

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

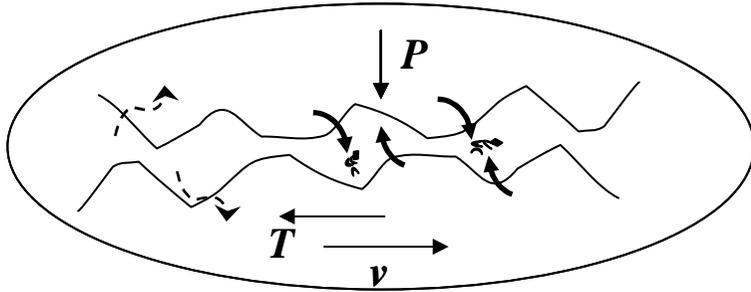
PROBLEMATIQUE FROTTEMENT - USURE

- 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^{ème} 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

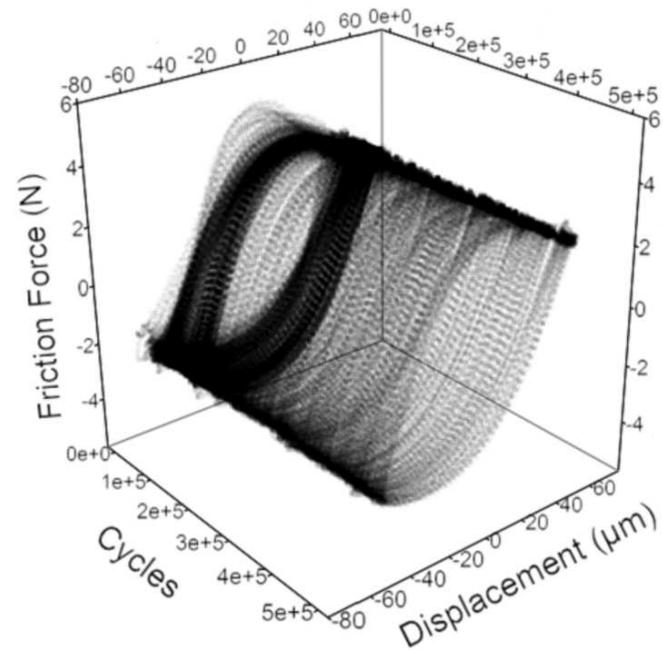
Quelque soit le dispositif expérimental utilisé : Tribomètre Pion/disque et variantes, fretting, nanotribomètre



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

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

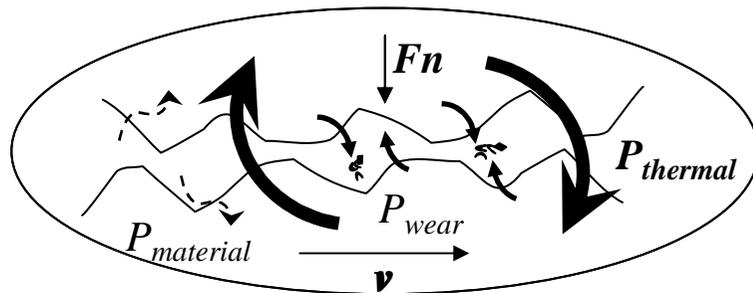
Théoriquement indépendant de P



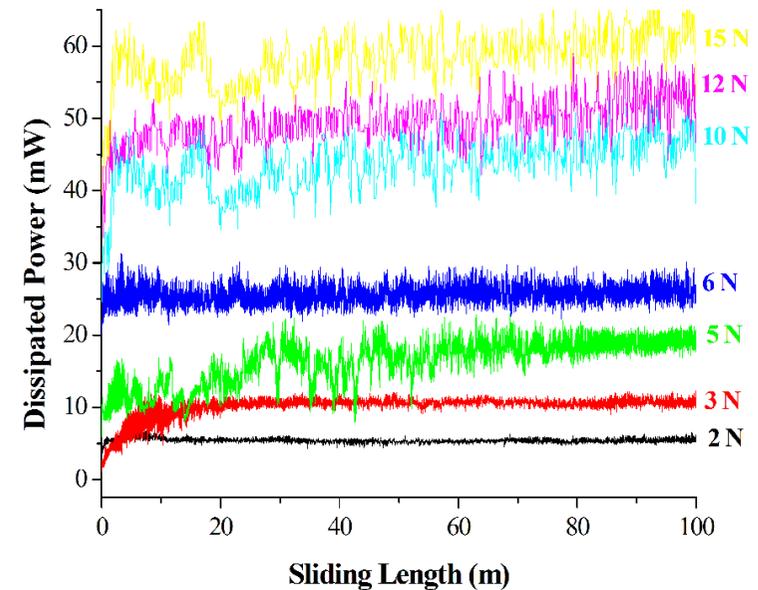
Courbe de frottement en fretting en fonction du nombre de cycles et de la distance de glissement

Rappel sur le frottement (puissance dissipée)

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



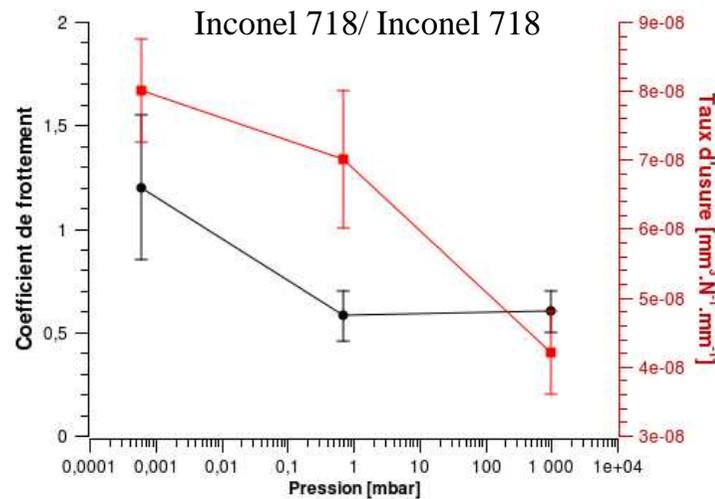
$$P_{friction} = P_{material} + P_{wear} + P_{thermal} \quad [1]$$
$$P_{thermal} \approx 0.95 P_{friction} \approx 0.95 \mu F_n v$$



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

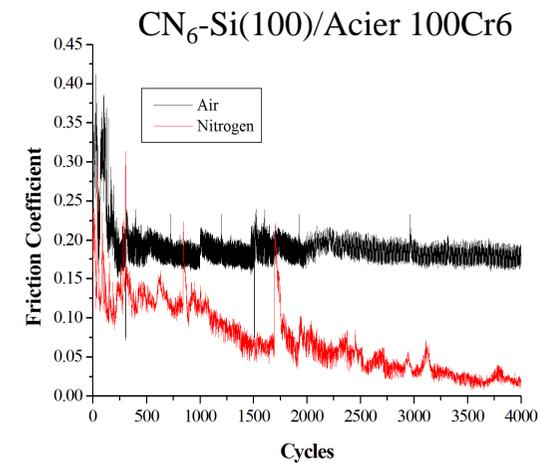
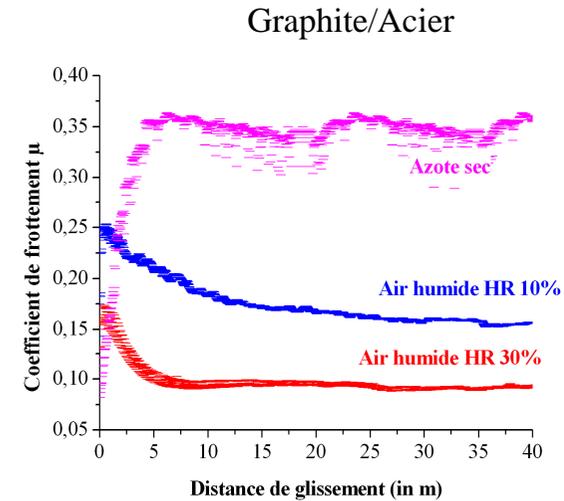
Effet de l'environnement sur le frottement

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

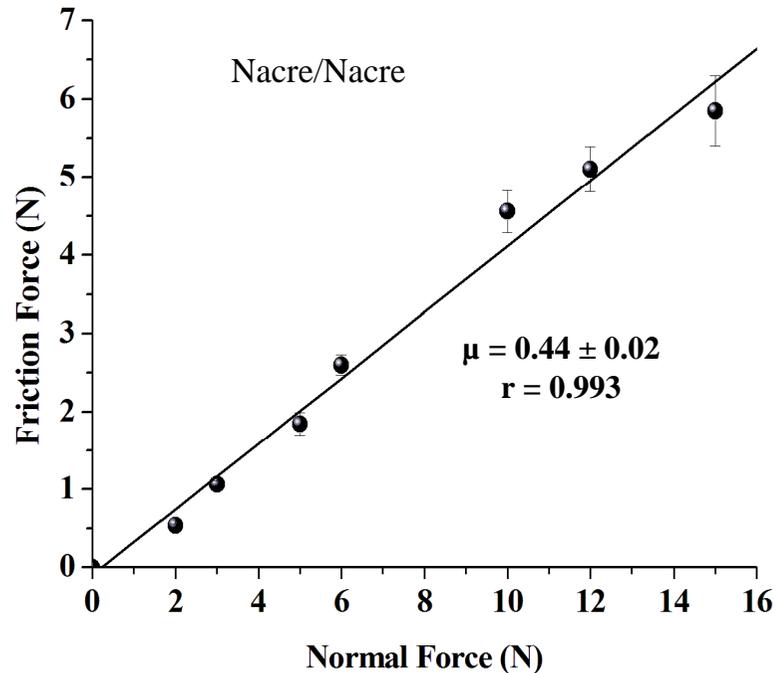


Influence de la composante physico-chimique du frottement

- 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

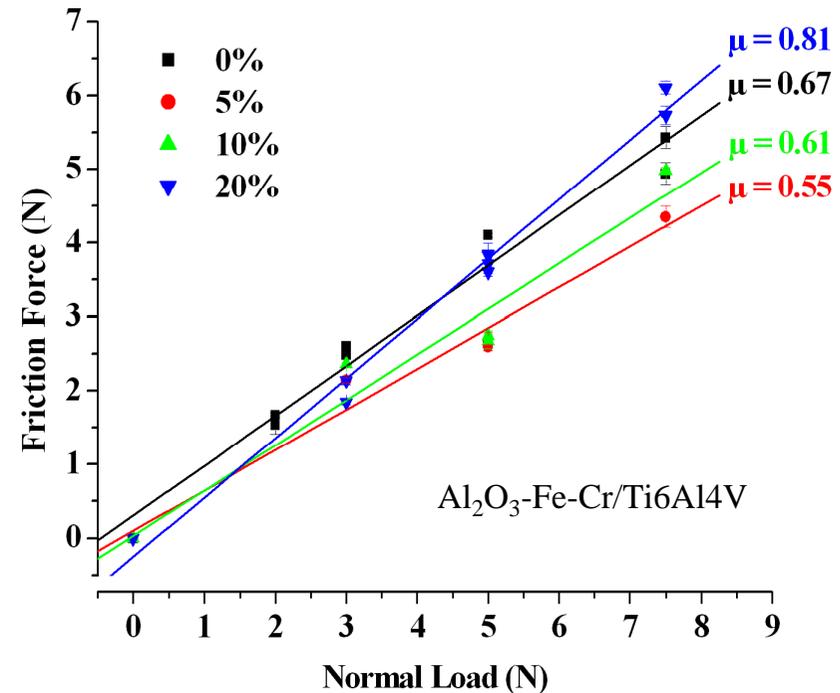


Droite de frottement en présence du troisième corps



Mesure globale: Multi aspérités
intégration sur une aire de
contact avec 3^{ème} corps

- Évolution en fonction de la charge:
- Influence du 3^{ème} corps: Courbe ne coupe pas l'origine

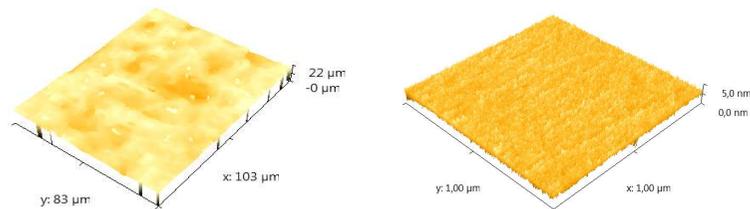


- Ph. Stempflé et al (2008), Tribology Int 41, 1009-1019.
- Ph. Stempflé et al, (2009), Tribology Letters 35: 97-104.

Modélisation du frottement

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

Utilisation de l'aire réelle de contact



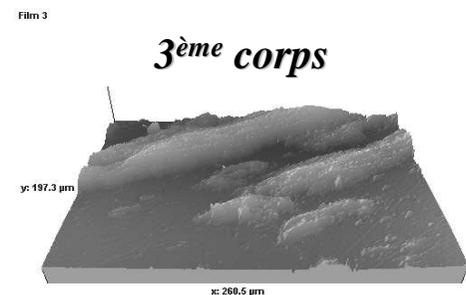
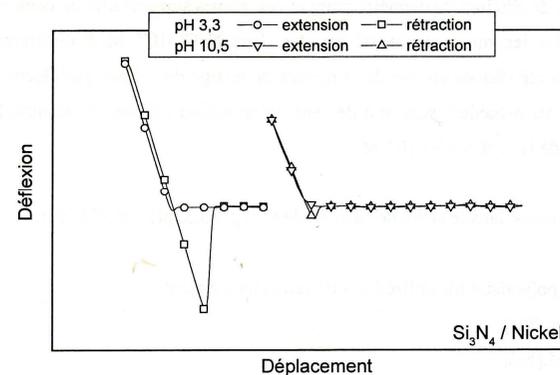
- Prise en compte de l'adhésion entre les deux corps
(Mesure Pull-off, mouillabilité...) μ_a

- Prise en compte de la déformation élastique (cf. frottement caoutchouc) μ_e

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

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

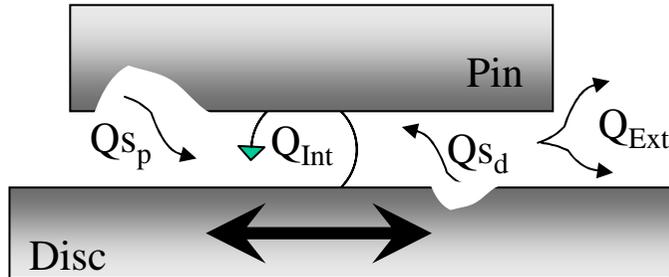
$$\mu = \mu_a + \mu_e + \mu_p + \mu_{part}$$



Graphite/Acier

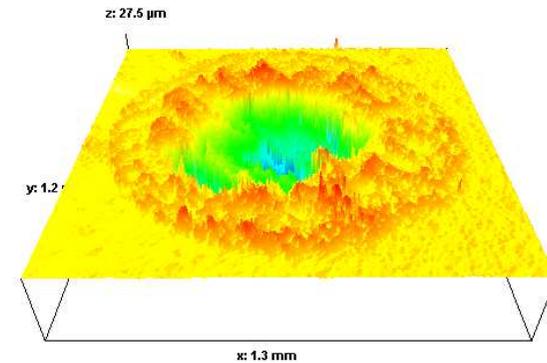
- J. Gavaille et al,
- Ph. Stempflié, J. von Stebut, (2006), Wear 260, 601-614.

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

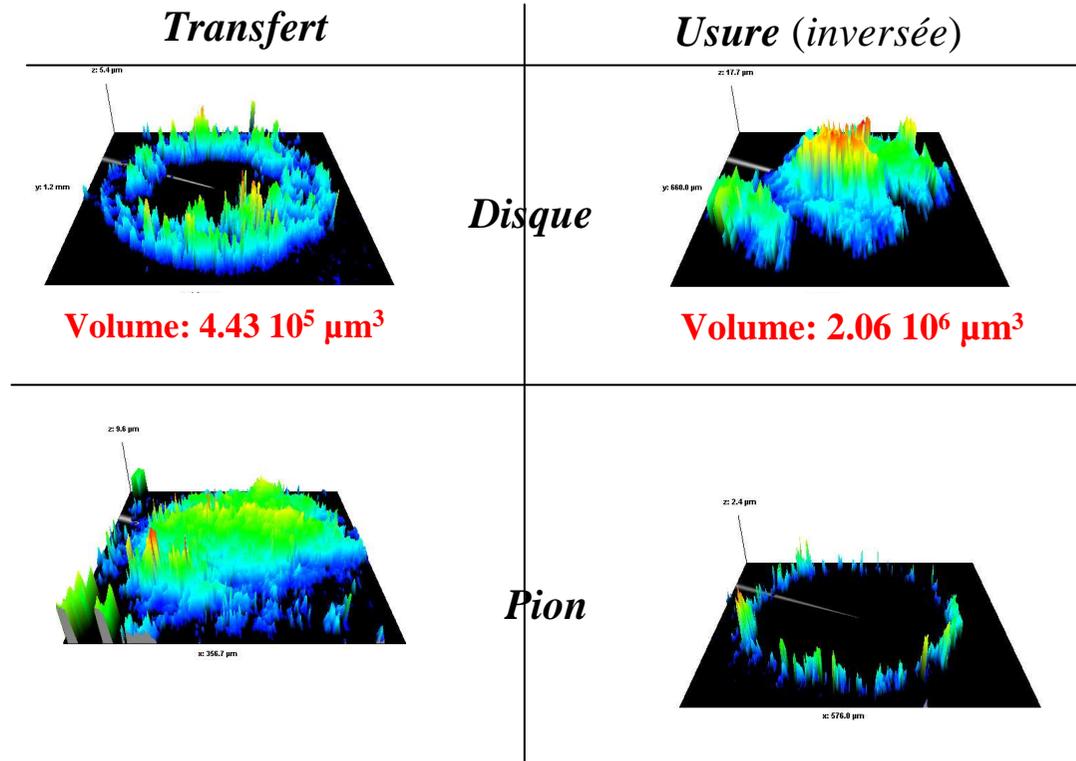


Quantification
par approche
de type circuit
tribologique

Height map of the friction scar



Al₂O₃-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, σ_y limite d'élasticité, H dureté

Usure abrasive

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

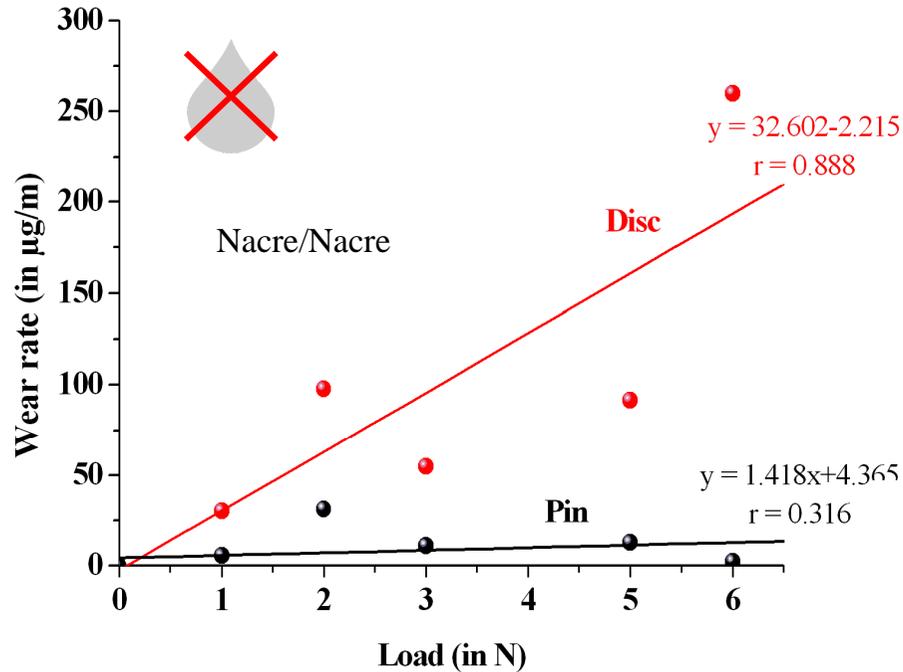
$$V = k \frac{[E / H_v]^{1/5} P^{9/8} L}{K_{IC}^{1/2} H_v^{5/8}}$$

E : module de Young

H_v : dureté Vickers

K_{IC} : ténacité

Exemples : influence de la température de contact

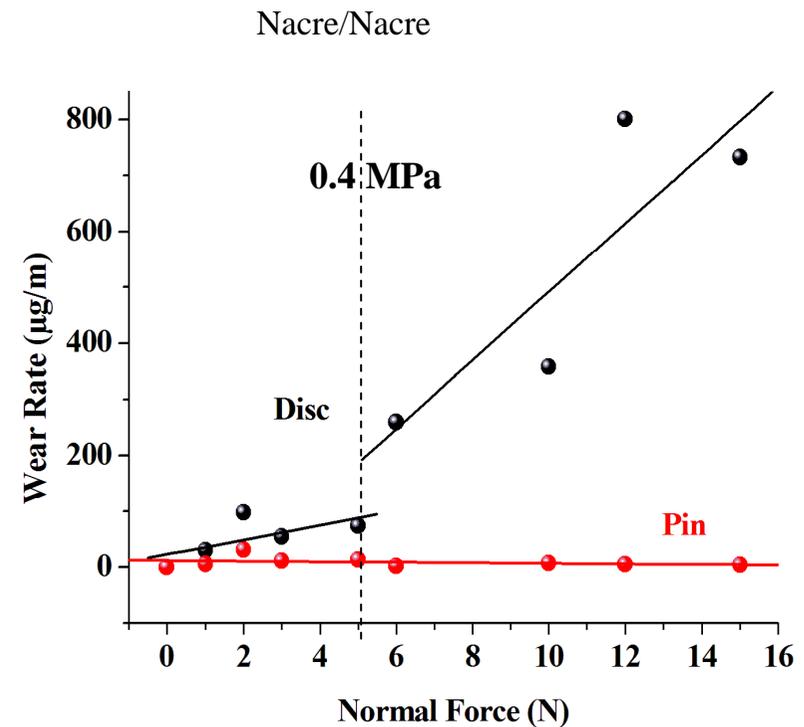


| K ($\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{N}^{-1}$) | Pin | Disc |
|--|--------------|---------------|
| Dry Conditions | 1.418 | 32.602 |
| Liquid medium | 55.747 | 14.806 |

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

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 , χ)
 - très rarement les aspects physico-chimiques (γ_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...

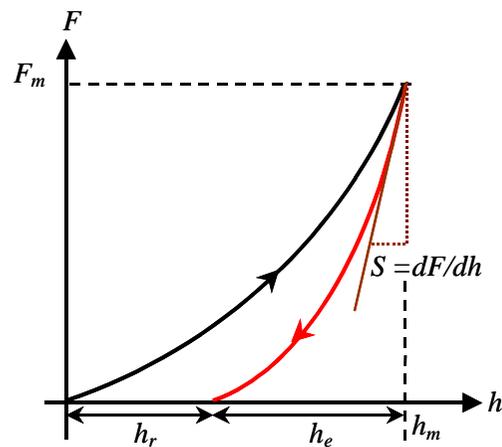
⇒ Comment caractérise-t-on ces divers paramètres ?

⇒ 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

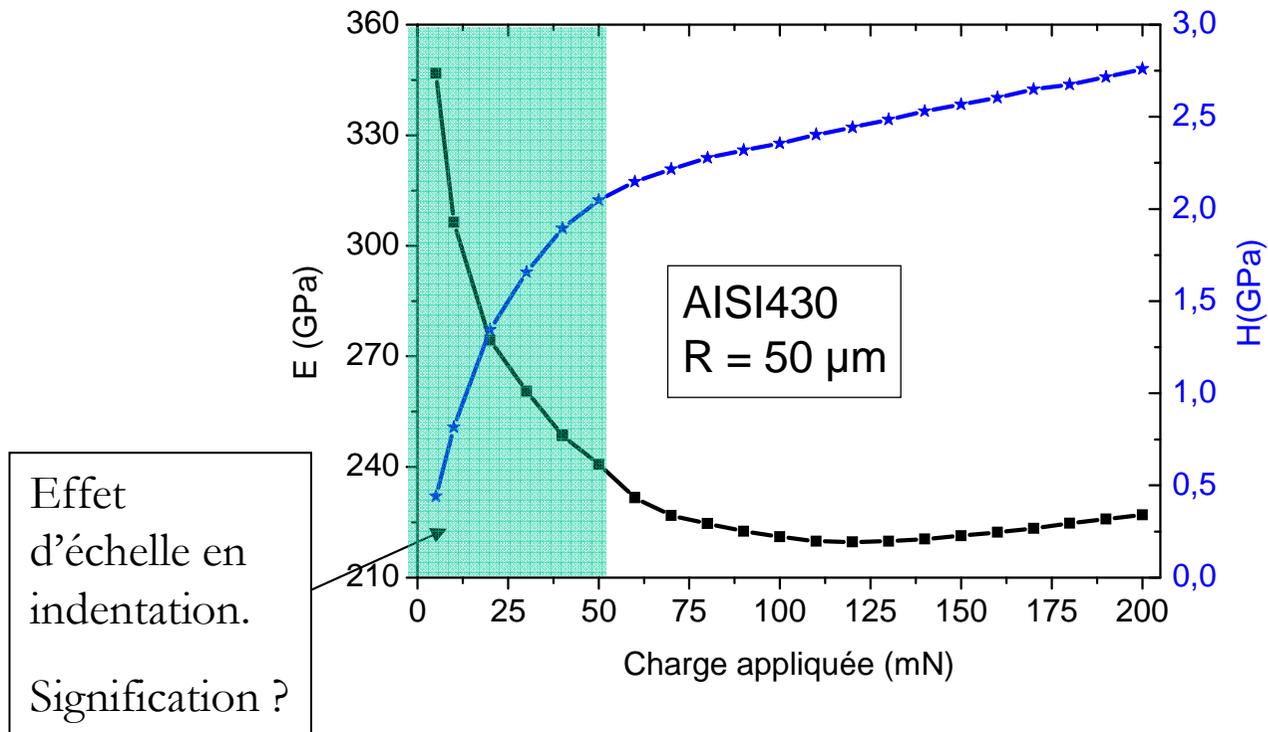
$$E^* = \frac{1}{2} \left(\frac{dF}{dh}\right)_{h_m} \sqrt{\frac{\pi}{A}}$$

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

Détermination de E et H par indentation instrumentée

Exemple de résultat Milieu homogène isotrope

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



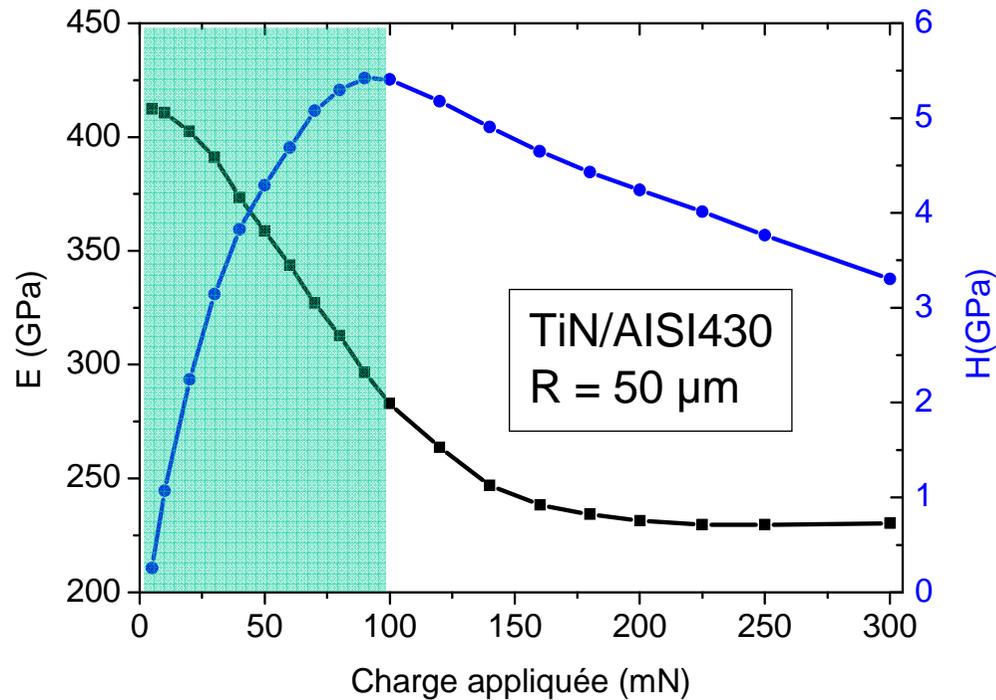
Evolutions du module de Young et de la pression moyenne en fonction de la charge appliquée pour un acier inoxydable

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



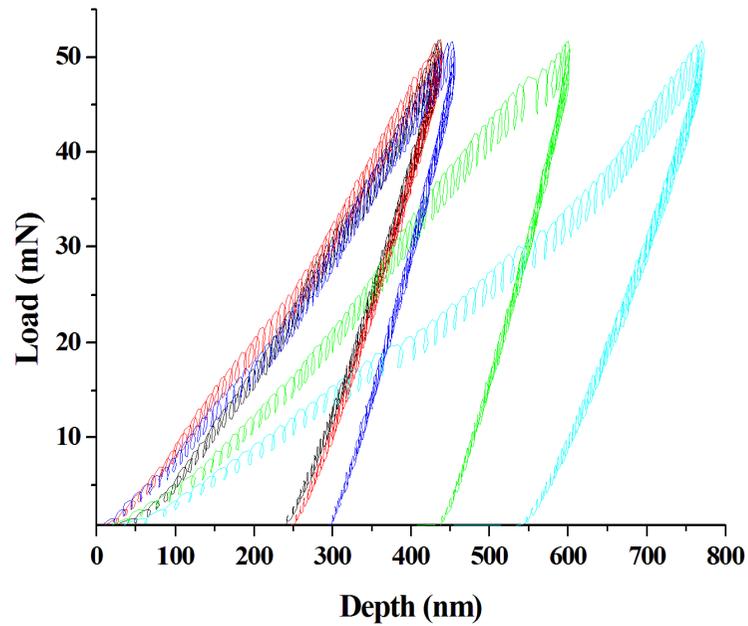
E et H film ?

Signification extremum
courbe de H ?

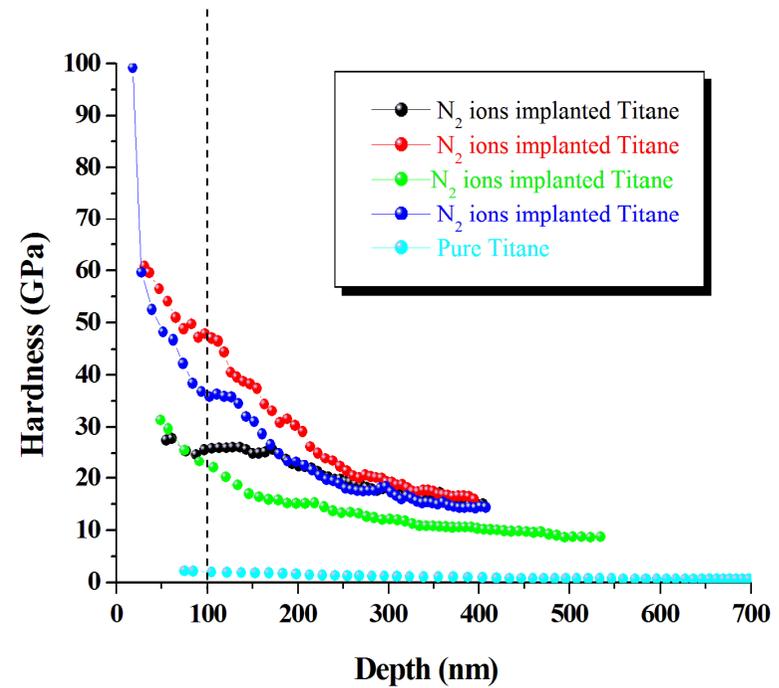
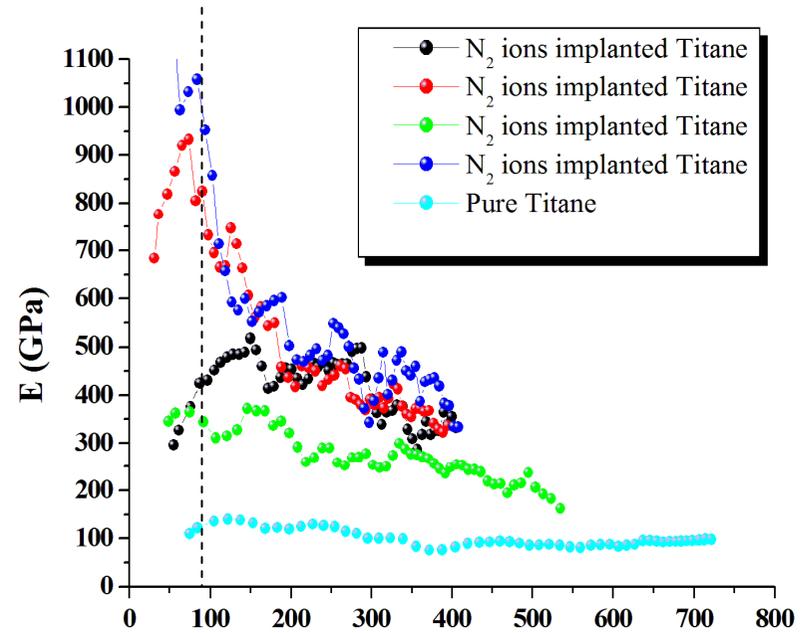
Détermination de E et H

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 ; δ : profondeur de pénétration*

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

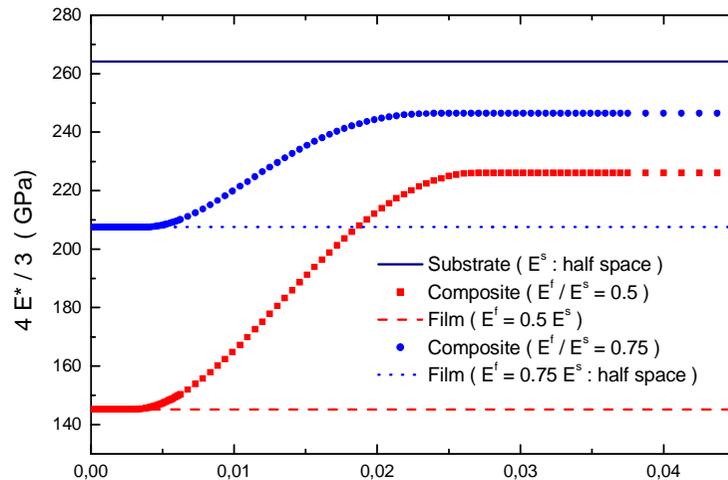
$\tau \approx 0.93 P_m$ Contrainte de cisaillement maximal dans l'échantillon pour $\nu = 0.3$

- 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 ;

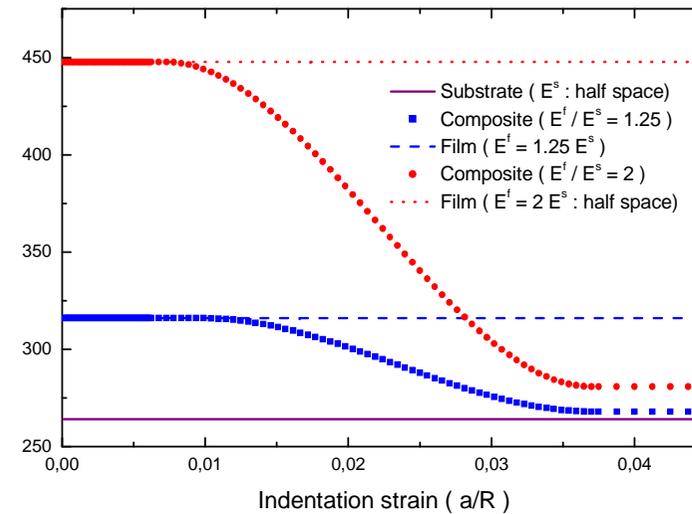
Simulation numérique : analyse du contact sphère/plan

COMPORTEMENT ELASTIQUE

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



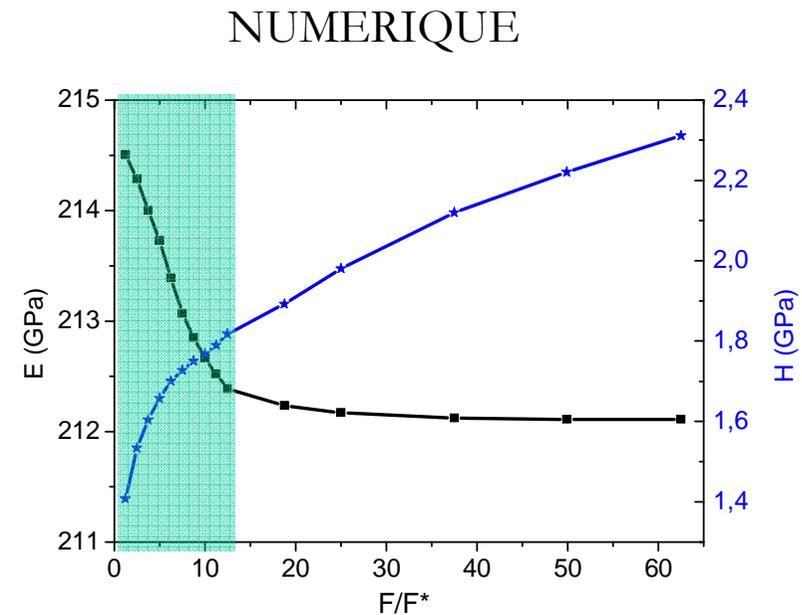
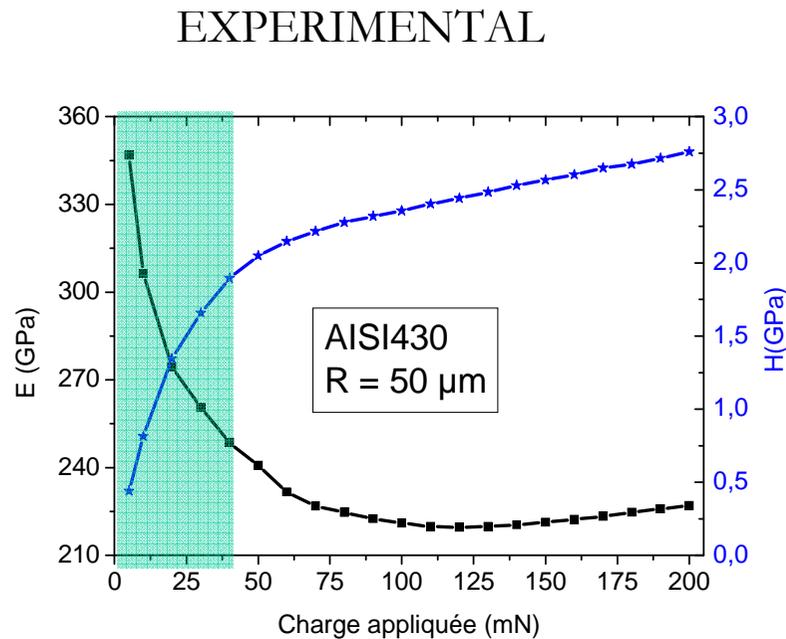
Module d'élasticité calculé
pour ($E^f/E^s > 1$)



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

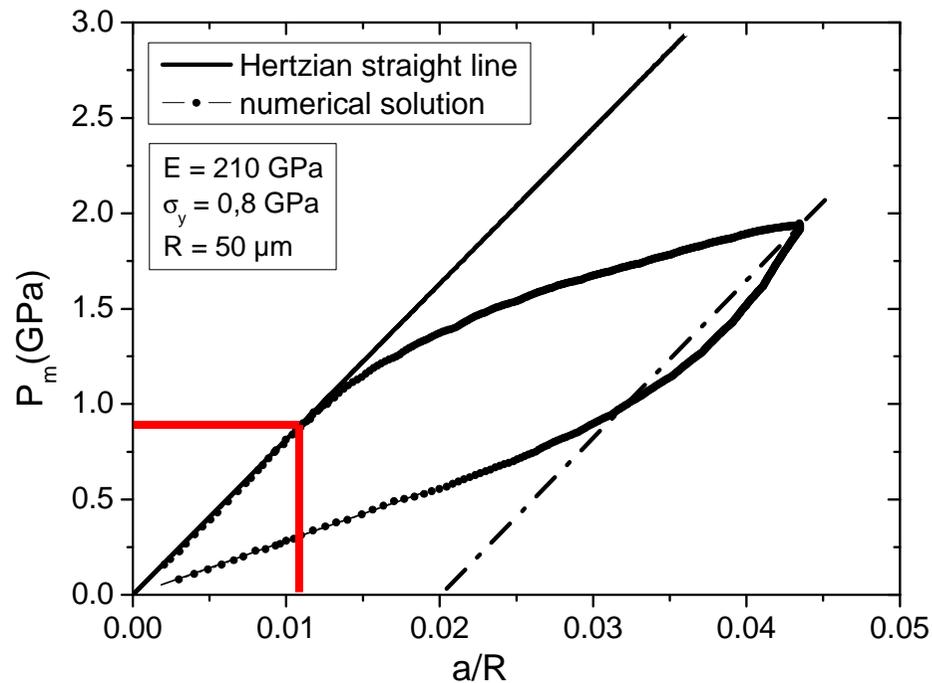
- N. Oumarou et al, (2010), Int. J. Surface Science and Engineering, vol. 4, Nos. 4/5/6, 2010;
- N. Oumarou et al, (2010), J. of Tribology & Surface Engineering, vol. 1, Issue 1/2, 111-128 ;

Simulation numérique : analyse du contact sphère/plan

Milieu homogène comportement simple : élastique parfaitement plastique

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

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



$$p_m^c = 1.075 \sigma_y$$

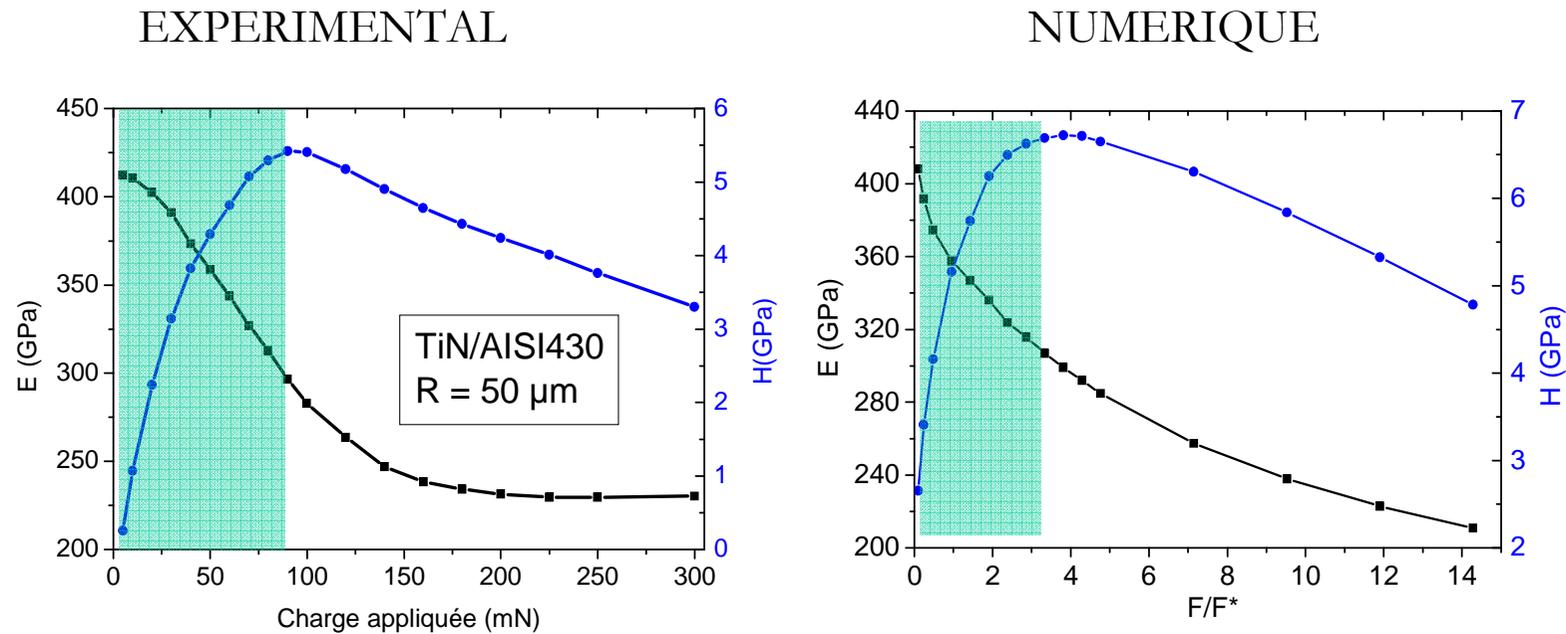


$$\sigma_y \approx 0.84 \text{ GPa}$$

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

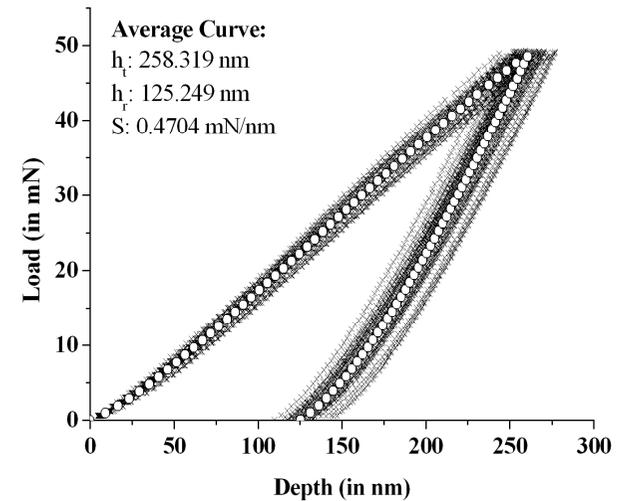
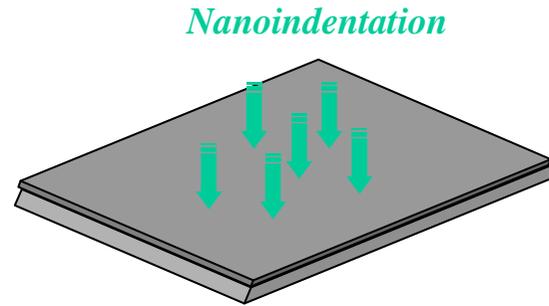
- N. Oumarou et al, (2010), Int. J. Surface Science and Engineering, vol. 4, Nos. 4/5/6, 2010;
- N. Oumarou et al, (2010), J. of Tribology & Surface Engineering, vol. 1, Issue 1/2, 111-128 ;

Obtention du module de Young du film

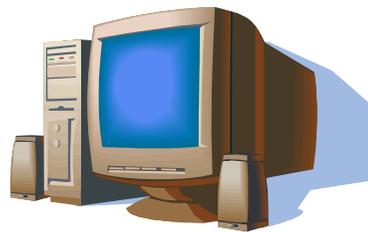
Utilisation de la courbe de Charge et de la relation $P^2 \propto \delta^3$

| Film-substrate | R (μm) | t_F (μm) | E (GPa) |
|----------------|-----------------------|-------------------------|-------------------|
| TiN/AISI430 | 5 | 1 | 442.82 ± 6.17 |
| | | 2 | 444.86 ± 6.45 |
| | | 3 | 445.86 ± 6.85 |
| | 50 | 3 | 444.71 ± 2.61 |
| TiN/HSS652 | 5 | 1 | 444.10 ± 5.04 |
| | | 2 | 445.73 ± 4.29 |
| | | 3 | 445.38 ± 0.99 |
| | 50 | 3 | 445.97 ± 1.06 |

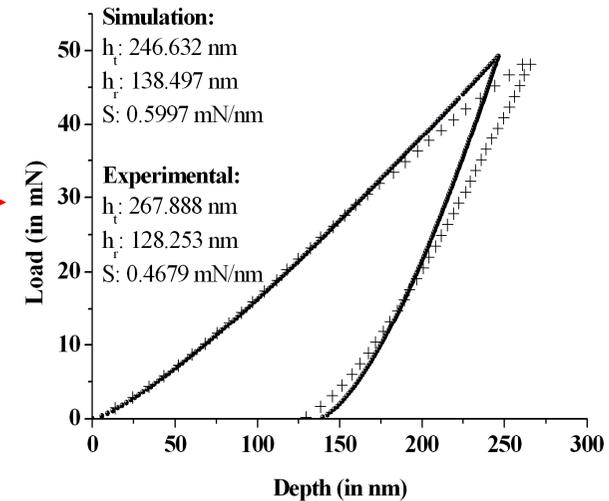
Détermination de E , ν et σ_y par méthode inverse



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



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

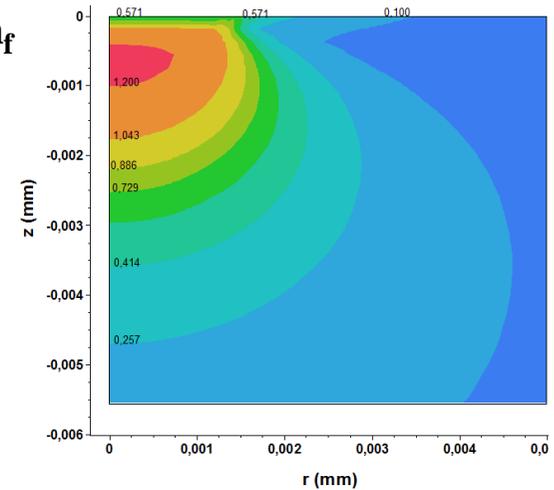
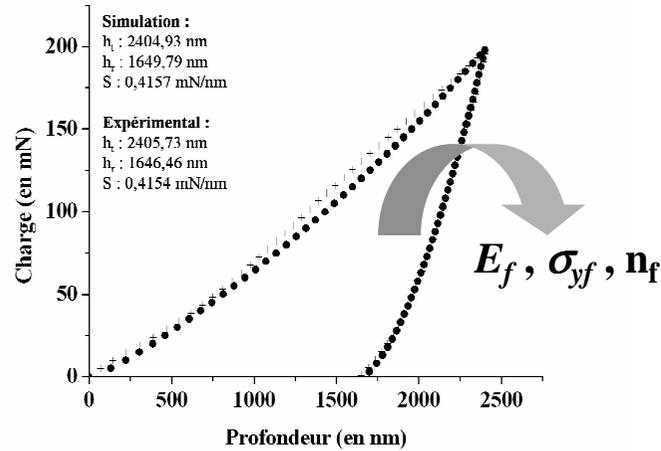
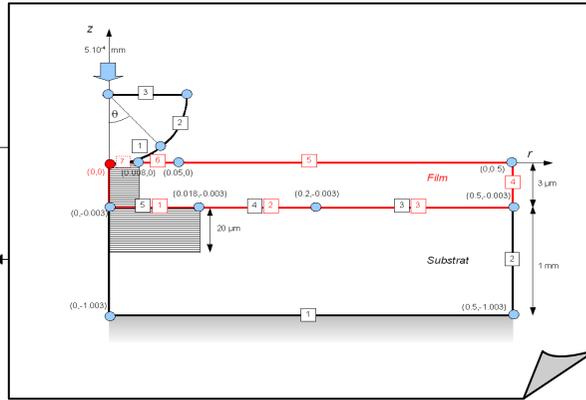
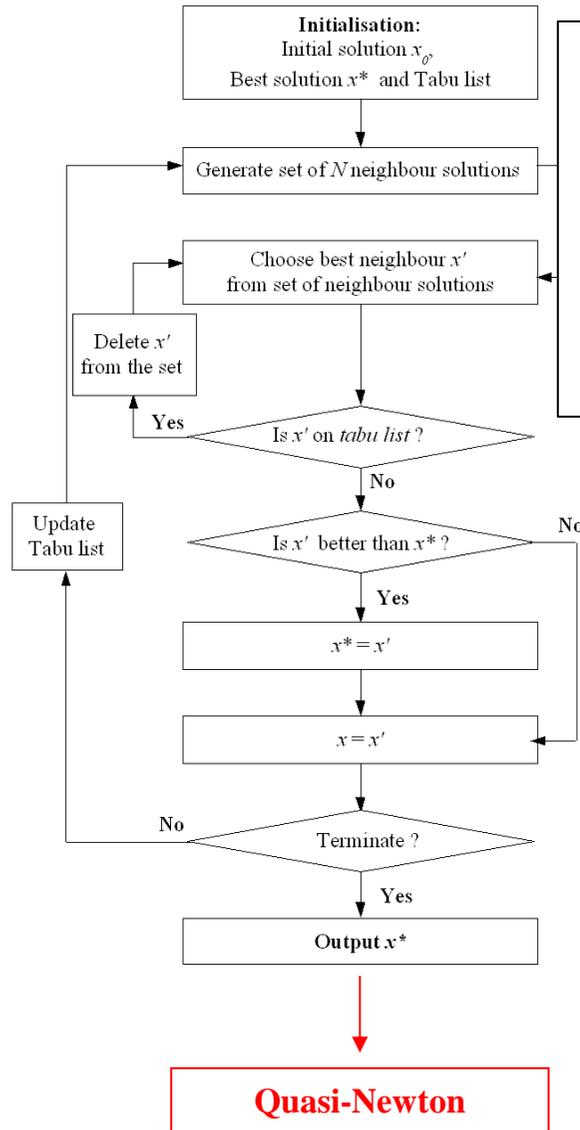


Données d'entrée :
 Propriétés du substrat (E_s, H_s)
 Epaisseur du Film : t

Output Data
 (E_f, H_f)

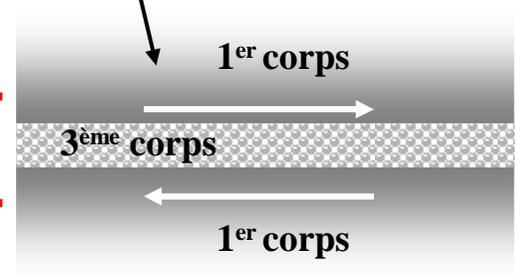
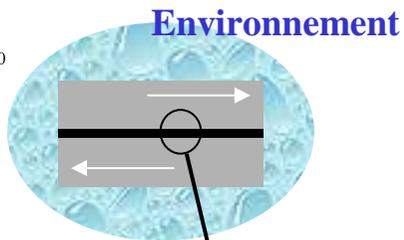
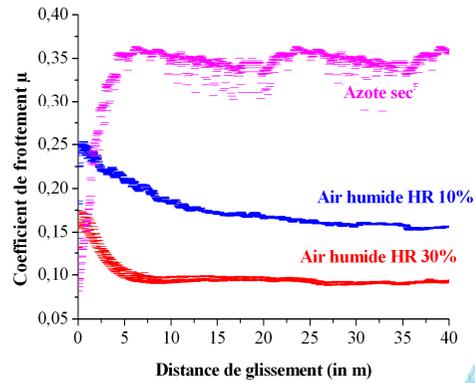
Global optimization algorithm

Détermination de E et H

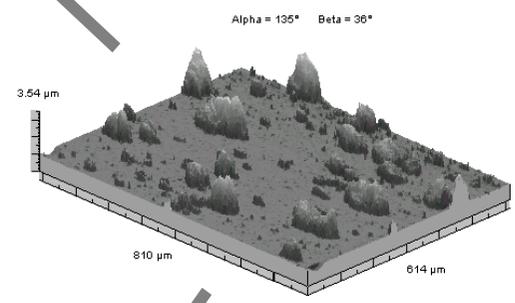
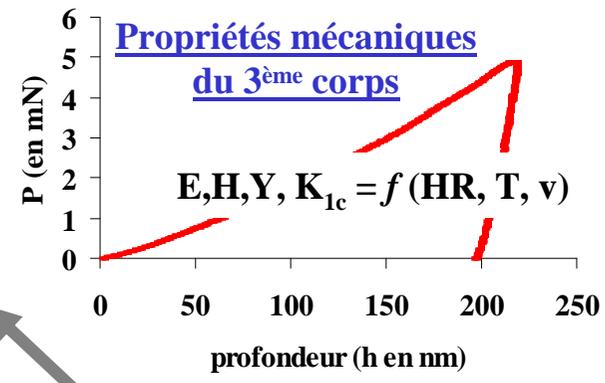
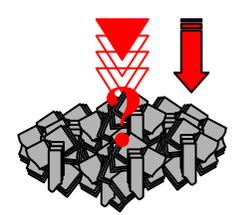


- Ph. Stempfélé, F. Schäfer, (2007), *Int. J. Surf. Sci. & Eng.*, vol. 1, N°2/3, 213-238
- N. Oumarou et al, (2010), *J. of Tribology & Surface Engineering*, vol. 1, Issue 1/2, 111-128

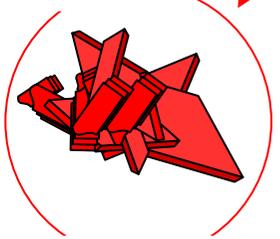
Rôle du 3^{ème} corps ?



Nanoindentation



Débris d'usure

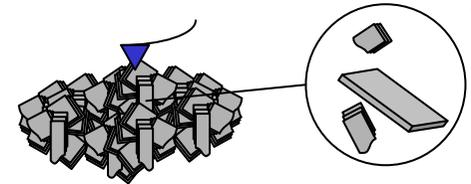


MEB + MET

Quantité de 3^{ème} corps

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

Analyse d'images AFM

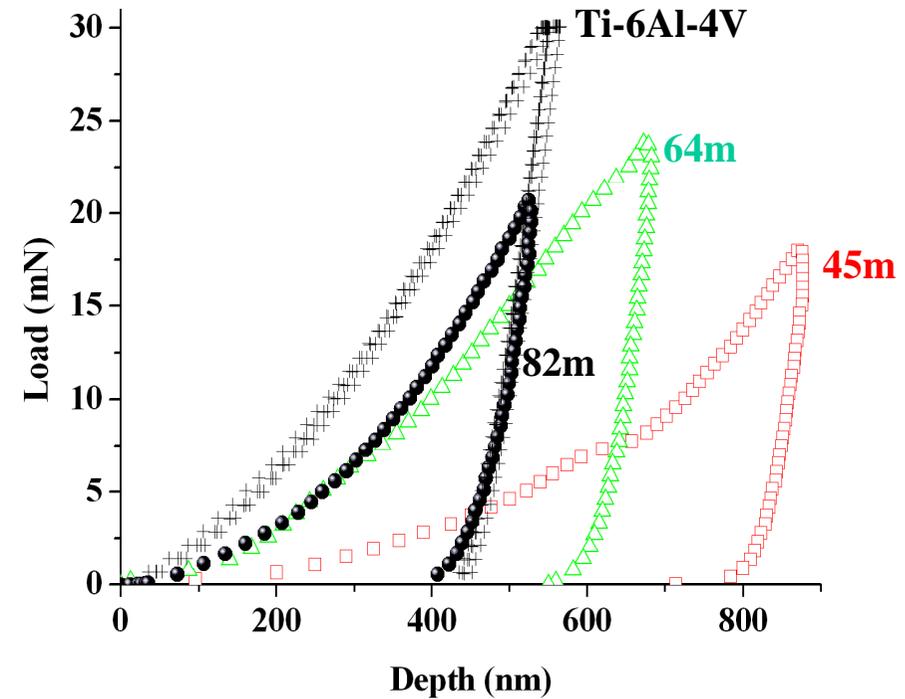
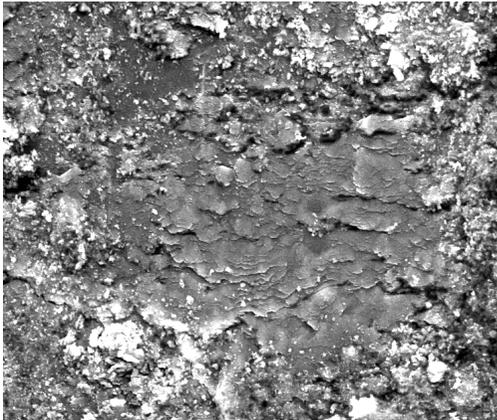


$15 \text{ nm} < \epsilon < 2 \mu\text{m}$

Morphologie des Particules Élémentaires

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

Variations of the tribolayer's cohesion with the sliding length



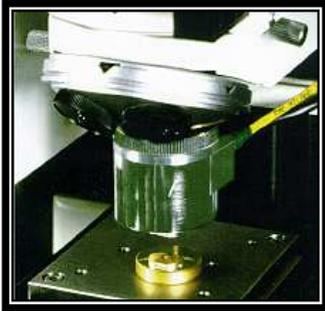
- Results confirmed by some indentations curves:
 - For the lowest sliding distance, the loading curve presents some horizontal drops (pop-in) due to localized failure events
 ⇒ Not very cohesive agglomerates

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

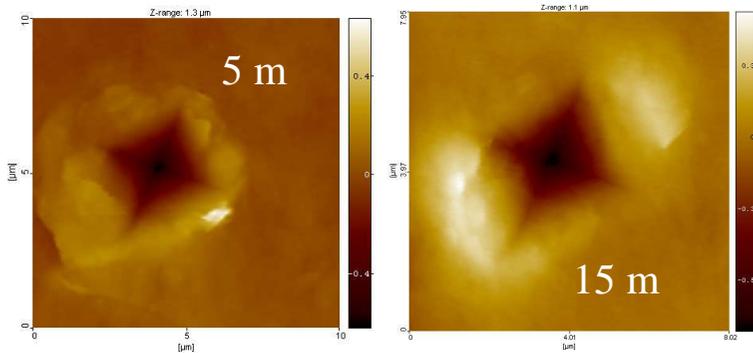
⇒ the $\uparrow H$ clearly reflects the progressive compaction of the wear debris within a increasingly cohesive *transfer layers* ;

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

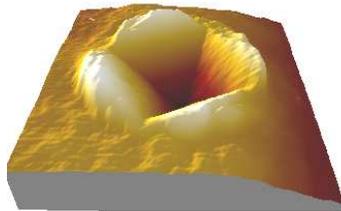
Détermination des modes de dissipation de l'énergie de déformation / AFM



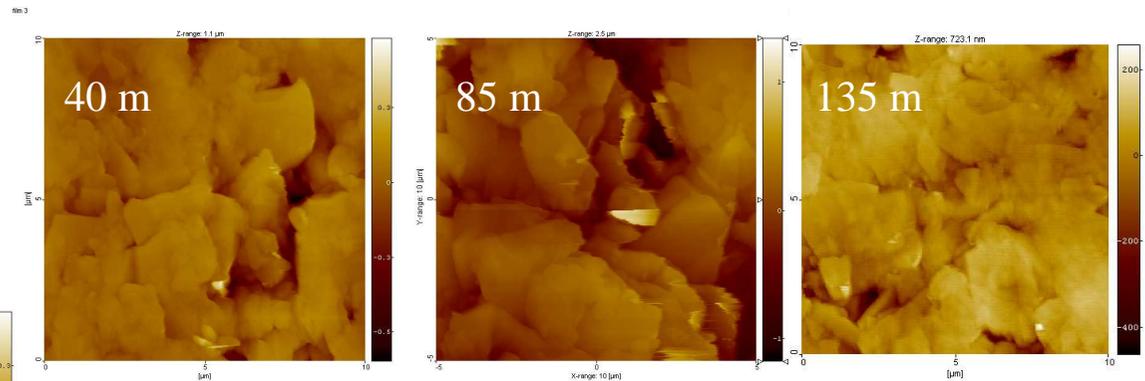
Précision de la
relocalisation
Indenteur/AFM :
 $\pm 0,5 \mu\text{m}$



Empreinte résiduelle + Bourrelet
Dissipation par déformation plastique

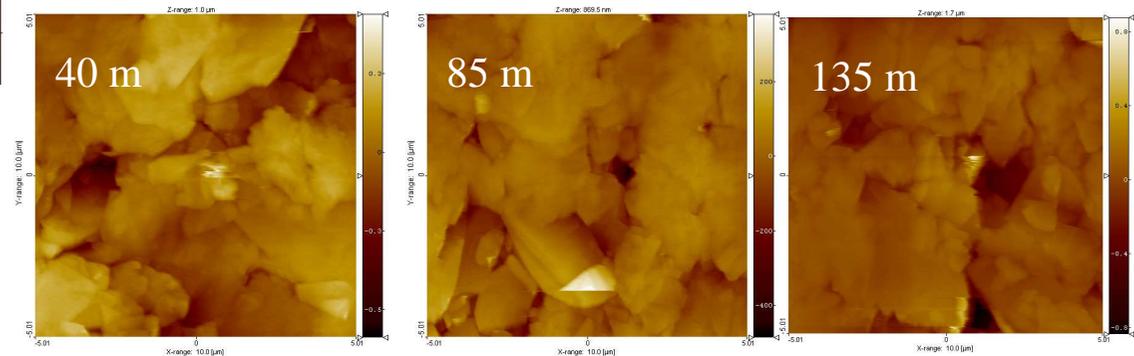


AFM en Mode Contact
Images 10 x 10 μm



Avant indentation

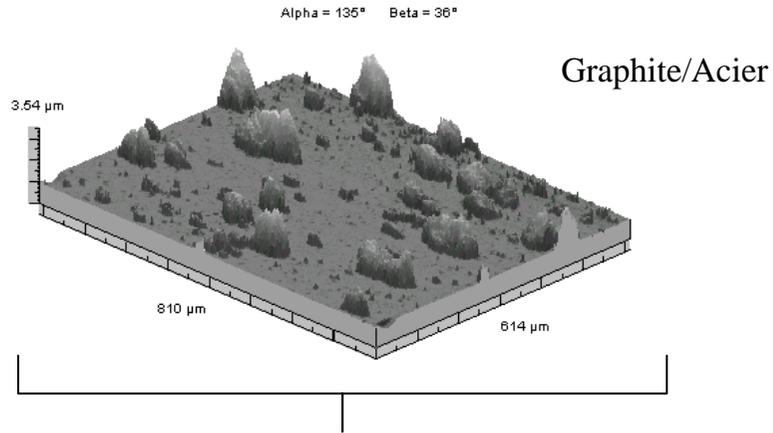
Après indentation



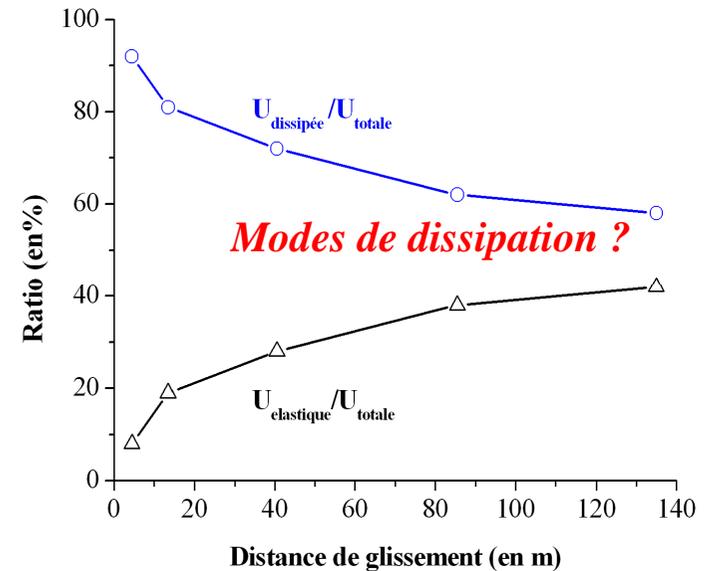
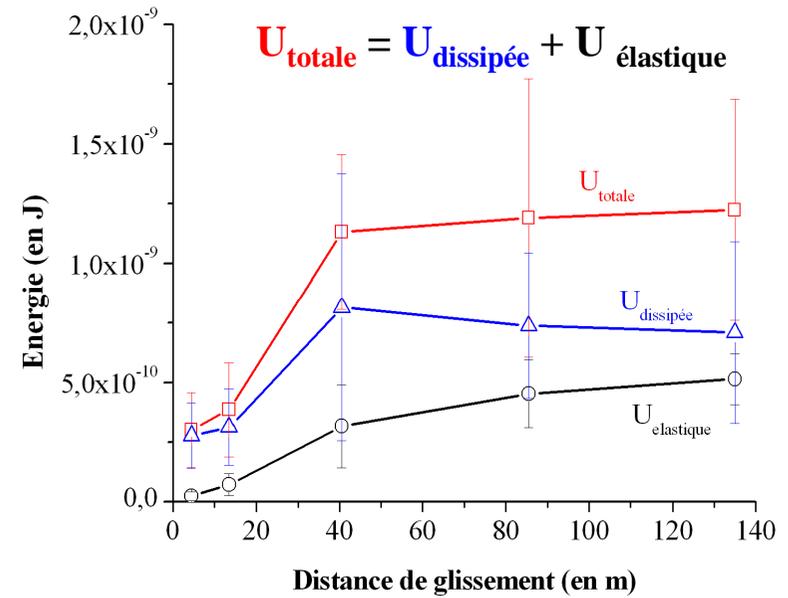
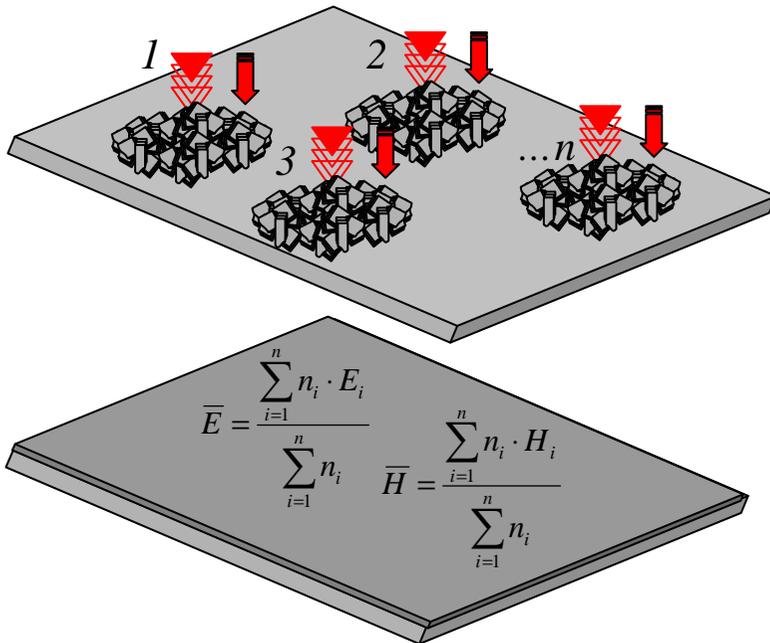
Pas d'empreinte résiduelle – reformation de la structure

Dissipation par glissement des plans de base

Détermination expérimentale des propriétés mécaniques du 3^{ème} corps



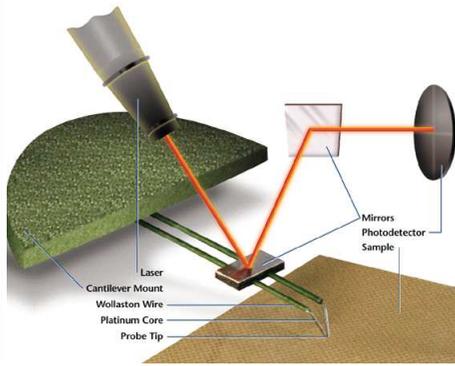
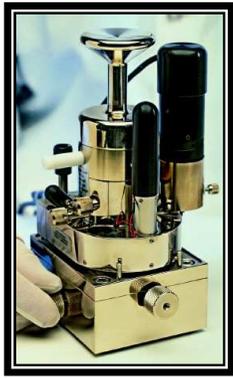
Nano-indentation + AFM



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

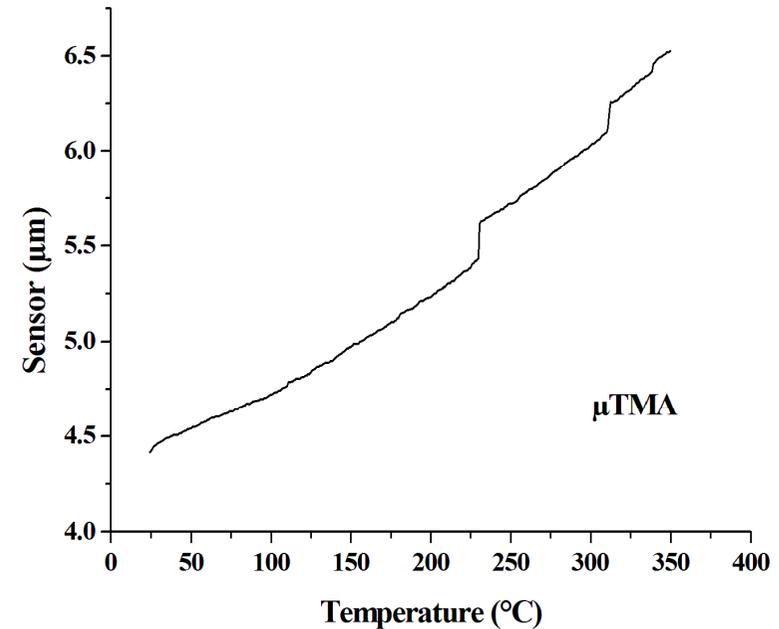
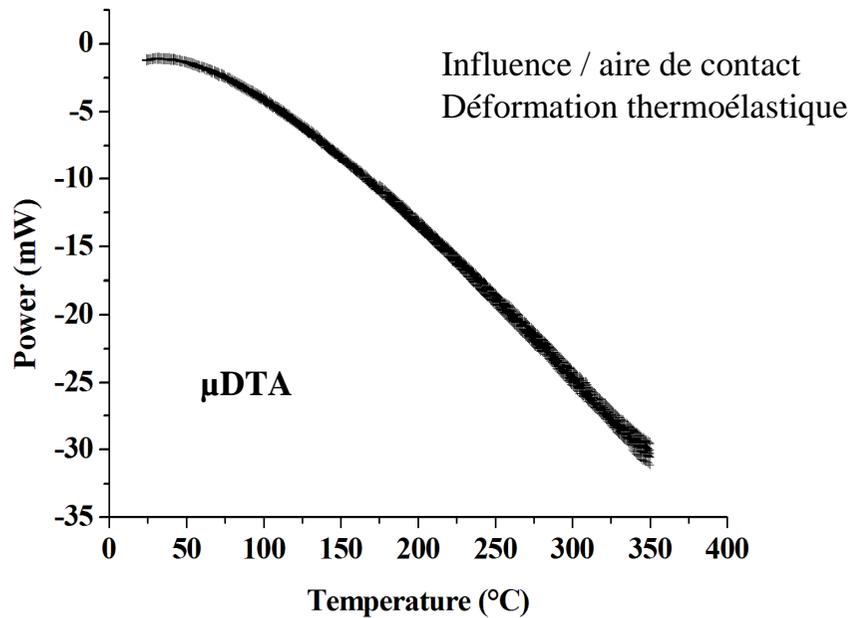
• Ph. Stempflé, J. von Stebut, (2005), Les progrès en tribologie par l'ingénierie des matériaux et des surfaces, PPUR pp21-33, ISBN 2-88074-608-6 ;

Détermination des propriétés thermiques du 3^{ème} corps



- Thermal probe: \varnothing 5 μ m Pt-Ro wire
- Spring constant : 10 N.m⁻¹
- Probe rate : 10 μ m.s⁻¹ (*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

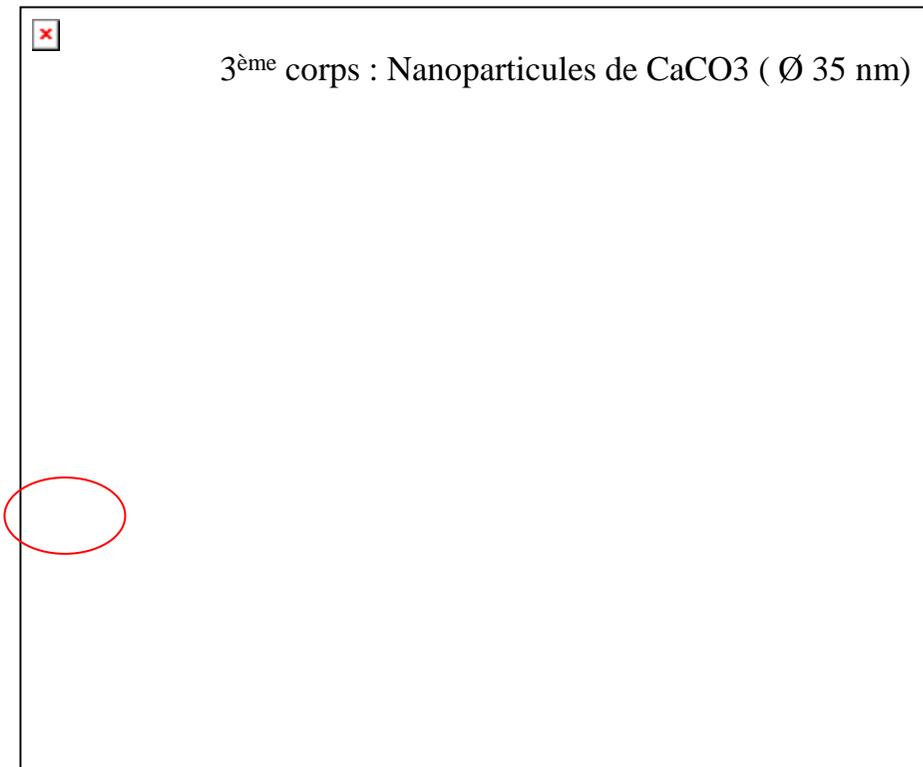
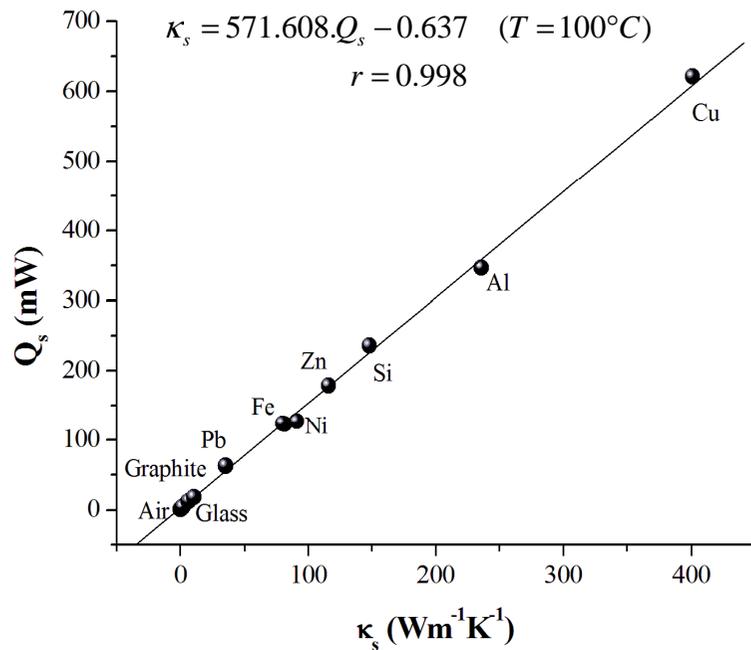
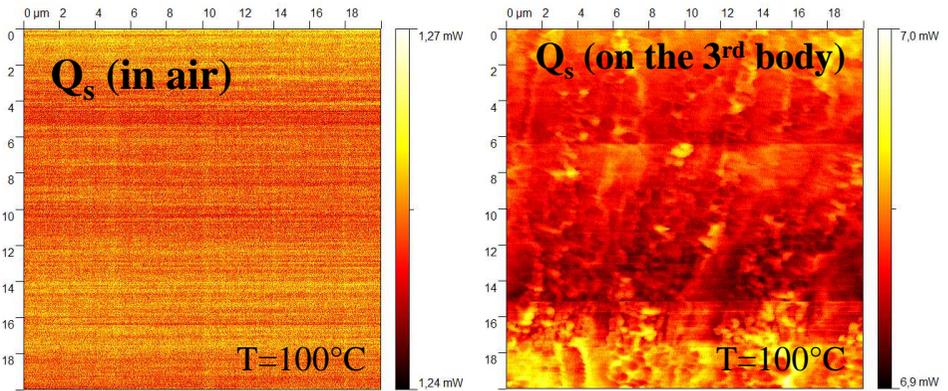
- μ TMA displays the change of the cantilever vertical displacement (*e.g. thermal expansion or degradation*)

Thermal conductivity of the 3rd body

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

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

- **2nd stage:** This relationship is then **used for determining κ_s of the 3rd body** knowing Q_s (at 100°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

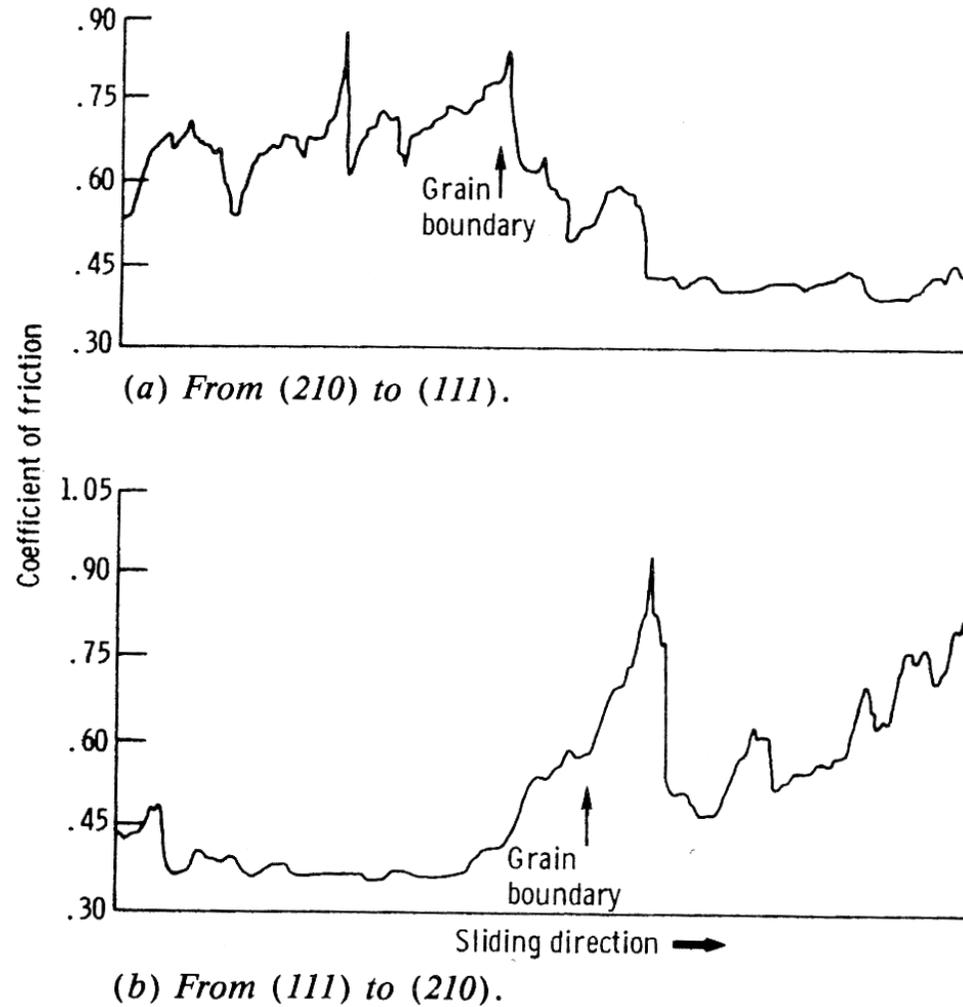
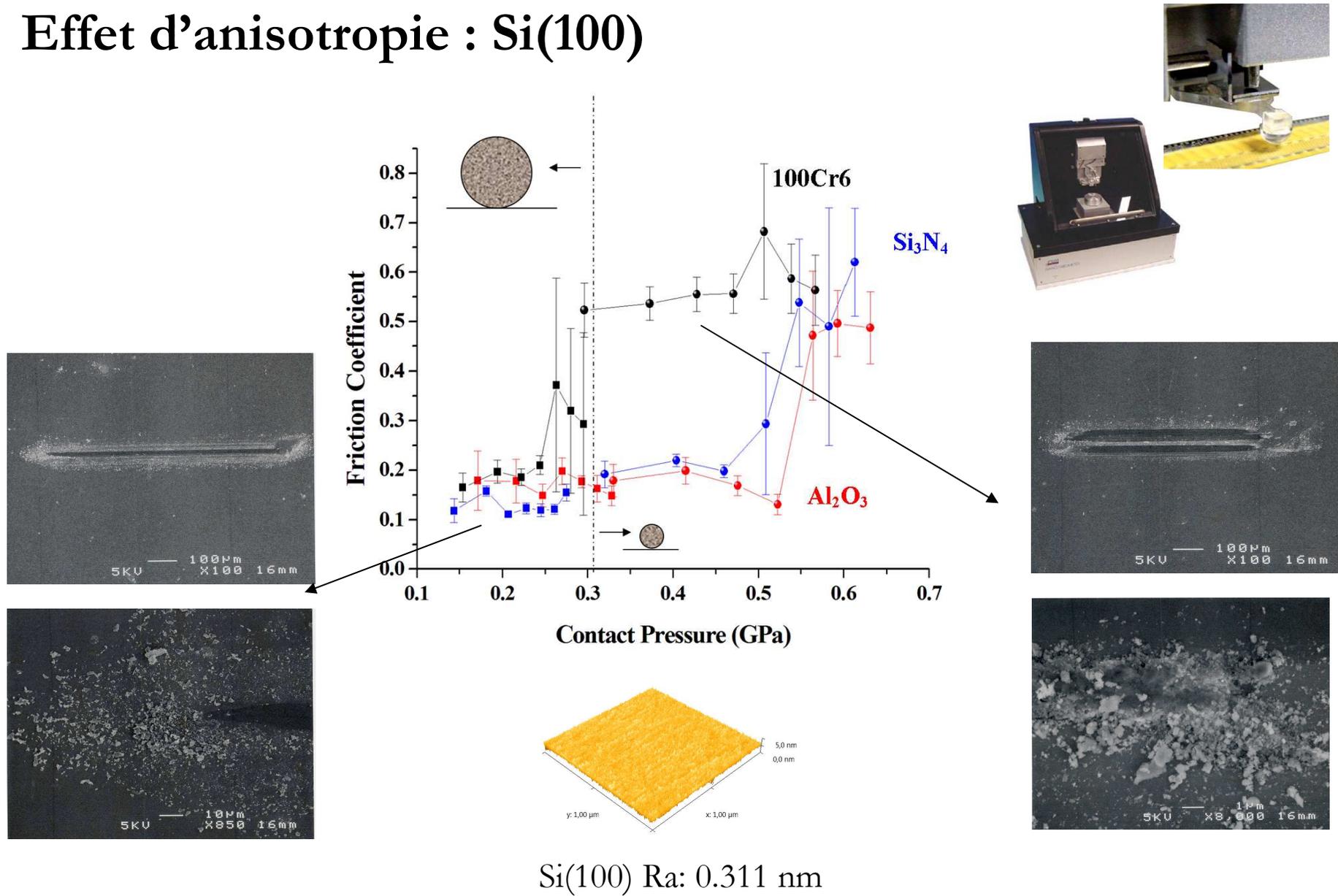


Figure 6-37.—Recorder tracings of friction force for copper slider sliding across grain boundary on copper bicrystal. Load, 100 grams; sliding speed, 1.4 millimeters per minute.

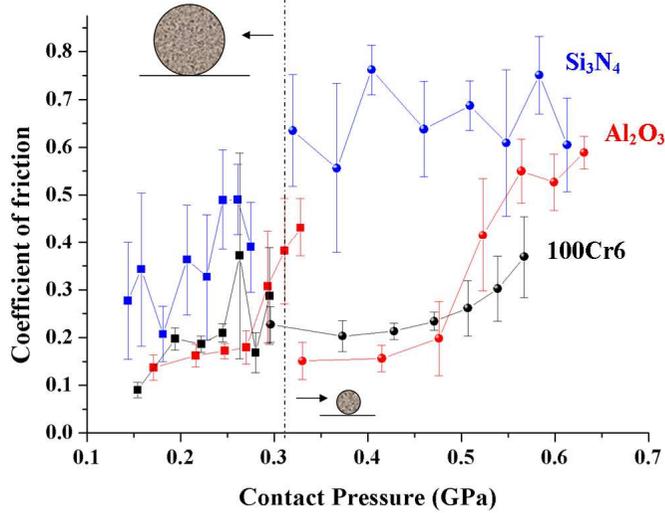
Effet d'anisotropie : Si(100)



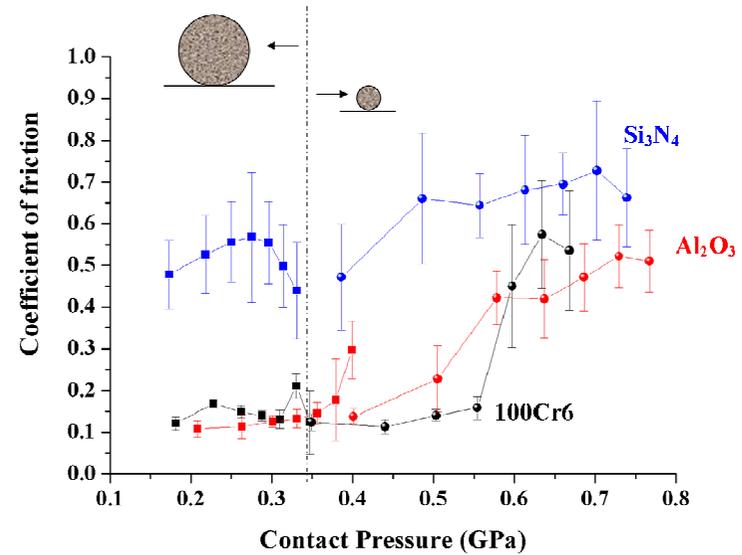
- Ph. Stempflé, J. Takadoum (2010), Proc. of the 14th Nordic Symposium on Tribology – Nordtrib 2010, paper 18, ISBN 978-91-7439-124-4;
- Ph. Stempflé, J. Takadoum, (2010), submitted to Tribology Int in September 2010;

Résumé

Si (100) Ra: 692 nm

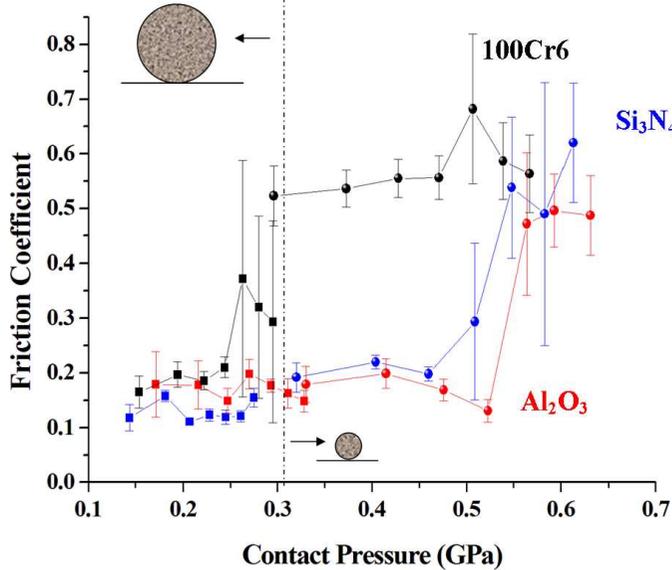


Si (111) Ra: 683 nm

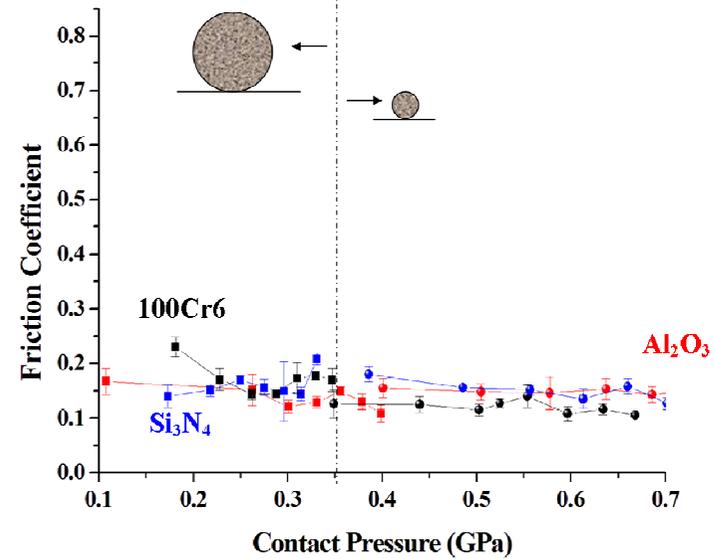


Effet de l'orientation cristallographique

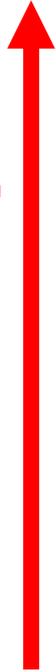
Si(100) Ra: 0.311 nm



Si(111) Ra: 0.244 nm



Effet du 3^{ème} 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 |
| ν | 0.28 | 0.36 |
| γ (J/m ²) | 2.13 | 1.23 |

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

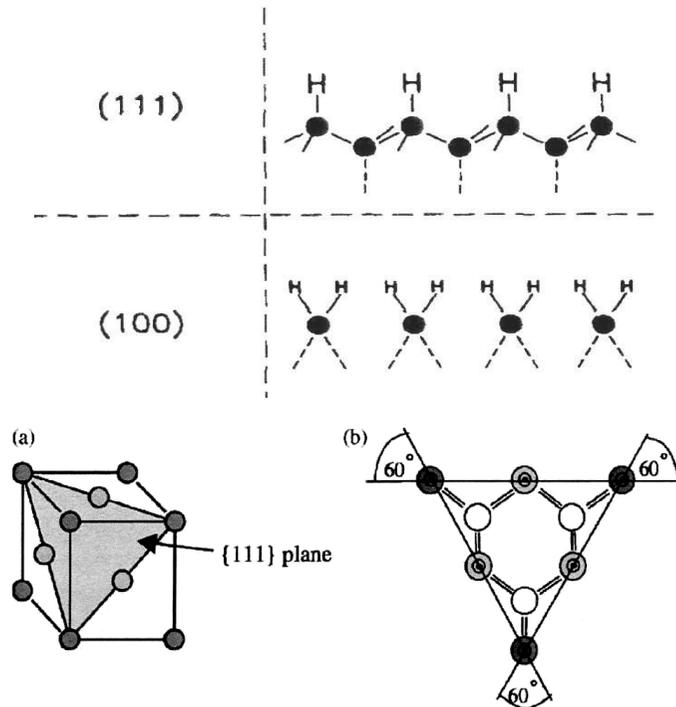


Fig. 8. (a) Lattice and (b) free surface bonds of {111} orientated wafer.

- 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

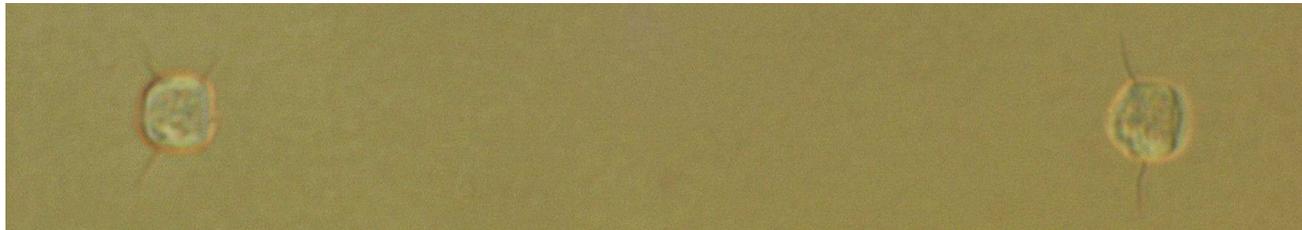
- **Si(111) exhibits mostly grain pull-out**, with little evidence of cracking [Gardos, Gatzel].

• 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 μ m)



Si(100) 250mN
Empreinte carrée



Si(110) 250mN
Empreinte carrée + Fissures

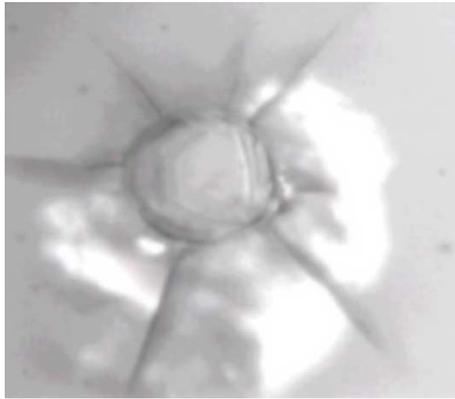


Si(111) 250mN
Empreinte circulaire
Pas de fissure

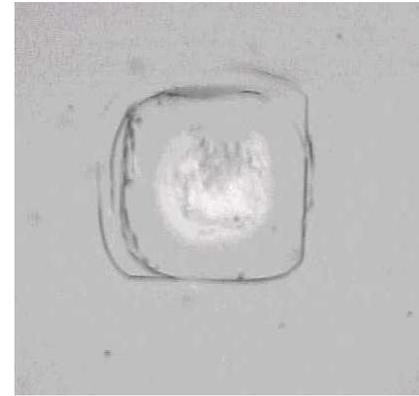


Si(111) 300mN
Empreinte circulaire –
toujours pas de fissure

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 »