

Interactions frottement/propriétés mécaniques des surfaces :  
*Vers une considération plus fine du comportement mécanique des  
couches minces en tribologie des interfaces.*

Richard Kouitat Njiwa

Institut Jean Lamour – SI2M Ecole des Mines Nancy –France

Philippe Stempflé

FEMTO-ST ENSMM Besançon - France

M'Barek Taghite

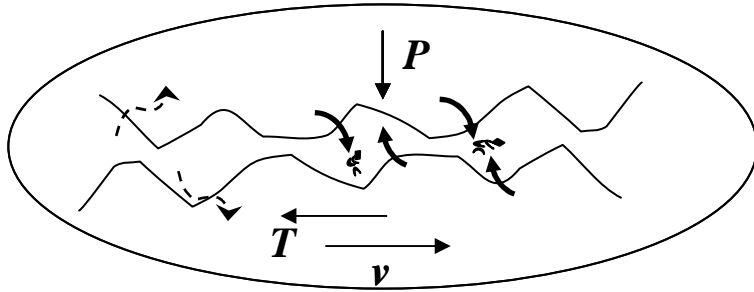
LEMTA ENSEM Nancy -France

# PROBLEMATIQUE FROTTEMENT - USURE

- En tribologie, la compréhension des mécanismes élémentaires d'usure nécessite une bonne connaissance de la relation entre le frottement et le comportement mécanique des surfaces et interfaces :
  - ✓ adhérence du dépôt/substrat;
  - ✓ modifications des propriétés en sous-couches liées aux TTS;
  - ✓ propriétés mécaniques du 3<sup>ème</sup> corps crée par agglomération de débris ;
  
- Domaines d'applications : De l'ingénierie traditionnelle à la bio- ingénierie.
  - Aspect environnemental: Limiter les pertes d'énergie, améliorer le glissement (frottement)
  - Augmenter les durées de vie des pièces en mouvement Combattre la perte de matière, les changements de forme (usure)

# Rappel sur le frottement

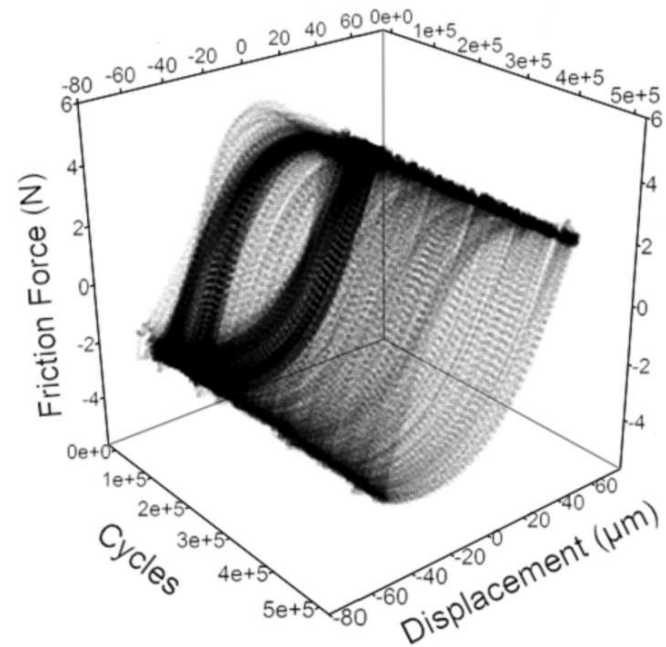
Quelque soit le dispositif expérimental utilisé : Tribomètre Pion/disque et variantes, fretting, nanotribomètre



- A effort normal ( $P$ ) donné , enregistrement de l'effort tangentiel ( $T$ ) ou de la puissance dissipée pendant le glissement

Coefficient de frottement  $\mu = \frac{T}{P}$

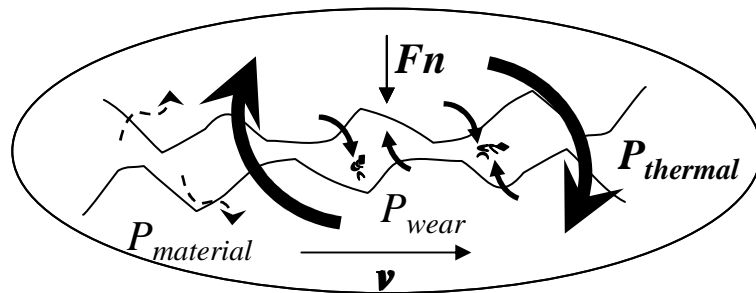
*Théoriquement indépendant de  $P$*



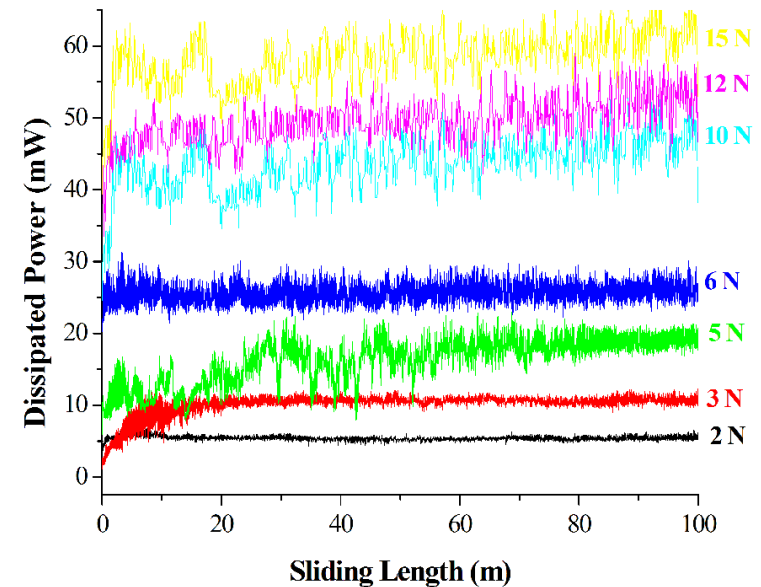
Courbe de frottement en fretting en fonction du nombre de cycles et de la distance de glissement

# Rappel sur le frottement (puissance dissipée)

- Courbe de la puissance dissipée en fonction de la charge appliquée



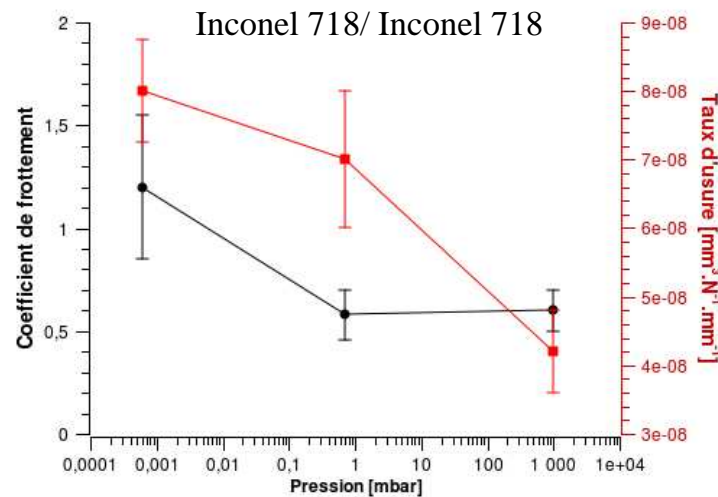
$$P_{friction} = P_{material} + P_{wear} + P_{thermal} \quad [1]$$
$$P_{thermal} \approx 0.95 P_{friction} \approx 0.95 \mu F_n v$$



- Scherge et al,
- Ph. Stempflé et al, (2008), Tribology Int. 41, 1009-1019.
- Ph. Stempflé et al, (2010), Tribology Int. 43, 1794-1805

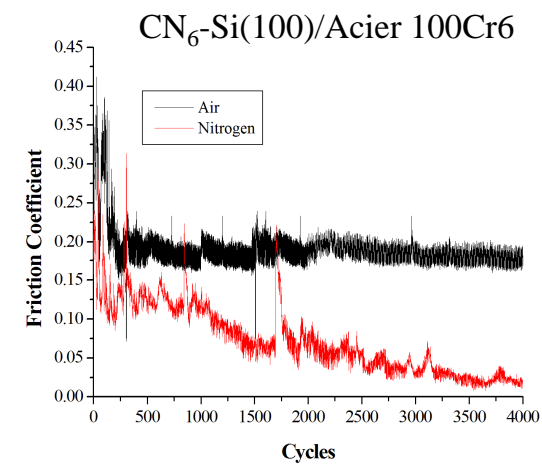
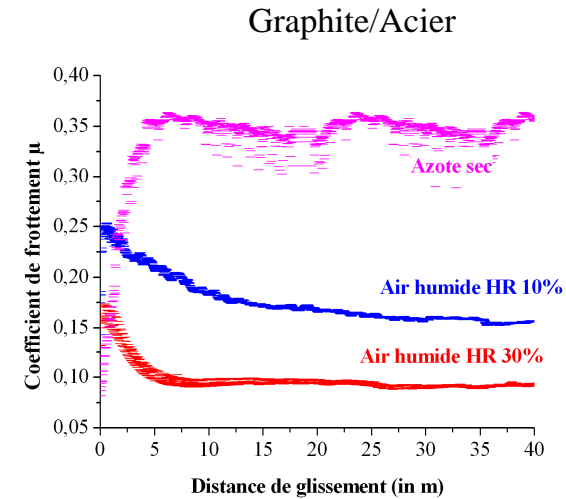
# Effet de l'environnement sur le frottement

- Courbe en fonction de l'environnement et de la pression environnante : effet physico-chimique

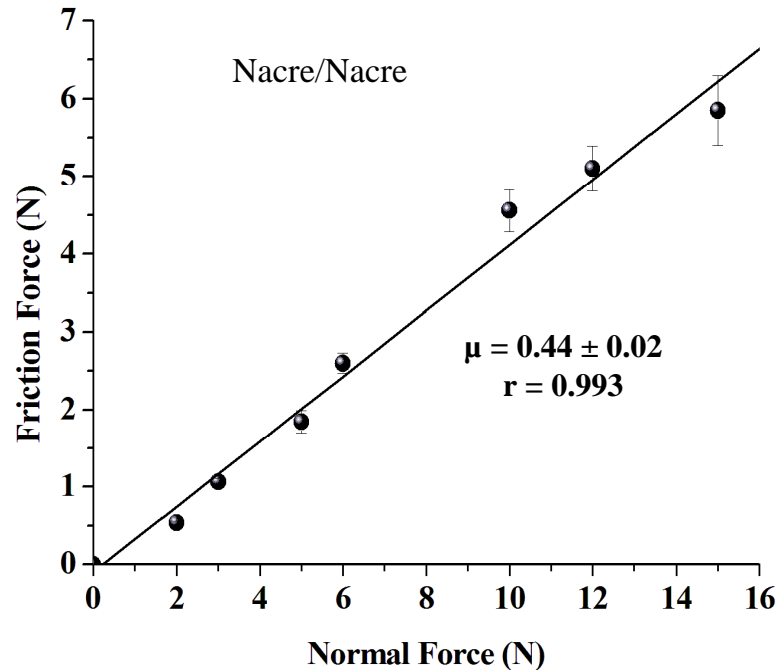


## Influence de la composante physico-chimique du frottement

- Ph. Stempflé, J. von Stebut, (2006), Wear 260, 601-614.
- S. Adamou et al, (2005), Wear
- Ph. Stempflé, J. Takadoum (2010), Proc. of the 14th Nordtrib, paper 18, ISBN 978-91-7439-124-4

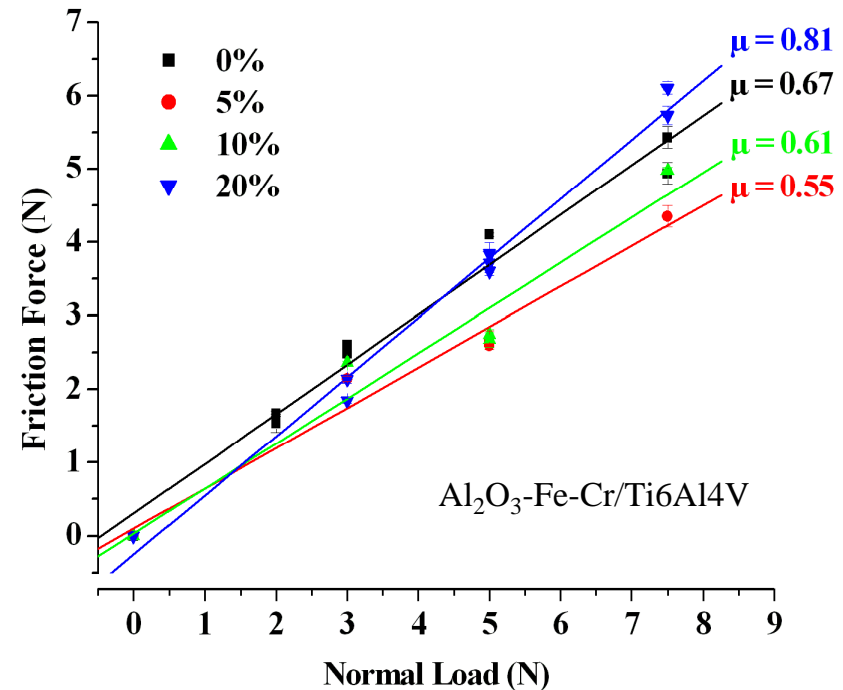


## *Droite de frottement en présence du troisième corps*



Mesure globale: Multi aspérités  
intégration sur une aire de  
contact avec 3<sup>ème</sup> corps

- Évolution en fonction de la charge:
- Influence du 3<sup>ème</sup> corps: Courbe ne coupe pas l'origine

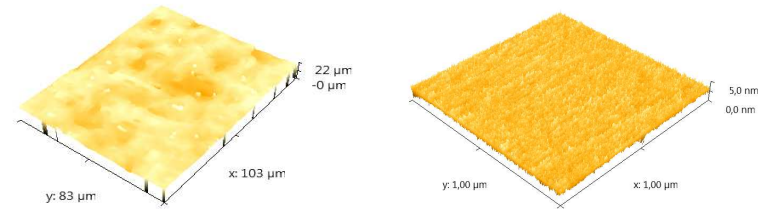


- Ph. Stempflé et al (2008), Tribology Int 41, 1009-1019.
- Ph. Stempflé et al, (2009), Tribology Letters 35: 97-104.

# Modélisation du frottement

-Prise en compte de l'état de surface (Rugosité)

Utilisation de l'aire réelle de contact



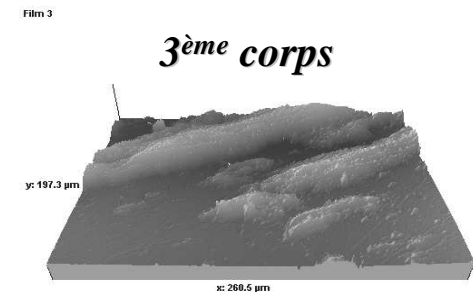
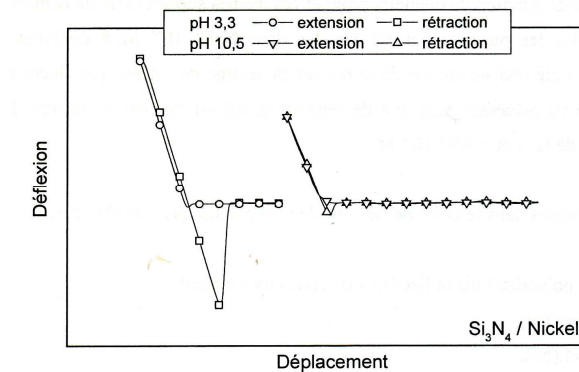
- Prise en compte de l'adhésion entre les deux corps  
(Mesure Pull-off, mouillabilité...)  $\mu_a$

- Prise en compte de la déformation élastique (cf. frottement caoutchouc)  $\mu_e$

- Prise en compte de la déformation plastique (cf. approche énergétique, effet thermique)  $\mu_p$

- Prise en compte du troisième corps  
(modification des propriétés mécaniques, de l'aire de contact, du mécanisme d'usure)  $\mu_{part}$

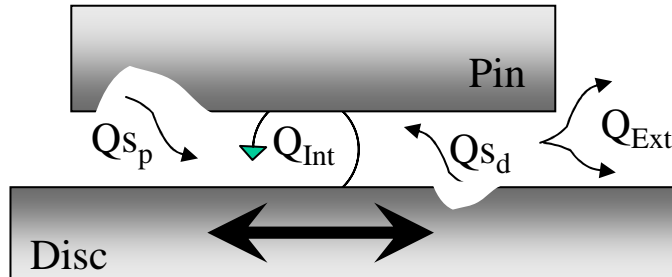
$$\mu = \mu_a + \mu_e + \mu_p + \mu_{part}$$



Graphite/Acier

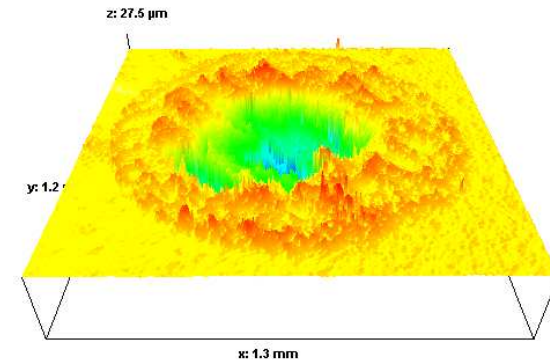
- J. Gavaille et al,
- Ph. Stempflé, J. von Stebut, (2006), Wear 260, 601-614.

**USURE** : Perte de matière, modification de géométrie ?, perte d'une fonction mécanique ?

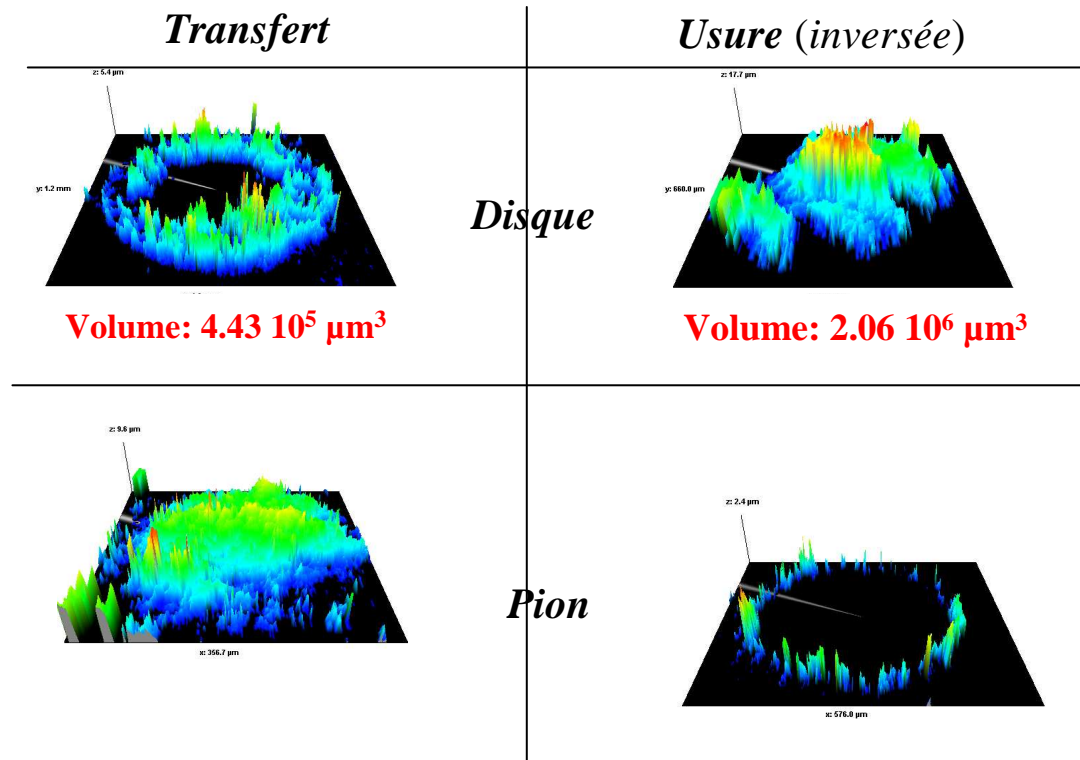


Quantification par approche de type circuit tribologique

*Height map of the friction scar*



Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Fe-Cr/Ti6Al4V



- Y. Berthier et al,
- Ph. Stempflé et al (2008), Tribology Int 41, 1009-1019



## *Modélisation de l'usure par perte de masse*

Usure adhésive : Loi de ARCHARD  $V = k \frac{PL}{\sigma_y} = k_s \frac{PL}{3H}$

$k$  coefficient d'usure,  $P$  force normale,  $L$  distance de glissement,  $\sigma_y$  limite d'élasticité,  $H$  dureté

Usure abrasive

Les modèles les plus élaborés prennent en compte le mode de fissuration du matériau

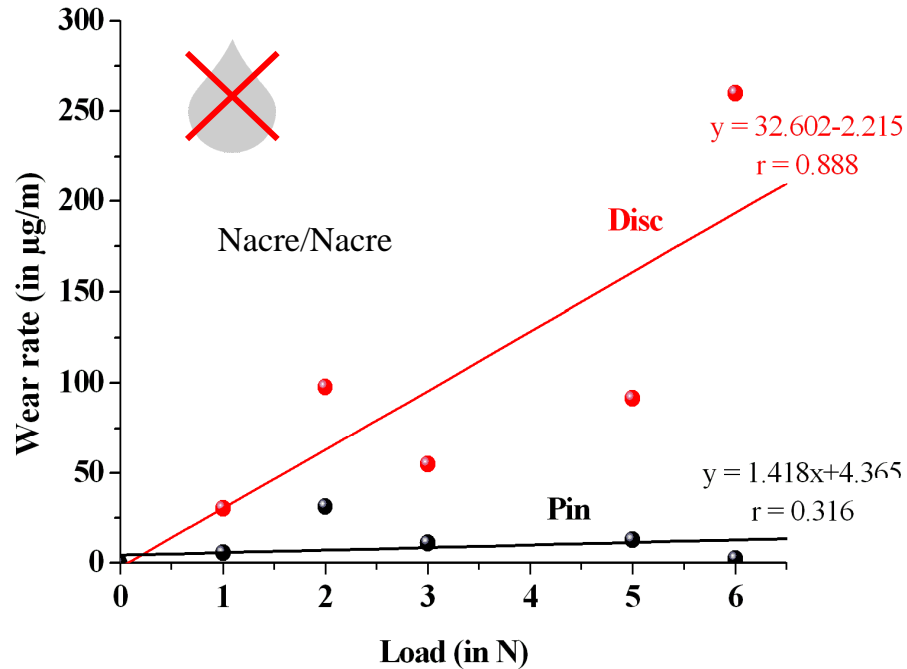
$$V = k \frac{[E / H_v]^{1/5} P^{9/8} L}{K_{IC}^{1/2} H_v^{5/8}}$$

$E$  : module de Young

$H_v$  : dureté Vickers

$K_{IC}$  : ténacité

# Exemples : influence de la température de contact

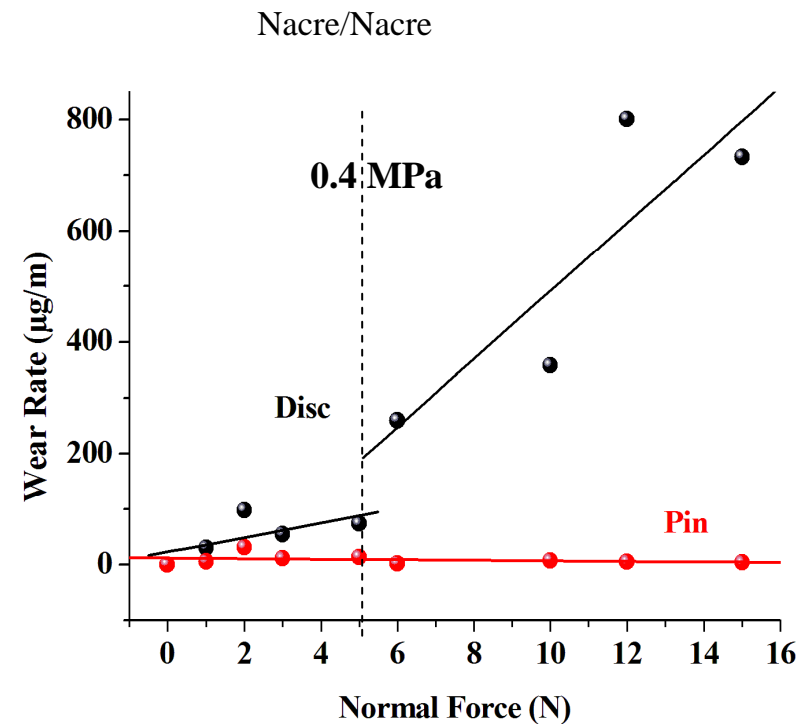


K ( $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{N}^{-1}$ )	Pin	Disc
<b>Dry Conditions</b>	<b>1.418</b>	<b>32.602</b>
<b>Liquid medium</b>	<b>55.747</b>	<b>14.806</b>

	Pin	Disc	
K ( $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{N}^{-1}$ )	<b>1.42</b>	9.96	57.6
		$p < 0.4\text{MPa}$	$p > 0.4\text{MPa}$

Wear coefficient K

Effet thermique à forte charge



- Ph. Stempflé, M. Brendlé, (2006), Tribology Int 39, 1485-1496.
- Ph. Stempflé et al (2007), Int. J. Nanotechnology, vol. 4, N°6, 712-729.
- Ph. Stempflé et al (2009), Tribology Letters 35: 97-104.

## *Modèles frottement - usure*

- Les modèles de description du comportement en frottement-usure intègrent principalement:
  - Les modules d'élasticité  $E$  des antagonistes;
  - Les duretés  $H$  des antagonistes
  - Les ténacités  $K_{Ic}$
  - certains paramètres thermiques ( $T_{flash}$ ,  $K$ ,  $\chi$ )
  - très rarement les aspects physico-chimiques ( $\gamma_s$ , pression, etc) et microstructuraux (densité de dislocation...);
  - Malgré son effet inévitable, la considération du troisième corps est rare, par manque de connaissance : propriétés mécaniques, thermiques, quantité etc...

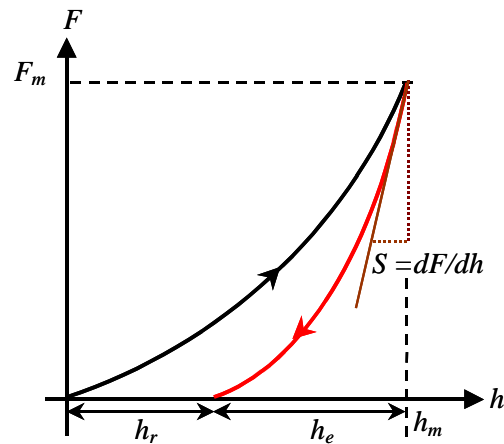
⇒ Comment caractérise-t-on ces divers paramètres ?

⇒ Comment prend on en considération ces résultats dans l'analyse de l'essai

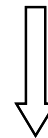
# Détermination de $E$ et $H$

Indentation instrumentée (nano – indentation )

## Rappel Méthode de Oliver & Pharr



$F_m, h_m$  and  $\left(\frac{dF}{dh}\right)_{h_m}$   
during the initial unloading



$$h_c = h_m - \frac{3}{4} \frac{F_m}{(dF/dh)}$$

$$A = \pi a^2 = \pi(2Rh_c - h_c^2)$$

Indenteur  
sphérique

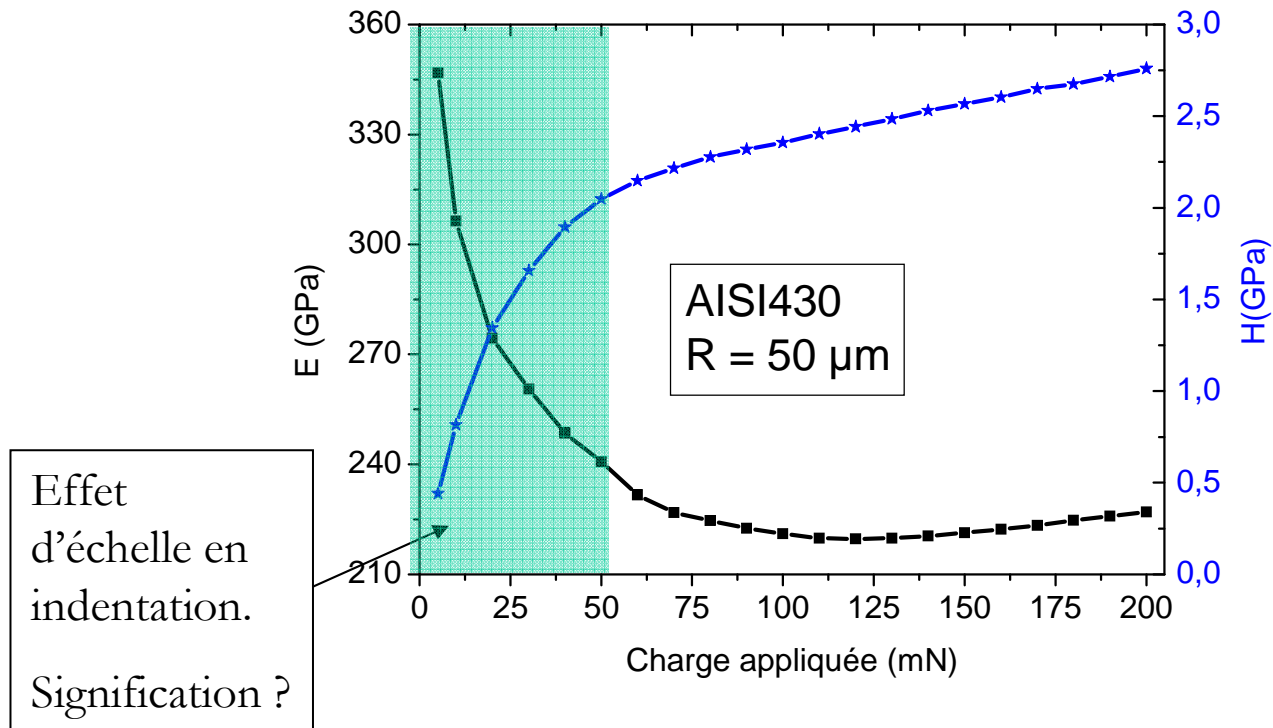
$$E^* = \frac{1}{2} \left(\frac{dF}{dh}\right)_{h_m} \sqrt{\frac{\pi}{A}}$$

$$H = \left(\frac{F}{A}\right)_{h_m}$$

## *Détermination de $E$ et $H$ par indentation instrumentée*

Exemple de résultat Milieu homogène isotrope

Poinçon sphérique de rayon  $50\mu\text{m}$ .



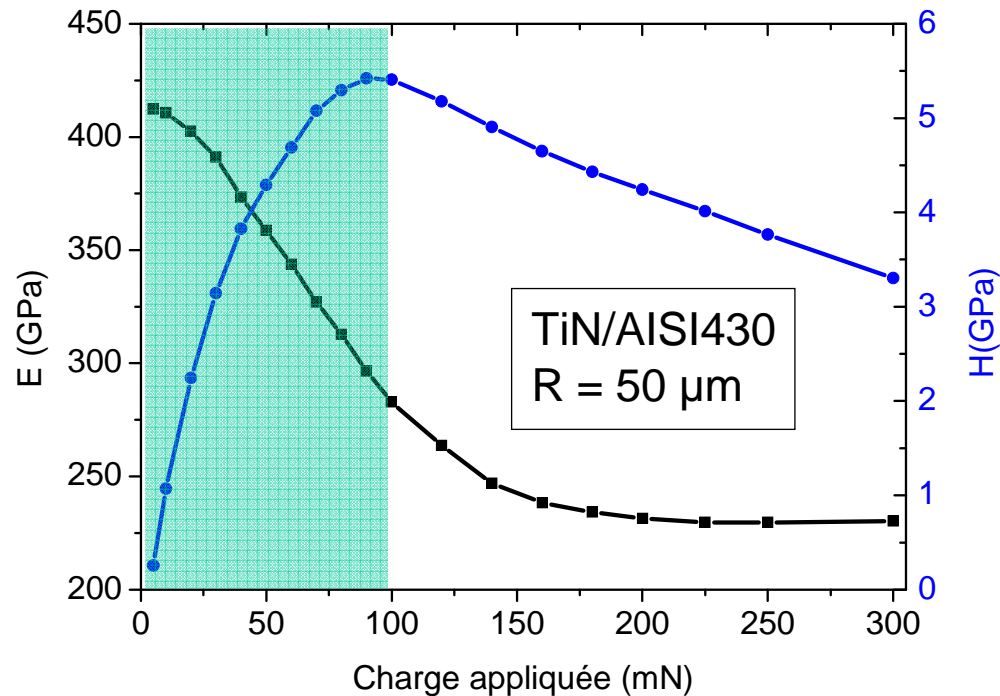
*Evolutions du module de Young et de la pression moyenne en fonction de la charge appliquée pour un acier inoxydable*

## *Détermination de $E$ et $H$ par indentation instrumentée*

Exemple de résultat Système film/substrat

Poinçon sphérique de rayon de courbure  $50\mu\text{m}$ .

Film de  $3\mu\text{m}$  de TiN sur substrat AISI430



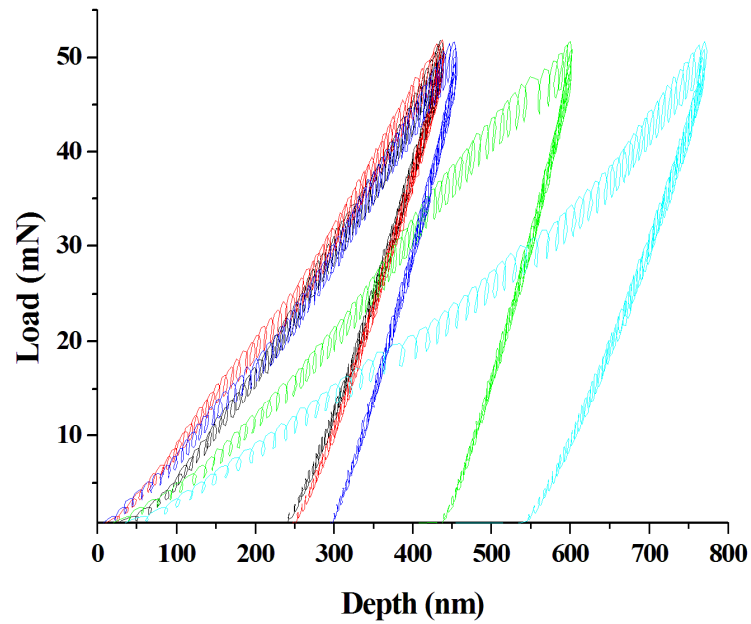
E et H film ?

Signification extremum  
courbe de H ?

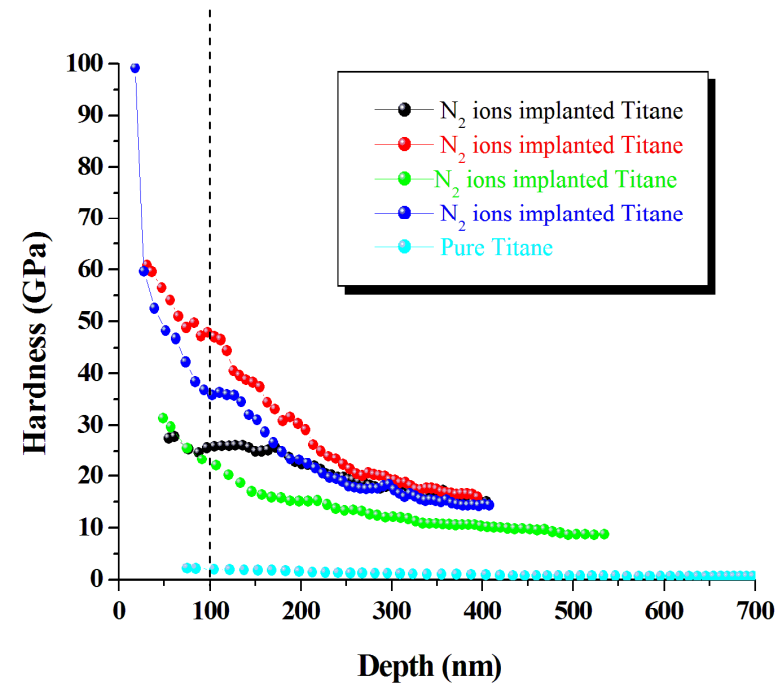
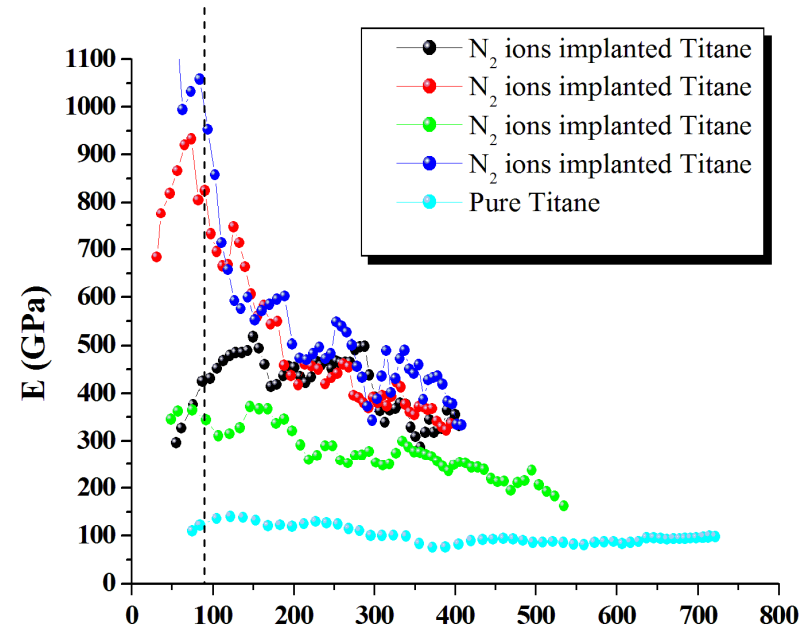
# Détermination de $E$ et $H$

## Courbe dynamique

- Nano – indentation (film homogène isotrope, substrat homogène isotrope)



- Nécessite une étude systématique



# *Simulation numérique : analyse du contact sphère/plan*

## COMPORTEMENT ELASTIQUE

### Rappel

Massif homogène  $\delta = \frac{a^2}{R}$      *a* : rayon du disque de contact, *R* : rayon du poinçon ;  $\delta$  : profondeur de pénétration

$$a = \left( \frac{3PR}{4E^*} \right)^{1/3} \qquad \frac{1}{E^*} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_p^2}{E_p}$$

$\tau \approx 0.93 P_m$      Contrainte de cisaillement maximal dans l'échantillon pour  $\nu = 0.3$

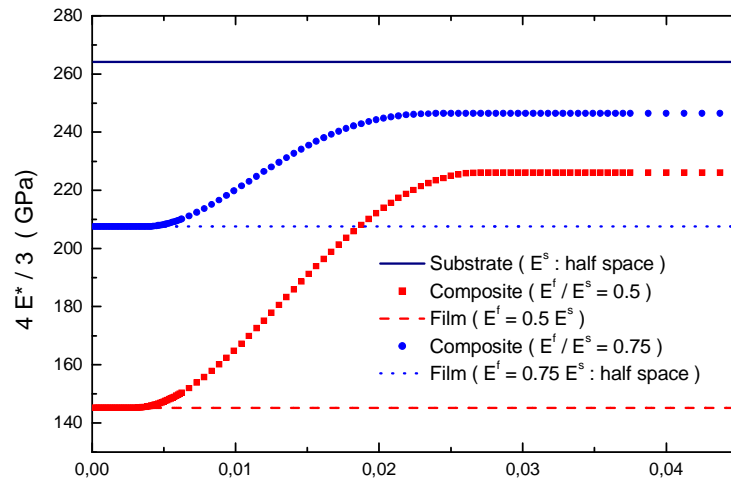
- N. Oumarou et al, (2010), Int. J. Surface Science and Engineering, vol. 4, Nos. 4/5/6, 2010;
- N. Oumarou et al, (2010), J. of Tribology & Surface Engineering, vol. 1, Issue 1/2, 111-128 ;



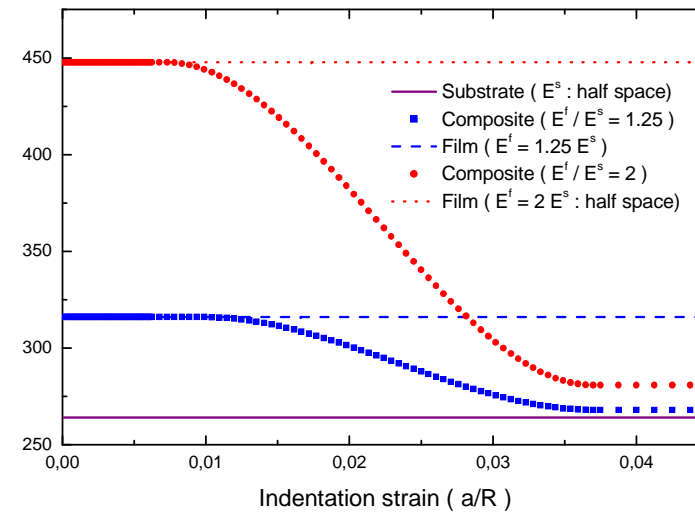
# Simulation numérique : analyse du contact sphère/plan

## COMPORTEMENT ELASTIQUE

Module d'élasticité calculé pour ( $E^f/E^s < 1$ )



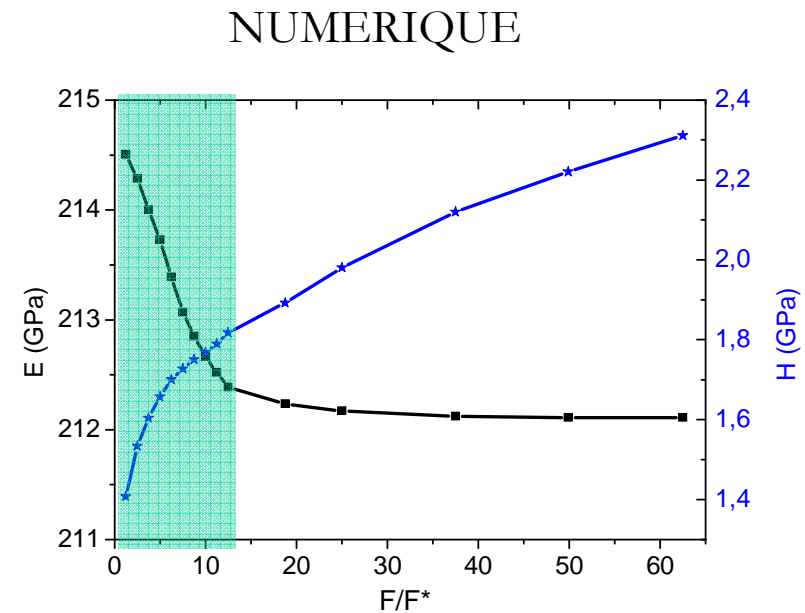
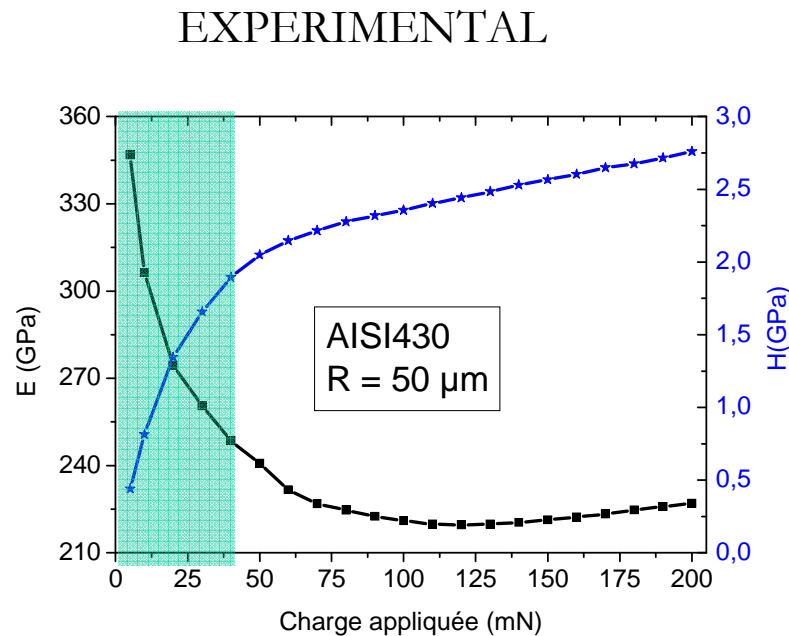
Module d'élasticité calculé pour ( $E^f/E^s > 1$ )



Dans tous les cas, on a toujours :  $\delta = \frac{a^2}{R}$

# Simulation numérique : analyse du contact sphère/plan

Milieu homogène      comportement simple : élastique parfaitement plastique



Courbes expérimentales et numériques : mêmes tendances

On a toujours : 
$$\delta = \frac{a^2}{R}$$

- N. Oumarou et al, (2010), Int. J. Surface Science and Engineering, vol. 4, Nos. 4/5/6, 2010;
- N. Oumarou et al, (2010), J. of Tribology & Surface Engineering, vol. 1, Issue 1/2, 111-128 ;

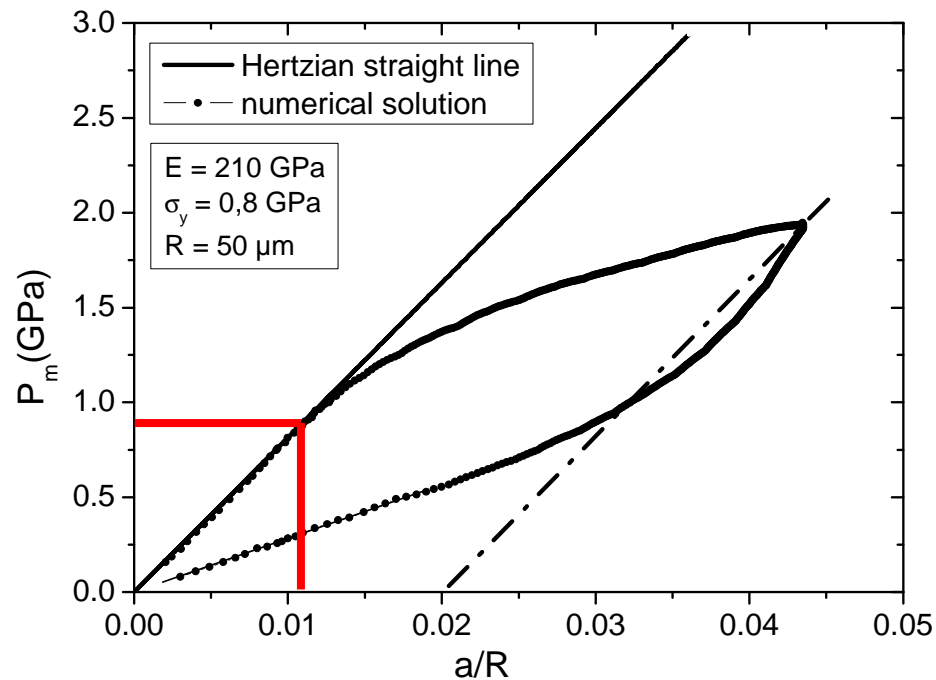
# Simulation numérique : analyse du contact sphère/plan

## Milieu homogène

comportement simple : élastique parfaitement plastique

On a toujours :  $\delta = \frac{a^2}{R}$

$$P_m = \frac{P}{\pi a^2}$$



$$p_m^c = 1.075 \sigma_y$$

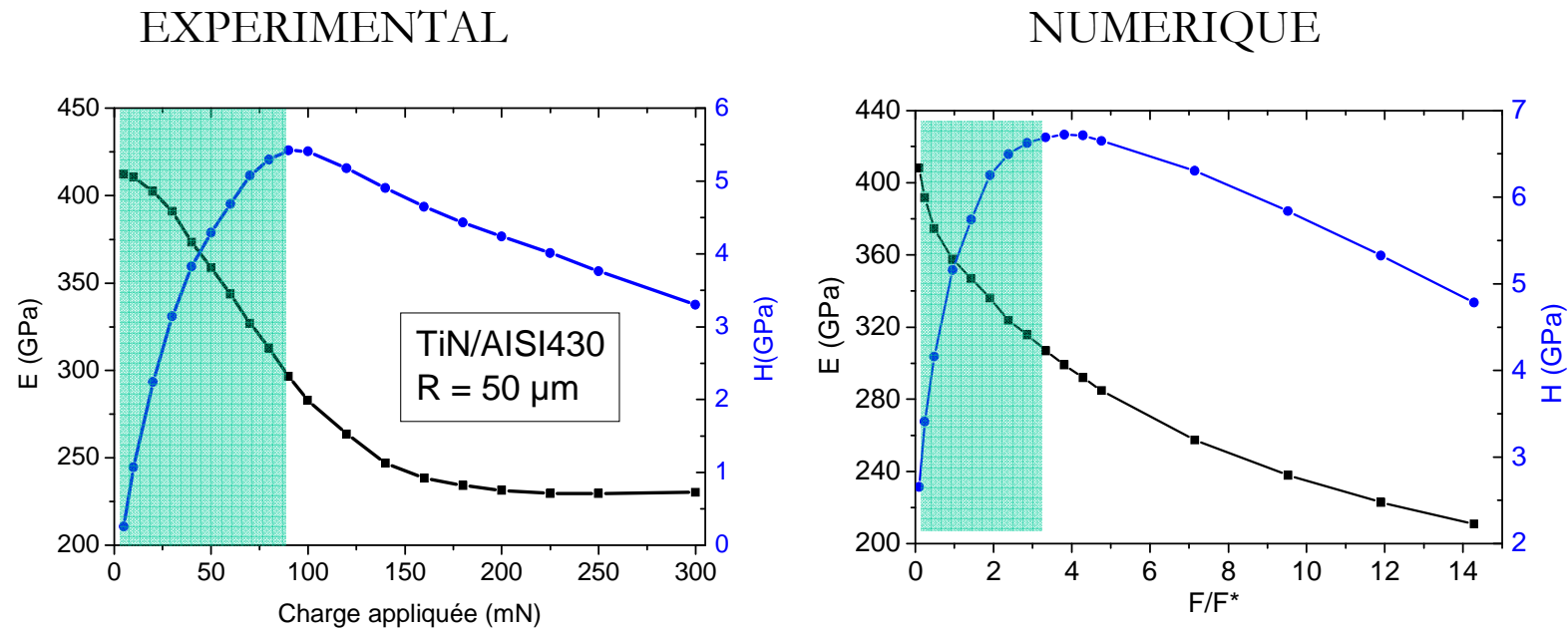


$$\sigma_y \approx 0.84 \text{ GPa}$$

- N. Oumarou et al, (2010), Int. J. Surface Science and Engineering, vol. 4, Nos. 4/5/6, 2010;
- N. Oumarou et al, (2010), J. of Tribology & Surface Engineering, vol. 1, Issue 1/2, 111-128 ;

# Simulation numérique : analyse du contact sphère/plan

Film dur (élastique) sur substrat élastique parfaitement plastique



Courbes expérimentales et numériques : mêmes tendances

On a toujours : 
$$\delta = \frac{a^2}{R}$$

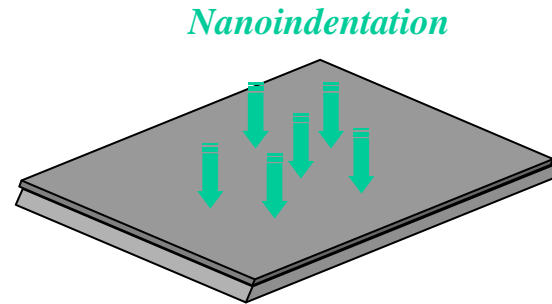
- N. Oumarou et al, (2010), Int. J. Surface Science and Engineering, vol. 4, Nos. 4/5/6, 2010;
- N. Oumarou et al, (2010), J. of Tribology & Surface Engineering, vol. 1, Issue 1/2, 111-128 ;

## *Obtention du module de Young du film*

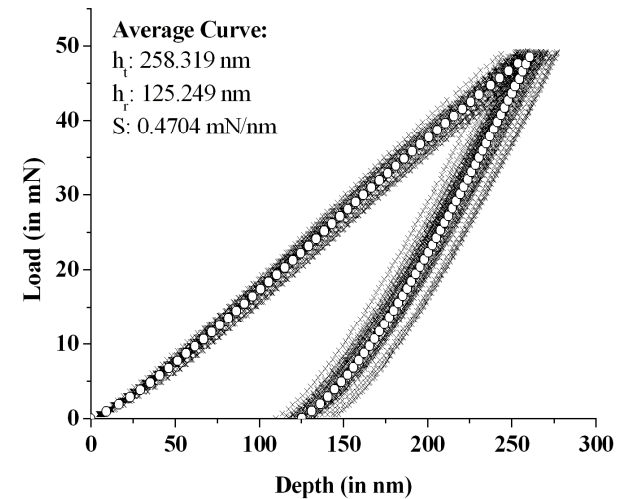
Utilisation de la courbe de Charge et de la relation  $P^2 \propto \delta^3$

Film-substrate	$R$ ( $\mu\text{m}$ )	$t_F$ ( $\mu\text{m}$ )	$E$ (GPa)
TiN/AISI430	5	1	$442.82 \pm 6.17$
		2	$444.86 \pm 6.45$
		3	$445.86 \pm 6.85$
	50	3	$444.71 \pm 2.61$
TiN/HSS652	5	1	$444.10 \pm 5.04$
		2	$445.73 \pm 4.29$
		3	$445.38 \pm 0.99$
	50	3	$445.97 \pm 1.06$

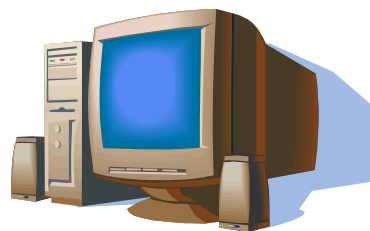
# Détermination de $E$ , $\nu$ et $\sigma_y$ par méthode inverse



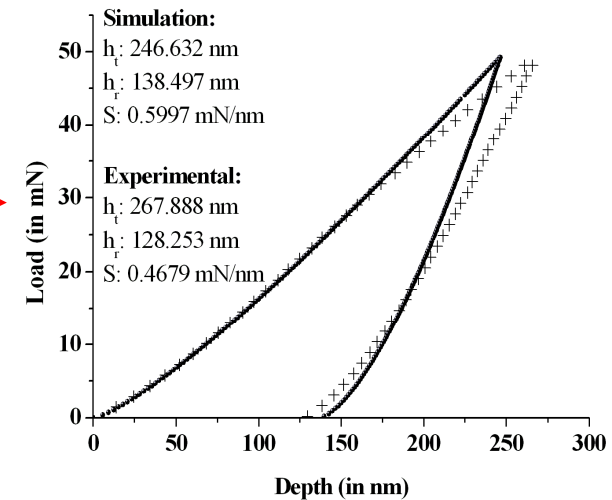
Nanoindentation



Données d'entrée :  
 Propriétés expérimentales du composite (film + substrate)



Numerical simulation of the nanoindentation test  
 $h = f(P)$

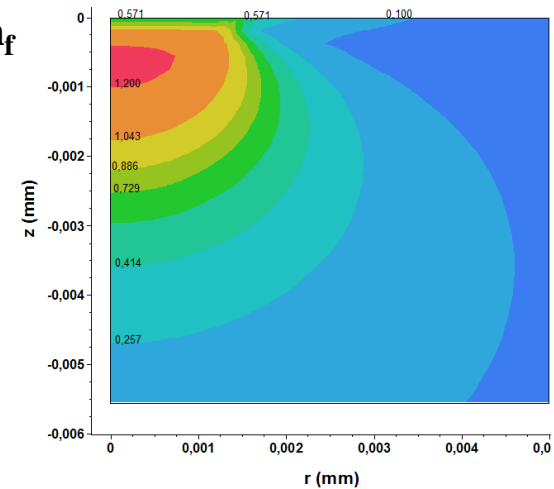
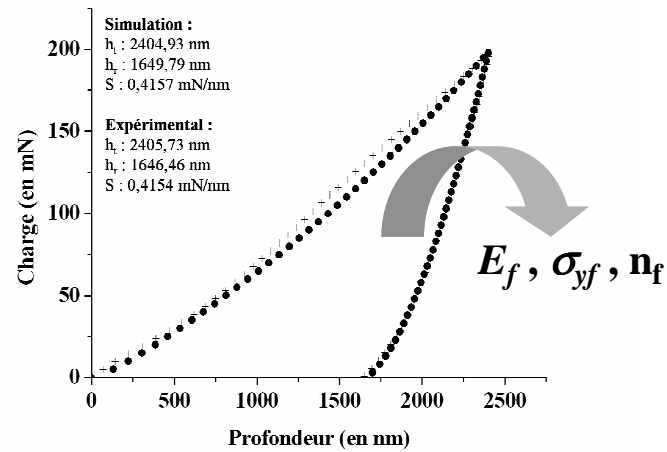
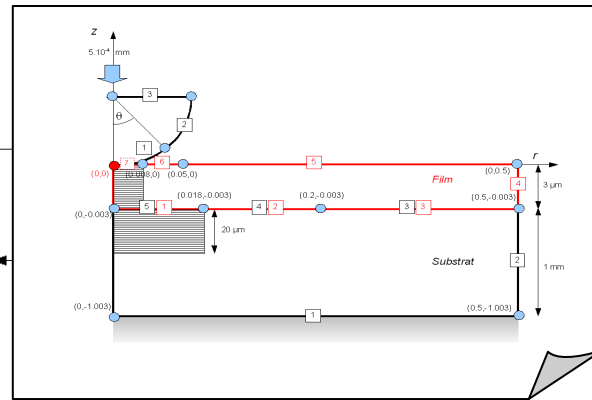
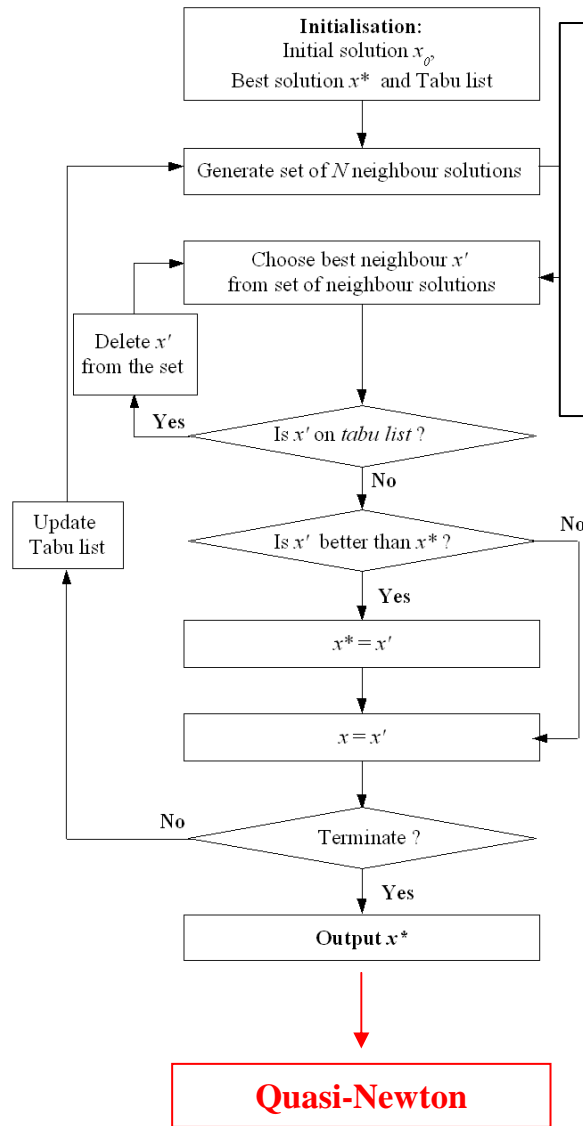


Données d'entrée :  
 Propriétés du substrat ( $E_s, H_s$ )  
 Epaisseur du Film :  $t$

Output Data  
 ( $E_f, H_f$ )

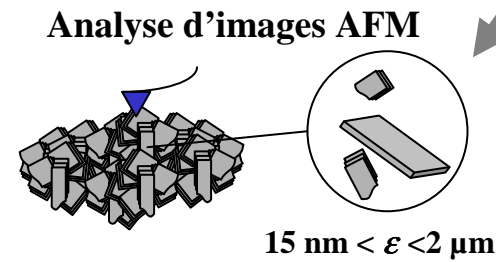
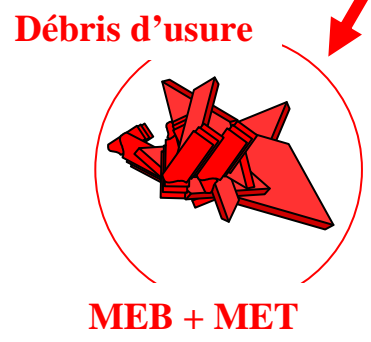
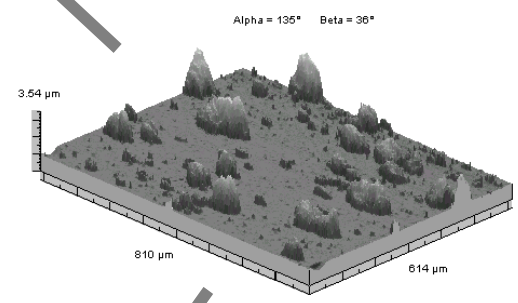
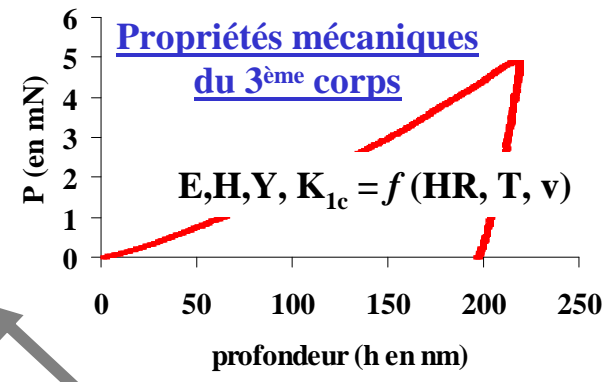
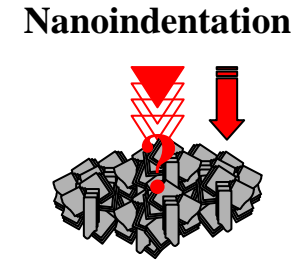
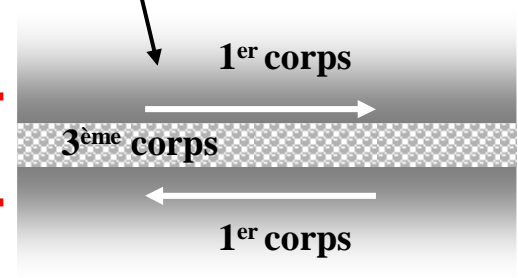
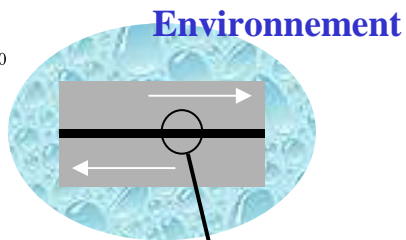
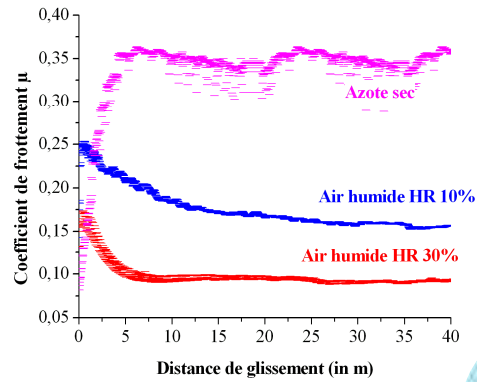
Global optimization algorithm

# Détermination de $E$ et $H$



- Ph. Stempfélé, F. Schäfer, (2007), *Int. J. Surf. Sci. & Eng.*, vol. 1, N°2/3, 213-238
- N. Oumarou et al, (2010), *J. of Tribology & Surface Engineering*, vol. 1, Issue 1/2, 111-128

# Rôle du 3<sup>ème</sup> corps ?



**Quantité de 3<sup>ème</sup> corps**

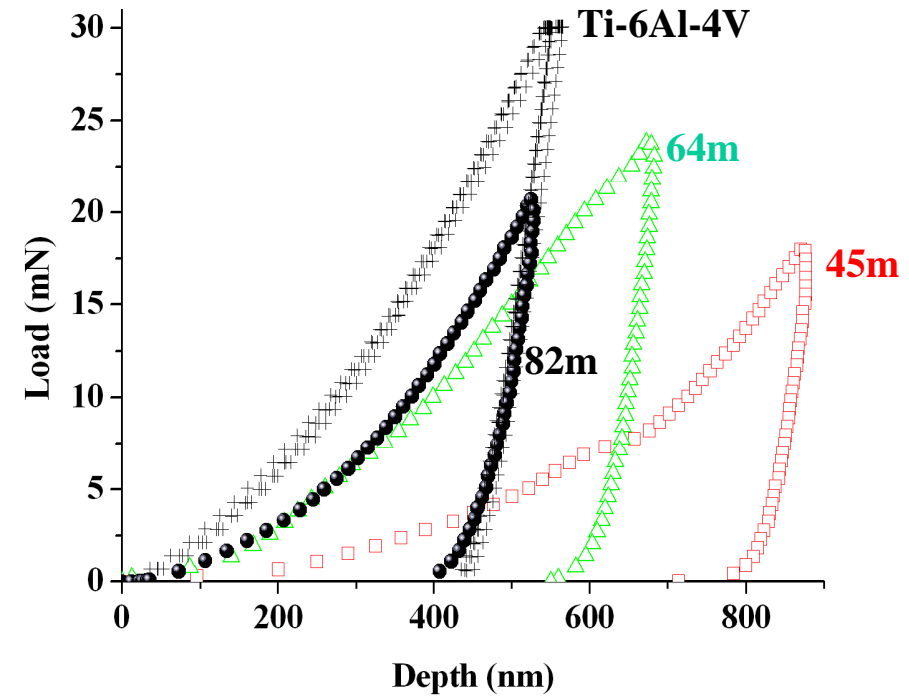
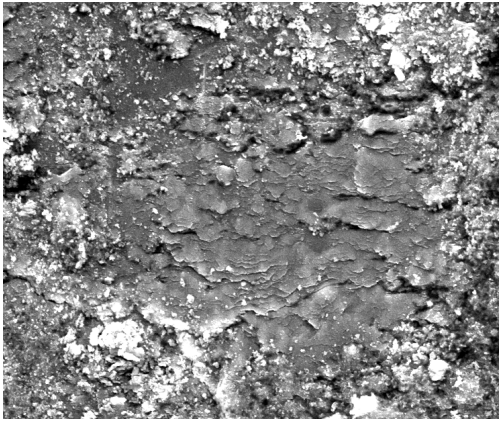
$dQ/dt = f(HR, T, v)$

**Morphologie des Particules Élémentaires**

$\epsilon = f(HR, T, v)$



# Variations of the tribolayer's cohesion with the sliding length



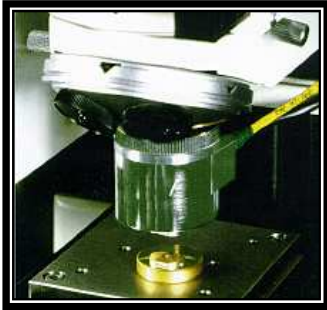
- Results confirmed by some indentations curves:
  - For the lowest sliding distance, the loading curve presents some horizontal drops (pop-in) due to localized failure events  
 ⇒ Not very cohesive agglomerates

- When the sliding distance  $\uparrow$ , the tribolayer's properties become more homogeneous and close to the one of Ti6Al4V

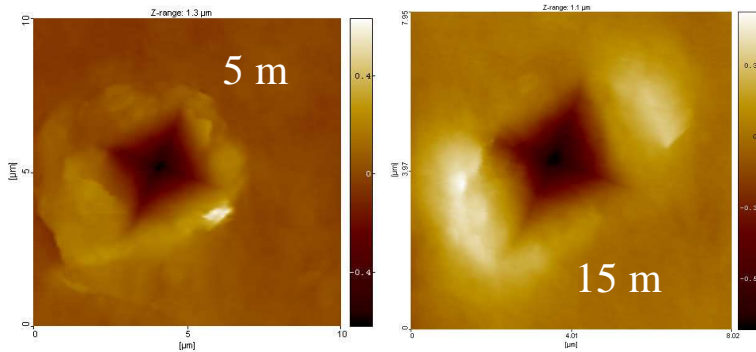
⇒ the  $\uparrow H$  clearly reflects the progressive compaction of the wear debris within a increasingly cohesive *transfer layers* ;

	Sliding distance		
	41m	59m	83m
E (GPa)	82	120	127
H (MPa)	1032	2419	3665

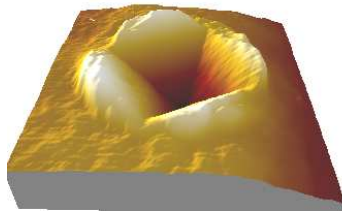
# Détermination des modes de dissipation de l'énergie de déformation / AFM



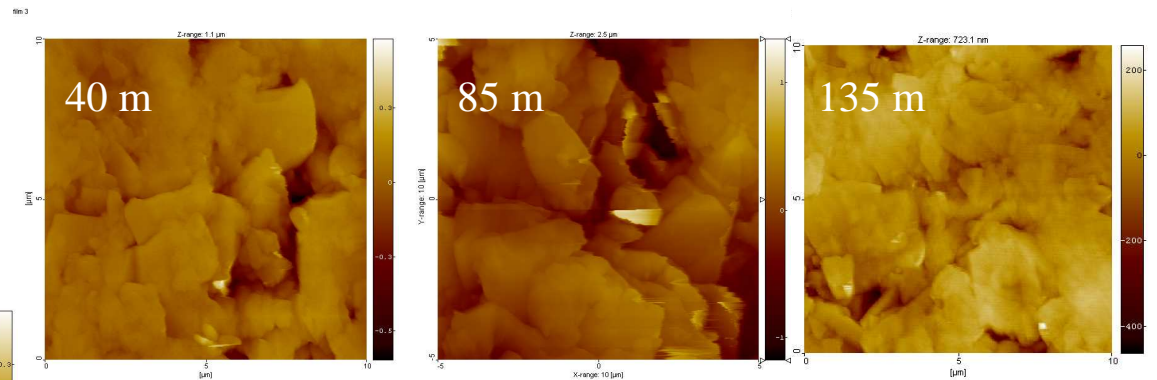
Précision de la  
relocalisation  
Indenteur/AFM :  
 $\pm 0,5 \mu\text{m}$



**Empreinte résiduelle + Bourrelet**  
**Dissipation par déformation plastique**

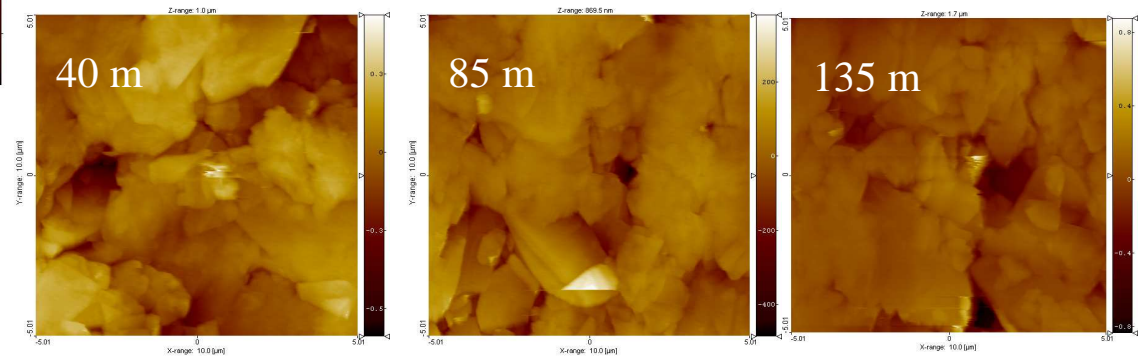


AFM en Mode Contact  
Images 10 x 10  $\mu\text{m}$



*Avant indentation*

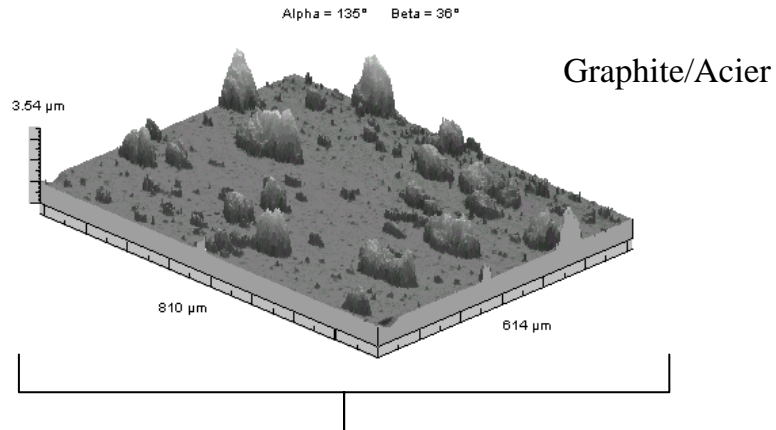
*Après indentation*



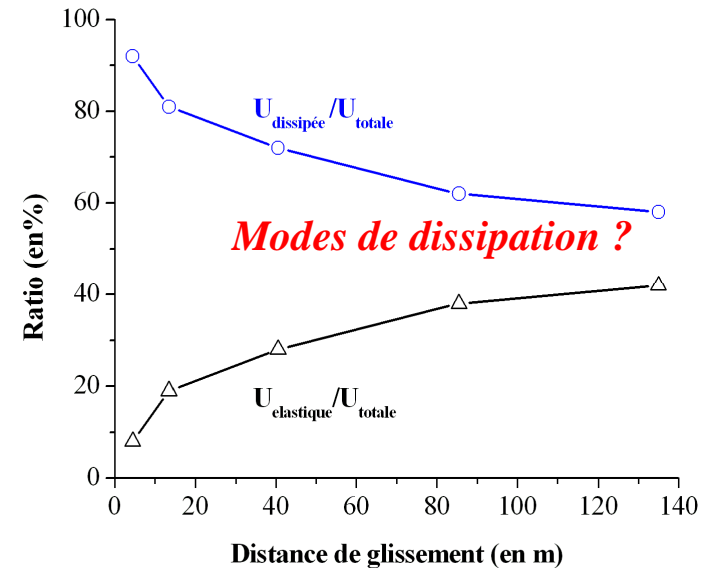
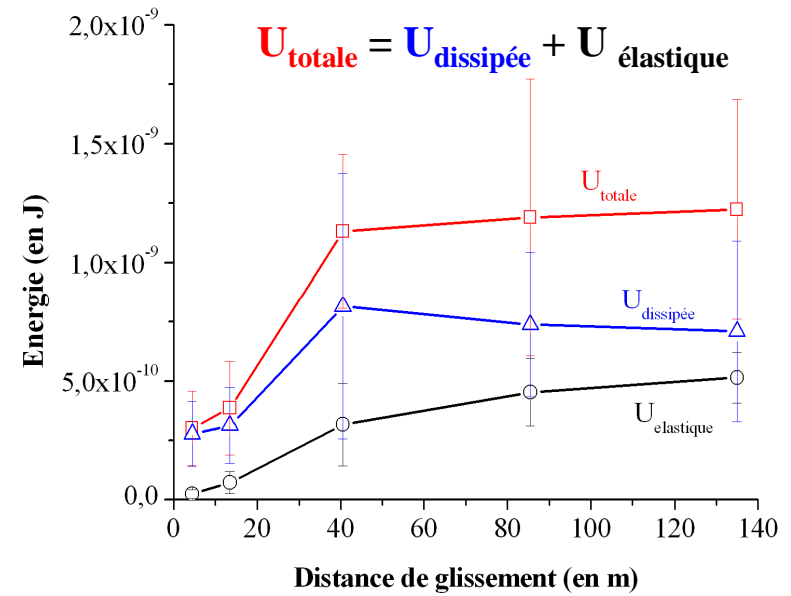
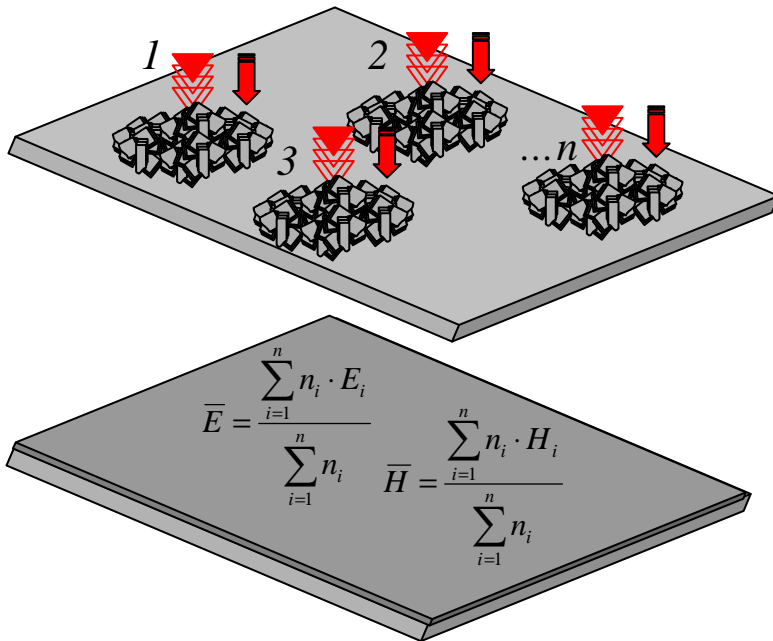
***Pas d'empreinte résiduelle – reformation de la structure***

***Dissipation par glissement des plans de base***

# Détermination expérimentale des propriétés mécaniques du 3<sup>ème</sup> corps



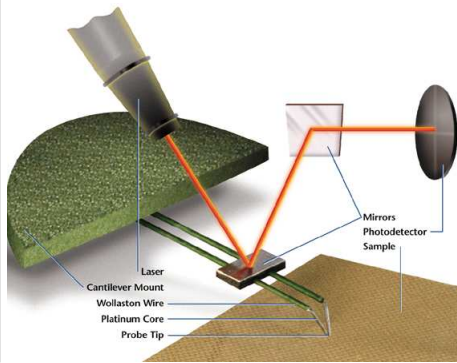
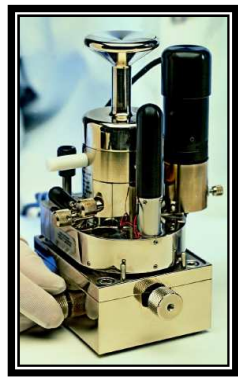
**Nano-indentation + AFM**



• Ph. Stempflé, J. von Stebut, (2006), Wear 260, 601-614

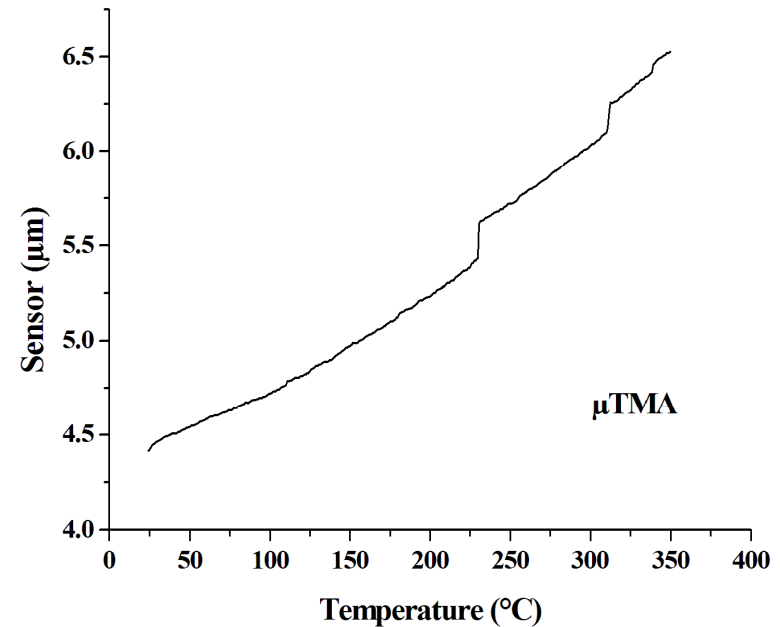
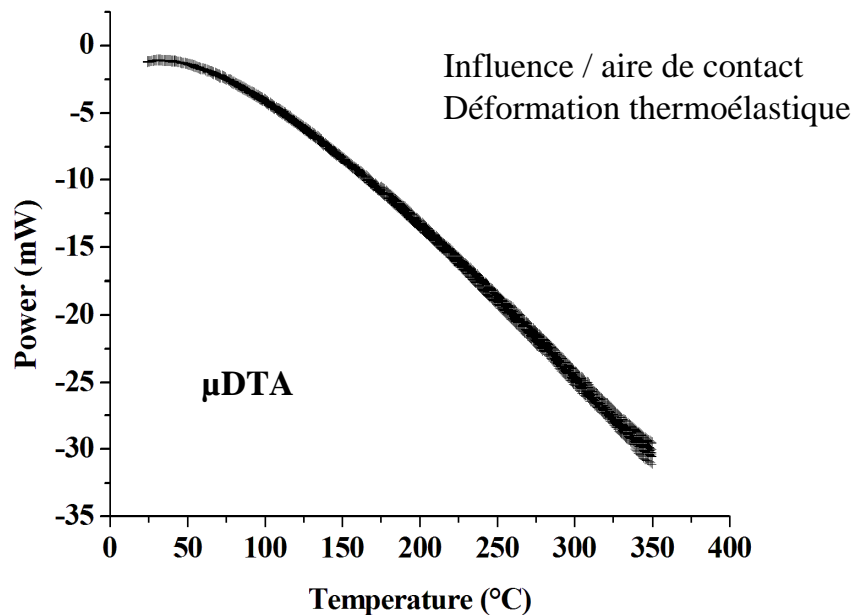
• Ph. Stempflé, J. von Stebut, (2005), Les progrès en tribologie par l'ingénierie des matériaux et des surfaces, PPUR pp21-33, ISBN 2-88074-608-6 ;

# Détermination des propriétés thermiques du 3<sup>ème</sup> corps



- Thermal probe:  $\varnothing$  5 $\mu$ m Pt-Ro wire
- Spring constant : 10 N.m<sup>-1</sup>
- Probe rate : 10  $\mu$ m.s<sup>-1</sup> (*steady state conduction*)
- Spatial resolution : 100 nm - Thermal sensitivity : 1°C
- Calibration: 3 reference polymeric samples (PAI, PE, PPS)

- ⇒ Acquisition of the surface contact area T°C
- ⇒ Highly localized heater
- ⇒ To map thermal conductivity contrast images



- Power level necessary to keep the heating rate constant
- This power is measured / to a reference probe at 20°C

- μTMA displays the change of the cantilever vertical displacement (*e.g. thermal expansion or degradation*)

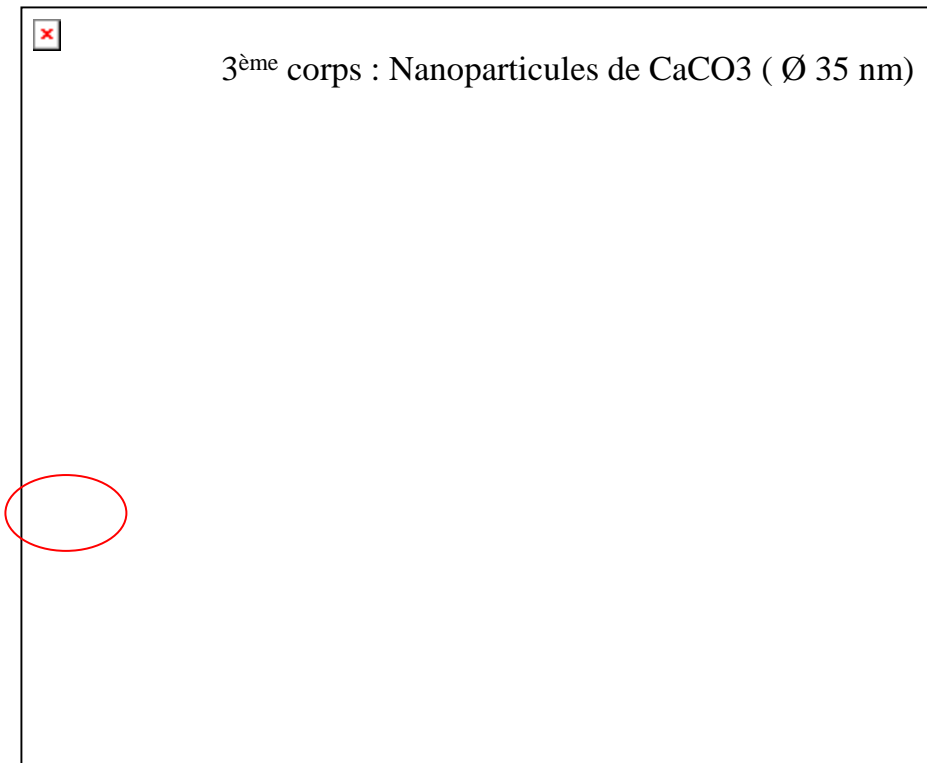
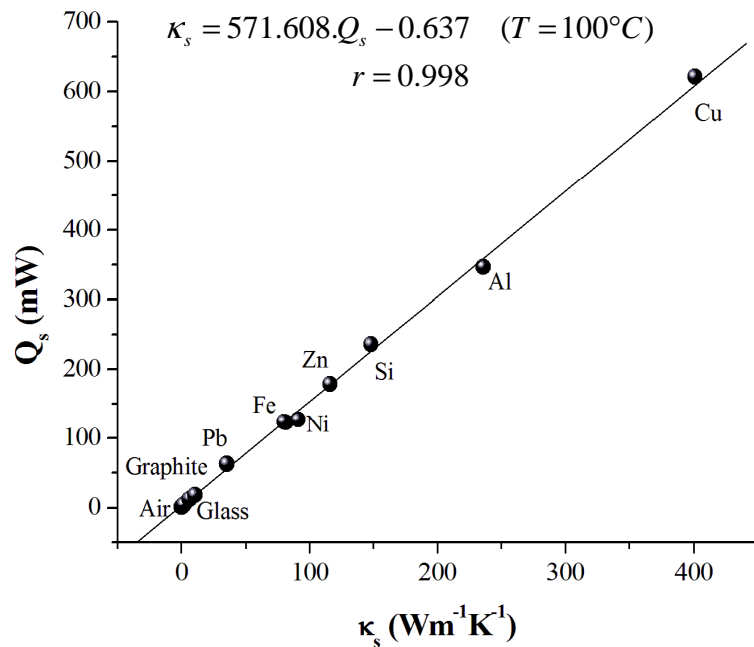
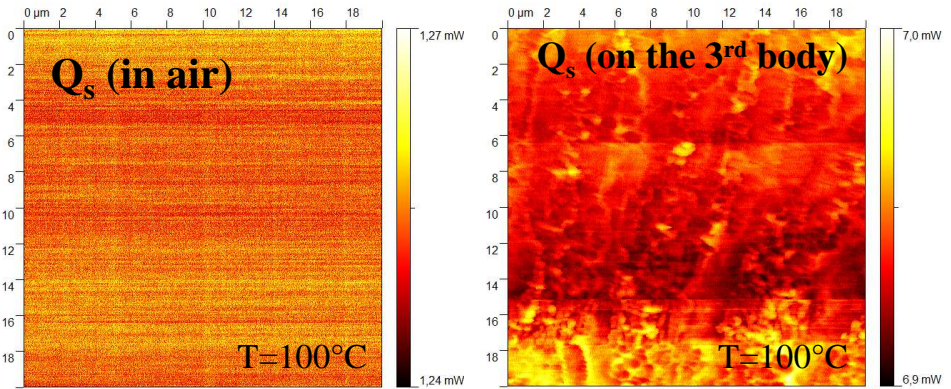


# Thermal conductivity of the 3<sup>rd</sup> body

- $\kappa_s$  is assessed using the **difference of dissipated flows  $Q_s$  when the tip is/is not in contact** with the sample [1]

- **1<sup>st</sup> stage:** For a given  $T^\circ\text{C}$  (eg.  $100^\circ\text{C}$ ), the relationship between  $Q_s$  and  $\kappa_s$  are assessed for various reference samples;

- **2<sup>nd</sup> stage:** This relationship is then **used for determining  $\kappa_s$  of the 3<sup>rd</sup> body** knowing  $Q_s$  (at  $100^\circ\text{C}$ )



[1] F. Ruiz *et al* (1998), *Appl. Phys. Lett.* 73, 13, 1802-1804

• Ph. Stempflé *et al*, (2010), *Tribology Int* 43 (2010) 1794-1805

# Influence de l'anisotropie sur le comportement en frottement

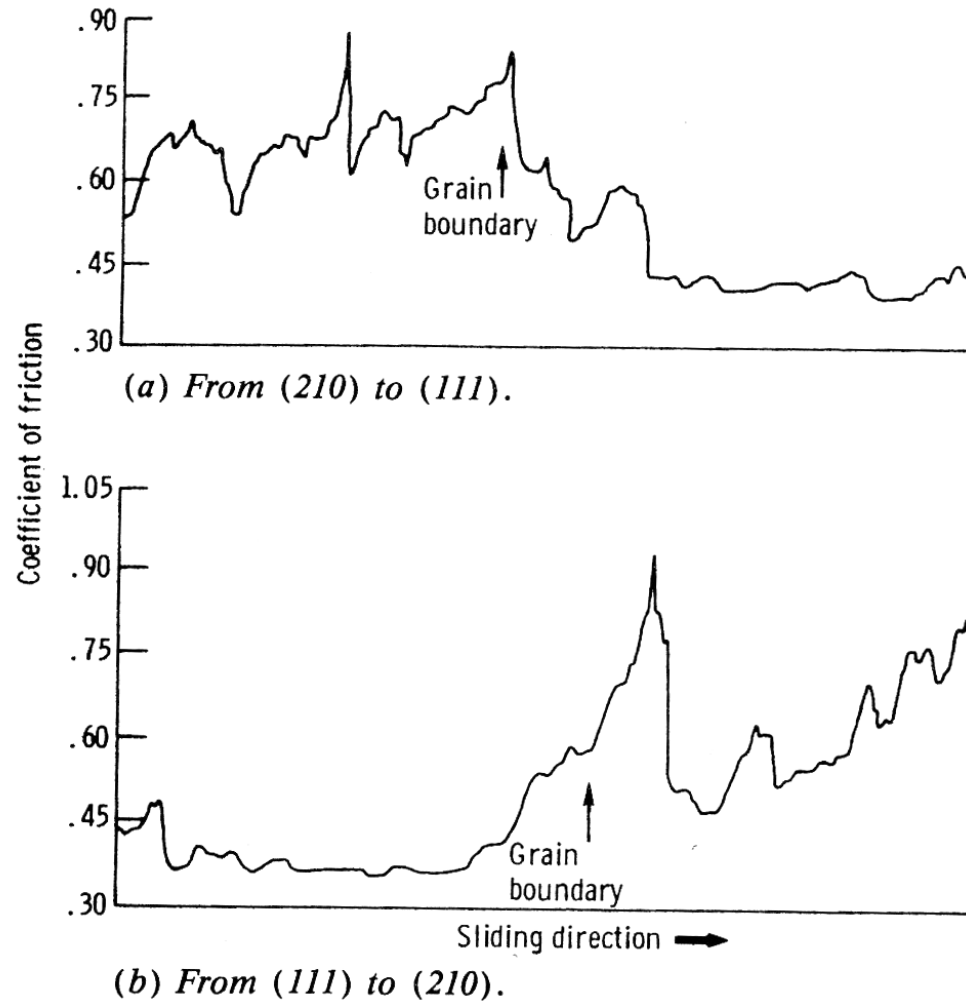
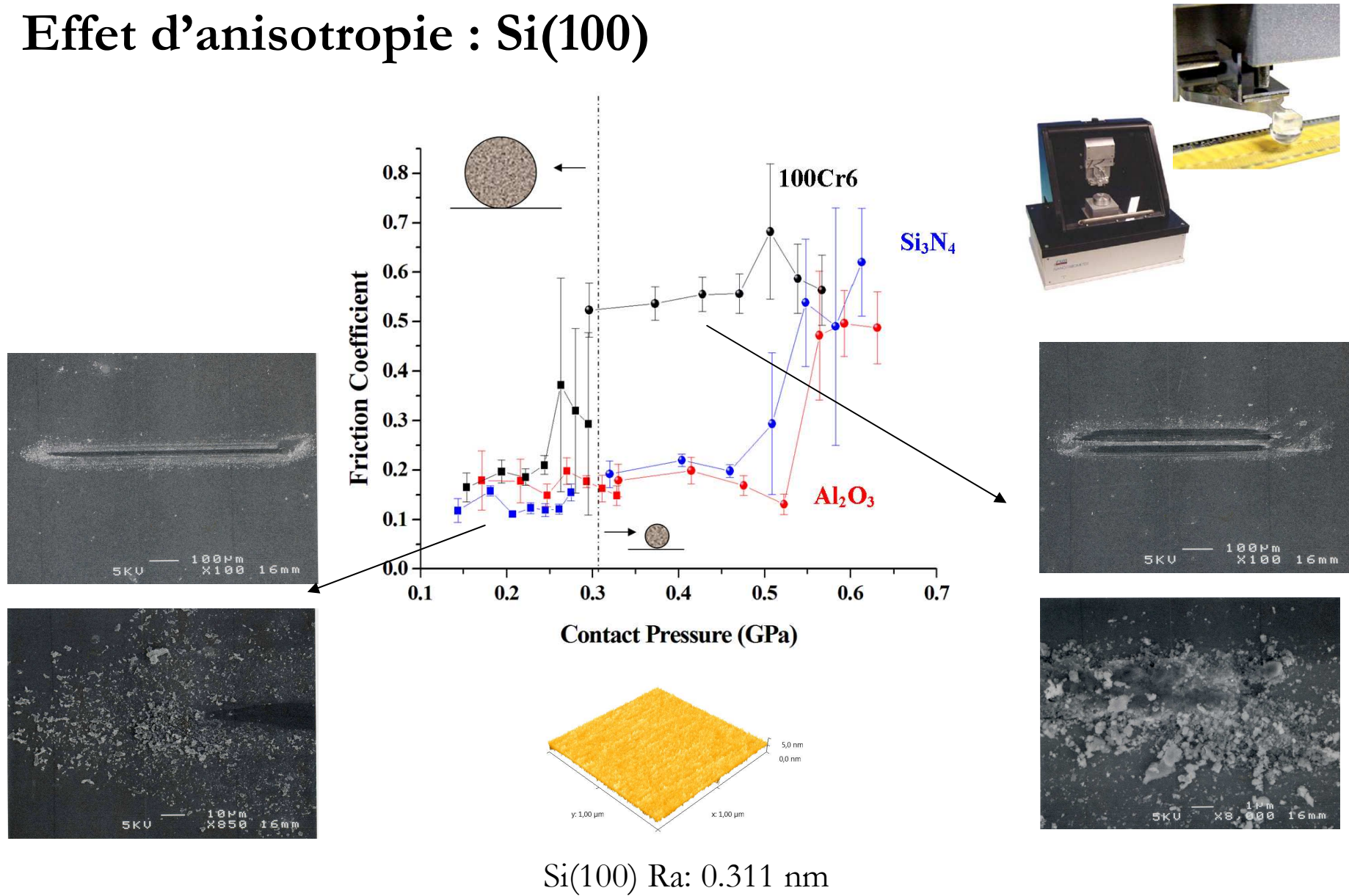


Figure 6-37.—Recorder tracings of friction force for copper slider sliding across grain boundary on copper bicrystal. Load, 100 grams; sliding speed, 1.4 millimeters per minute.

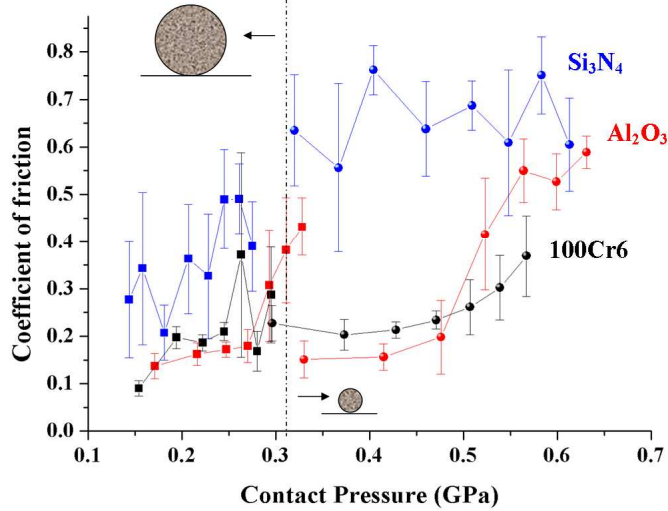
# Effet d'anisotropie : Si(100)



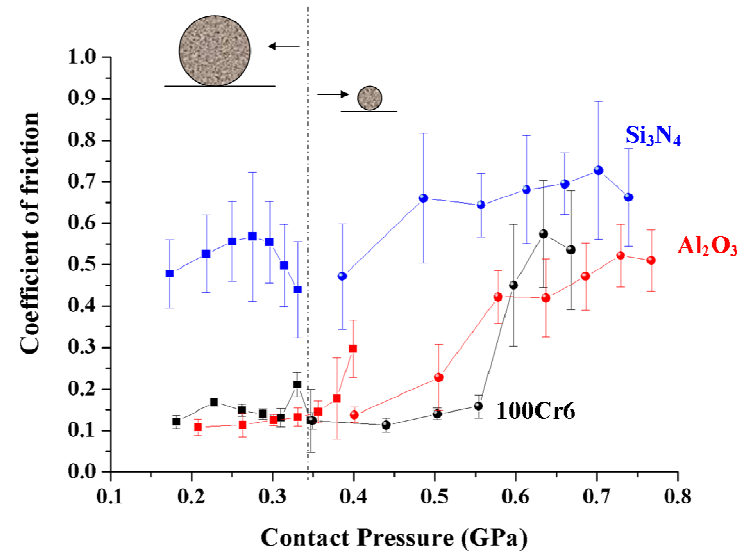
- Ph. Stempflé, J. Takadoum (2010), Proc. of the 14th Nordic Symposium on Tribology – Nordtrib 2010, paper 18, ISBN 978-91-7439-124-4;
- Ph. Stempflé, J. Takadoum, (2010), submitted to Tribology Int in September 2010;

# Résumé

Si (100) Ra: 692 nm

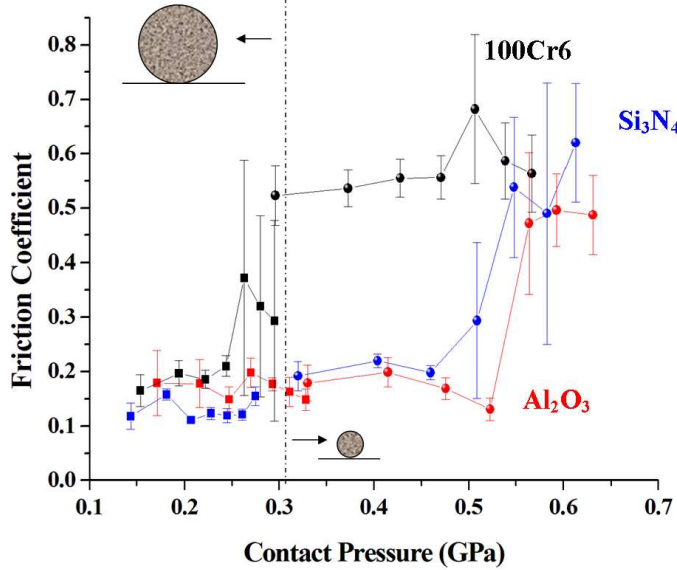


Si (111) Ra: 683 nm

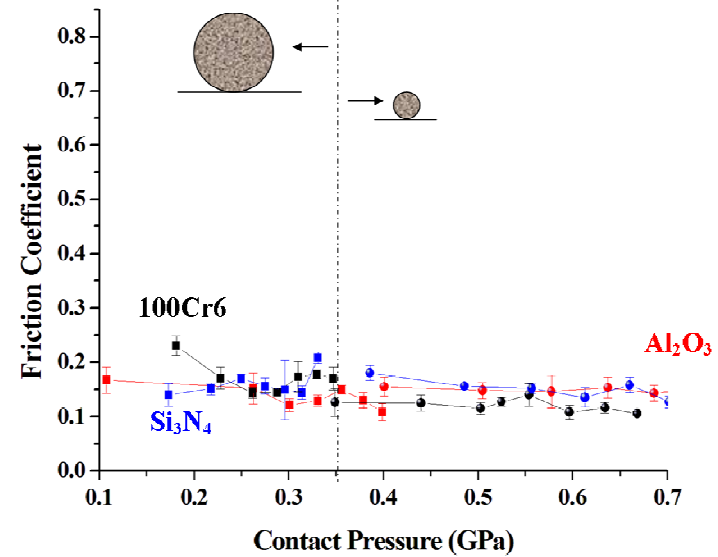


Effet de l'orientation cristallographique

Si(100) Ra: 0.311 nm



Si(111) Ra: 0.244 nm



Effet du 3<sup>ème</sup> corps





# Comment expliquer cet effet de l'orientation cristallographique ?

- **Friction and wear rate of Si(111) are strongly reduced** compared to the ones of Si(100) ;

- Gardos attributed this behaviour to a concomitant **rise of the mechanical properties and a reduction of the adhesion** contribution (1.7× lower than Si(100));

	Si(100)	Si(111)
E (GPa)	129	187
G (GPa)	79	57.5
$\nu$	0.28	0.36
$\gamma$ (J/m <sup>2</sup> )	2.13	1.23

• Jaccodine R.J., *J. Electrochem. Soc.*, (1963), 524-527

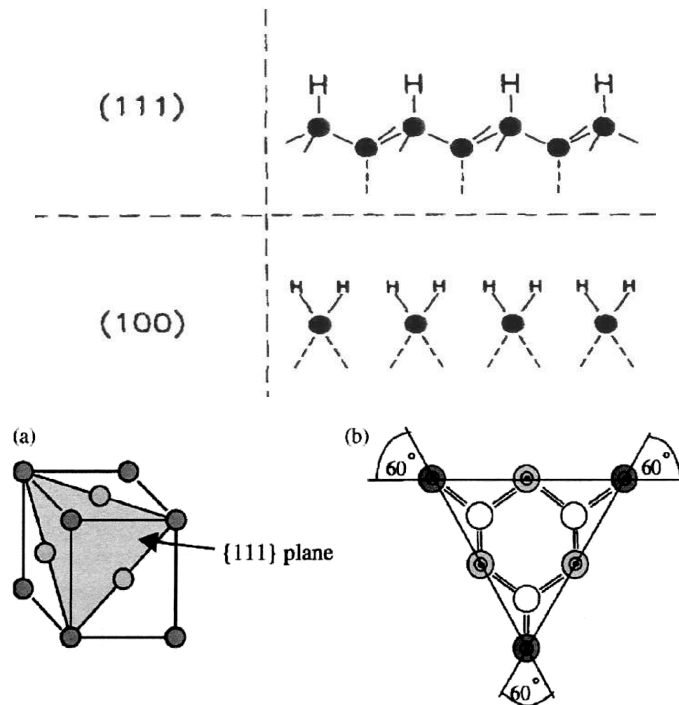


Fig. 8. (a) Lattice and (b) free surface bonds of {111} orientated wafer.

- Each hydrogenated surface atom is bonded to 3 other atoms on (111), but only to 2 on (100)

⇒ **The force required to remove an atom from the top (111) plane is then higher.**

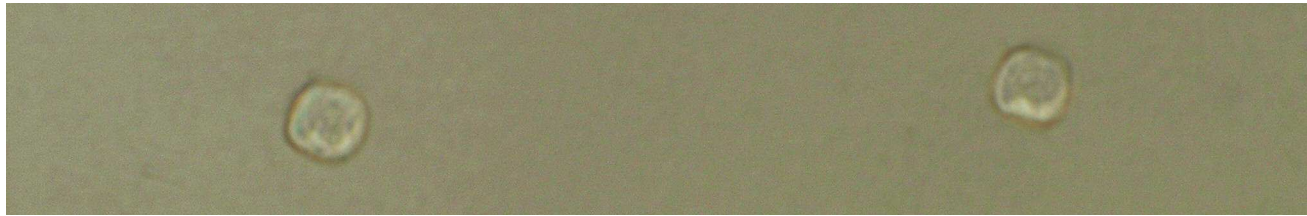
- Thus, **the surface damage are different:**

- **Si(100) exhibits a high adhesive friction** followed by a shear-induced microcracking

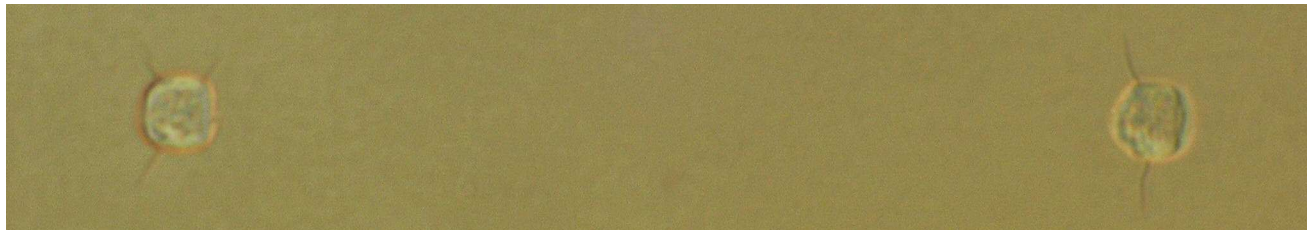
- **Si(111) exhibits mostly grain pull-out**, with little evidence of cracking [Gardos, Gatzel].

• M. Gardos M, *Tribology Letters* 2, (1996), 355-373  
 • H.H Gatzel et al, *Wear*, 254, (2003), 907-910

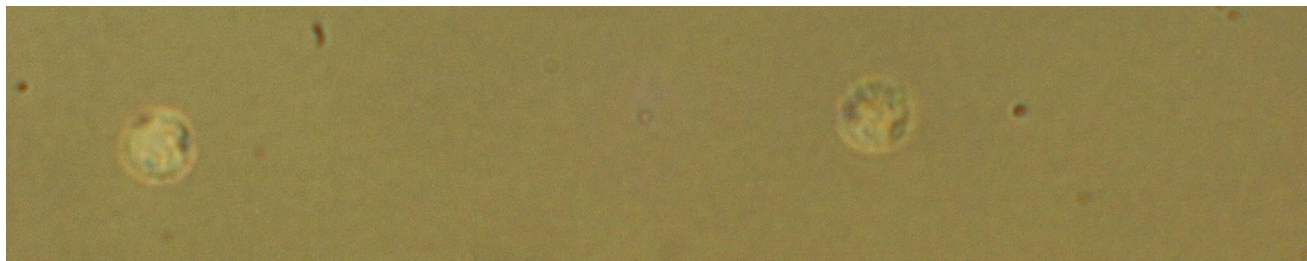
# Anisotropie en nanoindentation Spherique (Ri: 50 $\mu$ m)



Si(100) 250mN  
Empreinte carrée



Si(110) 250mN  
Empreinte carrée + Fissures

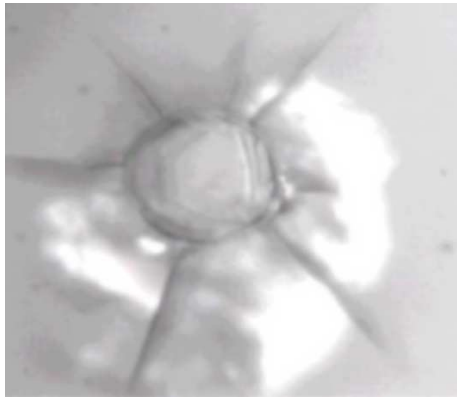


Si(111) 250mN  
Empreinte circulaire  
Pas de fissure

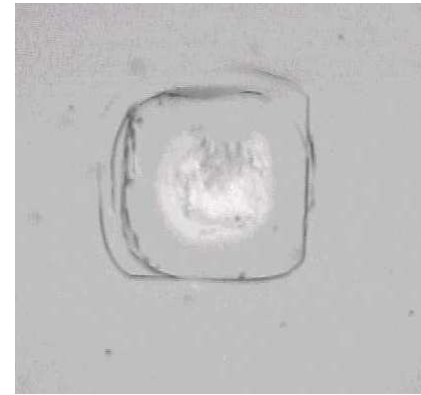


Si(111) 300mN  
Empreinte circulaire –  
toujours pas de fissure

## *Comportement du monocristal sous indentation*



Saphir (structure hexagonale)



Silicium (structure cubique)

L'anisotropie élastique des échantillons influence la géométrie des fissures.

Le mode de fissuration a un impact sur le comportement en frottement-usure

## PERSPECTIVES

Modélisation du comportement élastique à l'aide de lois non locales

Introduction de longueurs internes

Comportement thermo-mécanique du troisième corps

Vers des modèles de frottement-usure intégrant des lois d'évolution de paramètres « cachés »