefficient de frottement μ est donné comme étant le rapport de la force tangentielle maximale Q et de la force normale P appliqué lors du frottement. On distingue également le coefficient de frottement statique μ_s , valeur que l'on doit dépasser pour mettre en mouvement un corps, du coefficient dynamique μ_d utilisé lorsque le mouvement est déjà initié.

Enfin de la même manière qui avait été utilisée pour déterminer l'énergie dissipée via l'équation (I-4), le coefficient énergétique de frottement μ_e peut être lui aussi déterminé à partir des cycles de fretting par la relation suivante :

$$\mu_e = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{1}{4} \times \frac{Ed(i)}{\delta_0(i) \times P(i)} \quad (I-6)$$

Le coefficient de frottement μ est donc un indicateur pouvant être relié à plusieurs notions différentes et dépend de nombreux paramètres matériaux, géométriques (rugosité des surfaces frottante) mais aussi environnementaux. Il s'agit donc d'un élément clé des systèmes mécaniques puisque dans de nombreuses situations il permet la mise en marche ou non du système mécanique.

I.2.6. Carte d'endommagement

Suivant le domaine de glissement dans lequel ils se situent, les matériaux répondent différemment aux sollicitations. Cette réponse est en partie traduite par l'allure des cycles de glissement qui est complètement différente d'une situation à l'autre. L'analyse de ces cycles de fretting permet entre autre d'obtenir des informations sur les conditions de frottement et d'usure des surfaces en contact.

Dans le cas du glissement partiel (cycle d'allure elliptique), l'interface implique une zone collée qui ne permet qu'une faible dissipation de l'énergie. L'endommagement par usure n'est donc pas primordial dans ce régime mais sera issu de l'amorçage et de la propagation de fissure. En revanche, dans le régime de glissement total et *reciprocating-sliding* (cycle d'allure quadratique), la forte dissipation énergétique induit la création de débris et engendre une usure significative. Pour finir un troisième régime, le régime mixte, est mis en évidence entre les deux régimes précédents. Dans ce régime, l'endommagement par fissuration et l'endommagement par usure se trouvent être en compétition l'un par rapport à l'autre. Afin de mieux visualiser la répartition des différents modes d'endommagement (fissure/usure), des cartes de sollicitations et de réponses du matériau ont été mises en place (Figure I-7) [13].

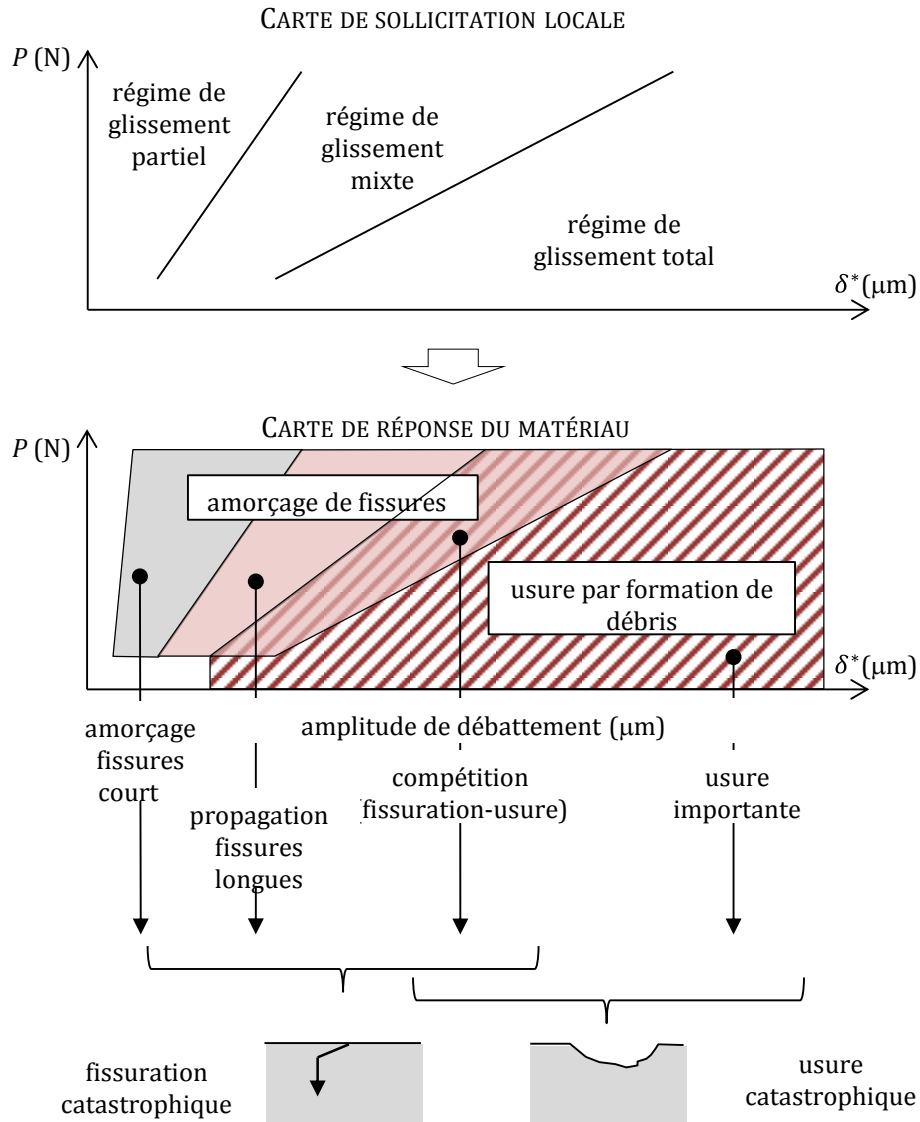


Figure I-7: Approche des cartes de fretting: cartes de sollicitations locales et carte de réponse du matériau [13].

Pour marquer la transition entre le régime de glissement partiel et le régime de glissement total dans le cas d'un contact sphère/plan, Vingsbo et Söderberg [14] ont introduit le concept de carte de fretting. La première carte (carte de sollicitation locale) dissocie les trois régimes de glissement (partiel/mixte/total) en fonction de la force normale et de l'amplitude de débattement. La seconde carte correspond à la carte de réponse du matériau dans le même système de coordonnées. Elle définit les endommagements classiquement observés en fretting tels que la fissuration et l'usure. Cette carte est tracée pour un nombre de cycles donné étant donné que les limites des domaines peuvent varier avec le temps (accommodation des surfaces, plasticité, etc...).

I.3. Principaux modes d'usure

Lorsque deux surfaces en contact sont frottées l'une contre l'autre, on observe un phénomène de dissipation d'énergie, qui peut par exemple se traduire sous forme de chaleur. Cette dissipation est possiblement aussi le résultat de divers phénomènes d'endommagement tels que la plasticité et les fissurations, qui mènent à la création de débris au sein du contact. Ces derniers sont transformés, broyés puis éjectés, laissant place à l'usure des surfaces. L'usure d'un matériau est appréhendée par une approche multiphysique car elle dépend de plusieurs variables, allant du matériau à la mécanique du contact en passant par l'environnement. Différents mécanismes d'usure sont observés tels que l'usure adhésive, l'usure abrasive, etc... Eyre puis Rabinowicz ont chiffré sur une certaine durée l'importance relative des différents mécanismes dans les cas d'usure répertoriés sur les métaux ([15], [16])(Tableau I-1).

| Type d'usure | Selon Eyre | Selon Rabinowicz |
|--|------------|------------------|
| Usure adhésive (+usure par petits débattements) | 23 % | 45 % |
| Usure abrasive (+usure par érosion) | 58 % | 36 % |
| Usure-corrosion | 5 % | 4 % |
| Usure par fatigue de surface | 14 % | 15 % |

Tableau I-1 – Importance relative des différentes formes d'usure [16].

Pour les deux auteurs il semble que les usures d'origines adhésives et abrasives soient les plus fréquentes. Selon eux, seulement 5 % des problèmes d'usure sont dus aux phénomènes d'usure-corrosion. Cependant il est intéressant de noter ici que les faciès d'usure observés expérimentalement présentent souvent des caractéristiques mixtes, et qu'il n'est donc pas toujours évident de déterminer quelle forme d'usure prédomine au sein de l'interface.

I.3.1. Usure adhésive

Lorsque les aspérités de deux corps sont mises en contact et subissent un mouvement relatif l'un par rapport à l'autre, l'énergie thermique et l'écoulement plastique qui en découlent peuvent engendrer une soudure entre ces dernières et créer une liaison adhésive (Figure I-8).

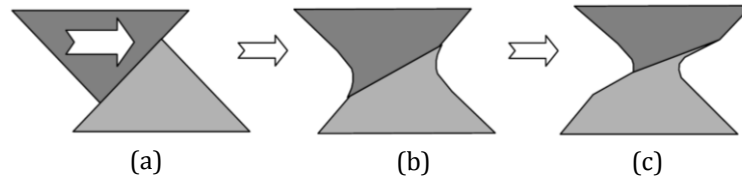


Figure I-8 : Modèle de déformation plastique dans le contact entre aspérités [17].

Le cisaillement dû au déplacement entre les surfaces va induire la rupture de cette jonction et entraîner des phénomènes de transfert, de très forts coefficients de frottement ainsi que l'usure des surfaces [18].

I.3.2. Usure abrasive

L'usure abrasive est due au frottement par exemple d'un corps dur qui déforme plastiquement un corps plus mou, avec ou sans arrachement de matière. On observe alors un phénomène de « labourage » des surfaces du corps mou qui, par déformations plastiques, génère des micros-débris. On distingue deux types d'abrasion en fonction du processus d'éjection et de la nature des débris présents dans le contact [19].

I.3.2.1. Abrasion à deux corps

L'usure abrasive à deux corps (Figure I-9) est un processus d'usure par déplacement et/ou enlèvement de matière de la surface frottante d'une pièce mécanique sous l'action d'aspérités dures.

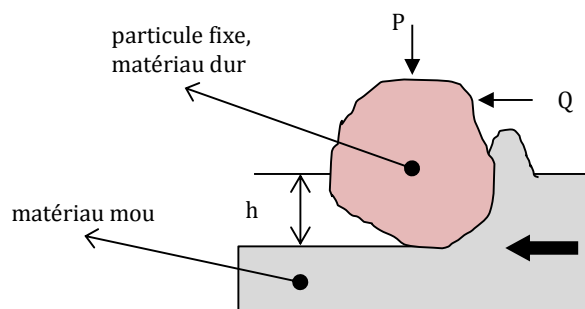


Figure I-9 : Abrasion à deux corps.

Les aspérités d'un corps dur déforment plastiquement, avec ou sans enlèvement de matière, un corps plus mou. Les aspérités du corps le plus dur endommagent par frottement le corps le plus tendre. Les principales conséquences de ce phénomène sont la création de sillons (pas d'enlèvement de matière, déformation plastique importante), et/ou la création de copeaux (enlèvement de matière : usure abrasive par coupe). Pour limiter ce type d'usure, il est possible de jouer sur la rugosité des deux surfaces antagonistes, mais aussi minimiser le différentiel de dureté des surfaces en contact.

I.3.2.2. Abrasion à trois corps

L'abrasion à trois corps intervient lorsque les particules sont libres de rouler ou de glisser par rapport à une ou deux surfaces. On distingue deux types d'abrasion à trois corps : l'abrasion à trois corps fermée et l'abrasion à trois corps ouverte (Figure I-10).

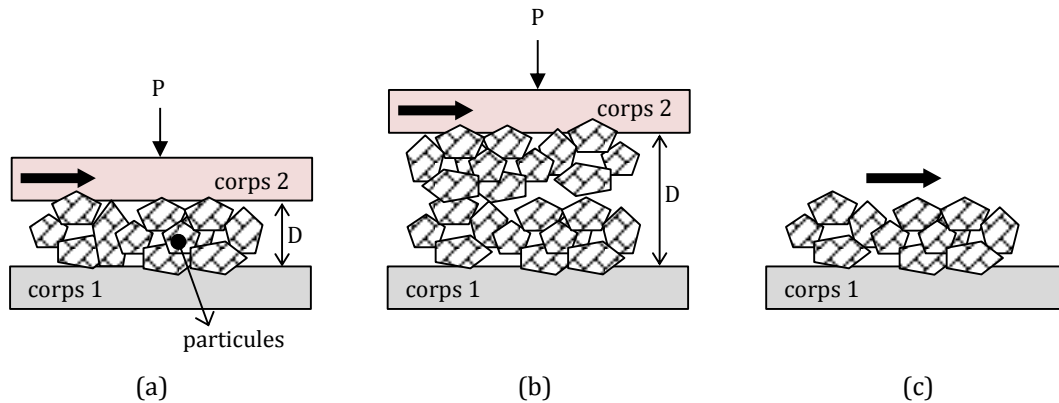


Figure I-10 : Abrasion à trois corps fermée : (a) $D < D_{max\ grain}$, (b) $D > D_{max\ grain}$ et (c) abrasion à trois corps ouverte.

L'usure abrasive à trois corps fermée est générée lorsqu'on frotte deux surfaces avec interposition d'abrasifs libres. Deux cas sont alors distingués.

- Dans le premier cas la distance entre les surfaces est du même ordre de grandeur que la dimension des grains abrasifs (à savoir $D \leq D_{max\ grain}$, Figure I-10-a). Les deux surfaces sont également exposées à l'abrasion et le comportement de chaque surface réagit sur l'autre. L'incrustation de particules dures dans une surface tendre ou leur imbrication dans une surface dure écaillée peut transformer le processus en une abrasion à deux corps. Le phénomène de broyage peut aussi être observé avec ses effets secondaires sur la sollicitation : élimination des arêtes vives, ou au contraire, formation de nouvelles arêtes actives selon la sollicitation et le mode de fragmentation du grain. Dans cette configuration, les deux surfaces subissent immédiatement les chocs éventuels qui peuvent les détériorer de façon importante si le granulat est dur et peu fragile.
- Dans le second cas, la distance entre les surfaces est supérieure à la dimension des grains ($D > D_{max\ grain}$, Figure I-10-b). Les propriétés mécaniques d'une surface n'ont plus d'incidence directe sur l'autre, l'abrasion ne peut être localisée que sur une seule des surfaces. Le comportement rhéologique du corps à l'interface devient alors prépondérant. Pour limiter l'usure abrasive à trois corps fermée, il faudrait protéger les mécanismes des particules pouvant venir de l'extérieur, ou bien optimiser les systèmes de filtration du lubrifiant dans le cas d'un contact lubrifié, ou encore empêcher l'apparition d'un mode d'usure primaire pouvant générer des débris d'usure, qui une fois oxydés peuvent devenir très abrasifs.

Enfin, si une seule surface intervient dans le processus de frottement on parle alors d'usure abrasive à trois corps ouverte (Figure I-10-c). Ce type de configuration est souvent rencontré dans le cas de matériaux granulaires en contact avec un solide.

Pour finir, l'usure abrasive est aussi fonction de l'angle d'attaque de la particule abrasive sur la surface et des propriétés intrinsèques des matériaux [18]. D'après Zum Gahr [20], le microlabourage est

caractéristique des matériaux ductiles. Aussi, d'autres études ont conclu qu'à partir d'une certaine distance de glissement, le taux d'usure correspondant à l'abrasion ne variait plus [21].

Afin de limiter les phénomènes d'abrasion, et de prolonger la durée de vie d'un contact vis-à-vis de ce phénomène, il est intéressant d'augmenter la dureté des surfaces et d'en limiter la rugosité, de limiter les déformations plastiques, ou encore de les protéger avec un film.

I.3.3. Usure érosive

Le phénomène d'usure érosive résulte de l'action de particules solides entraînées par un fluide. Trois mécanismes différents sont susceptibles d'intervenir lors de l'érosion : l'abrasion, la fatigue de surface et la rupture. Ce phénomène est dépendant de plusieurs paramètres intrinsèques du matériau tels que la dureté de la matière, la forme des particules ainsi que la nature du matériau qui est dégradé ; mais aussi de la vitesse d'impact des particules [18], [22]. De façon générale, on obtient un faciès semblable à celui représenté en Figure I-11.

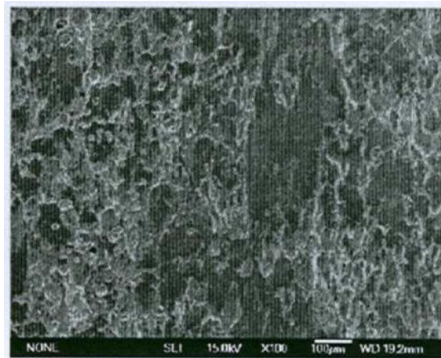


Figure I-11 : Faciès caractéristiques obtenus par érosion (AISI 304L) [23].

Dans le cas des matériaux ductiles, Sundararajan [24] a étudié l'influence des angles d'impact, de la vitesse d'impact, de la forme des particules et des propriétés des matériaux sur les déformations plastiques sous les surfaces érodées à différentes températures. Il en ressort que le taux d'érosion semble être parfaitement lié aux déformations plastiques créées.

I.3.4. Les transformations tribologiques superficielles (TTS)

Les transformations des couches superficielles induites par les sollicitations tribologiques modifient le comportement et les propriétés initiales des matériaux en contact. De nombreux auteurs utilisant des aciers inoxydables se sont confrontés à ce phénomène ([25]–[30]). On distingue dans la littérature trois approches différentes pour décrire le principe des transformations tribologiques superficielles (TTS) : la mécanosynthèse (Rigney [31]), un modèle basé sur la recristallisation dynamique (Blanchard [32]) et enfin un modèle utilisant une approche énergétique pour caractériser ce phénomène (Sauger ([33], [34])).

I.3.4.1. La mécanosynthèse

Rigney [31] propose une approche basée sur le phénomène de mécanosynthèse dans la couche superficielle des matériaux en contact. D'après lui, les cisaillements locaux sont responsables des déformations plastiques au voisinage de la surface, ce qui engendre d'importantes transformations au sein du matériau (mécanosynthèse). Ces dernières produisent des particules de transfert qui sont, à leur tour, déformées et mélangées avec la matière de l'antagoniste et/ou des composés de l'atmosphère de contact,

afin de constituer une couche qu'il appelle « *mechanically mixed layer* » ou encore « *transfer layer* ». Le mécanisme de formation de cette couche superficielle s'apparente, selon cet auteur, à un phénomène de « *mechanical alloying* ». Cette couche donne ensuite naissance à des débris d'épaisseur relativement uniforme (« *flake-type debris* »), selon des phénomènes qui s'apparentent à du délaminage.

I.3.4.2. La recristallisation dynamique

Blanchard [32] a développé une approche basée sur un phénomène de recristallisation dynamique dû aux fortes déformations plastiques (Figure I-12).

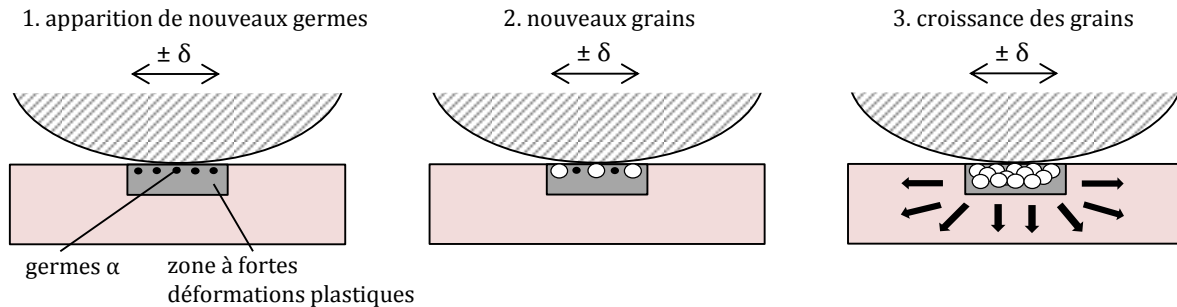


Figure I-12 : Modèle d'initiation de formation des TTS selon Blanchard [32].

Etudiant un alliage de titane, il suggère que l'accroissement de la zone TTS se produit à partir de la surface et se décompose en trois phases distinctes.

- Dans un premier temps a lieu la *phase de germination* (1), où il y a apparition de nouveaux germes α lorsqu'une densité locale critique est atteinte. Dans le cadre d'une étude portant sur la martensite induite par déformation plastique, Staudhammer *et al.* [35] ont montré la genèse d'embryons de martensite à l'intersection de « bandes de cisaillement » microscopiques dans un acier inox de type 304.
- Ensuite, vient la *phase de croissance* (2) où il y a germination avec ségrégation des éléments d'alliages aux joints de grains. Il y a alors création d'une nouvelle phase dans le matériau et une insolubilité des éléments d'alliages dans cette phase, d'où l'observation d'une migration aux frontières des grains. La stabilisation de la taille des nouveaux grains a lieu lorsqu'une quantité suffisante d'éléments d'alliages est présente aux joints : la progression est alors stoppée.
- Enfin, on assiste à la *reprise de la germination à la nouvelle interface* (3) : de nouveaux grains prennent à partir du front formé par les petits grains apparus.

Cette explication en trois phases pourrait ainsi expliquer l'aspect lamellaire de la TTS, qui serait donc dû à la succession des fronts de transformation. Cette approche peut aussi expliquer le fait que la TTS a la même composition chimique que le matériau de base. D'autres observations ont par ailleurs montré la présence d'une transition nette entre les TTS et le matériau d'origine, correspondant à la profondeur en dessous de laquelle les déformations plastiques ne sont plus suffisantes pour provoquer la recristallisation. Enfin, il a observé que la taille des nanograins formant la TTS est très homogène et que cette dernière était fonction de la dureté mesurée : les grains les plus fins se trouveront à la limite de la zone TTS et de la zone non transformée.

I.3.4.3. Approche énergétique

Sauger [33] a lui, proposé une approche énergétique pour formaliser le processus de recristallisation. Pour cela, il a utilisé un contact sphère (acier 100C6) / plan (acier 35NCD16), ainsi que des chargements normaux allant de 100 à 1000 N et des amplitudes de fretting allant de $\delta_0^* = \pm 2 \mu\text{m}$ à $\pm 200 \mu\text{m}$. Il a analysé la formation des TTS induites par des sollicitations de fretting, en considérant le travail de la contrainte ainsi que les mécanismes de dissipation d'énergie générés dans le contact. Il a ainsi observé un lien entre la profondeur z_{TTS} de zone de TTS ou la profondeur totale z_{TOT} , et l'énergie locale maximale cumulée, appelée énergie du seuil d'activation d'usure E_{dth} . Cette énergie transforme la surface du matériau et engendre ainsi une couche formée de TTS qui a la particularité d'être dure et fragile. Ces propriétés conduisent par la suite à la formation et au détachement des particules [36] (Figure I-13).

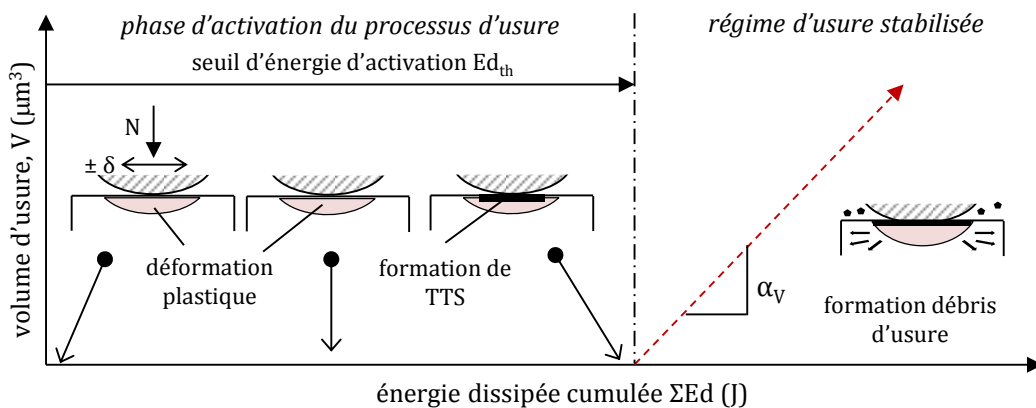


Figure I-13 : Définition de l'énergie du seuil d'activation.

Sauger [33] a mis en évidence trois phases.

- La première phase est une *phase initiale* où z_{TOT} et z_{TTS} restent faibles (de l'ordre de quelques μm). Cette phase peut être interprétée comme une étape nécessaire d'accumulation de déformations plastiques.
- Puis, vient une *phase de formation rapide de TTS*, la profondeur des z_{TTS} passe alors de quelques μm à environ $40 \mu\text{m}$.
- Enfin la phase finale est la *phase de « formation-dégradation »*. Une partie de l'énergie dissipée est employée pour dégrader la TTS et former des débris qui seront éjectés. L'autre partie permet la formation d'une nouvelle TTS qui stabilise l'épaisseur totale de la couche.

Concernant la composition et la structure de la TTS, Sauger [33] a montré que la structure était de type nanocristalline correspondant à la composition chimique du matériau initial, ce dernier ayant subi une transformation de façon à atteindre systématiquement l'état stable à température ambiante. Ainsi la formation de la TTS pourrait être liée à une déformation plastique cumulative critique associée à un seuil énergétique spécifique E_{dth} .

I.3.5. Usure-corrosive ou tribochimique

L'usure-corrosion ou tribocorrosion est liée aux réactions de surface qui se produisent en environnement corrosif. La corrosion du métal favorisée par les contacts, peut provoquer une perte de matière. Ce phénomène est détaillé dans la dernière partie de ce chapitre (*cf.* section I.5).

I.4. Modélisation de l'usure

On distingue différentes catégories de modélisation de l'usure. Le premier axe de cette section présente des exemples de modélisations quantitatives de l'usure qui sont liées à l'expérimental, le deuxième étant axé sur les principes d'une modélisation numérique de type déterministe des phénomènes d'usure.

I.4.1. Modélisation quantitative de l'usure

Meng et Ludema [37] ont réalisé en 1995 une étude bibliographique basée sur l'analyse de 5 446 articles issus du journal *Wear* ou des actes de la conférence *Wear of Materials*. Ils ont dénombré 182 équations d'usure et 652 noms de variables. Les modèles empiriques présentent en moyenne 4,8 variables alors que les modèles fondés sur des mécanismes en comptent en moyenne 8,9. Dans cette partie sont développées la relation entre l'expression de la loi d'Archard et la puissance d'usure qui sont largement utilisées dans le domaine du nucléaire, ainsi que l'approche énergétique utilisée dans l'étude de l'usure sous sollicitation de fretting.

I.4.1.1. Loi d'Archard et puissance d'usure

En 1953, Archard [38] a établi expérimentalement une relation permettant d'estimer, pour un contact pion-disque, le volume du matériau usé V dans le cas d'un contact glissant à vitesse constante et pour des matériaux de duretés très différentes. Une des hypothèses avancée dans ce modèle, est que la hauteur des rugosités est invariable ainsi que l'aire réelle de contact A_r . Si une particule d'usure est enlevée lors de chaque contact entre les aspérités, alors le volume totalisé V est proportionnel à l'aire de réelle de contact et à la distance parcourue D lors du glissement.

Nous allons reprendre ici l'explication de la loi d'Archard telle qu'elle est faite dans le livre de référence de Hutchings (1992) [39], pour de l'usure en glissement. Le contact entre deux surfaces se fait par leurs aspérités comme l'illustre la Figure I-14.

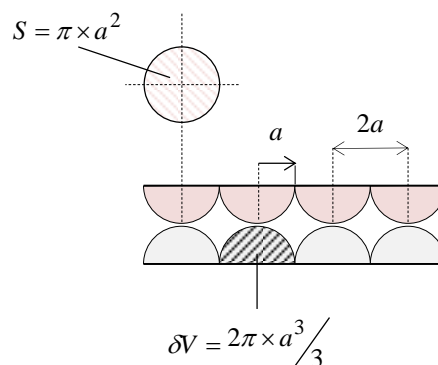


Figure I-14 : Illustration des aspérités de contact.

Considérons d'abord une seule aspérité donc la surface de contact est circulaire de rayon a . La force locale normale δF_n vue par l'aspérité est :

$$\delta F_n = \sigma_0 \times S = \sigma_0 \times \pi \times a^2 \quad (I-7)$$

avec σ_0 la limite élastique car l'aspérité d'un métal est considérée en déformation plastique et S la surface projetée de l'aspérité. La limite élastique peut être prise comme égale à la dureté H ($\sigma_0 \approx H$) car ces deux grandeurs sont du même ordre¹. Le volume d'un débris d'usure δV est un hémisphère de rayon a ($\delta V = 2 \times \pi \times a^3 / 3$) détaché de l'aspérité lors du glissement sur une distance de $2a$. Ce détachement de débris se fait seulement pour une fraction des contacts entre aspérités, d'où le volume usé par unité de longueur δW :

$$\delta W = k' \times \frac{2\pi a^3 / 3}{2a} = k' \times \frac{\delta F_N}{3\sigma_0} \approx k' \times \frac{\delta F_n}{3H} \quad (I-8)$$

avec k' une constante qui peut être assimilée à une probabilité de détachement de débris ($0 < k' < 1$). En intégrant sur toutes les aspérités et en posant $k = k'/3$, on obtient :

$$W = k \times \frac{F_n}{H} \quad (I-9)$$

ou encore en posant V le volume usé et D la distance glissée :

$$V = \frac{k}{H} \times F_n \times D \quad (I-10)$$

Enfin, en posant $K_{Archard} = k/H$, qui a pour dimension l'inverse d'une pression, et qui est connu sous le nom de coefficient d'usure d'Archard, on en déduit l'expression classique, $V = K_{Archard} \times F_n \times D$, qui stipule que le volume d'usure est proportionnel au produit de la distance de glissement par la force normale. Il faut cependant utiliser ces lois avec précaution. En effet la description physique du processus est assez simpliste et est basée sur une première interprétation d'expérimentation, et ceci n'est donc pas suffisant pour un objectif prédictif de la réalité.

Dans le domaine des vibrations, la loi d'Archard est souvent présentée sous une forme légèrement différente basée sur le concept de « puissance d'usure ». En effet, il est possible de réécrire l'équation (I-10) en remplaçant la longueur glissée D par le produit de la vitesse de glissement v_g par le temps t . On obtient alors l'expression suivante :

$$V = K_{Archard} \times F_n \times v_g \times t \quad (I-11)$$

On appelle alors puissance d'usure normale le produit :

$$P_n = F_n \times v_g \quad (I-12)$$

et l'usure par unité de temps, $v(t)$ peut s'écrire :

$$v(t) = K_{Archard} \times P_n(t) \quad (I-13)$$

¹ Il s'agit bien d'une approximation. En effet, en 1951, Tabor [144] montrait via une approche dureté – surface – mécanique que $H \approx 2,8 \sigma_0$.

La loi exprimée en (I-11) traduit la proportionnalité entre la puissance d'usure (mesurée expérimentalement) et le taux d'usure observé. Lors de mouvements plus complexes qu'un simple glissement, il est possible d'extrapoler cette loi en calculant en fin d'essai le travail d'usure normal :

$$E_n = \int_0^{t_f} P_n(t) dt \quad (I-14)$$

La comparaison entre les usures de différents couples de matériaux est alors souvent caractérisée par les coefficients $K = V/E$. Frick *et al.* [40] ont été les premiers à introduire cette loi dans le domaine du nucléaire. Elle reste encore la méthode la plus utilisée aujourd'hui pour modéliser les cinétiques d'usure, bien que sa validité soit médiocre. En effet, dans la pratique les valeurs obtenues diffèrent souvent d'un simulateur à l'autre. Ceci peut être expliqué par de nombreuses raisons. Par exemple la loi ne tient pas compte du type de sollicitation exact auquel sont soumis les matériaux en contact, ni de la fréquence de passage en un point qui peut tenir un rôle important en milieu corrosif, ni même des phénomènes de rodage initiaux ou des phénomènes de fatigue qui peuvent apparaître dans l'interface après une certaine durée.

I.4.1.2. Approche énergétique

Mohrbacher a développé le concept d'énergie dissipée totale dans l'interface [41]. Par la suite, d'autres travaux ([13], [42], [43]) sur l'usure par fretting ont conclu que le processus d'usure peut être lié à l'énergie dissipée cumulée de frottement (ΣEd) dans le contact, ce qui correspond au travail de cisaillement tangentiel dissipé dans l'interface. Une relation linéaire entre le volume usé total V et l'énergie dissipée cumulée ΣEd est habituellement observée :

$$V = \alpha \times \Sigma Ed \quad (I-15)$$

avec α le coefficient énergétique d'usure. On remarquera que la démarche énergétique est équivalente au modèle d'Archard si le coefficient de frottement est constant. De plus, une formulation locale de l'approche énergétique a été introduite de façon à prédire la cinétique de la profondeur d'usure et à évaluer la durée de vie du système [13] :

$$h(x) = \alpha \times \sum_{i=1}^N \varphi(x)_i \quad (I-16)$$

avec : $h(x)$ la profondeur d'usure à la position x , $\sum_{i=1}^N \varphi(x)_i$ la densité d'énergie de frottement dissipée cumulée à la position x du contact, $\varphi(x)_i$ la densité d'énergie de frottement dissipée par cycle de fretting à la position x du contact pour le cycle i , N le nombre de cycles et α le coefficient énergétique d'usure.

I.4.2. Concept de troisième corps

Le 3^{ème} corps est formé par accumulation dans le contact des particules détachées du premier et du deuxième corps lors du frottement. Il sépare le premier du deuxième corps et détermine la poursuite du processus d'usure ainsi que le comportement au frottement. Ce concept a d'abord été introduit par Godet dès les années 70 ([44], [45]) à travers la notion d'interface. Dans le cas de la lubrification (fluide), un milieu à l'interface est intercalé entre les deux solides en contacts (généralement appelés les deux « premiers corps »). Ce fluide est essentiellement artificiel, comme un film d'huile ou de graisse. Ce troisième corps (fluide ou solide) a trois fonctions :

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

Le troisième corps peut aussi éventuellement permettre l'évacuation de la chaleur et empêcher par exemple l'oxydation des surfaces. Cependant, un troisième corps solide présente un certain nombre de particularités par rapport aux systèmes fluides : la « lubrification solide » est très sensible aux aspects d'oxydation et d'humidité, mais peut tout aussi bien former un film protecteur - film alors composé à partir de la compaction de particules provenant des deux premiers corps - contre l'usure des surfaces aux hautes températures (notion de « *glaze layer* »).

Par la suite, Berthier ([46], [47]) a mis en place le concept de « circuit tribologique » où l'usure n'est plus représentée par une masse perdue par les matériaux premiers corps mais par la fuite des particules hors du contact, qui deviennent alors des particules d'usure. Dans ce même esprit, Fillot ([48], [49]) a étudié séparément les évolutions du débit source (détachement de particules) et du débit d'usure (éjection des particules hors du contact) en fonction de la quantité de troisième corps à l'interface. Il a alors montré une relation inversement proportionnelle entre le débit source Q_g et la quantité M_i de troisième corps qui circule dans le contact, ainsi qu'une relation linéaire entre le débit d'usure Q_e et la quantité M_i (Figure I-15).

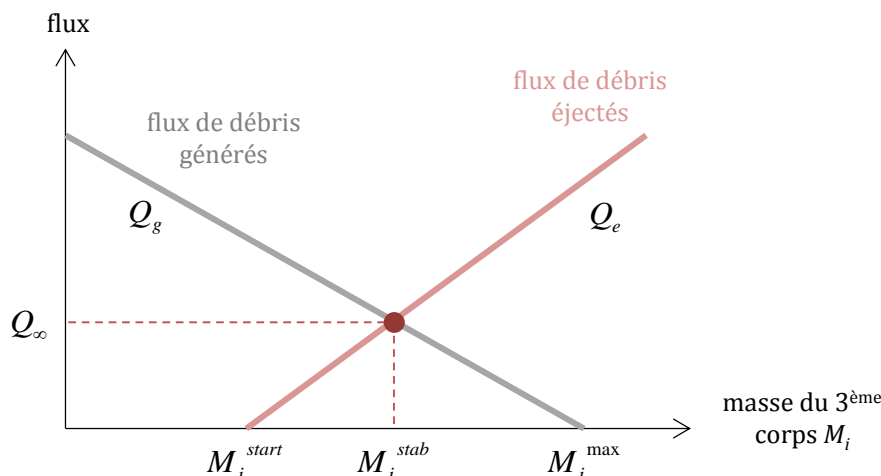


Figure I-15 : Compétition entre flux de débris générés et éjectés en fonction de la masse M_i de troisième corps selon Fillot et Berthier [48].

Le concept de troisième corps introduit par Godet fut aussi repris par Landolt *et al.* [50] en l'appliquant à la situation plus complexe d'un métal passivable en frottement contre un corps inerte. Le

modèle proposé en Figure I-16, propose une interprétation des essais de tribocorrosion contrôlés électrochimiquement.

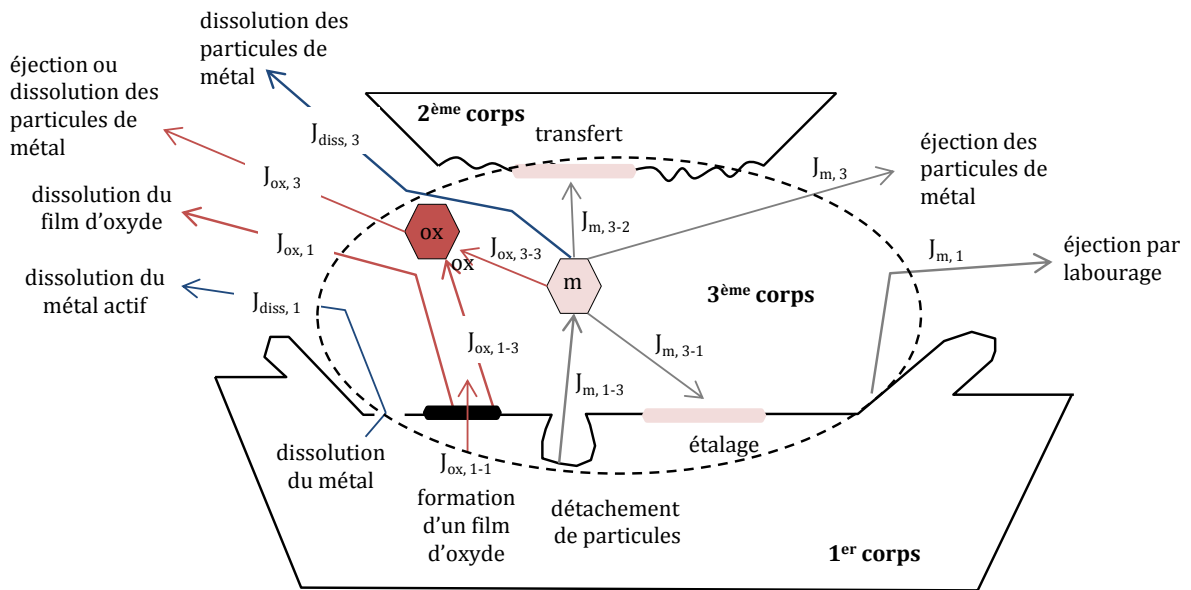


Figure I-16 : Schéma des débits de matière et du 3ème corps dans une situation de tribocorrosion proposé par Landolt *et al.* [50].

Introduit par Landolt *et al.* [50] il est basé sur la description des flux de matière qui ont lieu lors du frottement de deux corps et prend en compte la formation, la transformation ainsi que l'éjection du 3ème corps hors du contact. On distingue sur cette représentation, trois types de flux différents : les flux métalliques J_m , les flux d'oxydation J_{ox} ainsi que les flux de dissolution J_{diss} . Les indices présents sur les flux de matière indiquent d'abord leur source (le premier corps (1), le deuxième corps (2), et le troisième corps (3)), puis de la même manière leur destination. Cependant, lorsque le flux sort du contact tribologique, le deuxième indice est inexistant.

I.4.3. Modélisation numérique déterministe de l'usure par éléments finis

Des modélisations par éléments finis (FEM) ont été destinées à déterminer l'usure des pièces en contact sous sollicitation de fretting. Certains auteurs ont travaillé sur le phénomène de compétition entre la fissuration et l'usure dans le but de développer un outil de prédiction d'endommagement en fretting ou fretting fatigue ([51], [52]). D'autres auteurs se sont penchés sur la modélisation et l'estimation du facteur d'intensité de contraintes en arrêt de fissuration ([53], [54]) ou sur le phénomène de compétition fissure/usure via l'étude du cumul de dommage ([55]–[57]). Au travers des phénomènes de compétitions entre différents endommagements, des cartes de fretting peuvent être décrites par modélisation par éléments finis. On peut également y intégrer la plasticité [57] ou bien la présence d'un revêtement [58].

Dans la majorité des cas, le principe consiste à transcrire une loi d'endommagement macroscopique à l'échelle locale afin de prédire une usure locale (profil d'usure) ou la fissuration des surfaces. Généralement une version modifiée de la loi d'Archard est appliquée :

$$\Delta h(x,t) = k \times p(x,t) \times \delta(x,t) \quad (I-17)$$

avec $\Delta h(x,t)$ l'incrément de la profondeur usée, $p(x,t)$ la pression de contact et $\delta(x,t)$ le glissement relatif au nœud de la position horizontale x au temps t et k le coefficient d'usure.

Paulin *et al.* [59] ont été les premiers à utiliser la densité d'énergie dissipée localement afin de construire numériquement et non en pas-a-pas les profils d'usure sur des cas d'usure unilatérale (Figure I-17).

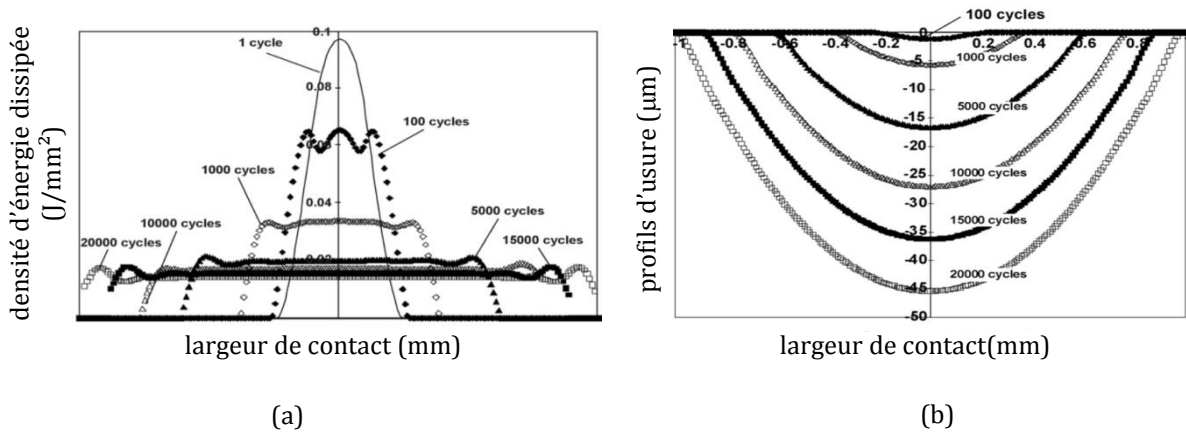


Figure I-17 : (a) Distribution de l'énergie dissipée et (b) évolution du profil d'usure en fonction du nombre de cycles de fretting [59].

Cette densité d'énergie peut être extrapolée à partir de la distribution des contraintes de cisaillement tangentiel et le glissement relatif entre les nœuds. Ces paramètres sont calculés à chaque étape de calcul. Quand le cycle de fretting est entièrement décrit, la distribution énergétique est alors accessible par intégration. Enfin, la distribution locale de la profondeur usée est calculée en multipliant la distribution de l'énergie dissipée par le coefficient énergétique d'usure α . Ce calcul est réalisé en chaque nœud pour construire le profil d'usure global.

Dans cette continuité, Mary *et al.* [60] ont également développé un modèle permettant de simuler les deux surfaces flottantes et non pas une seule (usure bilatérale) (Figure I-18).

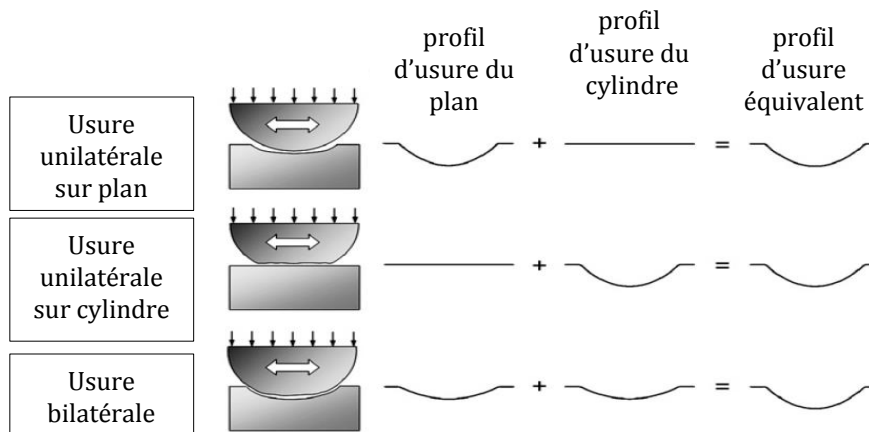


Figure I-18: Illustration des trois approches proposées par Mary *et al.* [60].

Pour cela ils se proposent de comparer trois cas distincts (un cas d'usure unilatérale sur le plan, un autre sur le cylindre et un cas d'usure bilatérale cylindre/plan) pour un même nombre de cycles et même facteur d'accélération β donné. La notion de facteur d'accélération permet entre autre de gagner en temps de calcul en ne simulant qu'un cycle pour 10 cycles réels par exemple. Cependant ce facteur doit être choisi avec attention car il peut mener à des instabilités de contact si il est trop élevé ([56], [60]). Afin de comparer les profils d'usure entre eux, Mary *et al.* ont introduit le profil d'usure équivalent qui n'est autre que la somme entre le profil d'usure du plan et du cylindre.

En utilisant la distribution d'énergie dissipée dans l'interface, la cinétique d'usure à l'échelle macroscopique est alors incorporée au modèle pour un contact homogène. Il est ainsi montré que la comparaison des profondeurs totales d'usure entre les trois méthodes mène à des résultats identiques (Figure I-19.a). De même, les profils de pression sont quasi-similaires hormis celui relatif à l'usure unilatérale sur le plan qui diffère (Figure I-19.b).

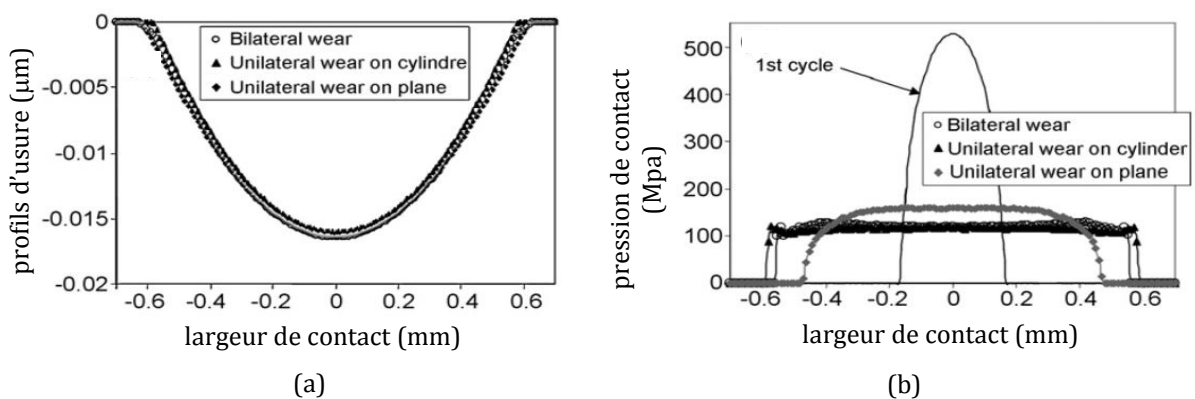


Figure I-19 : Comparaison (a) des profils de pression et (b) des profils d'usure pour des simulations d'usure unilatérale et bilatérale [60].

Plus récemment de nouveaux travaux tentent d'intégrer les effets du 3^{ème} corps dans la simulation numérique ([61], [62]). C'est notamment le cas de Arnaud *et al.* [62] qui se sont penchés sur l'usure d'un contact Ti6Al-4V en configuration cylindre/plan. Pour cela, une nouvelle stratégie de simulation a été développée pour simuler deux interfaces : l'interface entre le 3^{ème} corps et le cylindre et l'interface entre le plan et le 3^{ème} corps. Ce nouvel algorithme permet ainsi de simuler une usure bilatérale et de définir un revêtement simulant le 3^{ème} corps selon des lois prédéfinies (Figure I-20).

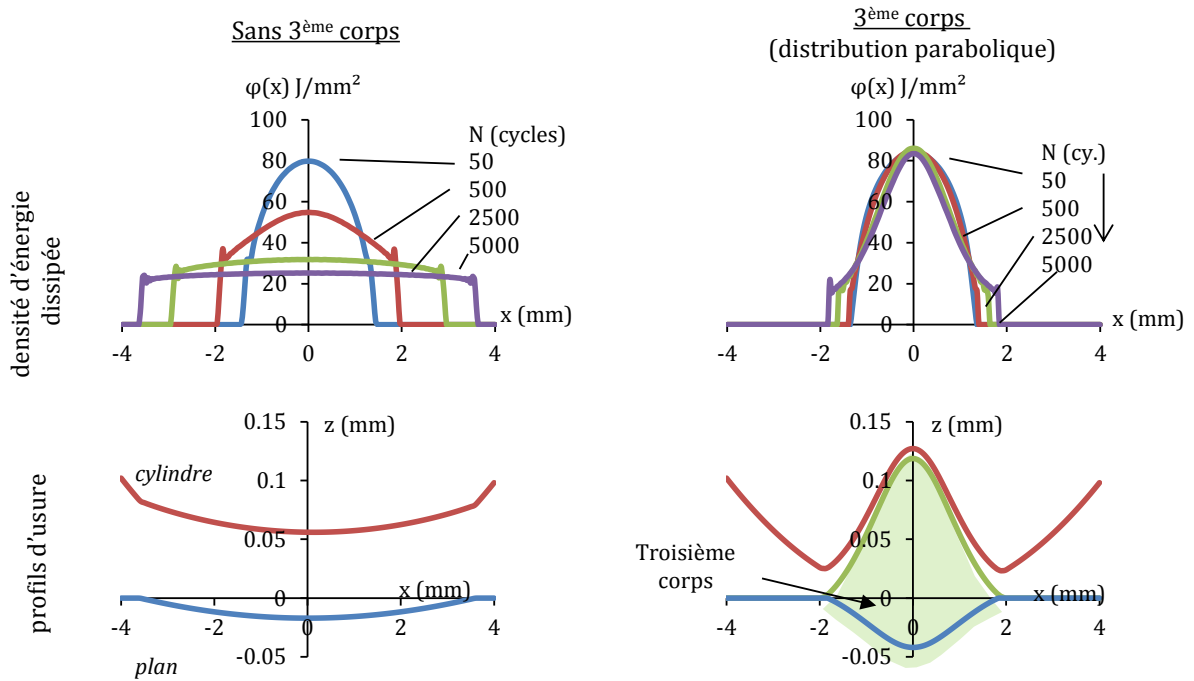


Figure I-20 : Evolution des profils de densité d'énergie dissipée et des profils d'usure entre la non prise en compte du 3^{ème} corps, un troisième corps approximé par une distribution constante et par une distribution parabolique [62].

Pour cela, les auteurs ont introduit le concept de taux de conversion assumant une description locale, qui quantifie le volume de débris d'usure transféré vers la couche de 3^{ème} corps entre les deux contre-corps. Là aussi, lorsque le taux de conversion suit une description parabolique, la comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques est très bonne avec une erreur de moins de 10 %. Cependant, nous noterons que très peu de travaux ont été effectués sur la simulation de profils d'usure générés dans le cas de contact hétérogènes (matériaux massifs de natures différentes).

I.5. Mécanismes de tribocorrosion dans les contacts glissants

Dans la famille des aciers inoxydables, les couches passives d'oxydes présentes sur des surfaces en contact peuvent jouer un rôle protecteur, mais paradoxalement, être aussi accélératrices de l'usure. Le mécanisme alors mis en jeu est appelé tribocorrosion (usure dans un environnement corrosif). Le terme tribocorrosion est défini comme étant la résultante des actions combinées entre la corrosion et de l'usure sur le matériau. De nombreux auteurs se sont penchés sur ce phénomène et ont proposés différentes approches qui sont développées dans une première partie. Les phénomènes de tribocorrosion dans les aciers inoxydables de type austénitiques sont ensuite abordés.

I.5.1. Mécanismes de tribocorrosion

Les effets de la chimie des surfaces sur le comportement mécanique des matériaux ont commencé à être étudié au début du 20^{ème} siècle ([63], [64]). Cependant, c'est seulement dans le milieu des années 50 que les phénomènes corrosifs sur le fretting ont été réellement considérés et que les premiers mécanismes de dégradation par corrosion ont été proposés [65]. Il faudra ensuite attendre le début des années 90 pour avoir les premières explications sur les mécanismes de tribocorrosion ([66], [67]). Depuis, ces mécanismes appliqués aux métaux passivables ont été largement étudiés et différentes approches ont été développées (*approches synergique, approche mécanique, approche du 3^{ème} corps²*).

I.5.1.1. L'approche synergique

Un des premiers auteurs à décrire les effets de la synergie entre la corrosion et l'usure a été Watson *et al.* [68]. Ils ont décrit la perte totale de masse due à la tribocorrosion T en fonction de trois autres paramètres selon l'équation suivante :

$$T = W_0 + C_0 + S = W_0 + C_0 + (\Delta W_c + \Delta C_w) \quad (I-18)$$

où W_0 représente la perte de masse due à l'usure en absence de corrosion ; C_0 la perte de masse due à la corrosion en l'absence d'usure ; et S la perte de masse liée aux effets combinés de corrosion et d'usure. Ce terme S peut ensuite être séparé en deux autres termes : l'effet de la corrosion sur l'usure (ΔW_c), et l'effet de l'usure sur la corrosion (ΔC_w). Cette approche a été utilisée par de nombreux auteurs pour classer les matériaux, pour établir des cartes de tribocorrosion ainsi que pour évaluer le terme synergique S .

Bien que son application soit fréquente dans les cas d'érosion-corrosion et d'abrasion-corrosion ([69]–[74]), cette approche montre certaines limites. En effet, elle ne permet pas d'avoir une interprétation mécanique du phénomène : les techniques actuelles ne permettent pas de mesurer chaque terme indépendamment les uns des autres.

² Principe développé à la section I.4.2

I.5.1.2. Approche mécanique

Dans le cas des aciers inoxydables, l'approche mécanique différencie deux principales contributions : la dissolution anodique engendrant la corrosion activée par l'usure (ou encore *wear accelerated corrosion*), et d'autre part le détachement de particules engendrant l'usure mécanique. Uhlig est le premier à avoir proposé une approche mécanique dans le cas d'un système soumis à du fretting-corrosion [65]. La méthodologie permettant de quantifier la part des deux contributions a été développée au début des années 90 à l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL, Suisse) ([66], [75]–[77]).

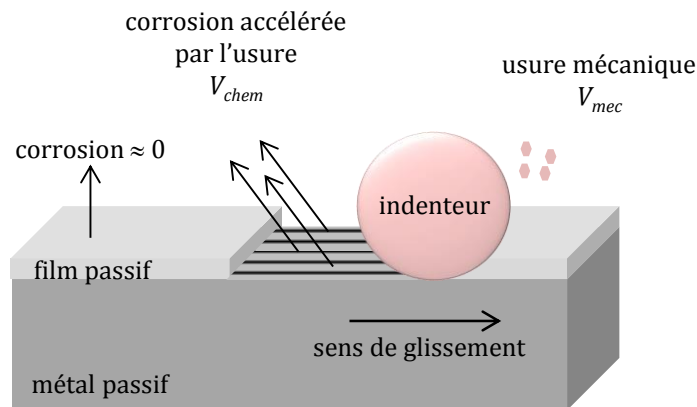


Figure I-21 : Représentation schématique des différentes sources d'usure induites par le passage d'un indenteur inerte sur la surface d'un métal passif.

La Figure I-21 illustre le cas d'un enlèvement de matière se faisant par usure mécanique à l'interface indenteur/métal passif. Cette usure dépend essentiellement des propriétés mécaniques du système, mais aussi de la présence de produits de corrosion à la surface du métal. La surface métallique exposée à la solution après le passage de l'indenteur subit une corrosion plus importante que celle se produisant à l'extérieur du contact (i.e. la corrosion se trouve être accélérée par l'usure). Cet effet est dû à l'enlèvement mécanique des couches passivables. Le processus de la corrosion accélérée par l'usure peut être fondamentalement différent de celui de la corrosion statique. En effet, dans le cas d'acier inoxydable la corrosion statique est nettement négligeable. L'usure totale correspond donc à la somme des deux contributions (corrosion accélérée par l'usure et usure mécanique) par la relation suivante :

$$V_{tot} = V_{chem} + V_{mech} \quad (I-19)$$

La perte de masse électrochimique V_{chem} peut être déterminée à partir de la charge totale de corrosion $Q_c = \int_0^{t_f} i(t)dt$ en appliquant la loi de Faraday telle que :

$$V_{chem} = \frac{M}{n \times F} \times Q_c \quad (I-20)$$

où pour un métal pur, M est la masse atomique du métal, n le nombre de charge (valence du métal oxydé dans l'environnement étudié) et F la constante de Faraday. Cependant, pour les aciers inoxydables le choix des constantes n'est pas toujours évident. Les auteurs utilisent généralement des coefficients moyens pondérés par les teneurs des différents éléments composant l'alliage ([75], [77]–[79]). Le volume d'usure total V_{tot} est mesuré par profilométrie ([74], [79]–[83]), et la contribution d'usure purement mécanique peut donc en être déduite.

Là aussi, cette méthode montre ses limites : il n'y a pas de moyen direct de mesurer la contribution purement mécanique et des incohérences peuvent être trouvées lors de l'interprétation des résultats ([78], [81]).

I.5.2. Etudes de l'usure relatives aux grappes de commandes

Les retours d'expériences de centrales sont peu nombreux du fait de la complexité à analyser le matériel irradié. Cependant, des contrôles réalisés sur l'usure des guides et des crayons de grappe ont révélé une usure anormalement rapide dépendant du type de réacteur. Des expertises sur retours d'expériences et simulateurs sont donc menées depuis plus d'une vingtaine d'année afin de mieux appréhender les phénomènes d'usure sur les guides de grappes.

A la fin des années 90, Cauvin [84] a observé plusieurs crayons en acier 304L provenant de deux types de réacteurs : des crayons provenant du réacteur 900 MW, ayant une usure dite de référence, et des crayons provenant du réacteur 1300 MW, ayant une usure qualifiée de rapide. Via des observations au MEB, deux types de faciès ont été distingués (Figure I-22).

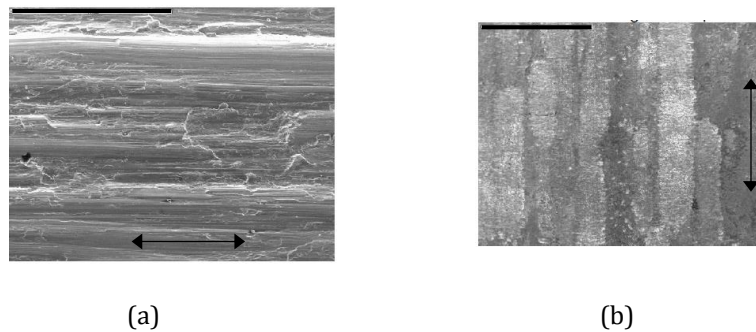


Figure I-22 : Faciès présentant (a) striations (échelle 500 μm) et (b) des cupules (échelle 200 μm) à leur surface [85].

Le premier, appelé faciès à striation radiale (Figure I-22.a), a été observé sur les crayons à usure standard. Le deuxième est appelé faciès à martelage (Figure I-22.b), a été observé sur les crayons à usure dite rapide. Ce dernier faciès présente des cupules peu profondes d'environ 50 à 125 μm de diamètre, recouvrant la surface de la manière régulière et présentant un alignement dans le sens axial. Deux types de sollicitations ont été mis en évidence. Concernant le faciès martelé, il s'agit d'un plaquage des crayons sur les cartes suivi d'un déplacement quasi-normal, on pourrait donc qualifier cette sollicitation d'impact. Pour l'autre type de faciès observé, il s'agirait selon Cauvin, d'un plaquage suivi d'un déplacement quasi-tangentiel, donc similaire à du glissement. Pour les usures dites standard, on ne retrouve que le type de faciès à striation axiale : il n'y aurait donc que du glissement. Pour les usures dites rapides, nous avons une alternance aléatoire entre les deux types de faciès.

Le remplacement des grappes standard par des grappes revêtues (nitrurées ou chromées) a apporté une très nette amélioration vis-à-vis du comportement en usure. En effet, ces dernières ont été développées suite au constat de l'usure mécanique : elles ont donc subi un durcissement en surface. Concernant la balance usure-corrosion, on observe un durcissement du substrat permettant une meilleure tenue mécanique du film d'oxyde lors de sollicitations normales. La surface nitrurée, en extrême surface est une zone superficielle oxydable (déchromisation en peau externe) : la formation d'une couche d'oxyde

de type Fe_3O_4 en milieu REP permet une certaine autoprotection du matériau vis-à-vis de la corrosion. Dans le cas de l'oxyde interne, le chrome joue un rôle majeur et l'on trouve la forme spinelle FeCr_2O_4 .

Kaczorowski [22] a quant à lui travaillé durant sa thèse sur l'usure du 304L dans de l'eau à haute pression et haute température, essayant ainsi de se rapprocher le plus possible du milieu primaire que l'on retrouve en milieu REP, à l'aide d'un tribomètre Aurore. A partir des résultats expérimentaux obtenus, il confirme le fait que l'usure est plus importante lorsque l'on a une cinématique d'impact-glissement, qu'une cinématique de roulement avec glissement ou bien seulement de l'impact. Via l'observation des faciès d'usure, les contacts de type impact-glissement mènent à la formation de cupules (Figure I-23), ce qui engendre une modification de la composition de l'acier de base.

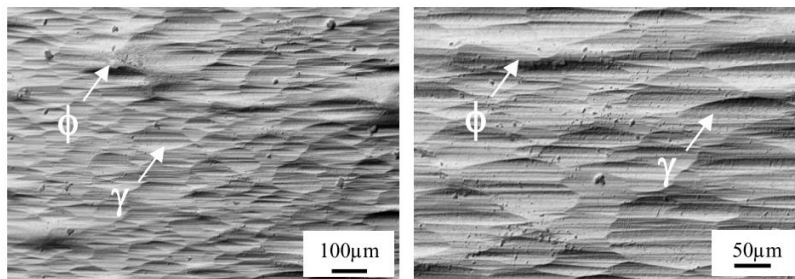


Figure I-23 : Exemple de faciès d'usure observés sur le tube de l'essai (E) de Kaczorowski, cinématique d'impact glissement semi-orbital. On observe la présence de cupules (γ) et de plateaux (Φ) [22].

Concernant l'environnement de l'expérience, la température et la composition chimique de l'eau influent sur la formation de cupules et sur la perte de masse du matériau usé, sachant qu'une surface polie et qu'un matériau ayant préalablement subi une nitruration ionique, présentera un taux d'usure plus faible. De plus, Kaczorowski a montré que le contact entre les crayons et les cartes de guidage pouvaient être assimilés à des contacts secs et que par une identification via simulation numérique, compte tenu de la viscosité de l'eau et des vitesses d'impacts rencontrées, il n'y avait pas d'effets de portance de fluide. Enfin, les films formés sur le matériau à 300°C participent aux mécanismes d'usure contrairement aux essais réalisés à 80°C où, lors de cinématique d'impact-glissement, l'usure se révélait être plus faible et sans formation de cupules sur les faciès.

Kaiser s'est penchée sur les caractérisations tribologiques d'aciers inoxydables austénitiques sollicités en impact-glissement dans un environnement sévère [18]. Plus précisément, l'étude s'est portée sur les tubes en 304L ou 316L (nitruré ou non) face à des bagues en 304L. Une partie de son travail portait sur l'expertise des endommagements. Elle a montré qu'une sollicitation répétée d'impacts-glissements menait à une organisation multicouche du matériau. On y retrouve les trois couches décrites par Rigney ([31], [86]), pour une épaisseur totale de $7\ \mu\text{m}$ (épaisseur différente de celle de Lina [87], qui était de $150\ \mu\text{m}$) (Figure I-24).

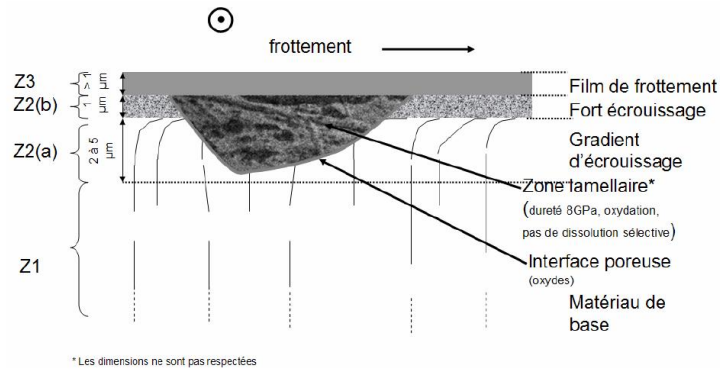


Figure I-24 : Schématisation des sous-couches du matériau après impact-glisement [18].

Via des expertises des endommagements, Kaiser a montré que les zones Z2(b) et Z3 ont subi une TTS, sous forme de martensite d'écrouissage α' . Ces zones présentent les caractéristiques de la martensite d'écrouissage (TTS) par leurs aspects lamellaires, par leur sensibilité à l'oxydation sans dissolution sélective et par leur dureté plus élevée. Seuls les faciès à cupules montrent ce genre d'observation. Elle en déduit donc que seules des cinématiques critiques mènent à la formation des TTS. En effet, les coefficients de frottement élevés se traduisent par une augmentation du cisaillement dans le matériau. L'angle d'incidence pilote quant à lui l'intensité du cisaillement provenant du glissement. Plusieurs impacts-glissements au même endroit favoriseraient donc la concentration de déformations plastiques intenses sous une pression hydrostatique de compression importante induite par le chargement normal, conduisant à la formation de TTS.

Au cours de ses travaux, Déforge [9] a mené deux études distinctes, visant à comprendre le phénomène de tribocorrosion au niveau des guides de grappe et des crayons, utilisant un tribomètre AECL, permettant de tester l'usure d'un échantillon cylindrique se déplaçant à l'intérieur d'un guidage fixe. Le premier volet de ses essais, visait à comprendre le phénomène de tribocorrosion dans des conditions de tests simples, à température ambiante. Sa deuxième approche consistait à réaliser des essais ayant des conditions se rapprochant de celles rencontrées en centrale, tout en mettant en œuvre des mesures électrochimiques pour tenter de caractériser les réactions de corrosion *in situ*.

Déforge a ainsi montré que dans de l'eau hydrogénée en température et sous pression, une oxydation privilégiée est mise en place de par le fait que l'épaisseur d'oxyde est plus importante dans la trace d'usure qu'en dehors. Cependant, les mesures électrochimiques effectuées ne montrent pas d'augmentation de la corrosion. Il en déduit qu'il s'agit alors d'un mécanisme de fissuration assisté par l'environnement, et non un mécanisme de corrosion accélérée par la dépassivation : l'usure semble résulter du détachement de fragment peu oxydés et la corrosion faciliterait la propagation de fissure dans les zones écrouies. Les débris oxydés, formés par le mécanisme de fissuration en sous couche, intègrent le film de frottement puis, sont progressivement évacués hors de la trace d'usure. Aussi lorsque le potentiel augmente, le phénomène de corrosion devrait être accéléré dans les zones dépassivées, engendrant la formation d'un plus grand nombre de débris. Au niveau de la température, l'oxydation est plus rapide à 320°C qu'à 250°C alors que l'usure y est moins rapide. Déforge montre donc que ce qu'il observe va à l'encontre des interprétations basées sur un modèle simple d'arrachement puis d'évacuation des oxydes lors du contact.

Enfin, l'influence du temps de latence fût aussi étudiée, via des essais fournis par le CEA de Saclay et EDF et les résultats ont été réinterprétés. Il en ressort que la masse usée tend à augmenter avec le temps de latence. De plus, lors de ses nombreux essais, Déforge a montré que les cupules étaient de tailles et de

formes variables, dépendant des sollicitations et de l’environnement dans lequel étaient réalisés ses tests. La profondeur des cupules, quant à elle, reste faible, de l’ordre de quelques micromètres seulement ($< 5 \mu\text{m}$). Les plus petites cupules rencontrées ont une dimension caractéristique de l’ordre de la trentaine de microns alors que les plus marquées peuvent atteindre $150 \mu\text{m}$.

L’étude de Kermouche *et al.* en 2007 [88], se compose d’une partie expérimentale et d’une partie simulation numérique via les éléments finis. Expérimentalement, il étudia un contact bague/tube ayant un jeu de $0,5 \text{ mm}$ (AISI 304L/AISI 304L) via l’utilisation d’un tribomètre reproduisant la cinématique ainsi que l’environnement REP (320°C , 154 bars , $\text{pH } 7$, pas de recirculation d’eau, composition chimique similaire au milieu REP). Grâce à des observations au MEB, il mit en évidence la présence d’un film de frottement au niveau du contact, d’une épaisseur d’environ $1 \mu\text{m}$, rejoignant ainsi les études de Kaczorowski [22] et Kaiser [18]. D’un point de vue numérique, il utilisa le logiciel SYSTUS/SYSWELD® afin de simuler trois tests. Le premier test fût de l’impact pur, où il note une déformation plastique de 3% , le second, de l’impact glissement avec film de frottement où il obtint une déformation plastique de 15% contrairement à 30% sans film de frottement. De par cette étude, il en ressort là aussi, que le film de frottement a un rôle essentiellement protecteur vis-à-vis des matériaux en contact, limite fortement la déformation plastique et empêche aussi le détachement de particules d’usure. En bilan, il ressort que n impact-glissement localisés entraînent n déformations plastiques elles aussi localisées, provoquant une accumulation de dislocations dans une même zone sans éjection de débris. Cette observation rejoint l’étude de Mumtaz [89], mettant en avant la transformation tribologique des matériaux sous certaines conditions, pouvant expliquer la présence de *foliated zones* au niveau du contact.

Guadalupe Maldonado [90] a développé dans ces travaux un modèle décrivant le processus d’usure ayant lieu dans les conditions REP, qui mixte en quelque sorte les idées de Godet et Berthier ([46], [47]) sur le concept des flux et celles développées par Landolt et Mischler [50]. Ce modèle est basé sur une approche mécanistique multidisciplinaire qui intègre des modes de dégradation bien connus ainsi que des paramètres directeurs. Afin d’établir la balance de perte de masse entre les différents flux mis en évidence, les espaces physiques tels que le métal, le film de frottement et l’eau, sont associés à 4 compartiments différents, notés C1, C2, C3 et C4 (Figure I-25).

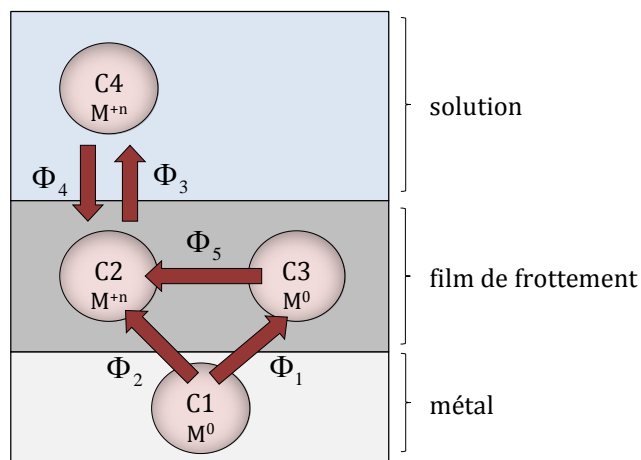


Figure I-25 : Modèle des flux dans un contact en eau à haute température [90].

Le modèle décrit par Guadalupe a pour point de départ le compartiment C1, contenant des particules de métal pur.

- A partir de ce compartiment, les particules composant le film de frottement sont obtenues de deux manières distinctes :
 - o La première manière consiste au transfert de particules métalliques : elles sont intégrées au film de frottement à partir de C1 par action mécanique et intégrées au compartiment C3 suivant le flux $\Phi 1$.
 - o la deuxième manière de créer ce film est par transformation chimique : le métal présent en C1 s'oxyde et donne des particules d'oxydes. Ces dernières se retrouvent dans le compartiment C2 en suivant le flux $\Phi 2$.
- Sous l'action du flux $\Phi 3$, les particules d'oxyde sont par la suite libérées du film de frottement vers le bloc C4.
- Quelles que unes de ces particules peuvent ensuite revenir nourrir le film de frottement via des phénomènes de compaction ou de sédimentation et ainsi retourner dans le bloc C2. Dans ce cas, elles suivent le flux $\Phi 4$. Cette approche nécessite de faire l'hypothèse que toutes les particules libérées dans l'eau sont oxydées.
- Les particules métalliques se situant dans le bloc C3 devront donc s'oxyder dans le film de frottement et migrer dans le bloc C2 suivant le flux $\Phi 5$ avant de rejoindre le bloc C4.

L'approche de l'usure vue comme un bilan de flux élémentaires rejoint celle du troisième corps de Godet [44], [45]. Une modélisation des flux $\Phi 1$ à $\Phi 5$ est proposée dans la thèse et est ensuite confrontée à l'expérience.

Le modèle final ne fonctionne pas très bien mais de nombreuses hypothèses ont dû être faites et ceci permettra de poursuivre le travail, en particulier pour le cas de la Stellite. Ce revêtement à base de Cobalt est en effet beaucoup plus sensible à la tribocorrosion que l'acier inoxydable, ces deux mêmes matériaux ont été comparés lors de la thèse de Kaczorowski [22] et de Guadalupe [90].

I.6. Conclusion

Ce chapitre présente une synthèse bibliographique de plusieurs thématiques qui permettent une meilleure compréhension des domaines d'étude de la thèse.

Ainsi dans un premier temps, la cinématique de fretting ainsi que les relations entre amplitude de glissement/endommagements ont été détaillées. Par la suite, la présentation des principaux types d'usure associés à cette cinématique a permis d'appréhender les phénomènes d'usure adhésive et abrasive. Puis, la description des principaux modèles de prédiction d'usure ainsi que la modélisation par éléments finis ont été exposées. Plusieurs travaux utilisant le principe de la densité d'énergie dissipée localement ont notamment été présentés. Cette approche est appliquée dans le *Chapitre V* pour simuler des profils usés et modéliser des cinétiques d'usure de matériaux. Pour finir, le dernier volet de ce chapitre traitait des phénomènes tribocorrosifs appliqués aux aciers inoxydables. Quelques études menées ces dernières années sur les grappes de commande y sont présentées et permettent de se rendre compte de la complexité de la compréhension des mécanismes d'usure.

Chapitre II Matériaux et Méthodes

| | |
|---|----|
| II.1. Introduction..... | 40 |
| II.2. Matériaux testés : aciers inoxydables austénitiques..... | 41 |
| II.2.1. Composition des aciers inoxydables austénitiques | 41 |
| II.2.2. Propriétés mécaniques | 42 |
| II.2.3. Transformation martensitique et acier inoxydable austénitique | 43 |
| II.2.3.1. Structures cristallographique de martensite α' | 43 |
| II.2.3.2. Mécanismes de transformation martensitique | 44 |
| II.2.4. Nitruration ionique..... | 45 |
| II.2.4.1. Procédé ionique par diffusion d'azote..... | 45 |
| II.2.4.2. Procédé ionique par co-diffusion de carbone et d'azote | 47 |
| II.3. Dispositifs expérimental de fretting-usure..... | 48 |
| II.3.1. Milieu environnemental | 48 |
| II.3.1.1. Milieu REP | 48 |
| II.3.1.2. Milieux étudiés..... | 49 |
| II.3.2. Géométrie des échantillons..... | 49 |
| II.3.3. Principe général du banc expérimental de fretting-usure..... | 50 |
| II.3.3.1. Cas de la sollicitation de fretting-simple | 50 |
| II.3.3.2. Cas de la sollicitation de fretting sous chargements complexes..... | 51 |
| II.3.3.3. Asservissement et acquisition des données | 53 |
| II.3.3.4. Nomenclature des essais..... | 54 |
| II.4. Méthodes d'expertises des endommagements..... | 55 |
| II.4.1. Préparation des échantillons post-mortem | 55 |
| II.4.2. Description des dispositifs d'analyse utilisés..... | 55 |
| II.4.3. Définition des variables clés de l'endommagement..... | 56 |
| II.5. Conclusion | 58 |

II.1. Introduction

L'objectif de ce chapitre est de présenter les éléments liés à cette étude, tels que les matériaux, utilisés, leurs propriétés et les traitements appliqués. Nous exposons aussi les techniques expérimentales utilisées ainsi que les moyens de caractérisation des surfaces endommagées qui ont été employés. Rappelons que ce travail s'est porté sur l'étude des endommagements par usure d'un contact cylindre/plan (AISI 316L nitruré/ AISI 304L) soumis à des sollicitations de fretting simple et fretting sous chargements complexes. Cette deuxième partie se compose de quatre sections.

Dans une première section, les matériaux utilisés sont présentés. Pour cela une présentation générale des aciers inoxydables austénitiques est faite afin d'exposer les matériaux de base, puis les phénomènes de transformation martensitique sont abordés. Enfin, les différents procédés de nitruration du 316L sont énoncés et permettent de comprendre l'influence de ce traitement sur le matériau de base.

Dans la seconde section de ce chapitre, le dispositif expérimental permettant de créer la sollicitation de fretting sous chargement complexe est exposé. Tout d'abord la notion de milieu environnemental est abordée afin de détailler les différents environnements testés. Le contact réel vs étudié ainsi que la description du tribomètre et des différents protocoles d'essais, incluant une nomenclature d'essai, sont aussi détaillés.

Pour finir, la dernière section de ce chapitre expose les différentes méthodes d'expertises de l'endommagement des faciès d'usure, permettant notamment de décrire la cinétique d'usure ou encore les types d'endommagements rencontrés.

II.2. Matériaux testés : aciers inoxydables austénitiques

Dans ces travaux un contact AISI 304L/AISI 316L nitruré a été étudié. Ces deux aciers font partie de la famille des aciers inoxydables austénitiques. Dans cette section sont abordées les relations entre la composition chimique des aciers inoxydables austénitiques et leurs propriétés mécaniques. De plus le processus de transformation martensitique du 304L ainsi que le traitement de nitruration du 316L y sont exposés. En effet, ces deux phénomènes peuvent porter des modifications au niveau des propriétés mécaniques mais aussi structurales, et ainsi avoir une influence non négligeable sur l'usure.

II.2.1. Composition des aciers inoxydables austénitiques

On qualifie d'acier austénitique tout acier conservant à température ambiante une structure gamma (γ) de type cubique face centrée obtenue à haute température (1050-1200°C) (phénomène d'hypertrempe). Une structure de ce type permet d'obtenir des ductilités ainsi que des ténacités exceptionnelles. La structure d'un acier austénitique dépend de la proportion relative entre les éléments de chrome, nickel et carbone.

En effet on distingue dans la composition d'aciers des éléments alphas et des éléments gammas :

- un *alpha* est un élément qui tend à favoriser, lorsqu'il est à température ambiante, une structure cubique centrée (CC). Les principaux éléments alphas sont le chrome, le molybdène, le silicium, le titane, le niobium et l'aluminium. Une forte teneur de chrome permet la création d'une couche passive.
- le nickel et le carbone, sont quant à eux des éléments dits *gamma* (éléments qui étendent le domaine γ). Contrairement aux éléments alphas, les éléments gamma favorisent à température ambiante la structure austénitique cubique face centrée (CFC). On compte aussi parmi eux l'azote, le cobalt et le manganèse. Le nickel présent dans la composition de l'acier stabilise la structure austénitique (augmentation de la ductilité et amélioration de la résistance à la fissuration).

Les formules suivantes permettent de quantifier la proportion de chrome et de nickel équivalent qu'il y a dans un alliage :

$$Eq_{Cr} \% = \%Cr + \%Mo + 1,5(\%Si) \times 0,5(\%Nb) \quad (II-1)$$

$$Eq_{Ni} \% = \%Ni + 30(\%C) + 0,5(\%Mn) \quad (II-2)$$

Comme le montre la Figure II-1, la nuance de base des aciers inoxydables austénitiques est l'AISI 304.

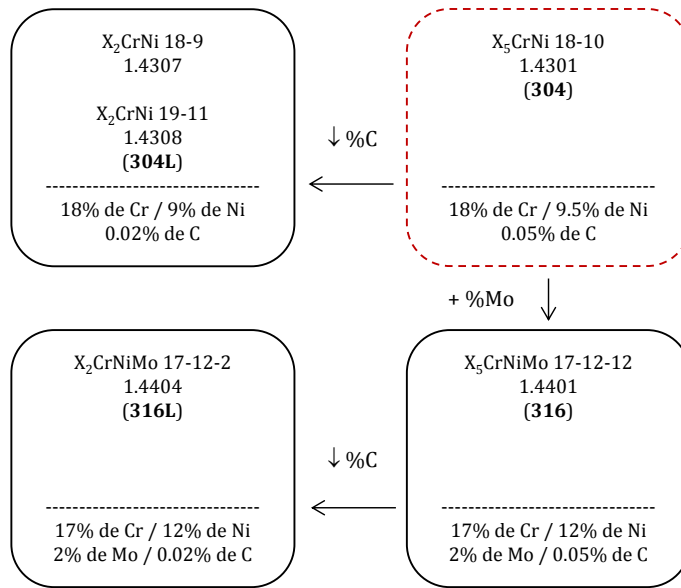


Figure II-1 : Nomenclature et différences entre les aciers inoxydables austénitiques.

Lorsque qu'un certain pourcentage de carbone est enlevé à la composition initiale, du 304L est obtenu. De même, afin d'obtenir du 316L, du molybdène est ajouté et du carbone enlevé à la composition initiale du 304. L'ajout de molybdène dans le 316L améliore entre autre la tenue dans la plupart des milieux corrosifs et accroît la stabilité des films de passivation. Les aciers 304L et 316L sont qualifiés d'acier « bas carbone » (*low carbon*), du fait de leur faible proportion de carbone dans leur composition. Ils sont très utilisés dans l'industrie nucléaire.

II.2.2. Propriétés mécaniques

Les propriétés des alliages inoxydables austénitiques révèlent un comportement fortement ductile. Ils se prêtent très bien au traitement de mise en forme par étirage des tubes, qui constitue les crayons des grappes de commande. Les propriétés mécaniques des deux nuances d'aciers (304L et 316L) restent proches comme le montre le Tableau II-1.

| Propriétés | AISI 304L | AISI 316L |
|--|-----------|-----------|
| masse volumique ρ (g/cm^3) | 7,86 | 7,98 |
| module d'élasticité en traction à 20°C (GPa) | 200 | 200 |
| module d'élasticité en traction à 300°C (GPa) | 179 | 172 |
| limite d'élasticité $\sigma_{0,2}$ à 20 °C (MPa) | 175 | 190 |
| limite d'élasticité $\sigma_{0,2}$ à 300°C (MPa) | 100 | 118 |
| résistance à la rupture σ_m à 20°C (MPa) | 450 | 500 |
| allongement (A%) (ductilité) | 45 | 40 |
| dureté Vickers (HV) | 160-200 | 160-200 |

Tableau II-1: Propriétés mécaniques de l'acier AISI 304L et AISI 316L en fonction de la température [91].

On note une légère diminution de ces propriétés avec la température. Ces aciers sont d'une grande ductilité, d'une dureté moyenne et d'une charge à la rupture nettement plus élevée que la limite d'élasticité à température ambiante.

II.2.3. Transformation martensitique et acier inoxydable austénitique

La transformation martensitique peut se produire pour un grand nombre d'alliages comme, entre autres, les alliages à base de fer, les alliages à base de cuivre et ceux à la base de titane, entraînant une modification du réseau cristallin de ce dernier. Elle occasionne dès le début de l'écroutissage un durcissement global. Le métal devient moins ductile, donc plus dur et plus fragile. La martensite est très sensible à la fissuration induite par corrosion sous contrainte à température ambiante. De plus, elle induit une élévation du volume global augmentant les contraintes résiduelles au sein du matériau.

Pour le cas des aciers inoxydables austénitiques, la martensite est une phase obtenue à partir de l'austénite par transformation dite « displacive ». Elle se forme à des températures suffisamment basses pour que l'austénite ne soit plus la phase stable. Cette transformation « displacive » consiste en une modification du réseau cristallin, avec un faible déplacement des atomes de fer sans qu'il n'y ait de diffusion des atomes de carbone. Pour cela il faut que la distance de déplacement soit inférieure à la distance interatomique. Ainsi, la structure cristalline de l'acier évolue d'une structure cubique face centrée (CFC) vers une structure de type cubique centrée (CC), conduisant à l'obtention d'une phase martensitique de type α' (Figure II-2).

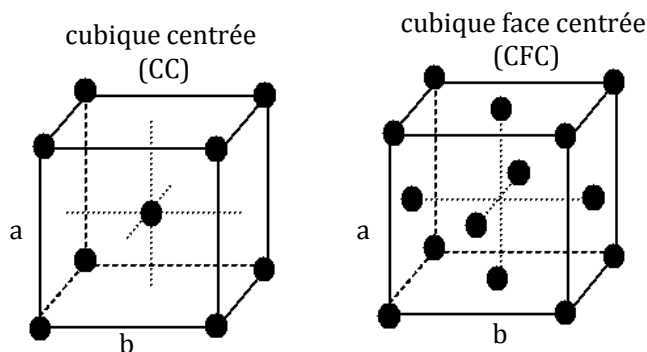


Figure II-2 : Organisation des atomes au sein d'une structure cubique centrée (CC) et une structure cubique face centrée (CFC).

II.2.3.1. Structures cristallographique de martensite α'

Ce type de martensite peut être obtenu par la trempe des alliages Fe-C et également Fe-Ni. Le réseau cristallin quadratique centré est caractérisé par les paramètres de maille, qui ne dépendent que de la teneur en carbone de l'alliage. A faible teneur en carbone cette structure est indiscernable de la structure cubique centrée de la ferrite α . C'est par exemple le cas pour les alliages Fe-Ni, Fe-Mn, Fe-Cr après trempe.

Deux principales morphologies peuvent être observées (Figure II-3): sous forme de plaquettes ou sous forme de lattes.

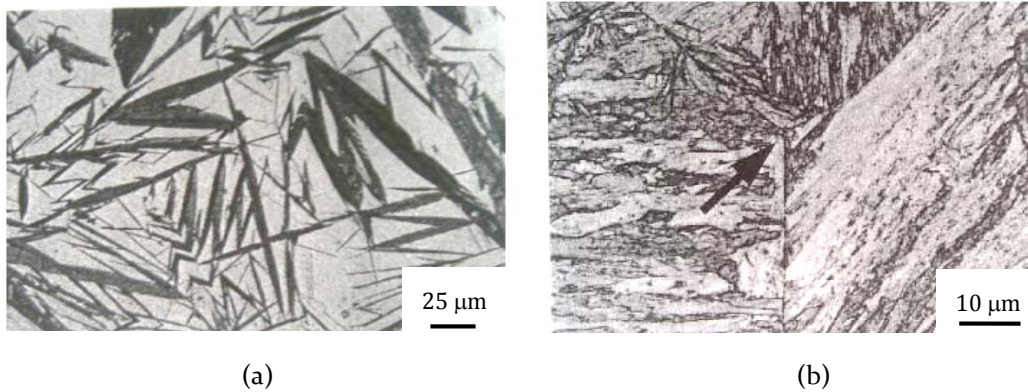


Figure II-3: Morphologie de la martensite (a) en plaquette obtenue par la déformation plastique de l'acier Fe-25Ni-0.66C et (b) morphologie des lattes dans l'acier X46Cr131, 4043 trempé [92].

La *martensite en plaquettes* (Figure II-3.a), aussi appelée martensite lenticulaire, possède une forme aplatie quasi bidimensionnelle. La *martensite en lattes* (Figure II-3.b), appelée aussi martensite massive, est quant à elle caractérisée par la présence de paquets formés d'aiguilles grossièrement parallèles. Ces lattes sont longues, avec des épaisseurs de l'ordre de 0,2 µm. Leur croissance est stoppée aux joints de grains de l'austénite.

II.2.3.2. Mécanismes de transformation martensitique

On distingue deux mécanismes pouvant être à l'origine d'une transformation martensitique au sein d'un acier. Pour chacun d'eux, des conditions importantes sont à respecter afin d'obtenir cette transformation.

Le mécanisme le plus répandu est la *transformation martensitique par refroidissement rapide*, largement appliqué dans l'industrie. Dans un premier temps l'acier est chauffé, puis la température maintenue dans le domaine d'existence de la phase austénitique. Ensuite il est rapidement refroidi avec une vitesse de refroidissement admise entre 100 et 1000°C/s tout en visant une température finale comprise entre la température M_s (*martensite start*) et la température M_f (*martensite finish*) ([93], [94]). Cette plage de températures finales peut être définie à partir des éléments d'alliages composant l'acier étudié.

Le deuxième mécanisme pouvant mener à une telle transformation est celui dû à la *déformation plastique* (ou transformation partielle) par accumulation monotone ou cyclique de dislocations dans le matériau. Ce type de transformation est particulièrement observé dans le cas des aciers inoxydables austénitiques. Ici, les conditions à respecter sont l'amplitude de la déformation et la température. Ces valeurs sont représentées par le terme M_{d30} qui correspond à la température pour laquelle la transformation martensitique se produit pour une déformation plastique de 30 %. Cette température peut elle aussi être déterminée à partir de la composition de l'alliage :

$$M_{d30} = 497 - 462(\%C + \%N) - 9,2(\%Si) - 8,1(\%Mn) - 20(\%Ni) - 13,7(\%Cr) - 18,5(\%Mo) \quad (II-3)$$

Les résultats de Mumtaz *et al.* [89] ont confirmé un lien étroit entre la transformation martensitique, les déformations plastiques et la température (Figure II-4).

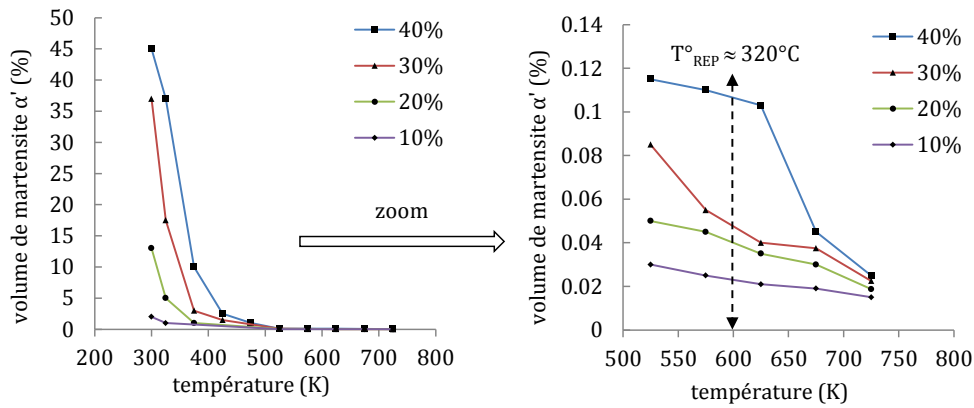


Figure II-4 : Variation de la teneur en martensite dans un acier austénitique à 18 %Cr et 10 %Ni (type AISI 304) subissant des déformations plastiques par compression sous des températures croissantes [89].

En effet, le volume de martensite diminue significativement lorsque la température augmente jusqu'à ce qu'elle atteigne les 500 kelvins (225°C). Passé ce seuil, le volume de martensite au sein du matériau est inférieur à 0,15 %. De plus, ces graphes montrent que pour une même température, plus la déformation encaissée par le matériau est importante plus le volume de martensite est élevé. A la température de service d'un REP (320°C, soit environ 600°K) un volume de martensite α' d'environ 0,10 % serait obtenu pour un acier AISI 304 ayant subi une déformation plastique de 40 %, contre 45 % si l'environnement était à l'ambiante.

II.2.4. Nitruration ionique

Dans la configuration étudiée, seuls les tubes en 316L sont nitrurés. En effet, les guides ne le sont pas pour des raisons de coût. Les guides sont des pièces massives usinées, il faudrait donc des fours de taille conséquente. D'autre part L. Carpentier a montré dans sa thèse [1] que les couples tribologiques nitruré/nitruré étaient à éviter. Il existe deux types de procédés pour la nitruration : les procédés en phase gazeuse et les procédés par voie ionique [95]. La voie ionique est un bombardement sous plasma qui peut être assimilé à un traitement de surface permettant de limiter l'endommagement. Il a pour principal objectif d'éviter la formation d'une couche superficielle sujette à la corrosion aqueuse. Ce procédé se décompose lui-même en plusieurs technologies : par diffusion d'azote, diffusion de carbone ou bien par co-diffusion de carbone et d'azote. Deux solutions ont été successivement mises en œuvre par NITRUVID avec le soutien d'AREVA.

II.2.4.1. Procédé ionique par diffusion d'azote

Le premier procédé (Nixox 2) opère par *implantation d'ions d'azote* dilatant le réseau cristallin de l'acier, le rendant ainsi plus dur. Ce traitement se réalise entre 300°C et 450°C. Une amélioration des paramètres tels que la rugosité initiale et la dureté en surface est obtenue. La température a été optimisée ainsi que les paramètres du procédé (plasma gazeux) pour ne pas obtenir de perte d'inoxidabilité de l'acier 316L nitruré. En effet Hertz *et al.*[95] ont remarqué que la nitruration ionique par diffusion d'azote prenait plus ou moins de temps à atteindre le seuil de saturation en fonction la nature du gaz réactif utilisé (Figure II-5).

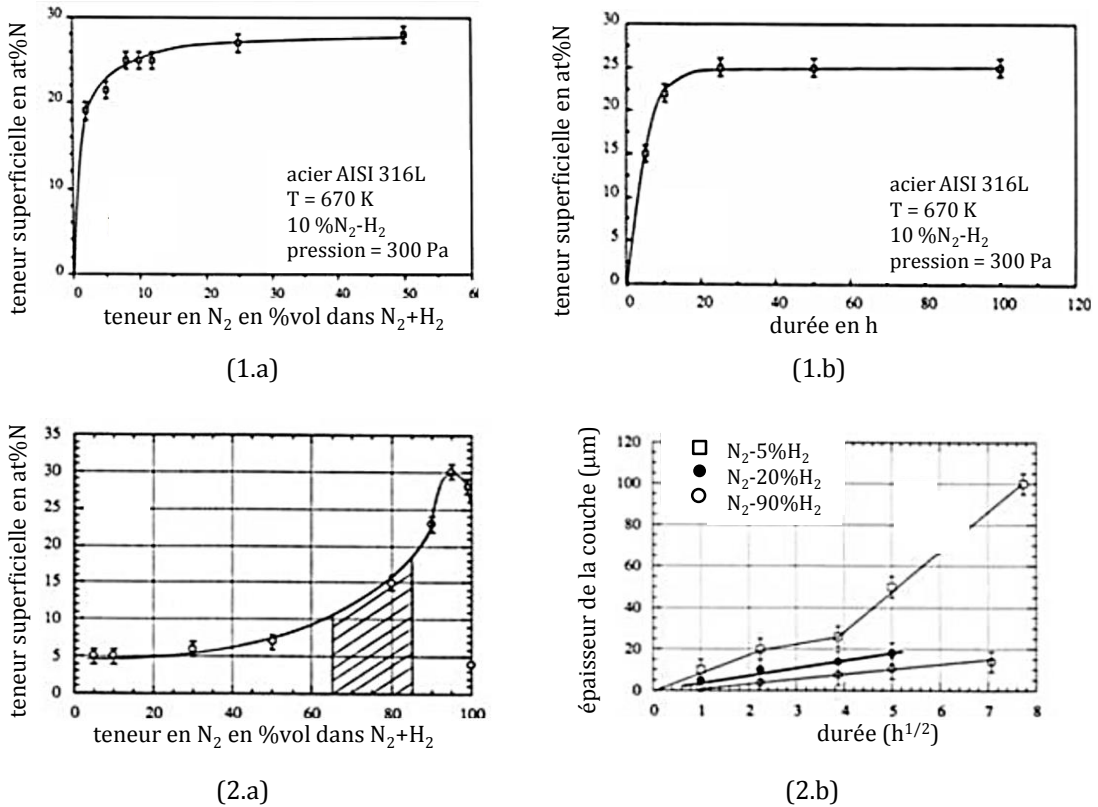


Figure II-5 : 1. Evolution de la concentration superficielle en N. (1.a) en fonction de la teneur en N_2 en %vol dans N_2+H_2 durant l'ionituration et (1.b) en fonction de la durée de nituration. 2- (2.a) Evolution de la concentration superficielle en N en fonction de la teneur en N_2 dans N_2+H_2 et (2.b) Epaisseur de nituration en fonction de la racine de la durée de nituration ionique pour 3 activités différentes d'azote [96].

Ainsi un retard à la nituration est observé pour les atmosphères présentant des faibles activités d'azote, comme par exemple pour le cas à $N_2 - 90 \% H_2$ ([95]–[97]). La Figure II-5.2 montre l'effet du retard à la diffusion et d'une moindre vitesse de croissance pour l'activité la plus faible ($N_2 - 90 \% H_2$). Cependant, il apparait que pour l'activité la plus forte ($N_2 - 5 \% H_2$), la cinétique n'est pas monotone. D'après Saker [96] ceci se traduit en surface par l'apparition successive de phases et de morphologies différentes : austénite chargée en azote, précipitation de nitrure de chrome, expulsion de la matière interne fortement contrainte semblable à un volcan (Figure II-6).

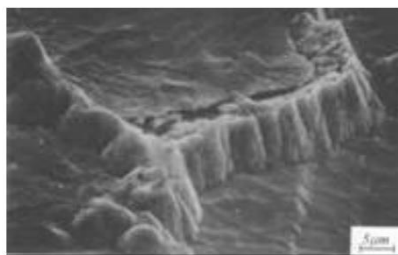


Figure II-6 : Aspect de la surface (MEB) d'acier AISI 316L nituré 15 h à 420°C dans un plasma à forte activité d'azote $N_2-5 \% H_2$ [96].

Enfin, Kaczorowski [22] a étudié l'influence de la nitruration sur la dureté des crayons (Figure II-7).

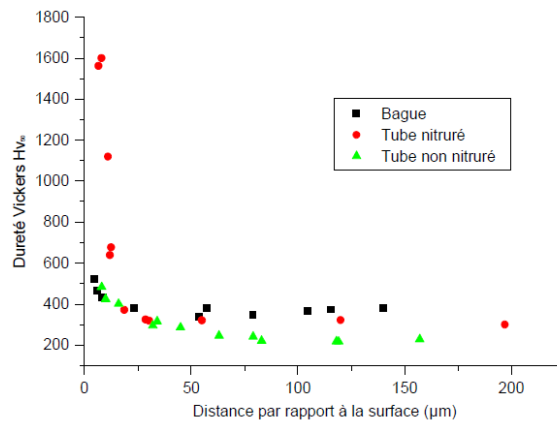


Figure II-7 : Mesures de dureté réalisées en micro-dureté Vickers sous 50 g sur les coupes d'un tube, d'une bague et d'un tube nitruré [22].

Le graphique montre une nette amélioration en surface de la dureté avec la nitruration, passant de 200 HV - 500 HV sans nitruration à 1000 HV - 1600 HV avec nitruration [95].

II.2.4.2. Procédé ionique par co-diffusion de carbone et d'azote

Le deuxième procédé (Nivox LH) utilise la *méthode de co-diffusion de carbone et d'azote*. Il s'opère entre 300°C et 450°C. Des tests utilisant la diffusion de carbone seul en brouillard salin ont montré qu'un tel traitement donnait une profondeur diffuse supérieure à celle obtenue après diffusion d'azote mais aussi une tenue à l'usure un peu inférieure ainsi qu'une très bonne tenue à la corrosion. Un mixte des deux techniques a donc été réalisé. Il présente l'avantage d'avoir une résistance face à l'usure semblable à l'effet de la diffusion d'azote seul mais aussi de conserver une tenue à la corrosion nettement supérieure. Ce procédé implique une profondeur totale de diffusion dépassant la trentaine de µm (Figure II-17) où plusieurs couches se succèdent avec en extrême surface (a) une fine couche riche en carbone, puis (b) une couche d'une douzaine de µm riche en azote et enfin (c) une couche profonde riche en carbone.

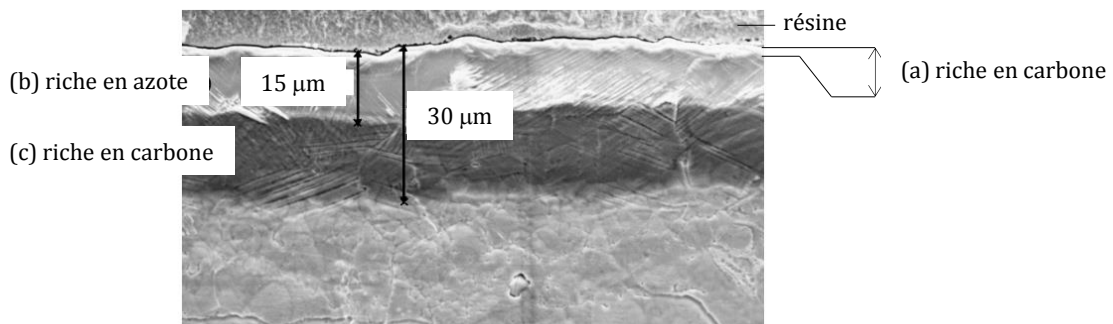


Figure II-8: Métallographie de l'acier inoxydable 316L nitruré optimisé sur une profondeur de 30 µm (a) couche extrême riche en C, (b) zone riche en N et pauvre en C; (c) zone riche en C et pauvre en N [98].

II.3. Dispositif expérimental de fretting-usure

Dans cette section sont décrits le dispositif expérimental de fretting, aussi appelé tribomètre, ainsi que les différents types d'essais réalisés au cours de cette thèse. Le choix des milieux ambiants utilisés, de la géométrie de contact étudiée mais aussi les paramètres clés de post-traitement de données, les techniques de caractérisation d'endommagement ainsi que les variables clés caractéristiques de l'endommagement y sont également exposés.

II.3.1. Milieu environnemental

Le milieu du réacteur n'étant pas aisément transposable en condition de laboratoire, une autre approche a été explorée, afin de se rapprocher partiellement des conditions réelles.

II.3.1.1. Milieu REP

On désigne par milieu primaire (MP) le fluide circulant dans le cœur des réacteurs nucléaires. Ce fluide est de composition chimique particulière, porté à une température de 320°C en sortie du cœur, sous une pression de 155 bar (valeur au-dessus de la pression de saturation de l'eau afin d'éviter les phénomènes d'ébullition). La composition chimique de cette eau est telle qu'elle permet à la fois de limiter les phénomènes de corrosion et d'absorber une partie du flux de neutrons en début de cycle [18]. Pour éliminer l'oxygène, de l'hydrogène est continuellement ajouté dans le système de recirculation. L'addition de lithine (de 0,4 à 2 ppm), d'acide borique (de 1000 à 1500 ppm) ainsi que d'hydrazine, permettent de contrôler les réactions neutroniques, de garder un pH à 7 et d'éliminer l'oxygène dissout, qui est considéré comme étant un agent corrosif.

| | Acide borique | Lithine | pH | [O ₂] | [Cl] |
|------|-----------------|---------------|------|-------------------|------------|
| EAC | 0 ppm | 0,4 à 2 ppm | 9-10 | < 0,1 ppm | < 0,15 ppm |
| EPAC | 1000 à 1500 ppm | 0,4 à 0,2 ppm | 7 | < 0,1 ppm | < 0,15 ppm |

Tableau II-2 : Composition chimique du milieu primaire lors des EAC et des EPAC.

Les guidages en 304L subissent une pré-oxydation lors des 1 200 premières heures de mise en fonctionnement. En effet, pendant les 600 premières heures, les cartes de guidage sont au contact de l'eau, période appelée EAC (Essais A Chaud). Au terme des EAC, de 600 h à 1 200 h, les grappes de commandes sont introduites à leur tour dans le milieu primaire, il s'agit des EPAC (Essais Précritiques A Chaud). On note alors une augmentation en bore dans la composition du milieu primaire, ce qui conduit à un pH plus faible (Tableau II-2). Cela signifie que les guidages sont recouverts d'une première couche d'oxyde obtenue en deux temps sur une période de 1 200 heures avant le premier contact avec les crayons, qui sont, eux aussi, recouverts d'une couche d'oxyde obtenue cette fois en 600 heures seulement. Kaczorowski a étudié dans ses travaux l'influence que pouvait avoir cette pré-oxydation des guides et crayons sur l'usure et a notamment montré que son rôle semblait être mineur [22].

II.3.1.2. Milieux étudiés

La reproduction du milieu REP n'étant pas possible au sein du laboratoire, deux environnements ont été étudiés pour chaque type de sollicitations à température ambiante et à pression atmosphérique :

- pour le premier, il s'agit d'un environnement sec. Cet environnement a permis de donner un premier aperçu du comportement tribologique du contact et de décortiquer les processus d'usure.
- pour le second, une solution d'acide borique enrichie en lithine, contenant 1 000 ppm de bore et 130 ppm de lithium a été utilisée. Cette solution conduit à un pH à froid de 8,7 choisi de manière à compenser l'évolution du produit ionique de l'eau avec la température. En effet, celui-ci vaut 14 à température ambiante, varie avec la température et ne vaut plus que 11,2 à 320°C. Le pH de 7,2 à 320°C du milieu primaire standard est donc légèrement basique. La solution enrichie en lithine permet, à température ambiante et pression atmosphérique, de conserver cette basicité (8,7/14=7,2/11,2) [9].

II.3.2. Géométrie des échantillons

Les échantillons de tube sont ceux utilisés en réacteur 1 300 MW ($\phi = 9,7 \text{ mm}$, $t = 1 \text{ mm}$), et présentent donc une rugosité représentative de celle rencontrée en réacteur. La hauteur crête à crête des aspérités du tube est de l'ordre de $2 \mu\text{m}$ (Figure II-9 et Figure II-10).

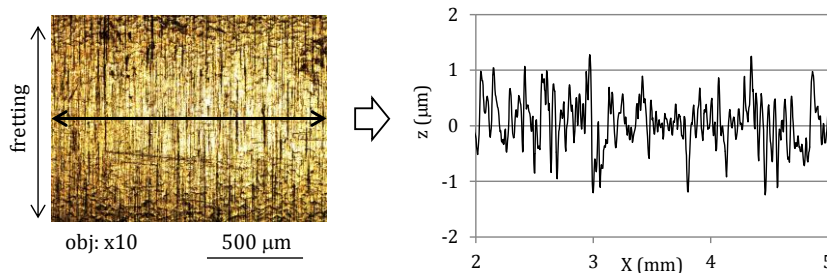


Figure II-9: Profil de rugosité du tube en AISI 316L nitruré.

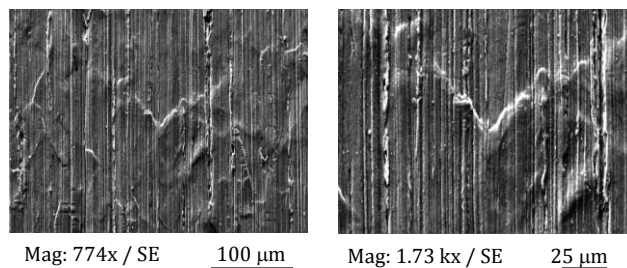


Figure II-10: Image MEB du crayon utilisé (316L nitruré).

Le contact est d'axe vertical et de type tube/bague, la bague étant l'alésage de la carte de guidage. La hauteur crête à crête de l'alésage de la carte de guidage est estimée à $5 \mu\text{m}$ [22]. La longueur de contact entre le tube et la bague est d'un pouce, soit 2,54 cm. Pour une meilleure appréhension des mécanismes

d'usure, le contact étudié dans ce travail est un contact d'axe horizontal et de type tube/plan (AISI 316L nituré / AISI 304L). La génératrice du tube choisie est de 10 mm. Ce choix s'est porté sur cette longueur pour des raisons d'alignement dans le tribomètre : il est plus aisé d'aligner un contact de petite génératrice. En ce qui concerne les échantillons plans, ils ont tous subi un polissage mécanique conduisant à une rugosité de Ra de 0,2.

II.3.3. Principe général du banc expérimental de fretting-usure

Deux types de sollicitations ont été étudiés avec ce premier tribomètre : la sollicitation de fretting simple, et la sollicitation de fretting sous chargements complexes.

II.3.3.1. Cas de la sollicitation de fretting-simple

Pour analyser la réponse d'un contact soumis à des sollicitations de fretting simple, on utilise des essais appelé « fretting-usure ». Le tribomètre utilisé est constitué d'un pot électromagnétique vibrant (type V100, *Gearing & Watson Electronics LTD*) relié à un amplificateur (type DSA1, *G&W LTD*) permettant d'appliquer une vibration sinusoïdale dans la direction horizontale (suivant x) (Figure II-11.a).

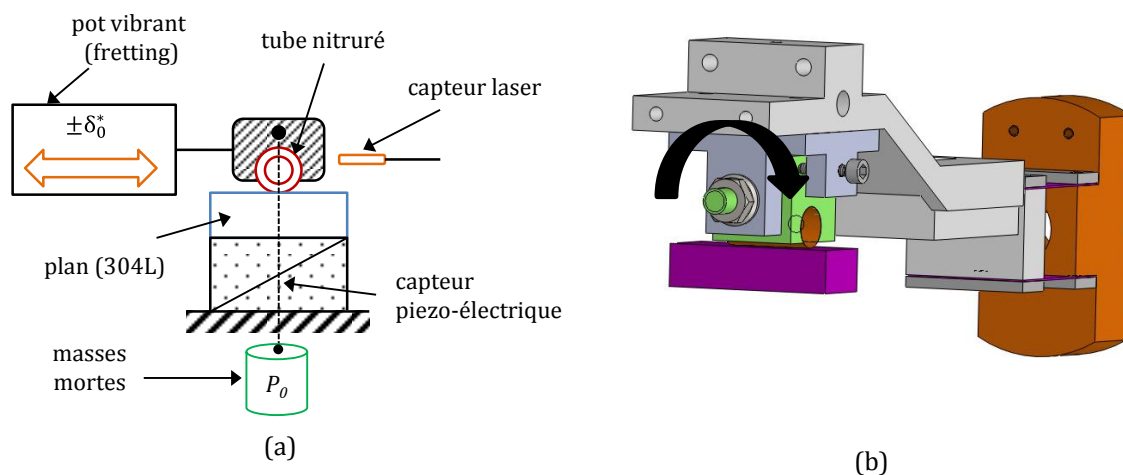


Figure II-11 : (a) Schéma de principe du banc d'essais sous sollicitation de fretting-simple. (b) Porte-échantillon supérieur permettant l'alignement du cylindre et du plan.

L'échantillon plan est placé sur un porte-échantillon fixe et repose sur un mécanisme sur lequel est fixé un capteur piézo-électrique 3 axes (type 9067 relié à deux conditionneurs de type 5015, *Kistler*). Ce type de capteur permet de mesurer les trois composantes orthogonales d'une force dynamique ou quasi-statique (masses mortes) qui agit dans une direction quelconque. Le capteur de force doit être monté sous précontrainte puisque les forces de cisaillement F_x et F_y doivent être transmises par frottement statique de la plaque inférieure et supérieure aux surfaces du capteur de force. Pour une précontrainte de 160 kN, le capteur tri-axes permet de mesurer des forces tangentielles F_x et F_y de ± 20 kN et des efforts normaux F_z de ± 40 kN pour une gamme de température allant de -50 °C à $+ 150$ °C.

Il existe deux types de porte échantillon inférieur, l'un permettant l'étude de contact sec, l'autre permettant l'étude du contact en solution à température ambiante. Le contre-corps tubulaire est quant à lui positionné par un porte-échantillon supérieur sur le bras de fretting, lui-même fixé au pot vibrant de

fretting par le biais de lames flexibles. Ce porte-échantillon supérieur, que nous avons conçu spécifiquement pour cette application, permet un alignement plus aisé du cylindre par rapport au plan via un axe de tangage (Figure II-11.b). Lors de la mise en place des échantillons, ceux-ci sont nettoyés à l'éthanol afin d'éliminer toute trace de graisse à leur surface. L'application de la charge se fait par le biais d'une masse morte placée à l'aide d'un câble sur le porte échantillon supérieur. Enfin, le bras de fretting peut être piloté en amplitude de débattement sinusoïdal δ^* ou bien en amplitude d'ouverture de cycle δ_0^* .

La force tangentielle est mesurée pendant l'essai à l'aide du capteur de force piézo-électrique. Le débattement de l'échantillon supérieur est contrôlé à l'aide d'un capteur de déplacement laser à fibre optique (type D-21, *Philtec*). Ce capteur, utilisé en champ lointain, a une gamme linéaire de 0,7 mm et une résolution de 80 nm à 100 Hz.

II.3.3.2. Cas de la sollicitation de fretting sous chargements complexes

Dans le cas d'un contact soumis à une sollicitation de fretting sous chargements complexes, le tribomètre est le même que précédemment hormis qu'en plus d'être soumis à un déplacement tangentiel de fretting, le porte-échantillon du cylindre est fixé par le biais de lames flexibles à un second pot électromagnétique, d'axe vertical (Figure III-12).

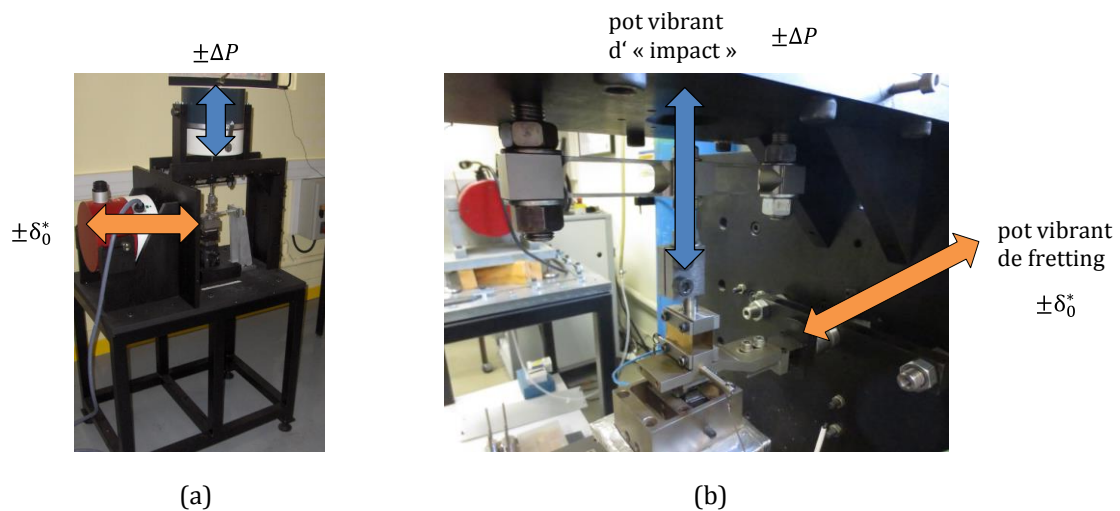


Figure II-12 : Banc d'essai de fretting sous chargements complexes (a) vue d'ensemble, (b) détails.

Ce second pot permet de générer des fluctuations sinusoïdales de la charge normale. L'asservissement de ce pot se fait via le capteur piézo-électrique situé sous l'échantillon plan (Figure II-13.a).

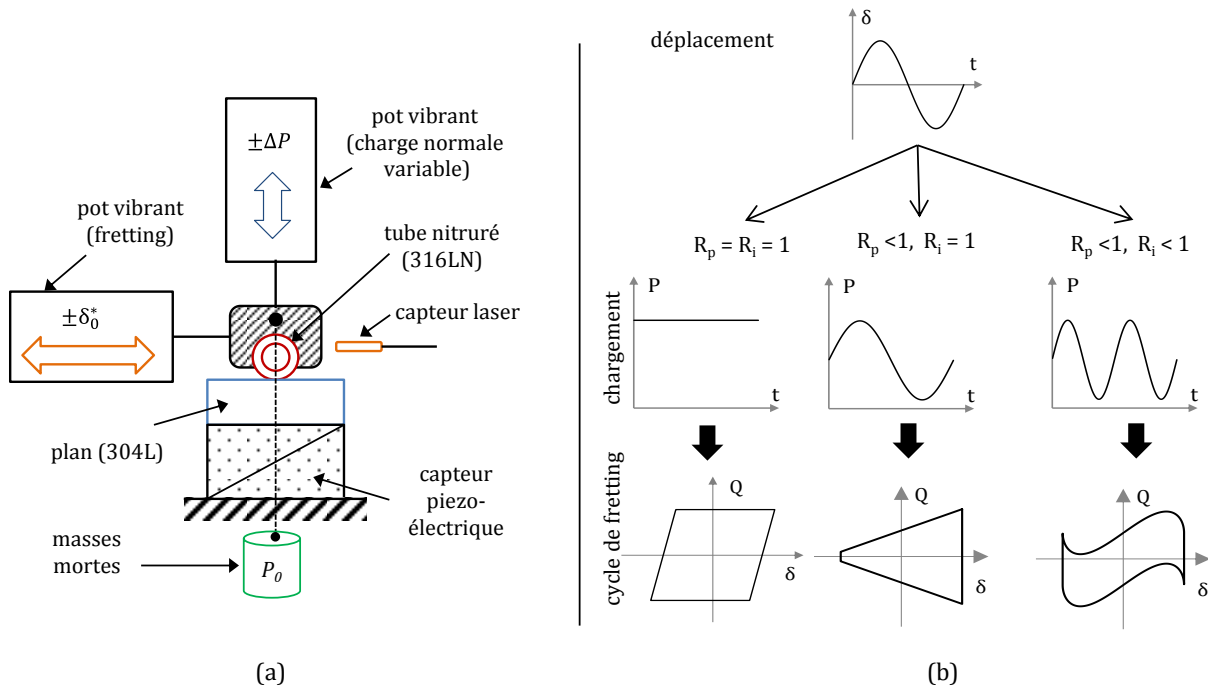


Figure II-13: (a) Schéma de principe du banc d'essais sous sollicitation de fretting sous chargement complexe. (b) Exemple de signaux et cycles de fretting correspondants.

Le pot vibrant d'axe vertical permet d'engendrer des fluctuations de la charge normale, voire d'induire un décollement du contact. Pour formaliser la fluctuation de l'effort normal, on introduit le rapport de charge R_p , défini comme étant le ratio de la charge minimale sur la charge maximale enregistrée lors d'un cycle de fretting :

$$R_p = P_{min}/P_{max} \quad (II-4)$$

On distingue alors trois cas différents :

- lorsque $R_p = 1$, la sollicitation imposée est celle dite de fretting simple. Le cycle de fretting présente une forme quadratique.
- lorsque R_p diminue (< 1), la sollicitation est du fretting sous chargement variable. On remarque alors le changement de forme du cycle de fretting qui passe alors d'une forme quadratique à forme triangulaire (Figure II-13.b).
- enfin lorsque R_p est proche de zéro, le contact est en limite de décollement, la condition d'impact est fortement approchée.

En plus d'imposer une fluctuation de l'effort normal, il est aussi possible de changer la fréquence de fluctuation de P par rapport à celle de fretting. Ainsi, on introduit le rapport d'impulsion R_i comme étant le ratio de la fréquence de fretting f_f sur la fréquence de pulsation f_p :

$$R_i = f_f/f_p \quad (II-5)$$

Là aussi, on observe un changement de forme du cycle de fretting en fonction de la fréquence de fluctuation de l'effort normal choisie (Figure II-13.b). Il est aussi possible de déphaser les signaux de

fretting et de la variation de la charge normale entre eux. Généralement, on travaille avec des signaux en phase ($\varphi = 0$), hormis pour quelques exceptions.

II.3.3.3. Asservissement et acquisition des données

En sollicitation de fretting simple, l'asservissement des paramètres de chargement et l'acquisition des données se font grâce à un programme conçu et réalisé sous *Labview* appelé *Tribofretting*. L'enregistrement des paramètres d'essai est réalisé avec le même échantillonnage. Le taux d'échantillonnage est indépendant de la fréquence de vibration appliquée lors d'un test. Ainsi le programme permet l'acquisition de 400 points pour chaque donnée au cours d'un cycle (Figure II-14.a).

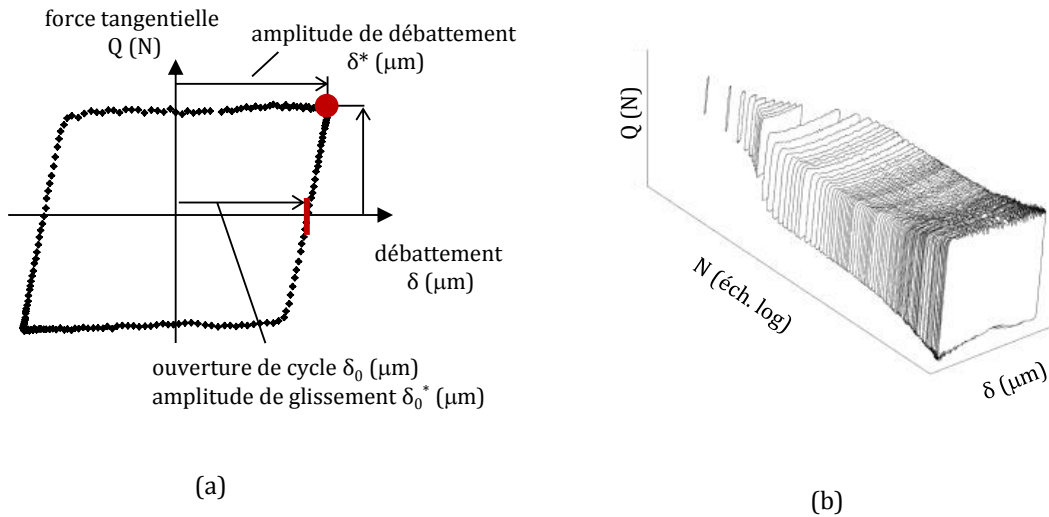


Figure II-14 : (a) Présentation des données acquises au cours d'un cycle de fretting. (b) visualisation de la stabilité d'un essai via la bûche de fretting.

Une valeur moyenne de chaque variable pour un cycle de fretting est ensuite calculée. De plus, la juxtaposition des cycles de fretting au cours d'un essai en échelle log (bûche de fretting - Figure II-14.b), permet d'avoir un aperçu de la dynamique d'essai mais aussi de vérifier sa stabilité au cours de l'essai.

En ce qui concerne la sollicitation de fretting sous chargement complexe, un programme annexe de post-traitement a été développé sous *Matlab*. En effet lorsque les fréquences des deux pots sont différentes ($R_i < 1$), bien que les consignes aux pots soient en phase ($\varphi = 0$), un léger décalage des signaux a lieu lors de l'acquisition des données d'où la nécessité de remettre bien en phase les signaux entre eux (Figure II-15).

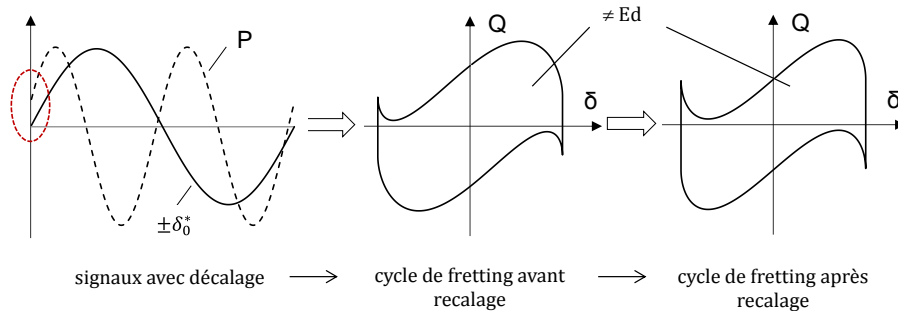


Figure II-15 : Influence du déphasage des signaux sur les cycles de fretting (cas $R_i = 0,5$).

Ce déphasage est constant et dépend de R_i . La non-prise en compte de ce décalage peut fausser les calculs des variables de chargement et en particulier le calcul de l'énergie dissipée cumulée ou bien encore celui du coefficient énergétique de frottement.

II.3.3.4. Nomenclature des essais

Compte-tenu des paramètres d'essais très variés, que ce soit en terme d'environnement, de mode de sollicitation, d'ouverture de cycle et de durée, une nomenclature décrivant de façon simple chaque essai est introduite.

Pour décrire l'environnement dans lequel a été fait l'essai, les abréviations suivantes sont utilisées :

- SEC : environnement sec à l'ambiante,
- SOL1 : en solution (1 000 ppm de bore, 130 ppm de lithine) à l'ambiante.

Pour décrire le mode de sollicitation, l'ouverture de cycle ou le nombre de cycles de l'essai, les notations utilisées sont proposées dans le Tableau II-3.

| Nomenclature | Sollicitation correspondante |
|-----------------|-------------------------------|
| P _{XX} | rapport de charge R_p |
| I _{XX} | rapport d'impulsion R_i |
| D _{XX} | ouverture de cycle δ_o |
| N _{XX} | nombre de cycles (N) |

Tableau II-3: Nomenclature pour décrire les sollicitations de l'essai.

Cependant, le nombre de cycles n'est précisé qu'en cas de durée « exceptionnelle ». En effet, le nombre de cycles de référence pour un essai à sec est fixé à 100 000 cycles alors que pour les essais en solution il est de 500 000 cycles. D'autre part, sous chargement variable ou complexe, l'effort normal maximum est systématiquement égal à $P_{max} = 3 \text{ N/mm}$. Ainsi, en utilisant ces abréviations, le nom :

- SEC_P1/I1/D80 correspond à un essai réalisé à sec en fretting-simple avec une ouverture de cycle de 80 μm et d'une durée de 100 000 cycles (P1 pour $R_p = 1$, I1 pour $R_i = 1$),
- SOL1_P0.1/I0.5/D140 correspond à un essai en solution à T_a sous chargement complexe avec une ouverture de cycle de 140 μm avec un rapport de charge de $R_p = 0,1$, un rapport d'impulsion de $R_i = 0,5$, et d'une durée de 500 000 cycles,

Tout au long de cette thèse un seul couple de matériau a été étudié sous ce type de sollicitation (tube/plan – 316L nitruré/304L). Les matériaux ne sont donc pas précisés dans la nomenclature des essais. Cependant, pour des raisons d'allègement, nous nous permettons d'utiliser l'abréviation « N » pour nitruré, donnant ainsi 316L N pour parler du tube en 316L nitruré.

II.4. Méthodes d'expertises des endommagements

Au cours des essais de fretting ou fretting-corrosion, l'endommagement du contact est essentiellement une dégradation de l'interface. Il est donc nécessaire de caractériser les endommagements observés, de par la nature du processus, mais également via la profondeur usée ou le volume usé. Ces expertises sont quantitatives en mesurant les volumes et profondeurs usées et qualitatives via l'analyse des faciès et de la composition chimique des interfaces frottées.

II.4.1. Préparation des échantillons post-mortem

Après essais, les échantillons sont nettoyés par bain à ultrasons dans de l'acétone puis dans un nouveau bain avec de l'éthanol. Ils sont ensuite rincés à l'eau distillée et séchés à l'air libre.

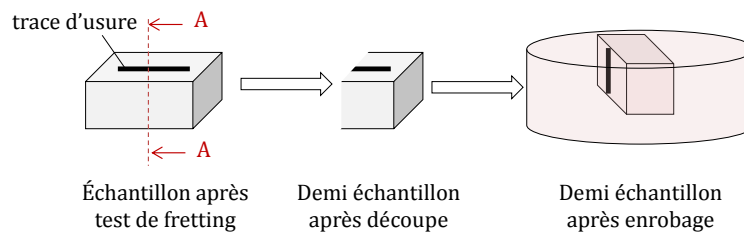


Figure II-16 : Préparation d'un échantillon pour l'observation en coupe transversale.

Suivant le type de caractérisation que l'on souhaite réaliser il peut être nécessaire de pratiquer des coupes transversales sur les échantillons (notamment pour les attaques chimiques). Le processus de préparation est donc le suivant : découpe de l'échantillon perpendiculairement aux traces d'usure, enrobage à chaud dans de la résine conductrice pour microscopie électronique, et enfin polissage poli-miroir (Figure II-16).

II.4.2. Description des dispositifs d'analyse utilisés

Le principal endommagement observé en « fretting-usure » ou « *reciprocating sliding* » est l'usure des interfaces frottante. Afin de caractériser et quantifier cette usure, plusieurs techniques s'offrent à nous.

Le *Microscope Optique* permet d'observer à une première macro-échelle les faciès d'usure mais aussi de mesurer les largeurs et longueurs des traces de fretting pour déterminer l'aire finale de contact.

Le *Microscope Electronique à Balayage* (MEB FEG, *Tescan-Mira*) permet quant à lui d'observer les faciès d'usure à une échelle microscopique afin d'obtenir des détails et de définir le type d'endommagement (abrasion, adhésion, corrosion, etc). Une analyse EDX permet également de faire des profils ou des cartographies chimiques des faciès d'usure. Ces analyses peuvent par la suite permettre de mettre en avant des phénomènes d'oxydation.

Le *profilomètre interférométrique 3D* (VEECO utilisé en mode VSI – *Vertical Shift Interference*) permet de d'effectuer des cartographies 3D (Figure II-17.a) de la trace d'usure mais aussi d'en extraire des profils 2D équivalents, en moyennant la largeur de trace sur une génératrice voulue (Figure II-17.b).

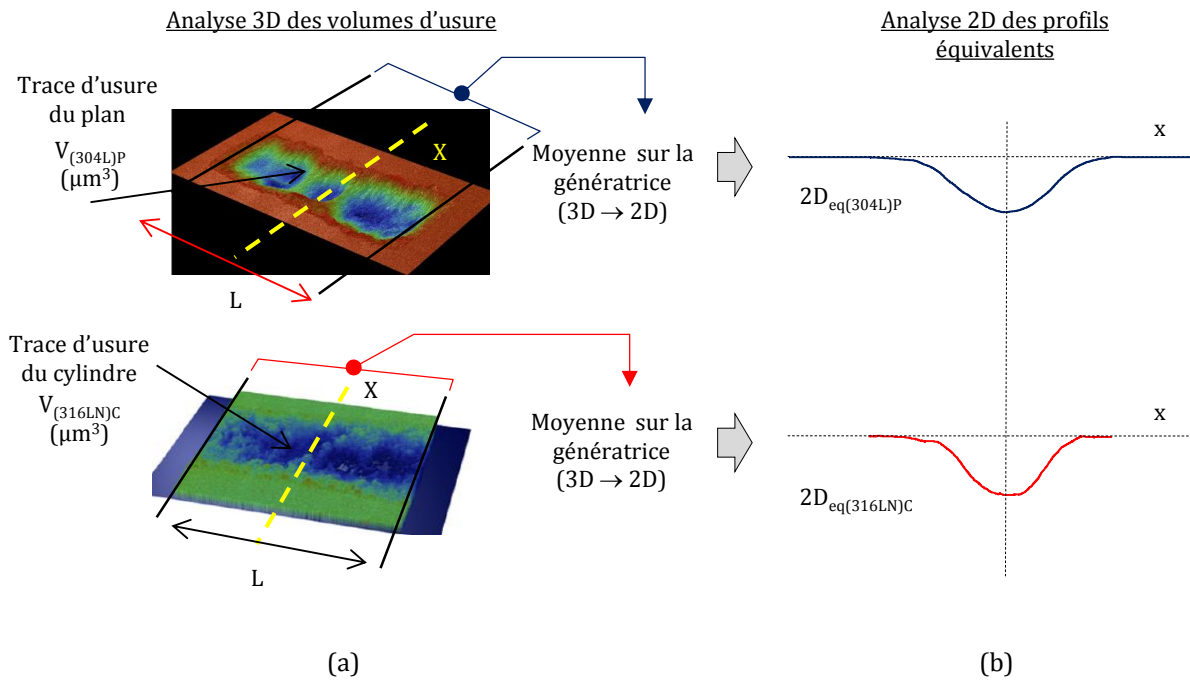


Figure II-17 : Présentation (a) des cartographies 3D d'une trace d'usure du plan (304L) et du cylindre (316LN) et (b) leurs profils 2D équivalents moyennés sur la génératrice de contact.

Cet appareil permet également de quantifier le volume et la profondeur usée après chaque essai de fretting, ainsi que de quantifier la rugosité des matériaux.

II.4.3. Définition des variables clés de l'endommagement

Pour clore ce chapitre nous allons décrire une première nomenclature définissant les volumes usés usuellement rencontrés et quantifiés par le profilomètre interférométrique 3D. Le volume usé manquant V_{NM} (*Net Missing*) d'une trace de fretting d'un matériau M_1 est comme étant :

$$V_{NM(M1)} = V_- - V_+ \quad (II-6)$$

Le volume positif V_+ peut être lié à du transfert, du collage de débris ou à une forte déformation plastique alors que le volume négatif V_- est dû à l'usure par enlèvement de matière (Figure II-18).

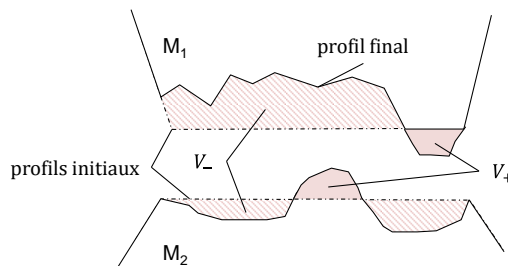


Figure II-18 : Définition des volumes positif V_+ et négatif V_- .

Le volume usé total de l'interface entre deux matériaux M_1 et M_2 est alors établi par la relation suivante :

$$V_{NM} = V_{NM(M1)} + V_{NM(M2)} \quad (\text{II-7})$$

II.5. Conclusion

Ce chapitre a permis de présenter les éléments essentiels utilisés dans cette étude, à savoir ceux concernant la caractérisation des matériaux et ceux décrivant les méthodes expérimentales utilisées.

Dans la première section, une description des matériaux a été réalisée. On y a rappelé les propriétés des matériaux couramment utilisés pour les grappes de commande et les guides de grappe. Des premiers éléments de compréhension et de justification de choix expérimentaux ont été proposés.

La deuxième section a détaillé le dispositif expérimental de fretting-usure adapté à un contact cylindre/plan, qui permet de réaliser des sollicitations de fretting-simple mais aussi de fretting sous chargement complexe.

Pour finir la dernière section de cette partie a présenté de manière succincte les différents appareils disponibles au sein du laboratoire permettant la caractérisation post-mortem et la quantification de l'usure des échantillons.

Chapitre III Comportement tribologique des contacts secs sous chargement complexe

| | |
|---|-----|
| III.1. Introduction..... | 62 |
| III.2. Fretting-usure sous chargement constant..... | 63 |
| III.2.1. Etude de la réponse dynamique et tribologique du système | 63 |
| III.2.2. Caractérisation morphologique des endommagements..... | 65 |
| III.2.2.1. Morphologie de l'usure des plans en (304L)P..... | 65 |
| III.2.2.2. Morphologie de l'usure des cylindres niturés (316LN)c..... | 68 |
| III.2.3. Quantification de la proportion d'oxydes piégés au sein du contact..... | 69 |
| III.2.3.1. Mise en place d'une méthode de calcul des volumes d'usure | 69 |
| III.2.3.2. Introduction du critère de forme M_w | 70 |
| III.2.3.3. Définition des volumes d'usure associés..... | 70 |
| III.2.4. Formalisation de l'usure via une approche énergétique | 73 |
| III.2.5. Conclusion intermédiaire | 75 |
| III.3. Fretting-usure sous chargement complexe..... | 76 |
| III.3.1. Description énergétiques des cycles complexes..... | 77 |
| III.3.2. Analyse du frottement sous chargement complexe..... | 85 |
| III.3.3. Etude morphologique des faciès d'usure | 87 |
| III.3.3.1. Effet du rapport de charge R_p | 87 |
| III.3.3.2. Effet du rapport d'impulsion R_i | 91 |
| III.3.3.3. Analyse morphologique en surface du plan 304L..... | 92 |
| III.3.4. Etudes quantitatives des cinétiques d'usure | 94 |
| III.3.4.1. Effet du rapport de charge R_p | 94 |
| III.3.4.2. Effet du rapport d'impulsion R_i | 97 |
| III.3.5. Quantification de la cinétique d'usure du contact sous chargement complexe | 99 |
| III.3.5.1. Identification de l'effet R_p | 100 |
| III.3.5.2. Identification de l'effet R_i | 102 |
| III.4. Conclusion | 104 |

III.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous nous intéressons au comportement du contact cylindre (316LN)_C/plan (304L)_P à sec. Le comportement tribologique de l'interface étudiée est établi par l'analyse du frottement et de l'usure des surfaces en fonction des sollicitations imposées.

Dans un premier temps, nous nous sommes concentrés sur la sollicitation de fretting-simple¹ (effort normal P constant) en étudiant l'effet de l'amplitude de débattement. Les cinétiques d'usure du plan (304L)_P et du cylindre (316LN)_C sont étudiées par corrélation entre les volumes usés des deux surfaces en contact et l'énergie totale de frottement dissipée dans l'interface ($V = \alpha \times \Sigma Ed$).

Dans une seconde partie, nous nous sommes intéressés aux sollicitations de fretting sous chargements variable² et complexe, nécessitant l'introduction du rapport de charge (R_p) et du rapport d'impulsion (R_i). Une première section porte sur la description des cycles énergétiques découlant de ce type de sollicitation et le développement d'une formule analytique permettant de calculer l'énergie dissipée quelles que soient les conditions de chargement imposées. L'analyse du frottement, les effets des deux rapports R_p et R_i sur la morphologie mais aussi sur les cinétiques d'usure sont étudiés. Pour finir, une approche énergétique intégrant les effets de la charge normale variable est proposée.

¹ Les résultats présentés sous sollicitations de fretting-simple à sec ont fait l'objet de la première partie de l'article « E.Marc *et al.* Fretting wear response of a nitrided 316L SS/304L SS interface: Effects of lithium-boron liquid environment. *Surf. And Coatings Technology*, Vol. 308 (2016), pp. 226-235 » [145].

² Les résultats sous chargement variable à sec ont aussi fait l'objet de la première partie d'un article : « E. Marc *et al.* Fretting wear of a nitrided 316L/304L contact subject to in-phase normal force fluctuation in dry and lithium-boron solution: An R_p -friction energy wear approach. *Wear*, Vol 376-377 (2017), pp. 690-704 » [146]. Cependant, cet article ne prend en compte qu'une seule amplitude de glissement ($\pm 80 \mu\text{m}$).

III.2. Fretting-usure sous chargement constant

La vérification du mécanisme d'usure opérant dans l'interface à sec s'est faite en étudiant les effets de l'amplitude de glissement, les autres paramètres de chargement étant fixés. Les retours d'expérience relative au milieu REP ainsi que les essais Magaly menés par FRAMATOME, ont montré que la force normale dépassait rarement 27 N (valeur maximale). De même, les enregistrements des amplitudes de glissement entre le tube et la bague ont montré une forte dispersion, le glissement relatif entre les surfaces allant de quelques microns à plusieurs centaines de microns.

Dans les essais expérimentaux, la génératrice de tube utilisée étant de 10 mm, la force normale linéique retenue tout au long de cette étude a été de 3 N/mm afin de se placer dans un cas de chargement défavorable. Ce chargement combiné à la configuration du contact (cylindre/plan) conduit à un demi-rayon hertzien a_H de 12 μm . Le nombre de cycles a été fixé à 100 000 cycles afin d'étudier le régime stabilisé. Enfin, la fréquence de fretting f_f a été établie à 5 Hz pour éviter les effets fréquences au sein de l'interface.

III.2.1. Etude de la réponse dynamique et tribologique du système

La visualisation des bûches de fretting au cours d'un essai permet d'avoir un aperçu de la dynamique ainsi que de la stabilité de l'essai. La Figure III-1 montre une grande stabilité des cycles de fretting tout au long des tests quelle que soit l'amplitude de glissement. De plus ces derniers présentent une forme quadratique, typique du régime de glissement total.

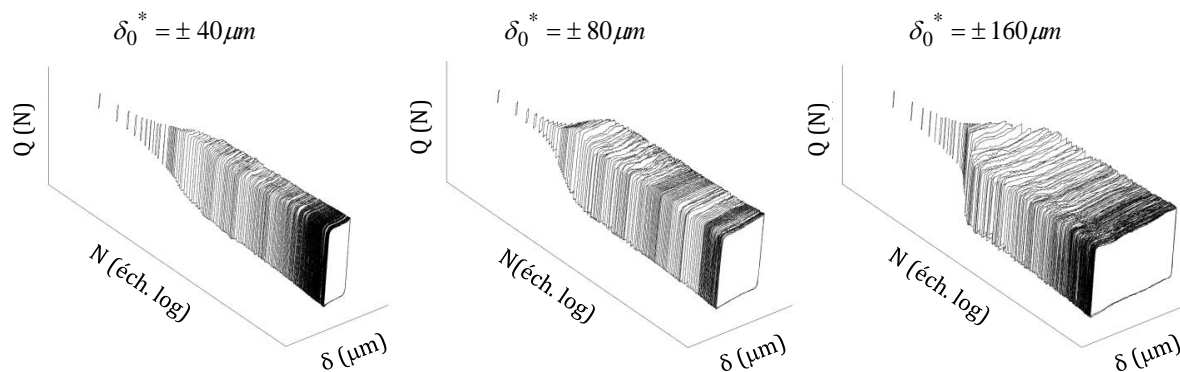


Figure III-1 : Evolution des bûches de fretting en fonction de l'amplitude de glissement à paramètres égaux (SEC_P1/I1/D40→160).

D'après le modèle de Mindlin [99], pour des amplitudes de débattement δ^* supérieures à l'amplitude de transition δ_t^* entre les domaines de glissement partiel et total, le coefficient de frottement μ est indépendant de l'amplitude de débattement. On se propose alors de définir deux types de coefficients de frottement :

- le coefficient de frottement moyen μ_0 , défini à l'origine pour $\delta_0 = 0$ (Figure III-2.a) tel que :

$$\mu_0 = \frac{Q(\delta=0)}{P} \quad \text{(III-1)}$$

- ainsi que le *coefficient de frottement énergétique* μ_e (Figure III-2.b) tel que :

$$\mu_e = \frac{\oint (Q/P) d\delta}{4 \times \delta_0} \quad (\text{III-2})$$

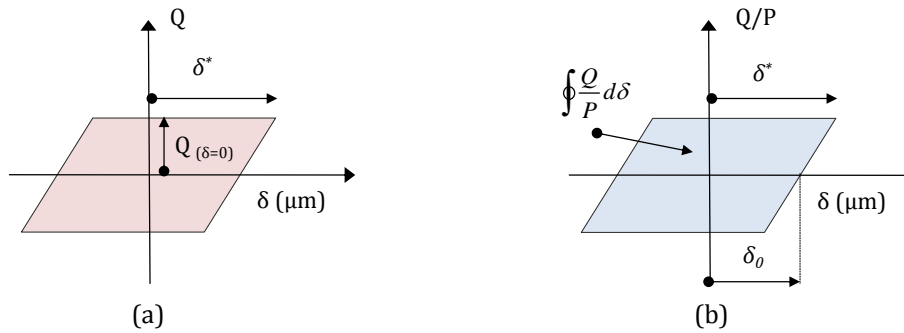


Figure III-2: Définition du coefficient de frottement (a) moyen μ_0 et (b) énergétique μ_e .

D'après ces définitions, la Figure III-3 montre une évolution stable des coefficients de frottement μ_0 et μ_e autour de 0,9 et 0,85 respectivement.

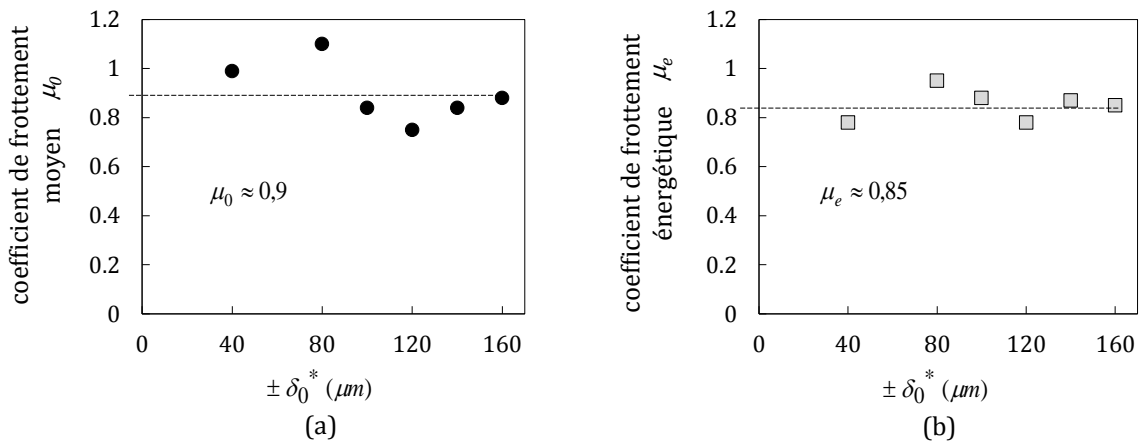


Figure III-3: Evolution (a) du coefficient de frottement moyen μ_0 et (b) du coefficient de frottement énergétique μ_e en fonction de l'amplitude de glissement pour un contact cylindre/plan en condition sec (SEC_P1/I1/D40→160).

Ces valeurs nous permettent de confirmer que l'amplitude de glissement n'a pas d'influence sur le coefficient de frottement. Ainsi, nous vérifions les hypothèses de Mindlin [99] et indirectement celles de Coulomb.

III.2.2. Caractérisation morphologique des endommagements

La Figure III-4 présente l'évolution des profils 2D moyennés sur 10 mm des traces d'usure du plan (304L)_P et du tube nitruré (316LN)_C en fonction de l'ouverture de cycle.

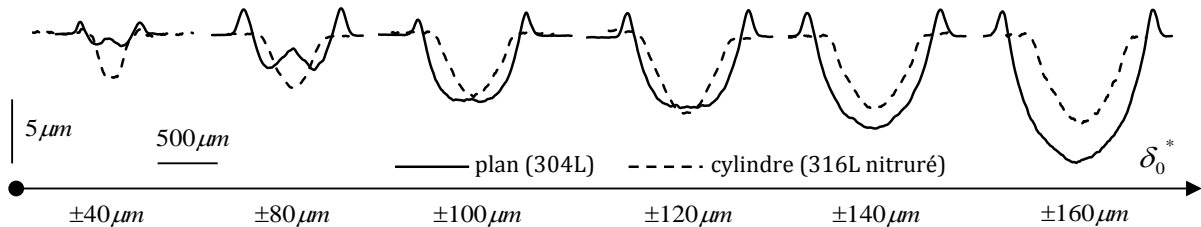


Figure III-4: Evolution des profils d'usure 2D du plan (304L) et du cylindre (316L N) (SEC_P1/I1/D40→160).

Tout d'abord il est intéressant de noter que les deux surfaces antagonistes présentent une usure non négligeable à leur surface quelle que soit l'amplitude de glissement. Comme attendu par la cinématique du glissement, l'extension latérale des profils d'usure du plan (partie fixe) devient de plus en plus importante comparée à celle du cylindre (partie mobile) au fur et à mesure de l'augmentation de l'amplitude de glissement. En ce qui concerne les échantillons plans (304L)_P, deux types de profils sont observés : les profils en « *W-shape* » et les profils en « *V-shape* ». Ainsi, le faciès relatif au plan semble dépendre de l'amplitude de glissement alors que celle associée au tube nitruré semble en être indépendante (« *V-shape* ») quelle que soit δ_0 .

III.2.2.1. Morphologie de l'usure des plans en (304L)_P

Afin de mieux comprendre l'origine de la forme des profils d'usure présents sur le plan (304L)_P, des comparaisons entre les profils 3D, 2D ainsi que les optiques de la surface de l'échantillon (304L)_P ont été faites pour les plus petites et les plus grandes amplitudes de glissement étudiées ($\delta_0^* = \pm 40 \mu\text{m}$ et $\delta_0^* = \pm 160 \mu\text{m}$) (Figure III-5).

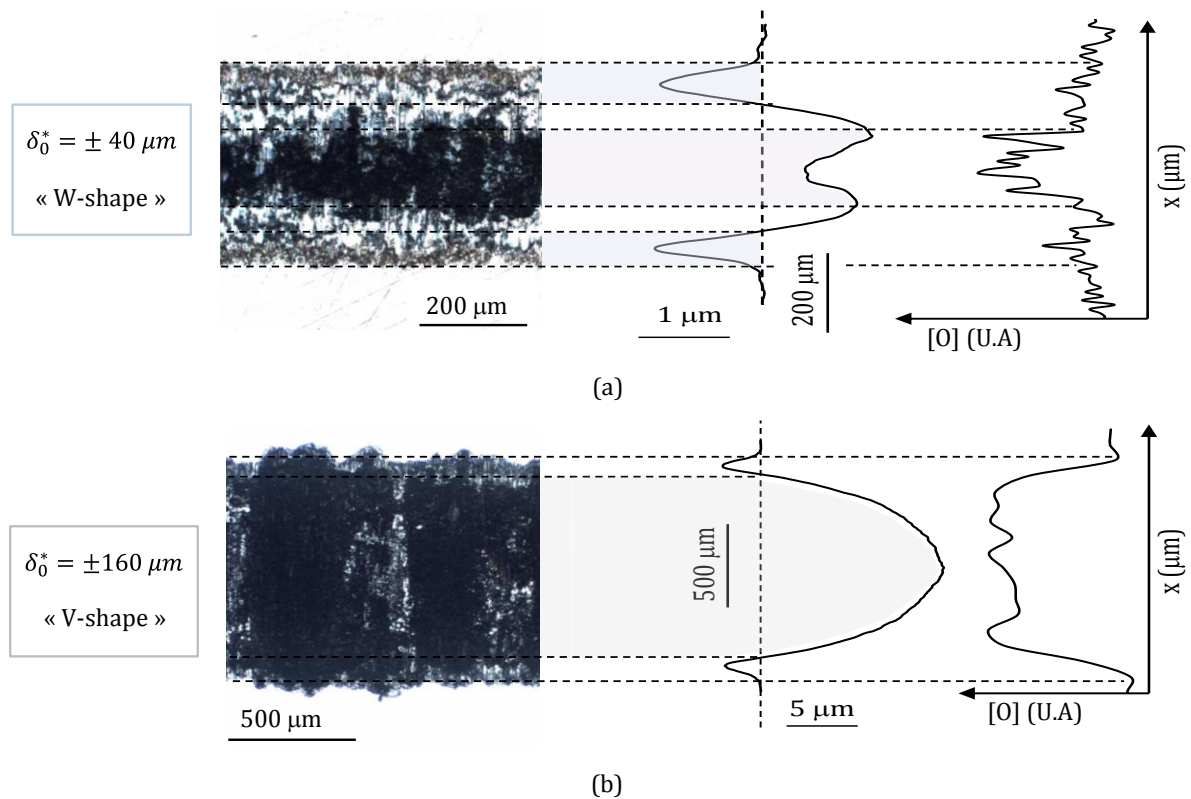


Figure III-5 : Plan 304L. Equivalence entre les optiques, les profils 2D moyennés sur une génératrice de 10 mm, et des profils d’oxygène issus d’analyse EDS pour deux amplitudes de glissement : (a) $\delta_0^* = \pm 40 \mu\text{m}$ (SEC_P1/I1/D40) et (b) $\delta_0^* = \pm 160 \mu\text{m}$ (SEC_P1/I1/D160).

On relève que:

- pour la *petite amplitude de glissement* - $\delta_0^* = \pm 40 \mu\text{m}$ - l’observation optique de la trace d’usure met en évidence une morphologie non homogène (Figure III-5.a). Bien que l’essai ait été réalisé en glissement total, des débris d’oxydes semblent être localisés au milieu du contact (bande noire). Cet agglomérat est entouré de deux bandes d’aspects brillants. Le profil 2D équivalent indique un faciès en « *W-shape* ».
- à l’opposé, la *grande amplitude de glissement* - $\delta_0^* = \pm 160 \mu\text{m}$ - induit sur le plan une trace d’usure d’aspect homogène présentant un lit de débris d’oxyde étalé sur toute la largeur de la trace (Figure III-5.b). Le profil 2D équivalent indique un profil en « *V-shape* ».

Ces premières observations morphologiques ont été enrichies par des analyses MEB et EDS (Figure III-5 et Figure III-6).

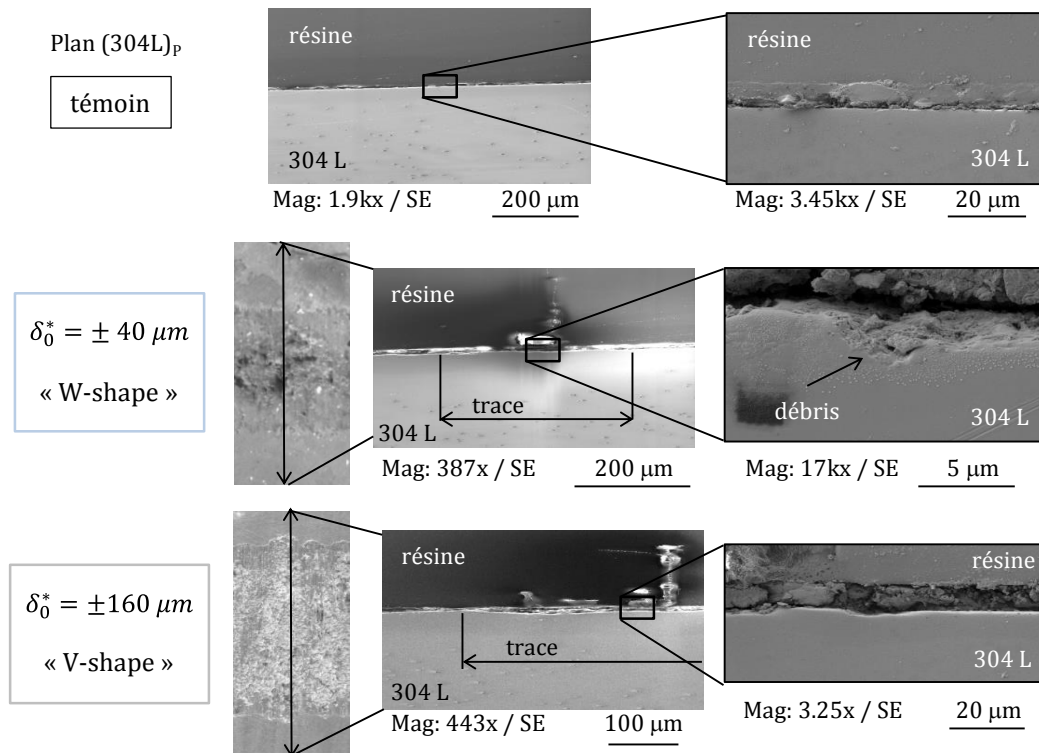


Figure III-6: Comparaison entre les observations MEB réalisées sur des coupes d'un échantillon plan en (304L)_p témoin et ceux correspondant à une amplitude de $\delta_0^* = \pm 40 \mu m$ et $\delta_0^* = \pm 160 \mu m$ (SEC_P1/I1/D40-160).

Les analyses EDS sont basées sur le profil de la concentration d'oxygène ([O]) suivant l'axe de glissement x et les observations MEB ont été faites en coupe selon le protocole décrit à la section II.4.1. On note alors que :

- Pour la *petite amplitude de glissement*, le profil de la concentration d'oxygène montre une équivalence de forme en *W* inversé: le pic d'oxygène semble correspondre au pic intérieur du « *W-shape* ». Les observations MEB de la trace montrent quant à elles la présence de débris accumulés exclusivement au centre de la trace d'usure. L'examen de la trace en coupe montre une présence de débris supérieure à celle observée pour la grande amplitude de glissement.
- Des analyses similaires ont été menées sur l'échantillon testé à $\delta_0^* = \pm 160 \mu m$. Le profil de la concentration d'oxygène présente un plateau stable sur toute la largeur de la trace. Les observations MEB suggèrent qu'une fine couche d'oxyde y est étalée car la présence d'accumulation de débris n'est pas observée.
- En recoupant ces observations il est possible d'affirmer que les petites amplitudes de glissement ne permettent pas une répartition des débris d'oxyde sur toute la largeur de la trace d'usure : bien que l'on soit dans un régime de glissement total, les oxydes sont majoritairement piégés au centre du contact conduisant ainsi à un profil qualifié de « *W-shape* ».

III.2.2.2. Morphologie de l'usure des cylindres nitrurés (316LN)_c

Les tubes (316LN)_c présentent eux aussi une usure à leur surface après essais (Figure III-4 et Figure III-7).

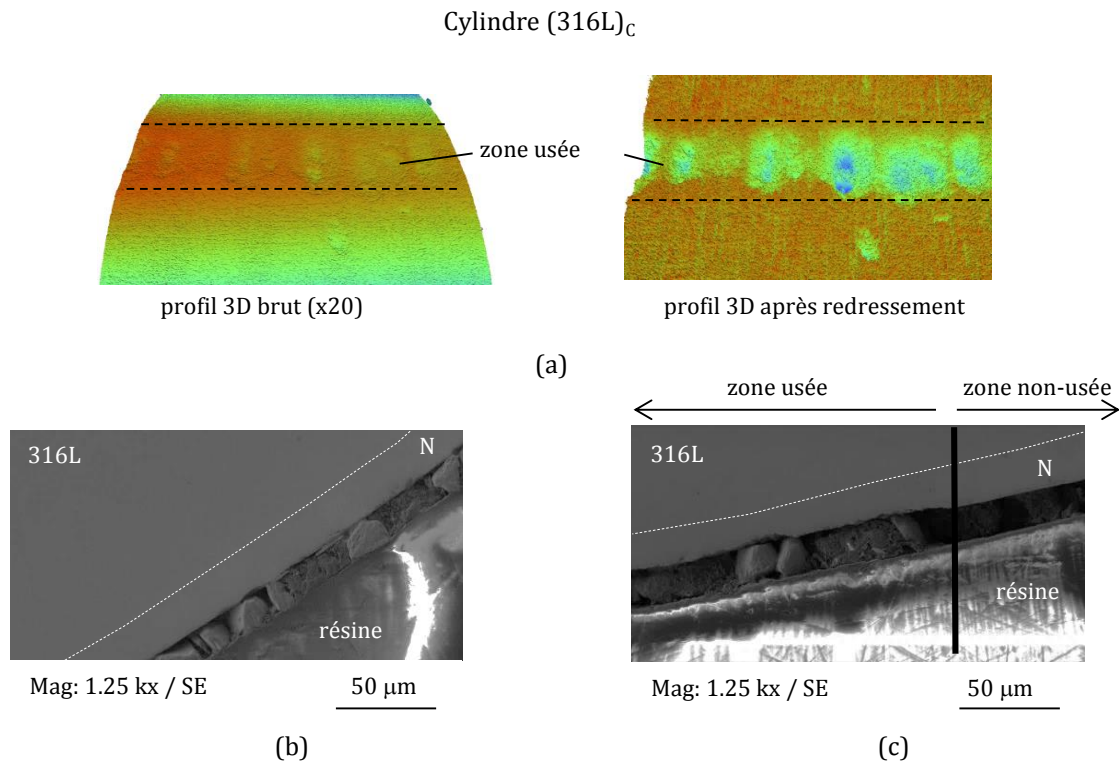


Figure III-7: Cylindre (316LN)_c – (a) Profil 3D (Obj. x 20) d'une trace d'usure brute (à gauche) et après redressement des surfaces (à droite) et observation MEB en coupe du tube nitruré (b) en zone témoin non usée et (c) en zone endommagée (SEC_P1/I1/D80).

La Figure III-7.a montre le type de profil 3D qu'il est possible d'observer avant et après redressement des surfaces cylindriques.

- Contrairement aux surfaces planes, l'usure ne semble pas être homogène sur toute la génératrice du cylindre, mais paraît être plutôt localisée suivant des zones circulaires.
- Il est aussi intéressant de noter que, quelle que soit l'amplitude de glissement, les profils 2D indiquent un faciès en « *V-shape* » (Figure III-4). Cette observation suggère que dans le cas de la configuration plan-*W* / tube-*V*, tous les débris d'oxydes sont transférés sur le plan (304L)_p.
- Enfin, il est important de noter que, dans les conditions d'essais choisies, seule la couche nitrurée du cylindre est usée (profondeur d'usure peu élevée et couche de nitruration estimée à 15 μm) (Figure III-7.b et c).

Pour finir, la Figure III-4 suggère qu'il existe une amplitude de transition $\delta_{0,th} \approx 100 \mu\text{m}$ entre les faciès *W* et *V* associés au plan (304L)_p. Cependant cette transition ne semble pas être liée à l'exposition de la trace à l'air ambiant. En effet, il apparait que la zone du pic des profils en « *W-shape* » est essentiellement cachée du milieu ambiant par le tube nitruré.

III.2.3. Quantification de la proportion d'oxydes piégés au sein du contact

Les caractérisations morphologiques des traces d'usure du plan (304L)_P ont permis de montrer qu'une certaine quantité d'oxyde était piégée au sein du contact pour les petites amplitudes de glissement. Passé une amplitude critique $\delta_{0,th} \approx 100 \mu\text{m}$, cet agglomérat d'oxydes est étalé sur toute la largeur de la trace. On se propose d'introduire le critère de forme M_w dans le but de permettre de distinguer un faciès en « *W-shape* » d'un faciès en « *V-shape* » en considérant la proportion d'oxydes piégés dans le contact.

III.2.3.1. Mise en place d'une méthode de calcul des volumes d'usure

Pour le plan (304L)_P, deux types de profils ont été mis en évidence : les profils « *W-shape* », ayant un agglomérat de débris d'oxydes piégés dans le contact, et les profils en « *V-shape* » présentant une couche de débris répartie sur toute la largeur de la trace, d'épaisseur négligeable. Pour ces derniers, la description usuelle des volumes d'usure (volume usé équivalent au volume manquant, *Net Missing*, V_{NM}) peut être appliquée telle que :

$$V_{NM} = V_- - V_+ \quad (\text{III-3})$$

où les volumes V_+ et V_- sont directement estimés à partir des profils 3D.

Concernant les profils présentant un faciès en « *W-shape* », la description usuelle doit être complétée afin de prendre en compte l'agglomérat de débris compacté et piégé dans le contact (i.e. volume de troisième corps, *Third Body*, V_{TB}) (Figure III-8).

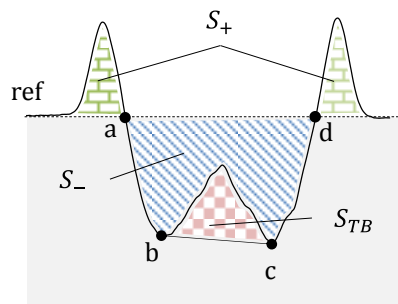


Figure III-8 : Définition des aires correspondantes aux différents volumes d'usure.

Pour cela, la stratégie suivante a été mise en place : dans un premier temps une ligne de base est établie entre les deux domaines latéraux [a-b] et [c-d]. La seconde étape consiste à calculer l'aire associée à l'agglomérat S_{TB} localisée entre le profil 2D et la ligne de base considérée. Le volume correspondant à cet agglomérat est ensuite obtenu en multipliant l'aire S_{TB} par la génératrice de la trace ($L = 10 \text{ mm}$). En faisant l'hypothèse que le volume de troisième corps est considéré comme étant du matériau endommagé, le volume total d'usure du plan généré par frottement (ou volume d'endommagement total, *Net damage*, V_{ND}) peut être défini comme étant égal à :

$$V_{ND} = V_{NM} + V_{TB} \quad (\text{III-4})$$

En ce qui concerne les volumes usés associés au tube (316L)_C, le volume usé correspond au volume négatif V_- se trouvant sous la ligne de base après redressement des surfaces, soit pour le cylindre :

$$V_{ND} = V_{NM} = V_- \quad (\text{III-5})$$

III.2.3.2. Introduction du critère de forme M_w

En considérant les expressions précédentes, la transition de forme (« *W-to-V-shape* ») peut être quantifiée en introduisant le paramètre morphologique M_w . Ce paramètre permet d'évaluer la proportion du volume de troisième corps par rapport au volume d'usure évacué hors de la trace (V_-) tel que :

$$M_w = \frac{V_{TB}}{V_- + V_{TB}} \quad (\text{III-6})$$

La Figure III-9 montre l'évolution du paramètre M_w en fonction de l'amplitude de glissement.

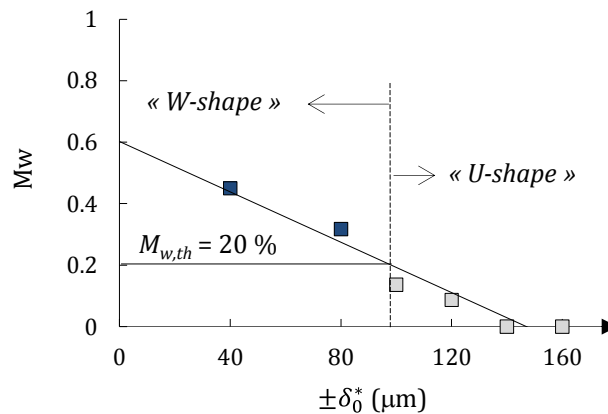


Figure III-9 : Evolution du critère de forme M_w en fonction de l'amplitude de glissement pour le plan 304L usé à sec par un tube 316L nitruré (SEC_P1/I1/D40→160).

En fixant arbitrairement la valeur seuil de ce critère $M_{w,th}$ à 20 %, le graphique montre que la transition de forme se situe pour une amplitude de glissement $\delta_{0,th}^*$ de $\pm 100 \mu\text{m}$. Ainsi pour les amplitudes inférieures à $\delta_{0,th}^*$, nous avons un profil de plan « *W-shape* », alors que pour les amplitudes supérieures à $\delta_{0,th}^*$, le profil d'usure du plan sera qualifié de « *V-shape* ».

III.2.3.3. Définition des volumes d'usure associés

Dans la description des volumes d'usure deux techniques ont été proposées afin de calculer l'usure relative aux échantillons plans :

- la description du volume manquant V_{NM} qui prend en compte uniquement l'usure brute (ou volume d'usure éjectée hors du contact),
- et celle du volume d'endommagement V_{ND} , qui considère les débris d'usure compactés et piégés dans le contact comme un volume d'usure dégradé.

La Figure III-10.a montre l'évolution du volume manquant V_{NM} avec l'amplitude de glissement.

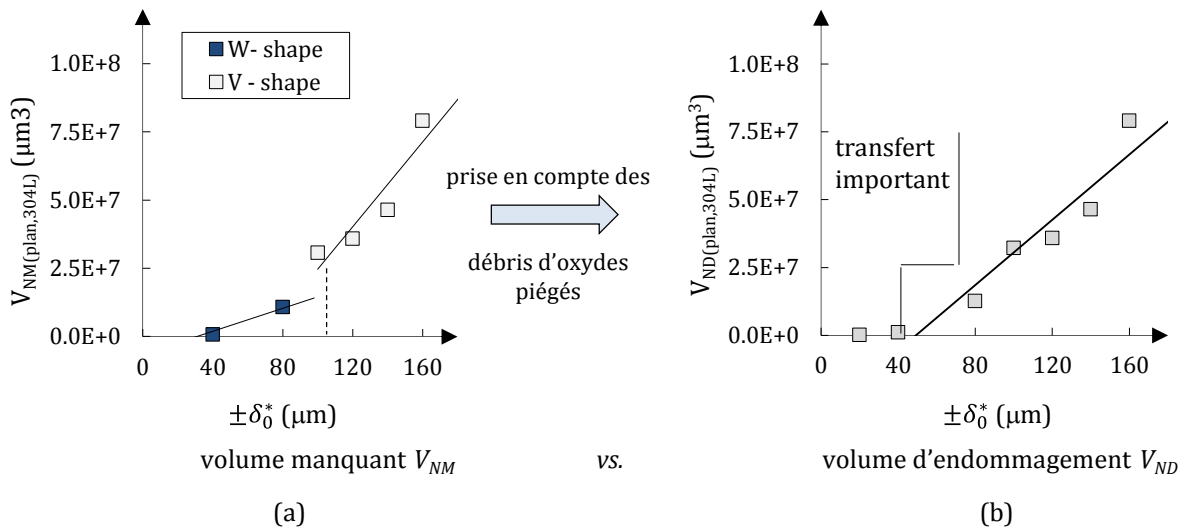


Figure III-10: Plan 304L - Evolution du (a) volume d'usure manquant V_{NM} et (b) du volume d'endommagement V_{ND} en fonction de l'amplitude de glissement pour un contact sec (SEC_P1/I1/D40→160).

On note deux évolutions distinctes associées respectivement au faciès « *W-shape* » dans un premier temps, puis au faciès de type « *V-shape* ». Cette double tendance est expliquée par une sous-estimation du volume usé réel pour les faciès « *W-shape* ». En effet, lorsque le volume associé aux débris compactés est pris en compte le volume d'endommagement V_{ND} est augmenté. L'évolution passe alors d'une loi bilinéaire (analyse en V_{NM}) à une évolution linéaire (analyse en V_{ND}) en fonction de l'ouverture de cycle (Figure III-10.b). L'étude n'a pas été étendue aux amplitudes de glissement inférieure à $\pm 20 \mu\text{m}$. En effet, pour les très petites amplitudes, les endommagements par fissurations seront prédominants. De plus, les débris piégés dans l'interface rendent le contact instable avec des phénomènes de transfert conséquents.

De plus, il est intéressant de noter que la transition « *W-to-V shape* » ($\delta_{0,\text{th}}$) correspond assez bien à l'inversion des usures entre le plan et le cylindre. La Figure III-11 illustre cette évolution en termes de % d'usure relative. Soit :

$$- \quad \% \text{ usure}_{(\text{plan}, 304L)} = \frac{V_{ND(\text{plan}, 304L)}}{V_{ND(\text{plan}, 304L)} + V_{ND(\text{cylindre}, 316LN)}}$$

$$- \quad \% \text{ usure}_{(\text{cylindre}, 316LN)} = \frac{V_{ND(\text{cylindre}, 316LN)}}{V_{ND(\text{plan}, 304L)} + V_{ND(\text{cylindre}, 316LN)}}$$

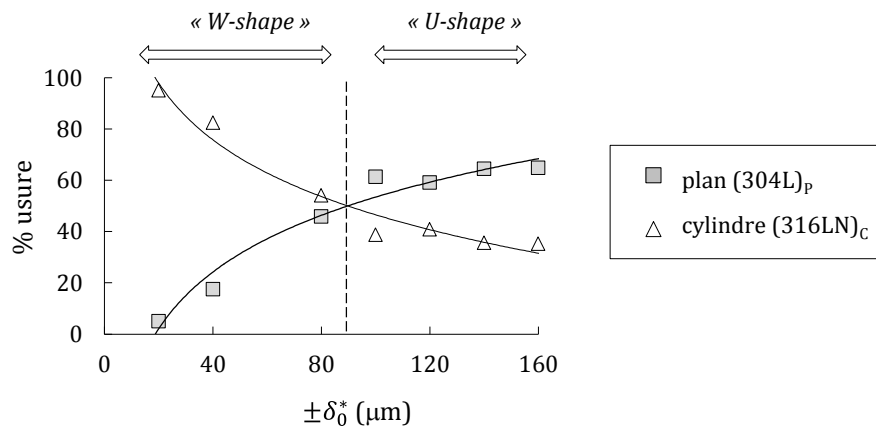


Figure III-11: Comparaison de l'évolution du pourcentage des usures réparties entre le plan en 304L et le tube en 316L N (SEC_P1/I1/D40→160).

On observe ainsi que :

- pour $\delta_0 < \delta_{0,th}$, $V_{ND(cylindre, 316LN)} > V_{ND(plan, 304L)}$,
- pour $\delta_0 > \delta_{0,th}$, $V_{ND(cylindre, 316LN)} < V_{ND(plan, 304L)}$.

Cette observation conforte encore une fois l'hypothèse du piégeage des débris d'usure dans l'interface, débris qui, plus durs, s'attaquent à la couche nitrurée du tube (316LN)_c. A l'inverse, lors de l'éjection des débris d'usure hors de l'interface seule une minorité de débris d'usure restent dans le contact engendrant alors une usure moins accentuée au niveau du tube. Le volume lié à l'usure du plan prend alors l'avantage. L'usure de la couche nitrurée est donc dépendante de l'amplitude de glissement δ_0^* bien que les profils 2D équivalents soient de même type.

Dans la suite de ce manuscrit, la description du volume d'endommagement V_{ND} , qui traduit de manière plus précise le volume de matière dégradé par le processus tribologique, est utilisée pour les profils des plans présentant une forme en « W-shape ».

On souligne aussi que les résultats présentés dans ce chapitre en environnement sec ne sont donc pas représentatif de la réalité. En effet, les exploitants des centrales nucléaires à eau pressurisée ne se plaignent pas d'une usure prématurée des tubes 316L nitrurés, qui présentent, au contraire, un bon retour d'expérience. Or, à sec, le cylindre nitruré (316LN)_c a un comportement fragile. Sa dureté en surface se situe aux alentours des 1 000 – 1 200 HV. Le contre-corps en 304L est quant à lui tendre et ductile (dureté comprise entre 160 et 200 HV). Il est donc logique que le plan (304L)_p soit toujours usé face à un matériau nettement plus dur que lui. Le cylindre nitruré est alors uniquement usé par le biais des débris oxydés restés piégés dans l'interface. On verra dans le *Chapitre IV* que la fragilité du cylindre 316L nitruré à sec disparaît en présence d'eau.

III.2.4. Formalisation de l'usure via une approche énergétique

Des travaux antérieurs ont montré que le processus d'usure par fretting pouvait être corrélé à l'énergie dissipée cumulée de frottement (ΣEd) dans le contact ([38], [100]) correspondant au travail de cisaillement tangentiel dissipé dans l'interface. Une relation linéaire entre le volume usé total V (μm^3) et l'énergie dissipée cumulée ΣEd (J) est habituellement observée :

$$V = \alpha \times \Sigma Ed \quad (\text{III-7})$$

avec α ($\mu\text{m}^3/\text{J}$) le coefficient énergétique d'usure.

Nous avons montré qu'à sec la couche nitrurée du cylindre (316LN)_C ainsi que le plan (304L)_P présentaient une résistance à l'usure relativement faible. L'objectif étant de développer des lois d'usure complètes pour les deux surfaces, des essais complémentaires ont été réalisés pour différentes forces linéiques variant de $P = 1,5$ à 5 N/mm ($\delta_0^* = \pm 80$ μm et $f_f = 5$ Hz) et pour différentes durée (25 kC $< N < 100$ kC, C pour cycles) afin d'enrichir les données expérimentales.

Les graphiques présentés en Figure III-12 montrent que les évolutions des volumes (a) du plan (304L)_P, (b) du tube (316LN)_C en fonction de l'énergie dissipée cumulée totale sont linéaires quelles que soient les conditions d'essais (charge linéique, amplitude de glissement et durée d'essais variables). Une part importante de cette énergie est en réalité consommée dans les processus de transformation, d'éjection et d'élimination du troisième corps mais cette part d'énergie est difficilement quantifiable.

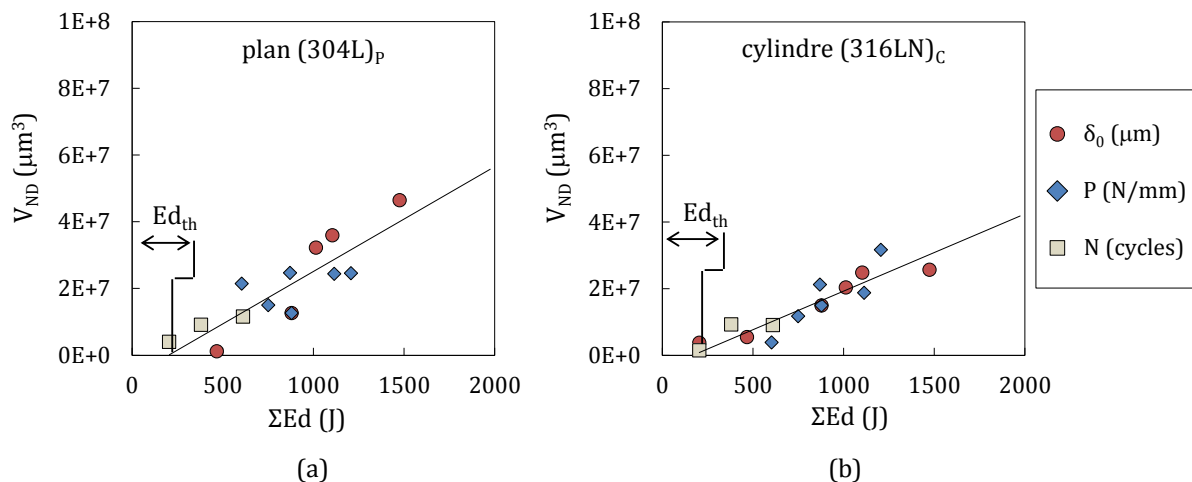


Figure III-12 : Lois énergétiques d'usure du (a) plan (304L)_P et (b) du cylindre (316LN)_C (SEC_P1/11).

Les résultats présentés en Figure III-12 confirment la stabilité de l'approche énergétique pour décrire la cinétique d'usure aussi bien pour le plan que pour le cylindre nitruré, le coefficient énergétique d'usure α étant le même quelles que soient les conditions de chargement initiales.

Aussi, un léger shift au niveau de l'énergie dissipée cumulée est observé. Ce décalage correspond au seuil d'énergie d'activation Ed_{th} et est quasi-similaire pour le plan et le tube. On retrouve ainsi les phases décrites par Sauger ([33], [34]) avec la présence d'une phase initiale d'activation du processus d'usure suivie ensuite d'un régime d'usure stabilisé. Cette phase d'activation associée à l'énergie Ed_{th} correspond en fait à l'énergie consommée pour transformer plastiquement le matériau avant la création et formation

des premiers débris. Les cinétiques d'usure correspondant au plan (304L)_P et au cylindre (316LN)_C peuvent alors s'écrire sous la forme :

$$V_{ND,x} = \alpha_{ref,x} \times (\Sigma Ed - Ed_{th,x}) \quad (III-8)$$

où l'indice x fait référence au plan (304L)_P ou au cylindre (316LN)_C avec le coefficient énergétique d'usure α et le seuil d'énergie d'activation Ed_{th} correspondants (Tableau III-1).

| x | $\alpha_{ref,x}$ ($\mu\text{m}^3/\text{J}$) | $Ed_{th,x}$ (J) |
|----------------------|---|-----------------|
| (304L) _P | 31 383 | 184 |
| (316LN) _C | 23 241 | 168 |

Tableau III-1 : Détails des lois énergétiques relatives au plan (304L)_P et au cylindre (316LN)_C (SEC_P1/I1).

On relève que le coefficient énergétique d'usure du cylindre nitruré est du même ordre de grandeur que celui trouvé par Luo *et al.* [101], qui avait étudié l'usure de cet acier en *reciprocating-sliding* contre une bille en alumine. Enfin, une loi énergétique d'usure de l'interface globale peut-être définie comme étant la somme de la loi énergétique relative au plan (304L)_P et de la loi énergétique relative au tube nitruré (316LN)_C :

$$V_{ND,d} = V_{(304L)_P} + V_{(316LN)_C} = \alpha_d \times (\Sigma Ed - Ed_{th,d}) \quad (III-9)$$

avec $\alpha_d = 54\,924 \mu\text{m}^3/\text{J}$ et $Ed_{th,d} = 177 \text{ J}$. Pour plus d'aisance, on peut définir l'énergie dissipée cumulée en régime stabilisé ΣEd_{SS} par :

$$\Sigma Ed_{SS} = (\Sigma Ed - Ed_{th,d}) \quad (III-10)$$

Cette nouvelle description de l'énergie dissipée permet de s'affranchir du *shift* du au seuil d'énergie d'activation lors de représentation graphique (Figure III-13).

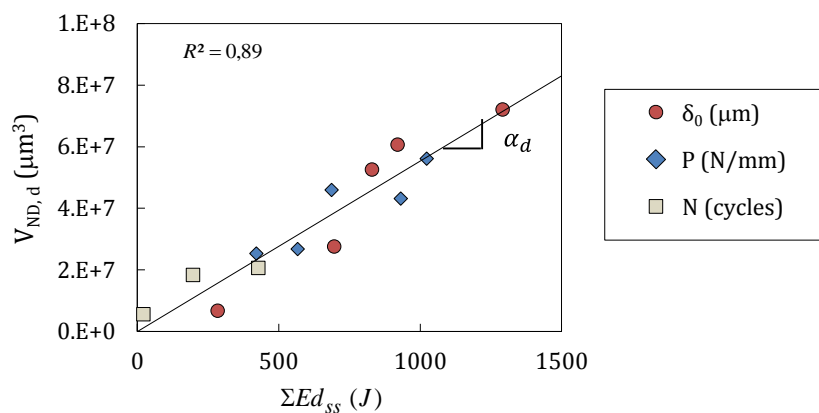


Figure III-13 : Loi énergétique d'usure de l'interface globale sous chargement constant (SEC_P1/I1).

III.2.5. Conclusion intermédiaire

En condition sec et sous chargement constant (fretting-simple), il a été montré qu'à la fois le plan (304L)_P mais aussi le cylindre (316LN)_C présentaient une usure à leur surface :

- Pour les amplitudes de glissement $\delta_0^* < \pm 100 \mu\text{m}$ le plan présente un faciès en « *W-shape* », cette amplitude ne permettant pas la répartition des débris d'usure sur toute la largeur de la trace ;
- Pour les amplitudes de glissement $\delta_0^* > \pm 100 \mu\text{m}$ le plan présente un faciès en « *V-shape* », cette amplitude engendrant une meilleure répartition et éjection des débris d'usure ;
- Quelle que soit l'amplitude de glissement, le cylindre présente un profil en « *V-shape* » et son usure n'excède pas l'épaisseur de la couche nitrurée.
- Deux lois énergétiques d'usure sont mises en place, l'une pour le plan, l'autre pour le cylindre.

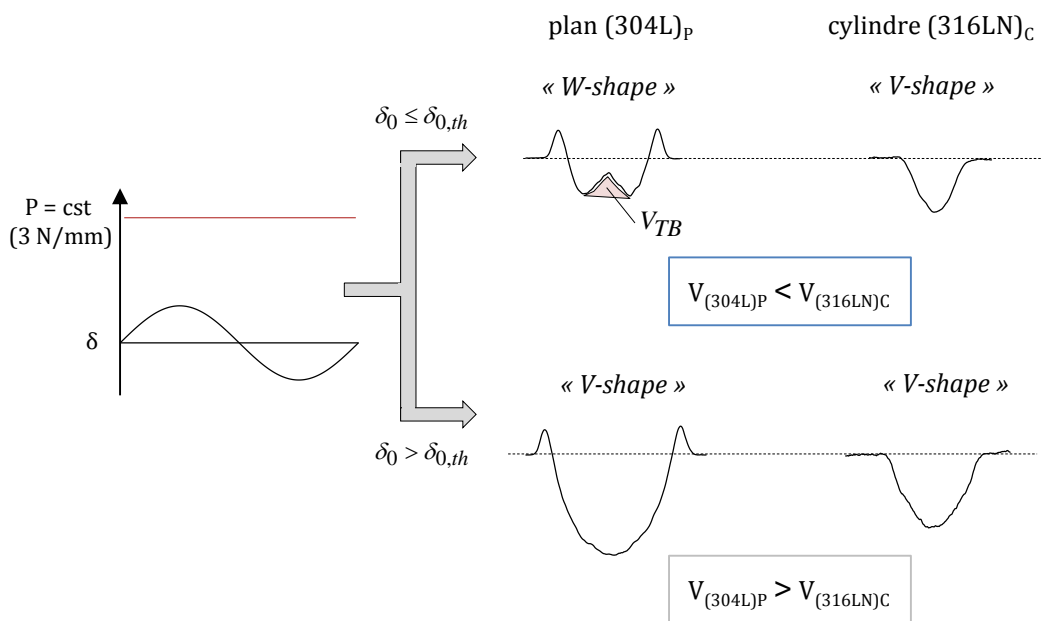


Figure III-14 : Synthèse des principaux résultats obtenus en fretting sous chargement constant à sec.

III.3. Fretting-usure sous chargement complexe

Dans cette deuxième section nous analysons les effets du chargement sur la cinétique d'usure, que ce soit en variation de charge (rapport de charge R_p) ou bien en fréquence de pulsation de l'effort normal durant le cycle de fretting (rapport d'impulsion R_i).

Pour cela deux amplitudes de glissements ont été étudiées : une petite amplitude ($\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$) correspondant à un cas de « *W-shape* » sur le plan (304L)_p en condition de fretting simple ($R_p = R_i = 1$), et une amplitude plus importante ($\delta_0^* = \pm 140 \mu\text{m}$) correspondant cette fois-ci à un faciès de type « *V-shape* ». Une première série d'essais a été réalisée en force normale variable pour les deux amplitudes de glissement en faisant varier uniquement le rapport de charge ($1 > R_p > 0,1$), tout en gardant la fréquence de fretting et de pulsation égales à 5 Hz ($R_i = 1$). Dans la deuxième série d'essais, les effets de la fréquence de pulsation f_p ont été étudiés pour les deux amplitudes de glissement, tout en gardant un rapport de charge R_p égal à 0,1 et une fréquence de fretting f_f de 5 Hz ($1 > R_i > 1/8$). L'influence du déphasage φ entre signaux a aussi pu être étudiée. Ainsi, en étudiant différents R_p et R_i , il est possible d'explorer la réponse de l'interface sous chargement complexe.

Dans un premier temps, nous décrivons un modèle analytique de l'énergie dissipée incluant l'ensemble des paramètres de chargements. Puis, une analyse du frottement ainsi qu'une étude morphologique des traces d'usure sont présentées. Pour finir, une étude quantitative de la cinétique d'usure intégrant les effets du rapport de charge R_p et du rapport d'impulsion R_i - en déphasage ou non - est développée.

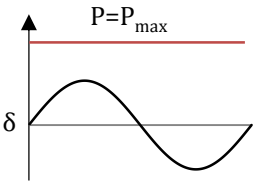
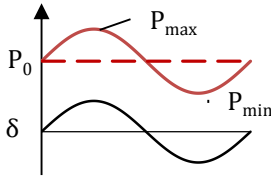
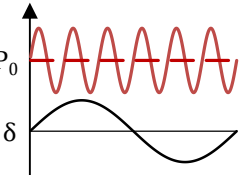
| <i>Fretting sous chargement...</i> | | | |
|--|--|--|--|
| | <u>Constant</u> | <u>Variable</u> | <u>Complexe</u> |
| SEC N=100 000 cycles |  |  |  |
| $R_p = \frac{P_{\min}}{P_{\max}}$ | $\begin{cases} R_p = 1 \\ P_{\max} = P_{\min} = 3 \text{ N/mm} \end{cases}$ | $\begin{cases} 0,1 < R_p < 1 \\ P_{\max} = 3 \text{ N/mm} \\ P_{\min} \text{ non fixé} \end{cases}$ | $\begin{cases} R_p = 0,1 \\ P_{\max} = 3 \text{ N/mm} \\ P_{\min} = 0,3 \text{ N/mm} \end{cases}$ |
| $R_i = \frac{f_{\text{fretting}}}{f_{\text{pulsation}}}$ | $\begin{cases} f_{\text{fretting}} = 5 \text{ Hz} \\ f_{\text{pulsation}} = 5 \text{ Hz} \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} R_i = 1 \\ \varphi = 0 \end{cases}$ | $\begin{cases} f_{\text{fretting}} = 5 \text{ Hz} \\ f_{\text{pulsation}} = 5 \text{ Hz} \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} R_i = 1 \\ \varphi = 0 \end{cases}$ | $\begin{cases} f_{\text{fretting}} = 5 \text{ Hz} \\ f_{\text{pulsation}} > 5 \text{ Hz} \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} R_i < 1 \\ \varphi = 0 \end{cases}$ |

Tableau III-2 : Définitions, rappels et valeurs des variables utilisées dans le Chapitre III en condition sec.

III.3.1. Description énergétique des cycles complexes

- On appelle fretting sous chargement variable une sollicitation pour laquelle la charge normale peut fluctuer autour d'une valeur moyenne P_0 .
- On appelle fretting sous chargement complexe une sollicitation où en plus de fluctuer, la fréquence associée à la charge normale variable (f_p) peut varier par rapport à celle engendrant le mouvement de fretting (f_f).

Comme nous l'avons abordé précédemment (cf. II.3.3.2), deux rapports sont introduits afin de décrire ces sollicitations particulières (cf. Tableau III-2) :

- le *rapport de charge*, noté R_p ($0 < R_p < 1$) qui n'est autre que le rapport entre la charge minimale P_{min} sur la charge maximale P_{max} enregistrée pendant un cycle de fretting ;
- et le *rapport d'impulsion*, noté R_i ($0 < R_i < 1$) qui est défini comme étant le rapport entre la fréquence de fretting f_f et la fréquence de pulsation f_p relative à la charge normale.

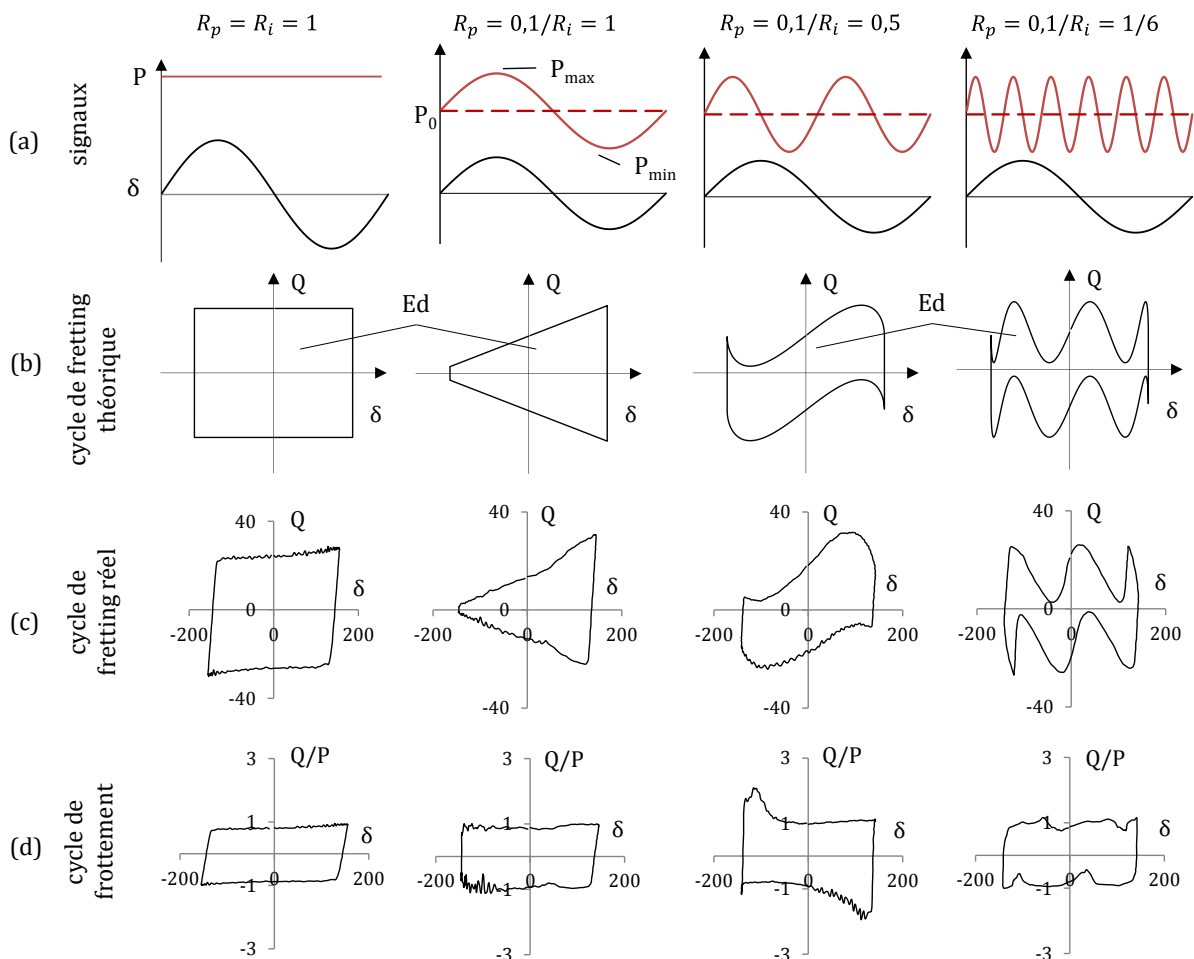


Figure III-15 : Illustration (a) des consignes de frottement et de variation de charge suivant les cas de chargement désirés avec (b) les cycles de fretting théoriques, (c) les cycles de fretting expérimentaux réels ainsi que (d) les cycles de frottement associés.

Comme le décrit la Figure III-15.c, on note que :

- Dans le cas d'une sollicitation de fretting-simple les rapports R_p et R_i sont égaux à 1 et le cycle de fretting associé montre une forme quadratique.
- Lorsque le rapport de charge diminue ($R_p \rightarrow 0$), la charge normale fluctue d'une amplitude ΔP autour d'une valeur P_0 . Les deux signaux étant en phase, le cycle de fretting passe d'une forme quadratique à une forme triangulaire.
- De même, pour un rapport de charge R_p de 0,1 mais pour une fréquence de pulsation f_p différente de la fréquence de fretting f_f ($R_i < 1$), on observe alors des fluctuations au niveau du cycle de fretting. Ces fluctuations sont associées aux pulsations de la charge normale durant le cycle de fretting.

De façon à exprimer la dissipation pour ces différentes conditions de chargement, on considère le formalisme suivant. Tout d'abord, l'évolution du glissement en fonction du temps (reporté à un cycle de fretting) peut être décrite via une fonction *sinus* telle que (Figure III-15.a) :

$$\delta_0(t) = \delta_0 \times \sin(t) \quad (\text{III-11})$$

avec δ_0 , l'amplitude de glissement. De même, l'évolution de la charge normale au cours d'un cycle de fretting peut elle aussi être approchée par une fonction *sinus* telle que (Figure III-15.a) :

$$P(t) = [P_0 + \Delta P \times \sin(t / R_i + \varphi)] \quad (\text{III-12})$$

avec P_0 la charge normale moyenne, ΔP l'amplitude de la charge normale, R_i le rapport d'impulsion et φ le déphasage entre les signaux. Pour rappel, P_0 et ΔP dépendent du rapport de charge R_p comme suit :

$$\begin{cases} P_0 = (1 + R_p) \times \frac{P_{\max}}{2} \\ \Delta P = (1 - R_p) \times \frac{P_{\max}}{2} \end{cases} \quad (\text{III-13})$$

L'évolution de la force tangentielle $Q(t)$ peut être reliée à l'évolution de la charge normale par le coefficient de frottement énergétique μ_e tel que :

$$Q(t) = \mu_e \times P(t) = \mu_e \times [P_0 + \Delta P \times \sin(t / R_i + \varphi)] \quad (\text{III-14})$$

Or, son évolution au cours d'un cycle de fretting s'inverse par un changement de signe aux extremums du glissement ($+\delta_0$ et $-\delta_0$). Ainsi, selon la portion de cycle dans laquelle on se retrouve, la fonction $Q(t)$ sera positive ou négative. Comme l'illustre la Figure III-16, la partition se fait de la manière suivante :

$$\text{Pour } \begin{cases} t \in [0, \pi/2[& \rightarrow Q(t) = \mu_e \times [P_0 + \Delta P \times \sin(t / R_i + \varphi)] \\ t \in [\pi/2, 3\pi/2[& \rightarrow Q(t) = (-1) \times \mu_e \times [P_0 + \Delta P \times \sin(t / R_i + \varphi)] \\ t \in [3\pi/2, 0[& \rightarrow Q(t) = \mu_e \times [P_0 + \Delta P \times \sin(t / R_i + \varphi)] \end{cases} \quad (\text{III-15})$$

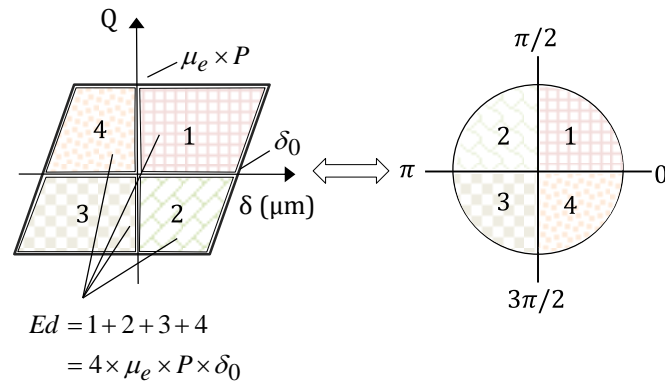


Figure III-16 : Relation entre cycle de fretting et cercle trigonométrique.

Ces équations permettent d'obtenir une description « théorique » des cycles de fretting. La Figure III-15.b ne montre que des cas pour lesquels les signaux sont en phase ($\varphi = 0$). En réalité, le déphasage entre ces signaux engendre aussi des changements au niveau la forme des cycles de fretting, comme le montre la Figure III-17.

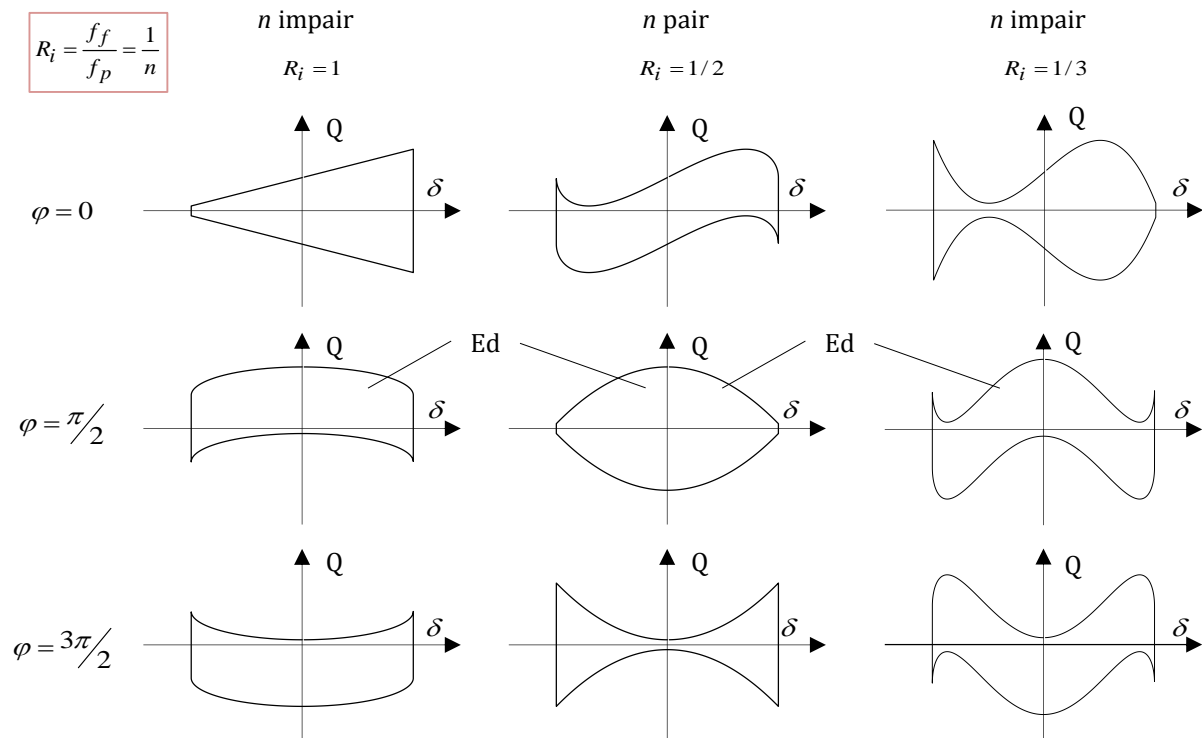


Figure III-17 : Représentation des cycles de fretting théoriques pour $R_p = 0,1$ suivant différents rapports d'impulsion R_i (n pair et impair) et différentes valeurs de déphasage φ .

Or, un changement de forme de cycle peut avoir des conséquences immédiates sur la valeur de l'énergie dissipée, l'énergie dissipée au cours d'un cycle de fretting étant égale à l'intégrale de ce cycle. Dans la littérature, il est couramment trouvé que l'énergie dissipée d'un cycle sous une sollicitation de fretting-simple ($R_p = R_i = 1$) peut-être approchée de la manière suivante (Figure III-16) :

$$E_d = 4 \times \mu_e \times P \times \delta_0 \quad (\text{III-16})$$

Afin de trouver une formule explicite globale de l'énergie dissipée, l'aire d'un cycle de fretting sous chargement complexe est calculée en appliquant le théorème de Green. L'utilisation du théorème de Green permet de calculer l'aire délimitée par une courbe paramétrée fermée. Soit D , un domaine du plan auquel le théorème de Green s'applique, et $C = \delta D$ sa frontière orientée positivement par rapport à D :

$$A(D) = Ed = \iint_D dx dy = \int_C -y dx = \int_C x dy = \frac{1}{2} \int_C x dy - y dx \quad (\text{III-17})$$

On pose :

$$[x(t), y(t)] = \begin{cases} x(t) = \pm Q(t) = \pm \mu_e \times P(t) = \pm \mu_e \times [P_0 + \Delta P \times \sin(t/R_i + \varphi)] \\ y(t) = \delta_0(t) = \delta_0 \times \sin(t) \end{cases} \quad (\text{III-18})$$

La résolution de cette intégrale donne l'expression suivante :

$$\begin{aligned} Ed &= \int_{\pi/2}^{3\pi/2} x dy + \int_{3\pi/2}^{\pi/2} x dy \\ &= \int_{\pi/2}^{3\pi/2} (-1) \times \mu_e \times \left[P_0 + \Delta P \times \sin\left(\frac{t}{R_i} + \varphi\right) \right] \times \delta_0 \times \cos(t) dt \\ &\quad + \int_{3\pi/2}^{\pi/2} \mu_e \times \left[P_0 + \Delta P \times \sin\left(\frac{t}{R_i} + \varphi\right) \right] \times \delta_0 \times \cos(t) dt \\ &= \mu_e \times \delta_0 \left[\left(P_0 \times [-\sin(t)]_{\pi/2}^{3\pi/2} \right) + \Delta P \times \left[\frac{R_i \times \cos\left(\frac{1}{R_i} + \varphi + t\right)}{2(R_i + 1)} - \frac{R_i \times \cos\left(\left(\frac{1}{R_i} - 1\right) \times t + \varphi\right)}{2(R_i - 1)} \right]_{\pi/2}^{3\pi/2} + C_1 \right] \\ &\quad + \mu_e \times \delta_0 \left[\left(P_0 \times [\sin(t)]_{3\pi/2}^{\pi/2} \right) + \Delta P \times \left[\frac{(-1) \times R_i \times \cos\left(\frac{1}{R_i} + \varphi + t\right)}{2(R_i + 1)} + \frac{R_i \times \cos\left(\left(\frac{1}{R_i} - 1\right) \times t + \varphi\right)}{2(R_i - 1)} \right]_{-3\pi/2}^{\pi/2} + C_2 \right] \\ Ed &= 2 \times \mu_e \times \delta_0 \left[2 \times P_0 + \Delta P \times \frac{2 \times R_i^2 \times \cos\left(\frac{\pi}{2R_i}\right) \times \sin\left(\frac{\pi}{R_i} + \varphi\right)}{(R_i^2 - 1)} + C \right] \quad (\text{III-19}) \end{aligned}$$

avec C , une constante. Or, P_0 et ΔP s'expriment en fonction de P_{max} et R_p ce qui conduit alors à :

$$\begin{aligned}
 Ed &= 2 \times \mu_e \times \delta_0 \left[2 \times \frac{P_{\max}}{2} \times (1 + R_p) + \frac{P_{\max}}{2} \times (1 - R_p) \times \frac{2 \times R_i^2 \times \cos\left(\frac{\pi}{2R_i}\right) \times \sin\left(\frac{\pi}{R_i} + \varphi\right)}{(R_i^2 - 1)} + C \right] \\
 &= 2 \times \mu_e \times \delta_0 \times P_{\max} \times \left[(1 + R_p) + (1 - R_p) \times \frac{R_i^2 \times \cos\left(\frac{\pi}{2R_i}\right) \times \sin\left(\frac{\pi}{R_i} + \varphi\right)}{(R_i^2 - 1)} + C \right] \quad \text{(III-20)}
 \end{aligned}$$

- Détermination de la constante C

Pour déterminer la constante C, on calcule la limite du terme en *sinus - cosinus* de l'équation (III-20) lorsque R_i tend vers 1 ($R_i < 1$, donc quand $R_i \rightarrow 1^-$). On souhaite connaître le DL de la fonction $f(x) = \cos(x)$ à l'ordre 1 en $\pi/2$. Pour cela on calcule le DL de la fonction $g(x) = \cos(\pi/2 + h)$ en 0. Or, on sait que :

$$\cos(\pi/2 + h) = \cos(\pi/2) \cos(h) - \sin(\pi/2) \sin(h) = -\sin(h) \quad \text{(III-21)}$$

On obtient alors le DL suivant en 0 :

$$-\sin(h) = -h \quad \text{(III-22)}$$

On remplace h par $(x - \pi/2)$ et on trouve le DL de $f(x) = \cos(x)$ à l'ordre 1 au point $\pi/2$:

$$\cos(x) = -(x - \pi/2) \quad \text{(III-23)}$$

En remplaçant x par $(2/\pi R_i)$, l'équation (III-23) devient à l'ordre 1 :

$$\cos\left(\frac{\pi}{2R_i}\right) = \frac{\pi}{2} \times \frac{R_i - 1}{R_i} \quad \text{(III-24)}$$

Le terme $\left[\cos\left(\frac{\pi}{2R_i}\right) / (R_i^2 - 1) \right]$ dans l'éq. (III-20) a donc pour limite $\pi/4$ quand R_i tend vers 1.

L'expression de l'énergie dissipée lorsque $R_i \rightarrow 1^-$ dans l'éq. (III-20) est donc :

$$Ed \approx 2 \times \mu_e \times \delta_0 \times P_{\max} \times \left[(1 + R_p) + \frac{\pi \times (1 - R_p)}{4} \times \sin(\pi + \varphi) + C \right] \quad \text{(III-25)}$$

Le premier terme de l'équation (III-25) prend en compte l'effet du rapport de charge R_p sur l'énergie dissipée; le deuxième, l'effet du déphasage φ ; et le troisième est une constante C.

Or, par intégration numérique des cycles de fretting théoriques, on montre que $Ed_{(R_p < 1, R_i = 1, \varphi = 0)} = Ed_{(R_p < 1, R_i = 1, \varphi \neq 0)}$. Le déphasage n'a pas d'influence sur l'énergie dissipée lorsque $R_i = 1$. Dans ce cas précis, la constante C doit alors être égale à l'opposé du deuxième terme de l'équation

(III-25). Cependant cette constante doit être nulle dans les cas où $R_i \neq 1$, car on montre numériquement que dans ces cas, le déphasage peut avoir une influence sur la valeur de l'énergie dissipée.

On pose donc :

$$C = (-1) \times \frac{\pi \times (1 - R_p)}{4} \times \sin(\pi + \varphi) \times f(R_i) \quad \text{(III-26)}$$

- avec $f(R_f) = 1$ donc $C = (-1) \times \frac{\pi(1 - R_p)}{4} \times \sin(\pi + \varphi)$ quand $R_i = 1$
- avec $f(R_f) = 0$ donc $C = 0$ quand $R_i \neq 1$.

Ainsi, lorsque $R_i = 1$, l'énergie dissipée peut être approchée par l'expression réduite

$$R_p \leq 1, R_i = 1, \forall \varphi \Rightarrow Ed = 2 \times \mu_e \times \delta_0 \times P_{\max} \times (1 + R_p) \quad \text{(III-27)}$$

Cette expression peut aussi être retrouvée géométriquement à l'aide des cycles de fretting quand $R_p < 1, R_i = 1$ et $\varphi = 0$.

- Evaluation de l'effet du rapport d'impulsion R_i et du déphasage φ vis-à-vis de l'énergie dissipée

On définit le rapport d'impulsion R_i par $R_i = \frac{1}{n}$ avec $n > 1$. En effet le théorème de Green ne s'applique que pour les aires délimitées par des courbes paramétrées **fermées**. Pour tout R_i qui diffère de cette expression, le « cycle » de fretting obtenu présente une discontinuité en $\delta = 0$ comme l'illustre la Figure III-18. Il est alors intéressant d'évaluer l'influence relative de φ et R_i vis-à-vis de l'énergie dissipée.

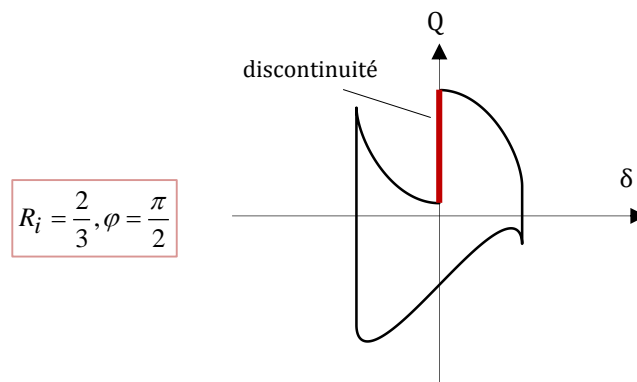


Figure III-18 : Illustration d'un cas où $R_i \neq 1/n$.

○ Pour $\varphi = 0$

Ainsi, pour $\varphi = 0$ et $R_i = 1/n$ avec n entier, il apparaît que le rapport d'impulsion n'influe pas sur l'énergie dissipée (Tableau III-3). L'équation (III-27) est retrouvée.

| Pour $\varphi = 0$ | |
|---|--|
| <p><u>si n pair et $n > 1$</u></p> <ul style="list-style-type: none"> • $\cos\left(\pi \times \frac{n}{2}\right) = \pm 1$ • $\sin(\pi \times n) = 0$ • $C = 0$ | <p><u>si n impair et $n > 1$</u></p> <ul style="list-style-type: none"> • $\cos\left(\pi \times \frac{n}{2}\right) = 0$ • $C = 0$ |
| $R_p \leq 1, \forall n, \varphi = 0 \Rightarrow Ed = 2 \times \mu_e \times \delta_0 \times P_{\max} \times (1 + R_p) \quad \text{(III-28)}$ | |

Tableau III-3: Démonstration pour $R_i < 1$ et $\varphi = 0$.

○ Pour $\varphi \neq 0$

Dans le cas où nous sommes en présence d'un déphasage φ entre les signaux :

- si n est impair, le déphasage, comme le rapport d'impulsion n'a pas d'influence sur la valeur de l'énergie dissipée (Tableau III-4). L'équation (III-27) est retrouvée.
- au contraire si n est pair, alors le déphasage influe sur la valeur de l'énergie dissipée et est approché analytiquement par l'équation (III-30).

| Pour $\varphi \neq 0$ | |
|---|---|
| <p><u>si n impair et $n > 1$</u></p> | $Ed = 2 \times \mu_e \times \delta_0 \times P_{\max} \times (1 + R_p) \quad \text{(III-29)}$ |
| <p><u>si n pair et $n > 1$</u></p> | $Ed = 2 \times \mu_e \times \delta_0 \times P_{\max} \times \left[(1 + R_p) + (1 - R_p) \times \frac{R_i^2 \times \cos\left(\frac{\pi}{2R_i}\right) \times \sin\left(\frac{\pi}{R_i} + \varphi\right)}{(R_i^2 - 1)} \right] \quad \text{(III-30)}$ |

Tableau III-4 : Démonstration pour $R_i < 1$ et $\varphi \neq 0$.

De façon à valider cette formulation explicite de l'énergie de frottement dissipée pour différentes conditions de chargement, on intègre numériquement l'hystérésis générée par l'évolution combinée de

$\delta_0(t)$ (équation (III-11)) et de $P(t)$ (équation (III-13)) multiplié par μ_e . Cette grandeur, qui correspond à l'énergie de frottement « numérique », est comparée à la valeur associée à l'expression explicite (III-20). Une très bonne corrélation est alors observée (Figure III-19).

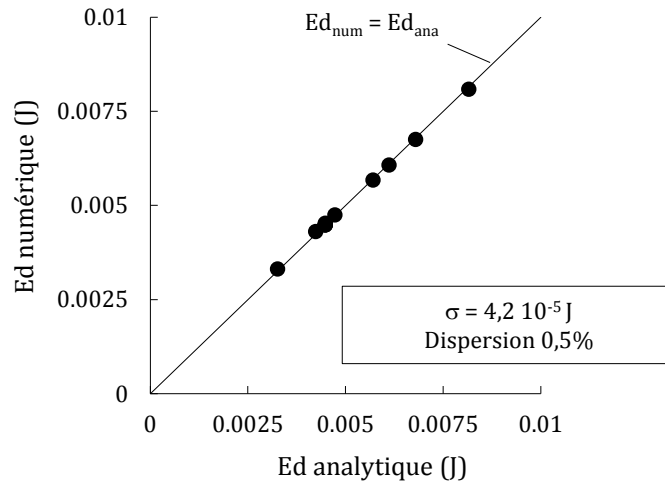


Figure III-19 : Comparaison entre les énergies dissipées numériques et analytiques déterminées par l'équation (III-20) pour un cycle de fretting.

Bilan

Cette étude a permis de montrer que :

- L'énergie dissipée Ed est **toujours** influencée par le rapport de charge R_p (cf. équation (III-19)).
- Si les signaux sont en phase ($\varphi = 0$) et quel que soit n , le rapport d'impulsion $R_i = 1/n$ n'a pas d'influence sur la valeur de l'énergie dissipée Ed (cf. équation (III-28))

$$(R_p \leq 1, R_i = 1, \forall \varphi) \Rightarrow Ed = 2 \times \mu_e \times \delta_0 \times P_{\max} \times (1 + R_p)$$

- Si les signaux présentent un déphasage ($\varphi \neq 0$) et pour n pair, l'énergie dissipée est alors influencée par le déphasage (cf. équation (III-30)).

$$Ed = 2 \times \mu_e \times \delta_0 \times P_{\max} \times \left[(1 + R_p) + (1 - R_p) \times \frac{R_i^2 \times \cos\left(\frac{\pi}{2R_i}\right) \times \sin\left(\frac{\pi}{R_i} + \varphi\right)}{(R_i^2 - 1)} \right]$$

III.3.2. Analyse du frottement sous chargement complexe

Après une phase transitoire liée à l'asservissement du cycle, les bûches de fretting montrent une très grande stabilité tout au long de l'essai quels que soient le rapport de charge R_p et le rapport d'impulsion R_i (Figure III-20).

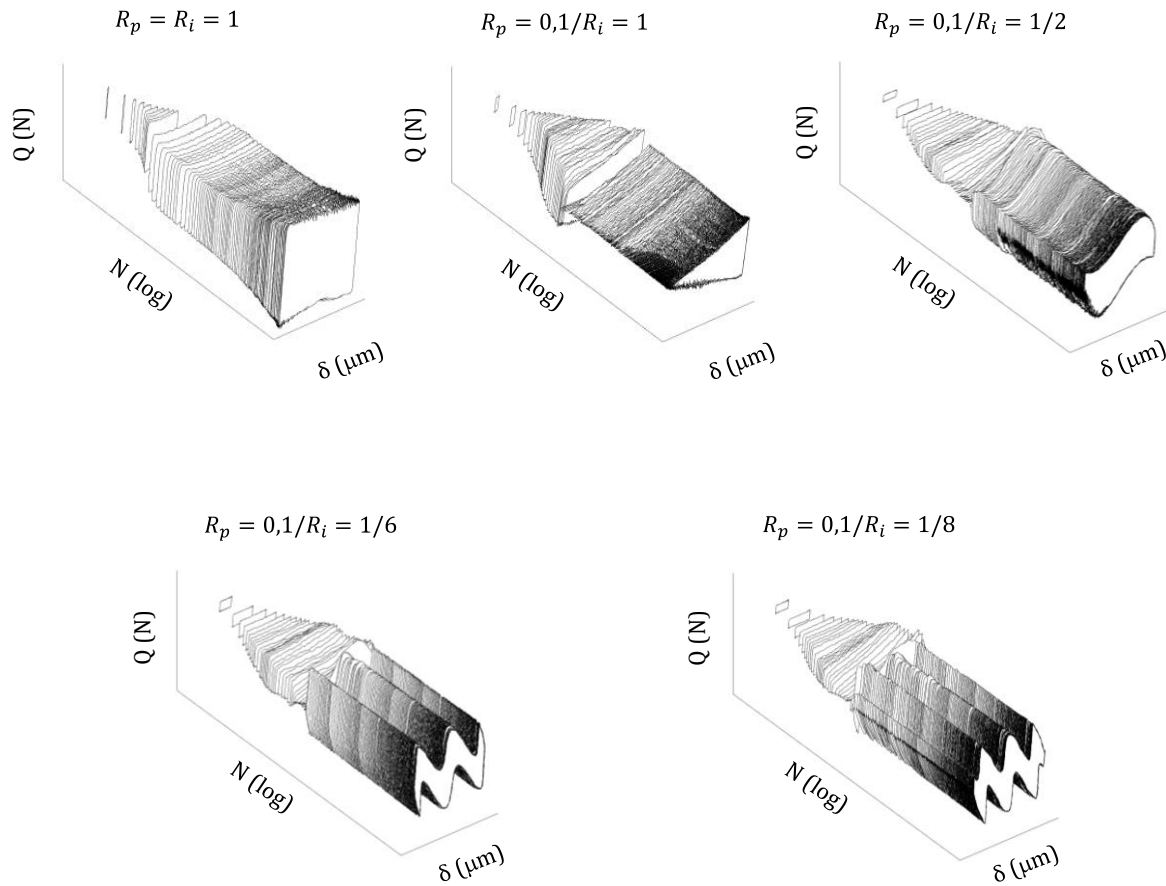


Figure III-20 : Evolution des bûches de fretting en fonction de R_p et de R_i tous autres paramètres égaux (SEC_P1-0.1/I1-1/8/D80/F5/N100).

A l'échelle locale, les cycles de frottement montrent eux aussi une stabilité tout au long du cycle de fretting (Figure III-15.d). Il est toutefois possible de distinguer des petites perturbations sur le cycle de frottement pour les cas où R_p est égal à 0,1 (Figure III-15.c). Ces perturbations sont liées au fait que la force normale en ces points est proche de zéro, ce qui peut induire à des incohérences au niveau de la sensibilité des mesures. Si on néglige ces incohérences (qui restent petites par rapport à l'étendu du cycle de fretting), le coefficient de frottement apparaît stable tout au long du cycle de fretting (Figure III-15.d).

La stabilité des cycles de fretting à l'échelle globale (Figure III-20) et celle des cycles de frottement à l'échelle locale (Figure III-15.d) nous permet alors de raisonner sur un unique coefficient de frottement. La Figure III-21 illustre (a) l'évolution du coefficient de frottement moyen μ_0 et (b) l'évolution du coefficient de frottement énergétique μ_e en fonction du rapport de charge R_p et de la fréquence de pulsation f_p .

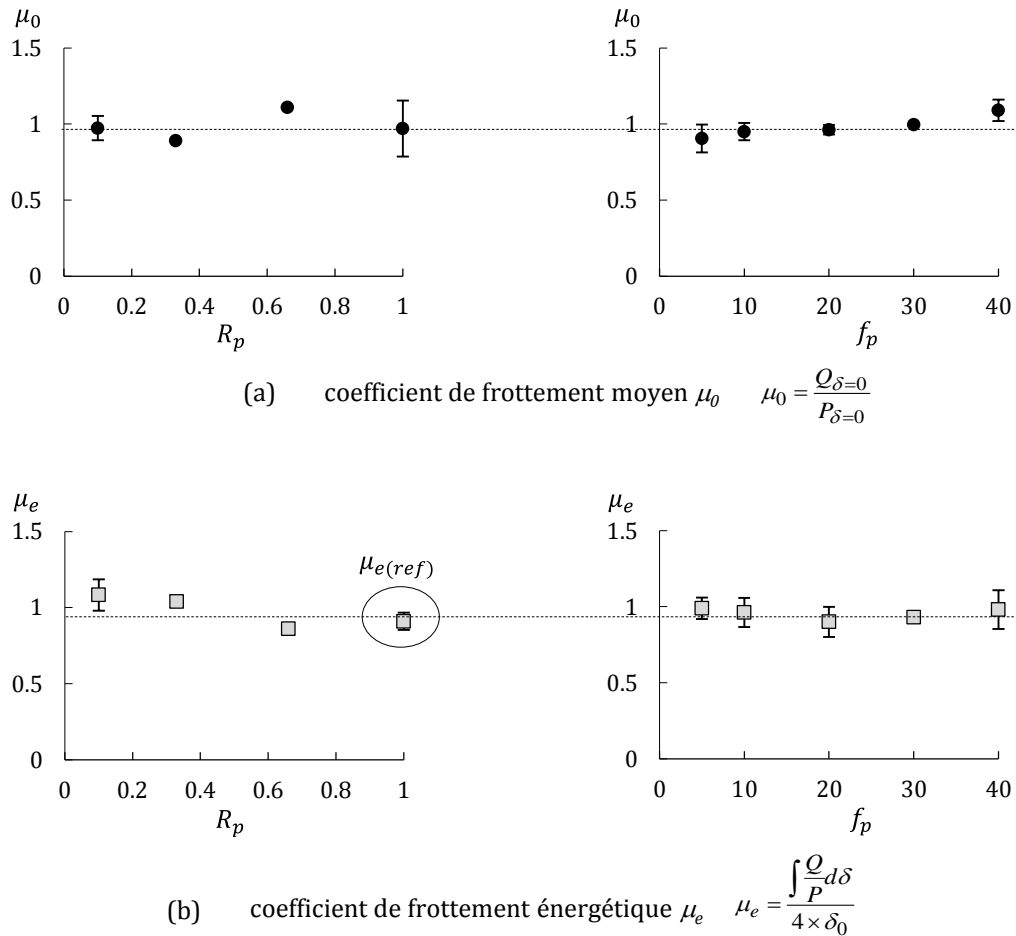


Figure III-21 : Evolution (a) du coefficient de frottement moyen μ_0 et (b) du coefficient de frottement énergétique μ_e en fonction du rapport de charge R_p (P1→0.1/I1) et de la fréquence de pulsation f_p (P0.1/I1→1/8)

La description du coefficient de frottement énergétique μ_e prend ici toute son importance car elle permet d'englober dans sa description les perturbations présentes au sein du cycle de frottement. On remarque que ni le rapport de charge R_p , ni la fréquence de pulsation f_p n'ont d'influence sur la valeur du coefficient de frottement. Les deux variables μ_0 et μ_e donnent des résultats similaires. Pour les raisons expliquées précédemment, on considère par la suite uniquement le coefficient de frottement énergétique μ_e . Le coefficient de frottement de référence est associé à la condition de fretting simple, soit $R_p = R_i = 1$ et vaut $\mu_{e(ref)} = 0,85$.

A partir de cette valeur de référence, il est alors possible de comparer les énergies dissipées cumulées obtenues expérimentalement et analytiquement via l'équation (III-20) (Figure III-22).

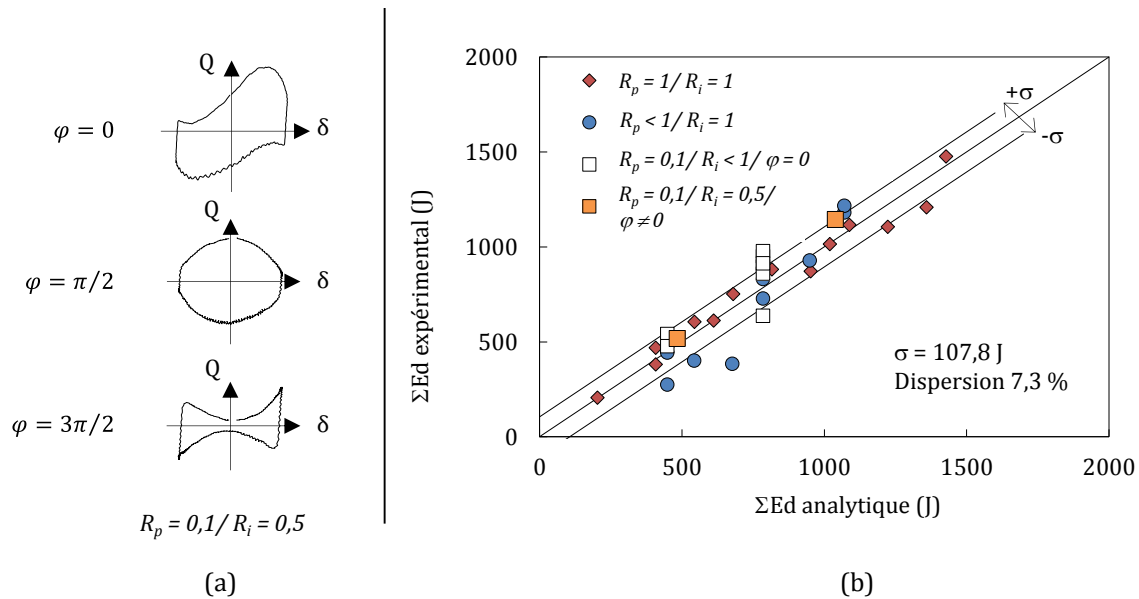


Figure III-22 : (a) cycle de fretting expérimentaux selon le déphasage entre les signaux (P0.1/I0.5) et (b) comparaison entre les énergies dissipées cumulées expérimentales et la valeur analytique en considérant $\mu = \mu_{ref} = 0,85$.

La corrélation est très bonne. Des analyses statistiques permettent de déterminer un écart-type de $\sigma = 107,8$ J, soit une erreur relative $\sigma\%$ de 7,3 %. L'erreur observée est uniquement liée aux légères fluctuations du coefficient de frottement car le modèle analytique considère une valeur constante ($\mu_{e,ref} = 0,85$).

III.3.3. Etude morphologique des faciès d'usure

Nous étudions ici les effets du rapport de charge R_p ainsi que du rapport d'impulsion R_i sur la morphologie des traces d'usure. Pour cela, deux amplitudes de glissement ont été imposées: une petite amplitude, de ± 80 μm , correspondant à un cas de « *W-shape* » en fretting-simple ($R_p = 1$) et une amplitude plus importante, de ± 140 μm , correspondant à un cas de « *V-shape* » toujours pour cette même configuration.

III.3.3.1. Effet du rapport de charge R_p

La Figure III-23 montre la présence d'une usure significative à la fois sur le plan (304L)_p et le tube nitruré (316LN)_c quels que soient le rapport de charge R_p et l'amplitude de glissement étudiée.

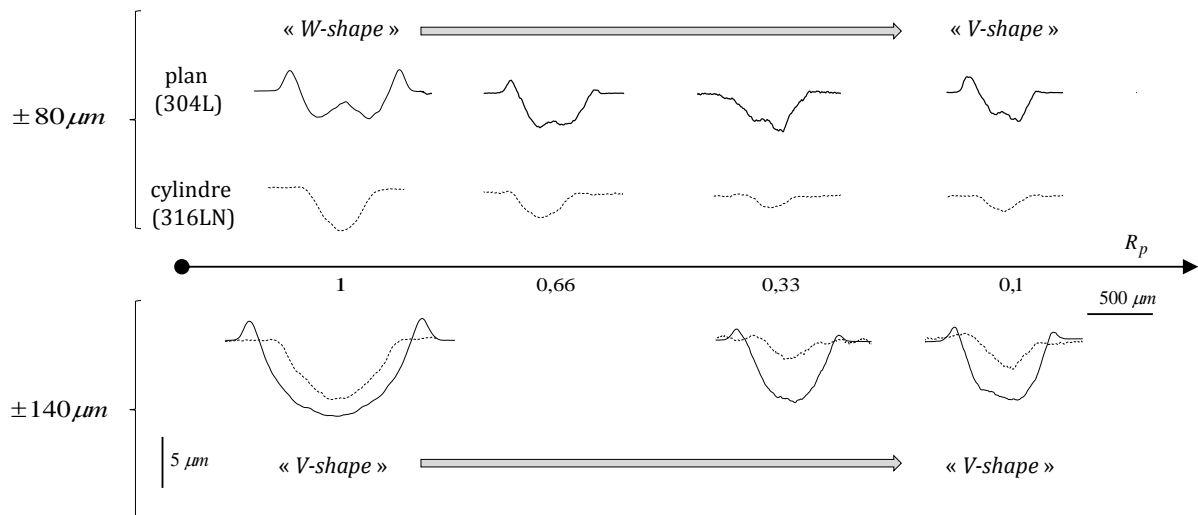


Figure III-23 : Evolution des profils d'usure 2D du plan (304L) et du cylindre (316L N) en fonction du rapport de charge R_p pour deux amplitudes de glissements ($\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$ et $\delta_0^* = \pm 140 \mu\text{m}$) (SEC_P1→0.1/I1/D80-140).

Le tube (316LN)_C présente une usure dite en « V-shape » et pas de volume positif sur les bords latéraux de la trace, quel que soit R_p . Cette observation suggère qu'il n'y a pas de débris d'usure piégés au sein de la trace, ni de déformation plastique en bordure de trace.

La morphologie des échantillons plans (304L)_P est sensiblement différente. On observe un effet significatif du rapport de charge R_p :

- En effet sous charge normale constante (condition de fretting-simple, $R_p = 1$), les traces d'usure du (304L)_P sont larges, profondes, symétriques avec la présence de bourrelets en bordure de traces induits par des déformations plastiques (V_+).
- Au contraire, lorsque R_p diminue ($R_p \rightarrow 0$) le profil d'usure tend vers un profil dissymétrique. Cette dissymétrie est due au fait que P_{min} est appliqué lorsque $\delta = -\delta_0$ sur le côté gauche et P_{max} est appliqué lorsque $\delta = +\delta_0$ sur le côté droit de la trace. La dissipation d'énergie est donc plus importante du côté droit que du côté gauche de la trace expliquant ainsi cette évolution progressive de la dissymétrie du profil d'usure avec le rapport de charge R_p (Figure III-24).

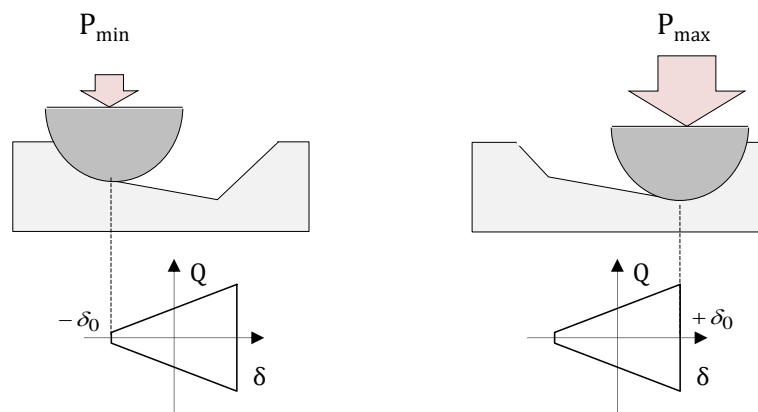


Figure III-24 : Dissymétrie des traces d'usure avec R_p .

Une même évolution dissymétrique est observée pour les deux amplitudes. Cependant, l'effet de l'amplitude conduit à des morphologies assez différentes :

- La Figure III-25 montre l'équivalence entre les profils 2D, les observations MEB et les analyses EDS portant sur les profils d'oxygène pour la condition de fretting-simple ($R_p = 1$) et celle où le rapport de charge est de 0,1 (tous autres paramètres de chargement restant similaires). La *petite amplitude de glissement* ($\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$) conduit à un profil 2D équivalent en « *W-shape* » pour la condition de fretting-simple. Cette amplitude ne permettant pas l'éjection des débris d'usure oxydés hors de la trace, ces derniers se retrouvent piégés au sein du contact. Lorsque R_p tend vers 0, en plus de la dissymétrie de la trace observée, les profils d'usure moins profonds et moins larges évoluent vers un faciès en « *V-shape* » bien qu'un petit pic central reste discernable.

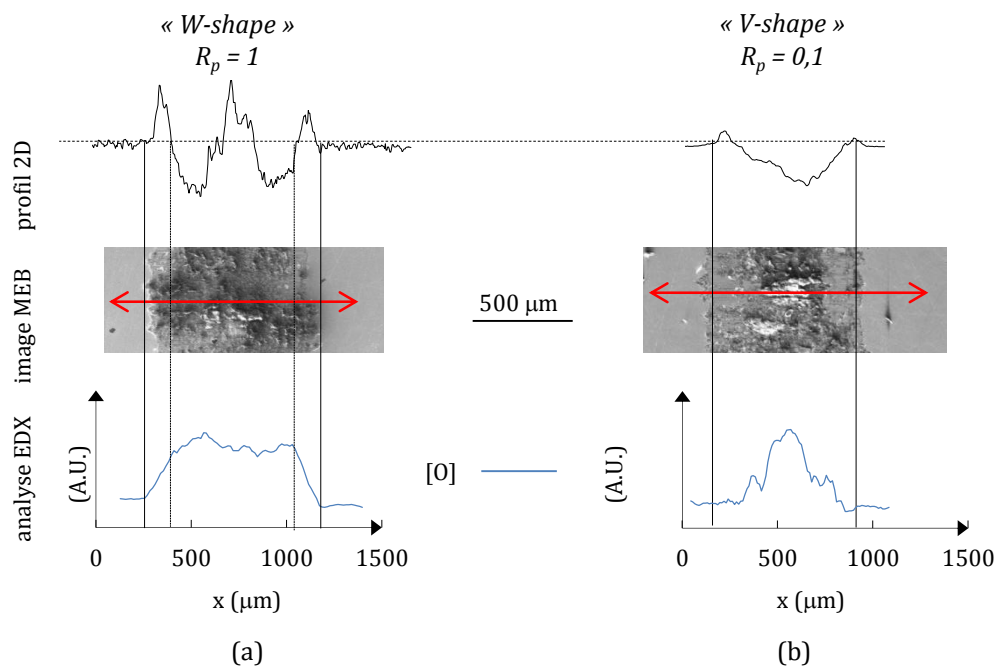


Figure III-25 : Plan 304L. $\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$. Equivalence entre les profils 2D, les images MEB et des profils d'oxygène issu d'analyse EDS pour deux cas de chargement (a) $R_p = 1$ (SEC_P1/I1/D80) et (b) $R_p = 0,1$ (SEC_P0.1/I1/D80).

Dans le cas de $R_p = 0,1$, on remarque que le pic au centre de la trace correspond bien à un agglomérat de débris d'oxyde. Cependant cette proportion d'oxydes piégés reste négligeable par rapport à celle observée dans le cas de $R_p = 1$.

- Ainsi, pour les amplitudes de glissement induisant un faciès en « *W-shape* » en fretting sous chargement constant, une réduction du rapport de charge R_p engendre une diminution du critère morphologique M_w et donc une évolution vers un faciès « *V-shape* ».
- La Figure III-26 montre l'équivalence entre les profils 2D, les observations MEB et les analyses EDS portant sur les profils d'oxygène et de fer pour la condition de fretting-simple ($R_p = 1$) et pour $R_p = 0,1$ (tous autres paramètres de chargement restant similaires). Un phénomène similaire est observé pour la *grande amplitude de glissement* de $\delta_0^* = \pm 140 \mu\text{m}$, hormis le fait qu'au lieu d'être agglomérés au centre de la trace, les débris d'oxydes se trouvent être étalés sur une fine couche sur toute la largeur de cette dernière. Les profils d'usure équivalents pour cette amplitude présentent un « *V-shape* » quel que soit R_p (Figure III-23).

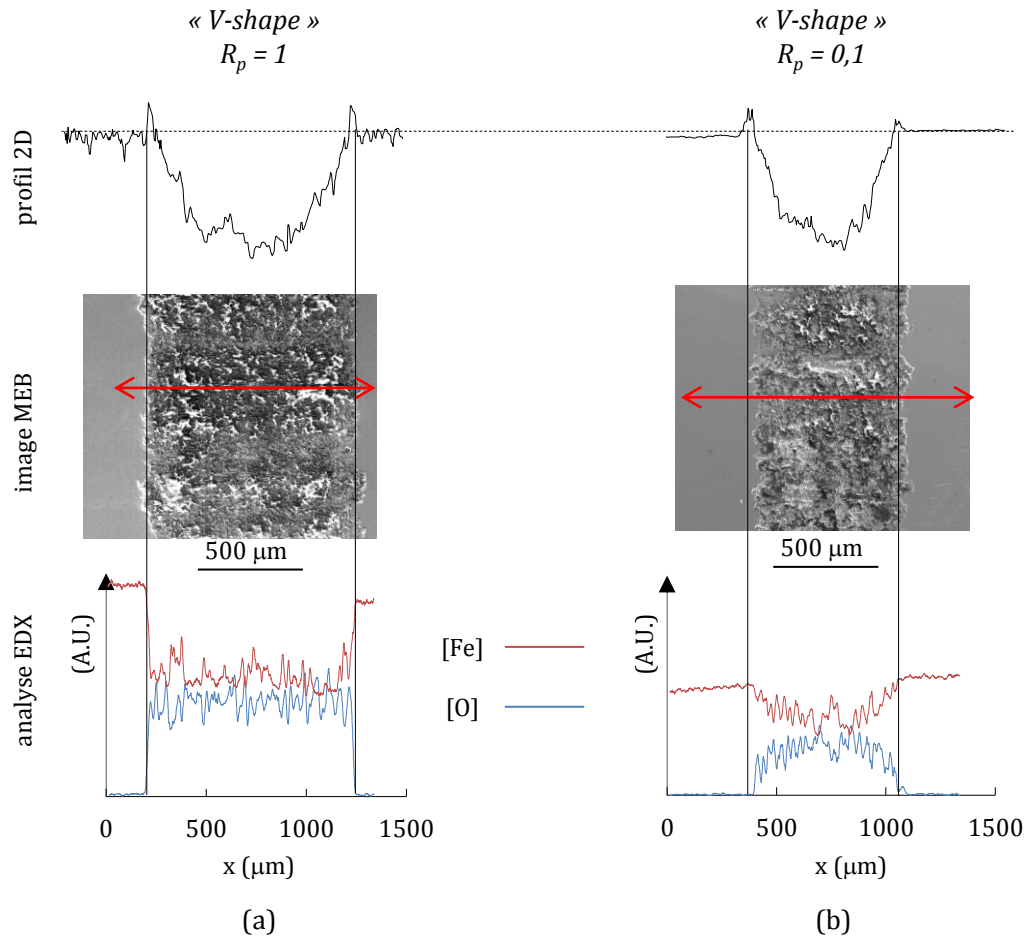


Figure III-26 : Plan 304L. $\delta_0^* = \pm 140 \mu\text{m}$. Equivalence entre les profils 2D, les images MEB et des profils d'oxygène et de fer issu d'analyse EDS pour deux cas de chargement (a) $R_p = 1$ (SEC_P1/I1/D140) et (b) $R_p = 0,1$ (SEC_P0.1/I1/D140).

Pour les deux conditions, les mêmes tendances sont observées sur l'évolution des profils de concentration d'oxygène et de fer : au niveau de la trace d'usure la concentration en [O] augmente fortement alors que celle de [Fe] diminue. Ces éléments nous permettent de confirmer la présence d'oxyde de fer dans l'interface. En revanche, la transition est nette pour le cas $R_p = 1$ alors que la transition est beaucoup plus douce pour le cas $R_p = 0,1$ (évolution progressive de la concentration des éléments à travers la trace d'usure).

- Enfin, on montre aussi que pour les deux amplitudes de glissement, l'usure du cylindre (316LN)_c est totalement dépendante de celle du plan (304L)_p. En effet, l'usure du plan diminuant avec R_p , moins de débris d'oxydes sont présents dans la trace engendrant ainsi une réduction de l'usure du cylindre.

III.3.3.2. Effet du rapport d'impulsion R_i

La Figure III-27 présente l'évolution des profils 2D équivalents des traces d'usure en fonction du rapport d'impulsion R_i pour les deux mêmes amplitudes de glissement que précédemment et pour un même rapport de charge ($R_p = 0,1$).

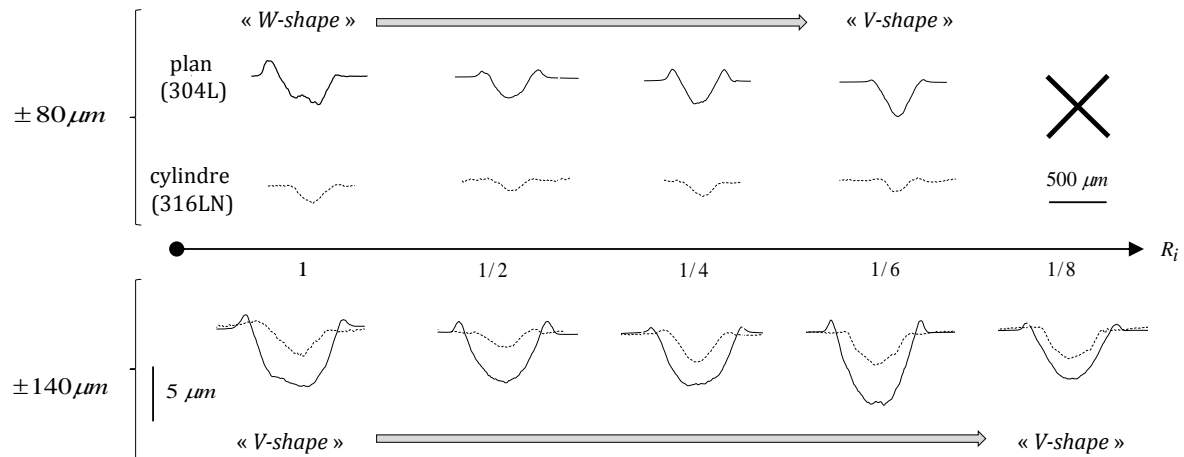


Figure III-27 : Evolution des profils d'usure 2D du plan (304L) et du cylindre (316L N) en fonction du rapport de d'impulsion R_i pour deux amplitudes de glissements ($\delta_0^* = \pm 80 \mu m$ et $\delta_0^* = \pm 140 \mu m$ et $R_p = 0,1$) (SEC_P0.1/I1→1/8/D80-140).

On remarque alors qu'aucune tendance ne peut en être déduite. Les profils d'usure restent similaires quel que soit le rapport R_i imposé. Cette observation est confirmée par la visualisation des profils 3D obtenus pour différents rapports d'impulsion. Ces derniers ne montrent pas de spécificités particulières (Figure III-28) : aucune organisation ou orientation ne semble être prédominante.

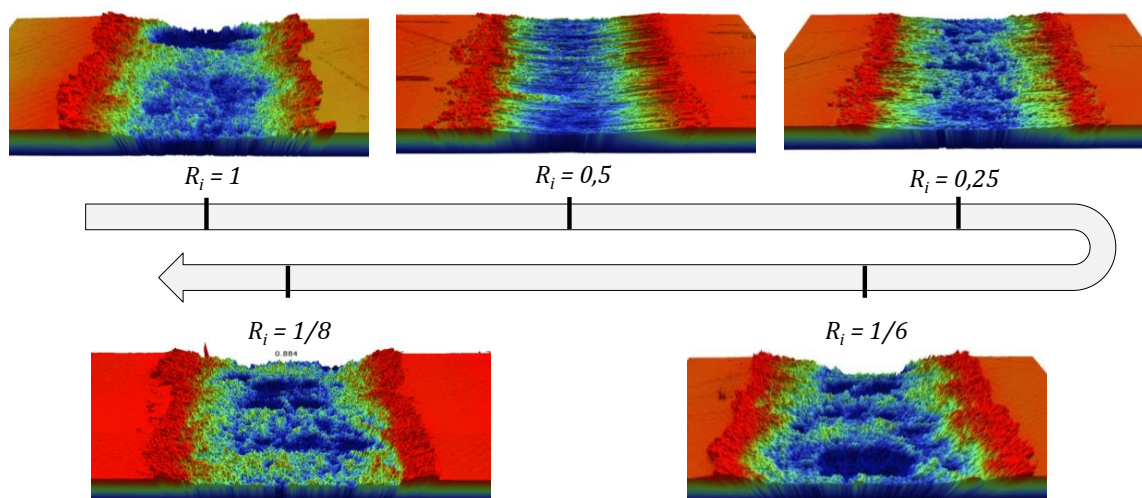


Figure III-28 : Evolution des profils 3D des traces d'usure par rapport au rapport d'impulsion R_i (SEC_P0.1/I1→1/8/D140).

La suite de l'étude portant sur la morphologie des traces d'usure a été conduite pour une seule amplitude : nous avons préféré travailler avec une amplitude de glissement de $\delta_0^* = \pm 140 \mu\text{m}$ de façon à réduire l'impact des débris d'oxydes piégés dans l'interface et ainsi avoir des profils pouvant être qualifiés d'« homogènes » sur toute leur largeur.

III.3.3.3. Analyse morphologique en surface du plan 304L

La morphologie en surface des traces d'usure obtenue pour $\delta_0^* = \pm 140 \mu\text{m}$ est similaire quels que soient R_p et R_i . La Figure III-28 témoigne du type de morphologie globale qu'il est possible d'observer.

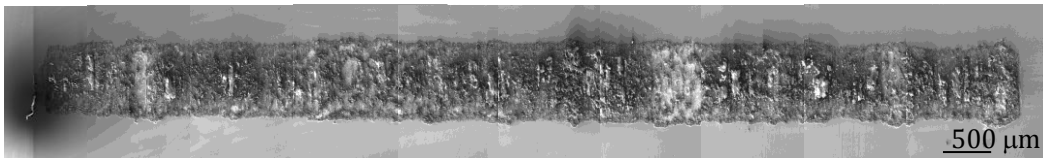


Figure III-29 : Observation MEB d'une trace d'usure complète sur le plan 304L (SEC_P0.1/11/8/D140).

Lorsque l'on se concentre plus en détails (Figure III-30.a et b) sur ce type de morphologie, on remarque que la couche oxydée se compose d'une alternance de plateaux de couleur sombre (notés 1) et de zones plus claires (notées 2) :

- les plateaux sombres (1) semblent être d'une même structure et présentent des rides à leur surface mesurant quelques microns (Figure III-30.c).
- les zones claires (2) sont constituées quant à elles de multiples petits débris oxydés de forme sphériques et dont la taille varie entre 100 nm et 2 μm (Figure III-30.d et f). La jonction entre ces deux zones présente quant à elle un mixte de ces dernières (Figure III-30.e).

Différents auteurs ont étudié la formation de cette couche d'oxyde dans le contact pour les interfaces à sec à température ambiante ([102], [103]) et sont arrivés au scénario suivant :

1. Dans les premières étapes de mise en glissement, le contact métal-métal combiné à l'usure adhésive génère des premières particules d'usure de taille importante.
2. Une fois que ces débris d'usure sont formés, ils subissent des déformations et un processus de fragmentation induisant des particules de plus petite taille.
3. Comme le glissement est continu, les amas de débris agglomérés sont soumis à de la compression et un processus de compactage semblable à un phénomène de frittage des particules d'usure menant à une couche plus solide et uniforme.

Comme l'ont montré Jiang *et al.*[103], cette couche peut être très bénéfique pour l'interface. En effet, ils montrent qu'à plus haute température ces couches peuvent jouer un rôle protecteur face à l'usure.

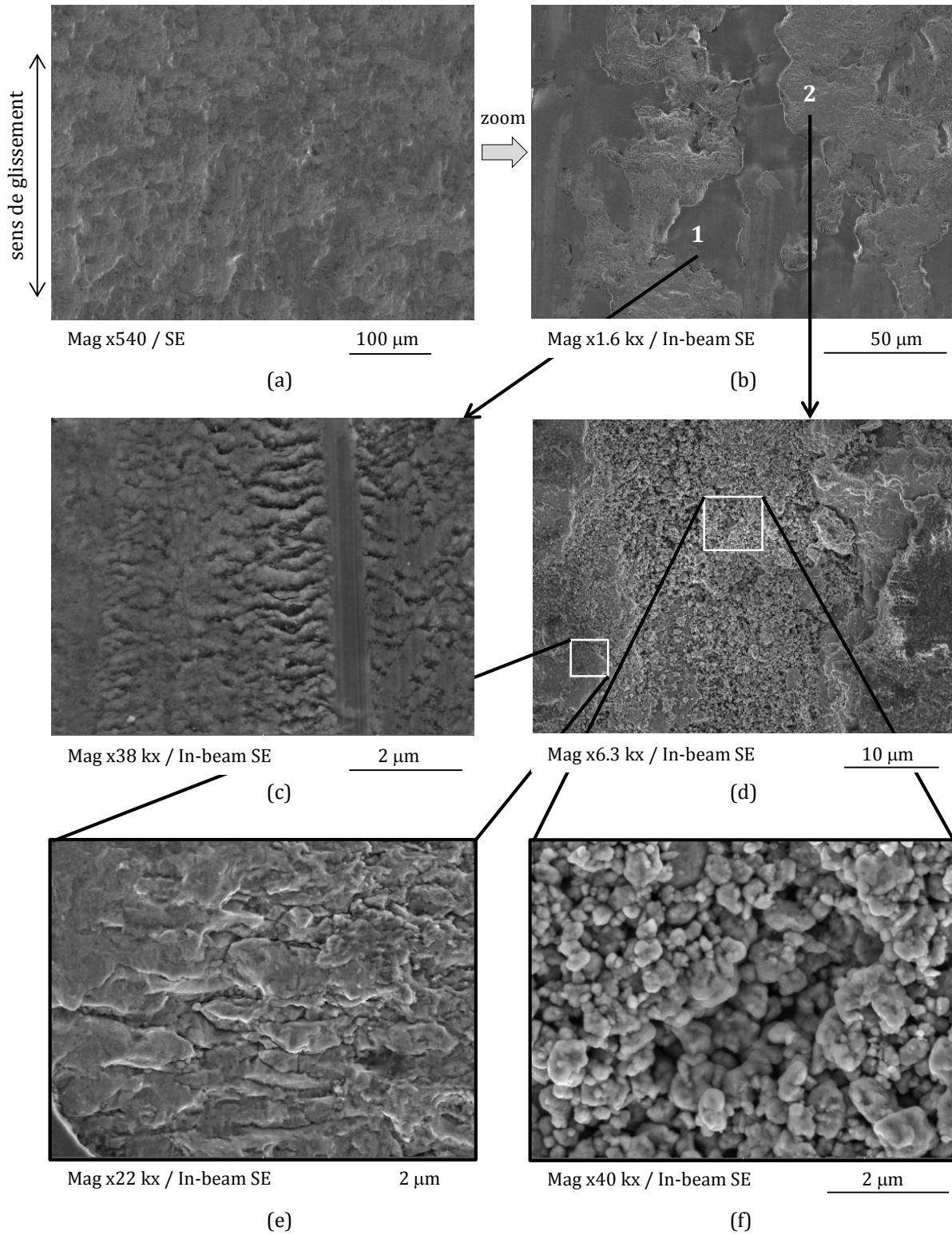


Figure III-30 : Observation MEB d'une trace d'usure présente sur le plan 304L. (a et b) vues globales, (c) détail de la zone 1, (d et f) détails de la zone 2 et (e) jonction entre les deux zones.

III.3.4. Etudes quantitatives des cinétiques d'usure

III.3.4.1. Effet du rapport de charge R_p

L'évolution du volume d'usure de l'interface global V_{ND} en fonction du rapport de charge R_p pour les deux amplitudes de glissement étudiées ($\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$ et $\delta_0^* = \pm 140 \mu\text{m}$) est décrite en Figure III-31.

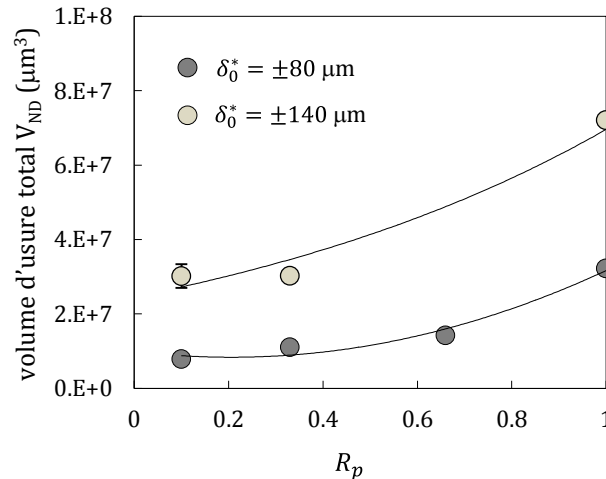


Figure III-31 : Evolution des volumes d'usure globaux V_{ND} en fonction du rapport de charge R_p pour $\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$ et $\delta_0^* = \pm 140 \mu\text{m}$ (SEC_P1→0.1/11/D80-140).

On observe une augmentation du volume d'usure avec le rapport de charge R_p pour les deux amplitudes de glissement étudiées.

Différents travaux ont montré une relation linéaire entre le volume d'usure et l'énergie de frottement dissipée. Or, en condition de charge normale variable, nous avons démontré analytiquement que l'énergie de frottement diminue avec le rapport R_p (éq. (III-27)). Afin de quantifier la cinétique d'usure associée à ce type de sollicitation, il est préférable de raisonner en taux d'usure individuel $\alpha_{(i)}$ tel que :

$$\alpha_{(i)} = V_{ND(i)} / \Sigma E d_{(i)} \quad \text{(III-31)}$$

Ainsi les taux d'usure du plan $\alpha_{(304L)_p}$ et du cylindre nitruré $\alpha_{(316LN)_c}$ sont respectivement reliés aux volumes d'usure frottés relatif au plan $V_{ND(304L)_p}$ et au cylindre $V_{ND(316LN)_c}$. La Figure III-32.a trace l'évolution des taux d'usure individuels $\alpha_{(i)}$ en fonction du rapport de charge R_p pour les deux amplitudes de glissement.

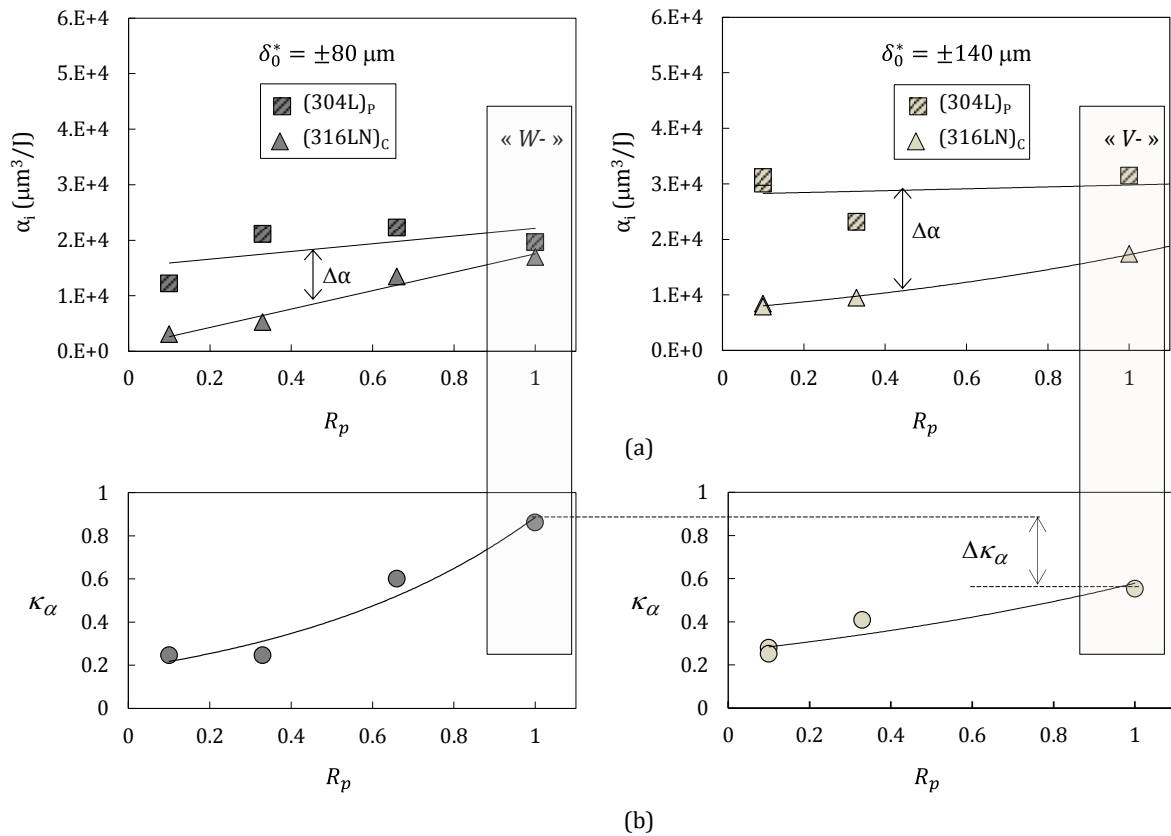


Figure III-32 : Evolution (a) du coefficient énergétique d'usure individuel α_i et (b) du coefficient de proportion entre les surfaces κ_α en fonction du rapport de charge R_p pour les deux amplitudes de glissement $\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$ et $\delta_0^* = \pm 140 \mu\text{m}$ (SEC_P1→0.1/I1/D80-140).

Dans ce paragraphe, il est choisi de discuter sur les graphiques en les décrivant de la droite vers la gauche, soit en partant de la condition de fretting-simple ($R_p = 1$) pour se diriger vers la condition de chargement variable minimale ($R_p = 0,1$). On remarque que le coefficient énergétique d'usure du corps mou $(304L)_P$ est systématiquement plus élevé que celui du corps dur $(316LN)_C$. Cependant, l'écart $\Delta\alpha$ augmente lorsque R_p diminue et apparaît plus important pour la grande amplitude de glissement.

On propose alors de définir le coefficient de proportionnalité tel que :

$$\kappa_\alpha = \frac{\alpha_{(316LN)_C}}{\alpha_{(304L)_P}} \quad (\text{III-32})$$

La Figure III-32.b montre l'évolution de ce coefficient en fonction du rapport de charge R_p . Pour la condition de fretting-simple ($R_p = 1$) le coefficient κ_α est différent selon l'amplitude de glissement :

- $\kappa_\alpha = 0,9$ pour $\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$,
- $\kappa_\alpha = 0,55$ pour $\delta_0^* = \pm 140 \mu\text{m}$.

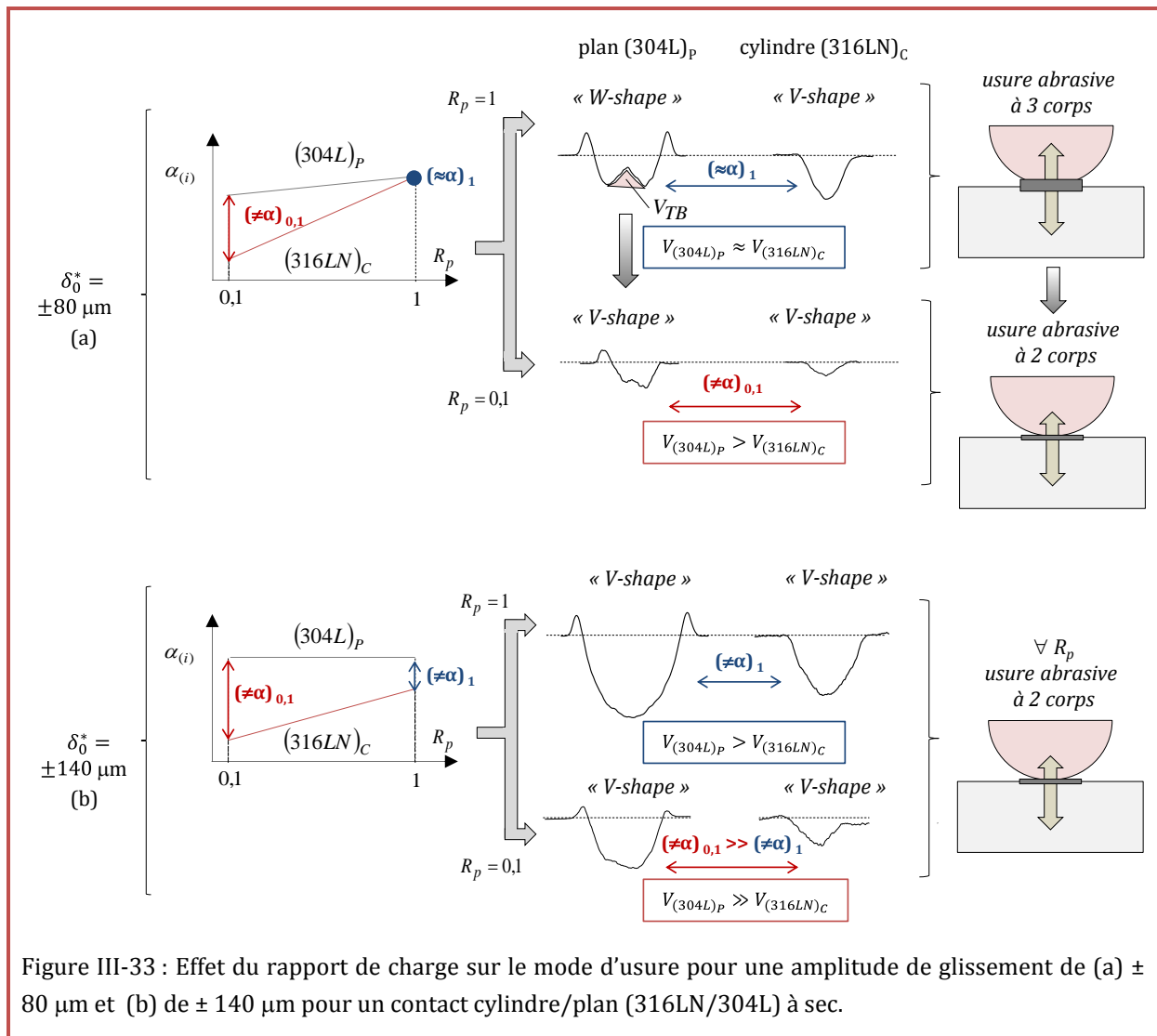
Cette différence peut être associée aux différentes morphologies observées pour ces deux amplitudes, et en particulier la capacité de maintenir dans la trace des débris oxydés pour les plus faibles amplitudes (« *W-shape* ») :

- En effet, pour les *petites amplitudes de glissement*, le maintien de débris oxydés très durs dans l'interface ($H_{\text{oxydés}} \gg H_{(316LN)_C} > H_{(304L)_P}$) induit une augmentation de l'usure abrasive à trois corps.

Cette usure dégrade les deux surfaces de façon similaire, que ce soit pour le corps mou $(304L)_P$ ou le corps dur $(316LN)_C$ (Figure III-33.a).

- Pour les *amplitudes de glissement plus importantes*, les débris d'oxydes sont plus facilement éjectés. Le processus d'usure combine un processus d'usure par abrasion trois corps à une abrasion deux corps (Figure III-33.b). Le processus d'usure par abrasion deux corps induit une nette distinction entre corps dur et corps mou. L'usure du corps mou est considérablement plus élevée comparée à celle générée sur le corps dur. Ainsi on explique l'écart d'usure $\Delta\kappa_\alpha$ entre le plan $(304L)_P$ et le cylindre nitruré $(316LN)_C$ avec l'augmentation de l'amplitude de glissement.

Un phénomène similaire peut être considéré vis-à-vis de l'effet de R_p . En effet, pour la condition où $R_p = 0,1$, le coefficient κ_α est similaire pour les deux amplitudes de glissement ($\approx 0,25$ traduisant un rapport 83 %/17 %). On explique alors cette augmentation de l'écart entre l'usure du plan et du cylindre nitruré par le fait qu'une réduction de R_p tend à faciliter l'éjection des débris oxydés et donc à favoriser une usure abrasive à deux corps vis-à-vis d'une usure abrasive à trois corps.



III.3.4.2. Effet du rapport d'impulsion R_i

La Figure III-34.a présente l'évolution des volumes d'usure V_{ND} de l'interface en fonction de la fréquence de pulsation f_p pour les deux amplitudes de glissement ($f_f = 5$ Hz, $R_p = 0,1$ et $\varphi = 0$ rad).

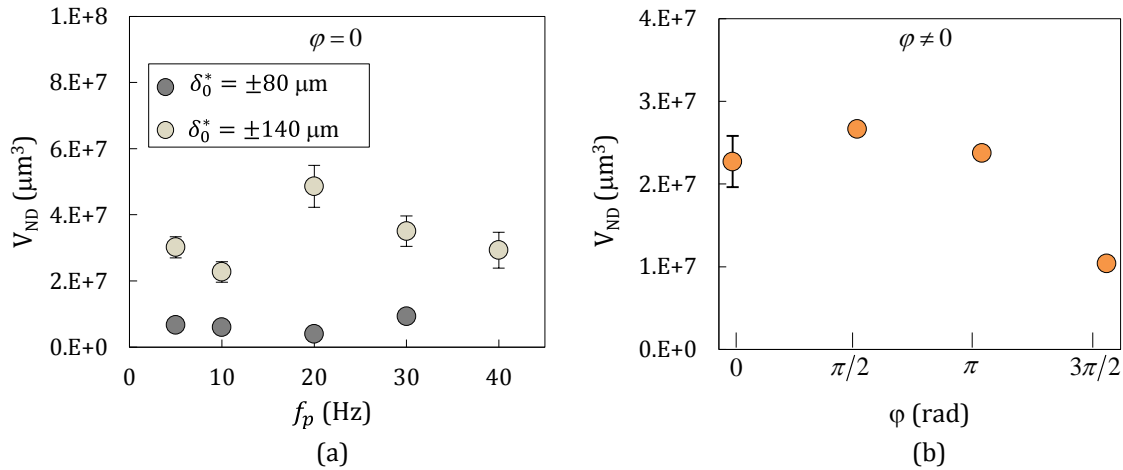


Figure III-34 : Evolution des volumes d'usure globaux V_{ND} (a) en fonction de la fréquence de pulsation f_p pour $\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$ et $\delta_0^* = \pm 140 \mu\text{m}$ (SEC_P0.1/I1→1/8/D80-140) et (b) en fonction du déphasage φ pour $\delta_0^* = \pm 140 \mu\text{m}$ (SEC_P0.1/I0.5/D140).

Pour des signaux en phase ($\varphi = 0$ rad) et quelle que soit l'amplitude de glissement, aucune tendance n'est observée. Ce résultat est cohérent avec le fait que pour $\varphi = 0$ rad, la fréquence f_p et donc le rapport R_i n'influencent pas l'énergie de frottement. Si le coefficient d'usure reste constant, il est alors normal d'obtenir une évolution constante de l'énergie de frottement dissipée.

L'effet du déphasage des signaux est lui plus marqué. Ainsi la courbe présentée en Figure III-34.b qui trace le volume d'usure en fonction de φ pour $R_p = 0,1$ et $R_i = 0,5$ montre une évolution non monotone, avec un maximum d'usure à $\varphi = \pi/2$, minimum d'usure à $\varphi = 3\pi/2$ et des usure similaires à 0 et à π . Pour $R_i = 1/n$ avec n pair, cette évolution soulignée est cohérente avec l'évolution de l'énergie dissipée en fonction de φ (éq. (III-30)). Cette parfaite corrélation entre les volumes d'usure et l'énergie dissipée suggère une évolution constante du coefficient énergétique d'usure.

La Figure III-35 illustre les évolutions du coefficient énergétique d'usure individuel α_i et du coefficient de proportion entre les surfaces κ_α en fonction de la fréquence de pulsation f_p pour :

- la petite amplitude de glissement $\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$ et $\varphi = 0$ rad,
- la grande amplitude de glissement $\delta_0^* = \pm 140 \mu\text{m}$ et $\varphi = 0$ rad,
- et la grande amplitude de glissement $\delta_0^* = \pm 140 \mu\text{m}$ et $\varphi \neq 0$ rad.

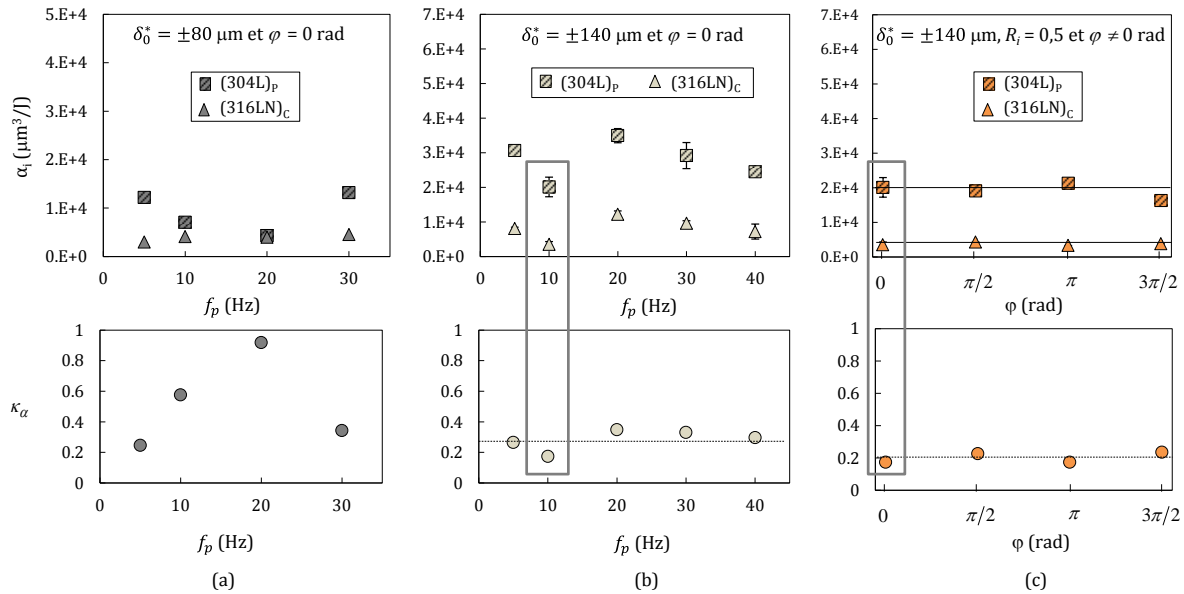


Figure III-35 : Evolution du coefficient énergétique d'usure individuel α_i et du coefficient de proportion entre les surfaces κ_α en fonction de la fréquence de pulsation f_p ($f_f = 5 \text{ Hz}$) pour (a) $\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$ et (b) $\delta_0^* = \pm 140 \mu\text{m}$ (SEC_P0.1/I1→1/8/D80-140) et (c) en fonction du déphasage φ pour $\delta_0^* = \pm 140 \mu\text{m}$ (SEC_P0.1/I0.5/D140).

Lorsque le déphasage est nul, on note que les coefficients énergétiques d'usure sont relativement stables vis-à-vis de f_p , en particulier pour la plus grande amplitude de glissement ($\delta_0^* = \pm 140 \mu\text{m}$). Pour l'amplitude de glissement la plus faible ($\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$), le maintien du lit de débris dans l'interface engendre des perturbations de la cinétique d'usure, notamment vis-à-vis de l'usure du plan (304L)_p. Ceci se traduit par une évolution du ratio κ_α entre les deux contre-corps, contrairement à la condition $\delta_0^* = \pm 140 \mu\text{m}$, pour laquelle le ratio d'usure est très stable ($\kappa_\alpha = 0,25$).

On montre alors que pour les interfaces peu impactées par un lit de débris oxydés ($\delta_0^* > \pm 100 \mu\text{m}$), la cinétique d'usure est peu impactée par la fréquence de pulsation f_p . Ceci est surprenant car on aurait pu penser qu'en augmentant f_p , on augmenterait le cyclage normal et donc que la fatigue de contact aurait pu augmenter la cinétique d'usure, ce qui n'est pas le cas. Aussi, nous pouvons conclure que l'usure est uniquement contrôlée par la dissipation tangentielle (énergie de frottement) directement associée à l'aire des cycles que nous avons formalisée via l'équation (III-20).

Pour finir, l'analyse de la courbe Figure III-35.c montre que pour R_i et R_p constant, le déphasage φ n'a aucune influence sur la cinétique d'usure. On redémontre à posteriori que la cinétique d'usure est stable quel que soit φ et donc que le volume d'usure en fonction de φ est uniquement dépendant de la variation de l'énergie dissipée.

III.3.5. Quantification de la cinétique d'usure du contact sous chargement complexe

Sous sollicitation de fretting-simple, le volume d'usure V_{ND} varie linéairement avec l'énergie dissipée. Comme le montre la Figure III-36, cette description ne semble plus convenir lorsqu'on est en présence de fretting sous chargement complexe. En effet, les graphiques montrent une dispersion importante des volumes d'usure par rapport à la droite de référence définie par l'éq.(III-8), notamment dans le cas du cylindre nitruré (Figure III-36.b).

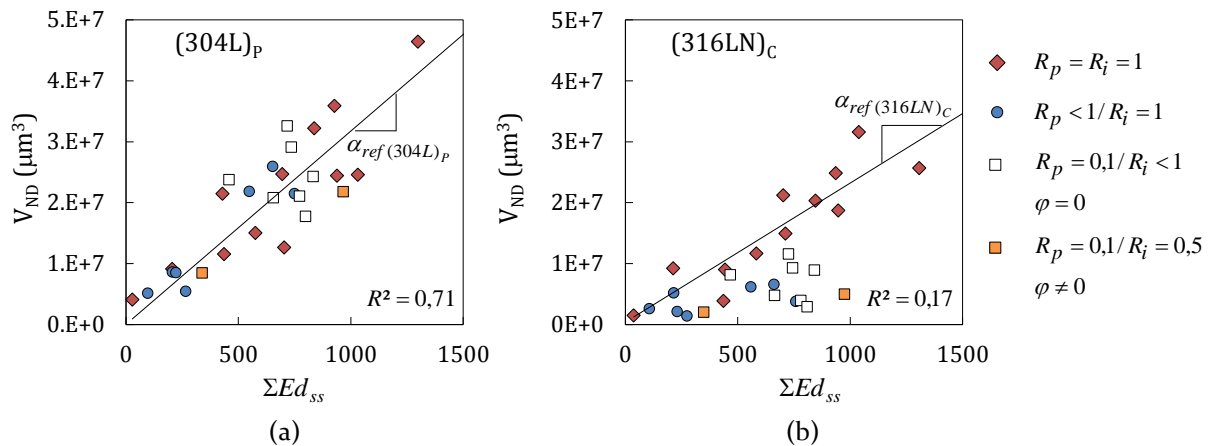


Figure III-36 : Evolution des volumes d'usure en fonction de l'énergie dissipée cumulée ΣEd_{ss} .

Il a été montré que les rapports de charge R_p et d'impulsion R_i avaient une influence non négligeable sur l'énergie dissipée mais aussi sur les mécanismes d'usure (« W- » versus « V-shape »), et donc sur la cinétique d'usure des surfaces. Ainsi, si le volume d'usure V_{ND} est dépendant de R_p et R_i , il convient d'intégrer ces variables dans la formulation de l'usure. En première approximation, on considère une loi puissance telle que :

$$V_{ND} = \alpha_{ref} \times \Sigma Ed_{ss} \times R_p^\eta \times R_i^\omega \quad (\text{III-33})$$

où α_{ref} est le coefficient énergétique d'usure obtenu en condition de fretting-simple ($R_p = R_i = 1$), η et ω sont des puissances correctrices appliquées respectivement sur le rapport de charge R_p et le rapport d'impulsion R_i , et ΣEd_{ss} est l'énergie dissipée cumulée relative à l'usure stabilisée (ΣEd_{ss} , steady state) définie par :

$$\Sigma Ed_{ss} = (\Sigma Ed - Ed_{th}) \quad (\text{III-34})$$

avec ΣEd l'énergie dissipée cumulée et Ed_{th} le seuil d'énergie dissipée obtenu en condition de fretting-simple.

Etant donné que les cinétiques d'usure du plan (304L)_p et du cylindre (316LN)_c diffèrent, il est préférable de dissocier chaque cinétique et de les traiter indépendamment (valeurs données dans le Tableau III-1). Les volumes d'usure théoriques $V_{ND,th}$ relatif au plan (304L)_p et au cylindre (316LN)_c obtenus sous chargement complexe s'exprime alors respectivement via les équations (III-35) et (III-36) :

$$V_{ND,th/(304L)_p} = \alpha_{ref/(304L)_p} \times (\Sigma Ed_{th} - Ed_{th/(304L)_p}) \times R_p^{\eta_{(304L)_p}} \times R_i^{\omega_{(304L)_p}} \quad (III-35)$$

$$V_{ND,th/(316LN)_c} = \alpha_{ref/(316LN)_c} \times (\Sigma Ed_{th} - Ed_{th/(316LN)_c}) \times R_p^{\eta_{(316LN)_c}} \times R_i^{\omega_{(316LN)_c}} \quad (III-36)$$

où ΣEd_{th} est l'énergie dissipée cumulée théorique calculée à partir de l'éq. (III-20) avec le coefficient de frottement énergétique de référence $\mu_{e, ref} = 0,85$. Pour déterminer les exposants nous allons considérer une démarche d'identification « moindres carrés » établie à partir des résultats expérimentaux.

III.3.5.1. Identification de l'effet R_p

On considère dans un premier temps uniquement les données telles que $R_i = 1$. Pour déterminer l'exposant η traduisant l'effet de R_p , l'erreur relative (aussi appelée dispersion relative) entre le volume d'usure expérimental $V_{ND,exp}$ et le volume d'usure théorique $V_{ND,th}$ est définie par :

$$\% E = \frac{100}{V_{moy}} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (V_{ND,exp} - V_{ND,th})^2}{N}} \quad (III-37)$$

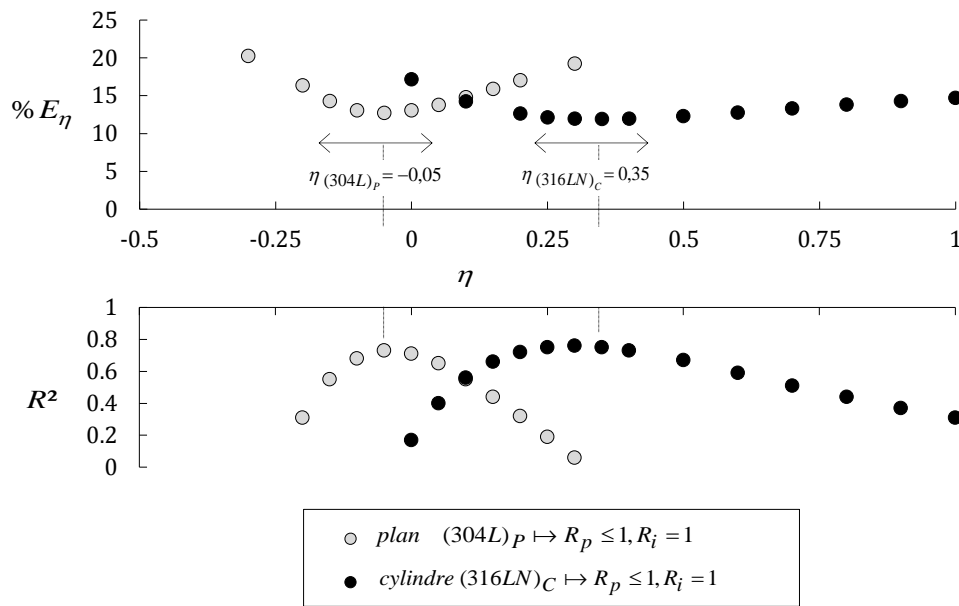
avec $V_{ND,th} = \alpha_{ref} \times \Sigma Ed_{ss} \times R_p^{\eta}$, V_{moy} le volume d'usure moyen obtenu expérimentalement et N le nombre de mesures de l'échantillonnage. Cette erreur est calculée pour chaque surface (plan et cylindre).

Le deuxième indicateur utilisé dans la détermination de la puissance correctrice η , est le coefficient de détermination R^2 . Ce coefficient permet de mesurer la qualité de la prédiction de la régression linéaire. Il est défini par :

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^N \left(V_{ND,th(i)} - \bar{V}_{ND,exp} \right)^2}{\sum_{i=1}^N \left(V_{ND,exp(i)} - \bar{V}_{ND,exp} \right)^2} \quad (III-38)$$

avec $\bar{V}_{ND,exp}$, la moyenne des volumes mesurés expérimentalement.

Les évolutions de ces deux indicateurs d'aide à la prédiction sont présentées Figure III-37 en fonction de la surface étudiée ((304L)_p et (316LN)_c).


 Figure III-37 : Identification des coefficients $\eta_{(304L)_p}$ et $\eta_{(316LN)_c}$.

Concernant l'erreur relative $\%E_\eta$, plus la valeur est faible, meilleure est la prédiction associée à l'exposant η . L'erreur relative la plus faible est obtenue :

- pour $\eta_{(304L)_p} = -0,05$ pour le plan (304L)_p,
- et $\eta_{(316LN)_c} = 0,35$ pour le cylindre nitruré (316LN)_c.

Il est intéressant de noter que l'erreur est identique pour les deux cas ($\%E_{min} \approx 12\%$). Les valeurs de ces exposants sont en accord avec l'observation des cinétiques d'usure abordées en Figure III-32 :

- En effet, le coefficient énergétique d'usure du plan présentait une évolution quasi-stabilisée avec le rapport de charge (cf. Figure III-33) : cette évolution est donc traduite par une faible correction de l'énergie dissipée ΣEd_{SS} ($\eta_{(304L)_p} = -0,05$).
- Au contraire, le coefficient énergétique d'usure associé au cylindre diminue lorsque R_p est réduit (cf. Figure III-33) : cet effet est alors traduit par une puissance correctrice plus élevée ($\eta_{(316LN)_c} = 0,35$) permettant de réajuster l'énergie dissipée cumulée associée.

Pour finir, l'évolution du coefficient de détermination R^2 est lui-aussi en accord avec les exposant minimisant l'erreur ($R^2 = 0,73$ et $R^2 = 0,75$ pour le plan et le tube nitruré).

III.3.5.2. Identification de l'effet R_i

La même méthodologie a été appliquée pour l'identification de l'effet R_i . La Figure III-38 montre l'évolution des deux indices traduisant l'erreur relative $\%E_\omega$ (éq. (III-37)) et le coefficient de détermination R^2 (éq. (III-38)). La détermination des exposants ω a été faite en prenant en compte toutes les données expérimentales disponibles quels que soient R_p et R_i , en incluant les valeurs des exposants η trouvés précédemment.

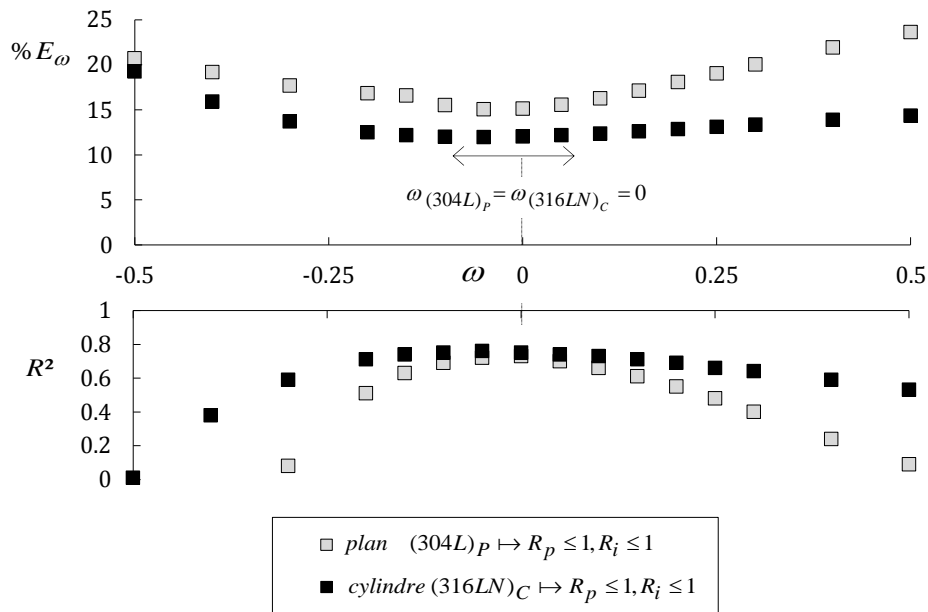


Figure III-38 : Identification des coefficients $\omega_{(304L)_p}$ et $\omega_{(316LN)_c}$.

On montre que l'erreur relative est minimisée pour $\omega = 0$ pour les deux surfaces. Le fait de trouver une valeur nulle confirme que le rapport d'impulsion n'a pas d'influence sur la cinétique d'usure du plan, ni sur celle du tube nituré.

La Figure III-39 présente les deux cinétiques d'usure pour les deux surfaces (a. (304L)_p et b. (316LN)_c) en exprimant le volume usé en fonction de l'énergie dissipée cumulée pondérée par les exposants correcteurs où une bien meilleure corrélation vis-à-vis de la cinétique d'usure est obtenue.

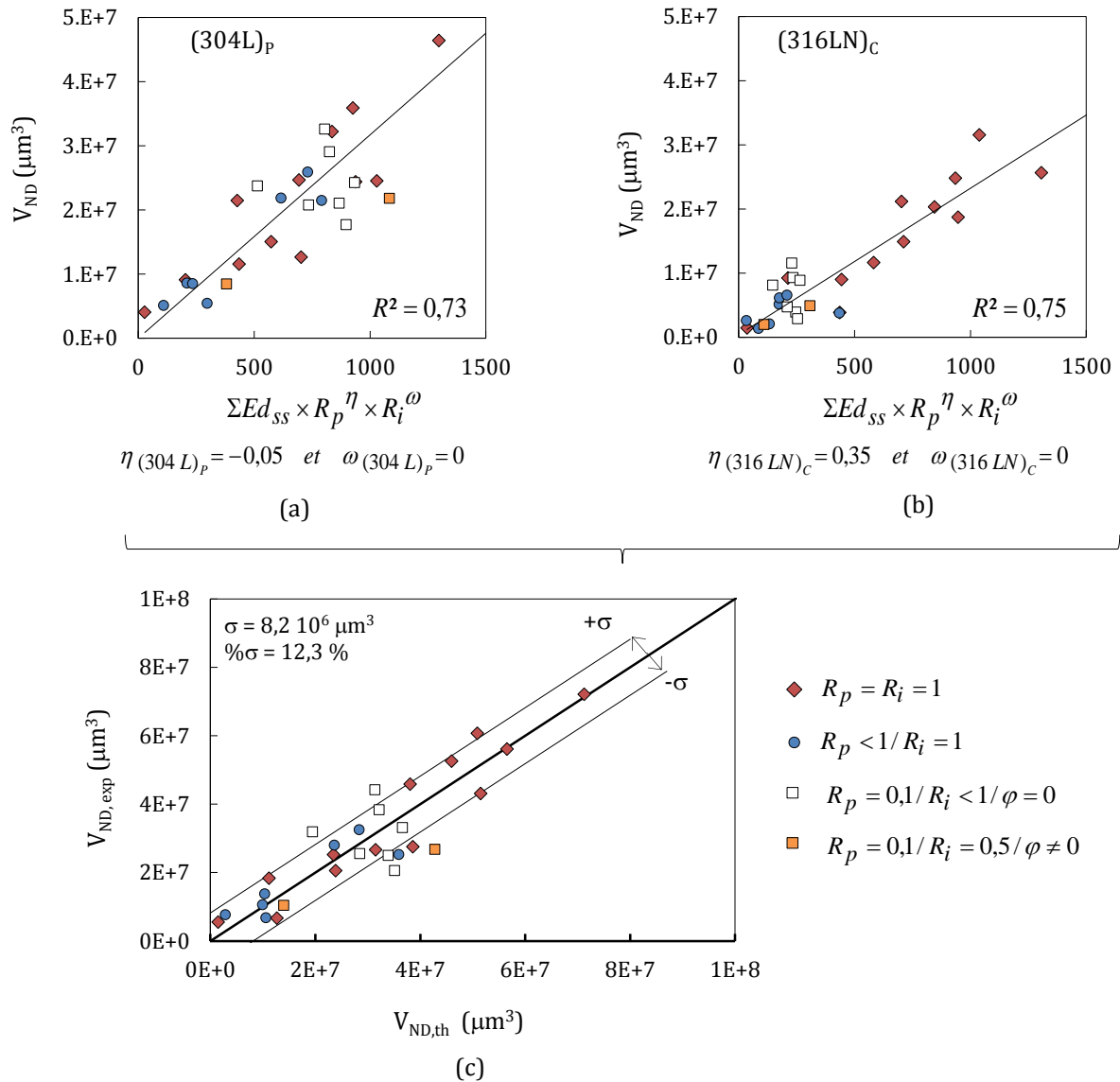


Figure III-39 : Loi énergétiques d'usure du (a) plan en 304L, (b) du cylindre en 316L N sous chargement complexe dans un environnement sec et (c) comparaison entre les volumes d'usure V_{ND} théoriques et expérimentaux de l'interface globale.

Cette partie a permis de mettre en évidence l'importance de travailler sur une approche énergétique en tenant compte des rapports de charge et d'impulsion tout en différenciant la cinétique des deux contre-corps. La détermination des exposants η et ω associés aux cinétiques a donné lieu à deux modèles d'usure. Ces modèles phénoménologiques permettent de déterminer analytiquement les volumes d'usure relatifs au plan et au cylindre en fonction des conditions de chargement et de la sollicitation. La stabilité de cette approche est confirmée par la Figure III-39.c, où les volumes expérimentaux de l'interface globale ($V_{ND,exp}$) sont comparés aux volumes théoriques ($V_{ND,th}$) définis en sommant les équations (III-35) et (III-36). Tous les résultats s'alignent aux environs de la droite $y = x$. La déviation est d'environ $\sigma = 8,2 \cdot 10^6 \mu\text{m}^3$, ce qui donne une dispersion relative de $\% \sigma = 12,3 \%$.

III.4. Conclusion

Dans ce chapitre uniquement consacré au comportement tribologique du contact cylindre (316LN)_C / plan (304L)_P à sec, de nombreux points ont été abordés.

Tout d'abord, différents types de sollicitations ont été définis, comme le fretting-simple (où la charge normale P est constante durant le cycle de fretting), le fretting sous chargement variable (où la charge normale P fluctue entre une valeur maximale P_{max} et minimale P_{min}) et le fretting sous chargement complexe (où en plus de fluctuer entre deux valeurs, la fréquence de pulsation f_p diffère de la fréquence de fretting f_f). Ces cas de chargement ont conduit à l'introduction du rapport de charge R_p et du rapport d'impulsion R_i dans le but de mieux décrire les conditions de chargement appliquées.

Dans une première partie, le comportement tribologique du contact a été étudié sous sollicitation de fretting-simple (Figure III-40). Il a été vu que les deux antagonistes montraient une usure non-négligeable dépendant de l'amplitude de glissement δ_0^* .

- En effet, pour les petites amplitudes de glissement, les trace d'usures relatives aux plans (304L)_P présentaient un profil équivalent qualifié de « *W-shape* ». Il a alors été montré que ce type d'interface ne favorisait pas l'éjection des débris d'usure, mais au contraire piégeait ces derniers au sein du contact. Etant donné que les débris d'usure oxydés ont une dureté plus élevée que celle du cylindre nitruré (316LN)_C, un processus d'usure par abrasion trois corps est alors favorisé, induisant une usure significative des cylindres pouvant-être équivalente à celles des plans pourtant beaucoup plus « mous » ($H_{débris} > H_{(316LN)C} > H_{(304LP)}$).
- En revanche, il a été montré que par l'application d'amplitudes de glissement plus importantes, une meilleure répartition des débris d'oxydes au sein de l'interface et une éjection facilitée de ces derniers favorisait un faciès d'usure en « *V-shape* » ainsi qu'une usure abrasive de type deux corps.
- Cet effet de l'amplitude de glissement sur l'évolution des phénomènes d'usure a été quantifiée par la détermination des coefficients énergétique d'usure $\alpha_{ref,x}$ pour les deux surfaces.

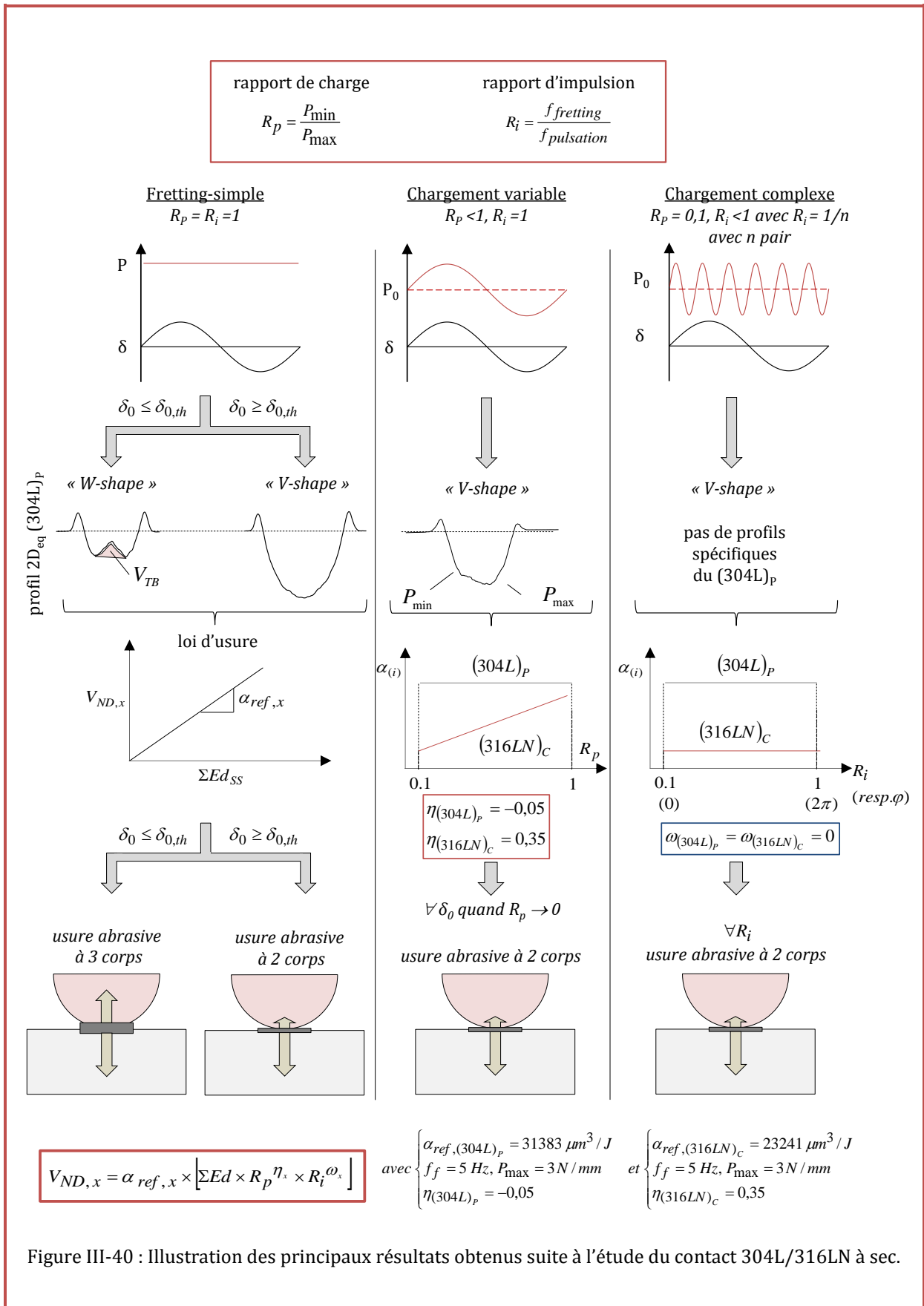


Figure III-40 : Illustration des principaux résultats obtenus suite à l'étude du contact 304L/316LN à sec.

Dans une deuxième partie, le comportement du contact soumis à des sollicitations de fretting sous chargement variable et complexe a été abordé (Figure III-40).

- Il a été vu que les rapports de charge R_p et d'impulsion R_i avaient une influence directe sur la forme des cycles de fretting. Cependant nous avons démontré via un modèle analytique que la valeur de l'énergie dissipée était influencée par le rapport de charge R_p quel que soit R_i , mais aussi par le déphasage φ entre les signaux lorsque $R_i = 1/n$ avec n pair.
- En ce qui concerne la condition de chargement variable, il a été montré que les volumes d'usure relatif au plan et au cylindre diminuaient et que les traces d'usure présentaient une dissymétrie lorsque le rapport de charge R_p tendait vers zéro. L'énergie dissipée cumulée diminuant avec R_p , le coefficient énergétique d'usure a alors été identifié pour les deux surfaces : le (304L)_P présentait une quasi-stabilité quel que soit R_p alors que le (316LN)_C diminuait.
- Parallèlement on a montré que sous sollicitation de fretting sous chargement complexe, le rapport d'impulsion R_i et donc la fréquence de pulsation f_p n'avaient aucune influence sur la cinétique d'usure. Ce résultat est important car il suggère que l'usure par fatigue normale de contact peut être négligée, et que seule l'énergie de frottement (cisaillement) contrôle l'usure des surfaces.
- Nous avons ainsi étendu la formulation énergétique de l'usure au travers d'une relation générale :

$$\Sigma Ed_{eff} = \Sigma Ed_{SS} \times R_p^\eta \times R_i^\omega = (\Sigma Ed - Ed_{th}) \times R_p^\eta \times R_i^\omega \quad (\text{III-39})$$

Les exposants η et ω ont été trouvés par optimisation de l'erreur. Nous avons ainsi démontré que les deux rapports R_p et R_i avaient peu d'influence sur la cinétique d'usure du plan (304L)_P. En revanche, pour la cinétique d'usure du cylindre nitruré (316LN)_C, seul le rapport de charge R_p montre une influence significative. Cette remarque est soutenue par le fait que pour les conditions de R_p faible, l'usure tend à passer d'une usure abrasive à trois corps vers une usure à deux corps, réduisant de fait l'usure du contre-corps dur, à savoir la surface du cylindre 316L nitruré.

Chapitre IV Comportement tribologique en solution lithium-bore des contacts sous chargement complexe

| | |
|---|-----|
| IV.1. Introduction..... | 111 |
| IV.2. Fretting usure sous chargement simple..... | 112 |
| IV.2.1. Etude de la stabilité du système tribologique..... | 112 |
| IV.2.2. Caractérisation du processus d'usure..... | 113 |
| IV.2.3. Effets de l'amplitude de glissement..... | 115 |
| IV.2.4. Effets de la fréquence de fretting..... | 117 |
| IV.2.5. Conclusion intermédiaire..... | 123 |
| IV.3. Fretting usure sous chargements complexes..... | 124 |
| IV.3.1. Analyse du frottement sous chargement complexe..... | 125 |
| IV.3.2. Morphologie de l'usure..... | 126 |
| IV.3.2.1. Effet du rapport de charge R_p | 126 |
| IV.3.2.2. Effet du rapport d'impulsion R_i | 131 |
| IV.3.2.3. Observations morphologiques du plan (304L) _p | 131 |
| IV.3.3. Analyse et formulation quantitative des volumes d'usures..... | 133 |
| IV.3.3.1. Volume d'usure par érosion-corrosion V_{ec} | 134 |
| IV.3.3.2. Effet de R_p sur le volume d'usure par tribocorrosion érosion V_{tce} | 135 |
| IV.3.3.3. Effet de R_i sur le volume d'usure par tribocorrosion érosion V_{tce} | 140 |
| IV.3.3.4. Stabilité de la loi d'usure..... | 142 |
| IV.3.4. Conclusion intermédiaire..... | 144 |
| IV.4. Etude de la réponse du 304L en fretting-corrosion..... | 147 |
| IV.4.1. Techniques et dispositif expérimental de fretting-corrosion..... | 148 |
| IV.4.1.1. Electrolyte et équipement électrochimique..... | 148 |
| IV.4.1.2. Dispositif expérimental de fretting-corrosion..... | 149 |
| IV.4.1.3. Procédures expérimentales des essais de tribocorrosion..... | 150 |
| IV.4.2. Caractéristiques électrochimiques du (304L) _p | 151 |
| IV.4.2.1. Courbes de polarisation..... | 151 |
| IV.4.2.2. Détermination des coefficients de Tafel..... | 154 |
| IV.4.3. Réponse électrochimique avec l'amplitude de déplacement..... | 155 |

| | | |
|-----------|---|-----|
| IV.4.3.1. | Evolution du courant à potentiel imposé..... | 155 |
| IV.4.3.2. | Evolution du potentiel sous condition de fretting à potentiel libre | 155 |
| IV.4.4. | Evolution de l'interface en fonction du potentiel appliqué E | 157 |
| IV.4.5. | Analyse de l'effet de l'amplitude au potentiel libre (OCP) | 161 |
| IV.4.6. | Etude quantitative des volumes d'usure mécanique et chimique..... | 162 |
| IV.4.6.1. | Méthodologie de quantification..... | 162 |
| IV.4.6.2. | Analyse des volumes d'usure..... | 164 |
| IV.4.7. | Discussion..... | 166 |
| IV.4.7.1. | Effet de l'électrochimie sur l'usure | 166 |
| IV.4.7.2. | Mise en place d'une approche énergétique à potentiel libre..... | 169 |
| IV.4.8. | Conclusion intermédiaire | 171 |
| IV.5. | Discussion & conclusion | 172 |

IV.1. Introduction

Dans ce quatrième chapitre, nous nous focalisons sur l'usure des contacts en solution. Pour cela, une solution composée de 1 000 ppm de bore et 130 ppm de lithium a été utilisée afin de se rapprocher de la chimie du réacteur nucléaire, tout en restant à température ambiante et pression atmosphérique.

Dans la première partie de ce chapitre, l'usure du contact cylindre/plan (316LN/304L) soumis à des sollicitations de fretting simple sous chargement constant ($R_p = 1$) a été étudiée¹. L'influence de l'amplitude de glissement δ^* ainsi que les effets de la fréquence de fretting f_f sont étudiés. Enfin une loi d'usure établie à partir de l'application d'une approche énergétique est proposée.

Dans la deuxième partie, l'usure de ce même contact sous chargement variable² ($R_p < 1$) et complexe ($R_i < 1$) est abordée. Une étude sur la morphologie des traces d'usure et des volumes d'usure associés est proposée. Ces études soulèvent entre autres des questions sur les phénomènes corrosifs pouvant prendre part dans l'interface sous ce type de sollicitations. Une proposition de mécanisme d'usure est alors effectuée. Pour finir, une approche énergétique modifiée prenant en compte les effets dus à ces fluctuations est aussi développée. Au travers de ces deux premières parties sont proposées des pistes de réflexion sur les mécanismes d'usure pouvant intervenir au sein de l'interface, permettant de donner quelques éléments de justification concernant les lois d'usure établies.

Parce que des questions sur les phénomènes corrosifs auront été soulevées dans les parties précédentes, la troisième partie de ce chapitre est consacrée à une étude couplée d'usure et corrosion. Pour cela, un contact simplifié sphère/plan (alumine/304L) et le même électrolyte de référence (solution lithium-bore) ont été utilisés. Cette étude permet entre autre de différencier le volume d'usure provenant d'un phénomène chimique (corrosif) de celui purement mécanique.

¹ Une partie des résultats présentés sous sollicitations de fretting-simple en solution lithium-bore (influence de l'amplitude de glissement pour $\delta_0^* \leq \pm 100 \mu m$ et de la durée d'essai) ont fait l'objet de la seconde partie de l'article « E.Marc *et al.* Fretting wear response of a nitrided 316L SS/304L SS interface: Effects of lithium-boron liquid environment. *Surf. And Coatings Technology*, Vol. 308 (2016), pp. 226-235 » [145].

² Les résultats sous chargement variable en solution lithium-bore ont fait l'objet de la seconde partie de l'article : « E. Marc *et al.* Fretting wear of a nitrided 316L/304L contact subject to in-phase normal force fluctuation in dry and lithium-boron solution: An R_p -friction energy wear approach. *Wear*, Vol 376-377 (2017), pp. 690-704 » [146]. Cependant, dans cet article, l'exposant η était estimé à -0,9. Depuis, sa valeur a été revue à la baisse (-0,5). Cette surestimation était liée à des problèmes de non-continuité d'essai. Ce changement de valeur n'a pas d'impact sur les hypothèses qui avaient été proposées.

IV.2. Fretting usure sous chargement simple

Dans la première partie de ce chapitre, nous avons réalisé une étude expérimentale en milieu aqueux en condition de fretting simple. Pour cela une solution composée de 1 000 ppm de bore et 130 ppm de lithium a été utilisée. D'après la littérature [9], cette solution permet de se rapprocher des conditions environnementales des réacteurs nucléaires, tout en restant à température ambiante et pression atmosphérique. Contrairement aux essais en milieu sec, la cinétique d'usure en milieu aqueux est beaucoup plus lente. La durée des essais a donc été portée à 500 000 cycles pour avoir des usures mesurables.

IV.2.1. Etude de la stabilité du système tribologique

Comme pour les essais effectués en environnement sec, les essais en solution sont stables avec un coefficient de frottement quasiment constant après une courte phase transitoire (Figure IV-1.a).

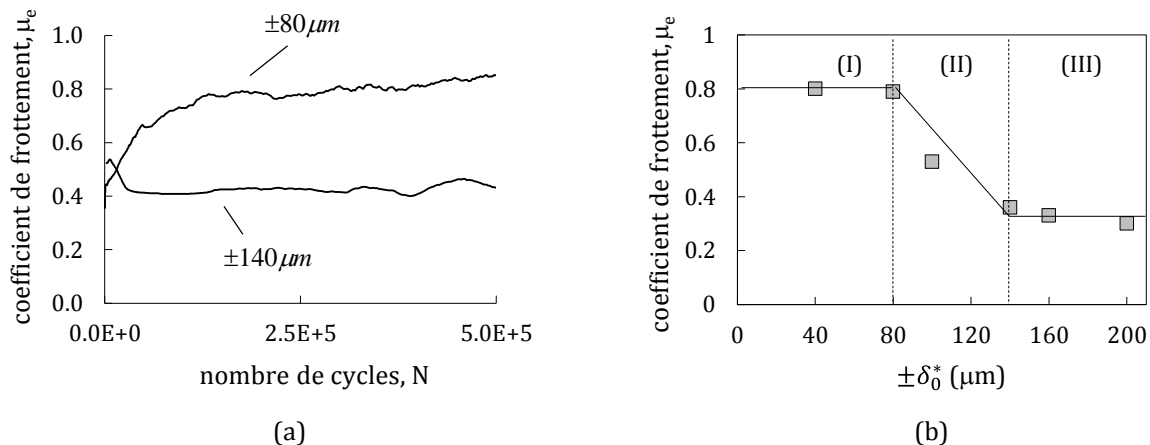


Figure IV-1: Evolution du coefficient de frottement énergétique μ_e (a) en fonction du nombre de cycles N pour deux amplitudes de glissement (SOL1_P1/I1/D80-160) et (b) en fonction de l'amplitude de glissement δ_0^* .

Cependant, on observe un effet de l'amplitude de glissement (Figure IV-1.b). En effet, trois régimes de glissement sont identifiés.

- Le premier régime de glissement (I) concerne les amplitudes de glissement $\delta_0^* \leq \pm 80 \mu m$. Pour cette gamme d'amplitudes le coefficient de frottement μ_e est de l'ordre de 0,8. Comparé au milieu sec pour lequel on trouve des coefficients de frottements de l'ordre de 0,85, on note un faible effet de la solution aqueuse pour ces petites amplitudes de glissement ($\Delta\mu_e = 0,05$).
- Le second régime est un régime transitoire (II) observé pour des amplitudes comprises entre $\delta_0^* = \pm 80 \mu m$ et $\delta_0^* = \pm 140 \mu m$. Pour cette gamme d'amplitudes une chute linéaire du coefficient de frottement est enregistrée.
- Enfin, le troisième régime de glissement (III) s'applique aux déplacements $\delta_0^* \geq \pm 140 \mu m$ et montre une nouvelle stabilisation du coefficient de frottement autour de 0,33 quelle que soit l'amplitude de glissement imposée. Comparé au milieu sec et pour ces mêmes conditions, le

régime (III) enregistre une chute du coefficient de frottement de 0,5, chute qui se caractérise aussi par un aplatissement des cycles de fretting comme le montre la Figure IV-2.

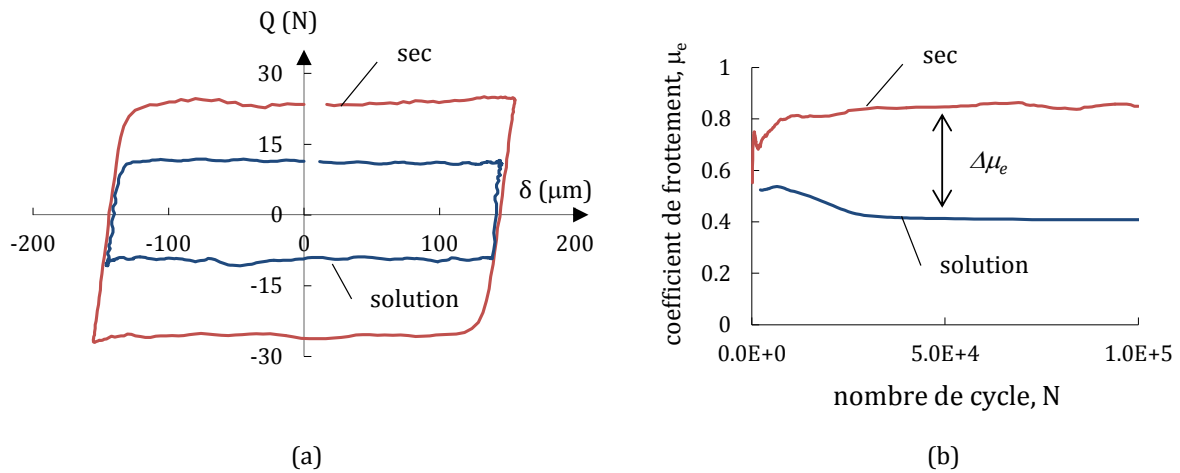


Figure IV-2 : Comparaison (a) des cycles de fretting et (b) de l'évolution du coefficient de frottement énergétique avec le nombre de cycles entre le milieu sec et la solution lithium-bore (SEC et SOL1_P1/I1/D140).

Ces observations suggèrent donc que la solution lithium/bore permet une lubrification partielle ou totale de l'interface en fonction de l'amplitude de glissement. Cependant, même dans le régime de glissement (III), la réduction du coefficient de frottement n'est pas extrême. Ceci révèle les faibles propriétés lubrifiantes de la solution par rapport à certaines graisses ou huiles notamment utilisées dans le domaine aéronautique qui peuvent induire une chute du coefficient de frottement en dessous de 0,2, et ce même pour les très petites amplitudes de glissement [104].

IV.2.2. Caractérisation du processus d'usure

En raison de la faible usure rencontrée en solution lithium-bore, la durée des essais a été multipliée par cinq afin de détecter des usures mesurables ($N_{sec} = 100\,000$ cycles vs. $N_{sol} = 500\,000$ cycles). Les échantillons *post-mortem* des plans (304L)_P et des tubes (316LN)_C ont été expertisés selon le même protocole mis en place pour l'étude à sec (observations optiques, MEB, profilométrie 3D & 2D).

La Figure IV-3 présente l'évolution des profils 2D équivalents des plans (304L)_P en fonction de l'amplitude de glissement imposée.

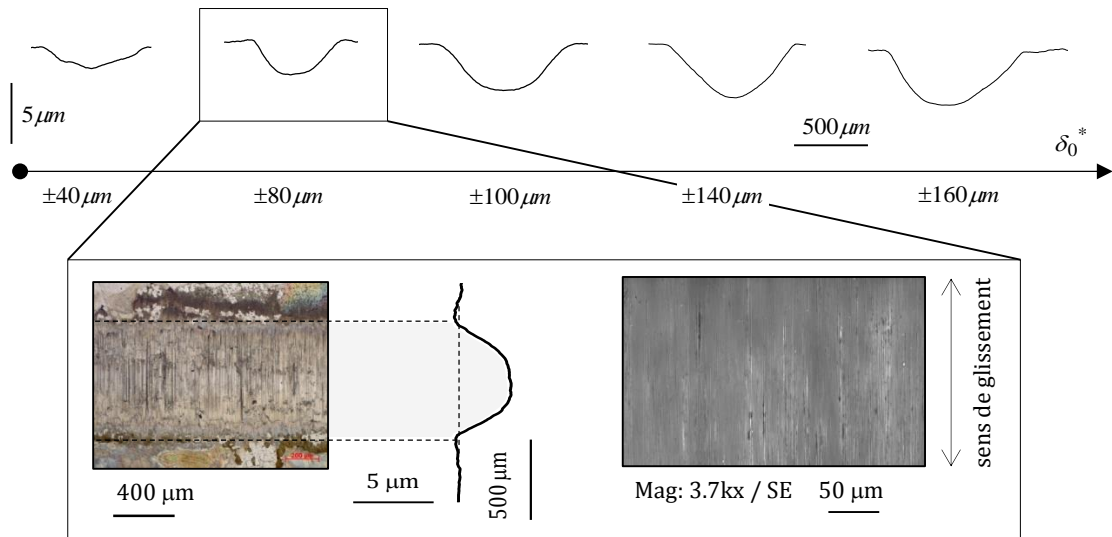


Figure IV-3: Evolution des profils d'usure 2D du plan (304L)_P (SOL1_P1/I1/D40→160). Equivalence entre une observation optique et le profil 2D moyenné sur une génératrice de 10 mm pour une amplitude de glissement $\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$, observations optique et MEB de l'intérieur de la trace d'usure (SOL1_P1/I1/D80).

Contrairement au milieu sec, quelle que soit l'amplitude de glissement un profil de type « V-shape » est observé. De plus, les optiques réalisées présentent des traces frottées d'aspect métalliques sur toutes leurs largeurs et aucun débris de taille majeure n'a pu être observé. Enfin des rayures colinéaires à la direction du glissement, qui traduisent clairement un processus d'usure abrasive à deux corps, sont observées.

La Figure IV-4 expose les caractérisations effectuées sur le cylindre nitruré (profilométrie et observations MEB en surface et en coupe).

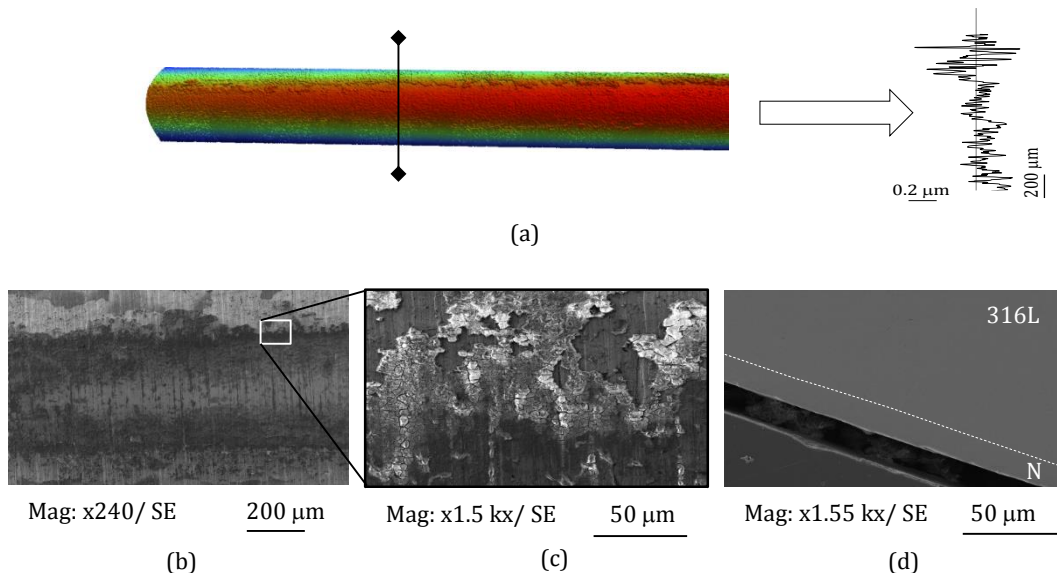


Figure IV-4 : (a) Profil 3D avant redressement des surfaces cylindriques du tube (316LN)_c pour une amplitude de glissement de $\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$ et profil 2D équivalent obtenu après redressement des surfaces cylindriques. Observation MEB (b)-(c) de la surface cylindrique et (d) en coupe (SOL1_P1/I1/D80).

Seule une légère coloration du cylindre est visible au niveau de la zone frottée et sur les pourtours de cette dernière. Le profil 2D équivalent (après redressement des surfaces cylindriques) ne met en évidence aucune usure significative (Figure IV-4.a). Les observations MEB confirment la non-usure du tube. Les rugosités observées dans les traces sont très similaires à celles observées en dehors du contact, bien qu'elles présentent un aspect un peu plus lisse (Figure IV-4.b, c). On note là-aussi la présence d'oxydes en bordure de trace. Enfin, les observations en coupe démontrent la non-usure du cylindre en milieu aqueux (Figure IV-4.d), contrairement au milieu sec (Figure III-7).

Compte tenu du profil de type « *V-shape* » pour les échantillons (304L)_P et la non-usure du (316LN)_C nous pouvons déduire que l'usure en solution lithium-bore est de type abrasive à deux corps : les débris d'usure sont quasiment immédiatement éjectés de l'interface après leur formation, ce qui empêche l'établissement d'un lit de débris oxydés abrasifs pouvant potentiellement dégrader la surface plus dure du (316LN)_C.

Dans cet environnement, les paramètres tels que l'amplitude de glissement, la durée des essais mais aussi les effets fréquences ont été étudiés. Pour chaque condition il est montré que seul le plan (304L)_P présente une usure en surface mesurable.

IV.2.3. Effets de l'amplitude de glissement

La Figure IV-5 montre l'évolution du volume d'usure des différentes amplitudes de glissement en fonction de l'énergie dissipée cumulée.

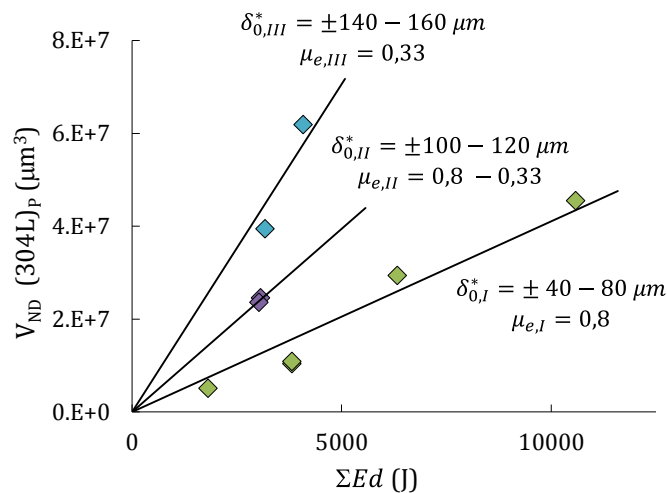


Figure IV-5 : Volume usé en fonction de l'énergie dissipée cumulée pour les contacts en solution lithium-bore sous sollicitation de fretting simple.

On observe trois évolutions linéaires en fonction de l'amplitude de glissement, et potentiellement du régime de glissement (I, II et III). Ainsi, plus l'amplitude de glissement est importante, plus le rendement énergétique de l'usure est augmenté. En s'inspirant des travaux de Paulin *et al.* [105], nous proposons un « paramètre d'usure » qui prend en compte l'évolution du glissement pendant l'essai :

$$\Sigma Ed^* = \Sigma Ed \times \frac{\delta_0}{\delta_{0,ref}} \quad (IV-1)$$

où $\delta_{0,ref}$ est l'amplitude de glissement de référence arbitrairement choisie afin de normaliser l'influence de cette dernière sur la loi d'usure. Ici nous avons choisi $\delta_{0,ref}$ correspondant à une amplitude de glissement de $\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$. Le volume usé du plan (304L)_p devient alors fonction de l'énergie dissipée réduite ΣEd^* :

$$V_{ND} = \alpha_{sol1,ref}^* \times \Sigma Ed^* \quad (IV-2)$$

En appliquant ce formalisme et quelle que soit l'amplitude de glissement imposée, la cinétique d'usure est alors quantifiée par un unique coefficient d'usure $\alpha_{sol1,ref}$ ($4\,720 \mu\text{m}^3/\text{J}$) (Figure IV-6).

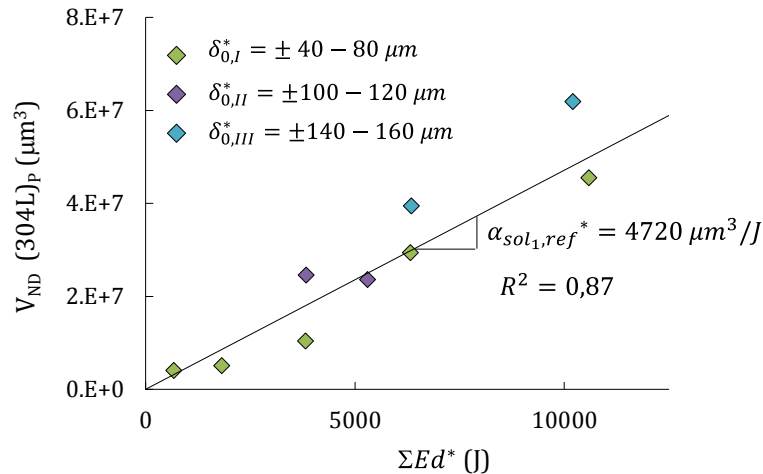


Figure IV-6 : Volume usé total en fonction de l'énergie dissipée réduite ΣEd^* pour les contacts en solution lithium-bore sous sollicitation de fretting simple.

Le formalisme de Paulin *et al.* est basé sur une hypothèse qui relie l'amplitude de glissement à la présence d'un troisième corps dans le contact : en augmentant l'amplitude de débattement, le troisième corps cohésif de l'interface frottante est plus facilement éliminé, augmentant ainsi le rendement énergétique de l'usure. Cette hypothèse est peu probable dans notre cas, car l'évacuation des débris d'usure est déjà favorisée par la solution lithium-bore.

Une explication plus « physique » de cet effet synergique de l'amplitude de glissement serait que plus l'amplitude de débattement est importante, plus l'accessibilité du fluide dans l'interface est aisée. Ainsi, en favorisant l'accès de la solution dans l'interface, les phénomènes d'usure par tribocorrosion sont augmentés et donc le rendement énergétique de l'usure l'est aussi.

IV.2.4. Effets de la fréquence de fretting

Afin de confirmer un effet synergique de tribocorrosion dans l'interface, l'effet de la fréquence de fretting f_f sur l'usure du (304L)_P a été étudiée. La Figure IV-7.a montre l'évolution des volumes usés relatifs au plan pour des fréquences de fretting de 5, 10 et 20 Hz pour différents nombres de cycles (1/2 et 1 million de cycles).

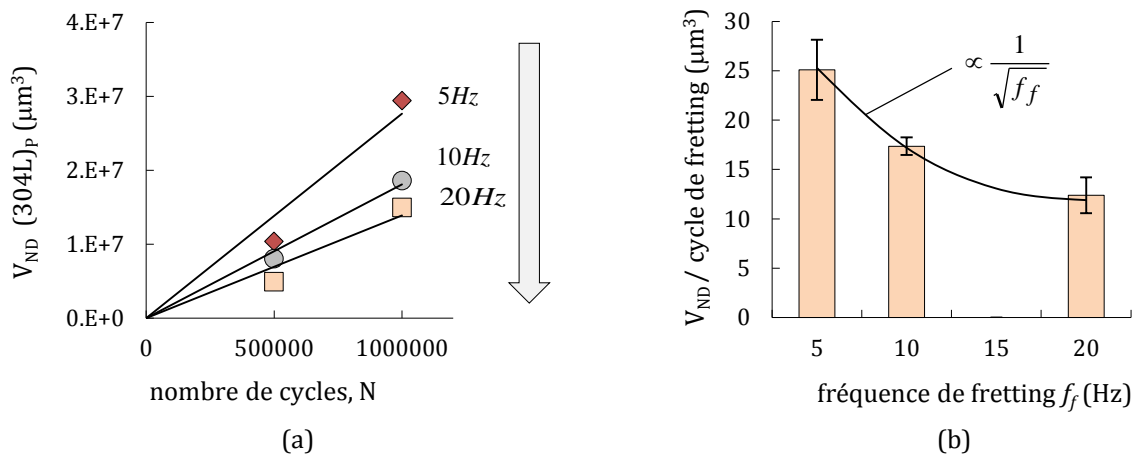


Figure IV-7 : (a) Influence de la fréquence de fretting sur les volumes usés (304L) pour différents nombres de cycles ($N = 500\,000$ et $1\,000\,000$ cycles) et (b) volume d'usure moyen associé par cycle de fretting pour une amplitude de $\pm 80\ \mu\text{m}$.

On remarque que lorsque la fréquence de fretting augmente, le volume d'usure associé diminue (Figure IV-7.b): en d'autres termes, lorsque la fréquence de fretting augmente, le volume d'usure généré à chaque cycle de fretting diminue. Cette observation confirme un phénomène de corrosion au sein de l'interface. En effet, à l'opposé de la composante mécanique, l'endommagement corrosif est dépendant du temps. Ainsi, plus la fréquence est élevée, plus la période entre chaque glissement est courte et plus la contribution d'usure induite par la corrosion est diminuée. Dans ce sens, la Figure IV-8.a montre l'évolution des volumes d'usure du plan en fonction de l'énergie dissipée réduite selon le formalisme de Paulin.

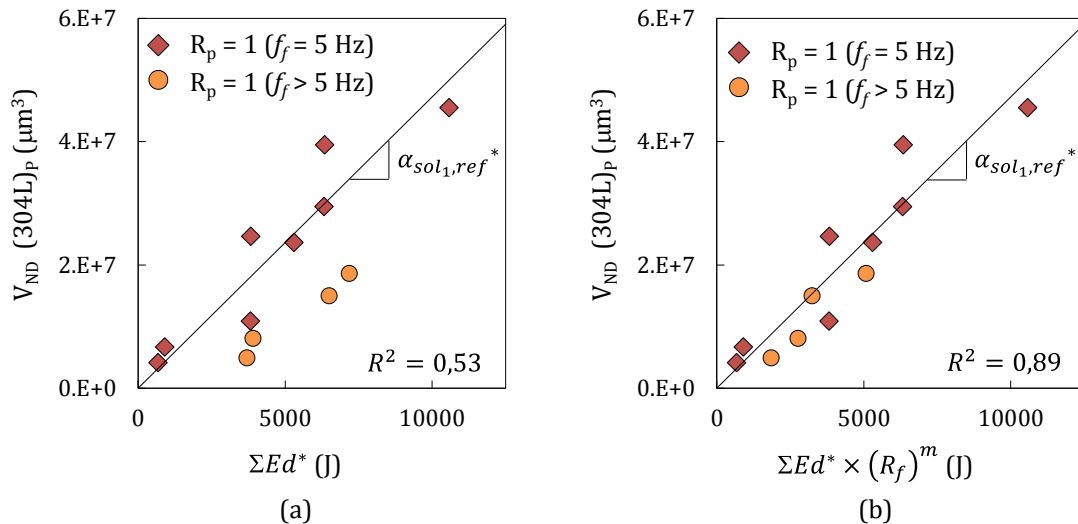


Figure IV-8 : Loi énergétique d’usure du plan (304L)_P sous chargement constant et effets de la fréquence. Volume d’usure en fonction de (a) l’énergie effective ΣEd^* et de (b) l’énergie effective pondérée (éq. (IV-4)).

Une dispersion importante est observée pour les fréquences supérieures à 5 Hz. Pour tenir compte de l’effet fréquence, le rapport entre les fréquences de fretting R_f est alors introduit tel que :

$$R_f = \frac{f_f}{f_{f,ref}} \quad (IV-3)$$

avec f_f la fréquence de fretting de l’essai et $f_{f,ref}$ la fréquence de fretting de référence qui est de 5 Hz. Ce rapport est ensuite intégré dans la loi énergétique comme suit :

$$V_{ND} = \alpha_{sol1,ref}^* \times \left[\Sigma Ed \times \frac{\delta_0}{\delta_{0,ref}} \right] \times (R_f)^m \quad (IV-4)$$

Le rapport R_f est pondéré par un exposant m qui est obtenu en réduisant l’erreur relative $\%E$ de prédiction vis-à-vis des essais expérimentaux (éq. (III-37)), comme l’illustre la Figure IV-9.

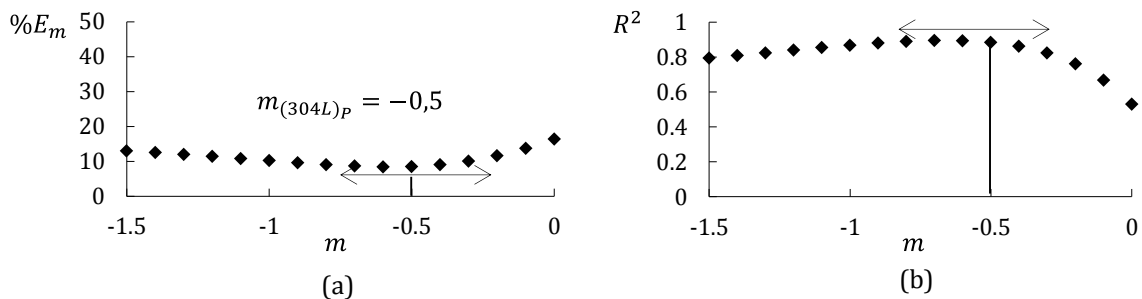


Figure IV-9 : Identification du coefficient m ($m = -0,5$) par (a) minimisation de l’erreur et (b) maximisation du coefficient de variation.

Un plateau est trouvé pour les valeurs de m comprises entre -0,5 et -0,7. Nous choisissons comme exposant correcteur $m = -0,5$ conduisant à la plus faible dispersion ($R^2 = 0,89$) (Figure IV-8.b).

Discussion sur la valeur de l'exposant m

Dès le départ, nous avons émis l'hypothèse que des mécanismes importants de tribocorrosion opéraient dans le contact. Cette discussion a pour objectif de justifier la valeur de l'exposant m à partir d'éléments trouvés dans la littérature.

- Effet de la fréquence sur l'usure

L'étude des frottements à sec menée par Garcia *et al.* [106] montre que le taux d'usure W est indépendant de la vitesse de frottement à une fréquence donnée, mais que ce taux d'usure augmente lorsque la fréquence diminue pour une vitesse donnée (augmentation d'un facteur 5 du taux d'usure pour une diminution d'un facteur 10 de la fréquence de glissement). Ainsi l'oxygène de l'air constitue un environnement non aqueux avec beaucoup d'effet de tribocorrosion.

En solution, Uhlig [65] montre sous sollicitation de fretting-simple, que le volume d'usure lié à des phénomènes corrosifs est inversement proportionnel à la fréquence de sollicitation f , ou autrement dit, proportionnel à la durée t entre chaque passage :

$$V_{corr} = k \times N \times \frac{1}{f} = k \times N \times t \tag{IV-5}$$

avec N le nombre de cycles de fretting et k un coefficient dépendant du chargement imposé. Dans le même sens, Lemaire et Le Calvar [107] montrent l'importance des temps de latence sur l'usure des couches de surfaces. Expérimentalement, ils démontrent que le taux d'usure général W_{tot} dépend non seulement du nombre de passages N mais aussi de la durée entre chacun de ces inter-pas tel que :

$$W_{tot} = k \times N \times t^{1-n} \tag{IV-6}$$

avec k un coefficient d'usure et n une constante qui dépend du pH de la solution et sa conductivité. Pour un acier inoxydable de type 304L en milieu REP, la valeur de n est habituellement comprise entre 0,5 et 0,7 ([108], [109]), se rapprochant ainsi d'une loi de type parabolique.

- Structure d'un film passif

Les travaux de Normand *et al.* [110] portant sur la structure des films passifs des aciers inoxydables à température ambiante, décrivent une structure bicouche aussi appelée structure « duplex » (Figure IV-10).

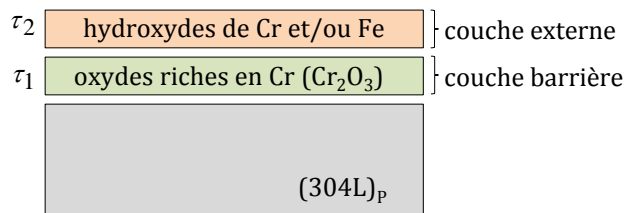


Figure IV-10 : Schématisation de la structure bicouche du film passif d'un acier inoxydable.

- La première couche, adjacente au métal, a le rôle d'une couche barrière. A température ambiante, elle limite la dissolution du métal à partir de phénomènes de migration de défauts ponctuels [111]. Cette couche est constituée d'oxydes riche en chrome de type Cr_2O_3 ([112], [113]).
- Ensuite, vient la couche supérieure qui est une couche hydratée obtenue par déprotonation successive de la solution présente en surface [114] et par précipitation des produits de dissolution. Elle est constituée d'hydroxydes de chrome et/ou de fer selon le milieu ambiant.
 - o En effet, en milieu acide, les hydroxydes de chrome ($\text{Cr}(\text{OH})_3$) sont prédominants car les hydroxydes de fer se dissolvent préférentiellement ([112], [113]).
 - o A l'inverse, en milieu basique, les hydroxydes de fer sont beaucoup plus stables ce qui engendrent un épaissement et un enrichissement significatif en fer de la partie externe du film passif ([113], [115]). De même, en milieu basique il est observé que les temps de latence favorisent uniquement la partie hydroxyde de film passif.

La structure du film passif a donc une très forte dépendance avec le pH de la solution environnante. Par exemple, Kaczorowski [116] montre que l'usure du 304L est plus élevée dans une solution acide que basique. Ce résultat est retrouvé par de nombreux auteurs qui décrivent que le film passif est d'autant plus dense que le pH du milieu est acide, ce qui renforce ainsi le caractère abrasif de ce dernier [4]. Cet effet lié au pH est observé autant en haute température qu'à température ambiante et à pression atmosphérique ([117]–[120]). De même, la température tient un rôle primordial sur la croissance des films d'oxydes/passifs : plus la température est élevée, plus la croissance des films est rapide.

- Croissance des films passifs

Des études ([65], [121]–[123]) portant sur la croissance des films d'oxydes sur les métaux évaluent que la croissance de ces films peut se modéliser via une relation parabolique. Quinn ([121], [122]) propose le formalisme suivant pour l'usure oxydante des aciers en milieu aéré:

$$\xi(t)^2 = k \times t \quad (\text{IV-7})$$

où $\xi(t)$ est l'épaisseur d'oxyde au temps t , et k une constante de réaction chimique qui suit l'équation d'Arrhenius telle que :

$$k = A \times e^{\left(\frac{-Q}{RT}\right)} \quad (\text{IV-8})$$

avec A une constante ; Q l'énergie d'activation ; R la constante des gaz parfaits et T la température de contact à l'interface entre deux aspérités. Ainsi, l'équation (IV-7) devient alors :

$$\xi(t) = A^{0,5} \times e^{\left(\frac{-Q}{RT}\right)^{0,5}} \times t^{0,5} \quad (\text{IV-9})$$

Dans les travaux présentés dans ce manuscrit, l'influence de la fréquence sur l'usure en solution à température ambiante a été étudiée en faisant varier la fréquence de fretting f_f pour un même nombre de cycles N . La Figure IV-7.b montre que l'évolution du volume usé par glissement est proportionnel à $1/\sqrt{f_f}$, soit $t^{0,5}$. Afin d'interpréter ce résultat, on peut alors s'approcher du modèle de Quinn qui stipule que l'épaisseur oxydée $\xi(t)$ est proportionnelle à $t^{0,5}$ (éq. (IV-9)). La constante k est la même pour tous nos essais. On a alors :

$$V_{ND} = \alpha_{sol1,ref}^* \times \left[\Sigma Ed \times \frac{\delta_0}{\delta_{0,ref}} \right] \times k^{0,5} \times \left(\frac{1}{f_f} \right)^{0,5} \quad (IV-10)$$

En formalisant cette loi avec la fréquence de fretting de référence $f_{f,ref}$ (de la même manière que Paulin *et al.* [105] pour l'amplitude de glissement), on obtient alors :

$$\begin{aligned} V_{ND} &= \alpha_{sol1,ref}^* \times \left[\Sigma Ed \times \frac{\delta_0}{\delta_{0,ref}} \right] \times \left(\frac{f_f}{f_{f,ref}} \right)^{-0,5} \\ &= \alpha_{sol1,ref}^* \times [\Sigma Ed^* \times R_f^m] \end{aligned} \quad (IV-11)$$

L'exposant $m = -0,5$ constaté dans nos travaux expérimentaux est donc retrouvé par cette approche. Bien que le modèle de Quinn ait été formulé pour des contacts en milieu aéré, certains auteurs retrouvent cette loi parabolique pour des travaux menés en solution ([107], [124]). Cependant, ce modèle de croissance des films d'oxydes / passifs est normalement utilisé pour des températures moyennes à élevées (supérieures à 100 °C), alors que dans notre cas, nous nous situons à température ambiante. Pour finir, l'utilisation de ce formalisme implique alors que seule la couche passivée est usée à chaque glissement.

– Evaluation des temps de croissance des films passifs

Nous avons vu précédemment que les films passifs sont composés de deux couches : une couche barrière et une couche externe. Nous avons aussi fait l'hypothèse que seul le film passif s'use à chaque glissement. Nous allons maintenant examiner, si aux fréquences de fretting utilisées, le film passif peut se régénérer.

Pour cela, des auteurs ont essayé d'estimer le temps nécessaire à la formation de ces films selon le milieu d'étude ([107], [125]–[127]). De manière générale il est trouvé que la repassivation d'un acier inoxydable se produit en deux étapes distinctes. Ainsi, les corrosionnistes utilisent une somme exponentielle pour différencier les deux composantes liées à la densité de courant de repassivation [127] :

$$J(t) = J_1 \times e^{\left(-\frac{t}{\tau_1}\right)} + J_2 \times e^{\left(-\frac{t}{\tau_2}\right)} \quad (IV-12)$$

où J est la densité de courant totale de repassivation, J_1 et J_2 sont respectivement les densités de courant de reformation et de croissance du film, t est le temps considérés et τ_1 et τ_2 sont respectivement les constantes de temps de reformation et de croissance du film :

- la première étape (J_1, τ_1) fait référence au temps nécessaire à la reformation du film associée aux phénomènes d'adsorption des espèces constitutives de la première couche du film passif ;
- et la deuxième étape (J_2, τ_2) fait référence à la croissance du film, traduisant entre autre son épaissement et son entretien dans le temps.

Dans ses travaux, Dalbert [128] estime que pour un acier inoxydable ferritique dans un milieu neutre ou basique et à température ambiante, la constante de temps de reformation du film τ_1 est de l'ordre de 10^{-1} secondes et que la constante de temps de croissance τ_2 est de l'ordre de la seconde. En comparant ses résultats aux nôtres (bien qu'il s'agisse d'un acier inoxydable austénitique et que le milieu d'étude diffère), il s'avère que dans nos cas, seule la première couche (couche barrière) peut se former aux fréquences utilisées.

En combinant toutes ces informations, nous pouvons émettre l'hypothèse qu'à chaque glissement, seule la couche barrière du film passif, qui se régénère dans la trace d'usure du plan 304L entre chaque passage, est usée. Dans ce sens, Déforge [9] avait aussi évoqué dans sa thèse le fait qu'à faible vitesse ($\approx 0,01$ m/s), l'usure qu'il mesurait correspondait en réalité à l'abrasion du film d'oxyde formé entre deux glissements. Aux fréquences que nous utilisons, nous sommes donc en présence d'un effet très marqué de la contribution corrosive sur la cinétique d'usure.

IV.2.5. Conclusion intermédiaire

En solution lithium-bore et sous chargement constant (fretting-simple), il a été montré que seul le plan (304L)_P présentait une usure à sa surface :

- Quelle que soit l'amplitude de glissement δ_0^* , le plan présente un faciès en « V-shape » : la plupart des débris d'usure sont éjectés de l'interface et des stries colinéaires au sens du glissement sont mises en évidence. Une usure abrasive à deux corps prend place dans le contact (Figure IV-11.a).
- Le formalisme de Paulin *et al.* est utilisé pour prendre en compte les effets de l'amplitude de glissement sur l'usure, introduisant le concept d'énergie dissipée cumulée réduite ΣEd^* :

$$\Sigma Ed^* = \Sigma Ed \times \frac{\delta_0}{\delta_{0,ref}} \quad (IV-13)$$

- Les effets fréquences ont aussi été étudiés. Il s'avère que lorsque la fréquence de fretting f_f augmente, le volume d'usure du plan (304L)_P diminue (Figure IV-11.b). Cet effet est aussi pris en compte dans la description de l'énergie dissipée cumulée réduite via l'introduction du rapport entre les fréquences de fretting $R_f = \frac{f_f}{f_{f,ref}}$:

$$V_{ND} = \alpha_{sol1,ref}^* \times \left[\Sigma Ed \times \frac{\delta_0}{\delta_{0,ref}} \right] \times (R_f)^{-0,5} \quad (IV-14)$$

avec $\alpha_{sol1,ref}^*$ le coefficient énergétique d'usure de référence, $\delta_{0,ref}$ l'amplitude de glissement de référence ($\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$) et $f_{f,ref}$ la fréquence de fretting de référence (5 Hz). L'exposant $m = -0,5$ est ensuite justifié par des éléments de la littérature portant sur la croissance des films passifs en solution.

- Il semblerait alors que dans les conditions d'essais utilisées, seul le film passif est usé à chaque glissement.

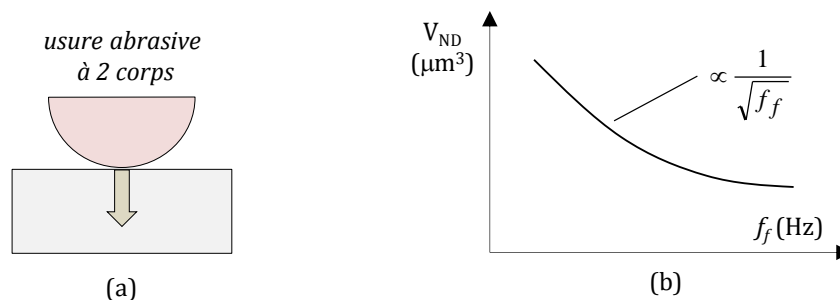


Figure IV-11 : (a) Usure abrasive à deux corps opérant dans l'interface et (b) évolution du volume d'usure en fonction de la fréquence.

IV.3. Fretting usure sous chargements complexes

Tout comme dans le chapitre précédent, cette deuxième section est consacrée à l'analyse des effets du rapport de charge R_p et du rapport d'impulsion R_i sur la cinétique d'usure de l'interface en solution lithium-bore.

L'amplitude de fretting étant reliée à un type de régime glissement (I, II ou III), l'étude a été conduite pour une amplitude de référence de $\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$ associée au premier régime de glissement (I). C'est pourquoi tous les essais sous chargement complexe ont été effectués à cette amplitude. La charge normale maximale P a quant à elle été fixée à 3 N/mm, le nombre de cycles à 500 000 cycles, et la fréquence de fretting f_f à 5 Hz. Le rapport R_f est donc égal à 1.

Le Tableau IV-1 rappelle les différents paramètres utilisés pour formaliser les chargements complexes étudiés.

| | Fretting sous chargement... | | |
|---|--|--|--|
| | Constant | Variable | Complexe |
| <p>SOL1</p> <p>$\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$</p> <p>N=500 000 cycles</p> | | | |
| $R_p = \frac{P_{\min}}{P_{\max}}$ | $\begin{cases} R_p = 1 \\ P_{\max} = P_{\min} = 3 \text{ N/mm} \end{cases}$ | $\begin{cases} 0,1 < R_p < 1 \\ P_{\max} = 3 \text{ N/mm} \\ P_{\min} \text{ non fixé} \end{cases}$ | $\begin{cases} R_p = 0,1 \\ P_{\max} = 3 \text{ N/mm} \\ P_{\min} = 0,3 \text{ N/mm} \end{cases}$ |
| $R_i = \frac{f_{\text{fretting}}}{f_{\text{pulsation}}}$ | $\begin{cases} f_{\text{fretting}} = 5 \text{ Hz} \\ f_{\text{pulsation}} = 5 \text{ Hz} \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} R_f = 1 \\ \varphi = 0 \end{cases}$ | $\begin{cases} f_{\text{fretting}} = 5 \text{ Hz} \\ f_{\text{pulsation}} = 5 \text{ Hz} \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} R_f = 1 \\ \varphi = 0 \end{cases}$ | $\begin{cases} f_{\text{fretting}} = 5 \text{ Hz} \\ f_{\text{pulsation}} > 5 \text{ Hz} \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} R_f < 1 \\ \varphi = 0 \end{cases}$ |
| $R_f = \frac{f_f}{f_{f,ref}}$ | $R_f = 1$ | | |

Tableau IV-1 : Définitions, rappels et valeurs des variables utilisées dans le *Chapitre IV* en condition aqueuse.

IV.3.1. Analyse du frottement sous chargement complexe

La Figure IV-12 montre l'évolution du coefficient de frottement (a) moyen μ_0 et (b) énergétique μ_e en fonction du rapport de charge R_p et de la fréquence de pulsation f_p .

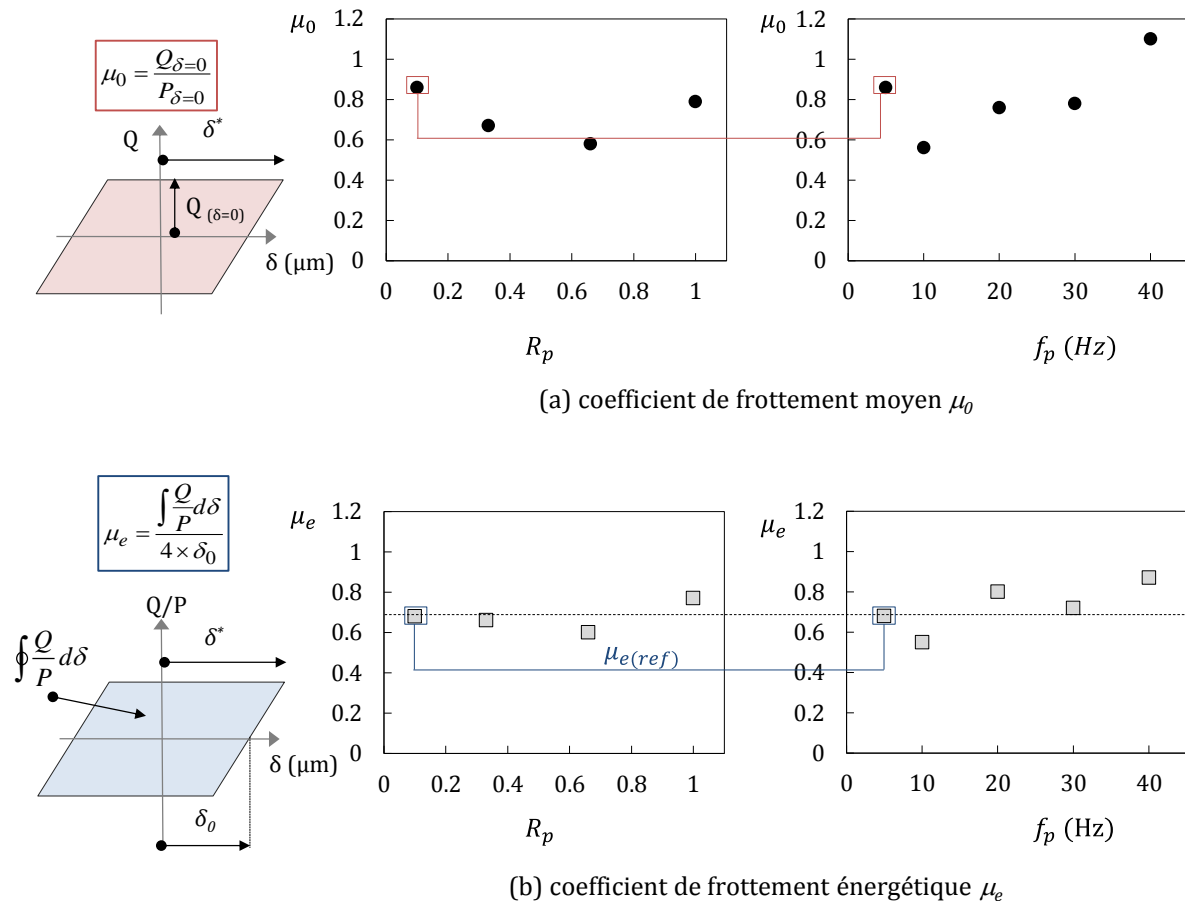


Figure IV-12 : Evolution (a) du coefficient de frottement moyen μ_0 et (b) du coefficient de frottement énergétique μ_e en fonction du rapport de charge R_p (SOL1_P1→0.1/I1/D80) et de la fréquence de pulsation f_p (SOL1_P0.1/I1→1/8/D80).

Comme nous pouvons le constater, le calcul du coefficient de frottement énergétique qui tient compte de la globalité du cycle de frottement (μ_e) prend ici toute son importance : les coefficients de frottement moyens μ_0 montrent une dispersion importante alors que la description énergétique μ_e est beaucoup plus stable. Dans l'environnement en solution, on prend pour référence le coefficient de frottement énergétique $\mu_{e,ref} = 0,7$ qui correspond à la condition de chargement $R_p = 0,1, R_i = 1$.

IV.3.2. Morphologie de l'usure

Comme pour les chargements de fretting-simple, seul le plan présente une usure mesurable en surface pour ces sollicitations en solution. La Figure IV-13 présente une observation optique typique de la surface d'une trace d'usure dans sa globalité après un test réalisé en solution lithium-bore.

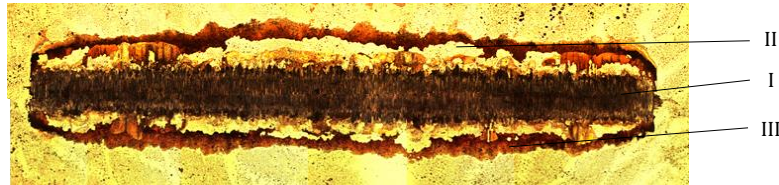


Figure IV-13 : Observation optique d'une trace d'usure.

Trois zones sont mises en évidence:

- une première zone centrale notée I,
- une seconde zone notée II bordant la zone centrale et ayant le même aspect que les zones hors-trace,
- et une troisième zone latérale de couleur orangée notée III entourant les zones I et II.

IV.3.2.1. Effet du rapport de charge R_p

La Figure IV-14 montre les profils 2D équivalents obtenus sur le (304L)_P après tests de fretting sous chargement variable.

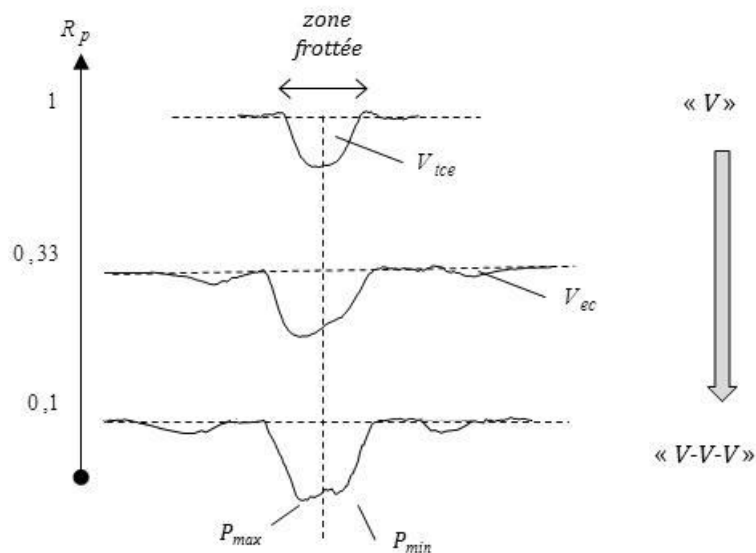


Figure IV-14 : Evolution des profils d'usure 2D équivalent du plan (304L) en fonction du rapport de charge R_p pour une amplitude de glissements de $\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$ (SOL1_P1→0.1/I1/D80).

Comme pour le contact à sec, on remarque une dissymétrie des traces d'usure qui s'accroît lorsque R_p tend vers zéro. On note aussi que les profils sont plus larges et plus profonds lorsque le rapport de charge R_p diminue, et l'absence de troisième corps piégé est relevé. De plus, la présence de zone latérale bordant la zone centrale (zone III) qui s'accroît lorsque R_p diminue est aussi observée. Le profil 2D passe alors d'une forme typique en « *V-shape* » à un profil atypique en « *V-V-V-shape* », c'est-à-dire trois localisations distinctes d'usure en « *V-shape* », la zone centrale du contact conservant le « *V-shape* » le plus prononcé.

Des expertises complémentaires ont été réalisées pour expliquer cette évolution du profil d'usure du plan (304L)_p. Pour cela, les profils 2D équivalents, les observations MEB ainsi que les profils EDS portés sur la concentration d'oxygène ont été réalisés pour les chargements $R_p = 1$ et $R_p = 0,1$ (Figure IV-15.a/b).

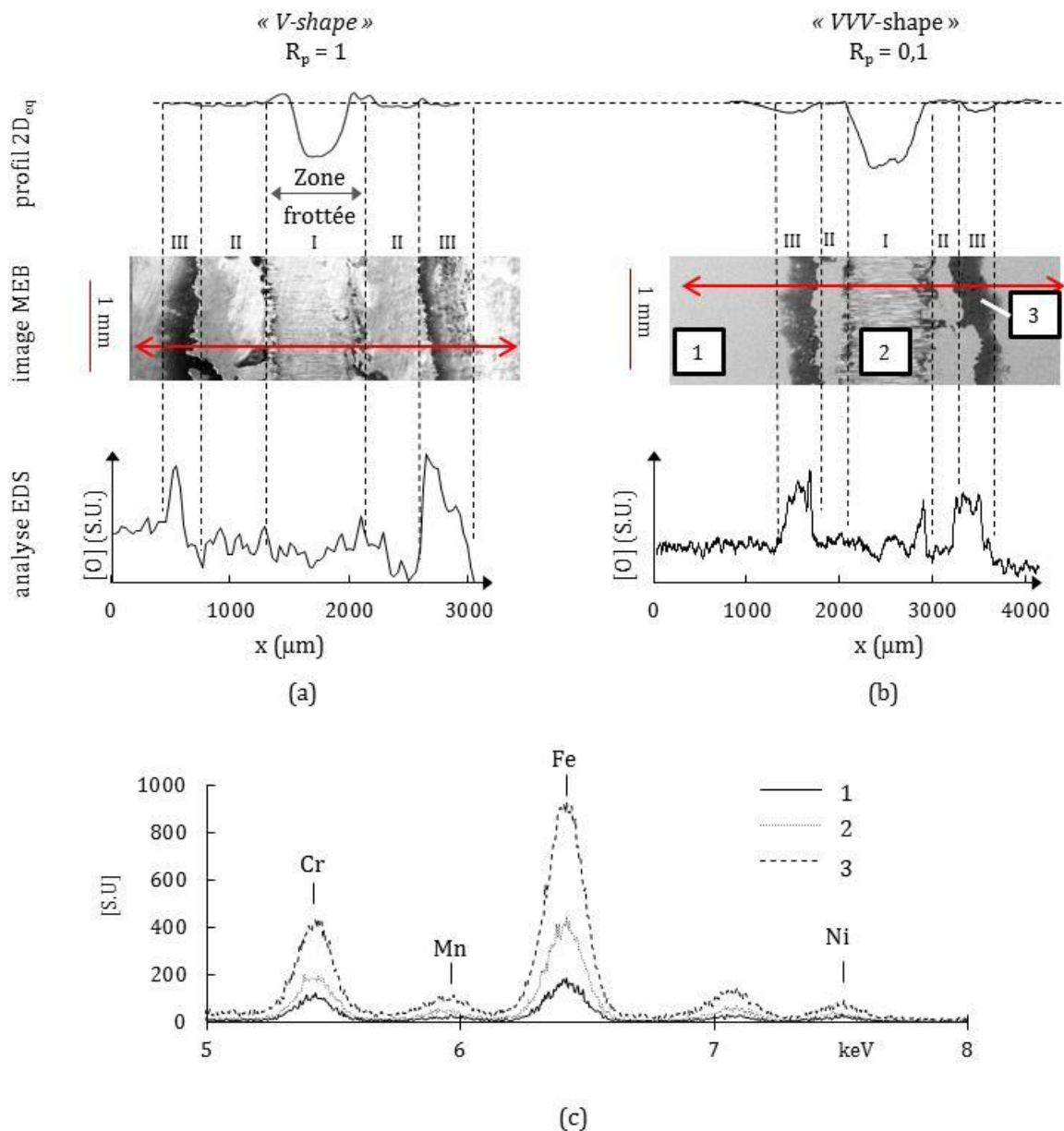


Figure IV-15 : Plan 304L. Equivalence entre les profils 2D moyenné sur une génératrice de 5 mm, les images MEB et des profils d'oxygène issu d'analyse EDS pour deux cas de chargement (a) $R_p = 1$ (SOL1_P1/I1/D80) et (b) $R_p = 0,1$ (SOL1_P0.1/I1/D80). (c) spectre EDS relatifs aux zones 1, 2 et 3.

Les observations suivantes sont faites :

- On note que, quel que soit le chargement R_p , le faciès de rugosité de la zone I est caractérisé par des stries colinéaires au sens de glissement. Dans cette zone, peu de débris d'usure sont présents dans l'interface car leur éjection hors du contact est favorisée par la présence de la solution.
- La zone II présente quant à elle le même type de morphologie surfacique que le matériau de base. Aucune trace de frottement n'est observée (stries ou déformations plastiques). De même son profil d'oxygène reste quasi-similaire à celui observé hors de la trace de frottement.
- Enfin, dans la zone III, on note un pic d'oxygène. Cette zone présente une usure négligeable pour $R_p = 1$ alors que pour $R_p < 1$ une usure symétrique est décelée sur les profils 2D équivalents, donnant lieu à la structure « V-V-V ». Contrairement à la zone I, la zone III présente un faciès de rugosité isotrope (Figure IV-16).
- Des analyses complémentaires EDS ont été effectuées dans les différentes zones pour la condition $R_p = 0,1$ (Figure IV-15.c). Ces résultats recoupés à ceux de la littérature suggèrent la présence d'oxyde de fer de type Fe_2O_3 et probablement d'oxyde de chrome Cr_2O_3 due à l'augmentation importante des pics relatifs au fer Fe et au chrome Cr dans la zone III.

Mécanismes d'usure : discussion

Afin d'expliquer cette forme atypique en « VVV-shape », nous proposons le scénario d'usure suivant (Figure IV-16).

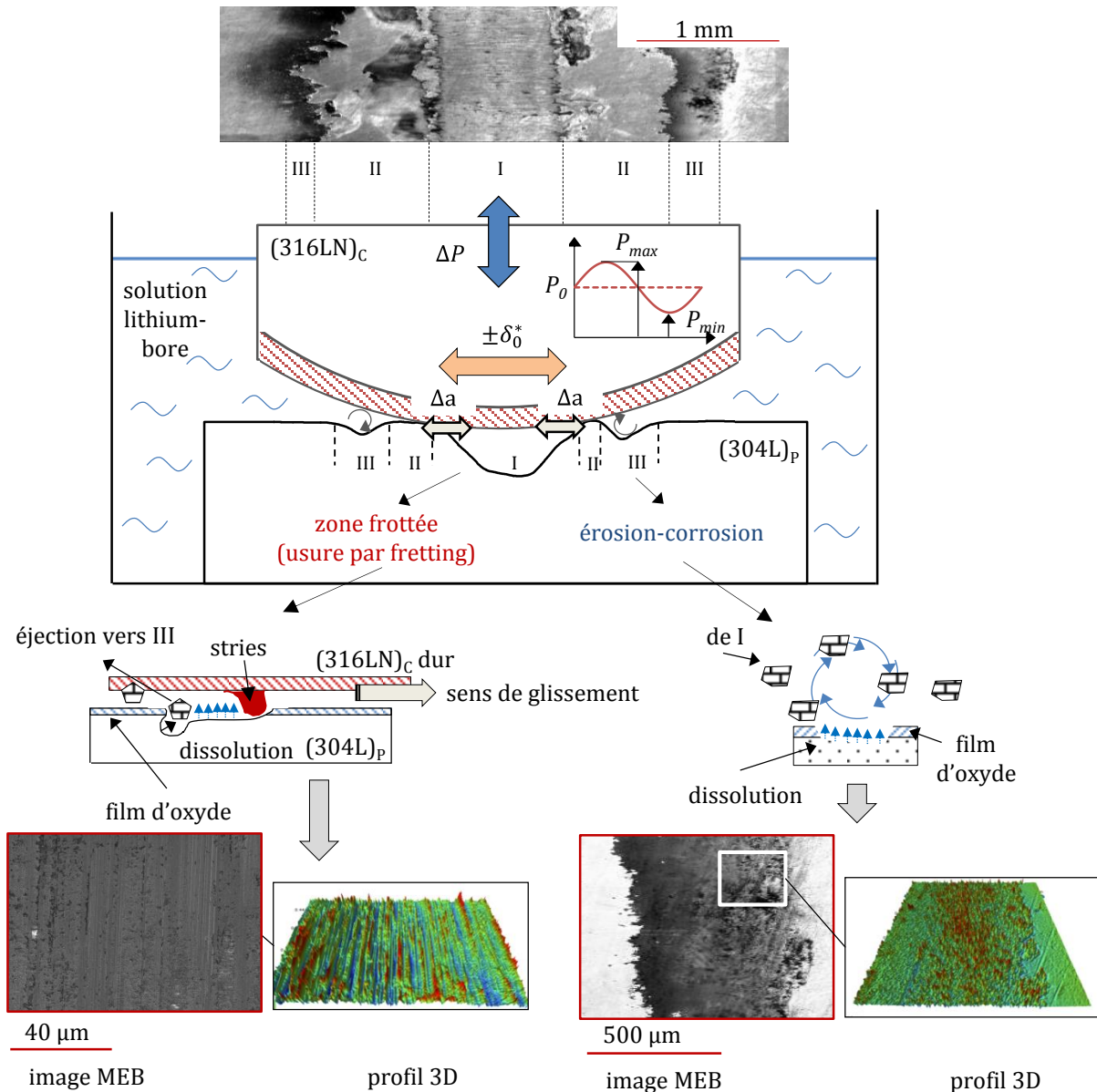


Figure IV-16 : Proposition de scénario d'usure sous chargement variable en solution aqueuse.

Concernant la zone centrale I dite « frottée », les débris d'usure sont probablement éjectés après leur formation hors de la trace d'usure par la présence de la solution dans l'interface. De plus, il est envisageable que l'usure mesurée dans cette zone I soit en réalité due aux effets synergiques entre :

- une *usure mécanique* induite par l'abrasion du plan (304L)_P par la surface rugueuse du (316LN)_C soulignée par la présence de quelques débris piégés dans l'interface,
- et d'une *usure corrosive* induite par la réaction de la surface métallique fraîchement exposée à la solution.

Les deux phénomènes sont activés conjointement et engendrent un **processus synergique de tribocorrosion**. En effet, comme le schématise la Figure IV-17, lorsque le rapport de charge R_p diminue, les fluctuations relatives à la charge normale P engendrent une fluctuation du rayon hertzien a_H et une meilleure accessibilité du fluide dans la zone frottée.

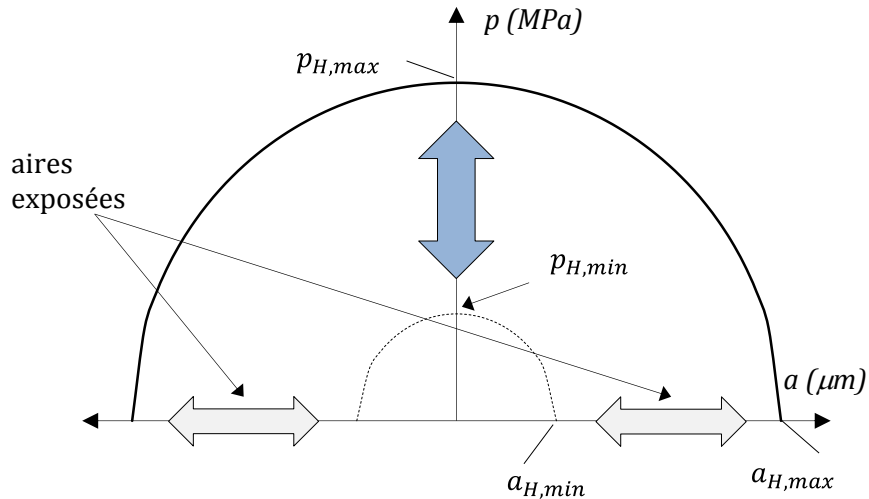


Figure IV-17 : Schématisation de l'effet du rapport de charge R_p sur la pression et sur la variation du rayon du contact herztien au sein de l'interface.

On pourrait alors penser qu'une usure chimique par dissolution prend place dans l'interface mais, pour notre environnement d'essai légèrement basique (solution lithium-bore composée à 1 000 ppm de lithium et 130 ppm de bore), la bibliographie prévoit seulement une légère dissolution [125].

Ainsi, l'effet de la solution sur la cinétique de l'usure se traduit par la formation possible d'un film d'oxyde en extrême surface, qui est régulièrement éliminé à chaque glissement dans l'interface. Cette hypothèse permettrait d'expliquer le fait que, lorsque le rapport de charge diminue (et donc que lorsque les zones exposées au milieu ambiant augmentent), les traces d'usure relatives au $(304L)_p$ sont plus larges et plus profondes que pour la condition de fretting-simple, alors que la pression moyenne p_{moy} imposée est plus faible. Ainsi, la formation répétée d'un film oxydé éliminé à chaque glissement tendrait à augmenter l'usure par rapport à la condition de fretting-simple.

En ce qui concerne les zones latérales notées III, la morphologie de l'usure montre que cette zone n'est pas frottée et donc pas mise en contact avec le contre-corps. Les profils 3D ne montrent aucune striation mais plutôt une morphologie isotrope de la rugosité (Figure IV-16). Cette usure est donc liée aux fluctuations de la charge normale P .

Une hypothèse serait que, les fluctuations induites par le chargement variable engendrent un phénomène de « pompe » entre le plan et le cylindre créant ainsi des turbulences sur les bords latéraux du contact. Les débris d'usure alors éjectés hors de l'interface frottée (zone I) se retrouvent piégés dans ces « vortex » et viennent heurter de façon aléatoire la surface du plan $(304L)_p$ induisant un **mécanisme d'usure par érosion-corrosion**. Cette action répétée va dégrader le film passif et induire une usure présentant une morphologie isotrope de la rugosité.

IV.3.2.2. Effet du rapport d'impulsion R_i

La Figure IV-18 présente les profils 2D équivalents obtenus pour différentes fréquences de pulsation f_p associées à différents rapports d'impulsion R_i , pour un rapport de charge R_p fixé à 0,1.

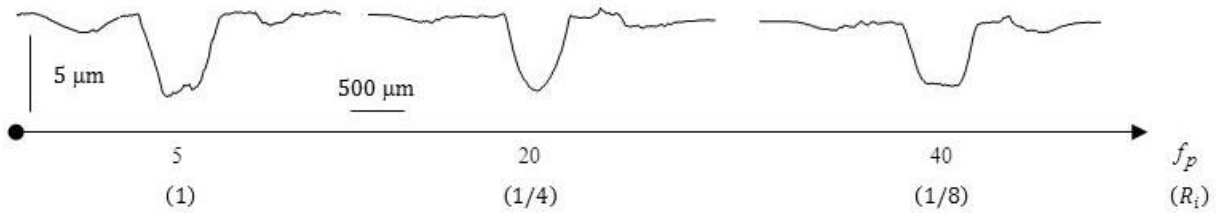


Figure IV-18 : Evolution des profils d'usure 2D du plan (304L) en fonction de la fréquence de pulsation f_p pour une amplitude de glissements de $\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$ (SOL1_P0.1/I1→1/8/D80).

Une même structure en « VVV-shape » est ici observée. De même que pour les essais à sec, aucune conclusion ne peut être tirée de ces profils, aucune tendance particulière n'apparaissant au premier abord. Ainsi, nous pouvons alors penser que la fréquence f_p n'influence ni les mécanismes, ni la cinétique d'usure de l'interface 304L/316LN.

IV.3.2.3. Observations morphologiques du plan (304L)_p

Afin de compléter notre analyse sur les effets des variables R_p et R_i en solution lithium-bore, des observations au MEB en surface ainsi que des observations optiques en sous-couche ont été menées sur les plans (304L)_p. La Figure IV-19 montre les images MEB réalisées en surface pour les trois cas de chargement étudiés : (a) le cas de chargement constant équivalent au fretting-simple ($R_p = 1$), (b) le cas de chargement variable ($R_p = 0,1$ et $R_i = 1$) et (c) le cas de chargement complexe ($R_p = 0,1$, $R_i < 1$).

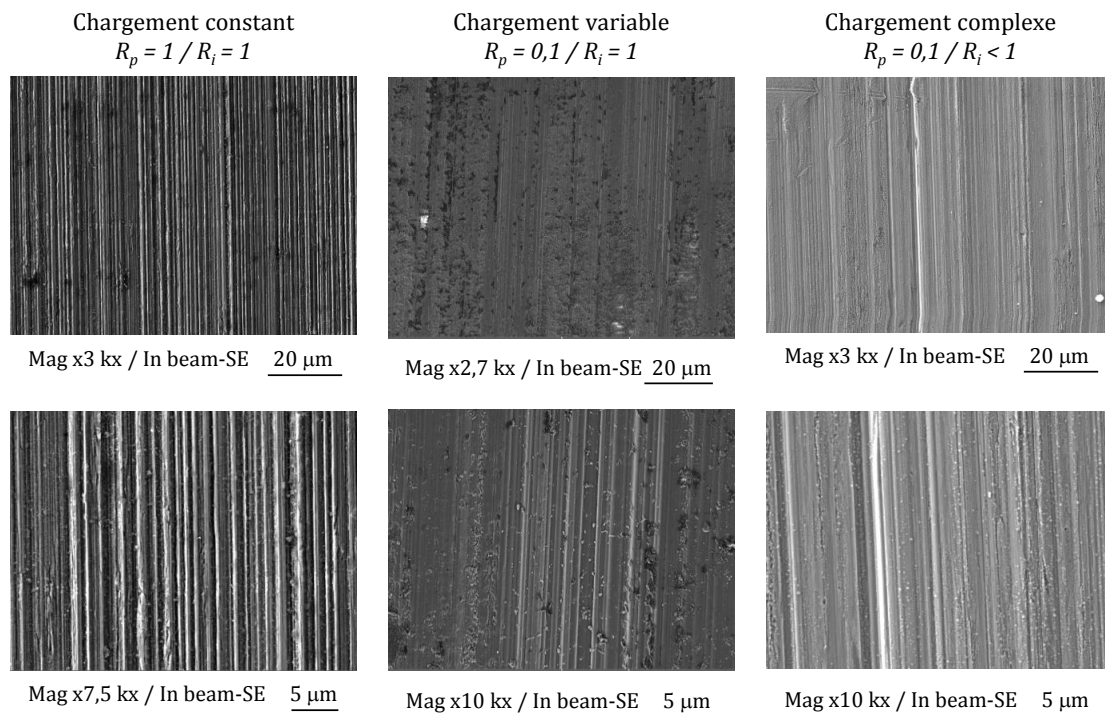


Figure IV-19 : Observation MEB des traces d'usure sur le plan (304L)_p sous chargement (a) constant, (b) variable et (c) complexe en solution SOL1.

Aucune différence majeure n'est notée au niveau de la morphologie de l'usure : tous les cas présentent des stries colinéaires au sens du glissement et la présence de quelques débris non éjectés sont repérés au sein de la trace (diamètre des débris d'usure inférieurs à 500 nm). De plus, des attaques chimiques à l'eau régale (mélange d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique) ont été effectuées sur les coupes de ces mêmes échantillons afin d'en révéler la microstructure et sa nature (Figure IV-20).

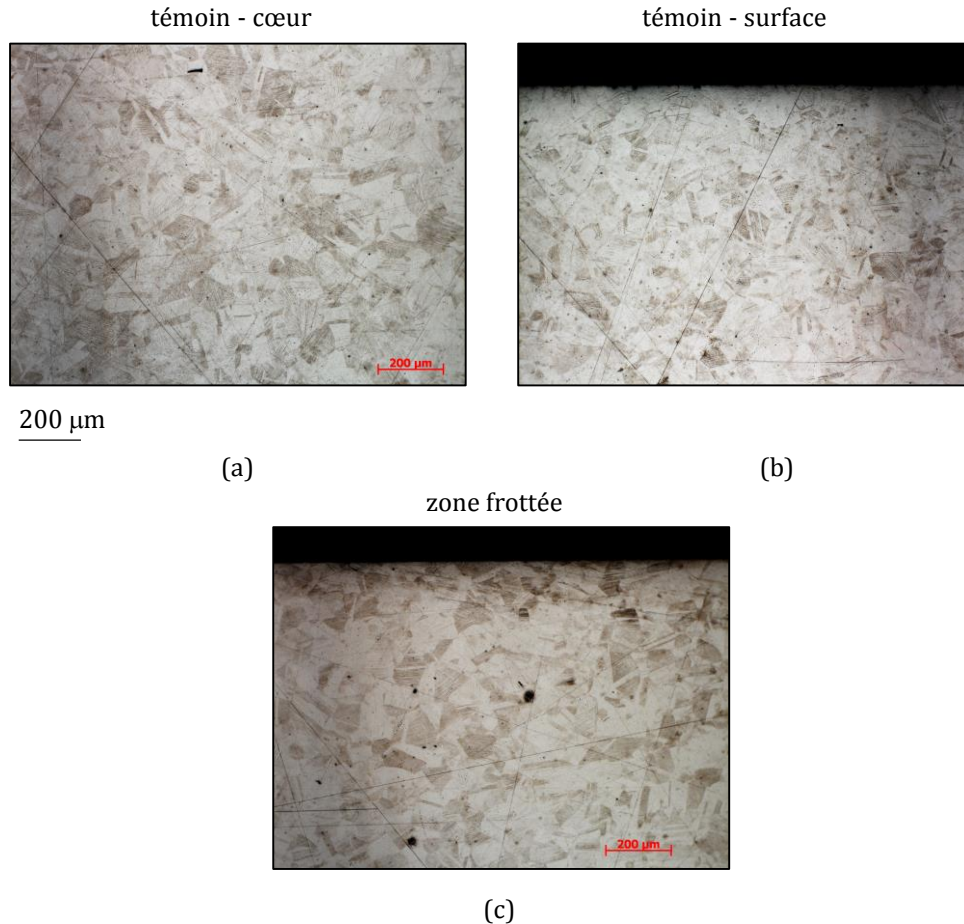


Figure IV-20 : Observation morphologique en sous couche des échantillons après attaque chimique à l'eau régale. (a) témoin à cœur, (b) témoin en surface, (c) échantillon utilisé en surface.

Sur un échantillon témoin n'ayant subi aucun test d'usure, il est montré que la taille des grains de la phase austénitique est plus importante à cœur (a) qu'en surface (b). Ceci est dû au refroidissement graduel du matériau lors de son élaboration. Lorsque l'on compare notre surface témoin à une surface présentant une trace d'usure en surface (c), on n'observe pas de différences significatives. Au premier abord, il semblerait qu'il n'y ait pas de raffinement des grains en sous-couche, ni de déformation plastique due à la sollicitation de fretting, quel que soit le chargement imposé. On aurait alors conservé la structure austénitique du matériau, la transformation martensitique sous déformations plastiques du 304L ne prenant pas place. En effet, les chargements imposés sont très faibles et les déformations plastiques ne sont potentiellement pas suffisantes pour engendrer une telle transformation martensitique, qui est classiquement observée pour des contacts plus chargés.

IV.3.3. Analyse et formulation quantitative des volumes d'usures

Comme nous l'avons montré, lorsque R_p diminue, les traces d'usure passent d'un profil en « *V-shape* » à un profil en « *VVV-shape* » (Figure IV-21).

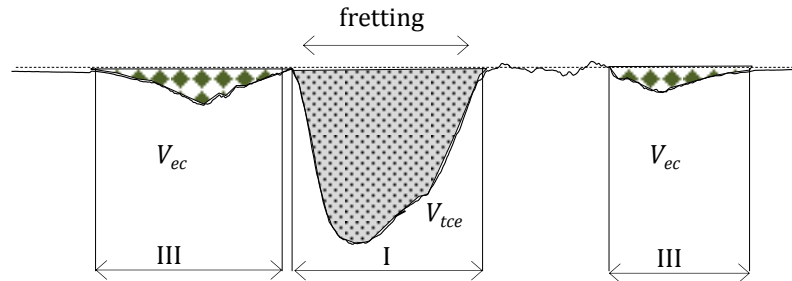


Figure IV-21 : Définition des volumes d'usure pour des profils de type « *VVV-shape* ».

Deux types de volumes d'usure sont alors distingués :

- le volume d'usure par *érosion -corrosion*, noté V_{ec} , relatif aux volumes usés situés en périphérie de l'interface frottée (zone III).
- et le volume d'usure par *tribocorrosion-érosion*, noté V_{tce} , associé à la zone I et qui découle directement de l'usure induite par frottement.

Dans cette section, une analyse quantitative de ces deux volumes d'usure est développée en fonction des deux rapports R_p et R_i . Une formulation quantitative du volume d'usure par *tribocorrosion-érosion* est ensuite proposée.

Pour rappel, les deux expressions « tribocorrosion-érosion » et « érosion-corrosion » ne reflètent pas une certitude absolue sur les effets couplés rencontrés mais correspondent à un « scénario vraisemblable ».

IV.3.3.1. Volume d'usure par érosion-corrosion V_{ec}

La Figure IV-22 trace l'évolution du volume d'usure par érosion-corrosion V_{ec} (zone III) en fonction du rapport de charge R_p et du rapport d'impulsion R_i .

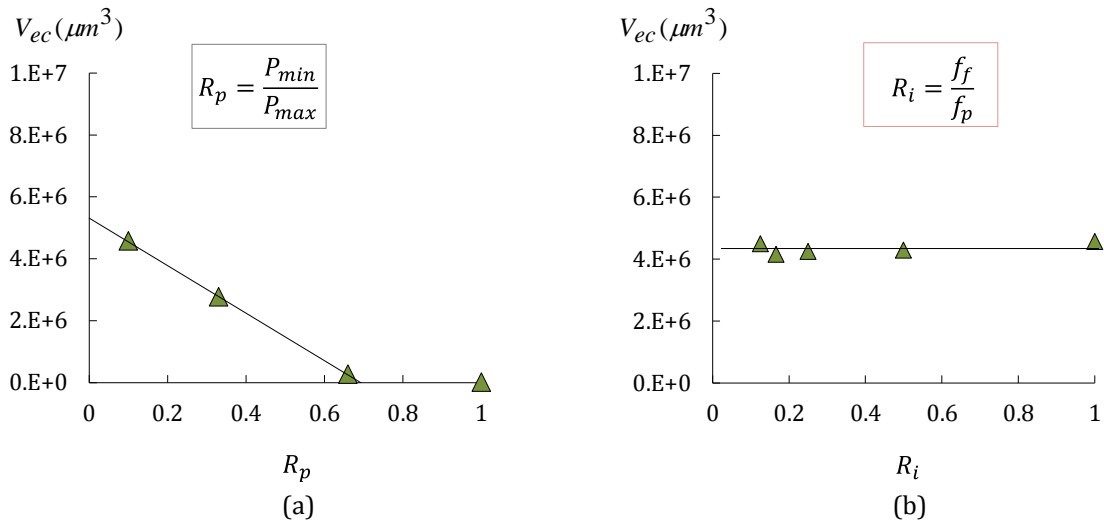


Figure IV-22 : Evolution du volume d'usure par érosion-corrosion relatif à la zone III en fonction (a) du rapport de charge R_p ($1 \rightarrow 0,1$) et (b) du rapport d'impulsion R_i ($1 \rightarrow 1/8$ avec $R_p = 0,1$) en solution aqueuse.

On remarque alors que ce volume est directement relié aux fluctuations de la charge normale (Figure IV-22.a) :

- En condition de fretting sous chargement constant ($R_p = R_i = 1$) ce volume d'usure par érosion-corrosion est inexistant.
- Sous chargement variable, le volume V_{ec} mesurable commence seulement à apparaître pour des rapports de charge inférieurs à 0,66, soit une fluctuation de $\Delta P = 10$ N, domaine où le volume varie linéairement avec R_p .
- Sous chargement complexe, la Figure IV-22.b montre une évolution constante ce qui suggère que la fréquence de pulsation n'a quasiment pas d'effet sur l'évolution de V_{ec} .

Ainsi l'évolution du volume V_{ec} s'exprime par :

$$\begin{cases} R_p < 0,66 \text{ et } \forall R_f, V_{ec} = -7,68 \times 10^6 \times R_p + 5,31 \times 10^6 \mu m^3 \\ R_p > 0,66 \text{ et } \forall R_i, V_{ec} = 0 \mu m^3 \end{cases} \quad (IV-15)$$

Dans la suite du manuscrit, nous n'approfondissons plus les mécanismes physiques à l'origine de ce volume d'usure, étant donné qu'il provient très certainement d'un effet spécifique de la configuration expérimentale. En effet, il n'y a pas l'intégration de la circulation du milieu sur le banc d'essai. La solution aqueuse est donc statique, ce qui peut expliquer une possible concentration de débris sur les bords latéraux du contact. En milieu REP ces phénomènes ne sont pas rencontrés : il existe une forte circulation du milieu primaire et le contact est vertical.

IV.3.3.2. Effet de R_p sur le volume d'usure par tribocorrosion érosion V_{tce}

Comme évoqué précédemment, la Figure IV-23.a confirme que lorsque le rapport de charge R_p augmente, le volume d'usure par tribocorrosion-érosion V_{tce} diminue.

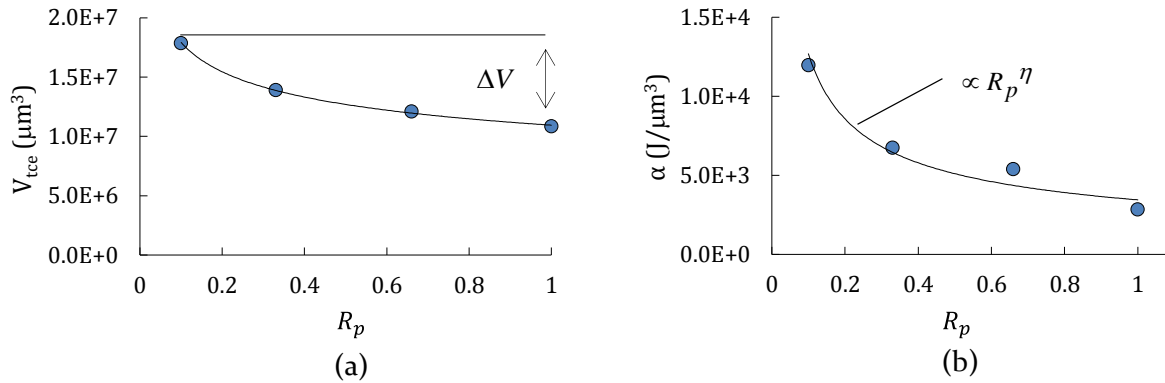


Figure IV-23 :Evolution (a) du volume d'usure par tribocorrosion-érosion V_{tce} et (b) du coefficient énergétique d'usure en fonction du rapport de charge R_p en solution aqueuse (SOL1_P0.1→1/I1/D80).

En effet, en considérant la différence de volume ΔV , on observe une diminution du volume d'usure de l'ordre de 60 % entre la condition sous chargement variable ($R_p = 0,1$) et sous chargement constant ($R_p = 1$). Toutefois, cette diminution de volume d'usure n'apparaît que lorsque $R_p < 0,66$.

D'autre part, il faut noter que le rapport R_p modifie aussi l'énergie dissipée dans l'interface. Pour mieux appréhender l'évolution de la cinétique d'usure, il est donc préférable de comparer les coefficients d'usure énergétiques « individuels » tels que $\alpha_i = V_i/\Sigma E d_i$, où i est le $i^{\text{ème}}$ essai considéré. Ainsi, comme le volume d'usure augmente et que l'énergie dissipée associée diminue lorsque R_p tend vers zéro, le coefficient énergétique d'usure individuel $\alpha_{(i)}$ augmente de façon hyperbolique (Figure IV-23.b). On note un rapport de 5 entre $\alpha_{i(R_p=1)}$ et $\alpha_{i(R_p=0,1)}$, ce qui peut traduire l'effet très important des processus corrosifs, qui sont activés lorsque l'interface est exposée à la solution lithium-bore.

La Figure IV-24.a montre la répartition des essais par rapport à la loi de référence établie en condition de chargement constant selon l'équation (IV-4) (fretting -simple, $R_p = 1$ pour $\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$).

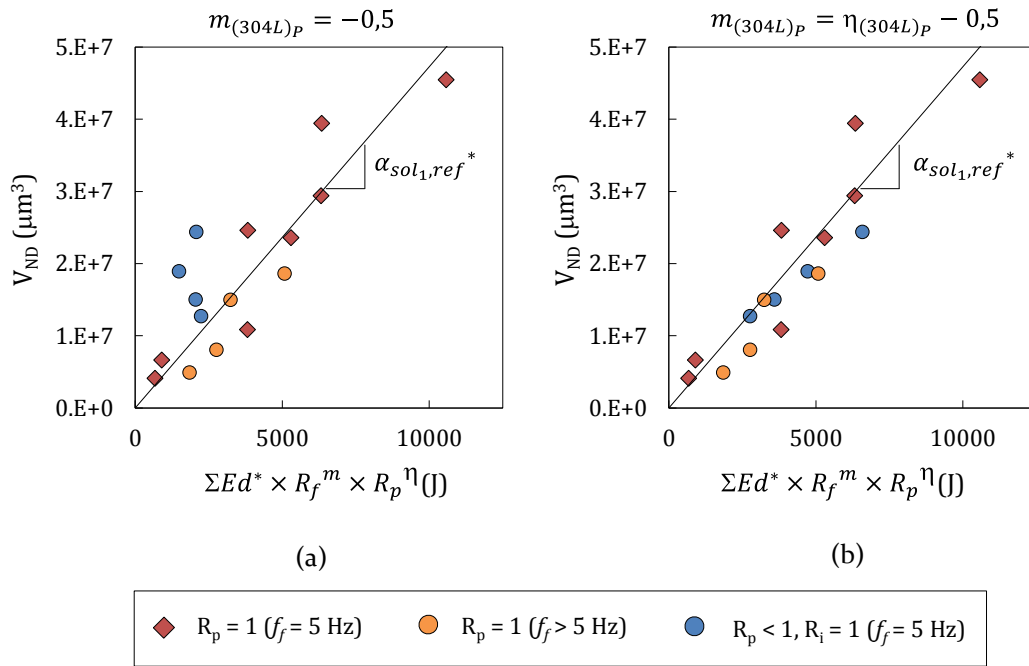


Figure IV-24 : Volume d'usure frotté V_{ND} du plan $(304L)_P$ en fonction (a) de l'énergie dissipée réduite avec correction en fréquence de fretting (R_f) et (b) de l'énergie dissipée effective avec correction en rapport de charge R_p pour les essais en solution lithium-bore.

On remarque alors que les essais correspondant à des sollicitations de fretting sous chargement variable se situent systématiquement au-dessus de cette formulation. En effet, nous avons vu que la réduction de R_p favorise l'accès du milieu dans l'interface et tend à augmenter les phénomènes de tribocorrosion, et donc à accentuer la cinétique d'usure (Figure IV-23.b). La loi d'usure généralisée R_p propre à la solution lithium-bore est, par extension de la loi du chapitre précédent, du type suivant :

$$V_{ND} = \alpha_{sol1,ref}^* \times [\Sigma Ed^* \times R_f^m] \times R_p^\eta \quad (IV-16)$$

avec $\alpha_{sol1,ref}^*$ le coefficient énergétique d'usure préalablement déterminé pour la condition de fretting simple ; ΣEd^* l'énergie dissipée réduite et R_f le rapport entre la fréquence de fréquence de fretting d'essais et celle de référence ($f_{f,ref} = 5$ Hz). Comme précédemment, la minimisation de l'erreur relative ainsi que l'optimisation du coefficient de variation nous permettent de déterminer l'exposant η optimal (Figure IV-25).

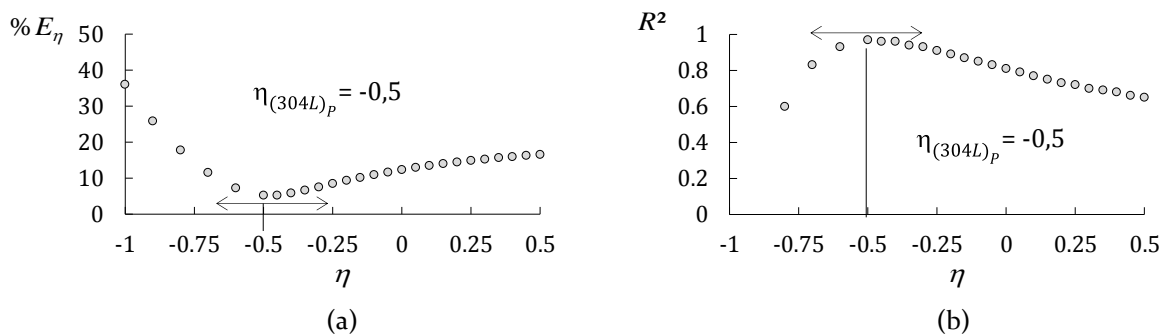


Figure IV-25 : Identification du coefficient $\eta_{(304L)_P}$ relatif au rapport de charge R_p en solution aqueuse (a) par la minimisation de l'erreur relative et (b) l'optimisation du coefficient de variation.

La meilleure optimisation est trouvée pour $\eta_{(304L)_p} = -0,5$.

Discussion sur la valeur de l'exposant η

Cette valeur ainsi trouvée peut en partie être discutée à l'aide de différentes hypothèses :

- **Hypothèse 1** : L'exposant η traduit l'agressivité de l'environnement sur l'usure.

Jusqu'à présent, l'exposant η trouvé sur le rapport de charge R_p a été tenté d'être expliqué par les effets de l'agressivité du milieu ambiant sur la trace exposée. En effet, lorsque R_p diminue l'exposition de la trace face au milieu est d'autant plus importante, pouvant alors accentuer les effets corrosifs.

Les effets du fretting sous chargement variable ne sont que trop peu étudiés pour être présents dans la littérature. Dans ces travaux nous avons essentiellement pensé que l'augmentation du volume d'usure avec la diminution du rapport de charge était liée à l'accentuation des effets environnementaux dans l'interface liée à l'ouverture du contact. Cet effet se traduit par un exposant négatif tel que $\eta_{(304L)_p} = -0,5$.

Pour confirmer cette hypothèse, différentes solutions plus ou moins agressives ont été testées. On analyse ainsi la différence de volume ΔV entre la condition de fretting sous chargement constant ($R_p = 1$) et sous chargement variable ($R_p = 0,1$) pour les solutions suivantes :

- la solution lithium-bore précédemment utilisée SOL1 (pH 8,7),
- une solution à base d'eau distillée ayant un pH plus acide (pH = 5,4),
- et une solution d'eau de mer produite selon la norme ASTM D-11-41 conduisant à un pH de 8.

Tous les essais ont été réalisés sous les mêmes conditions de chargement ($P_{max} = 3 N/mm$, $\delta_0^* = \pm 80 \mu m$, $f_f = 5 Hz$, $N = 500\ 000$ cycles) à température ambiante et sans circulation du milieu. La Figure IV-26 compare les volumes usés mesurés pour les deux cas de chargement selon le milieu (cas de chargement constant $R_p = 1$ et cas de chargement variable ($R_p = 0,1$)).

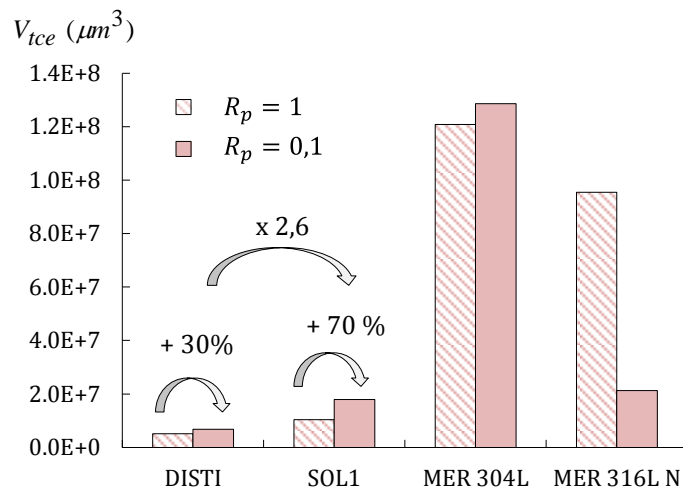


Figure IV-26 : Effets de l'environnement sur l'usure selon le type de sollicitation (fretting sous chargement constant ($R_p = 1$) et fretting sous chargement variable de l'effort normal ($R_p = 0,1$)).

On note alors que:

- En ce qui concerne les essais menés en eau distillée et dans la solution SOL₁, les volumes d'usure mesurés en condition de fretting sous chargement constant ($R_p = 1$) sont systématiquement inférieurs à ceux mesurés sous chargement variable ($R_p = 0,1$). On relève respectivement une augmentation de + 30 % en eau distillée et de + 70 % en milieu SOL1 entre les deux conditions.
- Le régime d'usure observé en eau de mer est quelque peu déconcertant. En effet, c'est la seule condition pour laquelle, bien qu'en étant en milieu aqueux, le plan (304L)_p mais aussi le tube (316LN)_c présentent des usures non négligeables. De plus, le comportement entre la condition sous chargement constant et variable est différent par rapport à ce qu'il a été observé jusqu'à maintenant : une légère augmentation de l'usure du plan (304L)_p et une diminution de l'usure du tube (316LN)_c sont notés lorsque le rapport de charge R_p diminue.

Dans la littérature de nombreux auteurs relèvent ([117]–[120]) des effets du pH sur l'usure des aciers inoxydables. Par exemple, Kaczorowski a montré qu'à 300°C un abaissement du pH de deux points pouvait engendrer un rapport de 7 sur l'usure : plus le pH est acide, plus l'usure est importante car le film obtenu est plus dense. Ces résultats sont donc en contradiction avec les nôtres étant donné que l'eau distillée a un pH beaucoup plus acide que la solution lithium-bore et l'eau de mer utilisée :

- Le pH de la solution n'est donc pas le seul paramètre à prendre en compte, la composition chimique de la solution doit elle aussi être regardée avec attention. En effet, pour des pH identiques, l'agressivité du milieu sur les surfaces peut être différente (SOL1 vs. MER) et être à l'origine de mécanismes d'usure différents.

L'hypothèse 1 formulée est donc partiellement explicative, elle semble incomplète et à mieux préciser.

- **Hypothèse 2 :** Le volume usé par tribocorrosion-érosion est proportionnel à la zone de contact exposée au milieu ambiant suite à la fluctuation de la charge normale P pendant un cycle de fretting, et donc à R_p .

La variation de la surface exposée au milieu ambiant induite par la fluctuation de la force normale P peut être estimée à partir des équations de Hertz qui définissent le rayon de contact Hertzien pour une géométrie cylindre/plan tel que :

$$a_H = 2 \times \left(\frac{P \times R}{\pi \times E^*} \right)^{0,5} \quad (\text{IV-17})$$

Le gain de surface exposée au milieu ambiant s'exprime tel que :

$$\frac{a_{H,max} - a_{H,min}}{a_{H,max}} = 1 - R_p^{0,5} \quad (\text{IV-18})$$

On obtient alors un autre résultat que celui de notre loi expérimentale en $R_p^{-0,5}$ car :

$$1 - R_p^{0,5} \neq R_p^{-0,5} \quad (\text{IV-19})$$

- L'effet du rapport de charge R_p ne semble donc pas être associé à l'exposition des zones latérales au milieu ambiant. Cette hypothèse 2 est donc réfutée.

- **Hypothèse 3 :** Le rapport de charge R_p active des mécanismes micro-fluidiques dans l'interface, responsables de l'augmentation de l'usure dans la zone de contact.

La Figure IV-27 schématise les allures de l'évolution du coefficient énergétique relatif au volume de tribocorrosion-érosion de la zone I et du volume d'érosion-corrosion des zones latérales III.

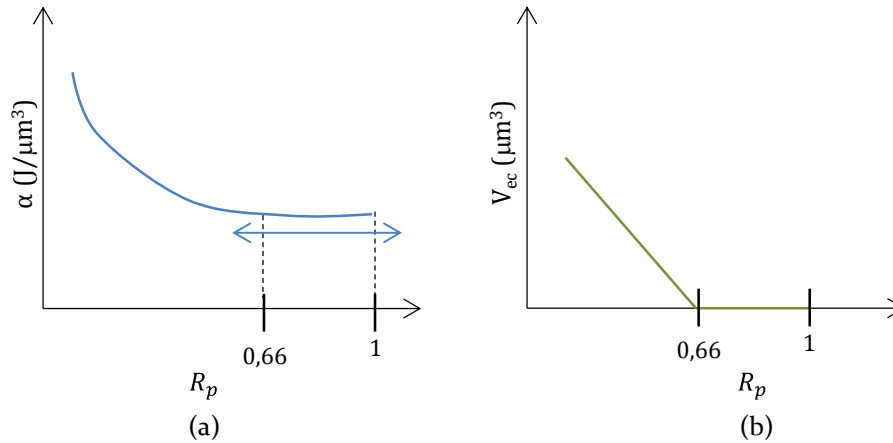


Figure IV-27 : Schématisation des tendances du (a) coefficient énergétique d'usure relatif au volume de tribocorrosion-érosion de la zone frottée I et (b) du volume d'érosion-corrosion des zones latérales III.

Pour les deux évolutions, on remarque que :

- Pour les rapports de charge $R_p > 0,66$, il n'y a pas d'effet de R_p . Le coefficient énergétique d'usure est stable et le volume d'érosion-corrosion est nul.
- Pour les rapports de charge $R_p < 0,66$, le coefficient énergétique α et le volume d'érosion-corrosion augmentent fortement.

Pour rappel, nous avons précédemment fait l'hypothèse que le volume d'usure par érosion-corrosion était lié à un phénomène de pompe activé sur les bords latéraux de la trace d'usure. Le fait que l'évolution du coefficient énergétique d'usure soit en concordance avec l'évolution du volume d'usure par érosion-corrosion appuie l'hypothèse que des effets micro-fluidiques prennent place dans l'interface. Ces effets pourraient alors expliquer l'augmentation du volume d'usure par tribocorrosion érosion dans l'interface en augmentant les phénomènes corrosifs dans l'interface. Cependant, cette hypothèse demande encore à être démontrée soit par des observations *in situ* ou bien par des simulations décrivant l'écoulement du fluide entre les aspérités mises en contact.

IV.3.3.3. Effet de R_i sur le volume d'usure par tribocorrosion érosion V_{tce}

En ce qui concerne l'effet du rapport d'impulsion R_i , la Figure IV-28.a montre une légère augmentation du volume V_{tce} avec ce dernier. Pour rappel, le rapport d'impulsion R_i est défini comme étant le rapport entre les fréquences de fretting f_f et de pulsation f_p .

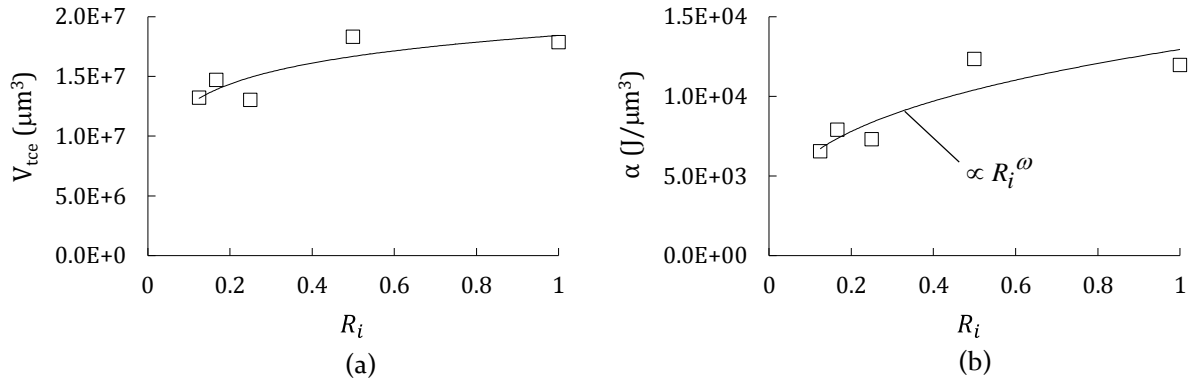


Figure IV-28 : Evolution (a) du volume d'usure par tribocorrosion-érosion V_{tce} et (b) du coefficient énergétique d'usure en fonction du rapport d'impulsion R_i en solution aqueuse (SOL1_PO.1/I1→1/8/D80).

Cette augmentation est aussi retranscrite sur le coefficient énergétique d'usure (Figure III-27.b) : l'énergie dissipée est quasi-similaire pour toutes les conditions car la fréquence de pulsation n'influe pas sur cette énergie, du moins pour les conditions étudiées ici. Le fait d'augmenter la fréquence de pulsation (et donc de diminuer le rapport d'impulsion R_i) aurait donc un effet limitant sur les processus synergiques d'usure induits par fretting-corrosion, contrairement à ce que l'on aurait pu s'attendre. En effet, une réduction de R_i en augmentant le cyclage de l'effort normal, devrait augmenter les processus de fatigue de contact et potentiellement accentuer la circulation de la solution corrosive dans l'interface.

L'effet du rapport d'impulsion R_i sur la cinétique d'usure est ainsi retranscrit dans la loi d'usure telle que :

$$V_{ND} = \alpha_{sol1,ref}^* \times [\Sigma E d^* \times R_f^m] \times R_p^\eta \times R_i^\omega \quad (IV-20)$$

où l'exposant $\omega_{(304L)_p}$ est lui aussi trouvé par la minimisation de l'erreur relative ainsi que l'optimisation du coefficient de variation (Figure IV-29).

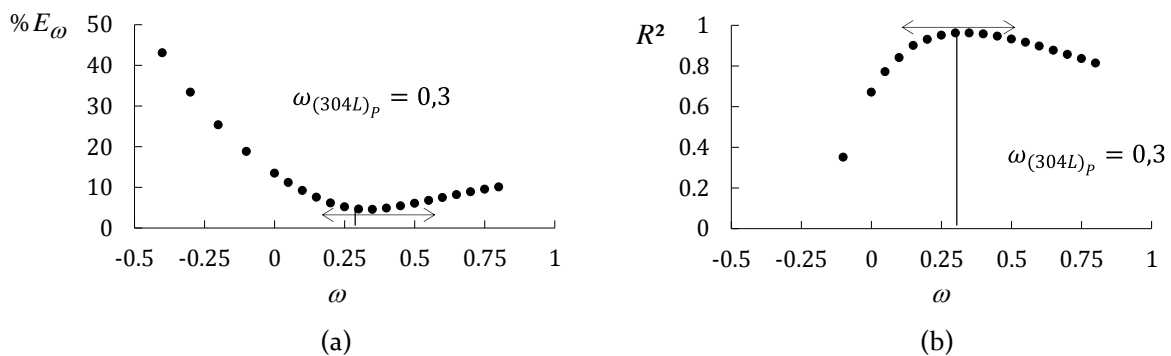


Figure IV-29: Identification du coefficient $\omega_{(304L)_p}$ relatif au rapport d'impulsion R_i en solution aqueuse.

L'erreur minimale est obtenue pour $\omega_{(304L)P} = 0,3$. La loi d'usure généralisée propre à la solution lithium-bore peut être exprimée par :

$$V_{ND} = \alpha_{sol1,ref}^* \times [\Sigma Ed^* \times R_f^{-0,5}] \times R_p^{-0,5} \times R_i^{0,3} \quad (IV-21)$$

La Figure IV-30 montre l'évolution du volume d'usure frotté en fonction de l'énergie dissipée effective prenant en compte les effets de R_p et de R_i (éq. (IV-21)). On observe une bonne corrélation générale qui confirme la stabilité de l'approche proposée.

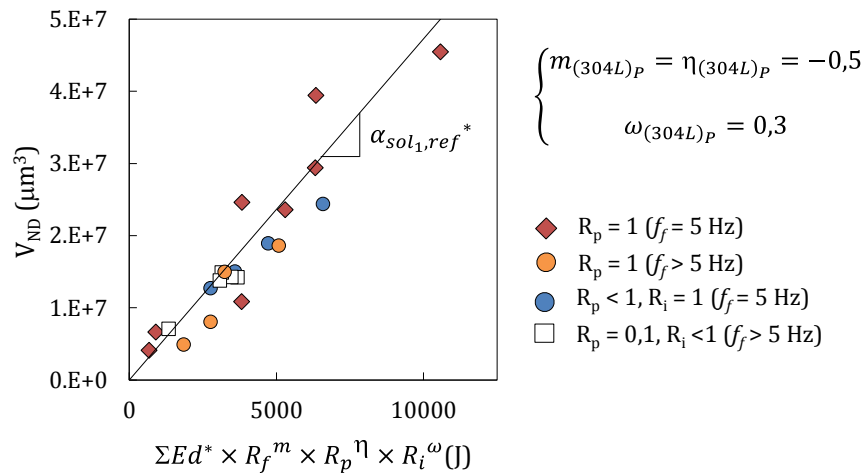


Figure IV-30 : Evolution du volume d'usure par tribocorrosion-érosion en fonction de l'énergie dissipée effective.

Discussion sur la valeur de l'exposant ω

L'évolution du rapport d'impulsion R_i est inverse à ce qu'il était attendu : le volume d'usure de tribocorrosion-érosion V_{tce} augmente avec R_i . De même, le volume d'usure par érosion-corrosion V_{ec} , situé au niveau des zones latérales, est stable quelle que soit la fréquence de pulsation f_p .

Précédemment, l'hypothèse retenue pour la justification de l'effet du rapport de charge R_p sur l'usure, est que cette usure est pilotée par un mécanisme micro-fluidique favorisant aussi les transferts de solution dans le contact. Ces transferts favorisent à leur tour les phénomènes corrosifs. Or, en augmentant la fréquence de pulsation, il se peut que ces transferts de solution soient perturbés via l'apparition de nouvelles turbulences, comme l'illustre la Figure IV-31.

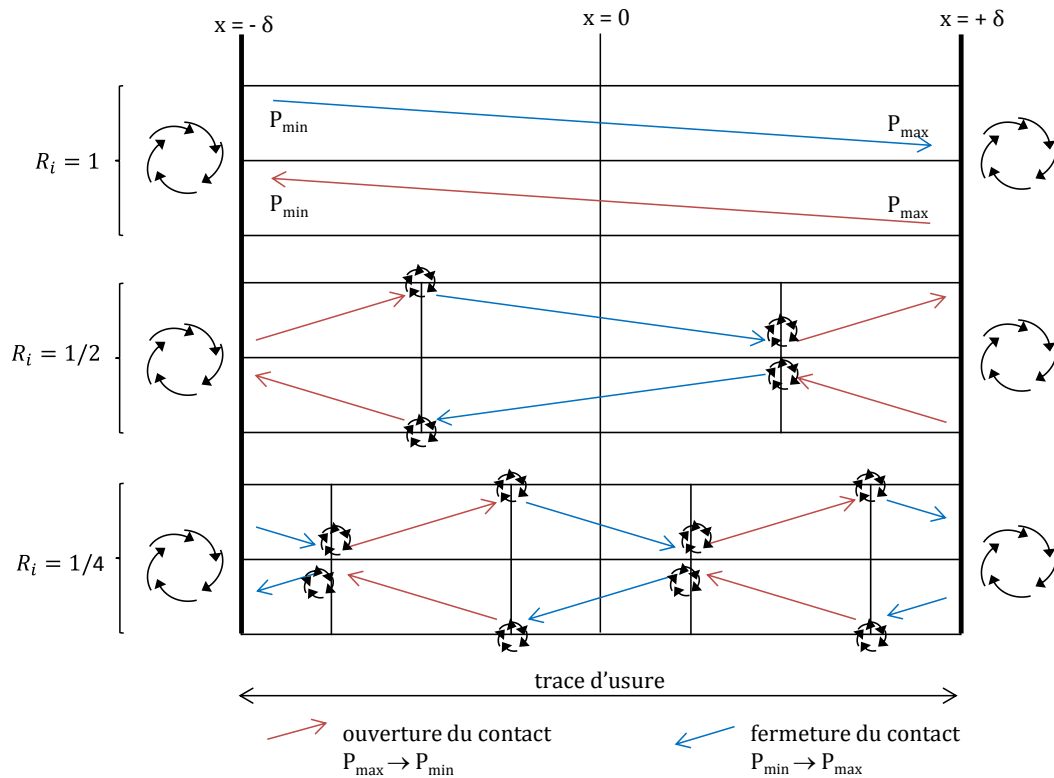


Figure IV-31 : Illustration des perturbations engendrées par l'ouverture et la fermeture du contact en fonction du rapport d'impulsion R_i .

En effet, lorsque la fréquence de pulsation augmente, le nombre d'oscillations de la force normale en un cycle de fretting augmente. Le contact « s'ouvre » et de « referme » successivement. On peut alors faire l'hypothèse que ces multi fluctuations de l'effort normal durant le cycle de fretting engendrent des phénomènes de turbulences à l'échelle micro-fluidique. *In fine*, ces turbulences réduisent le débit de solution parvenant à circuler dans l'interface, contrairement à un écoulement « laminaire » rencontré pour les sollicitations pour lesquelles l'amplitude de déplacement δ et l'effort normal P seraient en phase ($R_i = 1$). Là encore, des modélisations seraient nécessaires pour démontrer ce point.

Finalement, les quelques pistes proposées ici pour la formalisation des effets du rapport de charge R_p et d'impulsion R_i , soulignent d'elles-mêmes l'importance d'étudier le phénomène de manière pluridisciplinaire. Pour comprendre le phénomène d'usure dans sa globalité, il est alors nécessaire de coupler la tribologie à la mécanique du contact, la corrosion, la métallurgie et la mécanique des fluides. Seul le travail coordonné de spécialistes dans ses domaines permettra d'avancer dans la compréhension de ce problème complexe qu'est l'usure en milieu corrosif.

IV.3.3.4. Stabilité de la loi d'usure

La loi d'usure que nous avons formulée a été déterminée pour un domaine restreint de conditions de chargement, suivant une stratégie en croix de variation des paramètres $[R_p, R_i, R_f]$ (Figure IV-32).

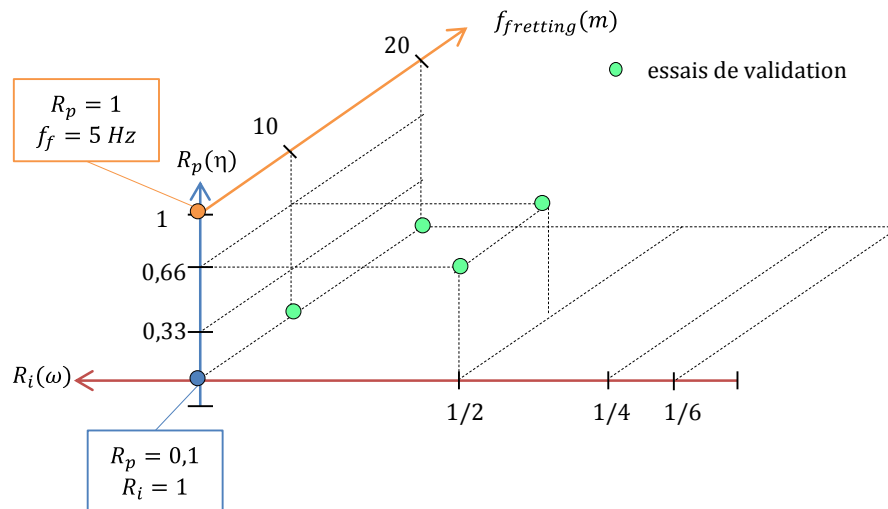


Figure IV-32 : Représentation schématique des essais.

L'effet de la fréquence de fretting a été étudié en condition de fretting-simple (condition de chargement constant, $R_p = 1$), celui du rapport de charge R_p pour une fréquence de fretting constante fixée à 5 Hz, et celui du rapport d'impulsion R_i , à un rapport de charge R_p de 0,1 et à une fréquence de fretting f_f de 5 Hz.

Il est donc intéressant d'évaluer la stabilité de la loi d'usure proposée en dehors de ces conditions. Ainsi, quatre essais expérimentaux ont été effectués en mixant différentes valeurs de fréquence de fretting f_f , rapport de charge R_p et rapport d'impulsion R_i . La Figure IV-33 confirme la stabilité de notre loi d'usure pondérée et des effets R_f , R_p , et R_i .

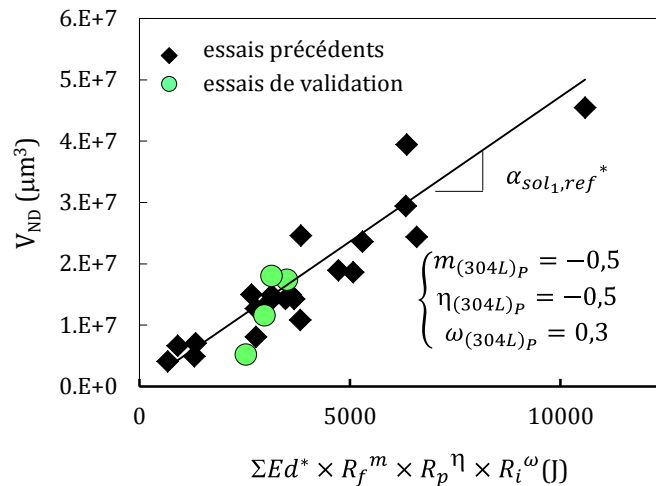


Figure IV-33 : Vérification de la stabilité de la loi d'usure proposée.

Les volumes d'usure obtenus s'alignent plutôt bien avec la loi d'usure proposée. Nous observons ainsi un couplage multiplicatif entre les différents rapports de charge et de fréquences. Ceci montre une relative stabilité des lois puissances proposées.

IV.3.4. Conclusion intermédiaire

Dans cette deuxième partie, le comportement du contact soumis à des sollicitations de fretting sous chargement variable et complexe en solution lithium-bore a été étudié (Figure IV-34). Quelles que soient les conditions, seul le plan (304L)_P présente une usure à sa surface. Les travaux présentés dans cette section ont porté sur les deux aspects que sont :

- l'établissement d'un scénario d'endommagement basé sur l'étude de la morphologie de l'usure
- la formalisation de la cinétique d'usure par rapport à la sollicitation imposée.

▪ Morphologie et scénario d'usure

- Sous chargement variable, il est montré que les traces d'usure sont plus larges, plus profondes et présentent une dissymétrie lorsque le rapport de charge R_p tend vers zéro. Le profil 2D passe alors d'une forme typique en « *V-shape* » à un profil atypique en « *V-V-V-shape* ».
- Ce profil atypique en « *VVV-shape* » est aussi noté sous chargement complexe, mais aucune évolution dépendante de la fréquence de pulsation f_p n'est remarquée.
- Un scénario d'usure est proposé afin d'expliquer ce profil atypique en « *VVV-shape* ». Ce scénario met en avant deux mécanismes d'usure distincts, chacun associé à un volume d'usure :
 - un *processus de tribocorrosion* dans le contact qui dépend du frottement (zone I, V_{tce}),
 - et un *processus d'érosion-corrosion* sur les bords latéraux indépendant du frottement (zone III, V_{ec}).

▪ Analyse de la cinétique d'usure du plan (304L)_P en zone frottée I

- L'énergie dissipée cumulée diminuant avec le rapport de charge R_p , le coefficient énergétique d'usure α augmente très fortement quand R_p diminue.
- Une légère influence du rapport d'impulsion R_i est notée sur la cinétique d'usure : le volume d'usure du plan (304L)_P diminue légèrement quand la fréquence de pulsation f_p augmente.
- Enfin, la formulation énergétique de l'usure est étendue au travers d'une relation générale :

$$V_{ND} = \alpha_{sol,ref}^* \times \left[\frac{\Sigma Ed \times \left(\frac{\delta_0}{\delta_{0,ref}} \right) \times R_f^m}{\Sigma Ed^*} \right] \times R_p^\eta \times R_i^\omega \quad (IV-22)$$

Précédemment, un formalisme prenant en compte à la fois les effets de l'amplitude de glissement sur l'usure et celle de la fréquence de fretting f_f a été introduit (cf. IV.2.5). L'exposant m optimisé sur le rapport des fréquences de fretting R_f est trouvé égal à $m = -0,5$.

De même, les exposants η et ω ont été trouvés par optimisation de l'erreur. Nous avons ainsi démontré que le rapport de charge R_p avait une forte influence sur la cinétique d'usure du plan ($\eta = -0,5$), renforçant ainsi l'hypothèse qu'un couplage entre usure mécanique et corrosive prend place dans le contact. Le rapport d'impulsion R_i a quant à lui une influence un peu plus réduite mais encore significative sur la cinétique d'usure ($\omega = 0,3$).

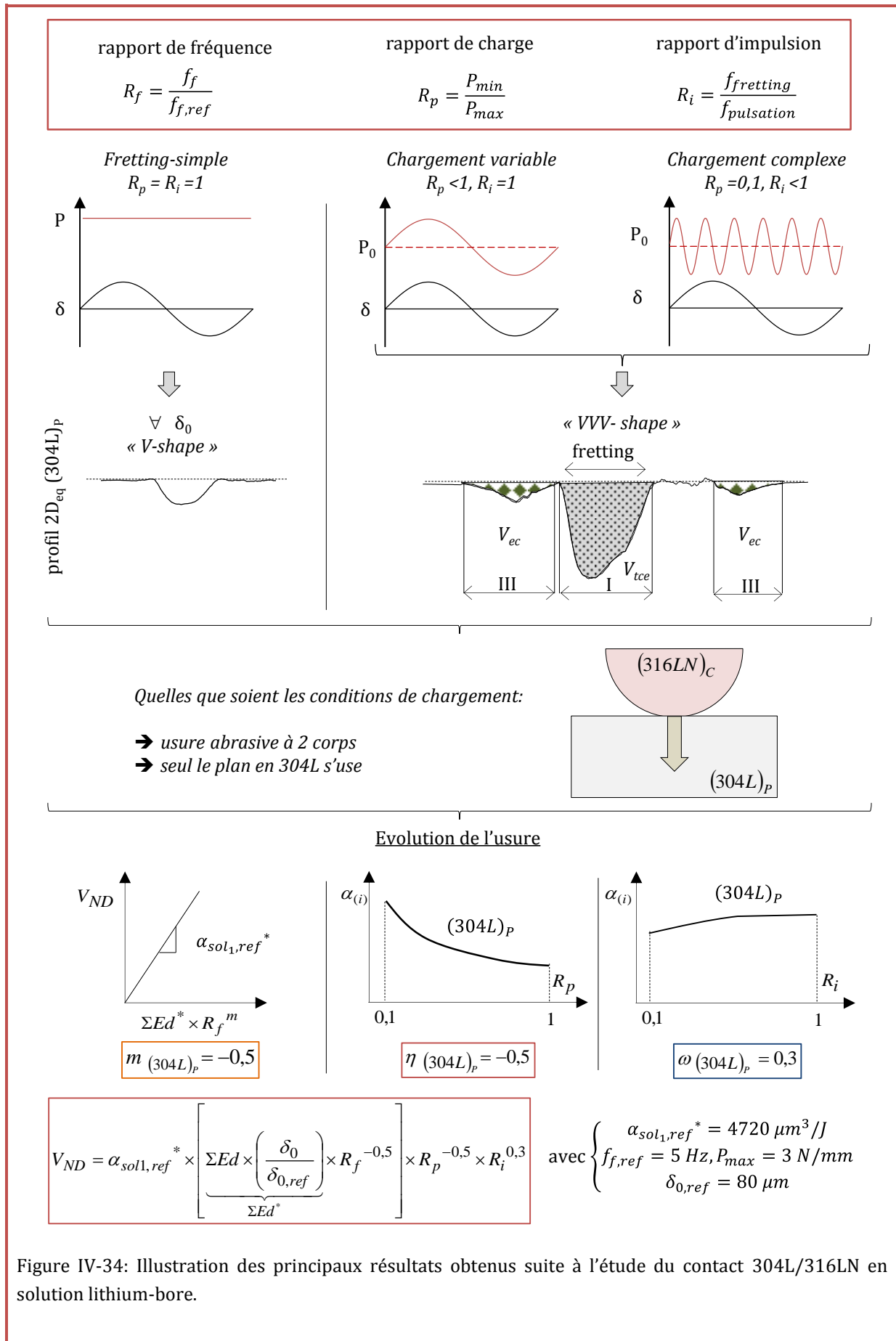


Figure IV-34: Illustration des principaux résultats obtenus suite à l'étude du contact 304L/316LN en solution lithium-bore.

- Quelques pistes de réflexion ont été proposées afin de justifier les exposants m , η et ω . Les hypothèses retenues sont que :
 - L'exposant m sur le rapport de fréquence R_f traduit le fait que seul le film passif s'use entre chaque passage du cylindre sur la zone usée du plan.
 - Le rapport de charge R_p engendre des mécanismes micro-fluidique dans l'interface, augmentant ainsi les phénomènes tribocorrosifs.
 - A l'inverse, le rapport d'impulsion R_i perturbe ces mécanismes micro-fluidique, expliquant la diminution de l'usure avec l'augmentation de la fréquence de pulsation.

Les types de sollicitations que sont le fretting sous chargement variable et complexe sont peu étudiées dans la littérature. Les quelques pistes de réflexion qui ont été proposées soulignent l'importance d'étudier ce phénomène au travers d'une approche pluridisciplinaire et soulignent la nécessité de développer de nouvelles recherches dans ce domaine. En effet, aucune de ces pistes proposées n'est entièrement consolidée. Elles ne sont que des hypothèses construites à partir de la corrélation entre les approches d'autres auteurs et celle de nos propres travaux

IV.4. Etude de la réponse du 304L en fretting-corrosion

Précédemment nous avons émis l'hypothèse qu'en fretting-simple, seul le film passif de taille nanométrique est endommagé à chaque glissement. Nous avons aussi avancé que ces phénomènes tribocorrosifs sont accentués sous chargement complexe. Afin de vérifier nos hypothèses, une étude basique de tribocorrosion a été menée.

L'objectif de cette troisième partie est de quantifier les phénomènes tribocorrosifs en fretting-simple à partir d'un contact simplifié, afin d'estimer la contribution relative de l'usure mécanique vis-à-vis de l'usure corrosive et synergique associée.

Pour cela, un contact sphère/plan (alumine/304L) est utilisé. Ce contact diffère de celui étudié précédemment. Ce choix s'est basé sur ce type d'interface car il s'agit de la configuration la plus répandue dans la littérature. En ce qui concerne les matériaux, les difficultés de mesure dans des contacts métal/métal incitent à utiliser une bille en alumine pour avoir un couple isolant/conducteur. De plus, avec le couple bille alumine / plan 304L, on conserve un couple de type "matériau dur non usé / matériau tendre usé" présenté dans cette thèse, le cylindre en 316L nitruré ne présentant pas d'usure détectable en surface en solution aqueuse pour les nombres de cycles réalisés.

Dans un premier temps, le dispositif expérimental de fretting-corrosion ainsi que les techniques utilisées sont décrits. Puis, la caractérisation électrochimique de l'acier inoxydable austénitique 304L dans son électrolyte est exposée. Pour cela, des courbes de polarisation classiques permettent de déterminer les frontières d'activité des différents domaines de corrosion ; et des essais potentiodynamiques, balayant le domaine actif vers le domaine cathodique, de remonter au potentiel de corrosion E_{corr} ainsi qu'aux coefficients de Tafel a_b et b_b . Ces différentes constantes sont par la suite utilisées dans l'équation de Vieira en vue de déterminer les volumes d'usure chimiques (ou corrosifs activés par l'usure).

Dans ce travail deux campagnes d'essais ont été menées :

- une première campagne (*campagne 1*) a consisté à suivre l'évolution des différents volumes d'usure avec le potentiel appliqué afin de valider notre banc d'essai ;
- une deuxième campagne (*campagne 2*) a permis l'étude de l'influence de l'amplitude de glissement δ_0^* sur le volume d'usure chimique à potentiel libre.

Ainsi des caractérisations morphologiques des faciès d'usure dépendant du potentiel appliqué, de même que les résultats concernant les paramètres tribologiques et mécaniques sur les deux campagnes menées sont exposés.

Pour finir, une dernière partie est consacrée à une discussion sur les résultats obtenus. Ces derniers sont notamment confrontés à ceux exposés dans la littérature. Enfin, une approche énergétique est proposée pour les cas réalisés à potentiel libre.

IV.4.1. Techniques et dispositif expérimental de fretting-corrosion

De nombreux tribomètres et de techniques expérimentales relativement variés tant au niveau du design mécanique que des techniques électrochimiques permettent l'étude de la tribocorrosion. Les principales techniques électrochimiques utilisées sont la mesure du potentiel, la cellule galvanique, les tests potentiostatiques avec une cellule à trois électrodes ainsi que les tests potentiodynamiques.

IV.4.1.1. Electrolyte et équipement électrochimique

La configuration de base d'une cellule à trois électrodes a été utilisée pour mener les mesures électrochimiques (Figure IV-35). Le système est constitué d'une électrode de travail (ET), qui est le métal à étudier, une électrode de référence (ER) qui sert à la mesure du potentiel et une contre-électrode (CE) en métal inerte (or, platine ou graphite).

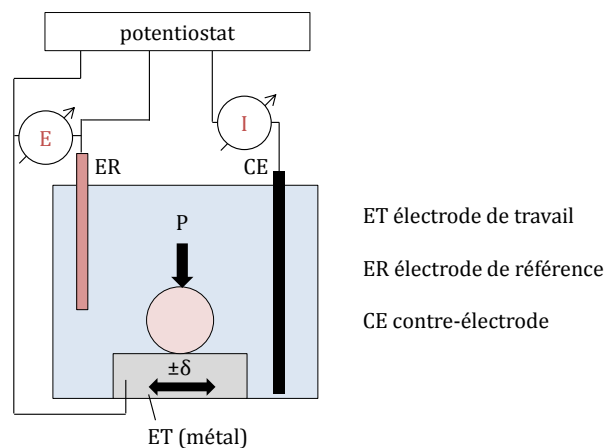


Figure IV-35: Principe d'une cellule électrochimique à trois électrodes.

L'électrode de référence est une électrode au calomel saturée au KCl (SCE). Les potentiels exprimés à température ambiante dans la suite du manuscrit font donc référence à l'électrode au calomel dont le potentiel est de 0,241 V par rapport à l'électrode standard d'hydrogène (SHE). La contre-électrode en platine a pour fonction de compléter le circuit électrique en contrôlant le courant soit en l'appliquant, soit en le mesurant. Ces trois électrodes sont connectées à un potentiostat *VersaSTAT* qui permet le contrôle électrochimique du système. En fonction de la mesure électrochimique désirée, le courant ou le potentiel est appliqué et l'autre signal est mesuré.

Les électrodes et l'électrolyte sont contenus dans une cellule électrochimique en PVC, en prenant soin de placer l'électrode de référence environ 3 mm au-dessus de l'échantillon (électrode de travail). Seule la surface supérieure de l'échantillon est exposée à l'électrolyte (3 cm²). Afin d'obtenir la densité de courant i (A/m²) il suffit de diviser la valeur de courant mesurée I par la surface S de l'électrode de travail exposée à l'électrolyte. Les tests ont été conduits dans la solution SOL1 à l'ambiante (1000 ppm de bore, 130 ppm de lithium).

IV.4.1.2. Dispositif expérimental de fretting-corrosionIV.4.1.2.1 Contact étudié

Le contact étudié lors des tests de fretting-corrosion est différent de celui utilisé pour les tests de fretting sous chargement complexe. En effet les effets des mécanismes tribocorrosifs dans les contacts métal/métal sont encore trop peu étudiés et connus. Pour cela, nous avons donc préféré remplacer notre contact initialement 316LN/304L par un contact alumine/304L, bien plus présent dans la littérature et parce que l'alumine est non conductrice ce qui facilite les interprétations. Ensuite, afin de comparer plus aisément nos résultats avec ceux rencontrés dans la littérature, le contact choisi est un contact sphère (ϕ 6 mm)/ plan, la sphère étant la géométrie la plus facile à contrôler, éliminant entre autre le problème d'alignement entre elle et la contre-pièce (plan 304L).

IV.4.1.2.2 Principe général

Contrairement au banc de fretting-usure précédent, le banc d'essai de fretting-corrosion utilise un vérin électromagnétique pour produire les mouvements de vibrations, et non un pot vibrant (Figure IV-36).

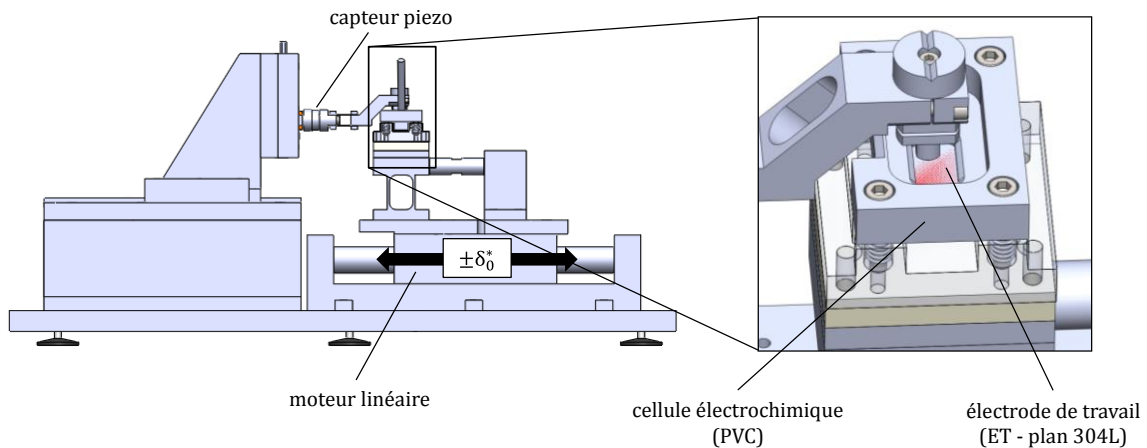


Figure IV-36: Banc expérimental de fretting-corrosion en configuration sphère/plan.

Le déplacement dans le contact est donc appliqué par l'échantillon du bas qui est monté sur le moteur linéaire électromagnétique. L'avantage de l'utilisation d'un moteur linéaire est que ce type d'installation permet d'appliquer aussi bien de grands déplacements ($\pm 250 \mu\text{m} < D^* < \pm 1500 \mu\text{m}$) que des petits déplacements en fretting ($\pm 2 \mu\text{m} < \delta^* < \pm 25 \mu\text{m}$). L'échantillon du haut est quant à lui fixé sur un support bridé mécaniquement. La mesure du déplacement appliqué est menée à partir de la règle du moteur linéaire (compteur de coups). Comme pour les bancs de fretting classique, la force tangentielle est mesurée par un capteur de charge piézoélectrique (type 9031A relié à un conditionneur de type 5015, *Kistler*) et la force normale est appliquée par une masse morte. Enfin, l'asservissement et l'acquisition sont réalisés à partir du logiciel *Tribofretting*.

IV.4.1.3. Procédures expérimentales des essais de tribocorrosion

Les procédures des essais de tribocorrosion sont décrites ci-après pour les essais réalisés dans les trois domaines de potentiel : cathodique – potentiel libre (OCP) – passif.

• Essai dans le domaine cathodique

| N° | Temps (min) | <u>Etapes</u> | Potentiel (V/SCE) | Force | Fretting |
|----|-------------|--------------------------------|-------------------|-------|----------|
| 1 | 5 | Nettoyage cathodique | -1.1 | 0 | 0 |
| 2 | 60 | Application potentiel et force | -1 | 1 | 0 |
| 3 | durée test | Application frottement | -1 | 1 | 1 |
| 4 | 60 | Arrêt frottement | -1 | 1 | 0 |

Tableau IV-2: Procédure de tribocorrosion dans le domaine cathodique.

• Essai à potentiel libre (OCP)

| N° | Temps (min) | <u>Etapes</u> | Potentiel (V/SCE) | Force | Fretting |
|----|-------------|------------------------|-------------------|-------|----------|
| 1 | 5 | Nettoyage cathodique | -1.1 | 0 | 0 |
| 2 | 180 | OCP et force | OCP | 1 | 0 |
| 3 | durée test | Application frottement | OCP | 1 | 1 |
| 4 | 180 | Arrêt frottement | OCP | 1 | 0 |

Tableau IV-3 : Procédure de tribocorrosion à potentiel libre (OCP).

• Essai dans le domaine passif

| N° | Temps (min) | <u>Etapes</u> | Potentiel (V/SCE) | Force | Fretting |
|----|-------------|--------------------------------|-------------------|-------|----------|
| 1 | 5 | Nettoyage cathodique | -1.1 | 0 | 0 |
| 2 | 60 | Application potentiel et force | 0,2 | 1 | 0 |
| 3 | durée test | Application frottement | 0,2 | 1 | 1 |
| 4 | 180 | Arrêt frottement | 0,2 | 1 | 0 |

Tableau IV-4 : Procédure de tribocorrosion dans le domaine passif.

IV.4.2. Caractéristiques électrochimiques du (304L)_p

IV.4.2.1. Courbes de polarisation

Les courbes de polarisation d'un métal permettent d'avoir un aperçu global de l'étendue des différents domaines rencontrés en corrosion, ainsi que d'en déduire la valeur du potentiel de corrosion (E_{corr}). Deux courbes de polarisation potentiodynamique ont été réalisées sur un échantillon d'acier inoxydable 304L en faisant varier le potentiel du domaine cathodique (-1,1 V/SCE) vers le domaine transpassif (2 V/SCE) à la vitesse de 0,5 mV/s. Les évolutions de la densité de courant en fonction du potentiel E pour les deux essais sont reportées sur la Figure IV-37.

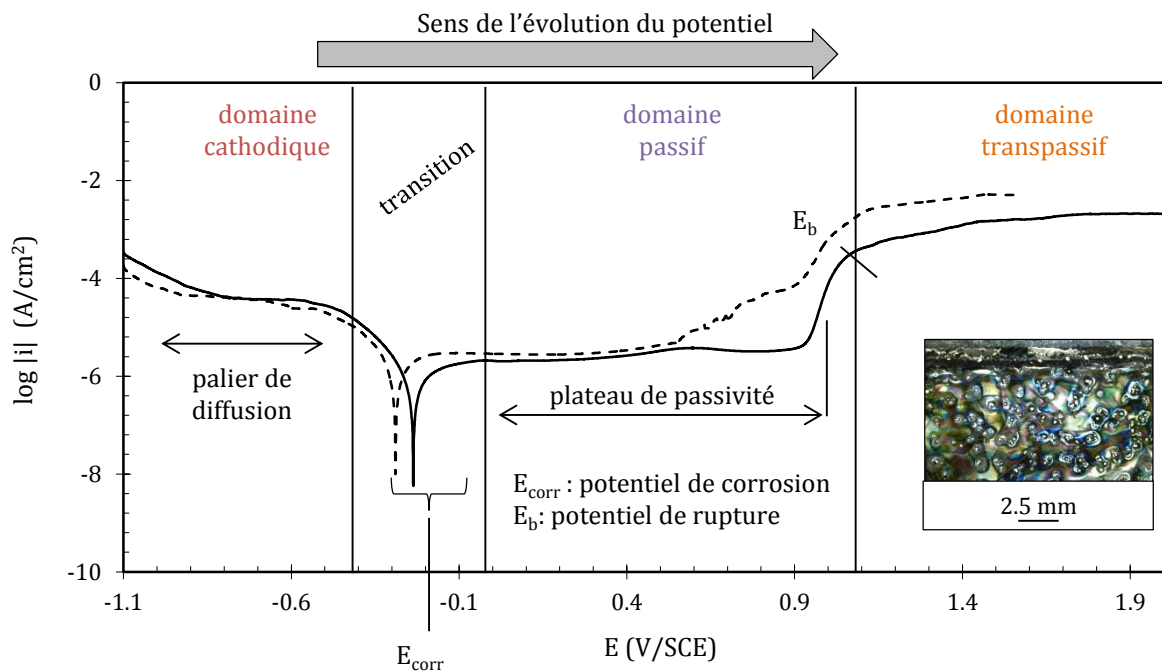


Figure IV-37: Courbes de polarisation de l'AISI 304L en solution lithium-bore à température ambiante (potentiel mesuré par rapport à une électrode au calomel saturée au KCl : SCE).

Ces essais permettent de voir les limites des différents domaines de corrosion. Ainsi, dans un électrolyte composé de 1000 ppm de bore et 130 ppm de lithium à température ambiante, on montre que :

- le *potentiel de corrosion* E_{corr} de l'acier testé se situe aux alentours de -0,26 V/SCE ;
- le *domaine cathodique* (où l'usure est purement mécanique) se situe, lui, au-dessous du potentiel de corrosion (domaine cathodique < -0,26 V/SCE) ;
- le *domaine passif* dans lequel le métal se passive s'étend du potentiel de corrosion E_{corr} jusqu'à à la fin du plateau passif (0,9 V/SCE) ;
- enfin, le *domaine transpassif* prend place lorsque le potentiel de rupture E_b est dépassé. Ce domaine est caractérisé par l'apparition de piqûres à la surface de l'acier (Figure IV-37).

Description et explication d'une courbe de polarisation

En conditions de repos, il est possible de schématiser la courbe de polarisation, avec les valeurs de potentiels correspondant au couple de matériau – solution (304L-solution lithium-bore) pour le contact étudié, suivant la Figure IV-38.

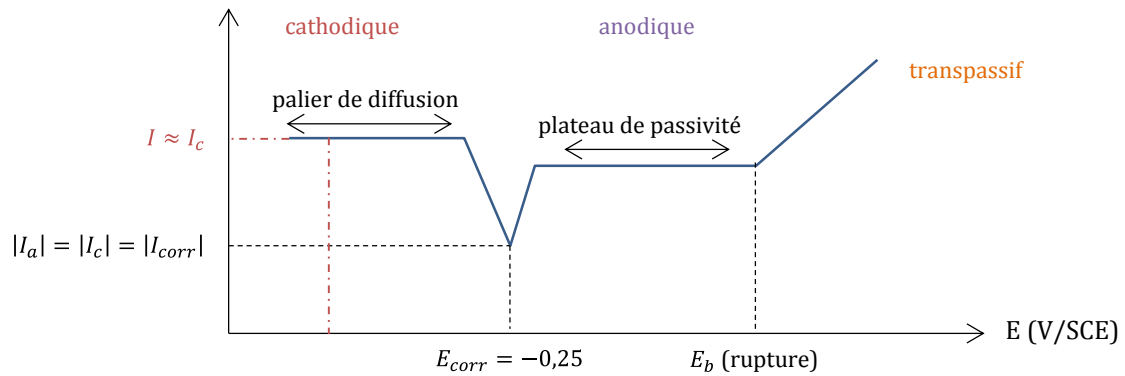


Figure IV-38 : Illustration d'une courbe de polarisation.

Cette courbe représente pour chaque valeur de potentiel E la somme des courants anodique de dissolution du matériau et cathodique de réduction de l'oxydant contenu dans la solution. Le système Red-Ox constitué par un métal et une solution corrosive se comporte de la manière suivante :

- réaction anodique : $M \rightarrow M^{z+} + ze^-$
- réaction cathodique : $n Ox + z e^- \rightarrow m Red$
- bilan : $M + n Ox \rightarrow M^{z+} + m Red$

où M est le métal, Ox l'oxydant se trouvant dans la solution (par exemple H^+ en milieu acide) et Red son réducteur associé (par exemple H_2 en milieu acide).

En l'absence d'un dispositif extérieur susceptible de fournir ou de capter des électrons, les réactions anodique et cathodique se produisent à la même vitesse (même valeur de courant), car les électrons fournis par l'une des réactions ne peuvent l'être plus rapidement qu'ils ne sont captés par l'autre, et réciproquement. Dans cette situation, le métal se stabilise à une valeur de potentiel E_{corr} pour laquelle cette condition d'égalité entre les vitesses des réactions cathodique et anodique est vérifiée. Les deux branches du « V » central représentent les droites de Tafel cathodique (branche de gauche) et anodique (branche de droite).

Grâce à l'ajout dans le système d'un potentiostat et d'une contre électrode, il est possible d'explorer le comportement du système matériau – solution pour des valeurs de potentiels différentes de E_{corr} , en les imposant à l'échantillon, et donc tracer une courbe de polarisation. Dès que l'on s'écarte du potentiel E_{corr} , les deux réactions (anodique et cathodique) ne se produisent plus à la même vitesse. Le courant anodique I_a n'est plus égal au courant cathodique I_c en valeur absolue induisant un déséquilibre :

- si on se positionne vers des potentiels supérieurs à E_{corr} la vitesse de la réaction anodique augmente car on augmente la vitesse de dissolution du métal. En revanche, la vitesse de la

réaction cathodique diminue rapidement. Dans ce cas, la réaction anodique fournit des électrons plus rapidement que la réaction cathodique ne peut en accepter ($|I_a| > |I_c|$).

- si on se positionne vers des potentiels inférieurs à E_{corr} , c'est le contraire : la réaction cathodique demande des électrons plus vite que la réaction anodique ne peut en fournir ($|I_a| < |I_c|$).

C'est alors le potentiostat qui comble la différence $|I_a| - |I_c|$. Le courant non nul mesuré est alors celui précisément fourni par le potentiostat à l'aide de la contre-électrode dans le but de compenser cette différence. En général, les deux réactions n'augmentent toutefois pas indéfiniment au fur et à mesure que l'on s'éloigne du potentiel E_{corr} dans un sens ou dans l'autre. Cela est dû en général aux phénomènes suivants :

- Lorsque que l'on s'éloigne de E_{corr} en direction des potentiels anodiques, la réaction anodique commence par augmenter (c'est la branche de droite du « V »), puis elle se stabilise (le courant reste constant malgré l'augmentation du potentiel).
 - o Le palier de passivité est alors atteint : le matériau est protégé par la couche d'oxyde que l'on forme ou que l'on renforce en corrodant le métal le long de la branche de droite du « V ». La vitesse à laquelle le métal peut libérer des électrons ne dépend plus du potentiel, mais de la vitesse de diffusion des ions métalliques dans cette couche d'oxyde qui, elle, est régie par la loi de Fick.
 - o Si on continue à augmenter le potentiel, on arrive à une valeur pour laquelle on « casse » cette couche d'oxyde protectrice. Le métal se retrouve mis à nu localement et sa dissolution peut alors à nouveau augmenter avec le potentiel. C'est le domaine transpassif, qui donne souvent lieu à l'apparition de piqûres sur un acier inoxydable.
- Du côté des potentiels inférieurs à E_{corr} , ce qui empêche en général le courant cathodique d'augmenter indéfiniment (après l'augmentation représentée par la branche de gauche du « V » centré sur E_{corr}), c'est la diffusion de l'oxydant (H^+) dans le milieu. On finit en effet par atteindre une valeur de potentiel pour laquelle l'oxydant contenu dans la solution est consommé à la surface du métal plus rapidement qu'il ne peut s'y renouveler par diffusion dans le milieu liquide. On est encore une fois limité par la loi de Fick, et cette branche cathodique pour laquelle le courant n'augmente plus lorsque le potentiel diminue est appelée le palier de diffusion.

Bilan :

Lorsque l'on est *proche du potentiel de corrosion* (dans la partie basse du « V » central), **les réactions anodique et cathodique se produisent à des vitesses relativement semblables**, et le potentiostat n'a à fournir qu'un léger courant de complément pour rétablir l'équilibre.

Lorsque au contraire *on s'éloigne du potentiel de corrosion E_{corr}* , dans un sens ou dans l'autre, **l'une des deux réactions devient très rapidement négligeable devant l'autre**, et le courant fourni et mesuré par le potentiostat est en pratique égal au courant demandé par l'une des deux réactions, celui fourni par l'autre pouvant être négligé car il lui est très largement inférieur.

IV.4.2.2. Détermination des coefficients de Tafel

Des essais potentiodynamiques commençant à partir du potentiel libre E (appelé aussi OCP pour *Open Circuit Potential*) et allant vers le domaine cathodique ont été réalisés avec une vitesse de 0,5 mV/sec. Ces essais permettent de déterminer les coefficients de Tafel qui sont par la suite utilisés dans les équations de Veira. Les branches cathodiques sont illustrées en Figure IV-39.

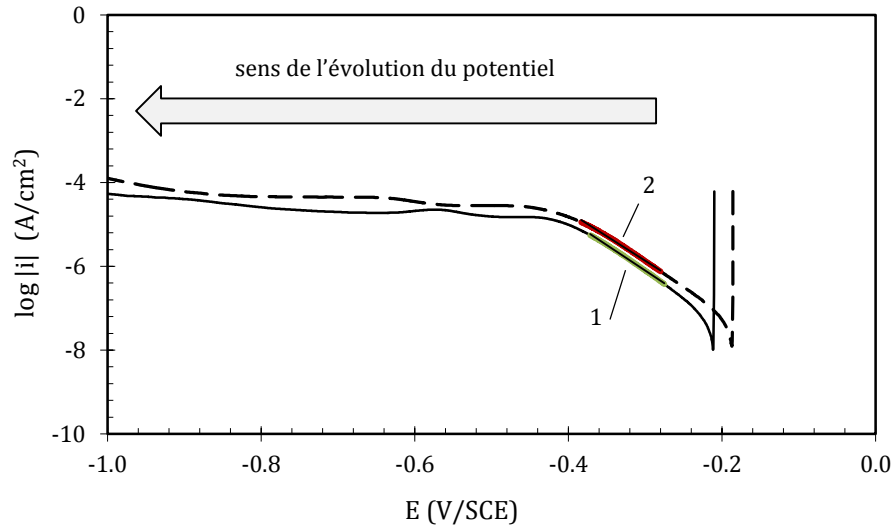


Figure IV-39 : Tests potentiodynamiques permettant de calculer les coefficients de Tafel (304L, solution lithium-bore, température ambiante).

Pour des valeurs de potentiels comprises entre -0,15 V/SCE à -0,4 V/SCE, la densité de courant évolue de manière linéaire avec le potentiel appliqué. Dans ce domaine linéaire, les équations cathodiques de Tafel ([129]–[131]) peuvent être utilisées et combinées telles que :

$$\eta = a_c - b_c \log|i_c| \quad (IV-23)$$

où η est la différence de potentiel ($E - E_{corr}$), a_c et b_c les coefficients de Tafel et i la densité de courant. En appliquant la méthode de la régression linéaire par méthode graphique, les différentes constantes sont ainsi obtenues (Tableau IV-5).

| | E_{corr} (V/SCE) | a_c | b_c |
|---------------|--------------------|--------|-------|
| <u>Test 1</u> | -0,211 | -0,8 | 0,082 |
| <u>Test 2</u> | -0,194 | -0,806 | 0,086 |

Tableau IV-5 : Potentiel de corrosion E_{corr} et coefficients de Tafel a_c et b_c .

IV.4.3. Réponse électrochimique avec l'amplitude de déplacement

Selon le type d'essai de tribocorrosion réalisé, les variables électrochimiques analysées diffèrent. En effet, pour un test de tribocorrosion à potentiel fixe, c'est la réponse de l'intensité au cours du temps qui importe alors que pour un essai effectué à potentiel libre, l'évolution du potentiel au cours du temps est analysée.

IV.4.3.1. Evolution du courant à potentiel imposé

La Figure IV-40 trace l'évolution du courant I et du coefficient de frottement énergétique μ_e en fonction du temps pour un essai réalisé dans le domaine passif.

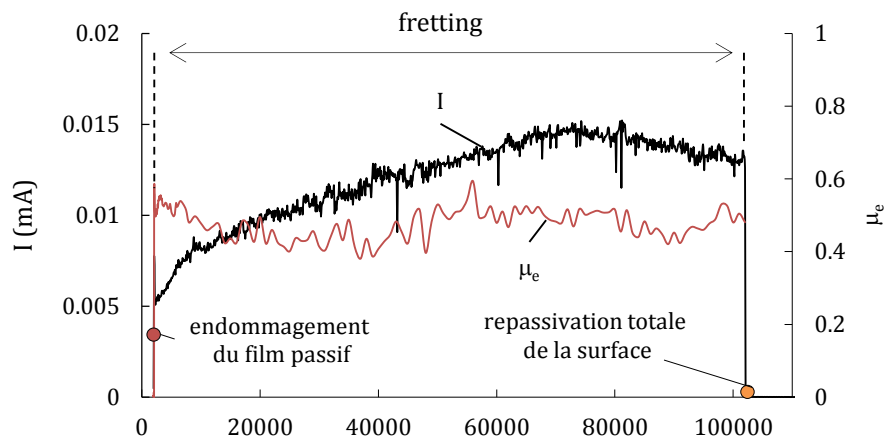


Figure IV-40: Exemple de la réponse en courant lors d'un essai de tribocorrosion au potentiel passif 0,2 V/SCE et évolution du coefficient de frottement énergétique μ_e associé.

On note alors que :

- en l'absence de frottement le courant I mesuré est très faible ;
- lorsque la sollicitation de fretting débute, un pic au niveau de l'intensité est détecté correspondant à l'endommagement du film passif à la surface du plan en 304L par la bille en alumine ;
- tout au long de l'essai, le courant fluctue et tend à augmenter avec la durée de l'essai. Le coefficient de frottement fluctue légèrement au cours de l'essai mais tend à rester stable au cours du temps ;
- quand le frottement est arrêté, le courant décroît de manière brusque pour atteindre la même valeur qu'en début de test, ce qui suggère que la surface usée est entièrement repassivée.

IV.4.3.2. Evolution du potentiel sous condition de fretting à potentiel libre

La Figure IV-41.a illustre la variation du potentiel libre en fonction du temps pour différentes amplitudes de glissement variant de $\delta_0^* = \pm 120 \mu\text{m}$ à $\delta_0^* = \pm 400 \mu\text{m}$ pour une force normale P de 7 N et une fréquence de fretting f_f de 5 Hz.

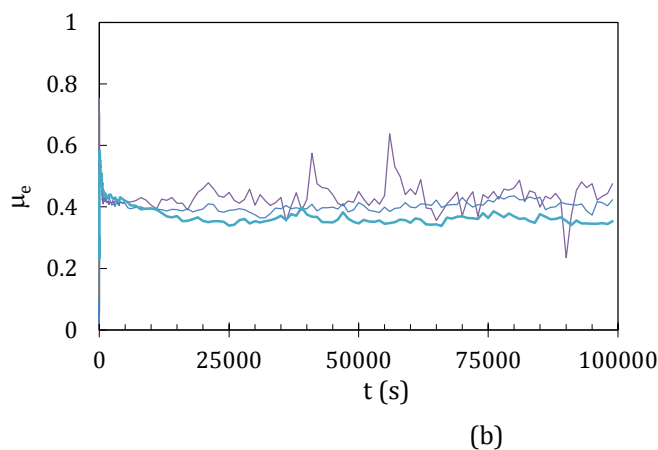
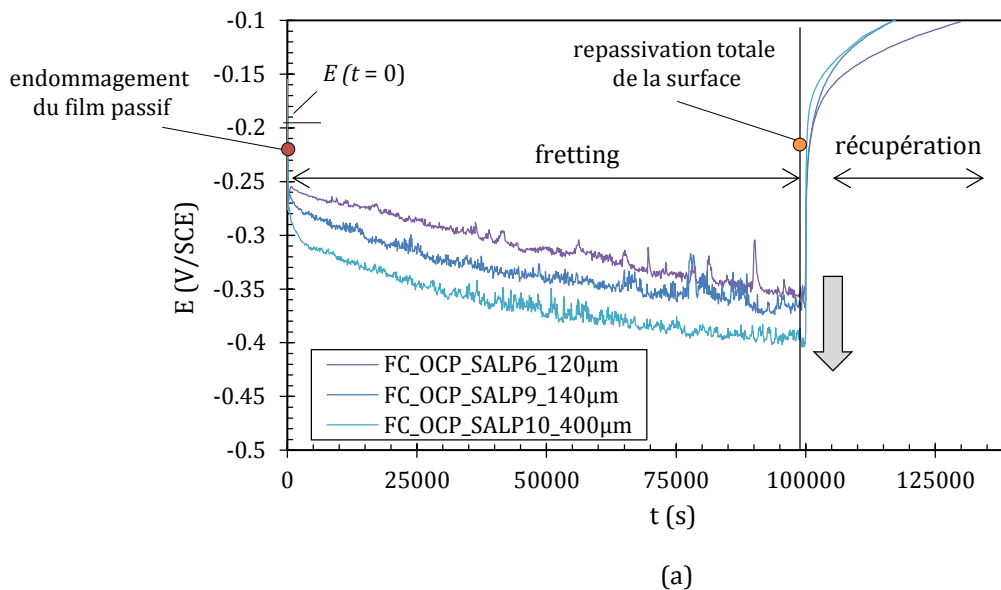


Figure IV-41 : (a) Réponse en potentiel libre de l'échantillon 304L sollicité en reciprocating-sliding contre une bille en alumine et (b) évolution associée du coefficient de frottement énergétique μ_e ($f_f = 5$ Hz, $F_N = 7$ N, $N = 5 \cdot 10^5$ cycles).

La réponse en potentiel libre du matériau dépend entre autres de son état de surface et de son électrolyte. Le principal intérêt de ce suivi est d'isoler l'influence du glissement partiel et du glissement total sur le comportement du potentiel libre. On note alors que :

- la diminution brutale du potentiel libre en début d'essai correspond à l'endommagement de la surface métallique. En effet, l'augmentation du courant anodique de dissolution dans la zone frottée est compensée par une augmentation du courant cathodique ainsi que par une réduction du dioxygène sur les surfaces libres extérieures au contact. Autrement dit, plus l'intensité anodique augmente, plus le potentiel libre va chuter.
 - o Ceci est confirmé par le fait que plus l'amplitude de glissement est importante, plus le potentiel libre diminue. La dissolution anodique est possible car le frottement de la bille en alumine dégrade, à chaque glissement, le film passif qui protège l'acier inoxydable 304L.
 - o Au contraire si nous avons été en présence d'un cas en glissement partiel, aucune chute de potentiel n'aurait été détectée [132]. Dans ce cas, la surface métallique n'est pas

endommagée en raison de la présence d'une zone collée dans le contact entre les deux antagonistes.

- De plus, comme l'illustre la Figure IV-41.b, le coefficient de frottement énergétique est relativement stable au cours du temps. On note une légère diminution de ce dernier lorsque l'amplitude de glissement augmente.
- Lors de l'arrêt du frottement après $N = 500\ 000$ cycles, le potentiel libre remonte à sa valeur initiale montrant ainsi que le phénomène est réversible (reconstruction totale de la couche passive).

IV.4.4. Evolution de l'interface en fonction du potentiel appliqué E

La Figure IV-42 montre l'évolution du coefficient de frottement énergétique au cours de l'essai et compare les cycles de fretting en début et en fin d'essai.

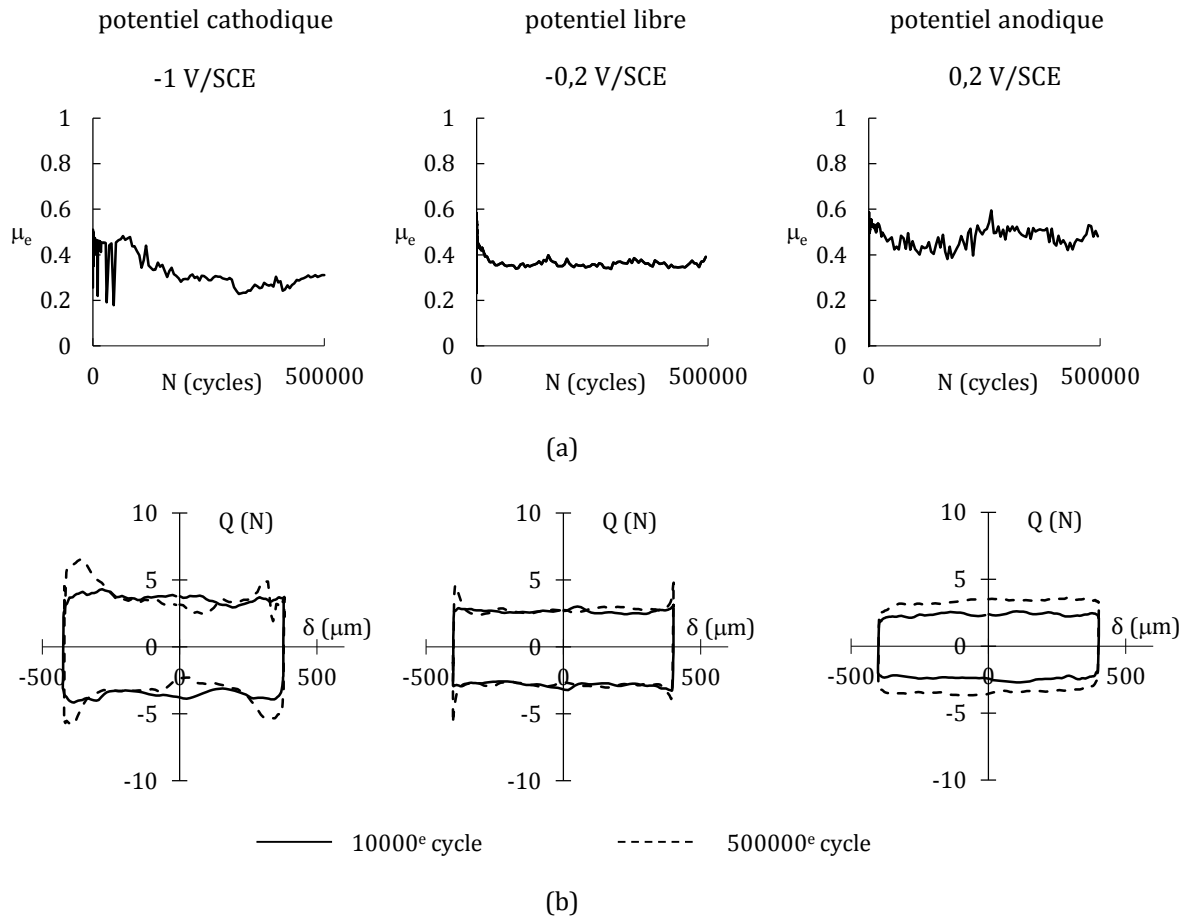


Figure IV-42 : Evolution du coefficient de frottement énergétique μ_e au cours de l'essai et (b) comparaison des cycles de fretting en début et en fin d'essais pour différents potentiels appliqués.

On observe alors que :

- Le coefficient de frottement et les cycles de fretting sont relativement stables pour les essais à potentiel libre (-0,2 V/SCE) et anodique (0,2 /SCE). On distingue alors une légère augmentation du coefficient de frottement énergétique avec le potentiel.

- En revanche, de légères perturbations sont relevées pour l'essai mené à potentiel cathodique (-1 V/SCE).

De plus, des observations des surfaces après essais ont été réalisées avec le microscope optique et le MEB. La Figure IV-43 expose des images MEB du plan en 304L pour des tests réalisés à différents potentiels (domaine cathodique -1V/SCE, potentiel libre OCP -0,2 V/SCE, domaine passif 0,2V/SCE).

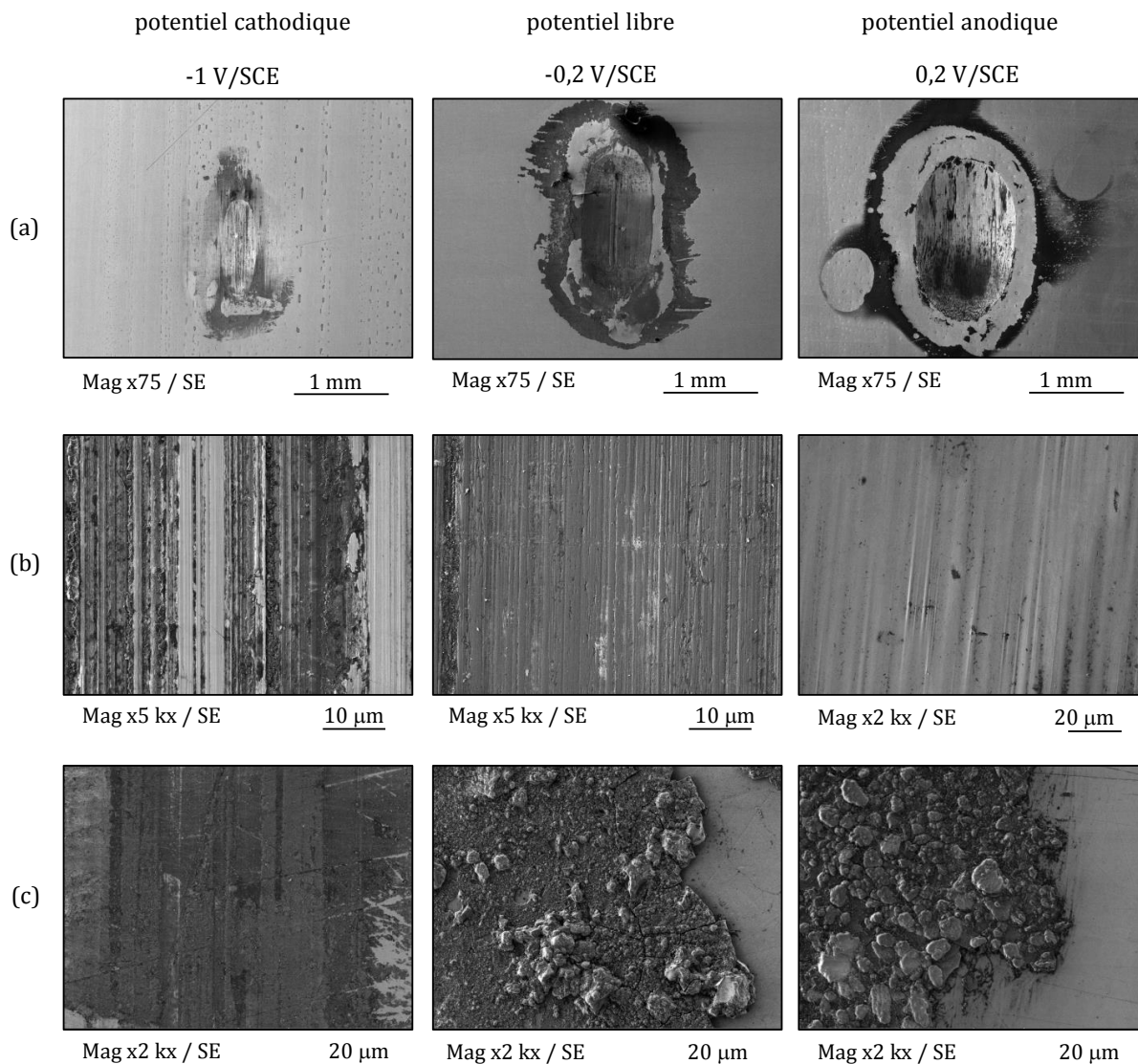


Figure IV-43 : Observation MEB du plan 304L (a) de la trace d'usure générale (x 75), (b) de l'intérieur de la trace d'usure et (c) de la zone oxydée périphérique pour différents tests de tribocorrosion.

Pour chaque échantillon, des observations de la trace d'usure globale, de l'intérieur de la zone frottée ainsi que de la zone oxydée se trouvant à l'extérieur de la trace sont exposées. On relève que :

- la largeur des traces augmente avec le potentiel appliqué (Figure IV-43.a). La Figure IV-44 confirme que les profils transversaux moyennés sont de plus en plus marqués lorsque le potentiel augmente.

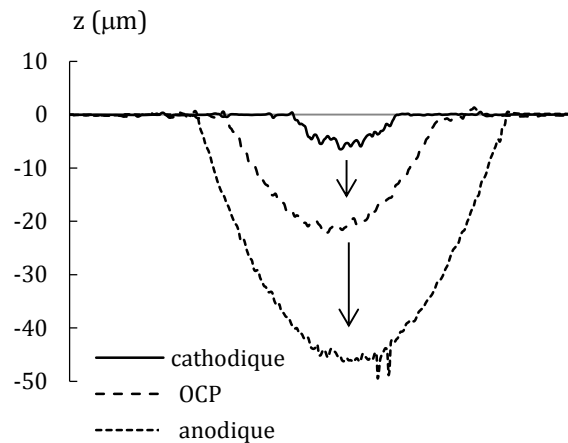


Figure IV-44 : Evolution des profils d'usure 2D transversaux avec le potentiel appliqué.

- à l'intérieur des traces d'usure (Figure IV-43.b), des stries colinéaires à la direction de fretting et de fortes déformations plastiques - dans lesquelles on retrouve des sillons et griffures - peuvent être observées. Ces griffures et sillons sont causés par les particules d'usure qui, restant piégées dans le contact, induisent un phénomène d'abrasion à trois corps [133]. Ces débris d'usure localisés à l'intérieur de la trace ont une taille comprise entre 100 nm et 1 μm (Figure IV-45.a). De plus, il apparaît que la quantité de ces derniers au sein de la trace diminue lorsque le potentiel augmente. Cette dernière observation est en adéquation avec le fait que les stries ont un aspect beaucoup plus lisse lorsque le potentiel augmente.
- en périphérie de la trace d'usure (Figure IV-43.c), une zone où sont mêlés oxydation et débris d'usure est apparente. Dans cette zone - qui a une couleur orange en observation optique - des débris de taille variant entre 1 et 20 μm sont mesurés. Grâce à des observations à plus fort grossissement, il semblerait que les débris de taille plus importante soient en réalité formés par agglomération et compactage de débris de plus petite taille (Figure IV-45.b). Ces débris agglomérés sont majoritairement observés dans les domaines actifs et passifs, et absents dans le domaine cathodique.

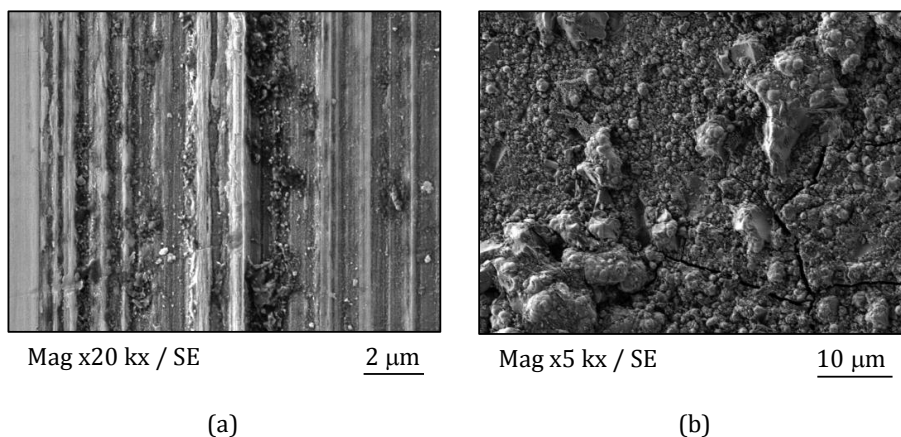


Figure IV-45 : Observations MEB (a) des débris d'usure piégés dans le contact (x20 kx / -1V/SCE) et (b) de l'agglomérat formés par les débris hors de la trace, en zone oxydées (x5 kx/OCP).

En ce qui concerne le contre-corps, la Figure IV-46 montre les optiques des billes en alumine après essais.

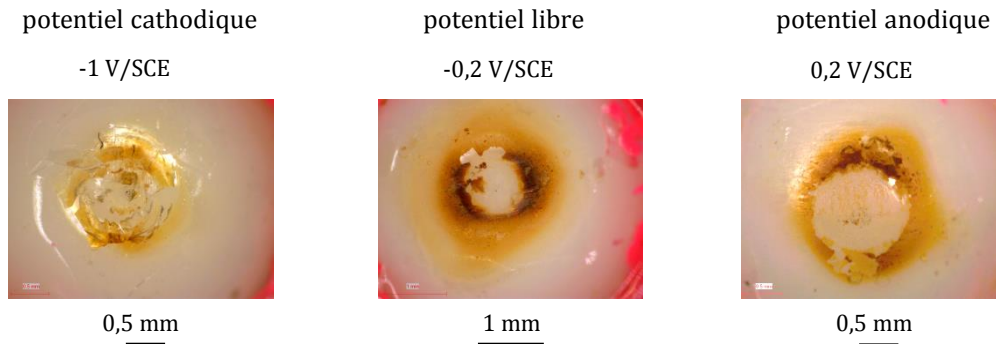


Figure IV-46 : Optiques des billes en alumine à la fin de différents tests de tribocorrosion.

Des images similaires sont obtenues pour chaque domaine de corrosion étudié, bien que la surface correspondant à la zone usée du plan augmente avec le potentiel appliqué. Une zone oxydée de couleur orange en périphérie est également observée.

Pour finir, la Figure IV-47 illustre l'évolution du coefficient de frottement énergétique μ_e , la dureté mesurée dans la trace d'usure et le volume d'usure totale en fonction du potentiel imposé.

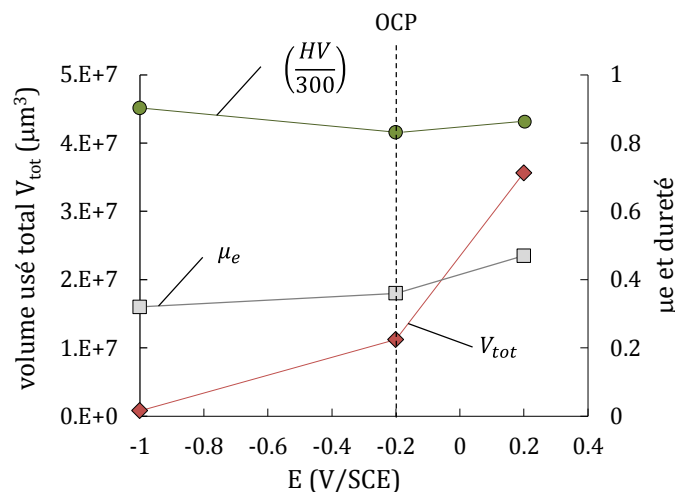


Figure IV-47 : Evolution du volume d'usure total V_{tot} , du coefficient de frottement énergétique μ_e et de la dureté HV normalisée à l'intérieur de la trace en fonction du potentiel appliqué à amplitude fixe ($\delta_0^* = \pm 400 \mu\text{m}$).

On note alors que :

- le coefficient de frottement et donc l'énergie de frottement dissipée dans l'interface ne sont que très faiblement impactés par le potentiel appliqué ;
- de même, la dureté mesurée dans la trace d'usure est stable avec le potentiel appliqué ;
- en revanche, une augmentation significative de l'usure est relevée dans le domaine passif ($E = 0,2 \text{ V/SCE}$).

IV.4.5. Analyse de l'effet de l'amplitude au potentiel libre (OCP)

La Figure IV-48 illustre l'évolution du coefficient de frottement énergétique μ_e , la dureté mesurée dans la trace d'usure et le volume d'usure totale en fonction de l'amplitude de glissement ($\pm\delta_0^*$).

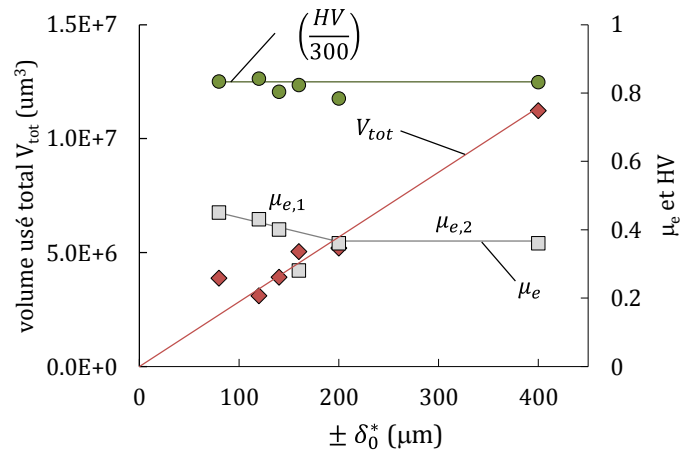


Figure IV-48: Evolution du volume d'usure total V_{tot} , du coefficient de frottement énergétique μ_e et de la dureté HV normalisée à l'intérieur de la trace en fonction de l'amplitude de glissement δ_0^* à potentiel libre ($E = -0,2 \text{ V/SCE}$).

La dureté au sein de la trace reste constante quelle que soit l'amplitude appliquée, mais deux régimes de glissement dépendant du glissement sont observés :

- pour la première tendance $\mu_{e,1}$ le coefficient de frottement diminue de manière linéaire avec l'amplitude de glissement, passant d'une valeur de 0,45 pour $\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$ à 0,36 pour $\delta_0^* = \pm 200 \mu\text{m}$.
- pour les amplitudes de glissement supérieures, le coefficient de frottement semble se stabiliser autour de cette valeur ($\mu_{e,2} = 0,36$).

La diminution de μ_e lorsque l'amplitude augmente en milieu aqueux avait déjà été remarquée antérieurement pour le contact cylindre 316L N/plan 304L étudié précédemment (cf. IV.2.1).

Concernant la cinétique de l'usure, on observe une évolution linéaire avec l'amplitude de glissement imposée. De fait, plus l'amplitude de glissement est augmentée, plus le travail d'Archard ou l'énergie de frottement est augmentée. Pour quantifier cet aspect, on trace l'évolution du volume d'usure total en fonction du travail d'Archard et de l'énergie de frottement, qui, contrairement au paramètre d'Archard, intègre la fluctuation du coefficient de frottement (Figure IV-49).

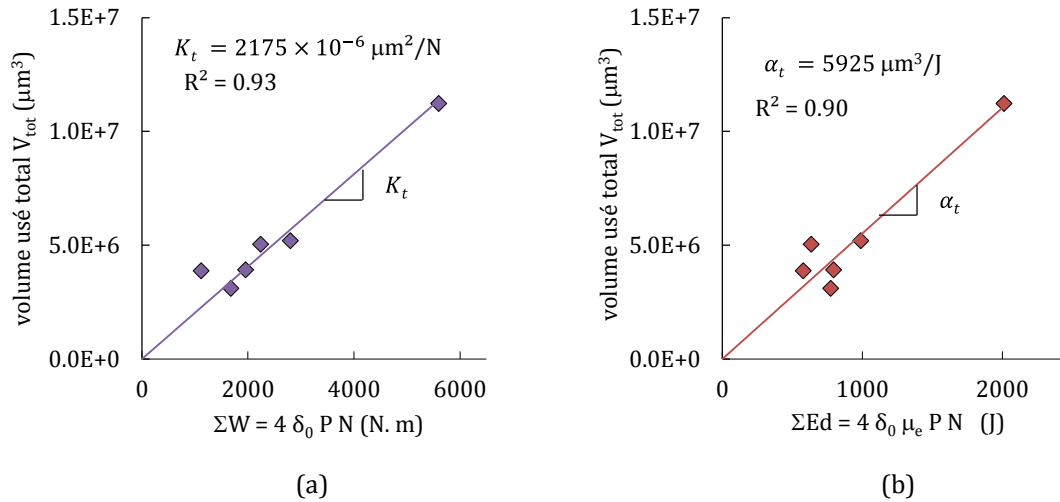


Figure IV-49 : (a) Evolution du volume d'usure en fonction du travail d'Archard et (b) de l'énergie de frottement dissipée au potentiel libre (OCP, $E = -0,2 \text{ V/SCE}$).

Ainsi, pour la condition étudiée, nous obtenons les lois d'usure suivantes :

$$V_{tot} = K_t \times \Sigma W \quad \text{avec } K_t = 2030 \times 10^{-6} \mu\text{m}^2/\text{N} \quad (\text{IV-24})$$

$$V_{tot} = \alpha_t \times \Sigma Ed \quad \text{avec } \alpha_t = 5520 \mu\text{m}^3/\text{J} \quad (\text{IV-25})$$

IV.4.6. Etude quantitative des volumes d'usure mécanique et chimique

Comme exposé dans le *Chapitre I*, différentes techniques existent pour quantifier et différencier l'usure chimique de l'usure mécanique. L'approche mécanique qui utilise la mesure du courant par voie électrochimique, a été retenue.

IV.4.6.1. Méthodologie de quantification

La mesure du courant par voie électrochimique permet de déterminer l'usure chimique par la loi de Faraday selon l'équation suivante :

$$V_{ch} = \frac{Q_c \times M_{mol}}{\rho \times n \times F} = \frac{I_{moy} \times t \times M_{mol}}{\rho \times n \times F} \quad (\text{IV-26})$$

avec M_{mol} la masse molaire (g/mol), n le nombre de charge, F la constante de Faraday (C/mol), ρ la masse volumique (g/cm³) et Q_c la quantité d'électricité (C). La masse molaire de l'acier inoxydable 304L est évaluée à 55,3 g/mol. Si on assume que le film passif est majoritairement composé de fer, de nickel et de chrome (Tableau IV-6) [134], le nombre de charge n est fixé à 2,9 dans le cas d'une dissolution active, ou 2 dans le cas d'une dissolution passive. Enfin la masse volumique de l'échantillon est égale à 7,86 g/cm³.

| Métal | Dissolution active | Dissolution passive |
|---------------|--------------------|---------------------|
| Fer | Fe ²⁺ | Fe ³⁺ |
| Nickel | Ni ²⁺ | Ni ²⁺ |
| Chrome | Cr ²⁺ | Cr ³⁺ |

Tableau IV-6: Espèces ioniques formées lors de la dissolution du fer, du nickel et du chrome selon Landolt [134].

Afin de déterminer la quantité d'électricité Q , la méthodologie décrite en Figure IV-50 a été appliquée pour chaque essai de tribocorrosion.

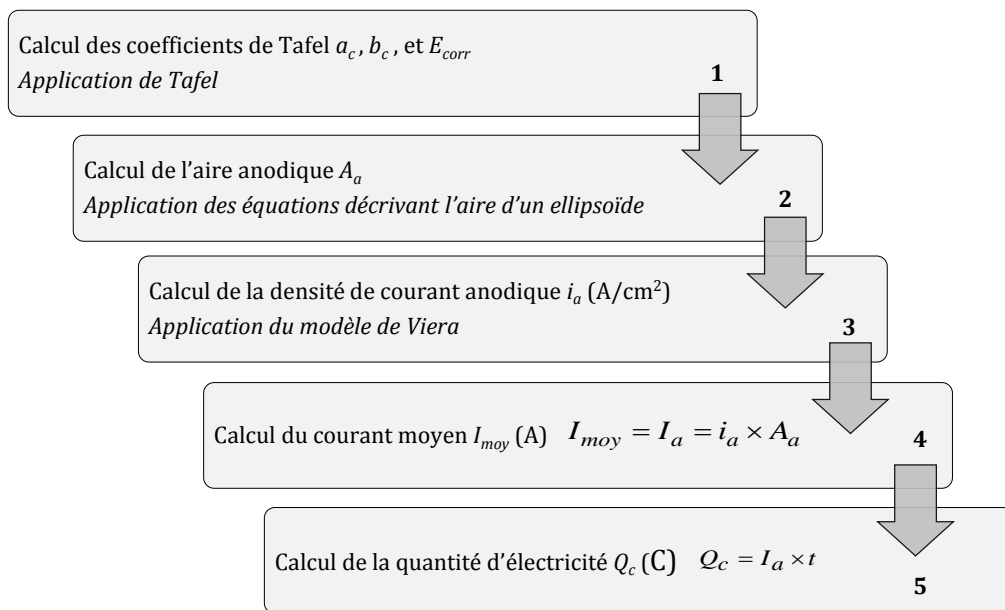


Figure IV-50: Récapitulatif des étapes permettant de déterminer la quantité d'électricité Q_c en vue d'appliquer l'équation de Faraday.

La première étape consiste à calculer les coefficients de Tafel a_a, b_b ainsi que le potentiel de corrosion E_{corr} à partir des courbes potentiodynamiques réalisées dans le domaine cathodique (cf. Figure IV-39). L'aire anodique A_a (aire correspondant à la trace d'usure) est calculée en utilisant les équations décrivant l'aire d'un ellipsoïde. Pour cela la longueur a , la largeur b ainsi que la profondeur c de chaque trace en fin d'essai sont préalablement mesurées à l'aide de la profilométrie 2D. L'aire cathodique A_c est quant à elle égale à la soustraction de l'aire anodique A_a à l'aire totale de l'électrode de travail A :

$$A_c = A - A_a \quad (IV-27)$$

La densité de courant anodique i_a (A/cm²) peut alors être calculée en utilisant le modèle proposé par Vieira *et al* [135] et appliqué par Papageorgious et Mischler [136]. Ce modèle prend en compte la cinétique cathodique via les coefficients de Tafel a_c et b_c et le potentiel de corrosion de l'acier E_{corr} , mais aussi le potentiel pendant le frottement E_c et le ratio entre l'aire cathodique A_c et l'aire anodique A_a tel que :

$$i_a = \frac{A_c}{A_a} \times 10^{[(a_c + E_{corr} - E_c)/b_c]} \quad (IV-28)$$

L'intensité du courant moyen anodique I_{moy} (A) est alors égale à :

$$I_{moy} = I_a = i_a \times A_a \quad (IV-29)$$

Enfin, la quantité d'électricité Q_c (C) est équivalente à la multiplication du courant I_{moy} par la durée totale de frottement t (durée estimée à 100 000 sec). Le volume mécanique V_{mec} est alors retrouvé en soustrayant au volume total V_{tot} (mesuré par profilométrie 3D) la contribution chimique V_{chem} :

$$V_{mec} = V_{tot} - V_{chem} \quad (IV-30)$$

IV.4.6.2. Analyse des volumes d'usure

Les valeurs des volumes d'usure chimiques V_{chem} et mécaniques V_{mec} calculés via l'équation de Vieira sont répertoriées dans le Tableau IV-7 pour chaque test de tribocorrosion (campagne 1 et 2) pour deux nombres de charge limite ($n = 2,9$ dans le cas d'une dissolution active, et $n = 2$ dans le cas d'une dissolution passive).

volumes d'usure (x 10⁵ μm³)

| | -1V/SCE | OCP -0,2 V/SCE (potentiel libre) | | | | +0,2V/SCE (passif) | | | |
|----------------------|--------------|----------------------------------|-------------|------------------------|------------|-------------------------|------------|------------------------|------------|
| | (cathodique) | $n = 2,9$ (diss.active) | | $n = 2$ (diss.passive) | | $n = 2,9$ (diss.active) | | $n = 2$ (diss.passive) | |
| $\pm\delta_0^*$ (μm) | V_{mec} | V_{mec} | V_{chem} | V_{mec} | V_{chem} | V_{mec} | V_{chem} | V_{mec} | V_{chem} |
| ± 80 | - | 43,3 ± 0,69 | 0,98 ± 0,39 | - | - | - | - | | |
| ± 120 | - | 35,6 | 1,1 | 35,1 | 1,59 | - | - | | |
| ± 140 | - | 36,9 | 2,9 | 36,0 | 3,17 | - | - | | |
| ± 160 | - | 52,9 | 2,61 | 51,7 | 3,78 | - | - | | |
| ± 200 | - | 50,3 | 2,4 | 49,2 | 3,49 | - | - | | |
| ± 400 | 7,86 | 107 | 4,92 | 105 | 7,23 | 52,6 | 304 | x | x |

Tableau IV-7 : Volumes d'usure moyens (10⁵ μm³) pour les échantillons plans des deux campagnes d'essais suivant le nombre de charge n .

Les informations suivantes sont relevées :

- à potentiel cathodique (-1V/SCE), le volume d'usure mécanique est équivalent au volume d'usure total étant donné l'absence de corrosion dans ce domaine électrochimique.
- à potentiel libre (OCP), la part de l'usure mécanique est nettement supérieure à celle de l'usure chimique : on estime que pour $n = 2,9$ (resp. $n = 2$) l'usure chimique ne représente que 3,8 % (resp. 5,6 %) du volume total quelle que soit l'amplitude de glissement.
- pour finir dans le domaine passif (+0,2 V/SCE), la contribution chimique est trouvée 6 fois plus importante que l'usure mécanique et 60 fois plus importante que celle à potentiel libre pour $n = 2,9$; les résultats obtenus avec $n = 2$ étant incohérents (volume d'usure chimique trouvé supérieur au volume mesuré par profilométrie).

Remarque

Au potentiel libre, nous avons fait le choix d'utiliser la méthode de Vieira pour remonter au courant anodique, puis au volume chimique, mais d'autres méthodes existent. Une des méthodes considérée par le CEA (Figure IV-51), consiste à regarder la valeur du potentiel atteint en fin de frottement E_{fin} , avant repassivation de l'acier. Par méthode graphique, la valeur de densité de courant est ensuite relevée sur la courbe de polarisation préalablement effectuée dans le domaine cathodique (Figure IV-38).

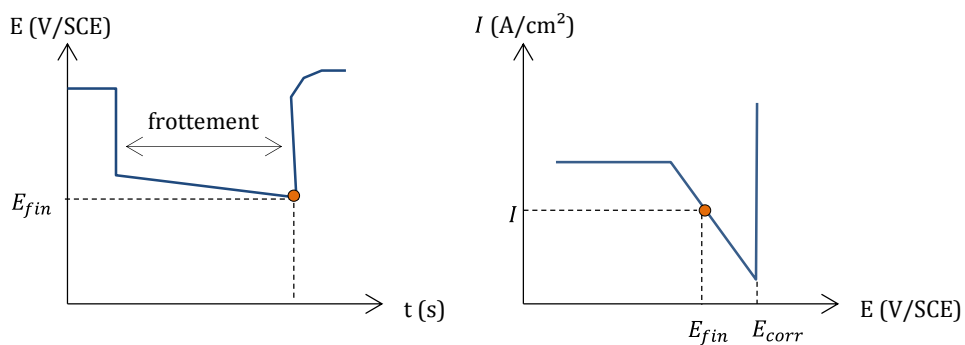


Figure IV-51 : Méthode graphique pour évaluer la densité de courant au potentiel E_{fin}

Cette valeur est ensuite injectée dans le calcul de la quantité d'électricité Q_c , puis ensuite le volume d'usure chimique est calculé. Avec cette méthode, on estime que pour $n = 2,9$ l'usure chimique ne représente que 2% de l'usure totale. On note une différence négligeable avec la méthode précédente (3,8%). Cette différence est liée au fait que les deux méthodes soient des méthodes « graphiques », puisque celle de Vieira utilise les coefficients de Tafel déterminés graphiquement.

Dans la suite de cette analyse portant sur la quantification des volumes mécaniques et chimiques, nous resterons avec ceux déterminés par l'approche de Vieira.

IV.4.7. Discussion

Dans ce travail portant sur l'évaluation et la quantification des phénomènes tribocorrosifs au sein d'une interface frottée, l'influence du potentiel appliqué à amplitude de glissement constante, ainsi que les effets de l'amplitude de glissement à potentiel libre ont été étudiés. Dans un premier temps, cette discussion aborde les effets de l'électrochimie sur l'usure par le biais de l'exploitation des résultats obtenus dans cette section et ceux provenant de la littérature. Enfin, la mise en place d'une approche énergétique pour les essais de tribocorrosion réalisés à potentiel libre y est proposée.

IV.4.7.1. Effet de l'électrochimie sur l'usure

La Figure IV-52 montre l'évolution des volumes d'usure totale (V_{tot}), mécanique (V_{mec}) et chimique (V_{chem}) en fonction du potentiel appliqué.

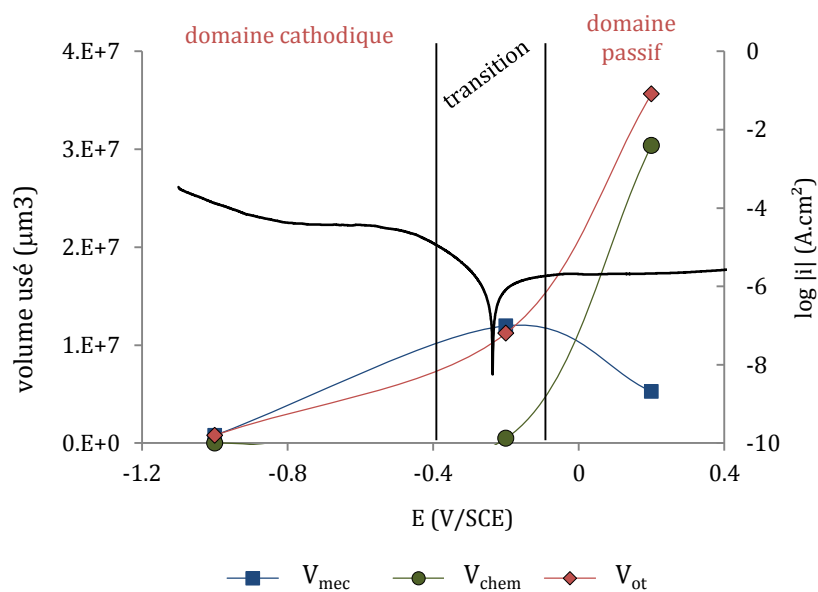


Figure IV-52 : Superposition des volumes usés avec la courbe de polarisation du 304L obtenue en fonction du potentiel appliqué (*campagne 1*) pour $n = 2,9$.

L'usure totale augmente avec le potentiel. Au potentiel libre, l'usure mécanique prédomine sur l'usure chimique, la tendance s'inversant dans le domaine passif. En effet, sur les quelques essais réalisés à OCP, l'usure mécanique représente aux alentours de 95 % de l'usure totale, alors qu'elle n'en représente plus que 15 % dans le domaine passif. Le potentiel appliqué affecte grandement les mécanismes mécaniques du comportement de l'usure en tribocorrosion.

Ces résultats ont été en partie comparés à ceux obtenus par Perret [8] bien que les conditions de sollicitations ne soient pas les mêmes. Le Tableau IV-8 compare les contraintes mécaniques de Hertz et les paramètres d'essais entre le contact utilisé pour mener la *campagne 1* et celui étudié par Perret.

| | Campagne 1 | J. Perret [8] |
|--|--|-----------------------|
| ϕ bille (mm) | 6 | 10 |
| Force P (N) | 7 | 7 |
| Module réduit E* (MPa) | 280 | 280 |
| pression moyenne p_{moy} (MPa) | 973 | 676 |
| pression maximale p_{max} (MPa) | 1460 | 1016 |
| contact Hertzien a_H (μm) | 48 | 56 |
| nombre de cycles N | 500 000 | 1 800 |
| amplitude $\pm\delta_0^*$ | $\pm 80 \mu\text{m}$ à $\pm 400 \mu\text{m}$ | $\pm 2,5 \text{ mm}$ |
| distance glissée équivalente (m) | 160 à 800 | 18 |
| solution | 1 000 ppm de bore, 130 ppm de lithium | acide sulfurique 0.5M |
| pH | 8,7 (basique) | 0,5 (acide) |

Tableau IV-8: Contraintes mécaniques de Hertz pour une bille Al₂O₃ en contact contre un plan en acier inoxydable 304L et paramètres d'essais pour la campagne 1 et ceux de Perret [8].

Le contact adopté dans nos travaux est plus sévèrement chargé. Bien que l'amplitude de glissement soit beaucoup plus faible ($\pm 400 \mu\text{m}$ vs. $\pm 2,5 \text{ mm}$), la distance glissée équivalente en fin d'essai est 9 à 45 fois plus élevée que celle de Perret. De plus, l'électrolyte utilisé par Perret est de l'acide sulfurique 0,5 M. Malgré que la solution ait été diluée avec de l'eau, elle conduit à un pH de 0,5 (solution très acide) alors que l'électrolyte appliqué à nos essais conduit à un pH légèrement basique (solution composée de 130 ppm de lithium et 1 000 ppm de bore, menant à un pH à froid de 8,7) [9]. Les deux campagnes sont donc assez éloignées l'une de l'autre.

Pour plus d'aisance dans la lecture des volumes usés, les résultats de Perret ont été retranscrits en exprimant les volumes d'usure par rapport à une électrode SCE (Figure IV-53).

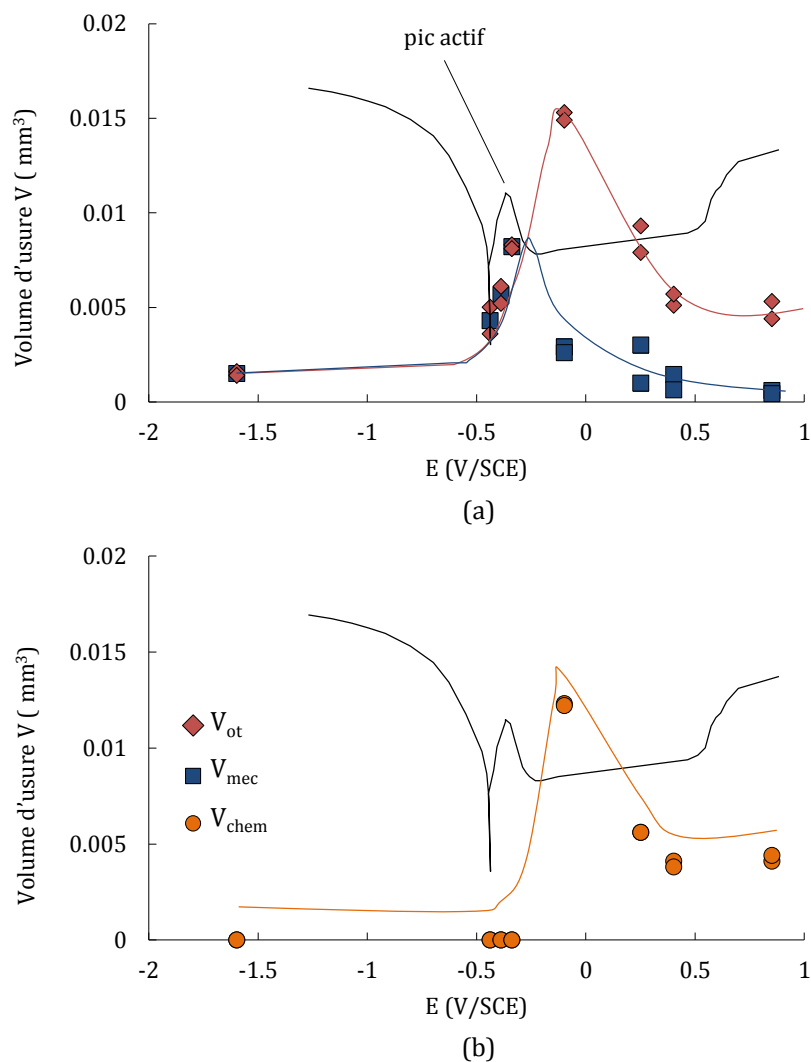


Figure IV-53 : Résultats de J. Perret retranscrits – Superposition (a) des volumes d'usures totaux, mécaniques et (b) chimiques avec la courbe de polarisation du 304L en acide sulfurique 0,5 M en fonction du potentiel appliqué pour un nombre de charge $n = 2,9$ [8].

La courbe de polarisation du 304L obtenue par ce dernier montre un léger décalage du potentiel de corrosion par rapport à celui obtenu lors de nos essais (-0,4 V/SCE vs -0,2 V/SCE). Ceci est probablement dû à l'électrolyte qui diffère entre les deux études, le potentiel de corrosion de l'acier étant entièrement dépendant de l'environnement qui l'entoure. Le domaine cathodique se situe au-dessous du potentiel de corrosion. Le domaine actif se situe entre le potentiel de corrosion et le pic actif qui se situe vers -0,3 V/SCE, pic que nous ne discernons pas sur nos courbes de polarisation. Le métal se passive lorsque le potentiel continue d'augmenter et le plateau passif s'étend jusqu'à des valeurs d'environ 1 V/SCE.

Concernant l'évolution des volumes d'usure, les domaines cathodique et actif sont uniquement caractérisés par une usure 100 % mécanique et le volume total tend à augmenter avec le potentiel. On note un pic du volume d'usure total juste après le pic actif avant de régresser progressivement. Cette usure totale est 10 fois plus importante que l'usure minimale relevée dans le domaine cathodique à -1,5 V/SCE. De la même manière que pour nos résultats, la contribution de l'usure chimique est supérieure à la contribution de l'usure mécanique dans le domaine anodique. L'usure chimique représente un peu plus de

80 % de l'usure totale. Nos résultats expérimentaux semblent donc être en cohérence avec ceux de la littérature.

De nombreux auteurs se sont penchés sur l'effet du potentiel appliqué sur l'usure. Beaucoup ont montré une relation entre la capacité d'un acier austénitique ou duplex à se déformer plastiquement en subsurface et la présence d'un film passif en extrême surface de l'acier ([7], [25], [26], [137], [138]). En effet, d'après Rigney [86], la source de dislocations se trouve à la surface où le cisaillement est à son maximum. Les dislocations peuvent alors migrer dans la partie basse ou vers la surface (Figure IV-54).

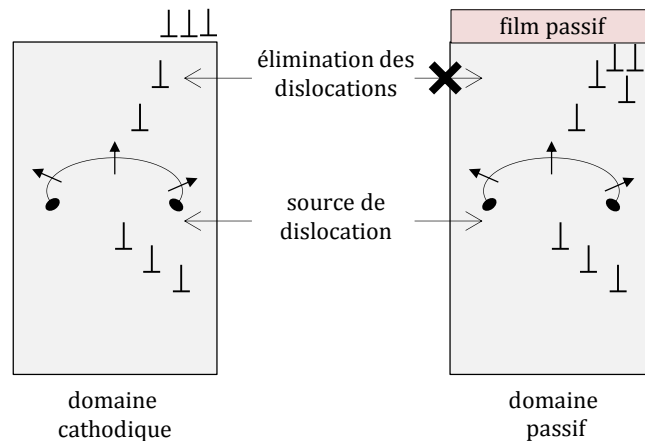


Figure IV-54: Effet du film passif sur les dislocations ([7], [8]).

Lorsque la surface est libre comme dans les cas cathodiques, les dislocations peuvent disparaître en atteignant la surface. Au contraire lorsqu'il y a présence d'un film passif à la surface comme dans le domaine passif, les dislocations ne peuvent que s'accumuler derrière ce dernier : le film passif joue donc un rôle de barrière face aux dislocations ([139], [140]). D'autres auteurs, comme Bidiville [26] et Favero [25] ont quant à eux proposés que le film passif puisse également être une source de dislocations engendrant ainsi un plus grand nombre de défauts et donc une recristallisation accrue en subsurface.

IV.4.7.2. Mise en place d'une approche énergétique à potentiel libre

Comme abordée dans les sections précédentes, l'énergie dissipée cumulée est une grandeur fortement utilisée dans les études de fretting afin de développer des lois d'usure propres aux matériaux utilisés. La Figure IV-55 présente l'évolution des volumes d'usure (a) mécanique et (b) chimique en fonction de l'énergie dissipée cumulée pour les essais où l'influence de l'amplitude de glissement a été regardée à potentiel libre.

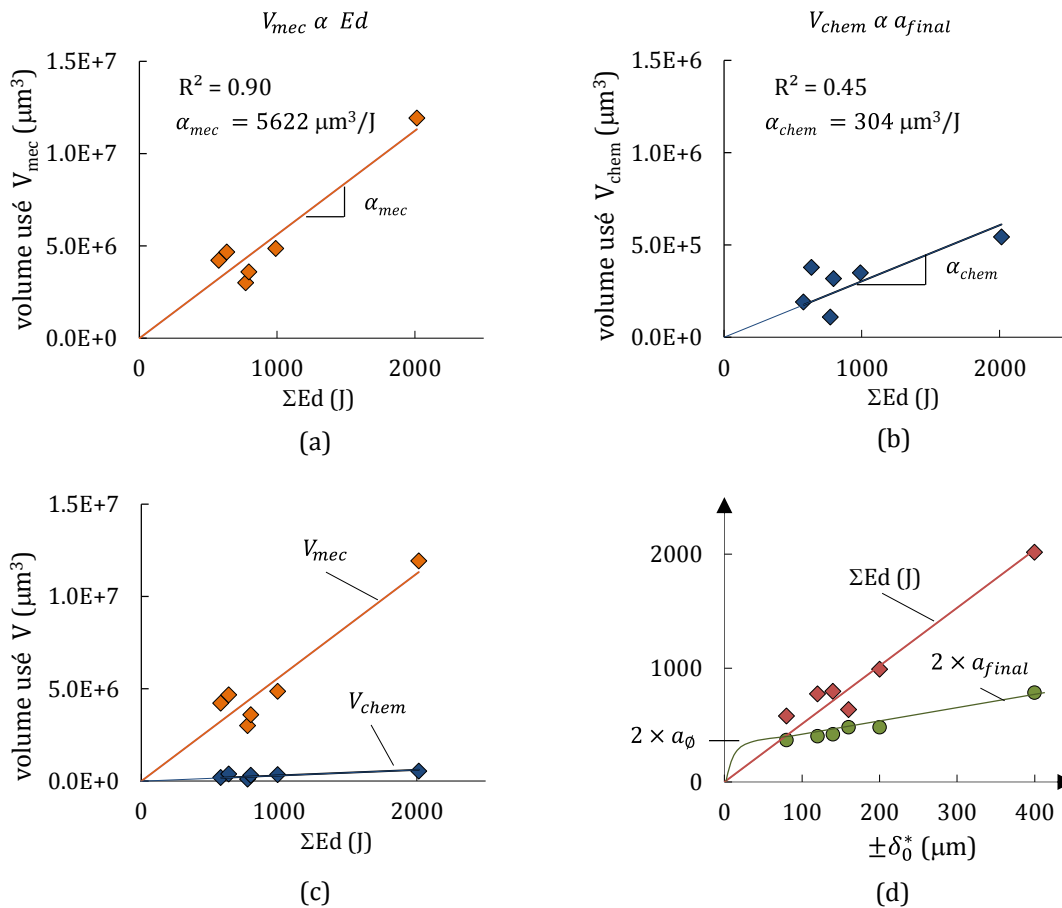


Figure IV-55 : Evolution du (a) volume d’usure mécanique V_{mec} et (b) chimique V_{chem} en fonction de l’énergie dissipée cumulée à potentiel libre pour $n = 2,9$; (c) comparaison entre la cinétique de la partie mécanique et celle de la partie chimique ; (d) évolution de l’énergie dissipée cumulée et du contact final a_{final} en fonction de l’amplitude de glissement δ_0^* .

Les deux lois sont linéaires et le coefficient énergétique d’usure mécanique α_{mec} ($5622 \text{ J}/\mu\text{m}^3$) est environ 20 fois supérieur au coefficient énergétique d’usure chimique α_{chem} ($304 \text{ J}/\mu\text{m}^3$). Il est normal d’observer une évolution linéaire du volume d’usure mécanique vis-à-vis de l’énergie de frottement dissipée. En revanche, l’évolution de la composante chimique est faible et dispersée ($R^2 = 0,45$). Ceci est probablement dû au fait que la composante « chimique » est associée à l’effet de l’amplitude de glissement qui tend à augmenter l’exposition de l’interface frottée au milieu corrosif, et non à l’énergie de frottement dissipée (Figure IV-55.d).

De plus, lorsque l’on calcule le rapport entre usure chimique et mécanique V_{chem} / V_{mec} , on trouve que ce dernier est bien inférieur à 0,1. Or d’après Stack et Abdulrahman [141] le domaine où le tribosystème subi une usure par corrosion se situe pour des valeurs comprises entre 0,1 et 1.

Ainsi, pour l’interface étudiée sphère/plan (alumine/304L) et dans ces conditions de chargement imposés à potentiel libre, la proportion d’usure corrosive du 304L estimée à 5 % peut être négligée, le processus d’usure mécanique étant prédominant.

IV.4.8. Conclusion intermédiaire

Dans la troisième partie de ce chapitre, l'étude des phénomènes tribocorrosifs d'un contact simplifié sphère/plan (alumine/304L) sous sollicitation de fretting simple a été développée.

- La validation du banc d'essai a été faite en suivant l'évolution de l'usure en fonction du potentiel imposé et en comparant les résultats obtenus à ceux de la littérature. Il est redémontré que :
 - le domaine cathodique est uniquement géré par de l'usure mécanique,
 - le domaine de transition entre cathodique et passif est majoritairement dominé par de l'usure mécanique,
 - le domaine passif est principalement dominé par de l'usure corrosive.

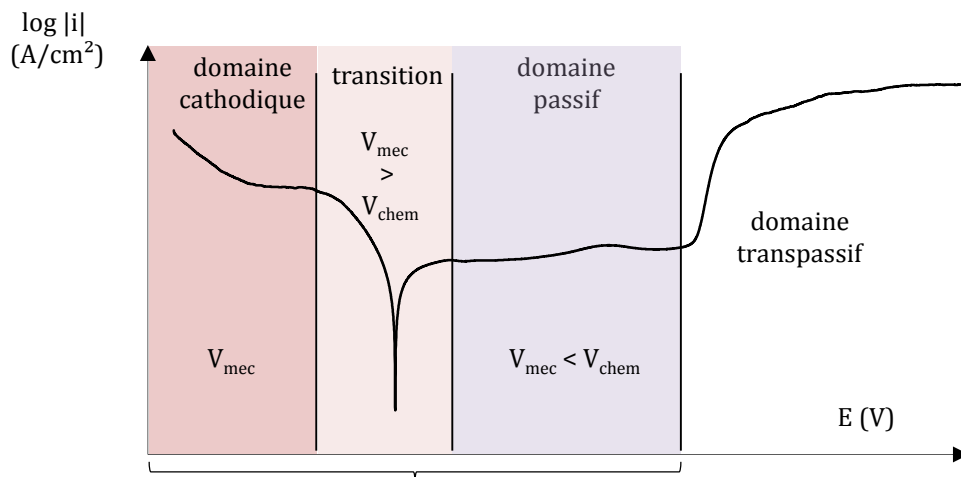


Figure IV-56 : Principaux résultats obtenus par l'influence du potentiel appliqué sur l'usure.

- L'influence de l'amplitude de glissement sur les volumes d'usure mécanique et chimique a aussi été étudiée à potentiel libre. On montre que l'usure mécanique représente 95 % de l'usure totale. On considère alors que la part d'usure chimique, ou corrosive, peut être négligée.

IV.5. Discussion & conclusion

Dans ce quatrième chapitre, deux études ont été réalisées en solution lithium-bore.

La première étude avait pour objectif d'analyser le comportement d'un contact cylindre/plan (316L nitruré/304L) sous chargement complexe en solution, en comparaison au milieu sec étudié dans le *Chapitre III*.

- En fretting sous chargement constant, il est montré que l'augmentation de l'amplitude de glissement, favorisant l'accès de la solution dans l'interface, augmente les phénomènes de tribocorrosion et donc le rendement énergétique de l'usure.
- Suite à l'étude de l'influence de la fréquence de fretting sur l'usure, il semblerait que seule la couche nanométrique du film passif soit endommagée à chaque glissement ($m = -0,5$).
- En fretting sous chargement variable, sous un seuil estimé à 0,66, le rapport de charge R_p a un effet non négligeable sur les mécanismes d'usure, engendrant des profils d'usure très particuliers dits en « *VVV-shape* ». On montre qu'une réduction du rapport de charge R_p tend à augmenter de façon significative la cinétique d'usure. L'hypothèse avancée est que la réactivité de l'environnement couplée à des mécanismes micro-fluidiques dans l'interface augmente considérablement les phénomènes tribocorrosifs dans le contact et donc l'usure ($\eta = -0,5$).
- Enfin, sous chargement complexe, les mécanismes micro-fluidiques opérant dans le contact sont perturbés par les fluctuations de la charge normale, ralentissant les phénomènes tribocorrosifs dans l'interface ($\omega = 0,3$).
- Afin de prendre en compte les effets de ces paramètres sur l'usure, une loi d'usure énergétique, suivant un modèle multiplicatif, est proposée :

$$V_{ND} = \alpha_{sol,l,ref}^* \times \left[\Sigma Ed \times \left(\frac{\delta_0}{\delta_{0,ref}} \right) \times R_f^{-0,5} \times R_p^{-0,5} \times R_t^{0,3} \right] \quad (IV-31)$$

Des essais réalisés pour des conditions différentes de celles utilisées pour calibrer le modèle semblent confirmer la stabilité du modèle et suggèrent un couplage entre les différentes contributions.

Comme nous avons émis l'hypothèse que des phénomènes tribocorrosifs importants opéraient dans l'interface, une étude plus formalisée portant sur la quantification de ces phénomènes a été réalisée en fretting-simple. Pour cela, un contact sphère/plan (alumine/304L) a été utilisé. En utilisant une méthode additive couramment utilisée dans le domaine ($V_{total} = V_{mécanique} + V_{chimique}$), on montre que l'usure mécanique représente 95 % de l'usure totale. La part d'usure chimique, ou corrosive, est donc négligeable. La conclusion de cette deuxième étude est en contradiction avec la première réalisée sous chargement complexe, qui montre au contraire une très forte dépendance du milieu traduite par les exposants η et ω sur le rapport de charge R_p et d'impulsion R_t .

Des pistes de réflexion sont à nouveau avancées afin d'expliquer cette incohérence. Pour cela, le Tableau IV-9 compare les contraintes mécaniques de Hertz mais aussi les paramètres d'essais qui ont été utilisés dans les deux études.

| | Chargement complexe | Tribocorrosion |
|--|--|--|
| contact | cylindre/plan | sphère/plan |
| matériaux | 316L nitruré/304L | alumine/304L |
| pression moyenne p_{moy} (MPa) | 115 | 973 |
| pression maximale p_{max} (MPa) | 147 | 1460 |
| contact Hertzien a_H (μm) | 12 | 48 |
| amplitude $\pm\delta_0^*$ | $\pm 80 \mu\text{m}$ | $\pm 80 \mu\text{m}$ à $\pm 400 \mu\text{m}$ |
| nombre de cycles N | 500 000 | 500 000 |
| fréquence de fretting (Hz) | 5 | 5 |
| distance glissée équivalente (m) | 160 | 160 à 800 |
| solution | 1 000 ppm de bore, 130 ppm de lithium (pH = 8,7) | |
| | Hypothèse : phénomènes corrosifs importants | Constat : phénomènes corrosifs négligeables |

Tableau IV-9: Comparaison des contraintes mécaniques de Hertz et des paramètres d’essais entre les deux campagnes réalisées dans ce chapitre.

Bien que les durées d’essais soient les mêmes, on constate que l’étude en tribocorrosion est beaucoup plus sévère au niveau du chargement imposé. En effet, de par la géométrie de contact et les matériaux qui diffèrent d’une étude à l’autre, un facteur 10 est noté sur la pression maximale p_{max} de contact. Or, de nombreux auteurs ([9], [142], [143]) ont montré que la pression moyenne avait une influence non négligeable sur le domaine d’usure dans lequel se trouve le contact (Figure IV-57).

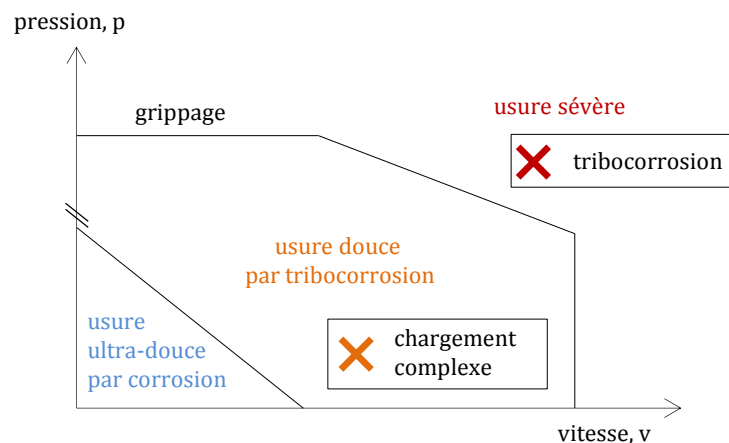


Figure IV-57 : Allure qualitative du domaine de tribocorrosion en fonction de la pression et de la vitesse de sollicitation [9].

Il se pourrait donc que sous chargement complexe, nous nous trouvons dans un domaine d'usure douce par tribocorrosion, alors que pour l'étude dédiée à la tribocorrosion nous sommes dans un domaine d'usure sévère.

De même, la gamme d'amplitude de glissement imposée n'est pas la même pour les deux études : sous chargement complexe, seule l'amplitude de glissement de $\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$ a été étudiée ($\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$) alors que pour l'étude dédiée à la tribocorrosion les amplitudes allaient jusqu'à $\delta_0^* = \pm 400 \mu\text{m}$. Cette observation nous amène à penser que sous chargement complexe, la petite amplitude de glissement utilisée nous a conduit à créer un milieu confiné au niveau de l'interface.

Dans les deux études, la présence répétée d'oxydes en bordures de trace nous permettent de confirmer que l'usure procède au moins en partie, d'un phénomène de pile électrochimique. Dans le cas du contact cylindre/plan - cas le moins chargé mécaniquement - nous proposons le scénario¹ suivant (Figure IV-58).

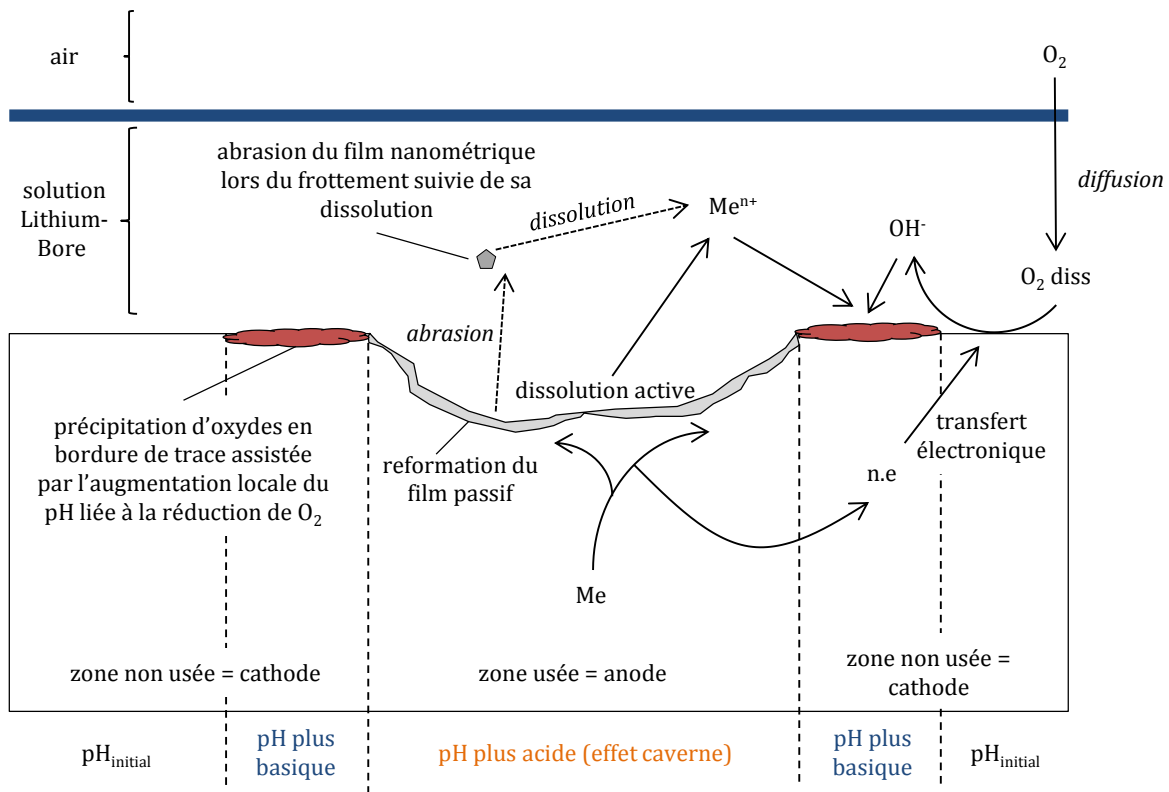


Figure IV-58 : Schéma de la pile de corrosion au potentiel libre.

Etant en milieu aéré, l'oxygène de l'air se dissous dans la solution lithium-bore vis une réaction de diffusion. Après le glissement du cylindre nitruré et la suppression du film nanométrique recouvrant la surface du plan en 304L, cette dernière se ré-oxyde, produisant alors des électrons. Ces électrons sont consommés par la réduction d'oxygène en bordure de trace. Cette réaction produit alors des ions

¹ Le scénario ici est simplifié car en réalité, sous sollicitation de fretting, une partie du contact est « cachée » par le contre-corps. Si ce contre-corps est métallique, d'autres réactions ont alors lieu.

hydroxydes et conduit à un pH légèrement plus élevé en bordure de trace. Les ions métalliques en solution, issus de l'abrasion du film passif par le passage du cylindre ou bien de la dissolution du métal mis à nu, sont moins solubles en milieu basique. Ils ont alors tendance à précipiter en bordure de trace. Enfin, le fait de travailler en milieu « confiné » (petites amplitude de glissement), peut engendrer une diminution du pH dans le contact du aux mécanismes de dissolution opérant dans cette zone, rendant le milieu plus propice aux phénomènes tribocorrosifs. Ce phénomène a entre autre été mis en avant par Geringer [132].

Dans nos deux cas, on constate que les rayons de contacts initiaux a_H et finaux a_f sont très différents :

- pour l'étude de fretting (cylindre 316L nitruré/plan 304L), nous avons :

$$a_{H,fretting} = 12 \mu m \quad \text{et} \quad a_{f,fretting} = 170 \mu m$$

- pour le contact sphère alumine/plan 304L utilisé en tribocorrosion, nous avons :

$$a_{H,tribo} = 48 \mu m \quad \text{et} \quad a_{f,tribo} = 385 \mu m$$

Afin de quantifier l'effet de confinement, on considère le ratio de confinement suivant :

$$c = \frac{\delta_0}{a} \quad \text{(IV-32)}$$

Ainsi, pour le contact cylindre/plan (316LN/304L), nous obtenons :

$$c_{H,fretting} = 80/12 \approx 6,6 \quad \text{et} \quad c_{f,fretting} = 80/170 \approx 0,47$$

Et pour le contact de tribocorrosion nous obtenons respectivement :

$$c_{H,tribo} = 400/48 \approx 8,3 \quad \text{et} \quad c_{f,tribo} = 400/385 \approx 1,03$$

L'usure du contact est relativement rapide pour les deux cas. Il est donc possible de se limiter à la comparaison de l'état final de l'interface :

- l'interface de fretting présente un coefficient de confinement plus faible (facteur 2 par rapport à l'interface en tribocorrosion), ce qui pourrait expliquer un confinement de solution plus important dans cette configuration et une réponse en termes d'usure corrosive plus marquée.
- En revanche, l'étude en tribocorrosion sphère/plan se rapproche quant à elle d'une configuration de *reciprocating-sliding*. Le contact n'étant pas dans une condition de confinement, il n'y a probablement pas de modification de pH dans l'interface, et l'usure mécanique est donc prédominante (Figure IV-59.a).

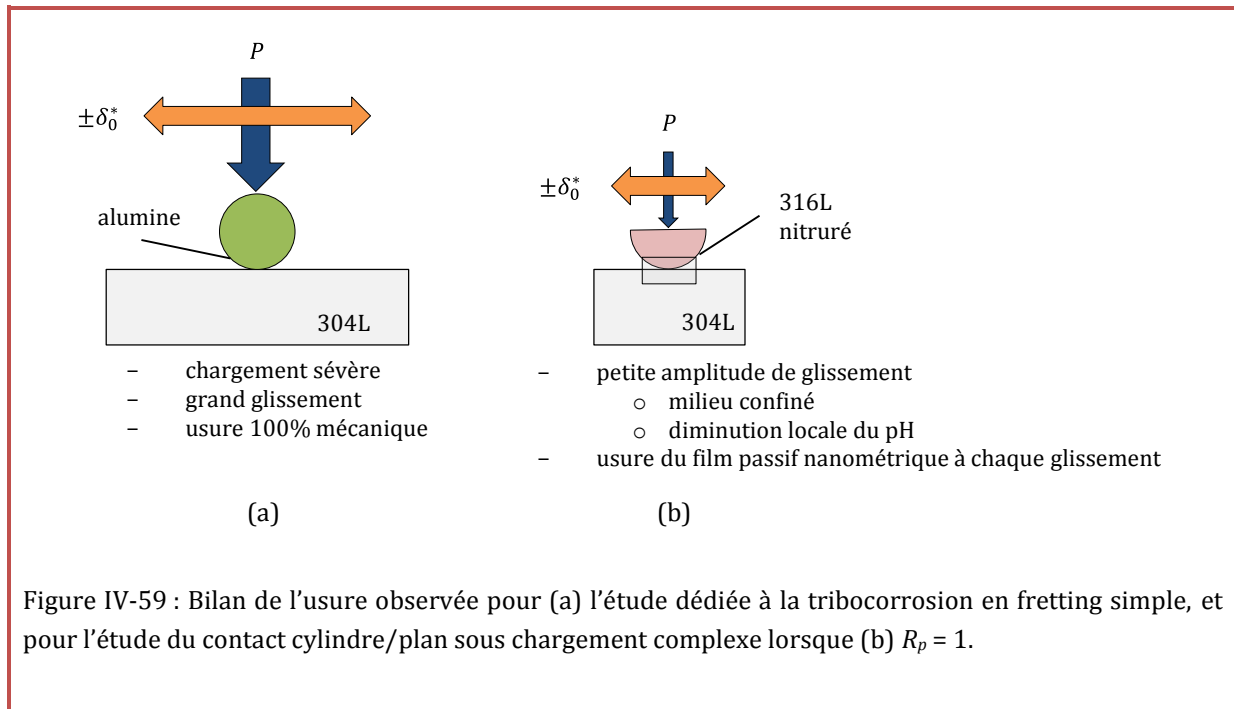


Figure IV-59 : Bilan de l'usure observée pour (a) l'étude dédiée à la tribocorrosion en fretting simple, et pour l'étude du contact cylindre/plan sous chargement complexe lorsque (b) $R_p = 1$.

Enfin, la nature des matériaux peut aussi jouer sur l'usure corrosive. En effet, dans l'étude en fretting (contact cylindre/plan), les deux contre-corps sont métalliques (316L nitruré et 304L), alors qu'en tribocorrosion, seul le plan est en 304L, la bille étant en alumine. Des « transferts d'électrons » peuvent alors avoir lieu dans le contact cylindre/plan, favorisant d'autant plus une usure « chimique » alors que pour le contact utilisé en tribocorrosion, ces « ponts » supplémentaires sont absents en vertu du matériau inerte qu'est l'alumine.

Pour conclure, les quelques pistes de réflexion proposées dans ce chapitre pour tenter d'expliquer les effets de la fréquence de fretting f_f , du rapport de charge R_p , et du rapport d'impulsion R_i pour le contact étudié sous chargement complexe, mais aussi celles proposées pour expliquer la différence entre les deux études (étude sous sollicitation complexe vs. étude en tribocorrosion), soulignent d'elles-mêmes l'importance d'étudier le phénomène de manière pluridisciplinaire. On rappelle qu'aucune de ces pistes proposées n'est entièrement consolidée et ne sont que des hypothèses construites à partir de la corrélation entre les approches d'autres auteurs et celle de nos propres travaux.

Chapitre V Modélisation de l'usure sous Cast3m

| | |
|---|-----|
| V.1. Introduction..... | 180 |
| V.2. Modèle éléments finis | 181 |
| V.2.1. Description du modèle..... | 181 |
| V.2.2. Mécanisme de calcul d'usure et application d'usure sous Cast3m | 183 |
| V.3. Comparaison expérimental – numérique..... | 185 |
| V.3.1. Relation entre paramètres d'essais, de simulation et temps de calcul | 185 |
| V.3.2. Validation du code et introduction du travail à iso-énergie | 186 |
| V.3.3. Simulation des essais expérimentaux..... | 188 |
| V.3.3.1. Fretting sous chargement constant | 189 |
| V.3.3.2. Fretting sous chargement variable | 192 |
| V.4. Conclusion | 194 |

V.1. Introduction

Les essais expérimentaux permettent de mettre en avant de nombreux phénomènes, tels que l'usure abrasive, l'usure adhésive, l'oxydation et les effets corrosifs de l'environnement sur les surfaces, etc. Cependant, ils restent très coûteux d'une manière générale. Pour y remédier, des modélisations sont alors régulièrement mises en place pour permettre d'étudier de nombreux paramètres, et ce de façon fiable et rapide. Dans ces travaux, il a été choisi d'utiliser Cast3m, un code élément fini développé par le CEA, afin de simuler l'usure du plan 304L par le cylindre nitruré en solution lithium-bore.

Dans un premier temps, le principe général du code d'usure développé sous Cast3m est présenté. Puis, une deuxième partie porte sur la validation de ce code d'usure, en comparant entre elles les données expérimentales et numériques pour deux cas de chargement. Nos cas expérimentaux se situant aux limites des cas simulables, le principe du travail à iso-énergie est alors introduit. Ce principe, couplé à la loi d'usure établie dans le *Chapitre IV*, est par la suite utilisé pour simuler des cas d'usure par fretting sous chargement constant ($R_p = 1$) et sous chargement variable ($R_p = 0,1$).

V.2. Modèle éléments finis

V.2.1. Description du modèle

Un programme numérique a été développé sous Cast3m pour prévoir la durabilité du contact en accord avec les résultats expérimentaux précédemment obtenus. L'objectif ici est de prédire les profils d'usure et plus précisément la profondeur d'usure maximale. Pour cela, le modèle d'usure « WearBox » mis en place par Garcin *et al.* et décrit dans [56] a été utilisé. La partie usure de ce modèle, qui permet de simuler la compétition entre la fissuration et l'usure en fretting via un modèle Abaqus couplé à un code Matlab, a été transposée au code Cast3m. La Figure V-1 décrit les conditions aux limites et les zones en contact (contact de type Maître-Esclave) qui ont été établies pour reproduire les chargements expérimentaux.

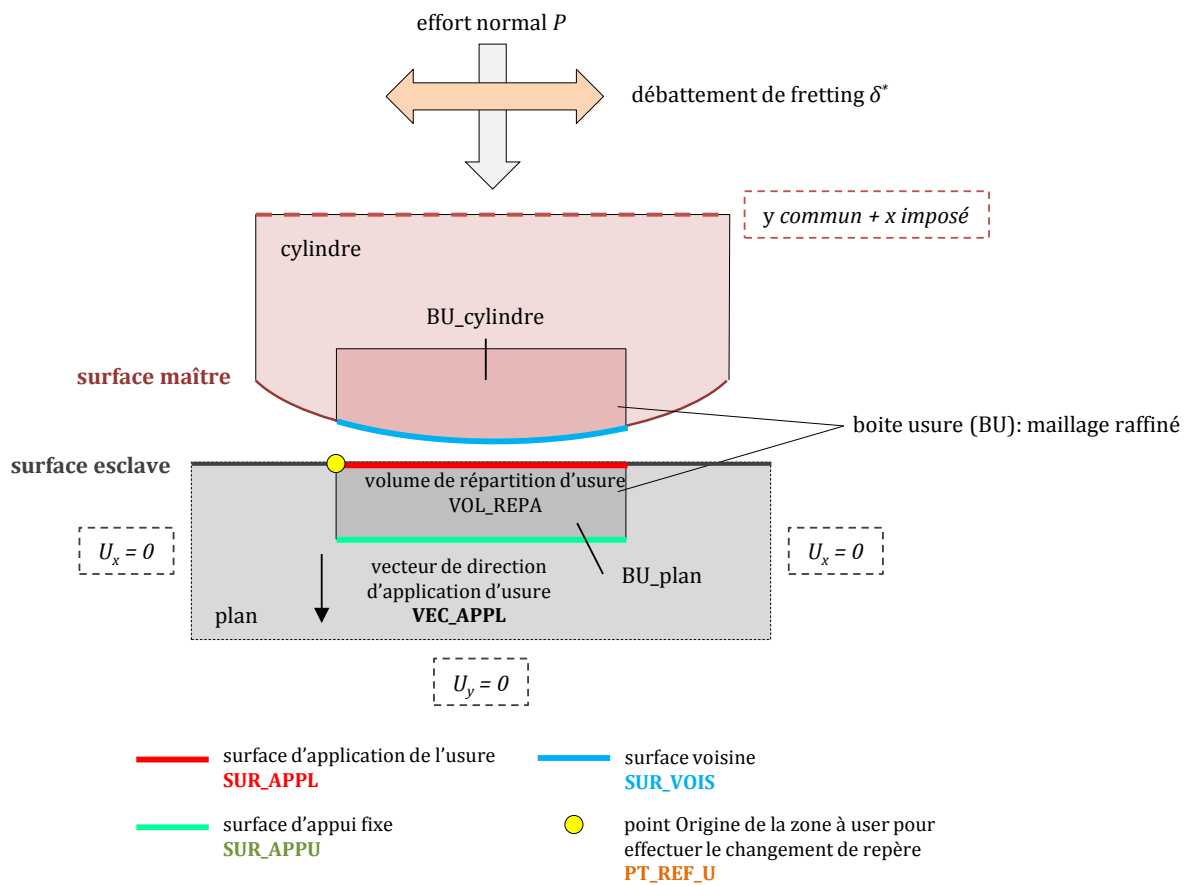


Figure V-1 : Conditions aux limites et chargements appliqués.

En ce qui concerne les conditions aux limites, le plan est encasté et le cylindre est contraint en déplacement (mouvement de fretting $\pm \delta^*$) suivant l'axe x couplé à un chargement normal imposé (P) suivant l'axe y . Tel que défini, le modèle 2D a une troisième dimension équivalente à 1 mm : les charges renseignées en N (Newton) sont donc équivalentes à des charges réelles en (N/mm). La Figure V-2 présente les rampes de chargements de l'effort normal P et de l'amplitude de déplacement imposée δ^* pour les deux sollicitations étudiées :

- le cas de fretting-simple où l'effort normal P est constant durant le cycle de fretting (Figure V-2.a),

- et le cas de fretting sous chargement variable, où l'effort P fluctue entre une valeur minimale et maximale (Figure V-2.b).

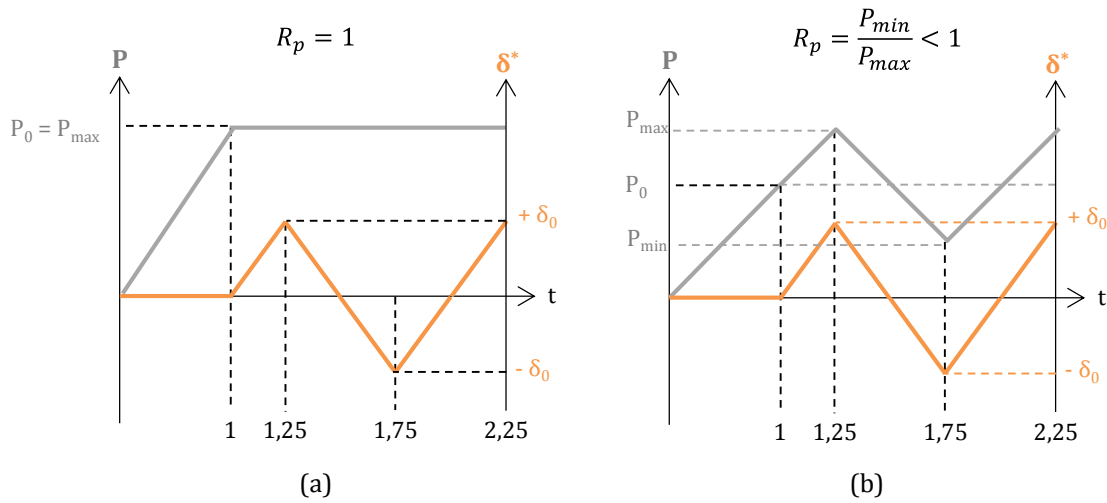


Figure V-2 : Rampes de chargement : effort normal P et amplitude de débattement δ dans le cas d'une sollicitation de (a) fretting simple ($R_p = 1$) et (b) de fretting sous chargement variable ($R_p = 0,1$).

Les boîtes d'usure (BU), telles que définies sur la Figure V-1, correspondent à la zone du maillage affectée par l'usure. Le maillage de ces zones se doit de pouvoir décrire fidèlement l'intersection de contact. Ainsi, leur largeur doit être supérieure à la largeur de la trace d'usure attendue, et la présence d'une quinzaine d'éléments dans l'interface de contact initial (sans usure) est nécessaire.

Du côté des lois matériaux, deux lois élastiques isotropes homogènes sont considérées (Tableau II-1).

La simulation de l'usure et des profils usés nécessitent l'intégration de la cinétique d'usure de chaque matériau. Dans ce chapitre, nous avons comme objectif de simuler l'usure du contact en solution lithium-bore. Dans cet environnement, l'usure est unilatérale : seul le plan en $(304L)_P$ est usé. La cinétique d'usure a été définie expérimentalement à la section 0 telle que :

$$V_{ND} = \alpha_{sol1, ref}^* \times \left[\Sigma Ed \times \left(\frac{\delta_0}{\delta_{0, ref}} \right) \times (R_f)^{-0,5} \times R_p^{-0,5} \times R_i^{0,3} \right] \quad (V-1)$$

avec $\alpha_{sol1, ref}^*$ le coefficient énergétique d'usure ($4\,720\ \mu\text{m}^3/\text{J}$) associé à la condition de chargement de référence, $\delta_{0, ref}$ l'amplitude de glissement de référence ($\delta_0^* = \pm 80\ \mu\text{m}$) et $f_{f, ref}$ la fréquence de fretting de référence (5 Hz). Cependant, de manière abusive on considère ici l'énergie globale dissipée par friction pour les deux interfaces, alors qu'en réalité il y a une partition de l'énergie dissipée entre les deux parties (Figure V-3).

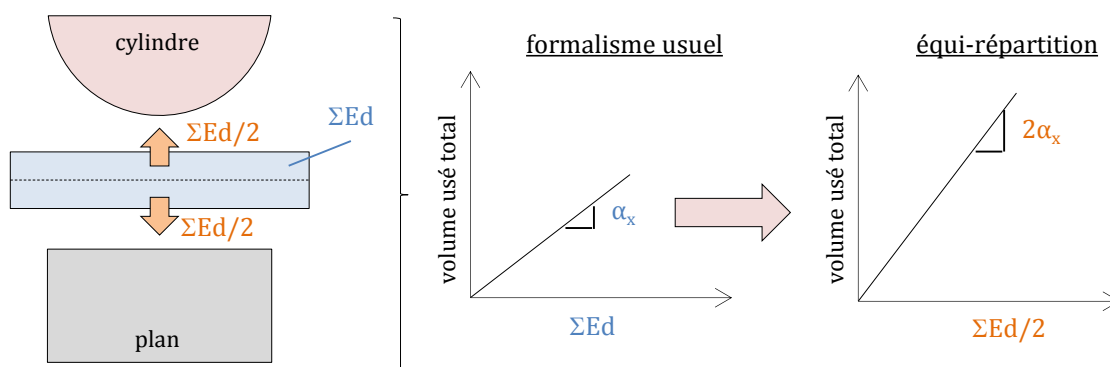


Figure V-3 : Hypothèse d'équipartition énergétique.

Il est alors possible de faire l'hypothèse que l'énergie dissipée totale dans l'interface est équitablement répartie dans le contact : la moitié de cette énergie est dissipée dans le cylindre, l'autre moitié dans le plan. Cette hypothèse est usuellement appliquée en simulation numérique, implique que l'équipartition ne dépend ni du taux d'usure, ni du processus d'endommagement de l'interface. Ce principe d'équipartition à 50 % se répercute seulement sur le coefficient énergétique d'usure α par un facteur 2 :

$$\Delta h_{(i)}(x) = \beta_{(i)} \times 2\alpha_{sol1,ref}^* \times \phi_{(i)}(x) \quad (V-2)$$

avec $\Delta h_{(i)}(x)$ la profondeur locale d'usure générée pendant la $i^{\text{ème}}$ itération numérique, $\alpha_{sol1,ref}^*$ le coefficient énergétique d'usure, $\beta_{(i)}$ le facteur d'accélération relatif à la $i^{\text{ème}}$ itération numérique et $\phi_{(i)}(x)$ la densité d'énergie de frottement lors de la $i^{\text{ème}}$ itération numérique, à la position x . Le facteur d'accélération β permet de réduire le nombre de cycles de fretting simulés. Le nombre de cycles de fretting réel N est alors donné par :

$$N = \sum_{i=1}^M \beta_{(i)} \quad (V-3)$$

avec M le nombre de cycles numérique de fretting. Le paramètre $\beta_{(i)}$ est optimisé via la procédure décrite dans [60]. Ainsi, pour simuler N cycles réels, seuls M cycles numériques seront nécessaires ($N = M\beta$).

V.2.2. Mécanisme de calcul d'usure et application d'usure sous Cast3m

Le code¹ d'usure a été développé sous Cast3m par l'intermédiaire de procédures utilisateurs appelées au cours du calcul via la procédure PROCEDURE_PERSO1. Pour chaque boîte d'usure, définie par l'utilisateur, est associée une table contenant toutes les informations nécessaires pour le calcul de l'usure. Celles-ci comportent les entités géométriques détaillées dans la Figure V-1 et des paramètres scalaires tels que le facteur d'accélération β , le coefficient d'usure α et le coefficient de frottement μ .

Le calcul du profil d'usure se fait par la multiplication du profil de densité d'énergie dissipée par friction ϕ obtenu sur la surface d'application (**SURF_APPL**) par le coefficient d'usure α et le facteur d'accélération β (cf. éq. (V-2)).

¹ Ce code d'usure a été développé en collaboration avec S. Garcin et l'équipe Cast3m du CEA Saclay.

Numériquement, l'usure est prise en compte par réduction du volume des éléments des boîtes d'usure. Localement, cela se traduit par un simple déplacement des nœuds. La Figure V-4 illustre la méthode d'application du profil d'usure

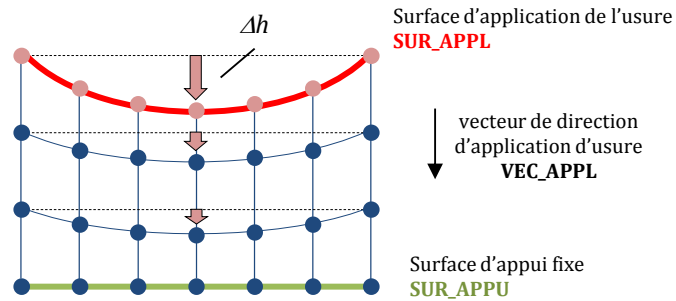


Figure V-4 : Illustration de la translation progressive des nœuds dans la profondeur pour simuler l'usure du plan pour le volume de répartition.

Les nœuds en surface se voient appliquer strictement le profil d'usure calculé, mais les nœuds en profondeur sont également déplacés. En effet, pour préserver la qualité et l'homogénéité du maillage, on se doit de « répartir linéairement » le profil d'usure entre l'interface de contact (SUR_APPL) et le fond de la boîte d'usure (SUR_APPU). Cette répartition se fait selon la direction donnée par le vecteur d'application d'usure (VEC_APPL).

V.3. Comparaison expérimental – numérique

V.3.1. Relation entre paramètres d’essais, de simulation et temps de calcul

Le Tableau V-1 liste les relations existantes entre les paramètres d’essais (P et δ) et les paramètres numériques (taille de maille TM et nombre d’incrément n_{incr}).

| Paramètres d’essais | Paramètres numériques | Principe d’évaluation |
|----------------------|---------------------------------|--|
| force normale, P | taille de maille, TM | $TM = \frac{a_H}{15}$ |
| glissement, δ | incrément par cycle, n_{incr} | $n_{incr} \approx 2 \times \frac{2\delta_0}{TM}$ |

Tableau V-1: Relation entre les paramètres d’essais, les paramètres numériques et les principes d’évaluation.

On note alors que :

- la taille de maille TM dépend indirectement de la force normale P au travers de l’évaluation de la taille de contact Hertzienne a_H , où un minimum de 15 éléments est nécessaire dans le contact initial afin que le calcul puisse converger ;
- le nombre d’incrément n_{incr} est fonction de l’amplitude de glissement δ_0 et de la taille de maille TM , et donc indirectement de la force normale P ;
- le temps de calcul t_c et la taille de maille sont liés. Ce temps est alors doublement influencé : une première fois par la taille de maille elle-même, mais aussi par le nombre d’incrément nécessaires pour simuler un cycle de fretting. Une maille ayant deux degrés de liberté (car problème numérique en 2D), le temps de calcul t_c est proportionnel à l’inverse de la taille de maille au carré. En ajoutant l’influence du nombre d’incrément, il se retrouve alors être proportionnel à l’inverse de la taille de maille au cube :

$$t_c \propto \frac{1}{TM^3} \tag{V-4}$$

Un faible chargement impliquera des mailles de petite taille et donc des temps de calculs particulièrement long. Le problème rencontré lors de la simulation de nos essais expérimentaux peut donc se résumer par l’encadré récapitulatif suivant :

{ zone de contact initiale = maille de petite taille
 { grand glissement = nombre d’incrément importants
 { maille de petite taille + nombre d’incrément importants = temps de calcul allongé

V.3.2. Validation du code et introduction du travail à iso-énergie

Afin de réduire les temps de calculs, on propose d’introduire le *principe du travail à iso-énergie* [P-N]- δ qui consiste à jouer sur les paramètres d’essais (P , N) qui régissent l’énergie dissipée cumulée. Ainsi, en appliquant ce principe, on augmente la charge normale P (ce qui permet d’augmenter la taille de maille) pour diminuer N sans modifier la valeur du déplacement imposé δ_0 :

$$\Sigma Ed = \left[2 \times \mu_e \times \delta_0 \times (1 + R_p) \right] \times \underbrace{P_{\max} \times N}_{[P-N]-\delta} \quad (V-5)$$

Afin de valider ce principe, un cas test expérimental plus chargé et ayant un nombre de cycles plus réduit a été réalisé, afin de rester dans des temps de calculs raisonnables. Pour cela, une charge $P = 10$ N/mm, une amplitude de glissement de $\delta_0^* = \pm 80 \mu m$ et un nombre de cycles $N = 100\,000$ ont été imposés. Numériquement, 3 simulations ont été réalisées avec les paramètres présentés dans le Tableau V-2.

| | Cas réel | Principe [P-N]- δ | |
|---------------------------------|-----------|--------------------------|-----------|
| Simulation | D80 – P10 | D80 – P20 | D80 – P50 |
| δ_0^* (μm) | ± 80 | ± 80 | ± 80 |
| P (N/mm) | 10 | 20 | 50 |
| N | 100 000 | 50 000 | 20 000 |
| $\Sigma Ed_{\text{totale}}$ (J) | 147,2 | 147,2 | 147,2 |
| ΣEd_{plan} (J) | 73,6 | 73,6 | 73,6 |

Tableau V-2 : Paramètres de simulation pour la validation du principe du travail à iso-énergie.

Aussi, le principe d’équipartition introduit précédemment a été appliqué (cf. V.2.1) tel que

$$V_{(304L)_p} = 2 \alpha_{num} \times \Sigma Ed_{(304L)_p} \quad (V-6)$$

Dans un premier temps, pour valider le modèle numérique utilisé, la Figure V-5 compare un cycle de fretting expérimental au cycle de fretting issu de la modélisation du cas réel (D80 – P10).

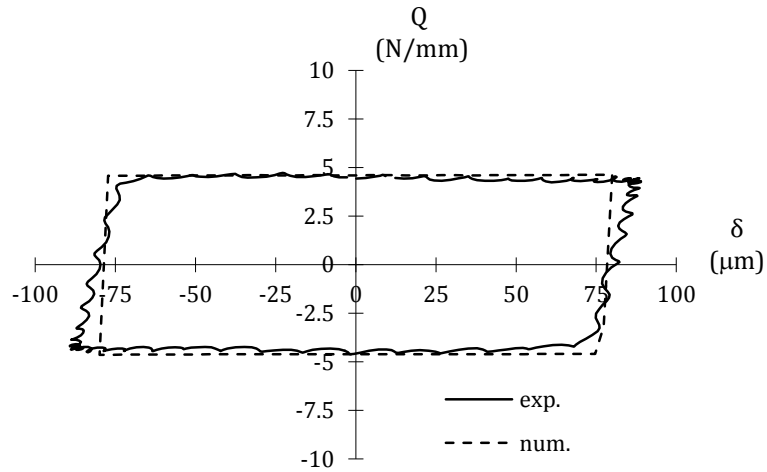


Figure V-5 : Comparaison d'un cycle de fretting expérimental et simulé en fretting simple ($\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$, $P = 10 \text{ N/mm}$, 100 000 cycles).

On observe une bonne corrélation entre les deux cycles de fretting. En effet, les aires expérimentale et numérique sont identiques, tout comme l'amplitude de glissement δ_0 dans l'interface. La Figure V-6.a illustre l'évolution des profils de densité d'énergie et les profils d'usure pour le cas simulé avec les paramètres réels ($\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$, $P = 10 \text{ N/mm}$, 100 000 cycles (D80 - P10)).

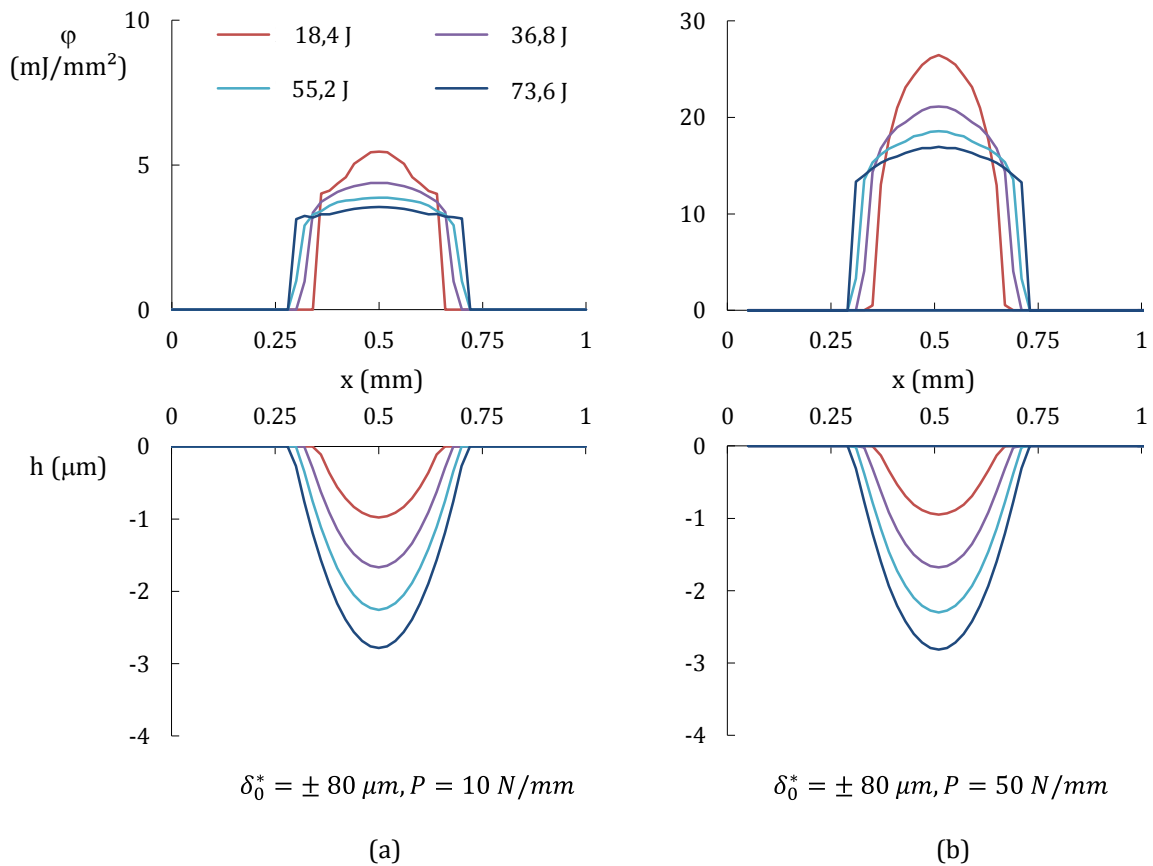


Figure V-6 : Comparaison des profils d'énergie et d'usure pour deux cas simulés : (a) le cas réel D80-P10 et (b) un cas à iso-énergie [P-N]- δ (D80 - P50).

Les profils d'énergie sont très stables, ne présentent pas de distorsions et s'aplatissent au fur et à mesure que la zone de contact s'élargit. Enfin, on montre une bonne corrélation entre tous les profils simulés (D80 – P10) et celui obtenu expérimentalement (Figure V-7).

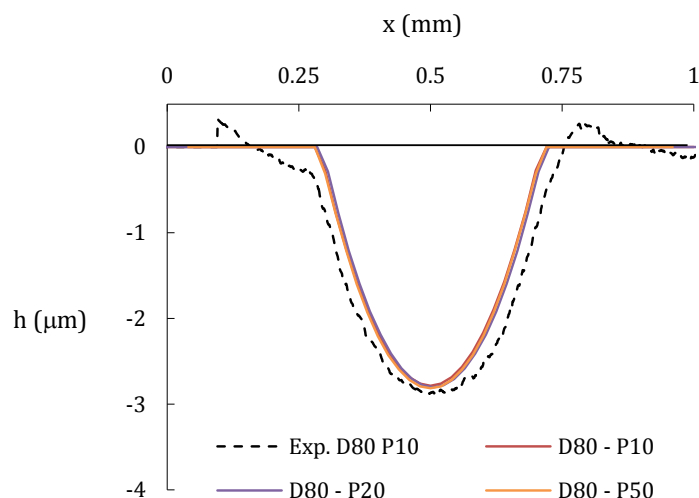


Figure V-7 : Comparaison entre le profil d'usure obtenu expérimentalement (exp), et les profils d'usure obtenus par simulation numérique.

La différence entre les deux profils (expérimental et numérique) s'explique par le choix du coefficient d'usure énergétique. En effet, c'est le coefficient d'usure général ($\alpha_{sol,ref}^* = 4720 \mu\text{m}^3/\text{J}$) qui a été appliqué et non celui propre à l'essai.

En ce qui concerne les simulations réalisées à iso-énergie conduites selon le **principe [P-N]- δ** , un profil d'usure similaire à celui issu des paramètres réels est obtenu, quelle que soit la charge normale P imposée :

- on note plus précisément une différence maximale de 0,9 % entre les profils expérimental et numérique (correspondant à un écart de 24 nm en profondeur) entre le cas simulé avec les paramètres réels (D80 –P10) et celui avec la charge la plus importante (D80 – P50).
- de plus, il est intéressant de remarquer que bien que les profils de densité d'énergie ne soient pas comparables à iso-énergie, les profils d'usure sont similaires aux temps relevés (Figure V-6.a et b), indiquant que l'accommodation du contact s'est faite rapidement.
- l'erreur entre les deux profils obtenus numériquement est considérée comme négligeable ce qui valide le principe [P-N]- δ et permet un gain de temps conséquent sur les simulations.

Dans la suite de cette étude numérique, le principe du travail à iso-énergie [P-N]- δ est donc utilisé.

V.3.3. Simulation des essais expérimentaux

Le modèle numérique ayant été préalablement validé par le biais d'un autre code de calcul, la comparaison entre essais expérimentaux et simulation numérique se déroule en deux temps :

- dans un premier temps, la condition de fretting-simple ($R_p = 1$) est simulée dans le but de confirmer notre mode d'usure abrasif à deux corps ;

- puis, les mêmes étapes sont réalisées sous chargement variable ($R_p < 1$).

V.3.3.1. Fretting sous chargement constant

Afin de simuler les profils d'usure sous chargement constant, la loi d'usure préalablement établie dans le *Chapitre IV* couplée au principe d'équipartition est utilisée :

$$V_{(304L)P} = \alpha_{num} \times \left(\left[\Sigma Ed \times \left(\frac{\delta_0}{\delta_{0,ref}} \right) \right] / 2 \right) \quad (V-7)$$

avec $\alpha_{num} = 2\alpha_{sol1,ref}^*$, $\alpha_{sol1,ref}^* = 4\,720 \mu\text{m}^3/\text{J}$, et $\delta_{0,ref}$ l'amplitude de référence ($\delta_{0,ref} = 80 \mu\text{m}$). Différentes amplitudes de glissement sont simulées. A chaque gamme d'amplitude, le coefficient de frottement déterminé expérimentalement est appliqué tel que (cf. IV.2.1):

- pour $\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$, $\mu_e = \mu_{e,I} = 0,8$;
- pour $\delta_0^* \geq \pm 140 \mu\text{m}$, $\mu_e = \mu_{e,III} = 0,33$.

Enfin, dans le but d'accélérer les simulations, le principe de travail à iso-énergie [P-N]- δ est appliqué. Ainsi, toutes les simulations sont réalisées avec une charge normale P de 30 N/mm au lieu de 3 N/mm. Dans un premier temps, la comparaison entre expérimental/numérique consiste à corrélérer les volumes usés expérimentaux avec ceux obtenus par simulation numérique. La Figure V-8 expose une corrélation satisfaisante entre volumes expérimentaux et simulés.

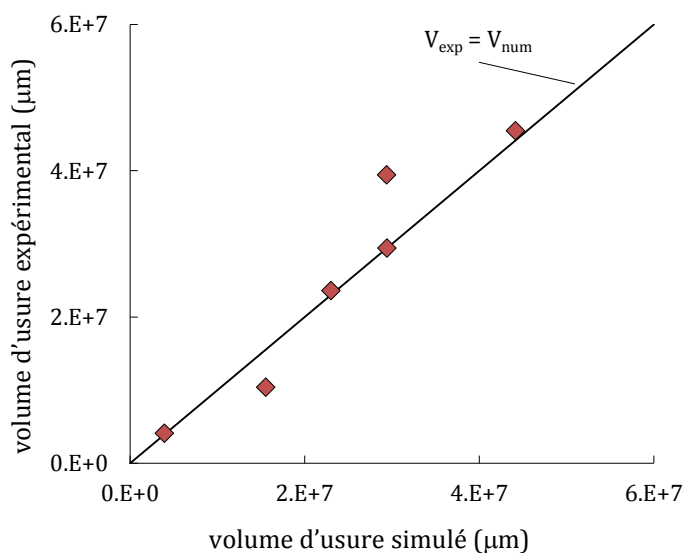


Figure V-8 : Comparaison des volumes usés expérimentaux et simulés pour le plan (304L)_P sous chargement constant ($R_p = 1$).

Les écarts entre données expérimentales et numériques sont en accord avec la dispersion de la loi d'usure obtenue expérimentalement (cf. Figure IV-6).

L'objectif principal de ce travail étant de modéliser les endommagements locaux de l'interface, nous souhaitons pouvoir prédire la profondeur d'usure maximale du plan 304L. En effet, il s'agit d'un critère déterminant dans la prédiction de la durée de vie d'un composant de réacteur nucléaire soumis à des sollicitations de fretting usure. La Figure V-9 compare les profils usés expérimentalement et numériquement pour deux conditions d'essais.

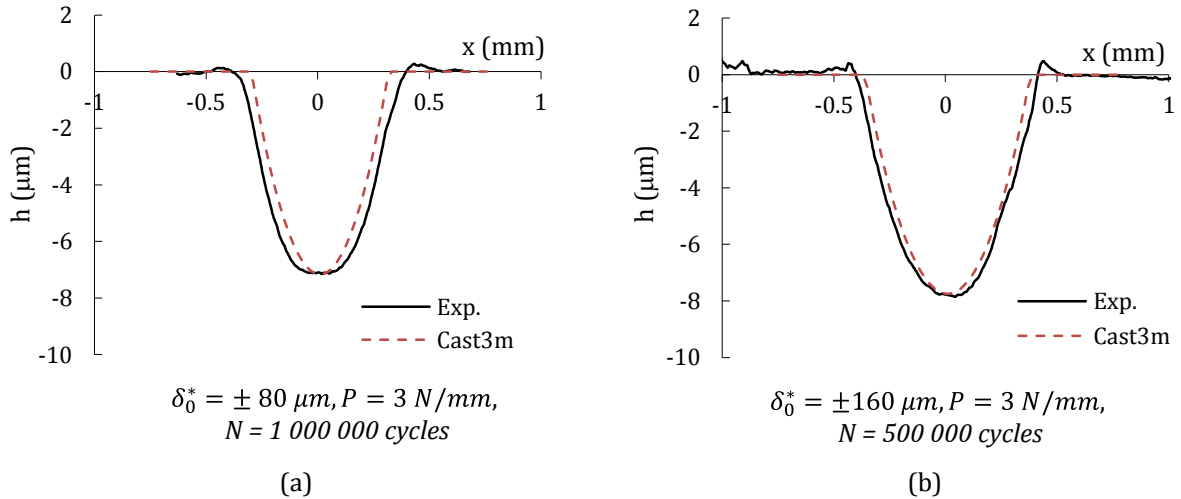


Figure V-9 : Comparaison des profils usés expérimentaux et simulés avec le principe d'iso-énergie du plan (304L)_P à (a) $\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}, P = 3 \text{ N/mm}, 1\,000\,000 \text{ cycles}$ et (b) $\delta_0^* = \pm 160 \mu\text{m}, P = 3 \text{ N/mm}, 500\,000 \text{ cycles}$.

La première condition (Figure V-9.a) correspond à un cas où l'amplitude de glissement est de $\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$. L'application de cette amplitude de glissement nécessite uniquement l'application du coefficient d'usure énergétique numérique α_{num} . Une très bonne corrélation entre profil expérimental et numérique est obtenue.

La deuxième condition (Figure V-9.b) correspond à un essai où l'amplitude de glissement est de $\delta_0^* = \pm 160 \mu\text{m}$. Pour cette amplitude de glissement, le volume usé s'exprime en fonction de l'énergie dissipée cumulée réduite. Il est donc nécessaire de transposer l'influence de δ_0 non plus sur l'énergie dissipée cumulée mais sur le coefficient d'usure énergétique numérique α_{num} :

$$\alpha(\delta_0 \geq 80) = \alpha_{num} \times \left(\frac{\delta_0}{\delta_{0,ref}} \right) \quad (\text{V-8})$$

Là aussi, une très bonne corrélation entre profils expérimental et numérique est obtenue. Pour finir, la Figure V-10 compare les profondeurs usées maximales obtenues expérimentalement et numériquement. Les résultats sont très satisfaisants, la dispersion de certains points étant en cohérence avec la Figure V-8.

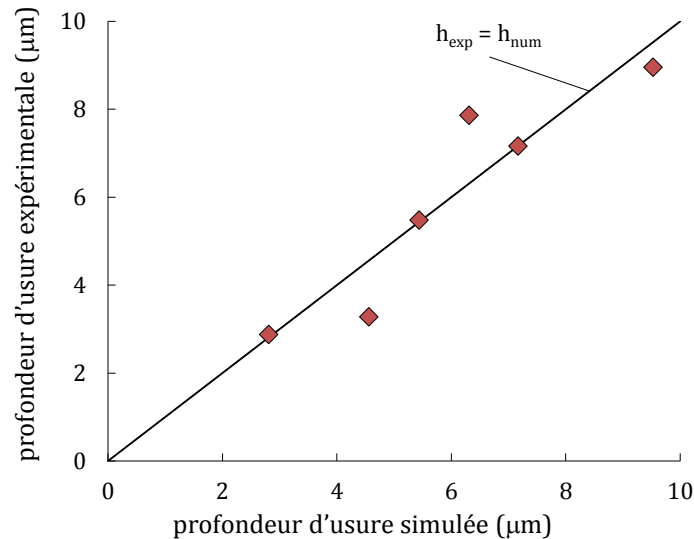


Figure V-10 : Comparaison des profondeurs usées expérimentales et simulées pour le plan (304L)_p sous chargement constant ($R_p = 1$).

Le modèle numérique permet de prédire la profondeur d'usure. Les résultats permettent aussi de valider les deux hypothèses fortes posées initialement :

- l'énergie dissipée dans l'interface est équitablement répartie entre le cylindre et le plan. Cette répartition énergétique ne dépend ni des conditions d'essais, ni de la cinétique d'usure des matériaux en contact.
- la superposition quasi-parfaite des profils usés expérimentaux et simulés confirme qu'on est bien en présence d'une usure abrasive à deux corps où seul le plan en 304L s'use. Le fonctionnement du principe d'usure à iso-énergie souligne aussi le fait que l'usure est de type géométrique : les bords du profil d'usure du plan coïncident avec la référence du cylindre nitruré.
- L'approche énergétique globale (volume d'usure) peut être transposée au niveau local (profondeur d'usure). Autrement dit, le coefficient énergétique global déduit de la cinétique d'usure volumique peut être appliqué localement pour prédire la profondeur d'usure en chaque point du contact à partir de la densité d'énergie dissipée en ce même point.

V.3.3.2. Fretting sous chargement variable

La Figure V-11 compare un cycle de fretting expérimental (Mag. x 10) et simulé sous chargement variable pour un rapport de charge $R_p = 0,1$.

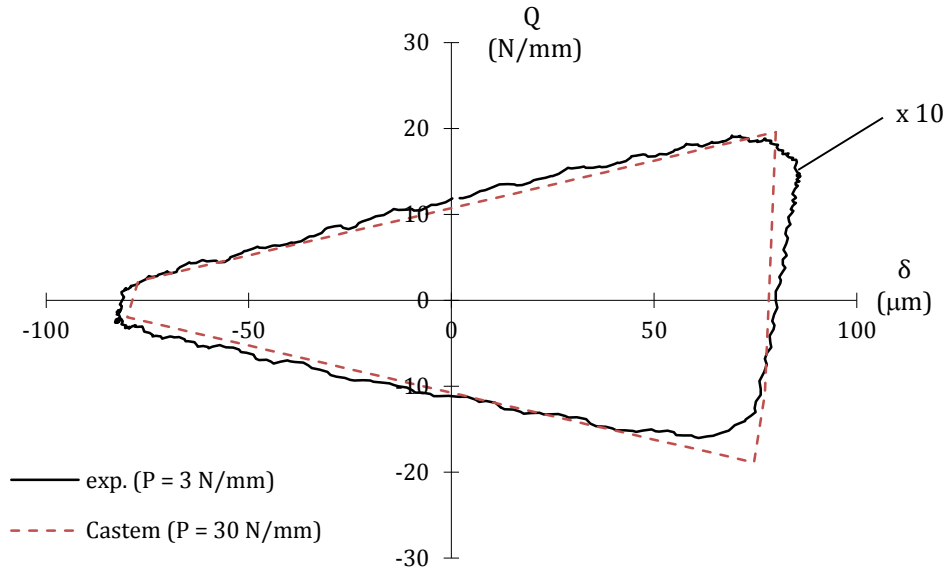


Figure V-11 : Comparaison d'un cycle de fretting expérimental (x 10) et simulé utilisant le principe du travail à iso-énergie [P-N]- δ en fretting sous chargement variable ($\delta_0^* = \pm 80 \mu m$, $P_{exp} = 3 \text{ N/mm}$ - $N_{exp} = 500\,000$ cycles et $P_{num} = 30 \text{ N/mm}$ - $N_{num} = 50\,000$ cycles, $R_p = 0,1$).

Le cycle de fretting expérimental est magnifié d'un facteur 10 car le cycle numérique utilise le principe du travail à iso-énergie [P-N]- δ avec une charge normale maximale de 30 N/mm. Le cas expérimental était difficilement simulable tel quel. En effet, les variations de la force normale engendrent une faible charge $P_{min} = 0,3 \text{ N/mm}$, qui, couplée à l'amplitude de glissement $\delta_0^* = \pm 80 \mu m$ et au nombre important de cycles (500 000) induisent des temps de calculs très élevés. La comparaison des deux cycles, bien que les chargements ne soient pas les mêmes (facteur 10), nous donne une bonne appréciation du cycle simulé par rapport au cycle expérimental.

Pour les simulations numériques sous chargement variable, l'influence du rapport de charge sur la cinétique d'usure est transposée sur le coefficient d'usure énergétique numérique telle que :

$$\alpha (R_p < 1) = \alpha_{num} \times R_p^\eta \tag{V-9}$$

avec $\eta = -0,5$. La Figure V-12.a expose les profils d'énergie et d'usure obtenus numériquement selon le principe du travail à iso-énergie.

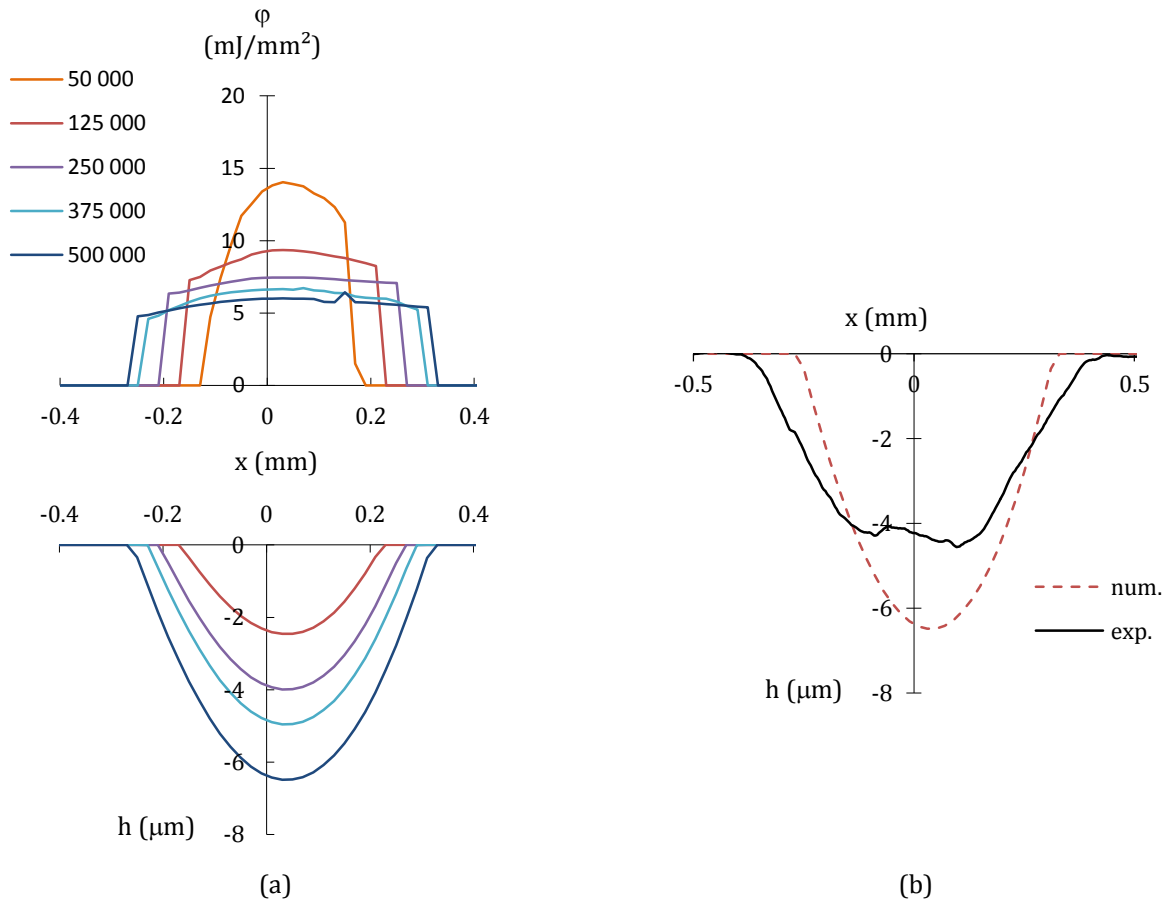


Figure V-12 : (a) Profils d'énergie et d'usure pour un cas à iso-énergie [P-N]- δ ($\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$, $P_{num} = 30 \text{ N/mm}$ - $N_{num} = 50\,000$ cycles, $R_p = 0,1$) et (b) comparaison des profils d'usure expérimental et numérique ($\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$, $P_{exp} = 3 \text{ N/mm}$ - $N_{exp} = 500\,000$ cycles et $P_{num} = 30 \text{ N/mm}$ - $N_{num} = 50\,000$ cycles, $R_p = 0,1$).

Une légère dissymétrie des profils d'énergie et d'usure est notée. Ceci est dû à la charge normale qui fluctue dans le cycle de fretting : la charge normale maximale est appliquée sur l'extrémité droite du contact, alors que la charge minimale est appliquée sur l'extrémité opposée. Cependant, bien que les volumes expérimentaux et simulés coïncident, les profils d'usure sont loin d'être similaires (Figure V-12.b). Le profil simulé est plus étroit et plus profond que le profil expérimental. Cette mauvaise corrélation entre profils usés peut s'expliquer de différentes manières :

- la non superposition des profils d'usure peut laisser penser que d'autres mécanismes d'usure entrent en jeu, tel que des phénomènes tribocorrosifs, lors de l'ouverture du contact. Les hypothèses sur ces phénomènes avaient déjà été introduites dans le chapitre précédent.
- De plus, un seul et unique coefficient d'usure est appliqué sur tout le profil. Auparavant, nous avons évoqué le fait que certains mécanismes pouvaient augmenter ou diminuer l'usure dans certaines zones du contact en solution, par des effets de confinement. Une des perspectives envisageable serait l'introduction, dans le code, d'un coefficient énergétique d'usure variable au sein de la zone de contact.

V.4. Conclusion

Il est intéressant et complémentaire d'effectuer des simulations en plus des essais expérimentaux. Même si pour certains calculs les temps d'exécution sont très longs, la simulation numérique offre tout de même un gain de temps et de coût en comparaison aux expériences réalisées en laboratoire ou à l'échelle réelle. D'autre part, ce type de simulation permet de mettre en place des études paramétriques d'optimisation des géométries de contact, mais aussi de simuler le comportement de géométries industrielles complexes impossible à reproduire via des essais expérimentaux. C'est pourquoi de plus en plus d'industries se tournent vers les simulations numériques afin de prédire l'usure des contacts étudiés.

Pour cela, un code d'usure développé sous Cast3m a été utilisé. Nous avons alors montré que :

- Dans les cas où une usure purement abrasive à deux corps opère dans l'interface comme observés dans notre étude, et où la charge normale est faible (3 N/mm), l'amplitude de glissement ($\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$) et le nombre de cycles sont importants (500 000 cycles), le principe du travail à iso-énergie [P-N]- δ peut être appliqué afin de réduire les temps de calcul.

$$\Sigma Ed = \underbrace{[2 \times \mu_e \times \delta_0 \times (1 + R_p)] \times P_{\max} \times N}_{[P-N]-\delta} \quad (\text{V-10})$$

- Ce principe, appliqué au cas expérimentaux sous chargement constant ($R_p = 1$), donne de très bons résultats. Une prédiction correcte est obtenue entre les volumes et la profondeur usés expérimentalement et numériquement, quelle que soit l'amplitude de glissement.

$$\alpha (\delta_0 \geq 80) = \alpha_{num} \times \left(\frac{\delta_0}{\delta_{0,ref}} \right) \quad (\text{V-11})$$

- Cependant, sous chargement variable (force normale P qui fluctue), une mauvaise corrélation entre profil expérimental et profil simulé est obtenue. Cette non-superposition de profils peut alors être expliquée par l'introduction d'autres mécanismes d'usure dans l'interface qui ne sont pas pris en compte par le code utilisé (phénomènes corrosifs par exemple).

$$\alpha (R_p < 1) = \alpha_{num} \times R_p^\eta \quad (\text{V-12})$$

Conclusion

L'usure des guides de grappe en 304L par les crayons en 316L nitrurés, induite par les vibrations de l'écoulement du fluide primaire dans les réacteurs nucléaires, est un problème complexe. La volonté des industriels du domaine de comprendre ces phénomènes a mené, depuis plusieurs années, à un certain nombre de développements, notamment de tribomètres spécifiques reproduisant un type de sollicitation précis, incluant ou non un environnement représentatif de la réalité nucléaire (hors radiations).

Cette thèse fait l'objet d'une étude axée sur **l'usure d'un contact cylindre/plan (316L nitruré/304L) soumis à des sollicitations de fretting sous chargement complexe**. A partir d'un banc d'essai produisant initialement une sollicitation de fretting-simple, ce type de sollicitations est étudié à température ambiante dans deux milieux (milieu sec et solution lithium-bore). Tout d'abord, l'introduction du rapport de charge R_p (défini comme étant le rapport entre la force normale minimale et maximale pendant un cycle de fretting) et celle du rapport d'impulsion R_i (défini comme étant le rapport entre les fréquences de fretting et de pulsation normale) sont utiles voire nécessaires afin de décrire les sollicitations engendrées. La description analytique des cycles de fretting sous ce type de chargement permet d'établir une équation prédictive de l'énergie dissipée, pour tout type de conditions de chargement en régime sinusoïdal des deux pots vibrants d'excitation.

L'étude en milieu sec montre qu'une majorité de débris d'usure sont piégés dans l'interface. Etant plus durs que les surfaces antagonistes, les débris sont à l'origine de l'usure non négligeable du plan en 304L et du cylindre nitruré. On montre que la répartition de cette usure sur les surfaces dépend, entre autres, de l'amplitude de glissement : l'augmentation de cette amplitude est à l'origine d'une meilleure répartition des débris oxydés dans le contact, engendrant une usure moins importante sur le cylindre nitruré.

De même, sous chargement variable et complexe, les fluctuations de la force normale au cours d'un cycle de fretting favorisent l'éjection des débris hors du contact. Lorsque la condition de décollement est approchée, l'usure du cylindre devient alors moins importante qu'en fretting simple : le système tribologique passe d'une usure abrasive à trois corps vers une usure abrasive à deux corps.

Afin de prendre en compte les effets du rapport de charge et d'impulsion dans la cinétique d'usure de l'interface, une loi d'usure multiplicative est introduite : l'influence du rapport de charge est plus élevée sur la cinétique d'usure du cylindre nitruré que sur celle du plan en 304L, alors que celle du rapport d'impulsion est négligeable pour les deux surfaces. Il est important de rappeler que les résultats présentés en environnement sec ne sont aucunement représentatifs de la réalité. En effet, les exploitants des REP ne se plaignent pas d'une usure prématurée des tubes en 316L nitrurés, qui présentent, au contraire, un bon retour d'expérience dans leur milieu aqueux boré lithié à 320°C et 155 bar.

C'est pourquoi dans la suite des travaux, une solution lithium-bore est utilisée afin de se rapprocher un peu plus du milieu réel, bien que l'on en soit encore très éloigné (température ambiante et pression atmosphérique). Contrairement à l'environnement sec, seul le plan 304L présente une usure à sa surface en milieu aqueux, et ce, quel que soit le chargement imposé.

L'étude de l'influence de la fréquence de fretting sous chargement constant, couplée à des travaux issus de la littérature, permet de mettre en avant l'hypothèse que seule la couche d'oxyde formée entre deux glissements sur la surface du plan 304L est usée. Cependant, cette hypothèse est essentiellement basée sur l'introduction d'une loi parabolique de l'usure en fonction du temps habituellement utilisée pour des températures supérieures à 100°C. Afin de vérifier cette hypothèse, *il serait intéressant d'effectuer des essais en température*. En effet, une température plus élevée permettrait une croissance supérieure des films passifs, ce qui augmenterait l'usure globale de l'interface. Une loi de type parabolique devrait être aussi retrouvée. Aussi, *la réalisation d'essais en atmosphère contrôlée* pourrait limiter les effets corrosifs, l'oxygène étant en partie responsable de ces phénomènes.

L'étude sur l'influence de la fluctuation de la charge normale a quant à elle permis de montrer que, lorsque le rapport de charge diminuait et quel que soit le rapport d'impulsion normale, un profil d'usure atypique qualifié de « *VVV-shape* » est noté sur le plan en 304L. Deux volumes d'usure sont alors mis en évidence :

- Un premier volume d'usure par tribocorrosion-érosion est associé à la zone centrale frottée. Ce volume augmente lorsque le rapport de charge diminue : l'influence de ce rapport sur la cinétique d'usure du plan est non-négligeable. La fluctuation de la charge normale permet entre autre une meilleure accessibilité de la solution dans l'interface frottée. Il est alors possible que la nature de la solution, couplée à des effets micro fluidiques, soit responsable de l'augmentation de phénomènes tribocorrosifs dans l'interface. Pour cela des solutions de composition différentes ont été utilisées, mais *une étude plus approfondie sur l'influence de la composition et du pH des solutions pourrait être envisagée pour apporter une meilleure compréhension du couplage entre les phénomènes*. De même, *l'intégration de la mécanique des fluides dans un modèle numérique* pour simuler les effets micro-fluidiques pourrait nous permettre de mieux appréhender cet aspect, que l'on ne maîtrise pas encore.
- Le deuxième volume usé est un volume d'usure par érosion-corrosion, situé en périphérie de la zone frottée. Afin de confirmer que ce volume d'usure est lié à la configuration actuelle du banc d'essai, *il serait intéressant de mettre en place une recirculation du milieu aqueux* afin de limiter cet effet de confinement qui est absent dans les cas réels. L'introduction d'une recirculation de la solution peut amener à d'autres pistes de réflexion, comme sur le devenir des particules d'usure détachées, et notamment sur leur temps d'évacuation hors de l'interface. Ce paramètre risque d'avoir une forte influence sur les processus d'usure dans et hors de l'interface frottée.

Enfin, l'étude de l'usure du fretting sous chargement complexe en solution nous permet de construire une loi d'usure multiplicative, prenant en compte à la fois les effets de la fréquence de fretting, du rapport de charge et d'impulsion normale. Cependant, ce type de loi d'usure empirique reste difficilement extrapolable d'un simulateur à un autre, et encore plus difficilement aux cas réels.

Une approche tribocorrosive est alors mise en place pour quantifier la proportion des phénomènes chimiques. Cependant, le contact utilisé est plus sévère que celui utilisé sous chargement complexe. *Il pourrait être intéressant de mener une nouvelle étude en tribocorrosion, sur un contact cylindre/plan (alumine/304L) dans les mêmes conditions de chargement et glissement que le contact cylindre/plan (316L nitruré/304L)*. Cette étude nous permettrait de réellement confirmer la présence d'effets tribocorrosifs non négligeables opérant dans l'interface et de justifier l'hypothèse de confinement qui a été avancée.

Pour finir, une modélisation de l'usure des essais en solution est proposée sous Castem avec l'introduction du principe du travail à iso-énergie. La simulation des essais en fretting-simple donne des

corrélations correctes avec les essais expérimentaux contrairement à celle effectuée sous chargement variable. La non superposition de profils peut alors être expliquée par l'introduction d'autres mécanismes d'usure dans l'interface, la corrosion par exemple, et qui ne sont pas pris en compte par le code utilisé. Afin de s'affranchir du principe du travail à iso-énergie, *il pourrait être envisageable d'introduire un maillage qui s'adapterait en temps réel à la taille de contact à l'instant t* . De même, *l'introduction d'une loi d'usure évolutive en fonction de la distance latérale et de lois de comportement en surface sur les films d'oxydes* pourrait améliorer la corrélation entre profils d'usure expérimentaux et simulés sous chargement variable.

A l'issue de ces trois années d'expériences délicates et de modélisation, nous pouvons constater l'immensité du travail qui reste à accomplir pour mieux appréhender les interactions entre l'usure et l'environnement d'étude. En effet, la sollicitation de fretting sous chargement complexe étudiée pendant cette thèse nous conduit à de nombreux questionnements sur les mécanismes et modes d'usure, où quelques pistes de réflexion sont proposées et dont aucune n'est entièrement validée à ce jour. Seul le travail coordonné de spécialistes permettra d'avancer sur ce problème complexe de l'usure en milieu corrosif.

Références

- [1] L. Carpentier, "Etude de l'influence de l'environnement et de la température sur le frottement d'aciers inoxydables austénitiques non traités ou nitrurés," Ecole Centrale de Lyon, 1998.
- [2] T. Souilliant, E. Rigaud, A. Le, and C. Phalippou, "An energy approach for impact wear in water environment," *Wear*, vol. 376–377, pp. 738–746, 2017.
- [3] A.-L. Kaiser, S. Bec, J.-P. Vernot, and C. Langlade, "Wear damage resulting from sliding impact kinematics in pressurized high temperature water: energetical and statistical approaches," *J. Phys. D. Appl. Phys.*, vol. 39, no. 15, pp. 3193–3199, Aug. 2006.
- [4] D. Kaczorowski, P. Combrade, J. P. Vernot, A. Beaudouin, and C. Crenn, "Water chemistry effect on the wear of stainless steel in nuclear power plant," *Tribol. Int.*, vol. 39, no. 12, pp. 1503–1508, 2006.
- [5] G. Kermouche, G. Pacquaut, C. Langlade, and J. M. Bergheau, "Investigation of mechanically attrited structures induced by repeated impacts on an AISI1045 steel," *Comptes Rendus - Mec.*, vol. 339, no. 7–8, pp. 552–562, 2011.
- [6] T. Souilliant, E. Rigaud, A. Le Bot, and C. Phalippou, "Wear induced by stochastic sliding impacts," in *ASME Pressure Vessels & Piping Conference, July 19-23, Boston, Massachusetts*, 2015, p. Paper PVP2015-45811.
- [7] J. Perret, E. Boehm-courjault, M. Cantoni, S. Mischler, A. Beaudouin, W. Chitty, and J. Vernot, "EBSD, SEM and FIB characterisation of subsurface deformation during tribocorrosion of stainless steel in sulphuric acid," *Wear*, vol. 269, pp. 383–393, 2010.
- [8] J. Perret, "Modélisation de la tribocorrosion d'aciers inoxydables dans l'eau à haute pression et haute température," Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 2010.
- [9] D. Déforge, "Interactions entre l'usure et la corrosion: cas des aciers inoxydables utilisés dans le milieu primaire des centrales nucléaires," Ecole Centrale Paris, 2006.
- [10] P. L. Ko, "Metallic wear - A review, with special reference to vibration-induced wear in power plant components," *Tribol. Int.*, vol. 20, no. 2, pp. 66–78, 1987.
- [11] M. Varenberg, I. Etsion, and G. Halperin, "Slip Index a new unified approach to fretting," *Tribol. Int.*, vol. 17, no. 3, pp. 569–573, 2004.
- [12] S. Fouvry, "Etude quantitative des dégradations en fretting," Ecole Centrale de Lyon, 1997.
- [13] S. Fouvry, P. Kapsa, and L. Vincent, "Quantification of fretting damage," *Wear*, vol. 200, pp. 186–205, 1996.
- [14] O. Vingsbo and S. Söderberg, "On fretting maps," *Wear*, vol. 126, pp. 131–147, 1988.
- [15] E. Rabinowicz, "The least wear," *Wear*, vol. 100, pp. 533–541, 1984.
- [16] E. Rabinowicz, *Friction and wear of materials*, Second Edi. New York, 1995.
- [17] O. Vingsbo, "Wear and wear mechanisms," in *Proc. Int. Conf. on Wear of Materials, Dearborn, Michigan*, 1979, pp. 620–635.
- [18] A.-L. Kaiser, "Caractérisations tribologiques d'un acier inoxydable gamma sollicité en impact-glisement dans un environnement sévère," Ecole Centrale de Lyon, 2005.
- [19] S. Mezlini, "Etude de l'usure par abrasion d'alliages d'aluminium," Ecole Centrale de Lyon, 2003.
- [20] K. H. Zum Gahr, "Modelling of two-body abrasive wear," *Wear*, vol. 124, no. 1, pp. 87–103, 1988.
- [21] O. P. Modi, D. P. Mondal, B. K. Prasad, M. Singh, and H. K. Khaira, "Abrasive wear behaviour of a high carbon steel: Effects of microstructure and experimental parameters and correlation with mechanical properties," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 343, no. 1–2, pp. 235–242, 2003.
- [22] D. Kaczorowski, "Usure d'un acier inoxydable austénitique dans de l'eau à haute pression et haute

- température," Ecole Centrale de Lyon, 2002.
- [23] R. J. K. Wood and T. F. Jones, "Investigations of sand-water induced erosive wear of AISI 304L stainless steel pipes by pilot-scale and laboratory-scale testing," *Wear*, vol. 255, no. 1-6, pp. 206-218, 2003.
- [24] G. Sundararajan, "A comprehensive model for the solid particle erosion of ductile materials," *Wear*, vol. 149, no. 1-2, pp. 111-127, 1991.
- [25] M. Favero, P. Stadelmann, and S. Mischler, "Effect of the applied potential of the near surface microstructure of a 316L steel submitted to tribocorrosion in sulfuric acid," *J. Phys. D. Appl. Phys.*, vol. 39, no. 15, pp. 3175-83, 2006.
- [26] A. Bidiville, M. Favero, P. Stadelmann, and S. Mischler, "Effect of surface chemistry on the mechanical response of metals in sliding tribocorrosion systems," *Wear*, vol. 263, no. 1-6 SPEC. ISS., pp. 207-217, 2007.
- [27] R. Büscher, B. Gleising, W. Dudzinski, and A. Fischer, "The effects of subsurface deformation on the sliding wear behaviour of a microtextured high-nitrogen steel surface," *Wear*, vol. 257, no. 3-4, pp. 284-291, 2004.
- [28] X. C. Lu, K. Shi, S. Z. Li, and X. X. Jiang, "Effects of surface deformation on corrosive wear of stainless steel in sulfuric acid solution," *Wear*, vol. 225-229, pp. 537-543, 1999.
- [29] Y. H. Lee and I. S. Kim, "The effect of subsurface deformation on the wear behavior of steam generator tube materials," *Wear*, vol. 253, no. 3-4, pp. 438-447, 2002.
- [30] A. Emge, S. Karthikeyan, and D. A. Rigney, "The effects of sliding velocity and sliding time on nanocrystalline tribolayer development and properties in copper," *Wear*, vol. 267, no. 1-4, pp. 562-567, 2009.
- [31] D. A. Rigney, L. H. Chen, M. G. S. Naylor, and A. R. Rosenfield, "Wear processes in sliding systems," *Wear*, vol. 100, no. 1-3, pp. 195-219, 1984.
- [32] P. Blanchard, "Usure induite en petits débattements : Transformation tribologique superficielle d'alliages de titane," École centrale de Lyon, 1991.
- [33] E. Sauger, S. Fouvry, L. Ponsonnet, P. Kapsa, J. M. Martin, and L. Vincent, "Tribologically transformed structure in fretting," *Wear*, vol. 245, no. 1-2, pp. 39-52, 2000.
- [34] E. Sauger, "Contribution à l'étude de la transformation tribologique superficielle en fretting," École centrale de Lyon, 1997.
- [35] K. P. Staudhammer, S. . Hecker, and L. E. Murr, "Solid to solid phase transformation," AIME, Ed. 1982, pp. 1145-1164.
- [36] S. Fouvry, P. Kapsa, and L. Vincent, "Elastic-plastic shakedown analysis of fretting wear," *Wear*, vol. 247, no. 1, pp. 41-54, 2001.
- [37] H. Meng and K. Ludema, "Wear models and predictive equations: Their form and content," *Wear*, vol. 181-183, no. 443-457, 1995.
- [38] J. Archard, "Contact and rubbing of flat surfaces," *J. Appl. Phys.*, vol. 29, p. 981, 1953.
- [39] L. M. Hutchings, *Tribology: Friction and wear of engineering materials*. 1992.
- [40] T. Frick, T. Sobek, and J. Reavis, "Overview on the Development and Implementation of Methodologies to compare vibration and wear of steam generators tubes," in *ASME Flow-Induced Vibration*, 1984, pp. 149-161.
- [41] H. Mohrbacher, J.-P. Celis, and J. R. Roos, "Laboratory testing of displacement and load induced fretting," *Tribol. Int.*, vol. 28, no. 5, pp. 269-278, 1995.
- [42] S. Fouvry, T. Liskiewicz, P. Kapsa, S. Hannel, and E. Sauger, "An energy description of wear mechanisms and its applications to oscillating sliding contacts," *Wear*, vol. 255, no. 1-6, pp. 287-298, 2003.
- [43] M. Z. Huq and J.-P. Celis, "Expressing wear rate in sliding contacts based on dissipated energy," *Wear*, vol. 252, pp. 375-383, 2002.

- [44] M. Godet, "Third-bodies in tribology," *Wear*, vol. 136, pp. 29–45, 1990.
- [45] M. Godet, Y. Berthier, and J. Lancaster, "Wear modelling: using fundamental understanding or practical experience?," *Wear*, vol. 149, pp. 325–340, 1991.
- [46] Y. Berthier, L. Vincent, and M. Godet, "Fretting fatigue and fretting wear," *Tribol. Int.*, vol. 235, pp. 235–242, 1989.
- [47] Y. Berthier, L. Vincent, and M. Godet, "Velocity accommodation in fretting," *Wear*, vol. 125, pp. 25–38, 1988.
- [48] N. Fillot, I. Jordanoff, and Y. Berthier, "Wear modeling and the third body concept," *Wear*, vol. 262, pp. 949–957, 2007.
- [49] N. Fillot, "Etude mécanique de l'usure - Modélisation par Eléments Discrets les débits de troisième corps solide," INSA Lyon, 2004.
- [50] D. Landolt, S. Mischler, M. Stemp, and S. Barril, "Third body effects and material fluxes in tribocorrosion systems involving a sliding contact," *Wear*, vol. 256, no. 5, pp. 517–524, 2004.
- [51] O. J. McCarthy, J. P. McGarry, and S. B. Leen, "Micro-mechanical modelling of fretting fatigue crack initiation and wear in Ti – 6Al – 4V," *Int. J. Fatigue*, vol. 62, pp. 180–193, 2014.
- [52] A. L. M. Tobi, J. Ding, G. Bandak, S. B. Leen, and P. H. Shipway, "A study on the interaction between fretting wear and cyclic plasticity for Ti – 6Al – 4V," vol. 267, pp. 270–282, 2009.
- [53] A. De Pannemaecker, S. Fouvry, and J. Y. Buffiere, "Introduction of a reverse simulation approach to identify the fatigue stress intensity factor crack arrest threshold from fretting cracking experiments," *Tribol. Int.*, vol. 76, pp. 122–132, 2014.
- [54] A. G. Philipps, S. Karuppanan, C. M. Churchman, and D. A. Hills, "Crack tip stress intensity factors for a crack emanating from a sharp notch," *Eng. Fract. Mech.*, vol. 75, pp. 5134–5139, 2008.
- [55] J. J. Madge, S. B. Leen, and P. H. Shipway, "A combined wear and crack nucleation – propagation methodology for fretting fatigue prediction," *Int. J. Fatigue*, vol. 30, pp. 1509–1528, 2008.
- [56] S. Garcin, S. Fouvry, and S. Heredia, "A FEM fretting map modeling: Effect of surface wear on crack nucleation," *Wear*, vol. 330–331, pp. 145–159, 2015.
- [57] S. Basseville and G. Cailletaud, "An evaluation of the competition between wear and crack initiation in fretting conditions for Ti – 6Al – 4V alloy," *Wear*, vol. 328–329, pp. 443–455, 2015.
- [58] H. Proudhon, J. Savkova, S. Basseville, V. Guipont, M. Jeandin, and G. Cailletaud, "Experimental and numerical wear studies of porous Reactive Plasma Sprayed Ti – 6Al – 4V / TiN composite coating," *Wear*, vol. 311, pp. 159–166, 2014.
- [59] C. Paulin, S. Fouvry, and C. Meunier, "Finite element modelling of fretting wear surface evolution: Application to a Ti-6Al-4V contact," *Wear*, vol. 264, no. 1–2, pp. 26–36, 2008.
- [60] C. Mary and S. Fouvry, "Numerical prediction of fretting contact durability using energy wear approach: Optimisation of finite-element model," *Wear*, vol. 263, no. 1–6 SPEC. ISS., pp. 444–450, 2007.
- [61] T. Yue and M. A. Wahab, "A numerical study on the effect of debris layer on fretting wear," *Material*, vol. 9, p. 597, 2016.
- [62] P. Arnaud, S. Fouvry, and S. Garcin, "A numerical simulation of fretting wear profile taking account of the evolution of third body layer," *Wear*, vol. 376–377, pp. 1475–1488, 2017.
- [63] R. Roscoe, "The plastic deformation of cadmium single crystals," *Phil. Mag.*, vol. 21, pp. 399–406, 1926.
- [64] S. J. Rosenberg and L. Jordan, "The influence of oxide films on the wear of steels," *Trans. Am. Soc. Met.*, vol. 23, pp. 577–598, 1935.
- [65] H. Uhlig, "Mechanism of Fretting Corrosion," *J. Appl. Mech.*, vol. 76, pp. 401–7, 1954.
- [66] S. Mischler, E. A. Rosset, and D. Landolt, "Effect of corrosion on the wear behaviour of passivating metals in aqueous solutions," *Tribol. Ser.*, vol. 25, pp. 245–253, 1993.

- [67] B. W. Madsen, "Standard guide for determining amount of synergism between wear and corrosion," in *ASTM G119-93*, Ann. Book., 1994, pp. 507–512.
- [68] S. W. Watson, F. J. Friedersdorf, B. W. Madsen, and S. D. Cramer, "Methods of measuring wear-corrosion synergism," *Wear*, vol. 181–183, pp. 476–484, 1995.
- [69] E. De Wit, D. U. Drees, P. Wu, and J. Celis, "Lubricating reaction products on TiN coatings during sliding wear in phosphoric acid," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 135, pp. 8–13, 2000.
- [70] J. Celis, P. Ponthiaux, and F. Wenger, "Tribocorrosion of materials : Interplay between chemical , electrochemical , and mechanical reactivity of surfaces," *Wear*, vol. 261, pp. 939–946, 2006.
- [71] Y. Yan, A. Neville, D. Dowson, and S. Williams, "Tribocorrosion in implants — assessing high carbon and low carbon Co – Cr – Mo alloys by in situ electrochemical measurements," *Tribol. Int.*, vol. 39, pp. 1509–1517, 2006.
- [72] M. Esfandiari and H. Dong, "The corrosion and corrosion – wear behaviour of plasma nitrided 17-4PH precipitation hardening stainless steel," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 202, pp. 466–478, 2007.
- [73] M. T. Mathew, E. Ariza, L. A. Rocha, A. C. Fernandes, and F. Vaz, "TiCxOy thin films for decorative applications : Tribocorrosion mechanisms and synergism," *Tribol. Int.*, vol. 41, pp. 603–615, 2008.
- [74] E. Martin, M. Azzi, G. A. Salishchev, and J. Szpunar, "Tribology International Influence of microstructure and texture on the corrosion and tribocorrosion behavior of Ti – 6Al – 4V," *Tribol. Int.*, vol. 43, no. 5–6, pp. 918–924, 2010.
- [75] S. Mischler, S. Debaud, and D. Landolt, "Wear accelerated corrosion of passive metals in tribocorrosion systems," *J. Electrochem. Soc.*, vol. 145, no. 750–758, 1998.
- [76] S. Mischler, A. Spiegel, and D. Landolt, "The role of passive oxide films on the degradation of steel in tribocorrosion systems," *Wear*, vol. 225–229, pp. 1078–1087, 1999.
- [77] P. Jemmely, S. Mischler, and D. Landolt, "Electrochemical modeling of passivation phenomena in tribocorrosion," *Wear*, vol. 237, no. 1, pp. 63–76, 2000.
- [78] M. Stemp, S. Mischler, and D. Landolt, "The effect of contact configuration on the tribocorrosion of stainless steel in reciprocating sliding under potentiostatic control," *Corros. Sci.*, vol. 45, pp. 625–640, 2003.
- [79] A. De Frutos, M. A. Arenas, G. G. Fuentes, R. J. Rodríguez, and R. Martínez, "Tribocorrosion behaviour of duplex surface treated AISI 304 stainless steel," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 204, no. 9–10, pp. 1623–1630, 2010.
- [80] S. Barril, S. Mischler, and D. Landolt, "Triboelectrochemical investigation of the friction and wear behaviour of TiN coatings in a neutral solution," *Tribol. Energy Conserv.*, vol. 34, pp. 599–608, 2001.
- [81] S. Mischler, A. Spiegel, M. Stemp, and D. Landolt, "Influence of passivity on the tribocorrosion of carbon steel in aqueous solutions," *Wear*, vol. 251, pp. 1295–1307, 2001.
- [82] L. Benea, P. Ponthiaux, F. Wenger, J. Galland, D. Hertz, and J. Y. Malo, "Tribocorrosion of stellite 6 in sulphuric acid medium : electrochemical behaviour and wear," *Wear*, vol. 256, pp. 948–953, 2004.
- [83] C. Monticelli, F. Zucchi, and A. Tampieri, "Triboelectrochemical behaviour of a Si₃N₄ – TiN ceramic composite and a titanium alloy commonly used in biomedical applications," *Wear*, vol. 266, pp. 327–336, 2009.
- [84] R. Cauvin, D. Hertz, M. Zbinden, L. Lelait, and A. Gauthier, "Mécanisme d'usure des crayons de grappe de commande: apports de l'expertise," in *International Symposium Fontevraud*, 1998, pp. 1289–1299.
- [85] A. Ambard, A. Lina, D. Déforge, P. Robinot, M. Paulhies, D. Bosselut, Y. Thébault, and S. Maingot, "Destructive investigations of decommissioned guide tubes: characterization of wear," *EDF*, vol. -, no. -, p. 12, 2010.
- [86] D. A. Rigney and W. A. Glaeser, "The significance of near surface microstructure in the wear process," *Wear*, vol. 46, pp. 241–250, 1978.
- [87] A. Lina, D. Moinereau, X. Delaune, C. Phalippou, B. Reynier, and P. Riberty, "The influence of water flow on the impact/sliding wear and oxidation of PWR control rods specimens," *Wear*, vol. 251, no.

- 1–12, pp. 839–852, 2001.
- [88] G. Kermouche, A.-L. Kaiser, P. Gilles, and J. M. Bergheau, “Combined numerical and experimental approach of the impact-sliding wear of a stainless steel in a nuclear reactor,” *Wear*, vol. 263, no. 7–12 SPEC. ISS., pp. 1551–1555, 2007.
- [89] K. Mumtaz, S. Takahashi, J. Echigoya, L. F. Zhang, Y. Kamada, and M. Sato, “Detection of martensite transformation in high temperature compressively deformed austenitic stainless steel by magnetic NDE technique,” *J. Mater. Sci.*, vol. 38, no. 14, pp. 3037–3050, 2003.
- [90] G. Maldonado, “Tribocorrosion in pressurized high temperature water : a mass flow model based on the third body approach,” Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 2014.
- [91] P. D. Harvey, *Engineering properties of steels*, American S. Ohio, 1982.
- [92] M. Durand-Charre, *La microstructure des aciers et fontes. Genèse et interprétation.*, EDP Scienc. Les Ulis, 2003.
- [93] M. Shaira, “Caractérisation non destructive de la transformation martensitique de l’acier 304L induite par déformation cyclique,” INSA de Lyon, 2006.
- [94] C. K. Mukhopadhyay, K. V. Kasiviswanathan, T. Jayakumar, and B. Raj, “Acoustic emission from ageing-induced martensite formation in cold worked AISI type 304 stainless steel,” *Scr. Metall. Mater.*, vol. 30, no. c, pp. 303–307, 1994.
- [95] D. Hertz, J. P. Lebrun, and H. Michel, “Principes et technologies des traitements de nitruration et cémentation à basse température,” in *A3TS, 4-6 oct., Bordeaux, France, 2006*, p. 12.
- [96] A. Saker, “Etude des produits de pulvérisation cathodique magnétron et de nitruration à basse température des aciers inoxydables auxénitiques dans des plasmas réactifs contenant de l’azote,” INPL Nancy, 1993.
- [97] T. Roux, “Contribution à l’étude de la nitruration ionique de l’acier inoxydable austénitique Z2CND17-12 à basse température. Influence de la forme du courant de décharge et de la concentration en hydrogène des plasmas N₂-H₂ sur la vitesse de croissance des couch,” CNAM Nancy, 1995.
- [98] D. Hertz and J. P. Vernot, “Traitement thermochimiques et tribocorrosion des aciers inoxydables dans le cas des grappes de commandes de réacteurs nucléaires,” in *Actes de journées internationales francophones de tribologie JIFT, 22-24 may, Lille, France, 2006*, pp. 3–12.
- [99] R. D. Mindlin and H. Deresiewicz, “Elastic spheres in contact under vaying oblique forces,” *ASME Trans. J. Appl. Mech. E.*, vol. 20, pp. 327–344, 1953.
- [100] R. B. King and T. C. O’Sullivan, “Sliding contact stresses in a two-dimensionallayered elastic half space,” *Int. J. Solids Struct.*, vol. 23, no. 5, pp. 581–597, 1987.
- [101] Q. Luo, O. Oluwafemi, M. Kitchen, and S. Yang, “Tribological properties and wear mechanisms of DC pulse plasma nitrided austenitic stainless steel in dry reciprocating sliding tests,” *Wear*, vol. 376–377, pp. 1640–1651, 2017.
- [102] H. L. Costa, M. M. O. Junior, and J. D. B. De Mello, “Effect of debris size on the reciprocating sliding wear of aluminium,” *Wear*, vol. 376–377, pp. 1399–1410, 2017.
- [103] J. Jiang, F. H. Stott, and M. M. Stack, “The role of triboparticulates in dry sliding wear,” *Tribol. Int.*, vol. 31, no. 5, pp. 245–256, 1998.
- [104] L. Haviez, S. Fouvry, and G. Yantio, “Investigation of grease behaviour under simple and complex displacement amplitudes conditions,” *Tribol. Int.*, vol. 100, pp. 186–194, 2015.
- [105] S. Fouvry, C. Paulin, and S. Deyber, “Impact of contact size and complex gross-partial slip conditions on Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V fretting wear,” *Tribol. Int.*, vol. 42, no. 3, pp. 461–474, 2009.
- [106] I. Garcia, A. Ramil, and J. P. Celis, “A mild oxidation model valid for discontinuous contacts in sliding wear tests : role of contact frequency,” *Wear*, vol. 254, pp. 429–440, 2003.
- [107] E. Lemaire and M. Le Calvar, “Evidence of tribocorrosion wear in pressurized water reactors,” *Wear*, vol. 249, pp. 338–344, 2001.

- [108] F. P. Ford, P. L. Andresen, G. J. Theus, and J. R. Weeks, *Third International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems -Water reactors*, The metall. Traverse city, MI, 1988.
- [109] F. P. Ford, D. Desjardins, and D. Oltra, "Phénoménologies et mécanismes," in *Corrosion sous contrainte*, Physique., 1992, pp. 307–344.
- [110] B. Normand, A. Pierre, and J. Pagetti, "Electrochemical and surface studies of the passive layers grown on sputter-deposited nitrogen-stainless steel alloys in 1M H₂SO₄ solution," *Corros. Sci.*, vol. 37, no. 10, pp. 1537–1549, 1995.
- [111] D. D. Macdonald, "Electrochimica Acta The history of the Point Defect Model for the passive state : A brief review of film growth aspects," *Electrochim. Acta*, vol. 56, no. 4, pp. 1761–1772, 2011.
- [112] P. Keller and H. Strehblow, "XPS investigations of electrochemically formed passive layers on Fe / Cr-alloys in 0.5M H₂SO₄," *Corros. Sci.*, vol. 46, pp. 1939–1952, 2004.
- [113] M. J. Carmezim, A. M. Simoes, M. F. Montemor, and M. Da Cunha Bela, "Capacitance behaviour of passive films on ferritic and austenitic stainless steel," *Corros. Sci.*, vol. 47, pp. 581–591, 2005.
- [114] G. Okamoto, "Passive film of 18-8 stainless steel structure and its function," *Corros. Sci.*, vol. 13, pp. 471–489, 1973.
- [115] S. Haupt and H. H. Strehblow, "A combined surface analytical and electrochemical study of the formation of passive layers on Fe/Cr alloys in 0.5M H₂SO₄," *Corros. Sci.*, vol. 37, no. 1, pp. 43–54, 1995.
- [116] D. Kaczorowski and J. P. Vernot, "Wear problems in nuclear industry," *Tribol. Int.*, vol. 39, no. 10, pp. 1286–1293, 2006.
- [117] Y. Sun and E. Haruman, "Tribocorrosion behaviour of low temperature plasma carburised 316L stainless steel in 0.5 M NaCl solution," *Corros. Sci.*, vol. 53, no. 12, pp. 4131–4140, 2011.
- [118] Y. Sun, "Tribocorrosion behavior of low temperature plasma carburized stainless steel," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 228, pp. S342–S348, 2013.
- [119] S. Tao and D. Y. Li, "Investigation of corrosion – wear synergistic attack on nanocrystalline Cu deposits," *Wear*, vol. 263, pp. 363–370, 2007.
- [120] P. Wu and J. Celis, "Electrochemical noise measurements on stainless steel during corrosion – wear in sliding contacts," *Wear*, vol. 256, pp. 480–490, 2004.
- [121] T. F. J. Quinn, "Review of oxidational wear Part I : The origins of oxidational wear," *Tribol. Int.*, vol. 16, no. 5, pp. 257–271, 1983.
- [122] T. F. J. Quinn, "Review of oxidational wear Part II : Recent developments and future trends in oxidational wear research," *Tribol. - Mater. Surfaces Interfaces*, vol. 16, no. 6, pp. 305–315, 1983.
- [123] J. L. Sullivan, T. F. J. Quinn, and D. M. Rowson, "Developments in the oxidational theory of mild wear," *Tribol. Int.*, vol. 13, no. 4, pp. 153–158, 1980.
- [124] Y. Sato, A. Iwabuchi, M. Uchidate, and H. Yashiro, "Dynamic corrosion properties of impact–fretting wear in high-temperature pure water," *Wear*, vol. 330–331, pp. 182–192, 2015.
- [125] G. T. Burstein, P. I. Marshall, P. Street, and C. Cb, "Growth of passivating films on scratched 304L stainless steel in alkaline solution," *Corros. Sci.*, vol. 23, no. 4, pp. 125–137, 1983.
- [126] B. Stellwag, "The mechanism of oxide film formation on austenitic stainless steels in high temperature water," *Corros. Sci.*, vol. 40, no. 213, pp. 337–370, 1998.
- [127] M. Keddad, P. Ponthiaux, and V. Vivier, "Electrochimica Acta Tribo-electrochemical impedance : A new technique for mechanistic study in tribocorrosion," *Electrochim. Acta*, vol. 124, pp. 3–8, 2014.
- [128] V. Dalbert, "Etude du comportement en tribocorrosion d' aciers inoxydables en milieux aqueux : évaluation de la synergie entre sollicitations mécaniques superficielles et réactions électrochimiques de surface , effet de la microstructure," 2014.
- [129] N. Latona, P. Fetherson, A. Chen, K. Sridharan, and R. . Dodd, "Wear-corrosion comparisons of passivating vs nonpassivating alloys in aerated 3,5 % aqueous solutions of sodium chloride,"

- Corrosion*, vol. 57, no. 10, pp. 884–888, 2001.
- [130] B. W. Madsen, “Measurement of erosion-corrosion synergism with a slurry wear test apparatus,” *Wear*, vol. 123, pp. 127–142, 1988.
- [131] X. Y. Wang and D. Y. Li, “Application of an electrochemical scratch technique to evaluate contributions of mechanical and electrochemical attacks to corrosive wear of materials,” *Wear*, vol. 259, pp. 1490–1496, 2005.
- [132] J. Geringer, “Fretting corrosion de matériaux utilisés comme implants orthopédiques,” Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2005.
- [133] R. Priya, C. Mallika, and U. K. Mudali, “Wear and tribocorrosion behaviour of 304L SS , Zr-702 , Zircaloy-4 and Ti-grade2,” *Wear*, vol. 310, no. 1–2, pp. 90–100, 2014.
- [134] D. Landolt and S. Mischler, *Corrosion and surface chemistry of metals*. EPFL Press, 2007.
- [135] A. C. Vieira, L. A. Rocha, N. Papageorgiou, and S. Mischler, “Mechanical and electrochemical deterioration mechanisms in the tribocorrosion of Al alloys in NaCl and in NaNO₃ solutions,” *Corros. Sci.*, vol. 54, pp. 26–35, 2012.
- [136] N. Papageorgiou and S. Mischler, “Electrochemical simulation of the current and potential in sliding tribocorrosion,” *Tribol. Lett.*, vol. 48, pp. 271–283, 2012.
- [137] C. B. Von Der Ohe, R. Johnsen, and N. Espallargas, “Multi-degradation behavior of austenitic and super duplex stainless steel – The effect of 4-point static and cyclic bending applied to a simulated seawater tribocorrosion system,” *Wear*, vol. 288, pp. 39–53, 2012.
- [138] A. Dalmau, W. Rmili, C. Richard, and A. I. Muñoz, “Tribocorrosion behavior of new martensitic stainless steels in sodium chloride solution,” *Wear*, vol. 368–369, pp. 146–155, 2016.
- [139] B. Viguier, “Plasticité: rappels de base et aspects microscopiques,” in *Mécanismes et Mécanique des Intéractions Plasticité - Environnement*, 2009, pp. 1–21.
- [140] E. D. Scukin, “Mécanisme de la plastification par adsorption extrait de ‘Métaux, Corrosion, Industrie,’” in *Séminaire de mécanique des surfaces dirigé par R. Courtel*, 1973.
- [141] M. M. Stack and G. H. Abdulrahman, “Mapping erosion-corrosion of carbon steel in oil exploration conditions : Some new approaches to characterizing mechanisms and synergies,” *Tribology Int.*, vol. 43, no. 7, pp. 1268–1277, 2010.
- [142] S. C. Lim and M. F. Ashby, “Wear-mechanism maps,” *Acta Metall.*, vol. 35, no. 1, pp. 1–24, 1987.
- [143] M. T. Mathew, M. J. Runa, M. Laurent, J. J. Jacobs, L. A. Rocha, and M. A. Wimmer, “Tribocorrosion behavior of CoCrMo alloy for hip prosthesis as a function of loads : A comparison between two testing systems,” *Wear*, vol. 271, no. 9–10, pp. 1210–1219, 2011.
- [144] D. Tabor, *The hardness of metals*, Clarendon . Oxford, 1951.
- [145] E. Marc, S. Fouvry, C. Phalippou, and H. Maitournam, “Fretting wear response of a nitrided 316L SS / 304L SS interface : Effect of lithium / bore liquid environment,” *Surf. Coat. Technol.*, vol. 308, pp. 226–235, 2016.
- [146] E. Marc, S. Fouvry, O. Graton, C. Phalippou, and H. Maitournam, “Fretting wear of a nitrided 316L / 304L contact subject to in-phase normal force fluctuation in dry and lithium-boron solution : An R P -friction energy wear approach,” *Wear*, vol. 376–377, pp. 690–704, 2017.

Liste des figures

| | |
|--|----|
| Figure 0-1 : Schéma de fonctionnement d'un réacteur à eau sous pression..... | 1 |
| Figure 0-2 : (a) grappe de commande et (b) ses guidages (continu et discontinu)..... | 2 |
| Figure 0-3 : Illustration des problèmes de contacts rencontrés au niveau des alésages des cartes de guidage (guidage discontinu)..... | 3 |
| Figure I-1: Classification de l'usure selon Ko [10]. | 8 |
| Figure I-2: définition du fretting par rapport au glissement alterné..... | 9 |
| Figure I-3: Cycle de fretting et paramètres du « slip index » défini par Varenberg <i>et al.</i> [11]..... | 10 |
| Figure I-4 : Cycle de fretting et paramètres associés..... | 10 |
| Figure I-5 : Condition de glissement : fretting en glissement partiel et en glissement total, et <i>reciprocating-sliding</i> ou glissement alterné..... | 12 |
| Figure I-6: Critères de transition de glissement : critère d'énergie « A », critère d'ouverture de cycle « B » et critère indépendant du montage « C » [12]. | 13 |
| Figure I-7: Approche des cartes de fretting: cartes de sollicitations locales et carte de réponse du matériau [13]. | 15 |
| Figure I-8 : Modèle de déformation plastique dans le contact entre aspérités [17]. | 17 |
| Figure I-9 : Abrasion à deux corps. | 17 |
| Figure I-10 : Abrasion à trois corps fermée : (a) $D < D_{\max \text{ grain}}$, (b) $D > D_{\max \text{ grain}}$ et (c) abrasion à trois corps ouverte..... | 18 |
| Figure I-11 : Faciès caractéristiques obtenus par érosion (AISI 304L) [23]. | 19 |
| Figure I-12 : Modèle d'initiation de formation des TTS selon Blanchard [32]. | 20 |
| Figure I-13 : Définition de l'énergie du seuil d'activation..... | 21 |
| Figure I-14 : Illustration des aspérités de contact. | 22 |
| Figure I-15 : Compétition entre flux de débris générés et éjectés en fonction de la masse M_i de troisième corps selon Fillot et Berthier [48]. | 25 |
| Figure I-16 : Schéma des débits de matière et du 3ème corps dans une situation de tribocorrosion proposé par Landolt <i>et al.</i> [50]. | 26 |
| Figure I-17 : (a) Distribution de l'énergie dissipée et (b) évolution du profil d'usure en fonction du nombre de cycles de fretting [59]. | 27 |
| Figure I-18: Illustration des trois approches proposées par Mary <i>et al.</i> [60]. | 27 |
| Figure I-19 : Comparaison (a) des profils de pression et (b) des profils d'usure pour des simulations d'usure unilatérale et bilatérale [60]. | 28 |
| Figure I-20 : Evolution des profils de densité d'énergie dissipée et des profils d'usure entre la non prise en compte du 3ème corps, un troisième corps approximé par une distribution constante et par une distribution parabolique [62]. | 29 |

| | |
|---|----|
| Figure I-21 : Représentation schématique des différentes sources d'usure induites par le passage d'un indenteur inerte sur la surface d'un métal passif..... | 31 |
| Figure I-22 : Faciès présentant (a) striations (échelle 500 μm) et (b) des cupules (échelle 200 μm) à leur surface [85]..... | 32 |
| Figure I-23 : Exemple de faciès d'usure observés sur le tube de l'essai (E) de Kaczorowski, cinématique d'impact glissement semi-orbital. On observe la présence de cupules (γ) et de plateaux (Φ) [22]. | 33 |
| Figure I-24 : Schématisation des sous-couches du matériau après impact-glissement [18]. | 34 |
| Figure I-25 : Modèle des flux dans un contact en eau à haute température [90]. | 35 |
| Figure II-1 : Nomenclature et différences entre les aciers inoxydables austénitiques..... | 42 |
| Figure II-2 : Organisation des atomes au sein d'une structure cubique centrée (CC) et une structure cubique face centrée (CFC)..... | 43 |
| Figure II-3: Morphologie de la martensite (a) en plaquette obtenue par la déformation plastique de l'acier Fe-25Ni-0.66C et (b) morphologie des lattes dans l'acier X46Cr131, 4043 trempé [92]..... | 44 |
| Figure II-4 : Variation de la teneur en martensite dans un acier austénitique à 18 %Cr et 10 %Ni (type AISI 304) subissant des déformations plastiques par compression sous des températures croissantes [89]. | 45 |
| Figure II-5 : 1. Evolution de la concentration superficielle en N. (1.a) en fonction de la teneur en N_2 en %vol dans N_2+H_2 durant l'ionituration et (1.b) en fonction de la durée de nitruration. 2- (2.a) Evolution de la concentration superficielle en N en fonction de la teneur en N_2 dans N_2+H_2 et (2.b) Epaisseur de nitruration en fonction de la racine de la durée de nitruration ionique pour 3 activités différentes d'azote [96]. | 46 |
| Figure II-6 : Aspect de la surface (MEB) d'acier AISI 316L nitruré 15 h à 420°C dans un plasma à forte activité d'azote N_2 -5 % H_2 [96]. | 46 |
| Figure II-7 : Mesures de dureté réalisées en micro-dureté Vickers sous 50 g sur les coupes d'un tube, d'une bague et d'un tube nitruré [22]. | 47 |
| Figure II-8: Métallographie de l'acier inoxydable 316L nitruré optimisé sur une profondeur de 30 μm (a) couche extrême riche en C, (b) zone riche en N et pauvre en C; (c) zone riche en C et pauvre en N [98]. | 47 |
| Figure II-9: Profil de rugosité du tube en AISI 316L nitruré. | 49 |
| Figure II-10: Image MEB du crayon utilisé (316L nitruré). | 49 |
| Figure II-11 : (a) Schéma de principe du banc d'essais sous sollicitation de fretting-simple. (b) Porte-échantillon supérieur permettant l'alignement du cylindre et du plan. | 50 |
| Figure II-12 : Banc d'essai de fretting sous chargements complexes (a) vue d'ensemble, (b) détails..... | 51 |
| Figure II-13: (a) Schéma de principe du banc d'essais sous sollicitation de fretting sous chargement complexe. (b) Exemple de signaux et cycles de fretting correspondants..... | 52 |
| Figure II-14 : (a) Présentation des données acquises au cours d'un cycle de fretting. (b) visualisation de la stabilité d'un essai via la bûche de fretting | 53 |
| Figure II-15 : Influence du déphasage des signaux sur les cycles de fretting (cas $R_f = 0,5$)..... | 53 |
| Figure II-16 : Préparation d'un échantillon pour l'observation en coupe transversale. | 55 |
| Figure II-17 : Présentation (a) des cartographies 3D d'une trace d'usure du plan (304L) et du cylindre (316LN) et (b) leurs profils 2D équivalents moyennés sur la génératrice de contact..... | 56 |

| | |
|--|----|
| Figure II-18 : Définition des volumes positif V_+ et négatif V_- | 56 |
| Figure III-1 : Evolution des bûches de fretting en fonction de l'amplitude de glissement à paramètres égaux (SEC_P1/I1/D40→160)..... | 63 |
| Figure III-2: Définition du coefficient de frottement (a) moyen μ_0 et (b) énergétique μ_e | 64 |
| Figure III-3: Evolution (a) du coefficient de frottement moyen μ_0 et (b) du coefficient de frottement énergétique μ_e en fonction de l'amplitude de glissement pour un contact cylindre/plan en condition sec (SEC_P1/I1/D40→160)..... | 64 |
| Figure III-4: Evolution des profils d'usure 2D du plan (304L) et du cylindre (316L N) (SEC_P1/I1/D40→160)..... | 65 |
| Figure III-5 : Plan 304L. Equivalence entre les optiques, les profils 2D moyennés sur une génératrice de 10 mm, et des profils d'oxygène issus d'analyse EDS pour deux amplitudes de glissement :(a) $\delta 0^* = \pm 40 \mu\text{m}$ (SEC_P1/I1/D40) et (b) $\delta 0^* = \pm 160 \mu\text{m}$ (SEC_P1/I1/D160)..... | 66 |
| Figure III-6: Comparaison entre les observations MEB réalisées sur des coupes d'un échantillon plan en (304L) _P témoin et ceux correspondant à une amplitude de $\delta 0^* = \pm 40 \mu\text{m}$ et $\delta 0^* = \pm 160 \mu\text{m}$ (SEC_P1/I1/D40-160)..... | 67 |
| Figure III-7: Cylindre (316LN) _C - (a) Profil 3D (Obj. x 20) d'une trace d'usure brute (à gauche) et après redressement des surfaces (à droite) et observation MEB en coupe du tube nitruré (b) en zone témoin non usée et (c) en zone endommagée (SEC_P1/I1/D80)..... | 68 |
| Figure III-8 : Définition des aires correspondantes aux différents volumes d'usure..... | 69 |
| Figure III-9 : Evolution du critère de forme M_w en fonction de l'amplitude de glissement pour le plan 304L usé à sec par un tube 316L nitruré (SEC_P1/I1/D40→160)..... | 70 |
| Figure III-10: Plan 304L - Evolution du (a) volume d'usure manquant V_{NM} et (b) du volume d'endommagement V_{ND} en fonction de l'amplitude de glissement pour un contact sec (SEC_P1/I1/D40→160)..... | 71 |
| Figure III-11: Comparaison de l'évolution du pourcentage des usures réparties entre le plan en 304L et le tube en 316L N (SEC_P1/I1/D40→160)..... | 72 |
| Figure III-12 : Lois énergétiques d'usure du (a) plan (304L) _P et (b) du cylindre (316LN) _C (SEC_P1/I1)..... | 73 |
| Figure III-13 : Loi énergétique d'usure de l'interface globale sous chargement constant (SEC_P1/I1)..... | 74 |
| Figure III-14 : Synthèse des principaux résultats obtenus en fretting sous chargement constant à sec..... | 75 |
| Figure III-15 : Illustration (a) des consignes de frottement et de variation de charge suivant les cas de chargement désirés avec (b) les cycles de fretting théoriques,(c) les cycles de fretting expérimentaux réels ainsi que (d) les cycles de frottement associés..... | 77 |
| Figure III-16 : Relation entre cycle de fretting et cercle trigonométrique..... | 79 |
| Figure III-17 : Représentation des cycles de fretting théoriques pour $R_p = 0,1$ suivant différents rapports d'impulsion R_i (n pair et impair) et différentes valeurs de déphasage φ | 79 |
| Figure III-18 : Illustration d'un cas où $R_i \neq 1/n$ | 82 |
| Figure III-19 : Comparaison entre les énergies dissipées numériques et analytiques déterminées par l'équation (III-20) pour un cycle de fretting..... | 84 |

| | |
|---|----|
| Figure III-20 : Evolution des bûches de fretting en fonction de R_p et de R_i tous autres paramètres égaux (SEC_P1-0.1/I1-1/8/D80/F5/N100)..... | 85 |
| Figure III-21 : Evolution (a) du coefficient de frottement moyen μ_0 et (b) du coefficient de frottement énergétique μ_e en fonction du rapport de charge R_p ($P1 \rightarrow 0.1/I1$) et de la fréquence de pulsation f_p ($P0.1/I1 \rightarrow 1/8$) | 86 |
| Figure III-22 : (a) cycle de fretting expérimentaux selon le déphasage entre les signaux ($P0.1/I0.5$) et (b) comparaison entre les énergies dissipées cumulées expérimentales et la valeur analytique en considérant $\mu = \mu_{ref} = 0,85$ | 87 |
| Figure III-23 : Evolution des profils d'usure 2D du plan (304L) et du cylindre (316L N) en fonction du rapport de charge R_p pour deux amplitudes de glissements ($\delta_0^* = \pm 80 \mu m$ et $\delta_0^* = \pm 140 \mu m$) (SEC_P1 $\rightarrow 0.1/I1/D80-140$)...... | 88 |
| Figure III-24 : Dissymétrie des traces d'usure avec R_p | 88 |
| Figure III-25 : Plan 304L. $\delta_0^* = \pm 80 \mu m$. Equivalence entre les profils 2D, les images MEB et des profils d'oxygène issu d'analyse EDS pour deux cas de chargement (a) $R_p = 1$ (SEC_P1/I1/D80) et (b) $R_p = 0,1$ (SEC_P0.1/I1/D80). | 89 |
| Figure III-26 : Plan 304L. $\delta_0^* = \pm 140 \mu m$. Equivalence entre les profils 2D, les images MEB et des profils d'oxygène et de fer issu d'analyse EDS pour deux cas de chargement (a) $R_p = 1$ (SEC_P1/I1/D140) et (b) $R_p = 0,1$ (SEC_P0.1/I1/D140). | 90 |
| Figure III-27 : Evolution des profils d'usure 2D du plan (304L) et du cylindre (316L N) en fonction du rapport de d'impulsion R_i pour deux amplitudes de glissements ($\delta_0^* = \pm 80 \mu m$ et $\delta_0^* = \pm 140 \mu m$ et $R_p = 0,1$) (SEC_P0.1/I1 $\rightarrow 1/8/D80-140$). | 91 |
| Figure III-28 : Evolution des profils 3D des traces d'usure par rapport au rapport d'impulsion R_i (SEC_P0.1/I1 $\rightarrow 1/8/D140$). | 91 |
| Figure III-29 : Observation MEB d'une trace d'usure complète sur le plan 304L (SEC_P0.1/I1/8/D140). .. | 92 |
| Figure III-30 : Observation MEB d'une trace d'usure présente sur le plan 304L. (a et b) vues globales, (c) détail de la zone 1, (d et f) détails de la zone 2 et (e) jonction entre les deux zones..... | 93 |
| Figure III-31 : Evolution des volumes d'usure globaux V_{ND} en fonction du rapport de charge R_p pour $\delta_0^* = \pm 80 \mu m$ et $\delta_0^* = \pm 140 \mu m$ (SEC_P1 $\rightarrow 0.1/I1/D80-140$). | 94 |
| Figure III-32 : Evolution (a) du coefficient énergétique d'usure individuel α_i et (b) du coefficient de proportion entre les surfaces κ_α en fonction du rapport de charge R_p pour les deux amplitudes de glissement $\delta_0^* = \pm 80 \mu m$ et $\delta_0^* = \pm 140 \mu m$ (SEC_P1 $\rightarrow 0.1/I1/D80-140$). | 95 |
| Figure III-33 : Effet du rapport de charge sur le mode d'usure pour une amplitude de glissement de (a) $\pm 80 \mu m$ et (b) de $\pm 140 \mu m$ pour un contact cylindre/plan (316LN/304L) à sec. | 96 |
| Figure III-34 : Evolution des volumes d'usure globaux V_{ND} (a) en fonction de la fréquence de pulsation f_p pour $\delta_0^* = \pm 80 \mu m$ et $\delta_0^* = \pm 140 \mu m$ (SEC_P0.1/I1 $\rightarrow 1/8/D80-140$) et (b) en fonction du déphasage φ pour $\delta_0^* = \pm 140 \mu m$ (SEC_P0.1/I0.5/D140). | 97 |
| Figure III-35 : Evolution du coefficient énergétique d'usure individuel α_i et du coefficient de proportion entre les surfaces κ_α en fonction de la fréquence de pulsation f_p ($f_f = 5 Hz$) pour (a) $\delta_0^* = \pm 80 \mu m$ et (b) $\delta_0^* = \pm 140 \mu m$ (SEC_P0.1/I1 $\rightarrow 1/8/D80-140$) et (c) en fonction du déphasage φ pour $\delta_0^* = \pm 140 \mu m$ (SEC_P0.1/I0.5/D140). | 98 |

| | |
|--|-----|
| Figure III-36 : Evolution des volumes d'usure en fonction de l'énergie dissipée cumulée ΣEd_{SS} | 99 |
| Figure III-37 : Identification des coefficients $\eta_{(304L)_P}$ et $\eta_{(316LN)_C}$ | 101 |
| Figure III-38 : Identification des coefficients $\omega_{(304L)_P}$ et $\omega_{(316LN)_C}$ | 102 |
| Figure III-39 : Loi énergétiques d'usure du (a) plan en 304L, (b) du cylindre en 316L N sous chargement complexe dans un environnement sec et (c) comparaison entre les volumes d'usure V_{ND} théoriques et expérimentaux de l'interface globale..... | 103 |
| Figure III-40 : Illustration des principaux résultats obtenus suite à l'étude du contact 304L/316LN à sec. | 105 |
| Figure IV-1: Evolution du coefficient de frottement énergétique μ_e (a) en fonction du nombre de cycles N pour deux amplitudes de glissement (SOL1_P1/I1/D80-160) et (b) en fonction de l'amplitude de glissement $\delta 0 *$ | 112 |
| Figure IV-2 : Comparaison (a) des cycles de fretting et (b) de l'évolution du coefficient de frottement énergétique avec le nombre de cycles entre le milieu sec et la solution lithium-bore (SEC et SOL1_P1/I1/D140)..... | 113 |
| Figure IV-3: Evolution des profils d'usure 2D du plan (304L) _P (SOL1_P1/I1/D40→160). Equivalence entre une observation optique et le profil 2D moyenné sur une génératrice de 10 mm pour une amplitude de glissement $\delta 0 * = \pm 80 \mu m$, observations optique et MEB de l'intérieur de la trace d'usure (SOL1_P1/I1/D80)..... | 114 |
| Figure IV-4 : (a) Profil 3D avant redressement des surfaces cylindriques du tube (316LN) _C pour une amplitude de glissement de $\delta 0 * = \pm 80 \mu m$ et profil 2D équivalent obtenu après redressement des surfaces cylindriques. Observation MEB (b)-(c) de la surface cylindrique et (d) en coupe (SOL1_P1/I1/D80)..... | 114 |
| Figure IV-5 : Volume usé en fonction de l'énergie dissipée cumulée pour les contacts en solution lithium-bore sous sollicitation de fretting simple..... | 115 |
| Figure IV-6 : Volume usé total en fonction de l'énergie dissipée réduite ΣEd^* pour les contacts en solution lithium-bore sous sollicitation de fretting simple..... | 116 |
| Figure IV-7 : (a) Influence de la fréquence de fretting sur les volumes usés (304L) pour différents nombres de cycles ($N = 500\ 000$ et $1\ 000\ 000$ cycles) et (b) volume d'usure moyen associé par cycle de fretting pour une amplitude de $\pm 80 \mu m$ | 117 |
| Figure IV-8 : Loi énergétique d'usure du plan (304L) _P sous chargement constant et effets de la fréquence. Volume d'usure en fonction de (a) l'énergie effective ΣEd^* et de (b) l'énergie effective pondérée (éq. (IV-4))..... | 118 |
| Figure IV-9 : Identification du coefficient m ($m = -0,5$) par (a) minimisation de l'erreur et (b) maximisation du coefficient de variation..... | 118 |
| Figure IV-10 : Schématisation de la structure bicouche du film passif d'un acier inoxydable..... | 119 |
| Figure IV-11 : (a) Usure abrasive à deux corps opérant dans l'interface et (b) évolution du volume d'usure en fonction de la fréquence..... | 123 |
| Figure IV-12 : Evolution (a) du coefficient de frottement moyen μ_0 et (b) du coefficient de frottement énergétique μ_e en fonction du rapport de charge R_p (SOL1_P1→0.1/I1/D80) et de la fréquence de pulsation f_p (SOL1_P0.1/I1→1/8/D80)..... | 125 |

| | |
|---|-----|
| Figure IV-13 : Observation optique d'une trace d'usure..... | 126 |
| Figure IV-14 : Evolution des profils d'usure 2D équivalent du plan (304L) en fonction du rapport de charge R_p pour une amplitude de glissements de $\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$ (SOL1_P1→0.1/I1/D80)..... | 126 |
| Figure IV-15 : Plan 304L. Equivalence entre les profils 2D moyenné sur une génératrice de 5 mm, les images MEB et des profils d'oxygène issu d'analyse EDS pour deux cas de chargement (a) $R_p = 1$ (SOL1_P1/I1/D80) et (b) $R_p = 0,1$ (SOL1_P0.1/I1/D80). (c) spectre EDS relatifs aux zones 1, 2 et 3. | 127 |
| Figure IV-16 : Proposition de scénario d'usure sous chargement variable en solution aqueuse. | 129 |
| Figure IV-17 : Schématisation de l'effet du rapport de charge R_p sur la pression et sur la variation du rayon du contact herztien au sein de l'interface. | 130 |
| Figure IV-18 : Evolution des profils d'usure 2D du plan (304L) en fonction la fréquence de pulsation f_p pour une amplitude de glissements de $\delta_0^* = \pm 80 \mu\text{m}$ (SOL1_P0.1/I1→1/8/D80)..... | 131 |
| Figure IV-19 : Observation MEB des traces d'usure sur le plan (304L) _p sous chargement (a) constant, (b) variable et (c) complexe en solution SOL1. | 131 |
| Figure IV-20 : Observation morphologique en sous couche des échantillons après attaque chimique à l'eau régale. (a) témoin à cœur, (b) témoin en surface, (c) échantillon usé en surface..... | 132 |
| Figure IV-21 : Définition des volumes d'usure pour des profils de type « VVV-shape »..... | 133 |
| Figure IV-22 : Evolution du volume d'usure par érosion-corrosion relatif à la zone III en fonction (a) du rapport de charge R_p (1→0,1) et (b) du rapport d'impulsion R_i (1→1/8 avec $R_p = 0,1$) en solution aqueuse. | 134 |
| Figure IV-23 : Evolution (a) du volume d'usure par tribocorrosion-érosion V_{tce} et (b) du coefficient énergétique d'usure en fonction du rapport de charge R_p en solution aqueuse (SOL1_P0.1→1/I1/D80)... | 135 |
| Figure IV-24 : Volume d'usure frotté V_{ND} du plan (304L) _p en fonction (a) de l'énergie dissipée réduite avec correction en fréquence de fretting (R_f) et (b) de l'énergie dissipée effective avec correction en rapport de charge R_p pour les essais en solution lithium-bore. | 136 |
| Figure IV-25 : Identification du coefficient $\eta(304L)P$ relatif au rapport de charge R_p en solution aqueuse (a) par la minimisation de l'erreur relative et (b) l'optimisation du coefficient de variation. | 136 |
| Figure IV-26 : Effets de l'environnement sur l'usure selon le type de sollicitation (fretting sous chargement constant ($R_p = 1$) et fretting sous chargement variable de l'effort normal ($R_p = 0,1$))...... | 137 |
| Figure IV-27 : Schématisation des tendances du (a) coefficient énergétique d'usure relatif au volume de tribocorrosion-érosion de la zone frottée I et (b) du volume d'érosion-corrosion des zones latérales III. | 139 |
| Figure IV-28 : Evolution (a) du volume d'usure par tribocorrosion-érosion V_{tce} et (b) du coefficient énergétique d'usure en fonction du rapport d'impulsion R_i en solution aqueuse (SOL1_P0.1/I1→1/8/D80). | 140 |
| Figure IV-29: Identification du coefficient $\omega(304L)P$ relatif au rapport d'impulsion R_i en solution aqueuse. | 140 |
| Figure IV-30 : Evolution du volume d'usure par tribocorrosion-érosion en fonction de l'énergie dissipée effective..... | 141 |
| Figure IV-31 : Illustration des perturbations engendrées par l'ouverture et la fermeture du contact en fonction du rapport d'impulsion R_i | 142 |

| | |
|--|-----|
| Figure IV-32 : Représentation schématique des essais | 143 |
| Figure IV-33 : Vérification de la stabilité de la loi d'usure proposée..... | 143 |
| Figure IV-34: Illustration des principaux résultats obtenus suite à l'étude du contact 304L/316LN en solution lithium-bore..... | 145 |
| Figure IV-35: Principe d'une cellule électrochimique à trois électrodes..... | 148 |
| Figure IV-36: Banc expérimental de fretting-corrosion en configuration sphère/plan..... | 149 |
| Figure IV-37: Courbes de polarisation de l'AISI 304L en solution lithium-bore à température ambiante (potentiel mesuré par rapport à une électrode au calomel saturée au KCl : SCE)..... | 151 |
| Figure IV-38 : Illustration d'une courbe de polarisation..... | 152 |
| Figure IV-39 : Tests potentiodynamiques permettant de calculer les coefficients de Tafel (304L, solution lithium-bore, température ambiante)..... | 154 |
| Figure IV-40: Exemple de la réponse en courant lors d'un essai de tribocorrosion au potentiel passif 0,2 V/SCE et évolution du coefficient de frottement énergétique μ_e associé..... | 155 |
| Figure IV-41 : (a) Réponse en potentiel libre de l'échantillon 304L sollicité en reciprocating-sliding contre une bille en alumine et (b) évolution associée du coefficient de frottement énergétique μ_e ($f_f = 5$ Hz, $F_N = 7$ N, $N = 5 \cdot 10^5$ cycles)..... | 156 |
| Figure IV-42 : Evolution du coefficient de frottement énergétique μ_e au cours de l'essai et (b) comparaison des cycles de fretting en début et en fin d'essais pour différents potentiels appliqués..... | 157 |
| Figure IV-43 : Observation MEB du plan 304L (a) de la trace d'usure générale (x 75), (b) de l'intérieur de la trace d'usure et (c) de la zone oxydée périphérique pour différents tests de tribocorrosion..... | 158 |
| Figure IV-44 : Evolution des profils d'usure 2D transversaux avec le potentiel appliqué..... | 159 |
| Figure IV-45 : Observations MEB (a) des débris d'usure piégés dans le contact (x20 kx /-1V/SCE) et (b) de l'agglomérat formés par les débris hors de la trace, en zone oxydées (x5 kx/OCP)..... | 159 |
| Figure IV-46 : Optiques des billes en alumine à la fin de différents tests de tribocorrosion..... | 160 |
| Figure IV-47 : Evolution du volume d'usure total V_{tot} , du coefficient de frottement énergétique μ_e et de la dureté HV normalisée à l'intérieur de la trace en fonction du potentiel appliqué à amplitude fixe ($\delta_0 * = \pm 400 \mu\text{m}$)..... | 160 |
| Figure IV-48: Evolution du volume d'usure total V_{tot} , du coefficient de frottement énergétique μ_e et de la dureté HV normalisée à l'intérieur de la trace en fonction de l'amplitude de glissement $\delta_0 *$ à potentiel libre ($E = -0,2$ V/SCE)..... | 161 |
| Figure IV-49 : (a) Evolution du volume d'usure en fonction du travail d'Archard et (b) de l'énergie de frottement dissipée au potentiel libre (OCP, $E = -0,2$ V/SCE)..... | 162 |
| Figure IV-50: Récapitulatif des étapes permettant de déterminer la quantité d'électricité Q_c en vue d'appliquer l'équation de Faraday..... | 163 |
| Figure IV-51 : Méthode graphique pour évaluer la densité de courant au potentiel E_{fin} | 165 |
| Figure IV-52 : Superposition des volumes usés avec la courbe de polarisation du 304L obtenue en fonction du potentiel appliqué (<i>campagne 1</i>) pour $n = 2,9$ | 166 |

| | |
|---|-----|
| Figure IV-53 : Résultats de J. Perret retranscrits – Superposition (a) des volumes d’usures totaux, mécaniques et (b) chimiques avec la courbe de polarisation du 304L en acide sulfurique 0,5 M en fonction du potentiel appliqué pour un nombre de charge $n = 2,9$ [8]. | 168 |
| Figure IV-54: Effet du film passif sur les dislocations ([7], [8]). | 169 |
| Figure IV-55 : Evolution du (a) volume d’usure mécanique V_{mec} et (b) chimique V_{chem} en fonction de l’énergie dissipée cumulée à potentiel libre pour $n = 2,9$; (c) comparaison entre la cinétique de la partie mécanique et celle de la partie chimique ; (d) évolution de l’énergie dissipée cumulée et du contact final a_{final} en fonction de l’amplitude de glissement $\delta 0 *$. | 170 |
| Figure IV-56 : Principaux résultats obtenus par l’influence du potentiel appliqué sur l’usure. | 171 |
| Figure IV-57 : Allure qualitative du domaine de tribocorrosion en fonction de la pression et de la vitesse de sollicitation [9]. | 173 |
| Figure IV-58 : Schéma de la pile de corrosion au potentiel libre. | 174 |
| Figure IV-59 : Bilan de l’usure observée pour (a) l’étude dédiée à la tribocorrosion en fretting simple, et pour l’étude du contact cylindre/plan sous chargement complexe lorsque (b) $R_p = 1$. | 176 |
| Figure V-1 : Conditions aux limites et chargements appliqués. | 181 |
| Figure V-2 : Rampes de chargement : effort normal P et amplitude de débattement δ dans le cas d’une sollicitation de (a) fretting simple ($R_p = 1$) et (b) de fretting sous chargement variable ($R_p = 0,1$). | 182 |
| Figure V-3 : Hypothèse d’équipartition énergétique. | 183 |
| Figure V-4 : Illustration de la translation progressive des nœuds dans la profondeur pour simuler l’usure du plan pour le volume de répartition. | 184 |
| Figure V-5 : Comparaison d’un cycle de fretting expérimental et simulé en fretting simple ($\delta 0 * \pm 80 \mu m$, $P = 10 \text{ N/mm}$, 100 000 cycles). | 187 |
| Figure V-6 : Comparaison des profils d’énergie et d’usure pour deux cas simulés : (a) le cas réel D80-P10 et (b) un cas à iso-énergie [P-N]- δ (D80 – P50). | 187 |
| Figure V-7 : Comparaison entre le profil d’usure obtenu expérimentalement (exp), et les profils d’usure obtenus par simulation numérique. | 188 |
| Figure V-8 : Comparaison des volumes usés expérimentaux et simulés pour le plan (304L) _p sous chargement constant ($R_p = 1$). | 189 |
| Figure V-9 : Comparaison des profils usés expérimentaux et simulés avec le principe d’iso-énergie du plan (304L) _p à (a) $\delta 0 * = \pm 80 \mu m$, $P = 3 \text{ N/mm}$, 1 000 000 cycles et (b) $\delta 0 * = \pm 160 \mu m$, $P = 3 \text{ N/mm}$, 500 000 cycles. | 190 |
| Figure V-10 : Comparaison des profondeurs usées expérimentales et simulées pour le plan (304L) _p sous chargement constant ($R_p = 1$). | 191 |
| Figure V-11 : Comparaison d’un cycle de fretting expérimental (x 10) et simulé utilisant le principe du travail à iso-énergie [P-N]- δ en fretting sous chargement variable ($\delta 0 * = \pm 80 \mu m$, $P_{exp} = 3 \text{ N/mm}$ - $N_{exp} = 500 000$ cycles et $P_{num} = 30 \text{ N/mm}$ - $N_{num} = 50 000$ cycles, $R_p = 0,1$). | 192 |
| Figure V-12 : (a) Profils d’énergie et d’usure pour un cas à iso-énergie [P-N]- δ ($\delta 0 * = \pm 80 \mu m$, $P_{num} = 30 \text{ N/mm}$ - $N_{num} = 50 000$ cycles, $R_p = 0,1$) et (b) comparaison des profils d’usure expérimental et numérique ($\delta 0 * = \pm 80 \mu m$, $P_{exp} = 3 \text{ N/mm}$ - $N_{exp} = 500 000$ cycles et $P_{num} = 30 \text{ N/mm}$ - $N_{num} = 50 000$ cycles, $R_p = 0,1$). | 193 |

Liste des tableaux

| | |
|--|-----|
| Tableau I-1 – Importance relative des différentes formes d'usure [16]. | 16 |
| Tableau II-1: Propriétés mécaniques de l'acier AISI 304L et AISI 316L en fonction de la température [91]. | 42 |
| Tableau II-2 : Composition chimique du milieu primaire lors des EAC et des EPAC. | 48 |
| Tableau II-3: Nomenclature pour décrire les sollicitations de l'essai. | 54 |
| Tableau III-1 : Détails des lois énergétiques relatives au plan (304L) _P et au cylindre (316LN) _C (SEC_P1/11). | 74 |
| Tableau III-2 : Définitions, rappels et valeurs des variables utilisées dans le Chapitre III en condition sec. | 76 |
| Tableau III-3: Démonstration pour $R_i < 1$ et $\varphi = 0$. | 83 |
| Tableau III-4 : Démonstration pour $R_i < 1$ et $\varphi \neq 0$. | 83 |
| Tableau IV-1 : Définitions, rappels et valeurs des variables utilisées dans le Chapitre IV en condition aqueuse. | 124 |
| Tableau IV-2: Procédure de tribocorrosion dans le domaine cathodique. | 150 |
| Tableau IV-3 : Procédure de tribocorrosion à potentiel libre (OCP). | 150 |
| Tableau IV-4 : Procédure de tribocorrosion dans le domaine passif. | 150 |
| Tableau IV-5 : Potentiel de corrosion E_{corr} et coefficients de Tafel a_c et b_c . | 154 |
| Tableau IV-6: Espèces ioniques formées lors de la dissolution du fer, du nickel et du chrome selon Landolt [134]. | 163 |
| Tableau IV-7 : Volumes d'usure moyens ($10^5 \mu\text{m}^3$) pour les échantillons plans des deux campagnes d'essais suivant le nombre de charge n . | 164 |
| Tableau IV-8: Contraintes mécaniques de Hertz pour une bille Al2O3 en contact contre un plan en acier inoxydable 304L et paramètres d'essais pour la campagne 1 et ceux de Perret [8]. | 167 |
| Tableau IV-9: Comparaison des contraintes mécaniques de Hertz et des paramètres d'essais entre les deux campagnes réalisées dans ce chapitre. | 173 |
| Tableau V-1 : Relation entre les paramètres d'essais, les paramètres numériques et les principes d'évaluation. | 185 |
| Tableau V-2 : Paramètres de simulation pour la validation du principe du travail à iso-énergie. | 186 |