

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université du 20 Août 1955 Skikda
Faculté de Technologie
Département De Génie Mécanique



Code : D012125010D

Thèse présentée en vue de l'obtention
du diplôme de
Doctorat en sciences
Spécialité : Maintenance Industrielle

Thème

Etude des conditions de formation des Transformations Tribologiques Superficielles (TTS)

Présentée par : HEGUIB Hayet

Soutenue publiquement en février 2025 devant la commission d'examen

Jury M.

Président	BOUCHEHIT Bachir	MCA (Univ. 20 Août 1955 Skikda)
Rapporteur	KHOUNFAIS Kamel	Professeur (Univ. 20 Août 1955 Skikda)
Examineurs :	BELAADI Ahmed	Professeur (Univ. 20 Août 1955 Skikda)
	CHAIB Rachid	Professeur (Univ. Frères Mentouri Constantine)
	DIB Amar	MCA (Univ. Badji Mokhtar Annaba)
	SARI M ^{ed} Rafik	Professeur (Univ. Badji Mokhtar Annaba)

Dédicaces

Je dédie ce travail à la mémoire de mes parents, à qui je dois tout. Leur amour inconditionnel et leurs sacrifices constants restent une source de force dans les moments difficiles. Leur voix résonne encore à mes oreilles, me rappelant de ne jamais abandonner et de toujours viser l'excellence. Je leur suis éternellement reconnaissant(e) pour tout ce qu'ils m'ont apporté. Ils m'ont transmis des valeurs essentielles qui me guident encore aujourd'hui.

Qu'Allah, le tout puissant, les accueille dans Son vaste Paradis et leur accorde Sa Miséricorde infinie.

Je remercie chaleureusement mes proches qui m'ont toujours soutenu. Leurs encouragements et leur présence ont été inestimables. Je pense tout particulièrement à mes sœurs Dalil, Fatima et Salima, et à mon frère Mohamed, dont la confiance en moi n'a jamais faibli, et a toujours été une source de réconfort et de motivation. Je tiens à exprimer ma profonde gratitude envers mes chères Hassina et Soumia, pour leur présence constante et leur soutien inconditionnel.

Ma joie est immense de pouvoir partager ce moment avec vous tous

REMERCIEMENTS

Cette étude a été réalisée au sein du laboratoire LaMCoS de l'INSA de Lyon.

Je tiens, tout d'abord, à exprimer ma profonde gratitude envers Monsieur le professeur Yves Berthier, directeur de recherche au CNRS et responsable de l'équipe Tribologie et Mécanique des Interfaces (TMI), pour m'avoir accueillie au sein de son équipe et m'avoir offert l'opportunité de mener à bien ce travail dans des conditions optimales. Je le remercie sincèrement pour la confiance qu'il m'a accordée en me proposant ce sujet passionnant et pour son soutien constant tout au long de ce travail. Sa patience, sa disponibilité, son professionnalisme rigoureux, ainsi que ses qualités humaines et scientifiques m'ont permis de bénéficier pleinement de son expertise.

Je suis extrêmement reconnaissante envers Madame Sylvie Descartes, chargée de recherche au CNRS, pour son encadrement rigoureux et bienveillant tout au long de ce travail. Ses conseils avisés et son expertise m'ont permis de mener à bien mes expériences. Je lui suis particulièrement reconnaissante pour la disponibilité qu'elle a toujours manifestée et pour les discussions fructueuses que nous avons eues.

Mes remerciements vont également à Madame Magali Busquet, chargée de recherches au LaMCoS, pour le temps qu'elle m'a consacré, les discussions enrichissantes qui en ont résulté et les précieux conseils qu'elle m'a prodigués durant cette étude.

J'exprime également ma profonde reconnaissance envers Monsieur Godeau, ingénieur d'études, pour son aide précieuse et ses conseils judicieux lors de la

réalisation des essais. Je remercie également Messieurs Pierre Aeby et Lionel Lafarge, ingénieurs d'études, pour leur aide précieuse lors de la manipulation sur RHEOS.

Ce fut un grand honneur et un réel plaisir de travailler au sein de cette équipe. Je garde un excellent souvenir de ces années de thèse.

J'exprime ma profonde gratitude envers Monsieur le Professeur Lakhdar Khochemane, que son âme repose en paix, pour son soutien constant, son aide administrative précieuse qu'il m'a apportée tout au long de cette période, ainsi que pour ses encouragements qui m'ont permis de mener à bien ce travail.

Mes remerciements les plus chaleureux vont à Monsieur Youcef Guetteche pour son soutien permanent, son aide efficace et ses encouragements qui ont été une source de motivation constante. Il nous a offert l'opportunité d'explorer ce domaine et nous a guidés lors de nos débuts. C'est grâce à son initiative que nous avons pu intégrer l'équipe du LaMCoS et bénéficier d'un environnement de recherche stimulant.

J'adresse mes sincères remerciements à mon encadreur Monsieur Kamel Khounfais, pour sa patience exemplaire, ses conseils avisés et son soutien constant. Je le remercie d'avoir veillé à ce que tout se déroule sans encombre. Son expertise et sa vigilance ont été déterminantes pour mener ce projet à son terme dans les meilleures conditions.

Mes plus sincères remerciements vont à Monsieur Bachir Bouchehit, qui a accepté de présider mon jury de thèse. Je suis très honorée de sa présence et de son expertise.

Je remercie également chaleureusement Messieurs les Professeurs Ahmed Belaadi, Rachid CHAIB, Amar Dib et Med Rafik Sari, pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'être rapporteurs de cette thèse. Leurs relectures attentives, leurs commentaires constructifs et leurs encouragements ont grandement contribué à l'amélioration de mon travail. Je suis particulièrement reconnaissante de leur disponibilité et de leur soutien.

J'adresse mes remerciements à tous les membres de l'équipe TMI du laboratoire LaMCoS de l'INSA de Lyon pour toutes les années de recherche. Un remerciement tout particulier à Soumia Teyar, Magdalena Corneci, Na Wong, Ana Maria Sfarghiu, Ghassen Ouenzerfi et Anouar Halloumi pour leur bienveillance, leur gentillesse et leur bonne humeur qui ont rendu l'ambiance de travail d'autant plus agréable.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

À vous tous, mille mercis.

Résumé

Dans l'industrie, les problèmes de contact avec frottement sec interviennent dans un nombre considérable de mécanismes : les freins, les embrayages, le contact roue-rail, etc. Ces mécanismes sont soumis à différentes sollicitations menant à des phénomènes d'usure et de détachement de particules. Pour faire face à ces phénomènes, les constructeurs cherchent des solutions adaptées, nécessitant la contribution de plusieurs disciplines. Ces solutions passent par la connaissance approfondie des conditions de contact et la compréhension du comportement des matériaux utilisés. Les relations entre les propriétés du matériau et son comportement tribologique restent encore mal connues.

Dans la plupart des contacts, le détachement de particules est précédé par des modifications de la peau du matériau. Plusieurs mécanismes de nature différente (mécanique et physico-chimique) interviennent à différentes échelles, de la macroscopique à la microscopique. En général, le matériau répond aux sollicitations tribologiques appliquées soit par fissuration, soit par des changements de phases et de structures appelés transformations tribologiques superficielles (TTS). Les chercheurs ont étudié les TTS suivant plusieurs approches pour simplifier et clarifier leurs conditions de formation ainsi que de destruction. Des études récentes ont mis en évidence des tendances prometteuses dans l'analyse de TTS et qui reposent sur les nouveaux concepts de tribologie tels que le triplet 1^{er} corps/3^{ième} corps/mécanisme, circuit tribologique, mécanismes d'accommodation de vitesse.

Dans cette thèse, nous nous intéressons à l'utilisation de la technique de déformation par torsion sous haute pression pour étudier la formation des TTS dans du magnésium pur. L'objectif est de comprendre la relation entre le comportement tribologique à la surface et dans le volume et les mécanismes d'usure. Un appareil RHEOS a été utilisé pour tester le matériau à température ambiante. L'analyse des résultats a permis de mettre en lumière la présence de trois zones de contact différentes à la surface des échantillons, qui génèrent par conséquent des comportements différents. Il était évident que la condition d'adhérence était satisfaisante. Après 0,5 tour de rotation, un raffinement significatif de la taille des grains s'est produit. Les TTS produites dans ces conditions ne sont pas homogènes. D'autre part, un scénario de dégradation de surfaces a été établi.

Mots clés : Frottement sec, Usure, Transformations Tribologiques Superficielles (TTS), Torsion sous haute pression (HPT), Troisième corps.

Abstract

In industry, dry friction contact problems occur in a large number of mechanisms, including brakes, clutches, and wheel-rail contact. These mechanisms are subject to various stresses, leading to wear phenomena and particle detachment. To address these phenomena, manufacturers seek suitable solutions that require the contribution of several disciplines. These solutions involve a thorough understanding of contact conditions and material behavior. The relationship between material properties and their tribological behavior remains poorly understood.

In most contacts, particle detachment is preceded by changes in the material's surface layer. Several mechanisms of different nature (mechanical and physico-chemical) are observed at both macroscopic and microscopic scales. In general, the material responds to applied tribological stresses either by cracking or by phase and structure changes, known as superficial tribological transformations (STTs). Researchers have studied STTs using various approaches to simplify and clarify their formation and destruction conditions. Recent studies have revealed promising trends in STT analysis, based on new tribology concepts such as the first body/third body/mechanism triplet, the tribological circuit, and velocity accommodation mechanisms.

In this thesis, we focus on using the high-pressure torsion deformation technique to study the formation of STTs in pure magnesium. The aim is to understand the relationship between tribological behavior at the surface and in the bulk, as well as the wear mechanism. A RHEOS apparatus was used to test the material at room temperature. Analysis of the results highlighted the presence of three distinct contact zones on the sample surfaces, which consequently generated different behaviors. It was evident that the adhesion condition was satisfactory. After 0.5 rotations, significant grain size refinement occurred. The STTs produced under these conditions are not homogeneous. Furthermore, a surface degradation scenario has been established.

Keywords: Dry friction, Wear, Superficial Tribological Transformations (STT), High Pressure Torsion (HPT), Third body.

ملخص

في مجال الصناعة، تحدث مشكلات الاحتكاك الجاف في عدد كبير من الآليات كالفرامل، المعشق، اتصال العجلة بالسكك الحديدية، وغيرها. تخضع هذه الآليات لضغوط مختلفة تؤدي إلى تآكل السطح وانفصال الجسيمات. ولمعالجة هذه الظواهر، يبحث المصنعون عن حلول مناسبة تتطلب مساهمة تخصصات متعددة. تتضمن هذه الحلول فهمًا متعمقًا لظروف الاتصال وسلوك المواد المستخدمة. ولا تزال العلاقات بين الخصائص المادية والسلوك التريبولوجي للمواد غير مفهومة بشكل كامل.

في معظم مناطق الاحتكاك، يسبق انفصال الجسيمات تغيرات في الطبقة السطحية للمادة. اين لوحظت العديد من الميكانيزمات ذات طبيعة مختلفة (الميكانيكية والفيزيوكيميائية). بشكل عام، يستجيب سطح القطع للضغوط التريبولوجية المطبقة إما عن طريق التشقق أو عن طريق تغيرات تعرف بالتحويلات التريبولوجية السطحية (TTS). ويقوم الباحثون بدراسة هذه التحويلات باستخدام مناهج مختلفة لتبسيط وتوضيح ظروف تكوينها وكذلك تدميرها. وقد أظهرت كشفت دراسات حديثة عن اتجاهات واعدة في تحليل هذه التحويلات، تعتمد على مفاهيم جديدة في علم التريبولوجيا، مثل ثلاثية الجسم الأول/الجسم الثالث//الميكانيزم، الدائرة التريبولوجية.

في هذه الأطروحة، نركز على استخدام تقنية التشويه بالالتواء تحت الضغط العالي لدراسة TTS في المغنيسيوم النقي. الهدف هو فهم العلاقة بين السلوك التريبولوجي للسطح، في قلب المعدن والآليات التآكل. تم استخدام جهاز RHEO لاختبار المواد في درجة حرارة الغرفة. أظهر تحليل النتائج وجود ثلاث مناطق تلامس متميزة على أسطح العينات، مما أدى إلى سلوكيات مختلفة. وكان من الواضح أن حالة الالتصاق مرضية. فبعد 0.5 دورة، لوحظ تحسن ملحوظ في حجم الحبيبات. وقد كانت TTS في هذه الظروف ليست متجانسة. علاوة على ذلك، تم إنشاء سيناريو عن تآكل السطح.

الكلمات المفتاحية: الاحتكاك الجاف، التآكل، التغيرات التريبولوجية السطحية (TTS)،

الالتواء تحت الضغط العالي (HPT)، الجسم الثالث.

Sommaire

Sommaire	I
Liste des figures	IV
Liste des tableaux	VIII
Introduction générale	1
Chapitre 1 : Concepts généraux de la tribologie	4
I.1 Introduction	4
I.2 Principes de base de la tribologie	4
I.2.1 Théorie du frottement sec	5
I.2.2 Travaux classiques du frottement	5
I.2.3 L'usure	7
I.3 Paramètres influençant sur le frottement et l'usure	10
I.3.1 Facteurs mécaniques	10
I.3.2 Facteurs physico-chimiques.....	12
I.3.3 Facteurs métallurgiques	13
I.4 La notion de contact à trois corps.....	13
I.4.1 La notion du troisième corps	13
I.4.2 Le triplet tribologique	14
I.4.3 Les mécanismes d'accommodation de vitesse.....	15
I.4.4 Le circuit tribologique	17
I.4.5 Scénario de la vie tribologique d'un contact	18
I.5 Les transformations tribologiques superficielles.....	20
I.5.1 Définition des TTS.....	20
I.5.2 Mécanismes de formations des TTS	24
I.6 Conclusion	29
Chapitre II : Facteurs influençant la formation des TTS	30
II.1 Introduction	30
II.2 Influence des facteurs liés aux premiers corps.....	30
II.2.1 La microstructure.....	30
II.2.2 La composition chimique	31
II.2.3 La température de transformation martensitique (le Transus)	34
II.2.4 La taille des grains – texture.....	35

II.3 Influence des facteurs liés à la surface du contact	36
II.3.1 La rugosité des surfaces.....	36
II.3.2 La composition chimique des interfaces	37
II.4 Influence des facteurs liés au mécanisme	38
II.4.1 Le chargement normal.....	38
II.4.2 La géométrie et les dimensions du contact.....	40
II.4.3 La fréquence et le nombre de cycles	40
II.4.4 La rigidité du mécanisme	43
II.4.5 L'environnement	44
II.5 Influence des facteurs liés au troisième corps.....	45
II.6 Conclusion.....	49
Chapitre III : Démarche expérimentale	52
III.1 Introduction.....	52
III.2 Moyens expérimentaux pour la production des TTS	52
III.3. Moyens de caractérisation des TTS	58
III.4 Démarche expérimentale	64
III.4.1 Description de dispositif expérimental.....	64
III.4.2 Matériau de l'étude	66
III.4.3 Préparation des échantillons pour essais	68
III.4.4 Description d'un essai type	69
III.4.5 Préparation des échantillons pour observation.....	71
III.4.6 Reproductibilité des essais	74
III.5 Conclusion	74
Chapitre IV : Résultats et discussions	76
IV.1 Introduction	76
IV.2 Résultats et discussions	77
IV.2.1 Essai en mode classique (1 GPa, 0.5 tr/mn, 0.5 tour)	77
IV.2.1.1 Mesures de couple et d'épaisseur	77
IV.2.1.2 Morphologie des surfaces frottées	79
IV.2.1.3 Observation des coupes.....	94
IV.2.2 Essai effectué sous pression supérieure à 1 GPa	101
IV.2.2.1 Mesures de couple et d'épaisseur	101
IV.2.2.2 Morphologie des surfaces frottées	103
IV.2.2.3 Observation des coupes.....	118

IV.2.3 Effet du mode de chargement	125
IV.2.3.1 Mesures de couple et d'épaisseur	125
IV.2.3.2 Morphologie des surfaces frottées	126
IV.2.4 Essai confiné	140
IV.2.4.1 Mesures de couple et d'épaisseur	140
IV.2.4.2 Morphologie des surfaces frottées	142
IV.3 Bilan des résultats expérimentaux	151
Conclusion générale	161
Références	163
Annexe	178

Liste des figures

Figure I.1: Origines principales du frottement	5
Figure I.2 : Processus de transfert de matière par adhésion (D'après [STAC 01])	7
Figure I.3: Schémas des mécanismes d'usure abrasive: Découpe, Fatigue, Fracture et Arrachage (D'après [GEOR 00]).....	9
Figure I.4 : Schéma des défauts provoquant l'usure par délamination (D'après [SUH 73])	9
Figure I.5 : Notion du troisième corps (D'après [GODE 89]).....	14
Figure I.6: Triplet tribologique.....	15
Figure I.7 : Mécanismes d'accommodation de vitesse dans un contact tribologique	16
Figure I.8: Circuit tribologique.....	18
Figure I.9: Schéma du cycle de vie d'un contact	19
Figure I.10 : TTS observé dans le cas du fretting de l'Inconel (D'après [BLANC 91]).....	21
Figure I.11 : Valeurs de dureté (Hv 25g) mesurées pour les différents matériaux testés dans l'étude [BLANC 91].....	23
Figure I.12 : Évolution de l'épaisseur : (a) de la TTS, (b) de la Ztot, en fonction de l'énergie locale cumulée dissipée (D'après [SAUG 00])	25
Figure I.13: Modèle d'initiation de la TTS par recristallisation induite par une déformation plastique sévère (D'après [BLANC 91])	28
Figure II.1 : Transformation d'une structure β (CC) à une structure α (HC).....	32
Figure II.2: Structures de TTS sur TA6V et TV15CA(α) (D'après [BLANC 91])	32
Figure II.3 : Diagramme de phases de transformation des Ti-Ni (D'après [PROK 05])	34
Figure II.4: Comparaison de l'évolution des microdéformations en fonction de la profondeur pour deux traitements de surface (D'après [ROMA 06])	36
Figure II.5 : Influence de la vitesse de déformation sur la densité des macles (D'après [DUBO 85]).....	39
Figure II.6: Configurations possibles dans un contact bille/plan	40
Figure II.7: Évolution de l'épaisseur de TTS en fonction du nombre de cycles lors d'essais de fretting pour différents alliages de titane (D'après [BLANC 91]).....	42
Figure II.8: Évolution de l'épaisseur de TTS en fonction de l'amplitude de déplacement pour divers alliages de titane (D'après [BLANC 91]).....	42
Figure II.9 : Mode d'accommodation du débattement : (a) Dispositif Pedeba, (b) Dispositif de Colombié.....	44

Figure II.10: Effets des paramètres matériaux sur la formation des TTS.....	50
Figure II.11 : Résumé des effets de paramètres surfaces sur la formation des TTS	51
Figure III.1 : Schémas de quelques dispositifs utilisés pour l'étude des TTS.....	55
Figure III.2 : Illustrations des configurations de déformation HPT : (a) Confinée, (b) Quasi-confinée et (c) Non confinée.....	58
Figure III.3 : Caractérisation microstructurale de TTS par différentes techniques : a) MO, b) MEB (D'après [MESA 20]), c) EBSD map (D'après [TUMB 16]), d) FIB (D'après [DESC 11 b]).....	61
Figure III.4 : Exemple de mesure de dureté dans les couches TTS (D'après [ZHOU 16] : (a) Positions des mesures de dureté, (b) Distribution de la micro-dureté et (c) Variation de la nano-dureté.....	62
Figure III.5 : Exemples de contacts simulés pour l'étude de TTS : (a) D'après [BUSQ 09], (b) D'après [UMBR 09], (c) D'après [SUN 23], (d) D'après [HALL 14]	63
Figure III.6 : Dispositif d'essais RHEOS	65
Figure III.7 : Capteurs d'écrasements.....	65
Figure III.8 : Microstructure initiale du matériau utilisé	67
Figure III.9 : Schéma de découpage des échantillons de magnésium	68
Figure III.10 : État initial de surfaces des enclumes.....	68
Figure III.11 : Etapes de déformation sous HPT	69
Figure III.12 : Modes opératoires sur RHEOS : (a) Classique, (b) Mi-hargement	70
Figure III.13 : Contact confiné	71
Figure III.14 : Préparation des coupes : (a) Plan de coupe, (b) Échantillon enrobé.....	72
Figure III.15 : Techniques d'observation utilisées: (a) MO, b) MEB-EDX	73
Figure IV.1 : Évolution de l'épaisseur et le couple mesurés en fonction de l'angle de rotation (conditions d'essai :1 GPa, 0.5 tour, 0.5 tr/mn)	77
Figure IV.2 : Courbe contrainte-déformation.....	78
Figure IV.3: Échantillon déformé en mode classique : (a) Échantillon avant et après déformation, (b) Surface inférieure, (c) Surface supérieure.....	80
Figure IV.4 : Localisation des différentes zones sur la surface inférieure de l'échantillon: 1-Zone centrale, 2- Zone intermédiaire, 3- Zone au bord	81
Figure IV.5 : Vue globale : (a) du centre, (b) du bord.....	82
Figure IV.6: Détails de la zone numérotée 1 sur la figure IV.4	83
Figure IV.7: Détails du détachement de particules dans la zone en forme de couronne.....	84
Figure IV.8 : Détails de la zone numérotée 2 sur la figure IV.4	85

Figure IV.9 : Détails de la zone numérotée 3 sur la figure IV.4	86
Figure IV.10: Images en Z-Contraste : (a) Le bord, (b) Le centre	87
Figure IV.11: Surface de l'enclume – Contact inférieur	88
Figure IV.12 : Résultat de l'analyse EDX de l'enclume – Contact inférieur : (a) Vue globale du transfert du magnésium sur l'enclume, (b) Spectre EDX obtenu sur le matériau transféré	89
Figure IV.13 : Détails du transfert du magnésium sur l'enclume inférieure : (a) Piégeage du magnésium dans la rugosité de l'enclume, (b) Trace en forme de couronne au centre, (c) Îlots du troisième corps sur le bord	92
Figure IV.14 : Observation des languettes dans la coupe.....	94
Figure IV.15 : Analyse EDX sur la languette.....	95
Figure IV.16 : Microstructure dans le plan (1, 2).....	96
Figure IV.17 : Évolution de la microstructure dans les différentes zones.....	98
Figure IV.18 : Microstructure dans le plan (1, 2) sous 10 μm de la surface	100
Figure IV.19 : Évolution de l'épaisseur et le couple sous une pression de 1.6 GPa	101
Figure IV.20 : Courbe contrainte-déformation sous une pression de 1.6 GPa.....	102
Figure IV.21 : Échantillon déformé sous 2 GPa : (a) Surface inférieure, (b) Surface supérieure.....	104
Figure IV.22 : Détails de l'échantillon déformé sous 2 GPa : (a) Grossissement de la zone centrale, (b) Grossissement de la zone périphérique	105
Figure IV.23 : Observation MEB : (a) Vue globale, (b) Localisation des différentes zones sur la surface inférieure de l'échantillon, (c) Dimension de la zone centrale	107
Figure IV.24 : Détails de la zone numérotée 1 sur la figure IV.23 : (a) Détails de la zone centrale, (b) Grossissement de la double couronne, (c) Détails de la trace 01, (d) Détails de la trace 02.....	111
Figure IV.25 : Détails de la zone numérotée 2 sur la figure IV.23	113
Figure IV.26 : Détails de la zone à la périphérie numérotée 3 sur la figure IV.23.....	114
Figure IV.27 : Image en contraste Z de la zone de détachement de particules	115
Figure IV.28: Surface de l'enclume – Contact inférieur	115
Figure IV.29 : Détails de la surface de l'enclume inférieure : (a) Piégeage du magnésium dans la rugosité de l'enclume, (b) Grossissement de la trace en forme de couronne au centre, (c) Zone de transition, (d) Îlots du troisième corps sur le bord.....	118
Figure IV.30 : Localisation des différentes zones	119

Figure IV.31 : Évolution de la microstructure dans la zone centrale : (a) Vue globale, (b) Grossissement du réseau de fissures, (c) Grossissement de la zone au gros grain	121
Figure IV.32 : Évolution de la microstructure dans la zone de couronne : (a) Vue globale, (b) Grossissement du réseau de fissures, (c) Grossissement de la zone aux gros grains...	124
Figure IV.33 : Évolution de l'épaisseur et du couple en mode mi-chargement	125
Figure IV.34 : Courbe contrainte-déformation en mode mi-chargement.....	126
Figure IV.35 : Échantillon déformé en mode mi-chargement : (a) Surface inférieure, (b) Surface supérieure	127
Figure IV.36: Détails de l'échantillon en mode mi-chargement : (a) Grossissement de la zone centrale, (b) Grossissement de la zone périphérique.....	128
Figure IV.37 : Observation MEB : (a) Vue globale, (b) Localisation des différentes zones sur la surface inférieure de l'échantillon, (c) Vue de la zone centrale, (d) Vue de la zone intermédiaire.....	131
Figure IV.38 : Détails de la zone numérotée 1 sur la figure IV.37: (a) Détails de la zone centrale, (b) Détachement de particules dans la zone en forme de couronne.....	133
Figure IV.39 : Détails des zones numérotées 2 et 3 sur la figure IV.37 : (a) Détails de la zone périphérique, (b) Détachement de particules	135
Figure IV.40: Surface de l'enclume – Contact inférieur : (a) Vue globale ; (b) Zone centrale, (c) zone périphérique	137
Figure IV.41: Images MEB – Enclume inférieure : (a) Vue globale, (b) Zone centrale, (c) Trace du détachement – Zone intermédiaire, (d) Îlots du troisième corps sur le bord	140
Figure IV.42 : Évolution de l'épaisseur et du couple – Contact confiné.....	141
Figure IV.43 : Courbe contrainte-déformation – Contact confiné	142
Figure IV.44: Échantillon confiné : (a) Surface inférieure, (b) Surface supérieure, (c) Grossissement de la zone centrale – Contact inférieur	144
Figure IV.45 : Observation MEB – Contact inférieur : (a) Vue globale, (b) Zone centrale, (c) Zone périphérique (d) Zone périphérique en contraste Z, (e) Détachement de particules	147
Figure IV.46: Surface de l'enclume – Contact inférieur	148
Figure IV.47 : Détails de la surface de l'enclume inférieure : (a) Zone centrale, (b) Zone périphérique (c) Îlots du troisième corps	150
Figure IV.48 : Analyse EDX – Transfert du magnésium sur l'enclume	151
Figure IV.49 : Évolution du couple en fonction de la pression.....	152
Figure IV.50: Situations rencontrées lors de la mesure du couple	153

Figure IV.51 : Cas de dissymétrie du comportement des surfaces.....	154
Figure IV.52 : Écrasements des échantillons en phases de compression et de torsion	154

Liste des tableaux

Tableau II.1 : Taille des grains des alliages d'Al-Mg après ECAP (D'après [IWAH 98]) .	33
Tableau II.2 : Influence de la proportion des éléments d'alliages sur la taille des grains (D'après [BLANC 91]).....	33
Tableau II.3 : Influence du Transus β sur l'épaisseur des TTS (D'après [BLANC 91]).....	34
Tableau III.1 : Caractéristiques mécaniques du magnésium pur	67
Tableau III.2 : Composition du magnésium pur	67
Tableau IV.1 : Dimension de la couronne avant et après rotation	93
Tableau IV.2 : Effet de pression sur l'écrasement de l'échantillon.....	155
Tableau IV.3 : Effet de pression sur l'état de surface et la déformation	156
Tableau IV.4 : Effet de pression sur la microstructure et la déformation en torsion.....	157
Tableau IV.5 : Tailles de grains finales du magnésium pur déformé à température ambiante sous différentes conditions de HPT	158

Introduction générale

Dans l'industrie, il existe un très grand nombre d'applications qui font appel à des mécanismes dans lesquels les parties de la machine en contact sont en mouvement relatif. En général, les contacts sont sujets à différentes sollicitations menant à des phénomènes d'usure et de détachement de particules.

Pour faire face à ces phénomènes qui altèrent les matériaux en contact, les constructeurs cherchent des solutions adaptées qui nécessitent généralement la contribution de plusieurs disciplines. Ces solutions passent par la connaissance particulière des conditions de contact et la compréhension du comportement des matériaux utilisés. Ainsi, le choix de matériaux adéquats dépend directement de l'application visée.

En pratique, les applications exigeant des matériaux combinant une bonne résistance à l'usure sous des conditions de charge, de vitesse et de température élevées sont toujours les plus demandées. Par exemple, les aciers font actuellement l'objet d'un intérêt particulier, car ils possèdent de bonnes propriétés, alliant à la fois ductilité et résistance mécanique élevées. Le compromis entre ces deux propriétés, généralement contradictoires, permet à ces matériaux de trouver leurs principales applications dans les contacts mécaniques. Cependant, la plupart des solutions technologiques proposées consistent en la formulation d'un couple de matériaux et d'une géométrie de contact adaptée aux contraintes tribologiques du système mécanique ; seules les sollicitations fonctionnelles sont prises en considération lors de la conception. On ignore souvent les autres sollicitations induites par les autres parties du mécanisme dans lequel se trouve le contact, alors qu'elles peuvent engendrer des effets significatifs voire néfastes.

Effectivement, les pièces en contact peuvent rencontrer des problèmes d'usure, alors qu'elles conditionnent la durée de vie de toute l'installation, donc sa sécurité. Il est essentiel de prendre en considération non seulement les sollicitations fonctionnelles, mais aussi de les coupler aux sollicitations parasites telles que les vibrations, la température et les sollicitations physico-chimiques, etc., induites dans le contact. L'objectif est de

déterminer la réponse la plus proche du comportement des corps en contact, afin de maîtriser le phénomène d'usure.

Dans le but de réduire l'effet de frottements et l'usure au sein des mécanismes, il est crucial de renouveler les méthodes d'étude et de conception, au lieu de se contenter des résultats directement visibles, même dans les technologies de pointe telles que l'aéronautique, les transports, etc. Plusieurs études ont été lancées afin de comprendre comment les conditions de contact influencent les propriétés mécaniques des corps en contact et de distinguer les différents paramètres critiques qui influent sur le phénomène d'usure.

Des études récentes ont montré que, dans certaines conditions de frottement, des couches très dures, dites TTS (Transformations tribologiques superficielles), sont générées en surface et en sous-surface, modifiant ainsi les propriétés des matériaux à l'interface du contact. Ces transformations peuvent entraîner un détachement de particules, qui peut par la suite influencer considérablement la vie du contact. Ainsi, la production de matériaux qui possèdent à la fois de bonnes propriétés mécaniques en volume et en surface repose en grande partie sur la compréhension des phénomènes actifs au niveau du contact.

Ce travail s'inscrit dans le cadre de recherches visant à comprendre les mécanismes de détachement de particules intervenant lors du frottement sec. L'objectif scientifique est d'établir les liens entre le comportement tribologique en surface et en volume, et les mécanismes de frottement et d'usure. Les travaux sont axés sur l'utilisation des nouveaux concepts du troisième corps.

Afin de se rapprocher de la réponse la plus réelle du matériau en service où le matériau est exposé à une pression de plusieurs gigapascals, et pour mieux analyser l'effet d'interface, il était judicieux de recourir aux moyens de déformation sous hautes pressions, qui permettent de solliciter les matériaux de manière contrôlée. Différentes campagnes d'essais ont été réalisées sur du magnésium pur sous un chargement de torsion sous haute pression.

La présente thèse est divisée en quatre chapitres.

Le premier chapitre est consacré à une revue bibliographique des connaissances fondamentales sur le frottement sec. Il présente un ensemble de définitions et de théories essentielles à la compréhension de ce travail, en mettant l'accent sur les concepts tribologiques clés tels que les TTS et l'approche du troisième corps.

Le deuxième chapitre s'attache à identifier et caractériser les paramètres influençant le contact. Il examine les travaux de recherche pertinents dans le domaine, en particulier les études sur le comportement des matériaux sous pression/cisaillement. Ce chapitre met en évidence les différentes techniques expérimentales permettant de reproduire et de contrôler les conditions tribologiques de contact induisant les phénomènes étudiés.

Le troisième chapitre détaille la méthodologie expérimentale mise en œuvre pour réaliser les essais. Il aborde le choix des conditions de contact à contrôler, les protocoles de préparation des échantillons et les techniques de caractérisation utilisées pour l'analyse des résultats.

Le quatrième chapitre présente les principaux résultats expérimentaux obtenus sur le dispositif RHEOS pour les différentes conditions de contact choisies. Les résultats des observations sont également exposés. Un couplage entre le comportement de la surface de contact et l'évolution en volume est discuté afin d'identifier les mécanismes responsables de la dégradation de la surface. Enfin, un scénario de détachement du troisième corps est proposé.

Enfin, le travail se conclut par une conclusion qui synthétise les résultats obtenus lors de ces travaux et propose des essais expérimentaux qui pourraient être réalisés par la suite.

Chapitre 1 : Concepts généraux de la tribologie

I.1 Introduction

Chaque fois que deux pièces en contact sont en mouvement relatif, des phénomènes complexes se produisent dans les zones superficielles de ces surfaces, entraînant divers problèmes susceptibles de perturber l'application. L'usure est considérée comme un problème majeur dans l'industrie mécanique, impliquant souvent la réparation, voire le remplacement complet des pièces en contact.

Les études tribologiques de l'usure ont fait l'objet de nombreux travaux. L'objectif est de comprendre les origines et les mécanismes de détachement des particules, afin d'établir des relations entre le frottement, l'usure et les paramètres qui les régissent, et ainsi minimiser les dommages et répondre aux besoins des industriels. Dans ce qui suit, nous allons explorer quelques travaux classiques sur le frottement et l'usure.

I.2 Principes de base de la tribologie

La tribologie est la science qui étudie l'ensemble des phénomènes qui ont lieu lorsque des corps en contact sont mis en mouvement relatif. Depuis ses origines, la tribologie englobe trois domaines [GODE 89] : la lubrification, le frottement et l'usure. Bien que les phénomènes de frottement et d'usure soient liés, ils sont aussi indépendants ; selon les applications, l'un des deux peut être recherché tandis que l'autre est subi : on peut concevoir des systèmes à usure faible et frottement élevé (freins) ou à usure forte et frottement faible (usinage).

Initialement, la tribologie s'est concentrée sur l'étude des volumes, en utilisant les concepts de la mécanique pour établir des lois de comportement. Par la suite, la recherche s'est orientée vers l'étude des surfaces, en s'appuyant sur les notions de la physique des surfaces. Plus récemment, les nouveaux concepts développés ont permis d'étudier la dynamique des interfaces, afin de comprendre le rôle fondamental des éléments constitutifs du contact. On parle donc d'une science pluridisciplinaire qui fait appel à la mécanique et à la physique des volumes et des surfaces [BERT 88 a, BERT 96].

I.2.1 Théorie du frottement sec

Le frottement se manifeste lorsque deux surfaces en contact sont mises en mouvement relatif, générant ainsi une force qui s'oppose à ce mouvement. En l'absence de lubrifiant à l'interface, on parle de frottement sec ou de contact direct.

Les origines de la résistance au frottement résident principalement dans la rugosité des surfaces et l'adhérence [COUR 78]. Bien que les surfaces soient souvent considérées comme parfaitement lisses, elles présentent en réalité une rugosité microscopique. L'effort nécessaire pour provoquer le glissement des deux surfaces doit donc surmonter la force d'adhésion qui se forme lors de la rencontre des aspérités. Il est important de distinguer les forces d'adhésion des forces d'adhérence. Les forces d'adhésion agissent au niveau des aspérités et sont responsables de la résistance initiale au glissement. Les forces d'adhérence, quant à elles, sont les forces nécessaires pour séparer les deux matériaux en contact. Ces dernières contribuent directement à l'énergie de frottement, provoquant localement des températures élevées propices à des phénomènes physico-chimiques tels que la déformation plastique et la fusion. De plus, si l'une des surfaces est plus dure, ses aspérités peuvent labourer des sillons dans la surface antagoniste, plus tendre (voir figure I.1).



Figure I.1: Origines principales du frottement

I.2.2 Travaux classiques du frottement

L'étude du frottement permet d'établir des modèles qui caractérisent le phénomène et vise à identifier les paramètres influents sur le contact. Chronologiquement, les premières études remontent au 16^e siècle. Elles reposent sur les essais de Léonard de Vinci qui a constaté que la force de frottement est proportionnelle à la charge normale et indépendante de l'aire du contact. Son travail est resté méconnu pendant deux siècles.

En 1699, Amontons redécouvre ces observations et les confirme. Il énonce ainsi les véritables lois du frottement solide que nous connaissons aujourd'hui : premièrement, la force de frottement qui s'oppose au glissement est proportionnelle à la charge normale, et deuxièmement, l'intensité de la force de frottement est indépendante de l'aire de contact. Une troisième loi a été ajoutée par Coulomb qui affirme l'indépendance du frottement par rapport à la vitesse de glissement.

Au 18^e siècle, Euler, qui s'intéressait à la rugosité des surfaces, a étudié la différence entre frottement statique et dynamique.

À la fin du 19^e siècle, Hertz a énoncé des résultats sur les déformations induites par un contact élastique sphère/plan ou cylindre/plan. Il a exprimé l'aire de contact, le déplacement relatif et la pression de contact de deux solides élastiques en fonction de la charge appliquée.

En 1940, Archard a tenté de relier la vitesse d'usure, la vitesse de glissement et les caractéristiques mécaniques des corps en contact. Quelques années plus tard, il parvient à montrer que le volume usé peut être décrit par une relation linéaire entre la distance de glissement totale et l'effort normal.

En 1950, les travaux de Bowden et Tabor ont marqué une avancée importante dans l'interprétation du frottement solide, en considérant les propriétés mécaniques et géométriques des surfaces en contact.

Plus récemment, de nombreuses modélisations du frottement ont été développées [TABO 81] qui ne sont applicables qu'à des instants définis de la vie des contacts.

Aujourd'hui, la littérature scientifique s'enrichit de multiples études sur le contact sec frottant dans des domaines variés. Parmi ces travaux, les plus intéressants introduisent la notion de contact à trois corps, qui s'articule autour des concepts de triplet tribologique, de circuit tribologique et de mécanisme d'accommodation de vitesse [BERT 88 a, BERT 89]. Ces concepts ont permis une meilleure compréhension des mécanismes de frottement et d'usure. Actuellement, l'approche de la tribologie à travers le contact à trois corps constitue le cadre le plus général pour analyser et structurer une situation tribologique.

I.2.3 L'usure

L'usure peut être définie comme la perte progressive de matériau due à l'interaction de surfaces en mouvement relatif. Les causes de l'usure sont multiples et influencées par de nombreux paramètres. Elle dépend à la fois des conditions mécaniques et thermiques, ainsi que des matériaux en contact. Ainsi, l'usure et le frottement ne peuvent être considérés comme des propriétés intrinsèques des matériaux, mais plutôt comme des propriétés du système tribologique.

La plupart du temps, l'usure d'un mécanisme est due à plusieurs phénomènes qui agissent simultanément, certains étant prépondérants par rapport à d'autres. Malgré la diversité des problèmes d'usure, les mécanismes de dégradation constatés sont souvent classifiés selon les modes d'usure suivant :

➤ L'usure adhésive

L'usure adhésive se manifeste lorsque deux surfaces glissent l'une contre l'autre, entraînant un arrachement de matière si la force d'adhérence dépasse la résistance du matériau le plus faible. En général, le matériau plus mou se transfère sur le matériau plus dur (voir figure I.2). Ce phénomène est dû à la formation et à la rupture de liaisons interatomiques entre les surfaces, résultant des forces d'attraction entre les atomes. L'adhésion est particulièrement forte lorsque l'un des matériaux agit comme donneur d'électrons et l'autre comme récepteur, en fonction de leur structure électronique. En pratique, ces liaisons se forment si la distance interfaciale est inférieure à environ 1 nm [STAC 01].



Figure I.2 : Processus de transfert de matière par adhésion (D'après [STAC 01])

En général, l'usure adhésive se caractérise par un fort taux d'usure et un coefficient de frottement instable. Un échauffement important du contact peut entraîner l'apparition de microsoudures. L'augmentation du nombre de celles-ci peut aboutir au « grippage » du système. Comme l'adhésion la plus élevée se produit entre des métaux identiques, les coefficients de frottement correspondants sont plus élevés pour ceux-ci. Les métaux dissemblables ont des coefficients de frottement plus faibles. Les matériaux hétérogènes (par exemple, l'acier, la fonte) ont des coefficients de frottement encore plus faibles en raison des composants non métalliques dans leur microstructure.

➤ **L'usure abrasive**

Elle résulte de la pénétration et du déplacement de matière dû à la présence de particules dures. Ce mécanisme de dégradation, qui implique initialement uniquement les corps antagonistes, évolue rapidement vers une usure à trois corps. Selon les propriétés mécaniques et la géométrie des matériaux en contact, ce phénomène peut dégrader la surface du solide selon différents mécanismes, comme décrit par [GEOR 00] (voir figure I.3) :

- Découpe (formation de copeaux), se produit si l'angle d'attaque est suffisamment grand ;
- Labourage : Ce mécanisme, qui consiste à repousser la matière en surface, se traduit par la formation de bourrelets plastiques sur les bords des rayures. Ces bourrelets disparaissent progressivement sous le passage répété des aspérités (abrasion par fatigue).

Dans ces deux cas, le faciès d'usure est caractérisé par des rayures fines parallèles à la direction de glissement.

- Fracture : Ce mécanisme se produit lorsque l'un des matériaux en contact est fragile. La fracturation est initiée par les contraintes de traction à l'arrière du contact, et se manifeste en surface ou en sous-couche. De gros débris d'usure se détachent alors de la surface, résultant de la propagation de fissures médianes et latérales.

- Enlèvement de grains : Ce mécanisme se produit si le matériau au est insuffisamment homogène. Ce phénomène est plus rare, observé principalement sur les céramiques. Il provoque des enlèvements de matière extrêmement grands lorsque la cohésion entre les grains est faible. Cette forme d'usure se manifeste par des polissages, des griffures, des micro-labourages, des arrachements de particules.

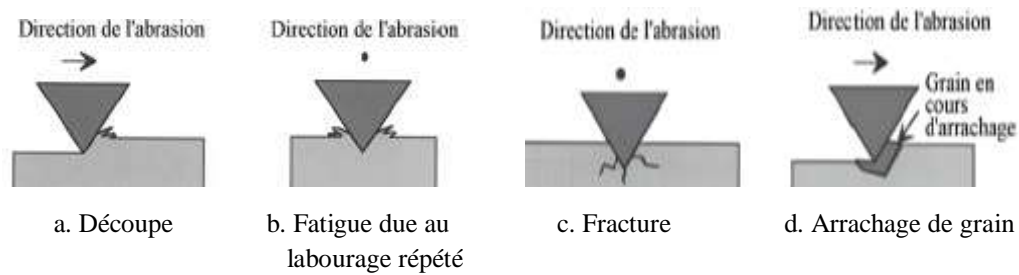


Figure I.3: Schémas des mécanismes d'usure abrasive: Découpe, Fatigue, Fracture et Arrachage (D'après [GEOR 00])

➤ L'usure par délamination

Ce type d'usure survient dans les contacts en raison de la propagation de fissures en surface. Le contact entre les aspérités génère des contraintes locales élevées qui, après un certain nombre de cycles, initient et propagent des fissures le long de plans de glissement parallèles à la surface. Ces fissures, initialement formées au niveau des défauts du matériau, se développent en sous-couche, puis remontent vers la surface, entraînant un écaillage et un enlèvement de matière caractéristiques de l'usure par délamination (voir figure I.4). . Divers travaux ont démontrés comment les contraintes, les défauts et les propriétés des matériaux interagissent au sein de la couche superficielle du matériau pour provoquer la délamination, comme illustré dans [WANG 15].

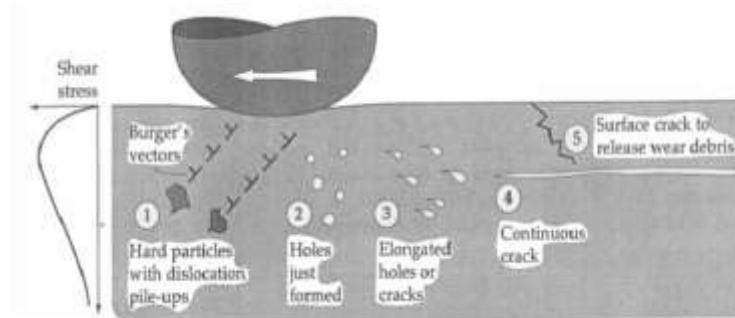


Figure I.4 : Schéma des défauts provoquant l'usure par délamination (D'après [SUH 73])

➤ Usure corrosive

L'usure corrosive est due à la réactivité chimique des matériaux en contact avec l'environnement, et non au frottement. Cependant, elle interagit avec ce dernier et entraîne l'émission de particules. L'augmentation de la température dans la zone de contact contribue à ces modifications et les favorise. L'importance de l'étude de cet effet dans un

contact tribologique, ainsi que son impact sur le bon fonctionnement des mécanismes, est démontrée dans le travail approfondi de [JERO 05].

➤ **L'érosion**

L'usure érosive présente de nombreuses similitudes avec l'usure abrasive. Elle peut être définie comme la perte de matière provoquée par l'impact d'un corps solide ou liquide contre une surface solide. Les impacts répétés engendrent des contraintes élevées, ce qui entraîne l'endommagement de la couche superficielle et, par conséquent, l'arrachement de particules. Ce mécanisme dépend généralement des propriétés des matériaux en présence, de l'angle d'impact, de la vitesse d'impact et de la taille des particules. Des investigations microstructurales menées par Javaheri et al [JAVA 22] ont permis de caractériser et de mieux comprendre la formation de la couche superficielle dans ces conditions.

I.3 Paramètres influençant sur le frottement et l'usure

Le frottement et l'usure résultent d'une interaction complexe entre différents facteurs : mécaniques, physico-chimiques et métallurgiques. Ces facteurs, qui agissent à différentes échelles, déterminent le niveau d'endommagement de la surface.

I.3.1 Facteurs mécaniques

Ces facteurs sont liés à :

- La géométrie des contacts :

La géométrie des contacts joue un rôle primordial dans le comportement tribologique d'un système. Elle influence directement la répartition des contraintes, la surface de contact réelle et les mécanismes de frottement. On distingue trois types de contact :

- Le contact ponctuel (sphère/plan ou sphère/sphère) : Ce type de contact se caractérise par une très petite surface de contact, ce qui entraîne des contraintes locales très importantes. On le rencontre dans les roulements à billes, les contacts entre les dents d'engrenages, etc.
- Le contact linéaire (cylindre/plan ou cylindre/cylindre) : La répartition des contraintes est linéaire. On le rencontre dans les roulements à rouleaux, les cames et les guides linéaires.

- Le contact surfacique (plan/plan) : La surface de contact est une aire, ce qui permet de répartir les contraintes sur une plus grande surface. On le rencontre dans les paliers lisses, les freins à disque et les embrayages.

Ces différences géométriques influencent considérablement le comportement tribologique, y compris l'usure, la lubrification et la température. Par conséquent, il est crucial de choisir une géométrie de contact adéquate lors de la conception des systèmes mécaniques.

- Le type et la nature du mouvement :

Le comportement tribologique est fortement influencé par le type et la nature du mouvement. En effet, le type de mouvement, qu'il s'agisse de glissement, roulement, pivotement, impact ou petits débattements, détermine les mécanismes d'usure prédominants. L'angle d'attaque, caractéristique du mouvement, joue un rôle crucial en définissant l'agressivité de l'enlèvement de matière. De plus, la nature du mouvement, qu'il soit continu, intermittent ou réciproque, influe sur la circulation du troisième corps dans le contact, comme souligné par Godet [GODE 84], ce qui a un impact direct sur l'usure et le frottement.

- La rugosité de surface

Toutes les surfaces présentent des défauts microscopiques, même si elles apparaissent lisses à l'œil nu. Cette zone est la plus sollicitée dans un contact. Le contrôle de rugosité est nécessaire pour déterminer l'aire effective du contact et, par conséquent, la distribution des pressions superficielles. En effet, la répartition de la charge n'est pas homogène sur toute la surface ; elle se concentre uniquement sur les aspérités en contact réel.

Cependant, l'objectif des applications industrielles n'est pas d'obtenir une surface miroir, idéale en théorie pour prolonger la durée de vie d'un système tribologique. Selon les cas, la rugosité influence le coefficient d'adhérence et de frottement, et joue un rôle crucial dans la stabilité du régime. Ainsi, elle demeure donc un facteur fondamental à considérer pour comprendre l'interaction entre les surfaces. Il est donc indispensable de décrire avec précision la composition et la topographie des surfaces.

- La vitesse de glissement

La vitesse de glissement influe considérablement sur le taux d'usure d'un couple matériau. Elle agit principalement sur la température de l'interface. L'augmentation de la

vitesse entraîne l'augmentation de la température du contact au point de contact, ce qui peut induire des transformations structurales. Ces transformations peuvent dégrader les propriétés mécaniques et, par conséquent, réduire la résistance à l'usure. De plus, au contact de l'air, la vitesse de glissement favorise l'oxydation des surfaces, car elle détruit progressivement la couche d'oxyde qui se forme.

En frottement sec, bien que la vitesse de glissement puisse moduler le coefficient de frottement, cette relation est principalement régie par les propriétés des matériaux et les paramètres de contact.

- La pression de contact :

L'influence de la pression de contact sur l'usure est significative et complexe. Elle affecte non seulement l'usure, mais aussi le frottement et la déformation des matériaux. Une compréhension approfondie de ces effets est cruciale pour la conception des systèmes tribologiques. En général, une pression plus élevée tend à augmenter l'usure.

I.3.2 Facteurs physico-chimiques

Ces facteurs prennent en compte :

- La nature de l'atmosphère

Les conditions atmosphériques telles que l'humidité et la température, modifient la rhéologie de l'interface de contact, par conséquent elles impactent l'usure. Quelle que soit la qualité de la fabrication des pièces, les surfaces présentent toujours des défauts, ce qui les rend réactives aux changements des conditions extérieures. Elles peuvent subir des réactions chimiques bénéfiques, en réduisant la résistance au frottement et en offrant une protection contre l'usure, ou au contraire, subir des réactions néfastes, en aggravant et accélérant l'usure.

- La compatibilité des surfaces antagonistes

L'analyse de l'usure ne se limite pas aux propriétés intrinsèques des matériaux, elle considère également la compatibilité des surfaces en contact, en prenant en compte l'état physique de la surface antagoniste. En général, une surface antagoniste plus dure offre une meilleure résistance au frottement. Cependant, une rugosité excessive de la surface antagoniste peut augmenter l'usure. Même si la surface est dure, des aspérités marquées peuvent agir comme des outils de coupe, créant des rainures et des micro-rayures sur la

surface opposée. Ces rainures favorisent l'accumulation de débris d'usure et augmentent la surface de contact réelle, ce qui se traduit par un coefficient de frottement plus élevé et une usure accrue.

I.3.3 Facteurs métallurgiques

Les principaux facteurs à prendre en compte sont :

- La structure des solides en contact et sa stabilité sous chargement cyclique.
- La dureté superficielle
- La nature et la distribution des contraintes résiduelles

En pratique, il est rare qu'un seul mécanisme d'usure agisse isolément. Le plus souvent, plusieurs phénomènes se combinent, ce qui rend plus complexe l'analyse. Il existe une variété de tentatives pour l'étude et l'analyse de l'usure. De nombreuses expériences visant à identifier les paramètres qui influencent la perte de masse sont exposées dans la littérature. Celles-ci aident à mieux comprendre les mécanismes responsables de la perte de masse et permettent d'élaborer une banque de données pour un meilleur choix de matériaux plus résistants à l'usure.

L'expérimentation a confirmé le fondement des notions de rhéologie et d'écoulement du troisième corps dans un contact [DESC 02, SOUC 98]. Dans ce contexte, il est fort intéressant de détailler l'approche du troisième corps dans ce qui suit.

I.4 La notion de contact à trois corps

I.4.1 La notion du troisième corps

Dans les contacts secs, il n'existe pas de théorie similaire ni d'un paramètre comparable à la viscosité pour caractériser la rhéologie des particules solides détachées des surfaces et qui restent actives dans le contact.

Le concept du troisième corps [GODE 84, BERT 96] a été introduit pour la première fois par Godet au cours des années 70 (voir figure I.5). Ce concept envisage l'analogie du frottement sec avec la lubrification hydrodynamique, en considérant la présence d'un ensemble de particules comme fluide qui joue le rôle d'un troisième corps intercalé entre les surfaces en contact. Cette approche prend en compte l'enchaînement des différentes étapes qui tracent la vie du contact depuis le détachement des particules jusqu'à leur éjection hors du contact.

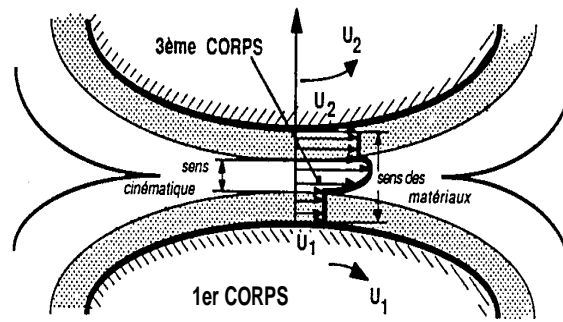


Figure I.5 : Notion du troisième corps (D'après [GODE 89])

Reconnu comme opérateur mécanique, le troisième corps remplit trois fonctions : le transfert de la charge (portance) entre les deux solides, l'accommodation de la différence de vitesse relative des premiers corps, et d'autre part, la séparation des deux corps par son épaisseur, évitant ainsi leur adhérence et permettant de les protéger indirectement de la dégradation

C'est à partir de ces trois fonctions que les différentes étapes constituant la vie du contact du troisième corps ont été identifiées : la conception, la naissance et la vie proprement dite [GODE 84, BERT 88 b].

Cependant, plusieurs difficultés ont persisté lors des études visant à caractériser la rhéologie de ce corps solide et à modéliser son comportement par des lois analytiques plus générales. Pour pallier ce problème, Berthier a proposé [BERT 92] une approche globale des problèmes de frottement, d'usure et de lubrification solide, en considérant le triplet tribologique.

I.4.2 Le triplet tribologique

Le triplet tribologique, tel que défini par Berthier [BERT 92], est constitué du mécanisme, des deux premiers corps et du troisième corps (voir figure I.6).

- **Le mécanisme**

Il s'agit de l'ensemble du système mécanique qui sollicite le contact et impose les différentes conditions de fonctionnement, tant sur le plan mécanique qu'environnemental.

- **Les premiers corps**

Les premiers corps sont constitués des matériaux en contact, caractérisés par leurs propriétés mécaniques (modules élastiques, limites élastiques, dureté...), physiques (dislocations, conductivité thermique, températures de transition...) et chimiques (éléments

constituants, structures, etc.). Ils subissent les sollicitations imposées par le mécanisme et y répondent par des déformations dans la structure de base. Ces déformations sont généralement observées sur une profondeur d'environ 50 μm [BERT 89].

• **Le troisième corps**

Le troisième corps est l'interface qui sépare les premiers corps. Il peut se former naturellement par le détachement de particules (débris) qui s'accumulent lors du frottement, ou par la réactivité des surfaces formant des films superficiels (contaminants, films d'oxydes...). Il peut également être introduit artificiellement dans le contact sous forme solide, comme le graphite.

Selon les observations, le troisième corps solide a une épaisseur généralement variable de quelques nanomètres à quelques micromètres. Les études qui en découlent relèvent donc d'un problème multi-échelle, allant des effets microscopiques (troisième corps, transformations tribologiques des surfaces...) aux déformations macroscopiques (dissipation de chaleur, déformations structurales...).

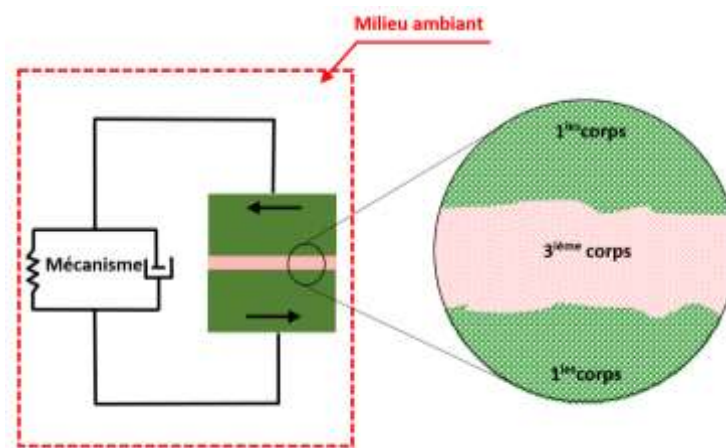


Figure I.6: Triplet tribologique

I.4.3 Les mécanismes d'accommodation de vitesse

Le concept du troisième corps a été progressivement étendu à la notion de mécanismes d'accommodation de vitesse [BERT 88 b, BERT 89]. Ces mécanismes d'accommodation, notés $S_i M_j$, sont définis par des sites S_i et des modes M_j , qui indiquent respectivement le lieu de l'accommodation de vitesse et la manière dont elle s'effectue (voir figure I.7).

Cinq sites ont été identifiés :

- les premiers corps, notés sites S_1 et S_5 ;
- le troisième corps, constituant le site S_3 ;
- les écrans entre les premiers corps et le troisième corps, définis par les sites S_2 et S_4 .

Dans chaque site, les modes d'accommodation sont répertoriés selon quatre types de comportements mécaniques :

- une déformation élastique, correspondant au mode M_1 ;
- la rupture ou fissuration, correspondant au mode M_2 ;
- le cisaillement, traduit par le mode M_3 ;
- la formation de « corps roulant » ou roulement, repérée par mode M_4 .

La combinaison d'un site S_i et d'un mode M_j définit les mécanismes d'accommodation de vitesse, notés $S_i M_j$. Ces mécanismes, au nombre de 20 $S_i M_j$, peuvent être observés en différents points de contact. Dans la vie d'un contact, ces différents mécanismes peuvent varier selon le cas tribologique étudié. Par exemple, dans le cas de la lubrification hydrodynamique, l'accommodation de vitesse a lieu dans le troisième corps, site S_3 , et par le mode M_3 de cisaillement. Le mécanisme d'accommodation est ainsi noté : $S_3 M_3$. En l'absence du 3^{ème} corps, soit lubrifiant, fluide ou solide, la configuration initiale du contact se compose seulement des sites S_1 , S_2 , S_4 et S_5 .

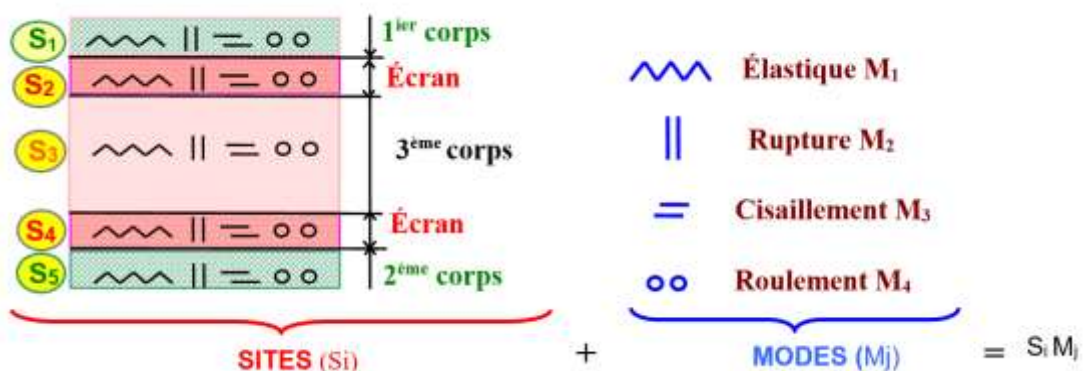


Figure I.7 : Mécanismes d'accommodation de vitesse dans un contact tribologique

Lorsque le troisième corps solide est présent dans le contact, différents mécanismes d'accommodation de vitesse peuvent être mis en évidence. Ils peuvent agir simultanément ou successivement. Cette observation est possible car ils sont définis principalement pour

des contacts et des intervalles de temps élémentaires. Ainsi, l'étude du frottement d'un système tribologique à trois corps nécessite avant tout l'identification des différents mécanismes d'accommodation de vitesse activés dans le contact.

I.4.4 Le circuit tribologique

Parallèlement à l'introduction de la notion d'accommodation de vitesses, la notion de circuit tribologique a été établie pour définir les différents écoulements et la circulation du troisième corps dans le contact [BERT 88 b]. Le circuit tribologique se manifeste par les différents débits du troisième corps induits par l'accommodation de vitesse (voir figure I.8).

Les particules détachées du premier corps constituent le débit source interne du troisième corps, noté Q_{si} . Ce débit source peut également être constitué par l'apport d'un troisième corps dans le contact, correspondant au débit source externe (Q_{se}), rarement rencontré dans la réalité de la production du troisième corps solide. Les particules piégées circulent à l'intérieur du contact et constituent le débit interne (Q_i).

Certaines de ces particules sont éjectées du contact et constituent le débit externe (Q_e). Parmi ces particules, certaines sont réintroduites dans le contact et forment le débit de particules recyclées (Q_r), tandis que les autres, définitivement chassées du contact, deviennent des particules d'usure (Q_u). Le débit source interne et le débit d'usure sont liés, car chaque fois qu'une particule est éjectée du contact, elle est automatiquement remplacée par une autre particule qui se détache des premiers corps [Fill 05].

Classiquement, l'usure est considérée comme la dégradation des premiers corps, comme indiqué généralement dans la littérature. Cependant, dans ce concept, l'usure est définie comme le débit de particules détachées qui quittent définitivement le contact (Q_u). En effet, comme mentionné précédemment, les particules emprisonnées dans le contact (Q_i) participent à l'accommodation de vitesse et permettent une certaine protection des interfaces contre l'adhésion et le détachement de particules. Elles jouent un rôle actif, mais ne contribuent pas nécessairement au phénomène d'usure. Par conséquent, les différentes appellations telles qu'abrasion, adhérence, corrosion, fatigue, délaminage... définissent l'ensemble des mécanismes de détachement de particules constituant le débit source, et non plus l'usure.

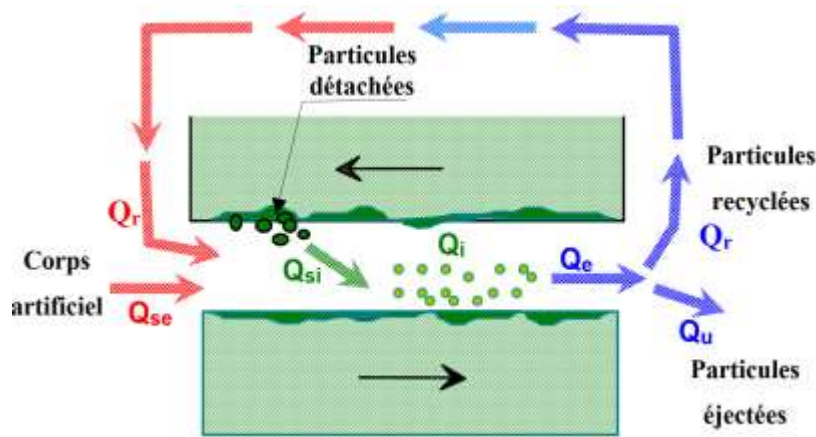


Figure I.8: Circuit tribologique

I.4.5 Scénario de la vie tribologique d'un contact

Les notions de triplet et de circuit tribologique ont été conçues principalement pour contourner les problèmes rencontrés dans les études du frottement sec, notamment la détermination de la rhéologie du troisième corps. Afin de simplifier ces études, il s'est avéré nécessaire de projeter ces nouveaux concepts sur le cycle de vie du contact, en les adaptant spécifiquement aux différentes étapes de ce cycle.

Au début du contact, avant l'initiation du mouvement entre les premiers corps S_1 et S_5 , le troisième corps S_3 est absent, car il n'a pas encore été généré. En revanche, les écrans S_2 et S_4 sont présents. En effet, toute surface exposée à l'air ambiant, même parfaitement nettoyée et polie, est recouverte d'une fine couche de quelques nanomètres d'épaisseur, composée d'oxydes ou de contaminants. De nombreuses études ont examiné l'influence de l'environnement sur les changements de sites d'accommodation. Une attention particulière a été accordée à l'influence des couches d'oxydes, qui semblent jouer un rôle prépondérant dans l'accommodation de la vitesse entre les premiers corps. Les premières études ont été menées sur le contact acier/acier en fretting en présence d'un troisième corps artificiel d'oxyde de fer Fe_2O_3 . Une étude plus récente a été réalisée dans le remarquable travail de [JERO 05].

Une fois le mouvement initié, des forces tangentielles apparaissent et induisent un champ de contraintes tribologiques qui, avec le temps, conduit à un cumul de contraintes.

Par conséquent, les déformations engendrées varient d'un site à l'autre, et leurs caractéristiques mécaniques sont plus ou moins modifiées.

Dans un premier temps, les écrans opposent leur résistance au déplacement. Même avec leur faible épaisseur, ils peuvent s'accommoder de différences de vitesses significatives entre les premiers corps. Les phénomènes dominants sont régis par les lois physico-chimiques.

Si l'accommodation de vitesse se localise dans les premiers corps S1 et S5, ceux-ci y répondent par des évolutions de surface telles que la fissuration, les transformations tribologiques superficielles (qui conduisent généralement au détachement de particules), ou des déformations plastiques (voir figure I.9). À ce stade, les phénomènes observés sont contrôlés par la mécanique et les propriétés des matériaux. Une fois les particules détachées et le site S₃ créé, la vie du contact dépend de lui.

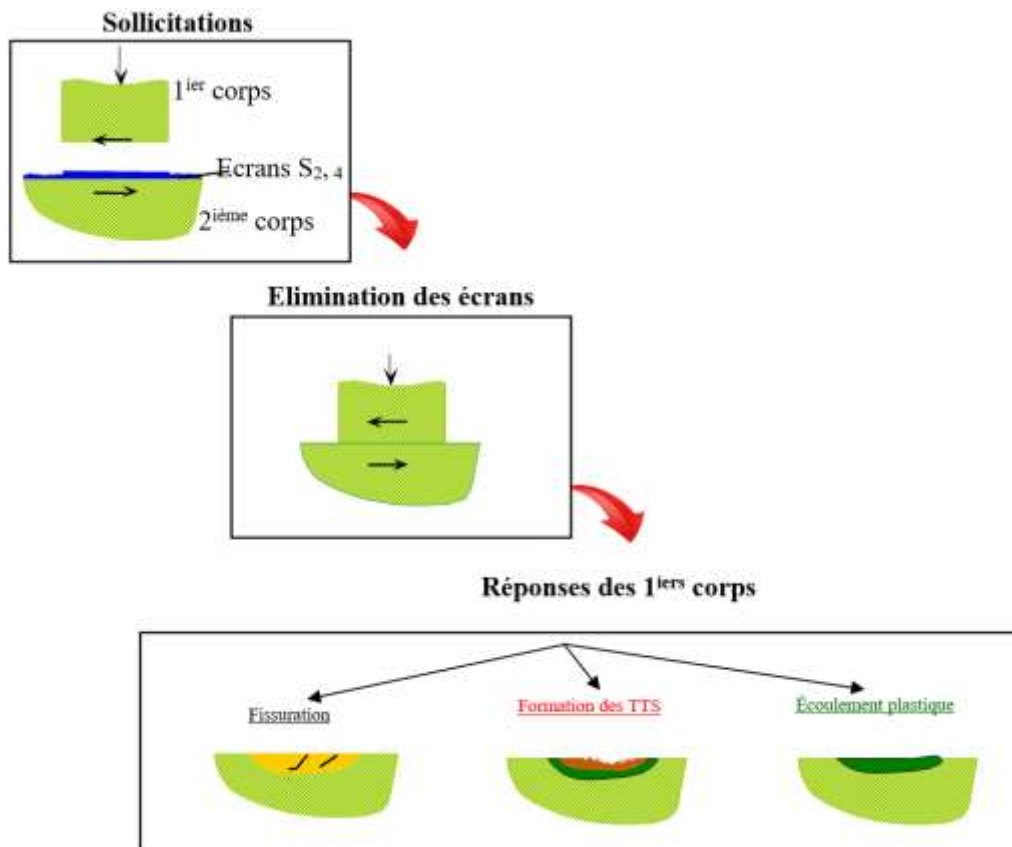


Figure I.9: Schéma du cycle de vie d'un contact

Des résultats expérimentaux ont montré que l'accommodation de vitesse dans le troisième corps peut s'effectuer soit [ZAMB 98] :

- Par glissement à la paroi,
- Par déformation dans son épaisseur,
- Le long du front de rupture.

Par ailleurs, la grande variété des conditions de contact entraîne une variété équivalente de la structure du troisième corps. Ceux-ci peuvent être classés en [IORD 05] :

- Matériaux quasi- continue solide, qui engendrent un comportement élasto-plastique ;
- Matériaux quasi- continue fluide, dont l'écoulement viscoélastique ou viscoplastique ;
- Matériaux à rhéologie plus complexe, qui peuvent être très hétérogènes et géométriquement anisotropes (paillette, plaque, rouleaux).

I.5 Les transformations tribologiques superficielles

Plusieurs études ont été menées dans le but de comprendre comment les conditions de contact, telles que la charge, la vitesse et le déplacement, influent sur le comportement en frottement des matériaux, et de d'identifier les paramètres critiques qui contribuent à la dégradation des surfaces.

Des études récentes effectuées à l'échelle microscopique ont montré que, dans certaines conditions de contact, des transformations connues sous le nom de TTS sont générées en surface et en sous-surface. Ces TTS rendent la surface plus dure et sont à l'origine de la production de particules détachées dans un contact. Suite à ces transformations, qui n'affectent que la couche superficielle [BLANC 91, ZHOU 97], les propriétés essentielles des matériaux en contact, telles que les propriétés géométriques, mécaniques et physico-chimiques, sont modifiées.

I.5.1 Définition des TTS

TTS est une abréviation de « Transformations Tribologiques Superficielles» [BLANC 91] (en anglais « Superficial Tribological Transformations» [DESC 02, SOUC 98], ou encore «Tribological Transformation of Surface» [DESC 11 a, ELEO 99, HALL 14]).

Ces transformations engendrent des modifications structurelles des couches superficielles, d'où la deuxième appellation : Transformations Tribologiques Structurelles (en anglais : « Tribologically Transformed Structures » [ZHOU 97, SEKK 05, SAUG 00, DESC 11 b, BUSQ 09, ELEO 09, NURM 19]).

Dans la littérature, les TTS sont également appelées « couches blanches » (en anglais « White Layers » (WL) et « White-Etching Layers » (WEL) [GRIF 87, BAUM 96, ZHAN 06, TOML 88, YANG 96], nom qui leur a été donné en raison de leur apparence blanche au microscope optique après une attaque chimique au Nital [EYRE 72, ZHAN 06], car elles ne réagissent pas comme le reste du matériau (voir figure I.10).

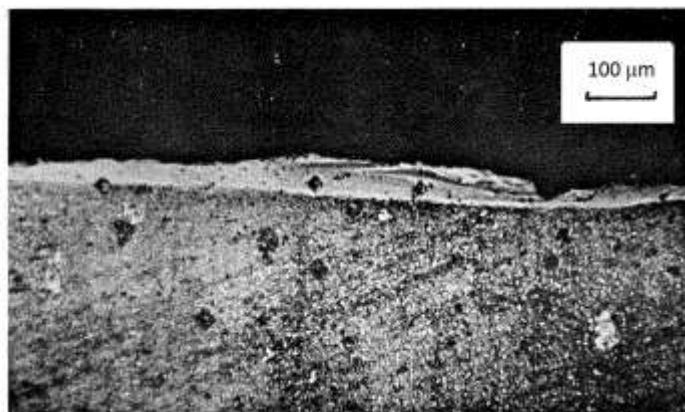


Figure I.10 : TTS observé dans le cas du fretting de l'Inconel (D'après [BLANC 91])

Historiquement, l'apparition de « couche blanche » était au début des années 1900. Le premier ouvrage publié est celui de Stead [STEAD 12], qui a observé des couches extrêmement dures à la surface de câbles de pont en acier. Par la suite, des couches similaires ont été constamment observées sur d'autres éléments de machines mis hors service (engrenages, roulements, rails), ainsi qu'après des processus de fabrication tels que le tournage dur [ARAM 07, POUL 05, GUO 04], le forage [FIEL 71, LI 06], le meulage [GUO 04, MAO 11, FIEL 71], le perçage [GRIF 85, SHAR 08] et après impact [GLEN 71, SEKK 05]. Suite au simple polissage mécanique des matériaux métalliques, Beilby a analysé des structures similaires de métal écroui, connues par la suite sous le nom de « couche de Beilby » [BOWD 50].

On trouve d'autres appellations « papillons » (en anglais : « butterflies ») [OSTE 82, EVAN 12], utilisées pour décrire les transformations de phases dans les aciers à

roulements ou à rail. Ce phénomène se développe souvent à partir d'inclusions non métalliques (oxydes, etc.), ou de carbures. L'attaque chimique au Nital révèle un faciès en forme d'ailes de papillon. Dans ce cas, les TTS ressemblent à des papillons qui se développent autour d'inclusions métalliques et de brins de ponçage. On parle également de « Couches par Mixage Mécanique (en anglais : « Mechanically Mixed Layers (MML) ») [RIGN 00, JOHN 00, JAYA 15, GHAZ 08], lorsqu'il s'agit des surfaces qui sont transformées et qui sont broyées dans le contact avec des oxydes ou d'autres particules : la composition chimique et la microstructure de la surface sont ainsi modifiées.

Les TTS ont été obtenus sur divers matériaux (tels que le fer et les aciers [BUSQ 09, DESC 11 a, DESC 11 b, BLANC 91, HALL 14], les alliages d'aluminium [PELL 90, BLANC 91, GHAZ 08, PUJA 18], les alliages de nickel [WUSA 11, HERB 11] et les alliages de titane [BLANC 91, JAYA 15]). Elles ont été étudiées dans une multitude de situations de chargement, principalement des contacts glissants [BLANC 91, SAUG 00, ZHOU 97, BERT 89, NURM 19], des contacts roulants [SEO 11, SIMO 13, BAUM 96], ainsi que des conditions d'impact [SEKK 05, HOSS 17].

Les TTS sont décrites comme des structures sub-microscopiques, de même composition chimique que le matériau initial [SAUG 00, BERT 89, ZHOU 97, BLANC 91, DESC 11 b]. Elles se forment directement dans les couches superficielles des surfaces en contact, avec une épaisseur pouvant varier de quelques micromètres à quelques dizaines de micromètres, en fonction des conditions de sollicitation du matériau.

Outre leur résistance marquée à l'attaque chimique, les TTS sont souvent caractérisées par leur fragilité et leur dureté élevée. De nombreux auteurs ont rapporté des valeurs de dureté nettement supérieures à celles de la microstructure non altérée, souvent deux à trois fois plus élevées que leur dureté initiale [OSTE 82, BLANC 91, ZHOU 97, ZHAN 06, SAUG 00, LOJK 01]. Les mesures de dureté effectuées sur différents matériaux testés en fretting, présentées dans la figure I.11, témoignent du niveau de dureté atteint dans de telles structures [BLANC 91].

Divers travaux ont tenté d'évaluer le module d'élasticité de la TTS par des mesures d'indentation. Lojkowski a rapporté une valeur de 245 GPa à la surface altérée du rail, contre 212 GPa dans le matériau massif [LOJK 01]. Cependant, des études de TTS obtenues par usinage ont mesuré une valeur de 235 GPa, identique à celle du matériau massif [AKCA 02]. Des résultats similaires ont été rapportés, mettant en évidence une

faible variation du module de Young entre la TTS et la surface non affectée [KLOC 16]. Une différence de module de Young a été constatée lors de l'usinage, avec des valeurs de 233 GPa pour la TTS et 218 GPa pour le matériau massif [MOYL 03].

Dans l'ensemble, ces résultats contredisent les affirmations selon lesquelles la TTS aurait un module d'Young équivalent à celui de la structure métallique d'origine [SAUG 00].

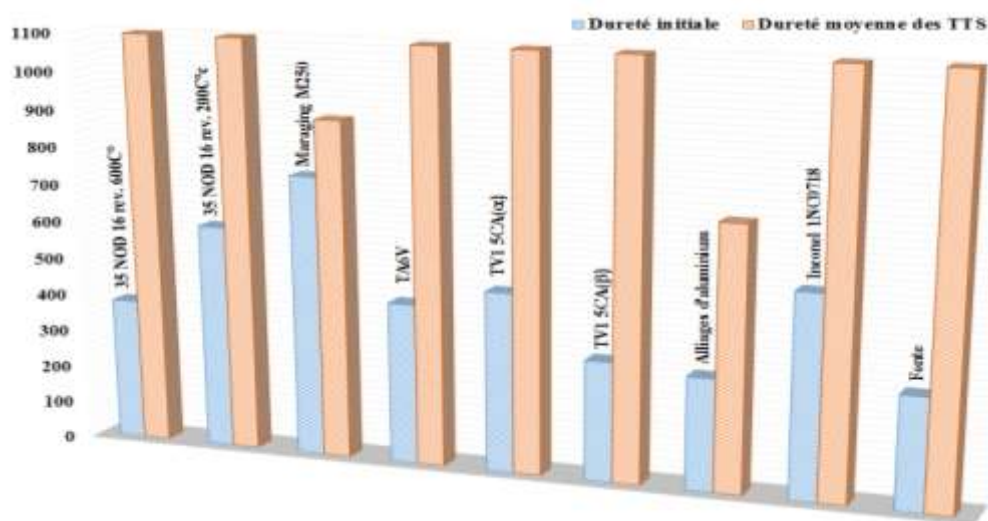


Figure I.11 : Valeurs de dureté (Hv 25g) mesurées pour les différents matériaux testés dans l'étude [BLANC 91]

De même, un conflit est observé dans les résultats des expériences portant sur l'effet de la TTS sur la résistance à la corrosion du matériau. La TTS a généralement une influence significative sur l'intégrité de la surface, en raison de sa fragilité et des contraintes résiduelles qu'elle induit, nuisibles aux performances des surfaces.

Des études antérieures ont établi un lien entre la formation de induite par les TTS et une amélioration significative de la résistance à la corrosion [BABE 71]. Cependant, des résultats contradictoires suggèrent un effet inverse, notamment en ce qui concerne la fissuration sous contrainte, soulignant ainsi la complexité des mécanismes en jeu et la nécessité d'approfondir les recherches dans ce domaine [GRIF 85, HARR 07].

La TTS a gagné une attention particulière en ce qui concerne la résistance à l'usure. Deux opinions divergent sur ce point. Certains chercheurs ont montré que la TTS présente un avantage tribologique important [GRIF 87, FURZ 88, BART 05, TOML 88]. Il a été démontré qu'en usinant dans des conditions contrôlées, les TTS générées peuvent offrir

une bonne résistance à l'usure [GRIF 87, FURZ 88]. Dans certains cas, elles peuvent même l'améliorer [EYRE 72]. Cependant, d'autres considèrent les TTS comme un désavantage qui diminue la résistance à l'usure [BAI 90, YANG 96]. Il a été constaté que la TTS obtenue par grenailage était préjudiciable à la résistance à l'usure. Dans des conditions d'impact similaires [YANG 96], il a été conclu que la TTS générée dans ces conditions est responsable du délaminage du matériau, ce qui augmente considérablement la perte par usure. En revanche, certaines études suggèrent un effet négligeable des TTS sur l'usure [XU 95].

Si la plupart des travaux s'accordent sur la dureté, l'apparence et la composition des TTS, il en va autrement pour les structures des TTS formées ainsi que pour les mécanismes responsables de ces transformations. Après avoir défini les TTS, la mise en lumière de ces différences sera au cœur du travail présenté dans la suite de ce chapitre. Les démarches et les résultats des études antérieures seront synthétisés dans le but d'identifier les facteurs qui conditionnent la formation des TTS dans les contacts frottants.

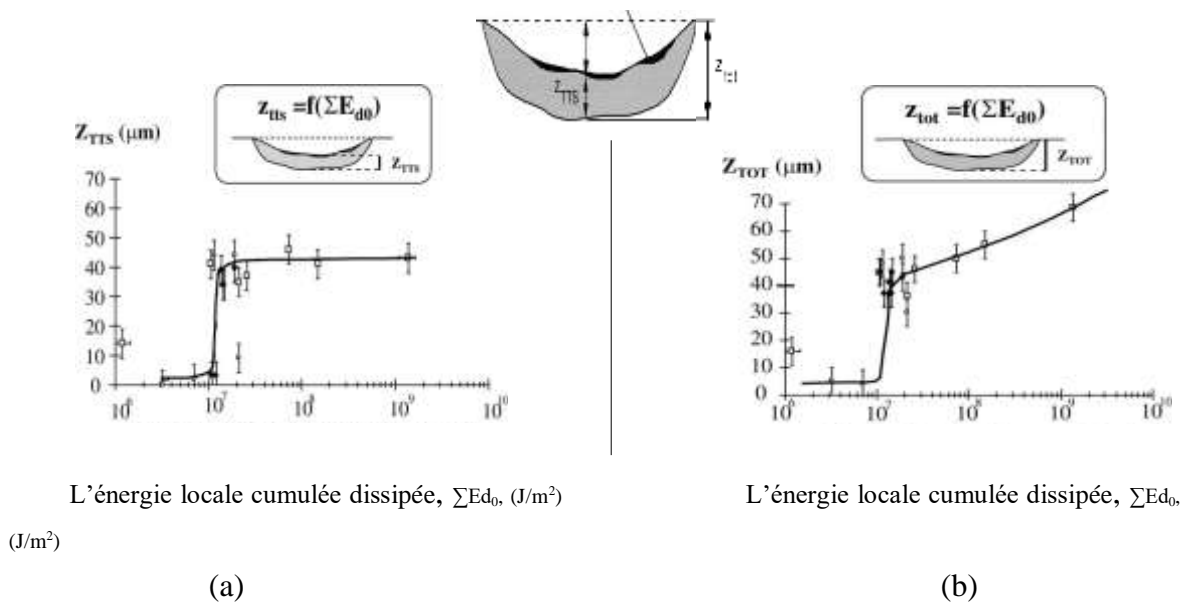
L'émergence de nouveaux concepts tribologiques, a transformé la perception des TTS, faisant évoluer celles-ci d'un simple phénomène physique observé à un facteur prépondérant dans l'étude de la durée de vie d'un contact frottant. Les premières définitions de TTS proviennent de Maurice Godet : "un bon matériau sacrifie sa surface pour protéger son volume" [BERT 96]. Il stipule que la réponse par TTS est le moyen naturel qu'utilisent les matériaux pour se protéger contre l'usure. Effectivement, la formation de TTS est considérée comme la première étape de la création de la couche de troisième corps, qui sépare habituellement les deux surfaces en contact et dans laquelle le déplacement peut être accommodé. Partant de l'idée de contrôler la formation des TTS, et donc la production du 3^{ième} corps, qui serait la clé pour évaluer l'usure, les efforts se sont multipliés pour éclaircir les ambiguïtés entourant ces transformations.

I.5.2 Mécanismes de formations des TTS

Les TTS mettent en jeu plusieurs mécanismes (déformation plastique, transformations de phases, fissuration, etc.) en fonction du comportement du couple de matériaux utilisé, qui dépend des paramètres intrinsèques (structure cristallographique, taille des grains) et des paramètres extrinsèques (sollicitations, vitesse de déformation, température, etc.) et qui évoluent au fil du temps. Ces mécanismes peuvent intervenir simultanément pour un même contact, ce qui induit des structures différentes dont la seule

analogie réside dans la finesse de la taille des grains (variant entre 20 nm et 200 nm), conférant ainsi une dureté remarquable (de 2 à 3 fois la dureté initiale).

Les premières tentatives de caractérisation des TTS ont été menées sur des essais de fretting. La formation des TTS est suggérée comme étant liée à une déformation plastique cumulative critique, associée à un seuil spécifique d'énergie dissipée [SAUG 00]. Il a été avancé que le taux de formation des TTS est égal à leur taux de destruction lors de la formation de débris. Une énergie seuil de formation des TTS, liée à une densité de travail plastique critique, peut être calculée. En dessous de cette énergie, la microstructure reste inchangée ; au-dessus, elle se transforme en TTS (voir figure I.12). La formation du troisième corps entraîne l'évolution et l'instabilité des TTS au cours du frottement [ELEO 99].



L'énergie locale cumulée dissipée, ΣE_{d0} , (J/m^2)

L'énergie locale cumulée dissipée, ΣE_{d0} ,

(J/m^2)

Figure I.12 : Évolution de l'épaisseur : (a) de la TTS, (b) de la Z_{tot} , en fonction de l'énergie locale cumulée dissipée (D'après [SAUG 00])

Le troisième corps ainsi formé alimente le contact et active le phénomène d'usure. Cela est globalement en accord avec les résultats de Godet [GODE 89], qui explique que l'usure est gouvernée par trois phénomènes liés aux particules détachées des premiers corps, à savoir leur création, leur circulation et leur éjection du contact. Descartes propose une description de la couche interfaciale formée par son volume, sa nature (composition chimique, morphologie) et ses débits (interne, source, écoulement, recirculation) [DESC

02]. Cette description lui a permis de mettre en évidence une corrélation entre le frottement et la rhéologie du troisième corps, et de stipuler que le frottement dépend de la nature de la couche interfaciale formée et varie en fonction de l'environnement.

L'apparition des TTS s'accompagne généralement d'une modification du champ de contraintes et des déformations admissibles dans le matériau, entraînant des écoulements de matière parallèles à la surface de contact. L'ampleur de ces changements dépend des conditions de contact appliquées au système tribologique, notamment de la pression hydrostatique, de la pression locale du contact et des déformations induites par la température [DESC 02].

Les travaux effectués démontrent le rôle prépondérant de la pression hydrostatique comparé à l'effet de la température. En effet, les grandes déformations sont une conséquence de la composante de pression hydrostatique élevée dans le contact local, qui augmente la ductilité des matériaux considérés normalement comme quasi-fragiles. Les TTS sont donc plus induites par la pression et les déformations que par la température. Les contraintes peuvent donc varier entre contraintes thermiques, mécaniques ou une combinaison des deux. Les recherches menées dans [PEZD 96] ont suggéré que le chauffage par friction généré dans le contact engendre une température flash assez élevée située dans la zone de contact. Le chauffage rapide local et la trempe subséquente entraîneraient la formation de TTS.

Cependant, des calculs théoriques et des mesures expérimentales révèlent que la température n'augmente que de quelques degrés lors des essais de fretting au cours desquels une TTS se forme [COLO 86]. Les TTS mises en évidence par plusieurs tribologues présentent des changements de structure dans les zones de détachement de particules et semblent davantage liées à des effets de pression, donc mécaniques, qu'à des effets thermiques. Effectivement, suite à des calculs basés sur des mesures expérimentales obtenues dans des conditions de fretting, les auteurs expliquent que les élévations de température aux interfaces ne dépassent pas 7 K. Dans des conditions plus sévères, les mesures de température ont donné des valeurs maximales de 18 K.

Il est suggéré que les grandes déformations résultent de la pression hydrostatique élevée présente dans le contact local, qui augmente la ductilité des matériaux [ELEO 09]. Du point de vue thermodynamique, la température et la pression sont équivalentes, car toutes deux résultent d'une augmentation de l'énergie potentielle de la structure cristallo-

graphique. En revanche, leurs conséquences mécaniques sont différentes : la température réduit la force d'attraction entre les atomes, tandis que la pression augmente la force de répulsion. Ces résultats ont corroboré les observations effectuées pour l'étude de la rhéologie du troisième corps [DESC 02, IORD 05], qui ont montré que la pression instantanée de contact est beaucoup plus élevée que ce qui est classiquement admis (de quelques GPa, contrairement à la pression apparente classiquement admise, de quelques MPa), et que la contrainte tangentielle conduit à des gradients de contraintes et de déformations très importants. Cette compréhension a réorienté les essais industriels et a permis de concevoir de nouveaux procédés permettant d'étudier ces transformations en appliquant des pressions hydrostatiques très fortes. C'est ainsi que les fortes déformations au sein d'un contact frottant sont expliquées à l'aide du paramètre pression et des effets mécaniques, alors qu'elles étaient auparavant considérées comme une conséquence exclusive des contraintes thermiques.

Dans des essais de fretting, Blanchard a développé une approche très intéressante pour la formation des TTS dans le cas des alliages de Titane [BLANC 91]. Son hypothèse repose sur une analyse de la recristallisation du matériau, due aux grandes déformations plastiques générées dans le contact (voir figure I.13). Le processus se décrit comme suit :

- Au début, on observe l'apparition de nouveaux germes par accumulation des dislocations très localisées ;
- Ensuite, les germes croissent avec ségrégation, aux dislocations et aux joints de grains, des éléments d'alliage non solubles dans la nouvelle phase ;
- La taille des grains se stabilise lorsqu'une quantité suffisante d'éléments d'alliage est présente dans le joint de grains pour arrêter sa progression. Le processus peut ainsi reprendre aux nouveaux joints formés.

Le processus proposé a permis d'expliquer certaines observations qui concernent :

1. L'aspect lamellaire qui pourrait être interprété comme la succession des fronts de transformation ;
2. La présence d'une interface très nette entre TTS et le massif, qui correspond à une limite en dessous de laquelle la déformation plastique est insuffisante pour initier la recristallisation ;
3. La taille homogène des nano-grains obtenus dans la TTS.

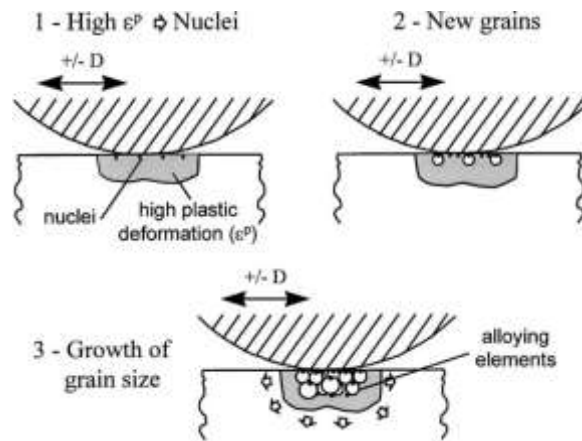


Figure I.13: Modèle d'initiation de la TTS par recristallisation induite par une déformation plastique sévère (D'après [BLANC 91])

Les conditions de déformation extrêmes induites par la torsion sous hautes pressions (HPT) (procédé décrit au paragraphe III.4.4) ont mis en évidence un comportement divergent concernant la production de TTS [BUSQ 09]. Cette étude a révélé que la formation de TTS est un phénomène complexe et non uniforme, fortement dépendant des conditions de contact et des propriétés intrinsèques des matériaux. Dans certains cas, la formation de TTS était étroitement liée à l'apparition du troisième corps. Ce dernier, réparti en îlots de portance, crée des zones de concentration de contraintes et amplifie considérablement le champ de pressions locales, générant ainsi les contraintes élevées nécessaires à la déformation plastique et à la formation des TTS.

Dans d'autres cas, l'adhérence observée à l'interface de certains contacts joue un rôle tout aussi important dans la genèse des TTS. Une forte adhérence provoque d'importantes déformations plastiques. Ces déformations, bien que résultant d'un mécanisme différent de celui impliquant le troisième corps, sont considérées comme une étape intermédiaire essentielle à la formation des TTS et créant des conditions favorables à la transformation tribologique. Des simulations numériques ont révélé que la formation des TTS repose sur un gradient de déformation important établi dans le contact. Ce gradient résulte de l'accumulation des déformations suivant les trois directions de déformation de l'échantillon, impliquant ainsi un gradient de déformation en surface et en volume [DESC 11 b]. Cependant, certains travaux expliquent que la formation de ces TTS près de la surface de contact est possible par l'application de fortes contraintes normales et

tangentielles, accompagnée d'une augmentation significative de la température dans le contact [LOJK 01, JIRA 05].

I.6 Conclusion

Ce chapitre introductif a posé les bases de la tribologie, une science complexe et pluridisciplinaire essentielle à la compréhension des phénomènes de frottement et d'usure. Nous avons exploré les principes fondamentaux du frottement sec, en soulignant l'importance de l'introduction des nouveaux concepts de triplet tribologique, de mécanismes d'accommodation de vitesse et de circuit tribologique pour analyser le comportement des contacts tribologiques complexes. Ces outils conceptuels offrent un cadre général pour comprendre la dynamique des contacts à trois corps, la circulation des débris d'usure, et en particulier, l'évolution de la surface et la formation des TTS.

Chapitre II : Facteurs influençant la formation des TTS

II.1 Introduction

La formation des TTS est un phénomène complexe. Une compréhension approfondie des différents domaines de la mécanique et de la tribologie est nécessaire pour analyser les interactions et les phénomènes qui se produisent à l'interface et dans le volume des matériaux. Les études existantes tendent à analyser ces phénomènes de manière isolée, négligeant l'interaction complexe qui les unit dans la réalité du contact.

L'approche pluridisciplinaire de Colombié [COLO 86], à travers le concept du troisième corps, a marqué un tournant important dans la compréhension des phénomènes d'usure. Selon cet auteur, l'étude doit se concentrer sur trois éléments principaux : les premiers corps, le troisième corps et l'interaction entre les premiers et le troisième corps, ainsi que l'état tribologique des surfaces de contact pendant le frottement (adhérence, glissement partiel/total).

La compréhension de la transition tribologique entre un contact à deux corps et un contact à trois corps permet, selon cette perspective, d'éclairer le comportement du matériau sous le chargement appliqué et d'identifier les différents mécanismes en jeu, y compris la formation de TTS. Dans ce qui suit, l'analyse s'organisera autour de cette idée que la classification des différents facteurs est plus pertinente en les regroupant en trois grandes familles :

- Facteurs liés aux premiers corps,
- Facteurs liés au mécanisme et aux conditions de contact,
- Facteurs liés au troisième corps.

II.2 Influence des facteurs liés aux premiers corps

II.2.1 La microstructure

La réponse d'un matériau dépend principalement de sa structure cristalline. Expérimentalement, il a été observé que les métaux à structure hexagonale compacte (HC) présentent généralement une adhésion beaucoup plus faible que les métaux à structures

cubiques ou tétraogonales [STAC 01]. En général, une adhésion élevée est observée suite à un certain taux de déformation plastique. Cette dernière se produit suivant les plans de glissement et les directions de grande densité atomique. Les métaux à structure hexagonale ont moins de plans de glissement et sont, par conséquent, moins ductiles, à l'exception du titane. La différence de comportement de ce matériau s'explique par ses paramètres de réseau cristallin distincts. En effet, il présente des caractéristiques atomiques plus petites et un nombre de plans de glissement supérieur aux autres métaux, ce qui se traduit par l'activation de tous ses systèmes de glissement prismatique et pyramidal durant la déformation plastique.

Lors d'un essai de fretting, la comparaison du comportement du titane avec celui du magnésium a mis en évidence des réponses distinctes [ELEO 09] : le magnésium s'est comporté de manière pratiquement rigide, tandis que le titane ductile s'est déformé plastiquement. Dans le cas du magnésium, matériau à structure hexagonale compacte, le glissement s'initie préférentiellement sur les plans de glissement de base. Par conséquent, la déformation plastique se manifeste initialement par maclage, à moins que d'autres systèmes de glissement ne soient activés sous l'effet de contraintes thermiques. Ces contraintes peuvent être dues, par exemple, à la conductivité thermique élevée du magnésium. Ainsi, on peut conclure que le choix de la microstructure implique dans un sens la sélection d'un niveau d'adhésion au sein du contact.

II.2.2 La composition chimique

La composition initiale du matériau joue un rôle important dans le comportement du contact. Des chercheurs ont réussi à produire des TTS plus ou moins importantes sur des matériaux purs comme sur des alliages. Cependant, des différences notables existent entre leur comportement sous sollicitations tribologiques d'un matériau pur et celui d'un alliage. Des études récentes sur le fer pur sollicité par HPT ont permis de produire une quantité importante de TTS dans presque tout le volume de l'échantillon [DESC 11 a]. Ce résultat s'explique par le fait que le matériau pur exclut l'effet des éléments d'addition, tels que les atomes d'impuretés, les particules de carbure ségréguées et les éléments d'alliage, qui diminuent la capacité de recristallisation du matériau en réduisant la mobilité des dislocations.

Cependant, plusieurs études ont examiné le rôle des éléments d'alliage dans le comportement du matériau et la formation de TTS. Sur le titane, une faible teneur en alliage favorise la formation de TTS [BLANC 91]. Par ailleurs, pour un même alliage de titane, l'épaisseur de TTS obtenue à partir de la structure β est significativement inférieure à celle obtenue à partir de la structure α (on observe une épaisseur de 10-15 μm contre 90-100 μm). Il semble que la microstructure β se transforme et se recristallise beaucoup plus difficilement que la structure α (voir figure II. 1). Cela s'explique par la cinétique de transformation d'une structure cubique centrée vers une structure localement hexagonale. L'épaisseur des TTS dans les alliages β est corrélée à la stabilité de la phase β . En pratique, les phases α et β peuvent être stabilisées en ajustant la nature et la proportion des éléments d'addition. Les éléments β tagènes influencent aussi l'homogénéité des couches obtenues. On suggère une croissance des grains par les éléments d'alliages (voir figure II.2).

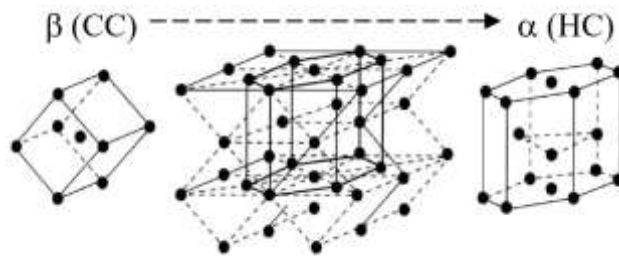


Figure II.1 : Transformation d'une structure β (CC) à une structure α (HC)

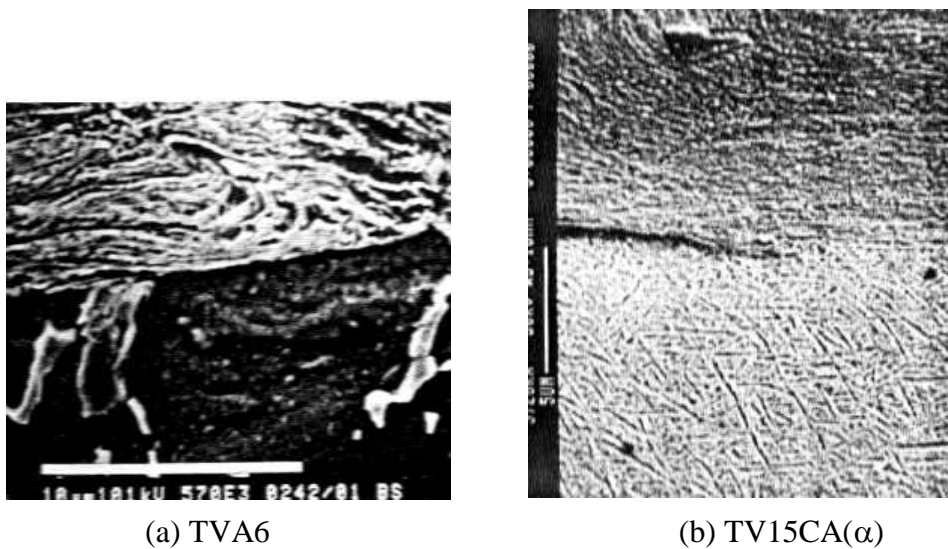


Figure II.2: Structures de TTS sur TA6V et TV15CA(α) (D'après [BLANC 91])

L'effet des éléments d'alliage est également mis en évidence dans le cas des alliages d'aluminium déformés par le procédé d'extrusion angulaire à canal égal (ECAP) (voir le tableau II.1). L'interaction entre les atomes du magnésium et les dislocations réduit leur mobilité [PICU 04]. Sous HPT, il a été observé que la taille des grains obtenue dans les alliages d'aluminium [NURI 08] était nettement inférieure à celle obtenue dans l'aluminium pur [ZHIL 05]. L'analyse par sonde atomique tomographique révèle une ségrégation des éléments d'alliage, entravant la coalescence et réduisant la taille des grains [NURI 08].

Teneur en Mg (%)	Al pur	1	3
Taille finale des grains (μm)	1,3	0,45	0,27

Tableau II.1 : Taille des grains des alliages d'Al-Mg après ECAP (D'après [IWAH 98])

Un phénomène similaire est observé dans les aciers, où la dissolution des carbures libère du carbone, distord le réseau et interagit avec les dislocations. Le rôle déterminant des éléments d'alliage dans l'affinement de la structure cristalline est évident. Il peut se manifester par l'augmentation de la densité des dislocations (favorisant l'écroutissage), la modification de leur organisation (effet d'épinglage) ou encore par la stabilisation des joints de grains par ségrégation.

La teneur en éléments d'addition joue un double rôle. Outre son influence sur la taille des grains, elle influence la dispersion de la composition locale, comme illustré dans le tableau II.2. L'analyse du comportement du titane non allié a révélé une corrélation entre la dureté et la taille des grains, avec des zones dures et tendres alternées, suggérant ainsi une instabilité de la nanostructure [BLANC 91].

Matériau	Teneur en Vd (%)	Taille des grains (nm)
TV15CA	14,2 et 17,9	11 et 9,5
TA6V	2,5 et 5,1	34 et 60

Tableau II.2 : Influence de la proportion des éléments d'alliages sur la taille des grains (D'après [BLANC 91])

II.2.3 La température de transformation martensitique (le Transus)

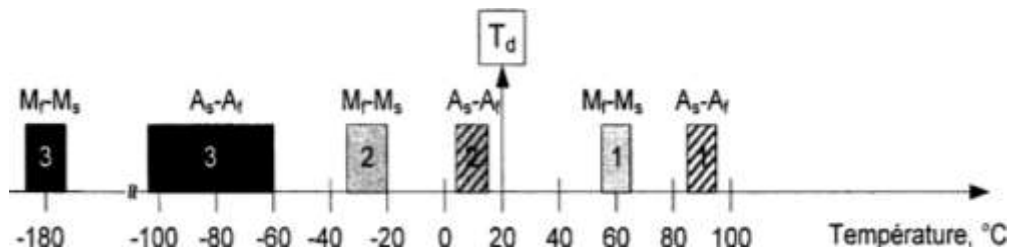
Le Transus β influence l'épaisseur des TTS (voir le tableau II.3). Une diminution du Transus β augmente la formation de TTS [BLANC 91].

Alliages	Transus β (°C)	Épaisseur stabilisée des TTS (μm)
TA6V	990	40
TV15CA(α)	775	100

Tableau II.3 : Influence du Transus β sur l'épaisseur des TTS (D'après [BLANC 91])

Prokoshkin [PROK 05] a étudié la formation de structures nanocristallines sous HPT à différentes températures. Les résultats obtenus mettent en évidence une tendance à la formation de ces structures, influencée par la position relative de la température de déformation par rapport à la température de transformation martensitique. Cette tendance est plus marquée lorsque la température de déformation est inférieure à M_s , intermédiaire entre M_s et M_d (ou A_f), et faible au-dessus de M_d (ou A_f) (voir figure II.3).

Dans un contexte similaire, des essais de glissement sur des aciers austénitiques ont été menés pour discuter l'épaisseur des couches martensitiques superficielles formées à la surface du matériau [JOST 85]. Il a été observé que l'épaisseur de ces couches, caractérisées par une structure martensitique plus dure et plus fine que la matrice austénitique, augmente lorsque la stabilité de l'austénite diminue, c'est-à-dire lorsque la température M_s se rapproche de la température ambiante.



T_d : Température de déformation, ° C

M_s : Température du début de la transformation martensitique, ° C

M_f : Température de fin de la transformation martensitique, ° C

A_s : Température de début de la transformation martensitique inverse, ° C

A_f : Température de fin de la transformation martensitique inverse, ° C

Figure II.3 : Diagramme de phases de transformation des Ti-Ni (D'après [PROK 05])

II.2.4 La taille des grains – texture

La taille des grains n'a pas d'effet direct sur la formation des TTS, mais elle influence la déformation plastique et induit une forte densité de dislocations. Le blocage de ces dernières entraîne leur accumulation. Pour favoriser cette accumulation, il est nécessaire d'utiliser des structures à grains fins. Ces structures permettent une formation rapide des TTS, mais en quantités limitées, car la proximité des joints de grains favorise l'accumulation locale des dislocations, ce qui restreint leur multiplication dans le volume du matériau. Par conséquent, la formation des TTS est observée principalement en surface. Certains auteurs suggèrent que la ductilité augmente avec la diminution de la taille des grains, car les distances interatomiques réduites facilitent le glissement des atomes. Blanchard explique ce phénomène par la variation de la température de Transus. La taille des grains influence le profil des TTS : structures à grains fins génèrent des TTS uniformes, tandis que les structures à grains moyens produisent un profil irrégulier, susceptible de favoriser la fissuration [BLANC 91].

D'autre part, l'orientation des grains influence le profil des TTS. L'analyse de l'influence de ce paramètre nécessite de déterminer les orientations qui facilitent le glissement et celles qui le bloquent ou le réduisent. Le procédé de traitement appliqué au matériau, qu'il soit réalisé à chaud ou à froid, influence significativement l'état initial du matériau et, par conséquent, les mécanismes de déformation mis en jeu. Par exemple, le laminage conduit à une microstructure différente entre le cœur et la surface. La surface accumule une forte concentration d'énergie, stockée sous forme de dislocations. En fonction du niveau de déformation, la taille des grains varie. Lors d'une forte déformation d'une structure CFC de l'austénite, les grains atteignent une taille nanométrique [BRUC 01]. Au cœur, les dislocations sont localisées dans des bandes de glissement peu nombreuses, en raison du faible niveau de déformation plastique global du matériau.

Les traitements thermiques et mécaniques des matériaux ont également fait l'objet d'études pour analyser le comportement des surfaces [ROMA 06]. Les mesures de la profondeur affectée par les déformations plastiques ont permis d'établir une corrélation entre les tailles de grains minimales, les microdéformations maximales, et les macro-contraintes de compression observées dans la zone superficielle qui est de quelques dizaines de micromètres (voir figure II.4).

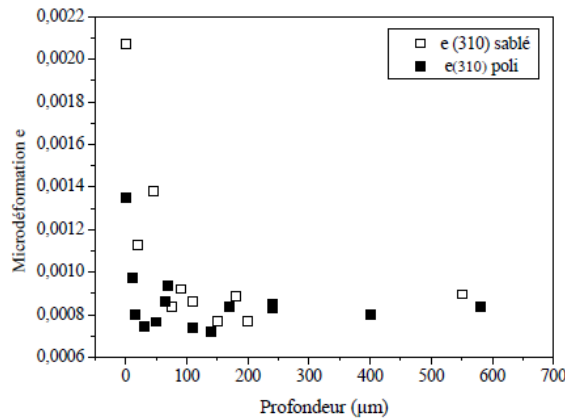


Figure II.4: Comparaison de l'évolution des microdéformations en fonction de la profondeur pour deux traitements de surface (D'après [ROMA 06])

Des valeurs de l'ordre de 20 μm ont été enregistrées pour une éprouvette brute de laminage polie mécaniquement. La surface présente une microdéformation de 0,14 % et une taille de grains moyenne de 22 nm. Au-delà de 20 μm de profondeur, la taille moyenne des grains est de 40 nm et la valeur moyenne de microdéformation est de 0,08 %, ces valeurs restant constantes sur le reste de la profondeur.

II.3 Influence des facteurs liés à la surface du contact

II.3.1 La rugosité des surfaces

La rugosité joue un rôle primordial dans les phénomènes tribologiques, influençant à la fois la production du troisième corps et la formation des TTS, qui interviennent dès les premiers cycles de frottement. Bien que cet effet initial tende à s'estomper avec le temps, une rugosité importante favorise la formation d'une couche épaisse de troisième corps, modifiant la localisation du contact, l'adhérence et l'arrachement des particules [NOLL 97]. Même avec des rugosités minimales, le piégeage du troisième corps dans le contact peut altérer les sollicitations tribologiques et, par conséquent, les zones de TTS. De plus, il a été démontré que la rugosité influe considérablement sur le coefficient de frottement et la stabilité du régime de frottement [IORD 08].

Des études ont montré que les lignes de glissement initiales dépendent du type de polissage. Sur des échantillons en acier inoxydable, le polissage mécanique induit la formation de martensite par écrouissage de surface. Pour éviter cela, le polissage électrolytique est recommandé [NANG 08]. Il est donc crucial de contrôler les techniques

de polissage, car elles peuvent altérer les dimensions et les propriétés du matériau, modifiant ainsi les conditions de contact et compromettant la reproductibilité des essais.

Il est important de mentionner la dépendance entre l'adhérence et la rugosité. De nombreuses applications nécessitent un niveau de rugosité spécifique pour assurer une adhérence efficace. L'adhérence influence à la fois le régime de frottement initial et la cinétique des interfaces, qui doivent s'adapter au déplacement [NOLL 97]. La différence de propriétés mécaniques et physico-chimiques des matériaux permet d'analyser le comportement global du contact vis-à-vis du comportement des interfaces. Le rapport de dureté entre les deux surfaces en contact permet de juger l'évolution des phases de conception du troisième corps.

II.3.2 La composition chimique des interfaces

De nombreuses études ont examiné l'influence de la composition chimique des surfaces sur le frottement, l'usure et, par conséquent, sur la formation des TTS. Des conclusions significatives concernant l'effet des interfaces soulignent l'importance des analyses de la composition chimique de ces couches. Ces analyses permettent de comprendre le comportement du contact pendant les différentes phases de son cycle de vie et d'élucider les phénomènes se produisant aux interfaces [NOLL 97]. Elles mettent en évidence les interactions mécaniques et physico-chimiques activées dans le contact, ainsi que les mécanismes d'accommodation des vitesses (SiM_j) et les débits.

En pratique, la surface réagit continuellement avec l'environnement, entraînant une modification des écrans au fil du temps. Les traitements de surface (thermiques, mécaniques, chimiques, etc.) modifient également la chimie de la surface et influencent les propriétés mécaniques. En pratique, les caractéristiques obtenues varient même pour un seul traitement s'il n'est pas réalisé avec précision.

Les écrans constituent initialement le seul débit source activé du circuit tribologique. La réponse aux sollicitations ultérieures évolue en fonction des nouvelles caractéristiques acquises lors du frottement. Par exemple, la pression et la température locale, élevées au niveau des aspérités, influencent les propriétés de dégradation des matériaux, notamment sous l'effet de l'environnement.

Des analyses des écrans ont permis d'étudier l'étendue des différentes zones d'adhérence et de glissement en fonction de la contamination des surfaces en contact. Il a été constaté que, plus la surface est propre, plus la zone d'adhérence est étendue [NOLL 97].

L'accommodation du glissement dans les écrans peut se faire en surface ou en volume, selon leur épaisseur, ce qui influence la répartition des pressions. Pour une épaisseur inférieure à une valeur critique, l'écran a un rôle tangentiel d'accommodation des vitesses. Au-delà de cette valeur critique, la répartition des pressions est modifiée par les caractéristiques mécaniques des écrans. L'écran joue alors un double rôle, tangentiel et normal : il cisaille et limite la pression supportée par les premiers corps.

L'étude tribologique des écrans doit donc s'appuyer sur l'analyse du frottement, en considérant les propriétés mécaniques (résistance au cisaillement), physico-chimiques (adhérence) et géométriques (épaisseur). Il est essentiel de caractériser finement la composition et la topographie des surfaces pour cet intérêt tribologique.

II.4 Influence des facteurs liés au mécanisme

II.4.1 Le chargement normal

Dans le cas du fretting, l'augmentation de la force normale entraîne une déformation accrue et, par conséquent, une diminution du débattement réel entre les deux surfaces. Ceci est dû au fait que l'accommodation du glissement à l'interface se fait en partie par déformation élastique du contact. Généralement, on observe un régime de collage. Cependant, sous des forces plus faibles, le glissement s'établit sur toute la surface. Toute dégradation, qu'elle se produise dans la zone d'adhérence ou de glissement, résulte d'une déformation plastique, qui doit être analysée à partir des champs de contraintes. L'augmentation de la force entraîne une augmentation du diamètre et de l'enfoncement de l'empreinte, ce qui modifie le niveau des contraintes locales. On peut passer d'un mode de détachement de particules à un mode de fissuration, puis à un mode élastique lorsque l'augmentation de la force se poursuit [PELL 90].

Dans le cas de HPT, les pressions hydrostatiques imposées au contact sont de l'ordre du GPa, ce qui entraîne des déformations plastiques très sévères. On constate, que l'augmentation de la pression conduit à des microduretés particulièrement élevées [ZHIL 01]. Des couches de TTS importantes ont été produites sous une pression de seulement 0,5 GPa et à une vitesse de 0,5 tr/min [DESC 11 a, DESC 11 b], ce qui est remarquable par rapport aux résultats obtenus à des pressions supérieures. En effet, l'augmentation de la pression hydrostatique affine la microstructure, induisant ainsi des duretés plus élevées.

Le raffinement est observé uniquement à la surface du matériau ou dans certaines zones du volume. La littérature rapporte plusieurs contributions pertinentes, démontrant la possibilité de déterminer les conditions optimales (P, V) pour la formation de TTS, ce qui met en évidence l'effet couplé de la compression et de la torsion.

Certains travaux étudient l'effet couplé du chargement et de la vitesse de déformation sur le comportement du matériau, en particulier sur la mobilité des dislocations [DUBO 85]. Ils observent une compétition entre le développement de certains mécanismes par rapport à d'autres. Sous des contraintes de compression très élevées, une variation linéaire de la densité de formation des macles en fonction de la vitesse de déformation a été constatée, ce qui induit une microstructure différente (voir figure II.5).

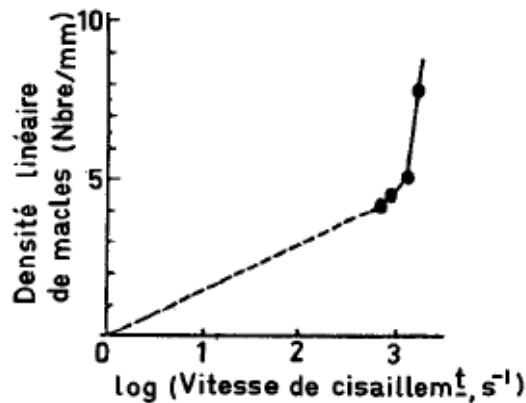


Figure II.5 : Influence de la vitesse de déformation sur la densité des macles (D'après [DUBO 85])

Il a été démontré que la contrainte d'écoulement plastique est fortement dépendante de la vitesse de déformation. Le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation passe d'environ 4 MPa dans le domaine des faibles vitesses de déformation à 40 MPa dans le domaine des vitesses de déformation dynamiques. Cela suggère que le comportement du matériau lors de la déformation par HPT est influencé à la fois par la vitesse de cisaillement et par la contrainte normale. Si l'on considère que la TTS est une transformation de phase, il est nécessaire de prendre en compte la vitesse de déformation, car elle contrôle la fraction de martensite formée, qui est d'autant plus importante que la vitesse de déformation est faible [ZINB 09].

II.4.2 La géométrie et les dimensions du contact

La géométrie du contact influence son comportement. Par exemple, dans le cas d'un contact bille/plan, deux configurations sont possibles (voir figure II.6) : la première configuration favorise le piégeage du troisième corps, tandis que la seconde facilite son éjection et son évacuation.

Les valeurs de frottement enregistrées pour la première configuration sont généralement plus élevées. Cela est probablement dû au piégeage du troisième corps, qui amplifie le champ de contraintes. On observe fréquemment, après déformation, une cicatrice de forme elliptique dont la forme et les dimensions sont décrites par la théorie de Hertz. Ces cicatrices présentent souvent des dégradations importantes en sous-surface.

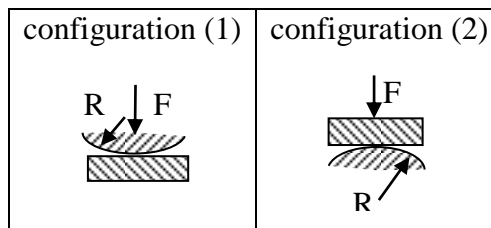


Figure II.6: Configurations possibles dans un contact bille/plan

Dans le cas de la HPT, la configuration plan/plan permet de maintenir une surface de contact constante et une distribution uniforme de la contrainte normale. Cependant, la rotation induit une distribution non uniforme des pressions, due à la répartition des contraintes de cisaillement. L'écoulement radial de matière observé en bord de contact, dû à l'absence de confinement, complique l'évaluation de la contrainte réelle.

Outre la géométrie, les dimensions du contact influent également le comportement tribologique. Dans un contact bille/plan, le rayon de courbure détermine l'aire et la pression de contact. Un rayon plus petit réduit l'aire et augmente la pression maximale, modifiant le champ de contraintes et l'amplitude de glissement. Plus de détails sur l'impact de ce paramètre sur la dégradation des surfaces seront trouvés dans [PELL 90].

II.4.3 La fréquence et le nombre de cycles

Une approche basée sur la théorie du troisième corps met en évidence l'effet de la fréquence sur le piégeage des débris [BERT 88]. Des analyses réalisées à différentes fréquences ont permis d'étudier la relation entre le piégeage des débris et la variation de ce

paramètre [COLO 86]. À hautes fréquences, les débris formés sont rapidement éjectés du contact, rétablissant ainsi un contact à deux corps. On observe alors une fissuration profonde et l'apparition d'écailles. À fréquences intermédiaires, un comportement mixte est constaté.

Le test de l'acier 35NCD16, sensible à l'éjection du troisième corps, montre une transition d'un contact à deux corps vers un contact à trois corps. Sa faible ductilité (comparée à l'acier inoxydable) limite le piégeage. Pour le TA6V, caractérisé par une ductilité élevée, le piégeage est plus important et ne peut être évité qu'à des fréquences plus élevées. En général, l'effet de la fréquence est limité à basse fréquence, et la transition entre contacts à deux et trois corps se produit dès l'apparition des premiers débris. Pour les matériaux présentant un détachement de particules et une déformation plastique intense dès le premier contact, un frottement à très haute fréquence permet d'éviter le piégeage et d'éjecter les débris. L'influence de ce paramètre sur la cinétique de formation et d'oxydation du troisième corps, et donc sur l'activation des sources de débris, est mise en évidence par les essais réalisés par [NOLL 97].

Par ailleurs, l'influence du nombre de cycles varie selon le mode d'accommodation. En détachement de particules, où le piégeage du troisième corps est important, le rôle est faible [PELL 90]. En glissement partiel, la dégradation augmente significativement avec le nombre de cycles. L'aspect du contact montre des déformations plastiques plus importantes, accompagnées d'un détachement de particules.

La figure II.7 présente l'évolution de l'épaisseur des TTS en fonction du nombre de cycles pour différents alliages de titane. L'allure similaire des courbes suggère un rodage initial des interfaces, suivi d'une accélération de la formation des TTS à partir de 100 cycles, dépendante des matériaux. Après un palier, l'épaisseur des TTS se stabilise et semble ne plus évoluer. Les TTS ne peuvent plus accommoder les déplacements et se fissurent, entraînant la formation d'un lit de poudre.

Il apparaît que des déformations plastiques intenses ne permettent pas toujours de produire suffisamment de TTS. La ductilité n'est pas le seul facteur déterminant [ZHIL 01]. L'accumulation de déformation peut être obtenue après plusieurs cycles de sollicitation. Ce phénomène est similaire lors de la déformation par HPT, où l'on constate une augmentation de la microdureté avec le nombre de cycles de rotation.

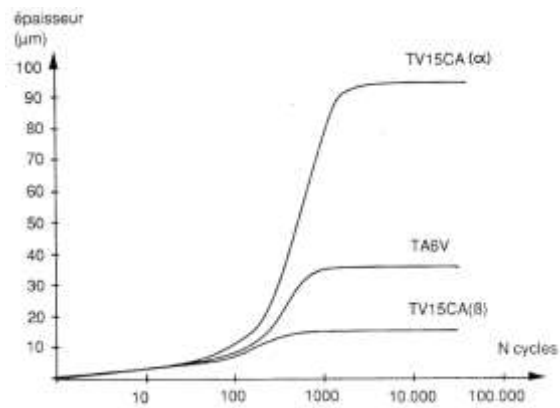


Figure II.7: Évolution de l'épaisseur de TTS en fonction du nombre de cycles lors d'essais de fretting pour différents alliages de titane (D'après [BLANC 91])

À l'instar des autres paramètres, l'amplitude de déplacement joue un rôle déterminant dans les phénomènes tribologiques, ainsi que le démontrent de nombreuses études. Les essais sur divers matériaux et régimes de frottement soulignent son influence majeure sur le mode de dégradation des surfaces. Une augmentation de l'amplitude modifie le régime de frottement initial, entraînant des variations tribologiques significatives en termes de morphologie de surface et de coefficients de frottement. La figure II.8 illustre l'influence du débattement sur l'épaisseur des TTS, révélant une amplitude critique au-delà de laquelle l'épaisseur de la TTS n'évolue plus. Il est important de noter que le débattement réel dépend de la raideur du triplet tribologique.

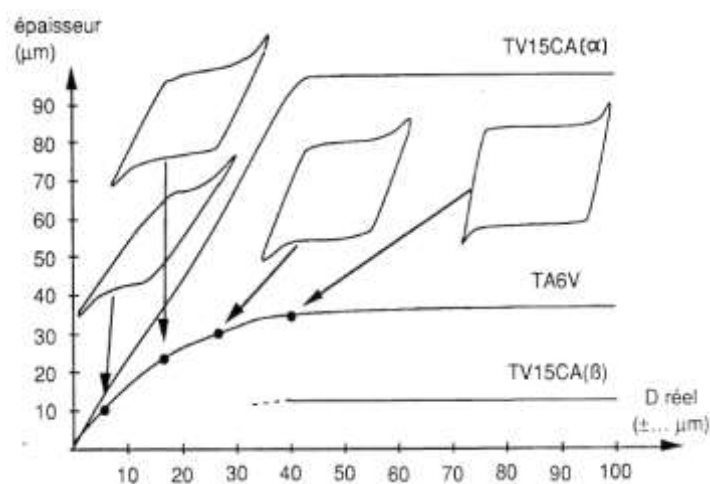


Figure II.8: Évolution de l'épaisseur de TTS en fonction de l'amplitude de déplacement pour divers alliages de titane (D'après [BLANC 91])

II.4.4 La rigidité du mécanisme

Bien que les études de cas sur le frottement se soient diversifiées, peu d'entre elles accordent une importance suffisante à la rigidité des dispositifs d'essais ou des machines utilisées. Cette caractéristique a souvent été négligée. Dans de nombreux cas, les déplacements réels diffèrent des valeurs théoriques imposées au contact. Plusieurs sources d'erreurs peuvent altérer les résultats, notamment un manque de précision dans l'asservissement et la mesure du déplacement. Les valeurs mesurées peuvent inclure des composantes parasites non négligeables. De plus, il est difficile de déterminer si les contraintes imposées sont effectivement transmises aux interfaces ou dissipées ailleurs. Les simulateurs de frottement sont composés de divers éléments issus de différentes technologies (mécanique, électronique, hydraulique, etc.), et la maîtrise des erreurs reste limitée à certaines parties. Un diagramme causes-effets pourrait apporter des éclaircissements. Certaines solutions préconisent de se concentrer sur le contrôle électronique des machines pour maîtriser les erreurs d'asservissement, plutôt que de considérer l'ensemble de la technologie de la machine.

Dans le cas du fretting, la rigidité de la machine dépend à la fois de la rigidité du contact et du dispositif. La rigidité du contact est influencée par les propriétés des matériaux et les paramètres mécaniques, tandis que la rigidité du dispositif expérimental dépend du maintien des éprouvettes, de la transmission du mouvement aux pièces et de la construction de la machine. La variation du débattement observée lors du fretting peut entraîner une perte de reproductibilité du contact, résultat de la faible rigidité de la machine. Deux exemples de comportement de dispositifs utilisés dans l'étude du frottement et de l'usure sont présentés : le Pedeba [BLANC 91] et la machine de Colombié [COLO 86].

Selon les experts du domaine, le dispositif Pedeba est particulièrement adapté à la production de TTS et à l'étude du fretting-usure, tandis que le dispositif de Colombié est privilégié pour les études de fissuration et de fretting-fatigue (voir figure II.9). Sur le Pedeba, l'adhésion observée en début d'essai traduit la déformation élastique du système montage-échantillons, qui absorbe une partie du débattement imposé. Cependant, à mesure que les déplacements sont imposés au contact, le mouvement s'initie et un glissement parfait est constaté à l'interface des deux corps. Le dispositif est caractérisé par une forte

rigidité, ce qui minimise les écarts entre les valeurs réelles et théoriques. Ainsi, l'effet du dispositif est contrôlé et réduit. Pour le dispositif de Colombié, connu pour sa faible rigidité, il permet de réaliser des essais en maintenant la charge constante. L'adhésion est alors importante, et l'accommodation du déplacement se fait par l'apparition de microfissures à l'interface de contact. Le mouvement débute après fissuration, principalement aux bords des zones de contact, permettant des micro-déplacements.

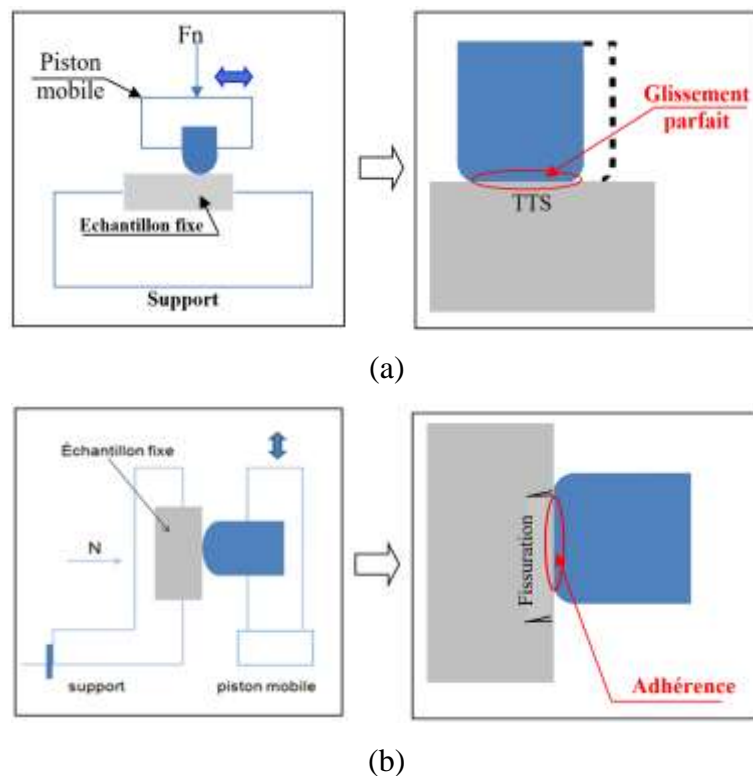


Figure II.9 : Mode d'accommodation du débattement : (a) Dispositif Pedeba, (b) Dispositif de Colombié

Sur le dispositif de déformation de HPT, le glissement observé aux interfaces des enclumes peut être dû au manque de rigidité de la machine [EDAL 09]. Ce manque de rigidité empêche l'application correcte des forces tangentielles pour le cisaillement, un inconvénient qui ne peut être compensé qu'en augmentant les pressions de contact.

II.4.5 L'environnement

Le frottement et l'usure sont très sensibles aux propriétés de l'environnement, impliquant des multiples facteurs tels que l'oxydation, la température et les vibrations.

L'influence de l'environnement se manifeste principalement sur la nature du troisième corps qui se forme dans le contact et modifie l'adhérence des premiers corps. La présence d'oxygène dans l'atmosphère entraîne l'oxydation des particules détachées, formant ainsi le troisième corps dans la zone de glissement. Les caractéristiques mécaniques du troisième corps diffèrent de celles des particules non oxydées, ce qui engendre une dégradation sous forme de particules de petites tailles.

L'environnement modifie également les écrans initiaux par évaporation sélective d'éléments volatils et dégradation de particules en fragments non volatils [NOLL 97]. Cette notion est essentielle pour expliquer les modifications du comportement tribologique des écrans, des premiers corps et du troisième corps. Des techniques d'analyse physico-chimiques adaptées sont donc nécessaires.

La pénétration d'oxygène et l'oxydation des débris gouvernent la diminution de l'adhérence et l'augmentation du glissement, modifiant ainsi la rhéologie et le comportement du contact. La transformation s'effectue de l'extérieur vers l'intérieur, avec une augmentation de l'accommodation SiM_j vers l'intérieur de la zone de contact.

Un comportement similaire est observé lors de la déformation par HPT. L'exposition des bords de contact à l'air ambiant permet la pénétration d'oxygène, corrélée à l'augmentation de la zone de glissement et à la diminution de l'adhérence. L'influence significative de l'environnement disparaît sous vide, modifiant radicalement le comportement.

Comme mentionné précédemment, la température influence le comportement des matériaux. Lors de contacts roue-rail, les températures flash affectent fortement les propriétés de surface et modifient le comportement. Contrairement aux études qui attribuent les TTS aux hautes pressions, des recherches suggèrent l'activation de nouveaux systèmes de glissement par des effets thermodynamiques, en raison de la conductivité thermique élevée du matériau [ELEO 09]. Certaines réactions chimiques peuvent être accélérées, ce qui modifie le comportement physico-chimique des interfaces

II.5 Influence des facteurs liés au troisième corps

L'interaction entre les deux surfaces peut former ou non (suivant les caractéristiques des matériaux), un troisième corps qui peut participer à des phénomènes de portance ou d'accommodation de vitesse. Généralement, le troisième corps joue le rôle d'un protecteur de surface. Dans certains cas, on observe la genèse d'un lit de poudre qui

se forme à partir des débris broyés dans le contact (les particules détachées des premiers corps peuvent avoir des tailles très différentes selon le processus de détachement) [BLANC 91]. Le troisième corps, de différentes compositions [IORD 05], peut avoir un effet adhésif ou abrasif, et qui variera suivant l'environnement [JERO 05].

Dès le début, on a considéré la TTS comme source de production du troisième corps dans le contact, mais parfois on les observe avant même la formation de la TTS et on se demande qui peut former qui ? La TTS ou le troisième corps ?

On a vu précédemment que le comportement converge vers deux scénarios pour former les TTS : le premier repose sur les déformations plastiques et le deuxième sur les îlots de portances. Les particules détachées avant la formation des TTS proviennent de la fissuration ; des particules de taille différente se fragmentent et se broient dans le contact pour former les débris. D'autres ont expliqué que les TTS peuvent être observés dès les petits premiers contacts, ce qui exige un suivi rigoureux pour fonder ses conclusions sur des observations justes.

On est donc amené à faire une distinction entre les matériaux fragiles et les matériaux ductiles. Cependant, il faut se méfier du changement des caractéristiques du matériau lors du frottement : la ductilité en fait partie et elle peut évoluer ; bien qu'elle puisse être une caractéristique initiale, elle peut être aussi résultat du comportement. Dans les aciers, on peut observer une transition de l'état ductile à un état fragile suite à la formation de la martensite. Dans le cas de la martensite d'écrouissage formée dans les aciers inoxydables lors de la plastification par déformation, la ductilité est améliorée (par formation des macles). Même le matériau fragile peut changer le comportement. Effectivement, l'établissement très rapide du troisième corps ou encore la formation d'un lit de poudre entre les deux surfaces peut modifier le champ de contrainte dans le contact. D'autre part, la dégradation des surfaces et l'élimination des couches superficielles détruisent en fait les sources de fissuration et empêchent par conséquent la propagation de celle-ci.

Dans les études de fretting, la ductilité (ou encore l'aptitude du matériau à se déformer plastiquement) a été largement discutée [COLO 86, PELL 90]. Il est admis que la vie du contact dépend principalement de la phase de prédisposition du matériau à créer du troisième corps dans le contact [COLO 86]. La cinétique de dégradation est propre à chaque phase, mais interagit fortement avec les autres.

Dans les aciers inoxydables, on a observé une très forte déformation plastique qui entraîne la formation des bourrelets importants à la limite des zones du contact [COLO 86]. Le matériau est connu par sa ductilité du fait de sa structure cristalline CFC. Le stade de prédisposition est relativement long. En revanche, l'endommagement constaté en volume est profond. Pour les matériaux présentant une faible aptitude à la déformation (exemple de l'acier 35NCD16), les débris sont créés très rapidement et le contact passe à un contact à trois corps. La déformation plastique est faible et la dégradation est superficielle.

Des matériaux ayant une aptitude à la déformation plastique proche de celle de l'acier 35NCD16 ne donnent pas forcément le même résultat. Le comportement peut être différent en raison de leur adhérence et de leur ténacité. On a enregistré, dans le cas des alliages d'aluminium comme pour le titane, de très fortes adhérences et des déformations plastiques intenses. Le niveau de contrainte atteint suffisait pour amorcer et propager les fissures dans le volume du matériau. Même dans certaines conditions où l'on obtient du troisième corps dans le contact, les déformations plastiques étant intenses, le piégeage était important et les fréquences d'essai ne modifient en rien le comportement. Il fallait travailler à des fréquences beaucoup plus élevées pour vaincre le piégeage [COLO 86, PELL 90].

La connaissance du niveau des contraintes dans le contact permet de limiter la dégradation des surfaces et d'améliorer la réponse du matériau, qui peut être considéré, par la suite, à travers son comportement (soit d'accommodation de vitesse ou de formation des débris), comme un bon matériau anti-usure, comme l'a fait Colombié en pensant de classer les matériaux en deux types :

- 1- Matériau qui permet la formation rapide des débris, où le stade de prédisposition disparaît vite. Le contact est alors régi par le comportement du troisième corps (matériau qui sacrifie sa peau pour protéger le volume).
- 2- Matériau capable d'accommoder la vitesse sans se dégrader. La déformation plastique est importante. Le premier stade est long, et la dégradation qui en découle est profonde.

Ce qui nous intéresse à travers ce classement, c'est plutôt avoir une idée sur le comportement privilégié de chaque matériau et de connaître la prédisposition de chacun pour créer des débris. L'étude de la formation des TTS ne peut se résoudre par simple observation de la formation du troisième corps, mais devra s'étendre à l'analyse de l'interaction entre les premiers et troisièmes corps et la transition tribologique entre contact

à deux corps et trois corps tout le long de la vie du contact. L'étude de Pellerin [PELL 90] a analysé le comportement de différents matériaux en examinant les modes d'accommodation du débattement à l'interface. L'état tribologique peut varier entre adhérence, glissement partiel ou total. La compréhension de l'influence des différents paramètres sur le comportement du matériau vis-à-vis du chargement permet d'identifier les mécanismes mis en jeu, notamment la formation des couches de TTS.

En fait, le concept de glissement prend en compte l'évolution du contact en fonction du temps et met en évidence des situations où le contact bascule d'une condition de glissement vers une autre. La transition entre phase de conception et naissance est liée à celle qui se fait entre les différents régimes. Dans certains matériaux, le détachement de particules est observé quelles que soient les conditions de glissement, alors que pour d'autres, cela n'est possible que lorsqu'on se met dans des conditions de glissement total.

Le fait d'observer un lit de poudre dans le contact ne peut être généralisé à une destruction des couches de TTS. Les débris peuvent provenir d'une fissuration et subir le même sort que les débris détachés de la TTS, de se broier dans le contact au fur et à mesure que le chargement continue pour donner un lit de poudre recouvrant toute l'interface.

L'étendue des zones de glissement est ainsi fonction de l'ampleur des dégradations des premiers corps et du troisième corps formé. Effectivement, le troisième corps peut être alimenté à la fois par des débris ou des particules détachées des écrans (S2, S4) ou des sites (S1, S5) ; plus les écrans sont épais plus ils peuvent alimenter le contact par un troisième corps important, ce qui joue sur sa cohésion, donc le cisaillement, et par conséquent, sur le déplacement qu'il accomode entre les premiers corps, ce qui influe sur le débattement réel et l'étendue des zones d'adhérence.

La compréhension des mécanismes de piégeage et d'éjection, ainsi que la déformation plastique, est primordiale à ce stade. En dissociant les différentes phases de vie, on peut dévoiler le relais existant entre les mécanismes d'accommodation S_i M_j et les débits [NOLL 97]. Ces relais sont induits ou induisent eux-mêmes le rôle simultané joué par la mécanique et la physico-chimie à travers les paramètres expérimentaux imposés initialement au contact ou subis en cours d'essais.

Il faut donc souligner l'importance des propriétés des surfaces, en particulier les propriétés physicochimiques, et le rôle prépondérant des phénomènes d'adhésion dans l'évolution de la vie tribologique. On note un comportement très réactif dans le cas des alliages de titane

qui entraîne, au bout de quelques instants de frottement, le grippage. Des résultats obtenus sur des matériaux traités ont montré clairement que l'introduction d'une couche de traitement par nitruration pourrait modifier complètement les propriétés d'adhérence, ce qui retarde le grippage et limite la dégradation rapide de ce type de matériau. L'adhérence contrôle donc le régime de frottement dans le contact et, d'autre part, la cinétique d'élimination des écrans pour accommoder le déplacement.

II.6 Conclusion

L'importance de l'étude des premiers instants de déformation du contact s'est avérée donc nécessaire pour la compréhension de la formation des TTS. Les chercheurs ont identifié les paramètres clés régissant le contact et expliquant la formation des couches de TTS.

L'aptitude d'un matériau à se déformer plastiquement ou à former des débris ne suffit pas à elle seule pour le choisir comme modèle. Les propriétés intrinsèques du matériau sont rapidement masquées par les propriétés rhéologiques du troisième corps une fois celui-ci formé. En glissement total, par exemple, l'influence des propriétés du matériau devient secondaire et les phénomènes observés concernent principalement le stade 2 de la genèse des débris. L'écroutissabilité, liée à la microstructure, contrôle les processus de durcissement et de formation des débris, deux facteurs qui déterminent la vitesse de création des débris. En revanche, le glissement partiel permet de distinguer l'influence des propriétés du matériau des mécanismes de dégradation.

Les différents travaux s'accordent sur le fait que le troisième corps et la déformation plastique induite par l'adhérence sont les paramètres prédominants dans la formation des TTS. Ces deux paramètres ont une dépendance très prononcée et complexe de toutes les conditions tribologiques. Par conséquent, l'influence des conditions de contact sur la formation des TTS ne peut être analysée sans comprendre au préalable l'influence de ces paramètres sur la formation du troisième corps et l'évolution de l'adhérence.

Plusieurs paramètres doivent donc être pris en compte lors du choix d'un matériau modèle ou pour expliquer son comportement. Cependant, le large éventail de matériaux disponibles rend la sélection complexe. Il est donc essentiel de comprendre la dépendance entre ces paramètres afin d'identifier les causes réelles qui influent sur la formation et la structure des TTS (voir figures II.10 et II.11). L'étude des relations entre le comportement

mécanique du matériau sous contrainte et les évolutions de sa microstructure et de sa texture constitue un aspect important de ce travail.

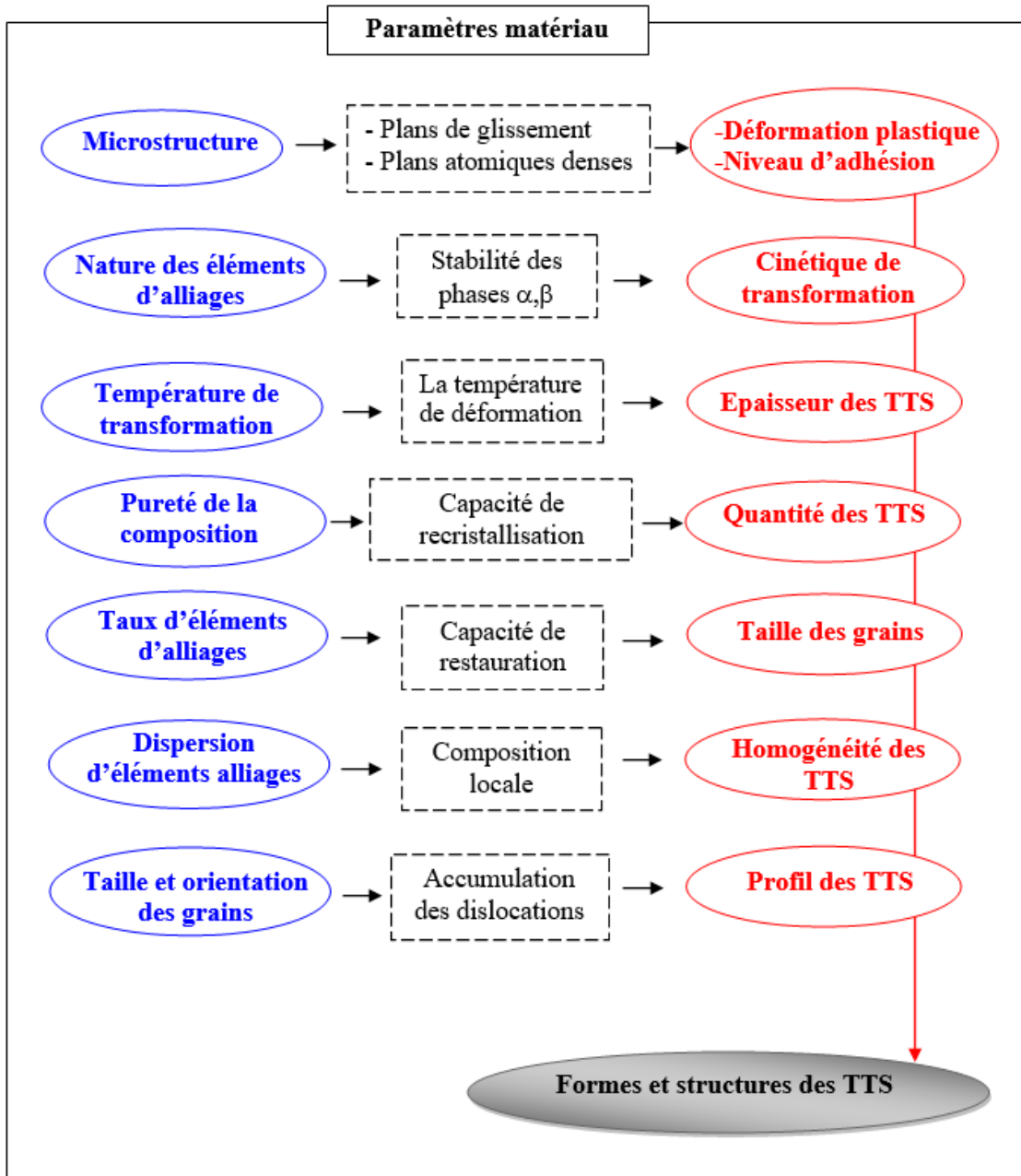


Figure II.10: Effets des paramètres matériaux sur la formation des TTS

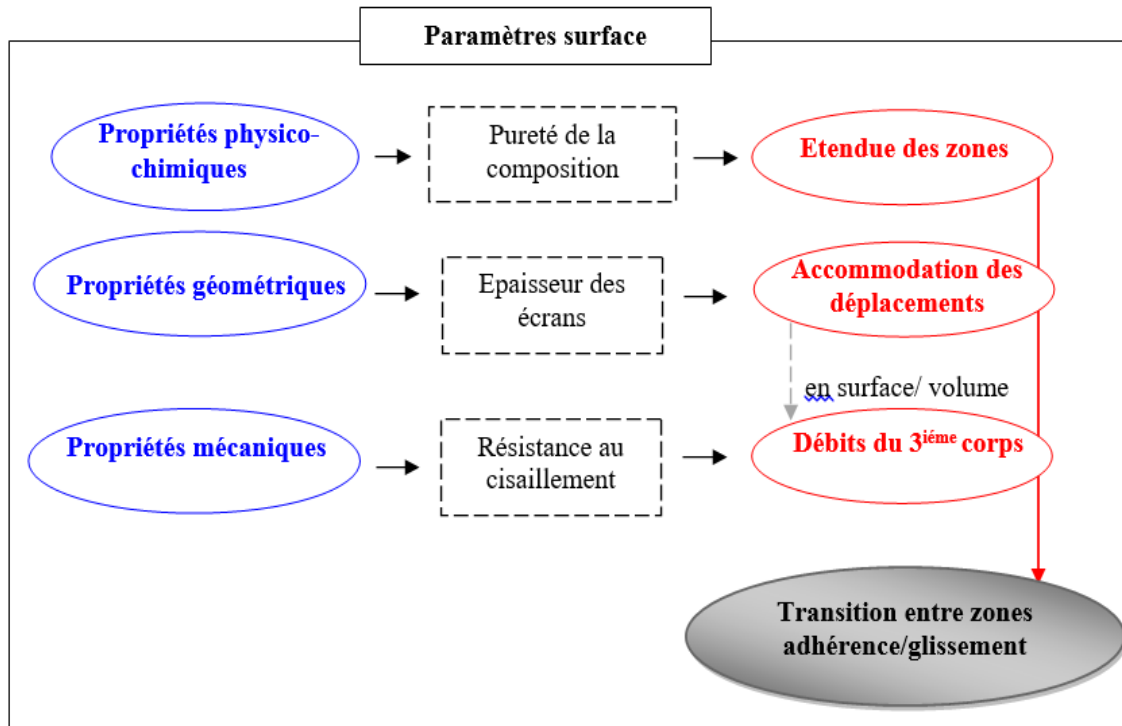


Figure II.11 : Résumé des effets de paramètres surfaces sur la formation des TTS

Chapitre III : Démarche expérimentale

III.1 Introduction

Historiquement, les premières études de TTS portaient sur l'analyse et la caractérisation des couches obtenues in situ, soit sur des pièces en service, soit lors des procédés d'usinage ou de mise en forme. L'importance du phénomène observé a incité les chercheurs à construire des bancs d'essais permettant de reproduire des conditions de contacts les plus proches possibles de la réalité des contacts étudiés. En général, les TTS sont démontrées et reconnues non seulement en cas de charges extrêmement faibles, mais aussi sous sollicitations sévères et/ou combinées. Avec le développement technologique, les TTS ont été produites et leur formation étudiée en utilisant diverses procédures d'essai et d'analyse.

Ce chapitre présente les différentes expériences menées sur différents matériaux, où les essais sont regroupés en fonction de la technique expérimentale utilisée et des sollicitations imposées au matériau. Il fournit également des informations essentielles concernant les principales méthodologies déployées pour la caractérisation des TTS à différentes échelles d'analyse. Le chapitre se termine par la présentation de la méthodologie expérimentale suivie dans l'élaboration de ce travail.

III.2 Moyens expérimentaux pour la production des TTS

Dans la littérature, les TTS ont été largement étudiées en utilisant les tests classiques de frottement et d'usure. Les configurations de contact adoptées sont du type : bille/plan, plan/plan, cylindre/plan, cylindre/cylindre, axe/palier. Cependant, les moyens classiques ne permettent pas de retrouver certaines conditions observées.

Pour améliorer la compréhension du comportement du contact, il fallait réinitialiser les idées sur les moyens permettant d'obtenir des transformations similaires à celles rencontrées dans les mécanismes industriels. Les moyens se sont diversifiés ; en plus des moyens classiques, ces dernières années, les procédés de déformation plastique sévère (en

anglais : Severe Plastic Deformation (SPD)) ont suscité un grand intérêt auprès des chercheurs pour produire et caractériser les TTS.

Ces moyens, pour lesquels existe une abondante littérature, révèlent une grande diversité de situations de contacts avec mouvement relatif à l'interface. Ainsi, selon les forces à appliquer et les mesures à réaliser pour la production des TTS, il est nécessaire de choisir entre plusieurs moyens d'essai, dont les plus utilisés sont :

❖ **Essai de frottement par glissement – Fretting**

Pour réaliser ces essais, on utilise couramment un tribomètre. Le dispositif est d'une conception simple. Le principe de fonctionnement consiste à appuyer un pion (réalisé avec le premier matériau) sur la surface antagoniste (constituant le deuxième matériau) qui sera animée d'un mouvement de translation (système pion-plan) ou d'une rotation (système pion-disque). Le frottement peut se faire en un seul passage ou plusieurs. La force normale et la force de frottement sont mesurées à l'aide de capteurs qui permettent par la suite d'analyser le comportement du matériau au cours du frottement en surface et en profondeur. Parmi les travaux réalisés en frottement par glissement, on peut citer les travaux de [GUET 96, DESC 02, ELEO 09].

Dans certains cas de frottement, les surfaces en contact sont sujettes à un mouvement oscillant de faible amplitude qui mène généralement à l'usure. Ce phénomène, connu sous le nom de fretting (appelé aussi usure par petit débattement), est observé dans divers composants de machine tels que les roulements, les engrenages, les accouplements et les câbles métalliques. Pour plus de détails sur les études de formation des TTS en fretting, qui prennent en considération l'évolution du contact vis-à-vis de leur formation, voir les travaux de [COLO 86, BLANC 91, PELL 90], qui sont parmi les précurseurs dans ce domaine. Ces travaux ont permis d'avancer significativement dans la compréhension de la transition et de l'interaction des différents phénomènes clés impliqués, tels que l'adhérence, la génération de débris et la fissuration. D'autres études ont également contribué à ce domaine, notamment celles de [ZHOU 97, SAUG 00, NURM 19, XIN 20]. [ZHOU 97, SAUG 00, NURM 19, XIN 20].

❖ **Essai de frottement par roulement**

Le contact roulant est une combinaison de translation et de rotation. Ainsi, les dispositifs dédiés à l'étude de ce type de contact contiennent au moins un composant qui roule sur l'autre. La configuration la plus simple est celle utilisant un contact de type bille roulant sur plan. De nombreuses études ont été menées pour comprendre l'effet des TTS sur l'usure des contacts roulants, dont une grande partie porte sur le contact roue/rail [VARG 16, CARR 07, SEO 11, MERI 21]. Il existe d'autres dispositifs conçus pour simuler certains contacts, tels que les roulements [SOLA 14].

❖ **L'impact répété**

Le test d'impact répété a été utilisé dans plusieurs travaux comme moyen de production des TTS [TUMB 18, SEKKAL 05, ZHANG 98, YANG 96, HOSS 17]. Le principe le plus simple de cette technique consiste à projeter des billes métalliques à grande vitesse sur la surface du matériau à tester. L'impact de la bille sur la surface entraîne une déformation plastique sévère, ce qui conduit par conséquent à une transformation microstructurale du matériau dans les zones de percussion.

❖ **Procédés SPD**

Les procédés SPD ont vu le jour dans le but d'améliorer les propriétés des matériaux. La technique se base sur le principe de la fragmentation de la microstructure en des grains de plus en plus petits. L'affinement de la microstructure est obtenu sous l'effet d'une large déformation plastique dans le métal. Il existe différents types de méthode de SPD : le laminage accumulé (Accumulated Roll Bonding (ARB)), le traitement par friction-malaxage (Friction Stir Processing (FSP)), le procédé d'extrusion angulaire à canal égal (Equal Channel Angular Pressing (ECAP)) et la torsion sous haute pression (High Pressure Torsion (HPT)), etc. Ces méthodes ont attiré l'attention des chercheurs pour l'étude des phénomènes de frottement et d'usure, particulièrement le procédé ECAP [SANK 21], le procédé FSP [AKBA 23] et le procédé de HPT [PENA 23, BEN 17]. Bien que l'utilisation de ces techniques date depuis longtemps, leur application à la production de TTS reste un domaine de recherche peu exploré. Seuls quelques travaux ont été consacrés à cette optique, tels que ceux de [LANG 2016, ESHA 2021] qui utilisent le

procédé de FSP et les nombreuses études basées sur la méthode de HPT de [BUSQ 09, DESC 11 a, DESC 11 b, JHON 00, PENA 23].

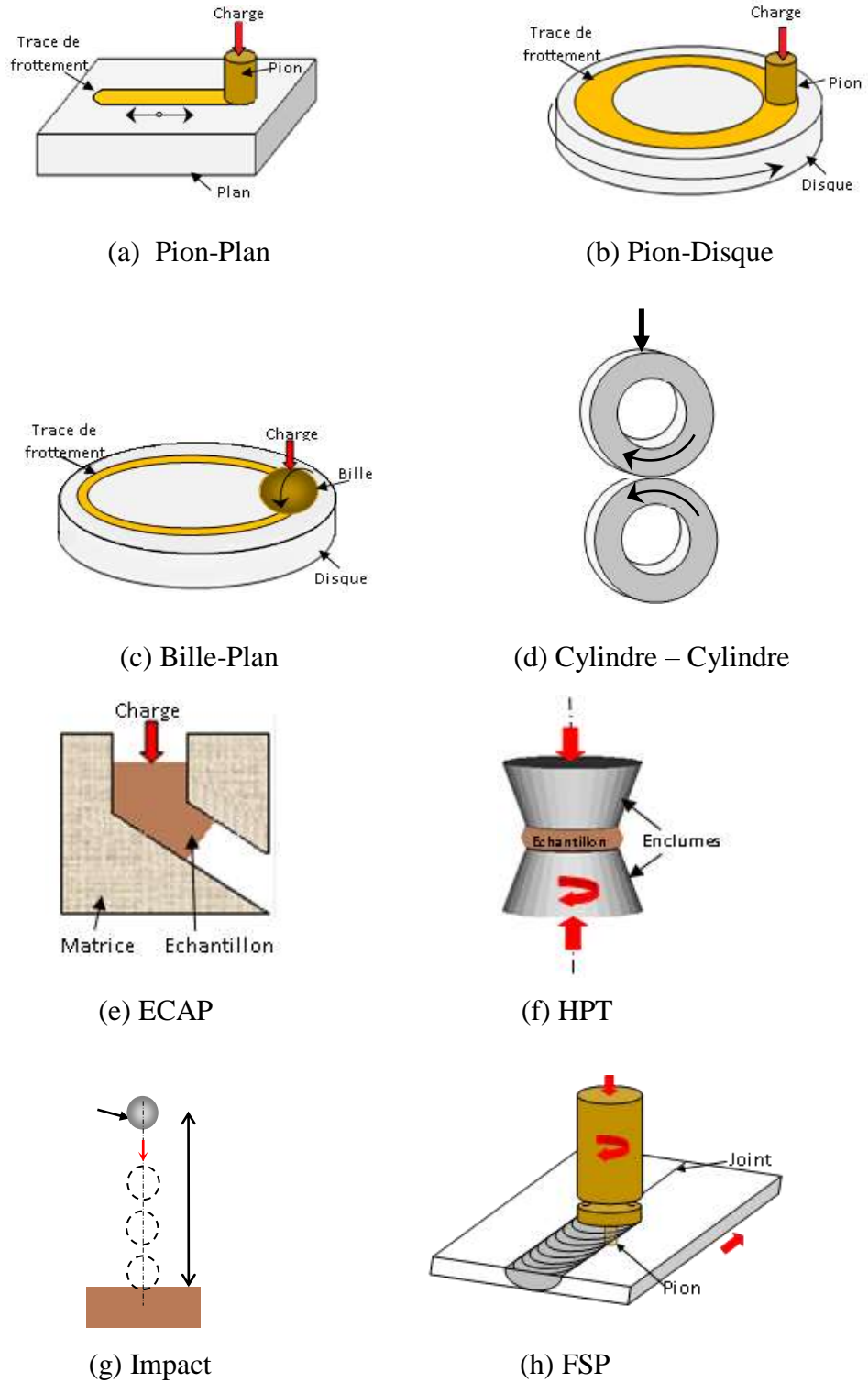


Figure III.1 : Schémas de quelques dispositifs utilisés pour l'étude des TTS

Dans le cadre de cette thèse, notre attention se porte sur l'utilisation de la méthode de déformation HPT qui reçoit actuellement plus d'attention. En effet, cette méthode permet de contrôler avec précision les paramètres de processus tels que la contrainte de cisaillement, la pression hydrostatique et la température, ce qui permet de reproduire des conditions de contact similaires à celles rencontrées dans des applications réelles.

Cette technique, introduite pour la première fois par le professeur P.W. Bridgman en 1935 [BRID 35], consiste à appliquer simultanément des contraintes de compression et de cisaillement pour obtenir un raffinement significatif de la microstructure. La méthode HPT a été appliquée à une large gamme de matériaux, incluant les éléments purs, les alliages métalliques, les verres, les roches et minéraux, les matériaux biologiques, les polymères, ainsi que divers composés organiques et inorganiques.

Le procédé de HPT est couramment associé à la technologie des matériaux et à la métallurgie. De nombreuses études ont été menées (par exemple, les travaux de [LEWA 98, ZHIL 08, PIPP 09, EDAL 11, SCHW 20]) avec pour objectifs principaux :

- l'analyse des propriétés des matériaux et la compréhension de leur comportement sous des conditions extrêmes,
- le développement des matériaux de haute performance par l'exploration de nouveaux alliages, visant à améliorer leur résistance dans des environnements exigeants,
- l'étude du comportement de la déformation plastique et des modes de rupture ; afin de concevoir des matériaux qui minimisent le risque de défaillance présentant un faible risque sous des conditions de charge extrême.

La technique de HPT consiste à déformer un échantillon en forme de disque entre deux enclumes. L'échantillon est soumis simultanément à une pression élevée et à un cisaillement intense. Sous l'effet de la force axiale, l'échantillon est soumis à une pression hydrostatique de l'ordre de plusieurs gigapascals (GPa). La rotation des enclumes induit un cisaillement de l'échantillon. Le cisaillement est possible grâce à la force de frottement entre les enclumes et l'échantillon.

Il existe trois configurations expérimentales couramment utilisées (voir figure III.2) pour déformer les matériaux sous HPT [ZHIL 07] :

- Contact confiné : Le contact confiné implique l'absence d'espace libre entre l'échantillon et l'enclume, ce qui empêche la matière de s'échapper du contact. La

géométrie de l'enclume est la solution commode pour assurer un confinement homogène de l'échantillon lors d'un procédé de HPT. La pression hydrostatique, est appliquée uniformément sur toute la surface de l'échantillon.

Ainsi, les effets de bord, qui peuvent perturber la déformation et la microstructure, sont minimisés. On obtient généralement des microstructures extrêmement fines et uniformes. Cependant, la réalisation d'expériences dans des conditions parfaitement confinées s'avère complexe en pratique, notamment pour les échantillons de petite taille. En effet, l'inconvénient majeur de la technique HPT réside dans la limitation de la taille des échantillons, dont l'épaisseur n'excède généralement pas le millimètre. De plus, le risque d'endommager les enclumes est non négligeable. Pour pallier ces problèmes, les chercheurs privilégient la disposition quasi-confinée, qui est la disposition la plus commune.

– Contact quasi-confiné : Cette disposition représente une situation intermédiaire entre le contact parfaitement confiné et le contact non confiné. Les mesures de confinement prises dans ce cas limitent au maximum l'écoulement du matériau. Généralement, l'échantillon est placé dans une cavité usinée dans l'enclume inférieure, de sorte que la hauteur de l'échantillon soit supérieure à la profondeur de la cavité, ce qui permet d'obtenir un écoulement de matière limité.

– Contact non confiné : lors de la déformation, le matériau est libre de s'écouler radialement vers l'extérieur. Une partie du matériau peut donc être expulsée du contact si la pression n'est pas suffisante pour le maintenir en place, ce qui entraîne une faible pression hydrostatique et un amincissement important de l'échantillon. La déformation présente une certaine hétérogénéité, tout comme la microstructure, en particulier dans les zones proches du contact.

En pratique, les essais de HPT peuvent être réalisés en utilisant différentes géométries d'échantillons, dont la plus couramment utilisée est le disque [BUSQ 09, DESC 11 a, DESC 11 b]. Cependant, ces dernières années, les chercheurs ont exploré l'utilisation d'échantillons annulaires [WETS 05, HARA 08], qui permettent de minimiser l'effet de frottement entre l'échantillon et les enclumes, et ainsi d'étudier l'influence de la géométrie sur la localisation de la déformation. D'autres études spécifiques ont recours à des géométries plus complexes, telles que des échantillons entaillés ou percés, afin de créer des concentrations de contraintes et d'étudier la propagation des fissures.

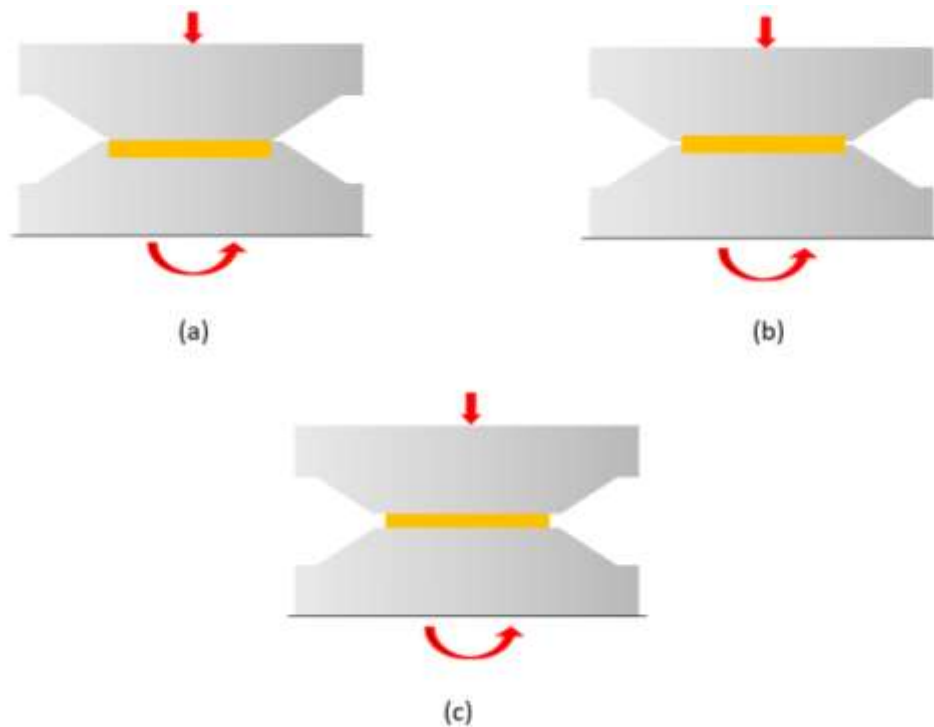


Figure III.2 : Illustrations des configurations de déformation HPT : (a) Confinée, (b) Quasi-confinée et (c) Non confinée

Bien que les échantillons soient caractérisés par leur diamètre et leur hauteur, ces dimensions influencent significativement la répartition des contraintes, la localisation des déformations et la stabilité globale de l'échantillon. Afin de minimiser le fluage et les effets de bord lors de l'essai, il est judicieux de prendre en considération le rapport hauteur/diamètre.

III.3. Moyens de caractérisation des TTS

Les modifications subies par le matériau lors de la formation des TTS, ainsi que les variations plus ou moins importantes de ses propriétés, offrent des marqueurs potentiels pour l'étude de ces structures. Cependant, l'analyse expérimentale est limitée par les techniques de caractérisation. À l'instar des couches de Beilby qui étaient initialement considérées comme amorphes [BOWD 50] en raison de la limitation des moyens d'observation à l'époque, certaines structures de TTS ont également été classées de la sorte [WUSA 11]. Grâce aux progrès technologiques dans le domaine de l'instrumentation, il est désormais possible d'étudier ces structures avec une précision accrue et à des échelles plus fines. Les TTS obtenues dans la plupart des travaux présentent des tailles de grains de

l'ordre du nanomètre [BUSQ 09]. Dans la littérature, plusieurs techniques de caractérisation, associées aux différents niveaux de résolution, sont possibles pour l'analyse de ces structures en surface et en volume (voir figure III.3).

Dans un premier temps, une vue globale des surfaces frottées est jugée nécessaire pour déterminer les conditions de contact ayant conduit à la formation des TTS, telles que le glissement ou l'adhésion aux interfaces des corps frottants, ainsi que le détachement du troisième corps [BUSQ 09, DESC 11 b]. La microscopie optique (MO) et/ou la microscopie électronique à balayage (MEB) sont fréquemment utilisées pour obtenir des images dans un champ d'observation étendu, allant de 1 micromètre à 1 millimètre.

- Microscopie électronique à balayage (MEB) : Le MEB permet aussi la caractérisation de la TTS à une échelle plus petite [BUSQ 09, DESC 11 b, TUMB 16, HOSS 17]. On parle alors d'une caractérisation locale de la microstructure, plus détaillée. À ce niveau d'observation, d'autres techniques à plus haute résolution, dont le champ d'observation est compris entre 10 micromètres et 10 nanomètres, peuvent être employées. Les plus fréquemment utilisées sont :

- Microscopie électronique à transmission (MET) : cette technique s'est avérée indispensable pour l'analyse fine de la microstructure des TTS [TAKA 10, NEWC 84, KUMA 19, WU 18, AKCA 02]. Elle permet l'observation de détails à l'échelle atomique, tels que les dislocations. Néanmoins, elle nécessite une préparation d'échantillons très minces, généralement par usinage à l'aide d'un faisceau d'ions focalisé. Cette préparation limite les structures observées en MET à une longueur d'environ dix micromètres.

- Diffraction des électrons rétrodiffusés, connue sous le nom (EBSD) (d'après l'anglais : Electron Backscatter Diffraction) : La technique EBSD est utilisée pour mesurer l'orientation cristallographique de chaque grain dans le matériau. Elle offre la possibilité de tracer la cartographie de la taille des grains. Elle permet de cartographier la taille des grains et d'identifier les différentes phases présentes dans le matériau, fournissant ainsi des informations détaillées sur la composition et la microstructure des TTS [THIE 22, HOSS 17, KUMA 19, WU 18].

- Indexation automatique de diagrammes de diffraction (ACOM) (D'après l'anglais : Automated Crystal Orientation Mapping) : La technique ACOM a été utilisée également pour l'analyse de la TTS [WU 16, WU 18]. Elle est réalisée sur MET, selon un

principe similaire à la EBSD pour le MEB. Elle permet de déterminer l'orientation cristallographique en chaque point du matériau et d'établir des cartographies d'orientation. De plus, elle permet d'étudier les matériaux multiphasés avec une résolution supérieure à celle de l'EBSD. Bien que l'indexation puisse être complexe en raison de la présence d'un grand nombre de dislocations dans le matériau, le MET offre une solution, fournissant des détails plus précis et permettant ainsi une cartographie améliorée.

- Diffraction des rayons X (DRX) (on utilise aussi l'abréviation anglaise XRD pour X-Ray Diffraction) : reposant sur l'analyse des pics de diffraction X, cette technique permet de détecter de manière plus ou moins directe l'évolution cristallographique du matériau lors de la formation des TTS [WU 18, OSTE 01, AKCA 02].

- Microscopie acoustique à balayage (MAB) : Plusieurs travaux [GUO 05, GUET 96] ont proposé cette technique pour évaluer les phénomènes de frottement et d'usure. Selon [GUET 96], cette technique est prometteuse pour la visualisation non destructive des surfaces, des sous-surfaces et des volumes, ainsi que pour la caractérisation des propriétés élastiques locales des TTS. Elle est également utilisée pour cartographier des phases présentes dans les matériaux.

- Sonde ionique focalisée : La sonde ionique focalisée plus connue sous le nom sigle anglais FIB (Focused Ion Beam), permet une imagerie rapide avec bon contraste granulaire et des manipulations à l'échelle nanométrique des structures étudiées [DESC 11 b, CHEN 17, WUSA 11]. La FIB peut être utilisée pour préparer des lames minces pour l'observation en MET, permettant ainsi l'analyse de la composition chimique et une observation plus approfondie de la microstructure. D'autre part, cette technique est utilisée pour réaliser des coupes transversales dans la couche de TTS, permettant ainsi une étude en profondeur.

- Sonde atomique tomographique (SAT) : La sonde atomique tomographique (Atom Probe Tomography ou APT) est utilisée par de nombreux chercheurs [WU 18, ZHAN 06, CHEN 17, SCOT 06] pour analyser la composition chimique en trois dimensions à l'échelle nanométrique. Elle permet de localiser les atomes dans le cristal, révélant ainsi toute ségrégation d'atomes dans la structure. Cette technique est particulièrement intéressante, car elle permet de reconstruire une image tridimensionnelle de la distribution des atomes, ce qui est utile pour étudier les structures complexes et les

défauts présents dans le matériau. Cependant, son utilisation est limitée aux matériaux conducteurs.

Aujourd'hui, il est judicieux d'adopter une approche multi-échelle qui combine des techniques telles que l'EBSD, qui caractérise le matériau à l'échelle locale, et la spectroscopie des rayons X, qui offre une analyse globale, afin d'obtenir des informations plus complètes sur la formation et l'évolution des TTS. La cartographie par EBSD permet de mettre en évidence le lien entre les aspects microstructuraux en surface (tels que la taille de grain, la densité de dislocations GND, etc.) et les propriétés mécaniques quantifiées au même endroit par tests nano-mécaniques [TUMB 18].

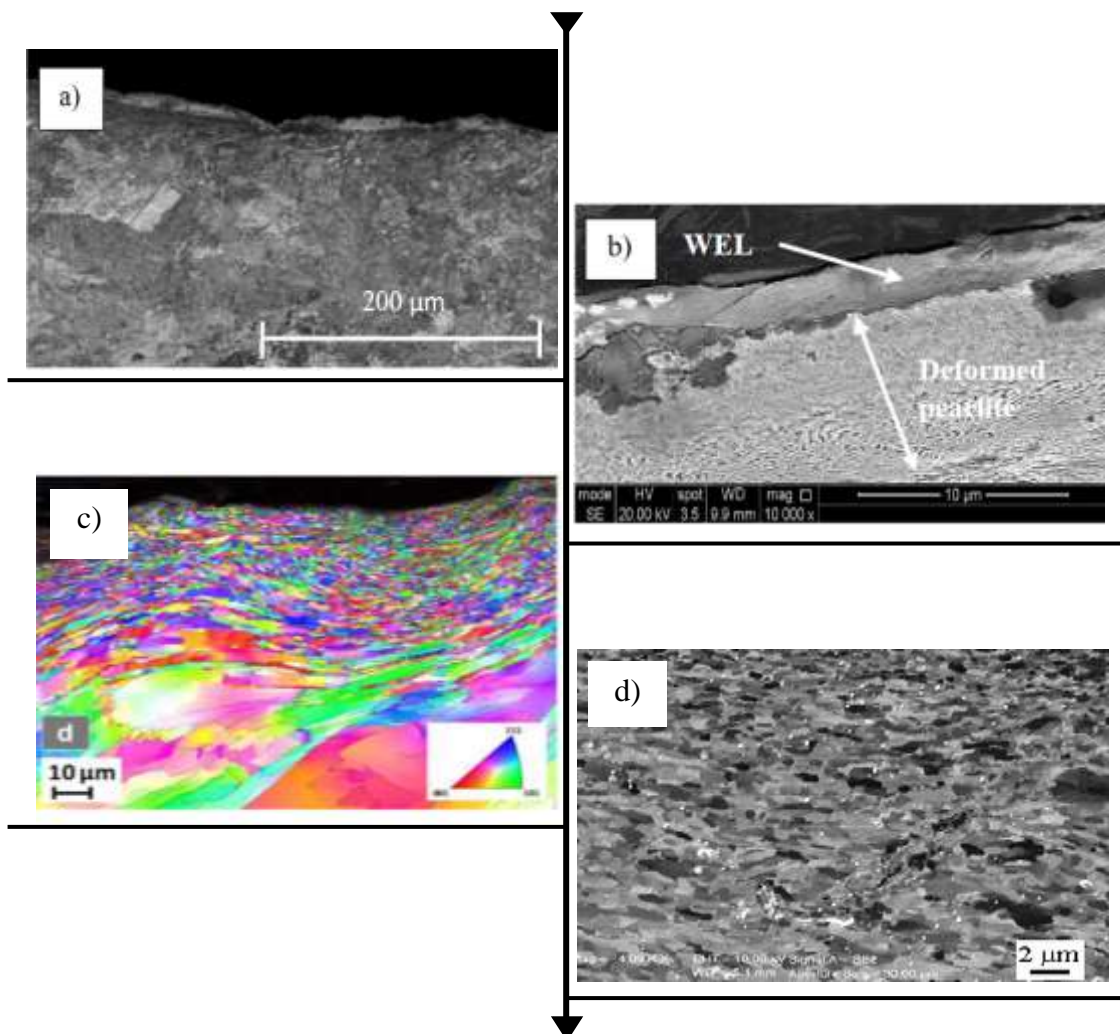


Figure III.3 : Caractérisation microstructurale de TTS par différentes techniques : a) MO, b) MEB (D'après [MESA 20]), c) EBSD map (D'après [TUMB 16]), d) FIB (D'après [DESC 11 b])

En plus des techniques d'observation utilisées pour caractériser les TTS, des mesures de dureté sont souvent effectuées pour confirmer la présence de ces couches, ce qui permet de déterminer le gradient de déformation plastique dans le matériau testé [BAUM 96, BLANC 91, MESA 20, ZHOU 16, ELEO 09]. Les chercheurs quantifient la dureté par des mesures de microdureté ou de nanodureté. Le choix de la méthode dépend principalement des spécificités des échantillons, la nanodureté étant idéale pour l'étude des matériaux et des structures de très petite taille (voir figure III.4).

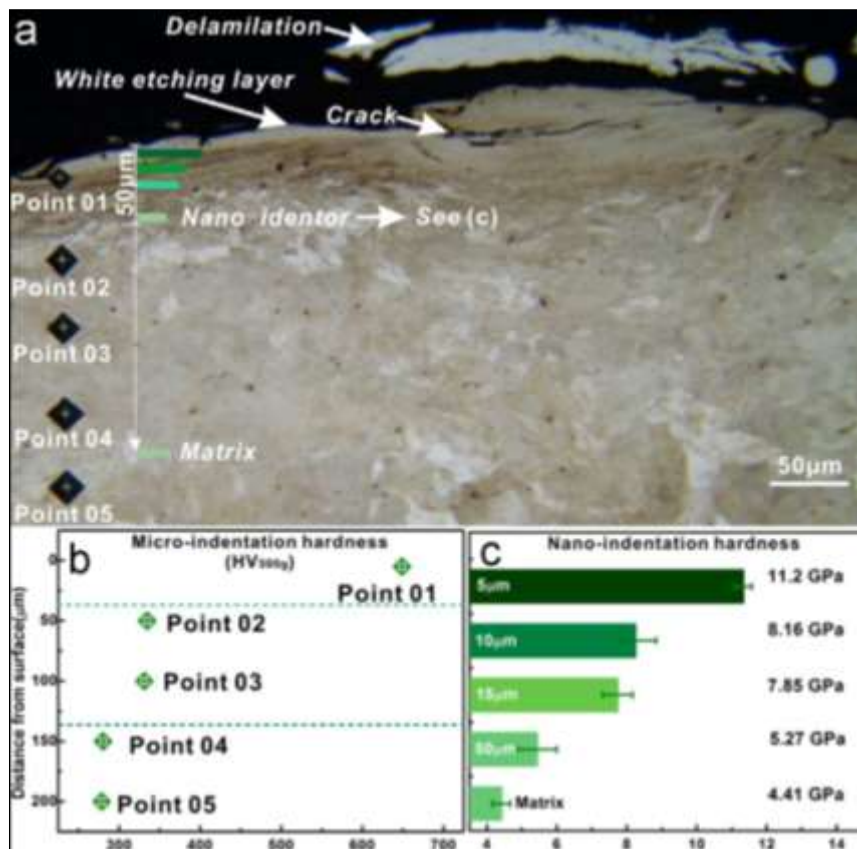


Figure III.4 : Exemple de mesure de dureté dans les couches TTS (D'après [ZHOU 16] :
 (a) Positions des mesures de dureté, (b) Distribution de la micro-dureté et (c) Variation de
 la nano-dureté

Malgré la diversité des moyens d'étude et de caractérisation des TTS, certains contacts présentent quelques difficultés d'étude et d'analyse. Ces difficultés résident principalement dans la complexité d'instrumenter les contacts étudiés avec les moyens expérimentaux nécessaires pour étudier certains contacts mécaniques. Pour pallier ces

difficultés et combler le manque d'informations difficilement accessibles, les scientifiques ont eu recours aux calculs numériques pour mieux comprendre surtout les mécanismes complexes qui impliquent des phénomènes multiphysiques.

L'outil informatique a gagné sa place pour plusieurs raisons, principalement pour réduire le coût des expérimentations, parfois très élevé. Ainsi, plusieurs travaux [BUSQ 09, HALL 14, DESC 11 b, ELEO 09, BERN 16, UMBR 09, SEO 11, SUN 23] ont été réalisés dans le but de comprendre les phénomènes complexes qui régissent le frottement et l'usure (voir figure III.5).

Il est crucial de reconnaître les limites inhérentes aux calculs et de les intégrer aux résultats expérimentaux pour obtenir les intégrer une compréhension complète des systèmes tribologiques.

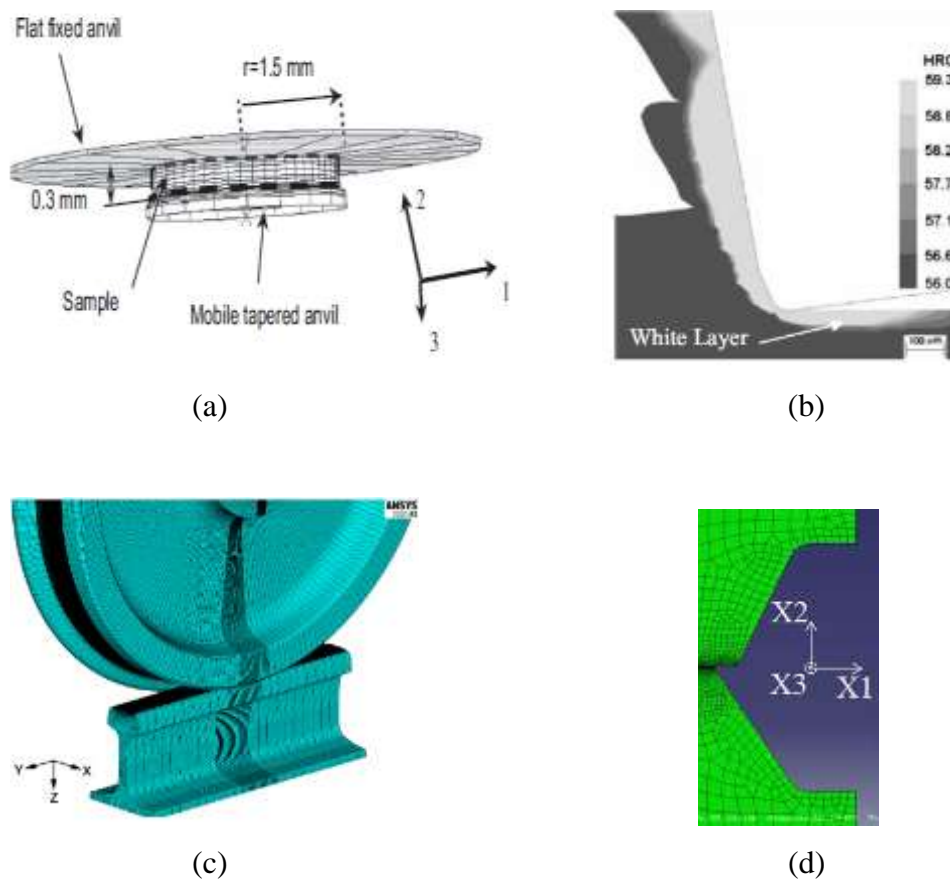


Figure III.5 : Exemples de contacts simulés pour l'étude de TTS : (a) D'après [BUSQ 09], (b) D'après [UMBR 09], (c) D'après [SUN 23], (d) D'après [HALL 14]

III.4 Démarche expérimentale

Comme on l'a déjà mentionné, les essais menés dans le cadre de ce travail sont réalisés au sein du laboratoire LaMCoS de l'INSA de Lyon-France. Les expérimentations se sont toutes déroulées dans des conditions de frottement sec, à l'air ambiant. La campagne des essais vise à explorer la réponse du matériau sous les sollicitations composées de torsion sous haute pression.

III.4.1 Description de dispositif expérimental

Les essais ont été effectués à l'aide du dispositif expérimental RHEOS disponible à LaMCoS (voir figure III.6). Il s'agit d'un nouveau dispositif similaire au dispositif classique de Bridgman de type « enclumes opposées » [BRID 35]. Il est composé de deux enclumes opposées disposées verticalement. Les enclumes de forme conique sont faites de carbure de tungstène. L'enclume supérieure est fixe, alors que l'enclume inférieure est mobile et peut se déplacer verticalement à l'aide d'un vérin qui assure la montée et la descente avec des vitesses et des accélérations variables.

RHEOS permet d'appliquer une charge contrôlée allant jusqu'à 75 T. L'enclume inférieure peut tourner dix tours dans les deux sens. L'angle de rotation est piloté par un moteur qui permet une large fourchette de vitesse de rotation, qui varie entre 1 tr/24 h et 1 tr/s, avec des accélérations réglables. La rotation est lancée lorsque la pression est stabilisée. L'échantillon placé sur l'enclume inférieure est comprimé entre les deux enclumes. RHEOS permet d'utiliser des enclumes de diamètres variant de 3 mm à 12 mm, correspondant aux diamètres des échantillons (comme on l'a déjà évoqué, la méthode HPT est limitée à de petits échantillons en forme de disque). L'épaisseur des échantillons peut aller de 0.15 mm à 2 mm, pour rester dans la plage de mesure des capteurs.

Le RHEOS permet l'acquisition simultanée de l'écrasement des échantillons, du couple de torsion et des efforts de compression. En fait, le dispositif est équipé d'un couplemètre et de capteurs de déplacements (voir figures III.6 et III.7). Il existe deux types de mesures de déplacement :

- La mesure du déplacement global, qui se fait par l'intermédiaire du capteur de déplacement du vérin. Ce capteur est un capteur à contact inductif. Il balaye un intervalle de 200 mm.

- La mesure d'écrasement, qui est fournie par trois capteurs à contact à distance, placés à 120° l'un de l'autre. Ils mesurent l'écrasement des échantillons dans une gamme de 0.15 mm - 2,15 mm.

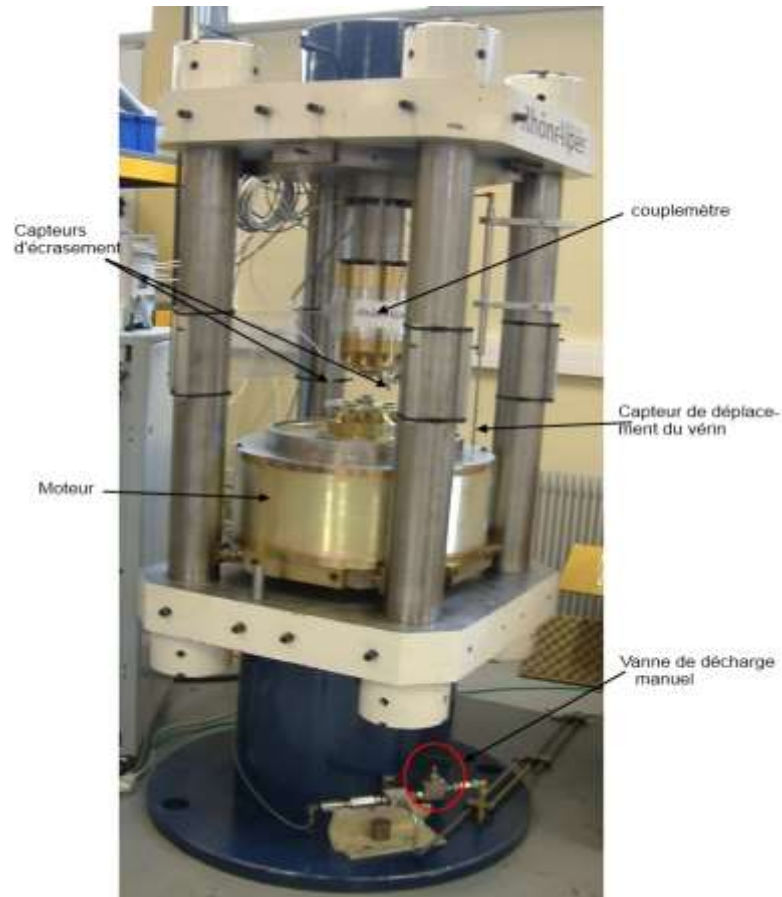


Figure III.6 : Dispositif d'essais RHEOS

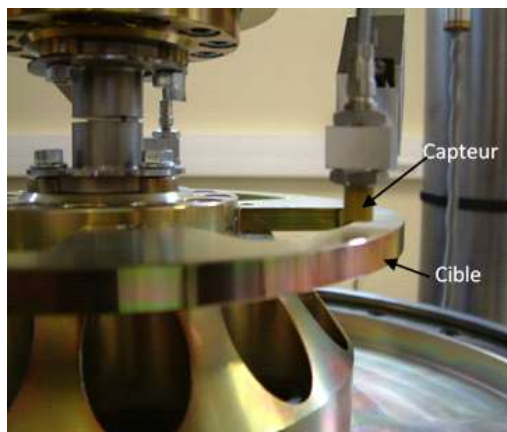


Figure III.7 : Capteurs d'écrasements

Les différentes mesures permettent le calcul de la valeur de la contrainte imposée au disque ainsi que de la déformation équivalente. La contrainte imposée au disque est donnée par la formule [KUHL 91, LIM 07] :

$$\sigma_0(r) = \frac{\sqrt{3}}{2\pi r^3} C \left[3 + \left(\frac{\partial \ln C}{\partial \ln N} \right) + \left(\frac{\partial \ln C}{\partial \dot{N}} \right) \right] \dots \dots \dots (1)$$

et la déformation équivalente est calculée comme :

$$\varepsilon_{eq} = \frac{2\pi N r}{\sqrt{3} h} \dots \dots \dots (2)$$

; où N est le nombre de tours de rotation et r et h représentent respectivement le rayon et l'épaisseur du disque. Pour prendre en compte le changement d'épaisseur, la valeur de h est calculée comme étant la moyenne de l'épaisseur au début de la rotation et de l'épaisseur à la fin de l'essai.

D'après l'équation (1), la déformation est nulle au centre de l'échantillon et augmente linéairement avec le rayon. Cette relation implique que la déformation est hétérogène dans la direction radiale. Il convient de rappeler que l'évaluation des contraintes et des déformations se fait à la périphérie de l'échantillon, à la zone des valeurs maximales.

III.4.2 Matériau de l'étude

Dans ce travail, les essais sont réalisés sur des échantillons en magnésium de haute pureté (99,93 %). La composition chimique et les principales caractéristiques mécaniques du matériau sont regroupées dans le tableau III.1 et le tableau III.2 respectivement.

La sélection du matériau pur est justifiée par le fait qu'il présente un comportement de déformation plastique moins compliqué que les matériaux alliages, sans effet des éléments alliages, ni effets des atomes d'impuretés, ni observations de transitions de phases, etc. Dans ce cas, la formation de TTS peut être décrite comme une nanostructuration des grains, avec une amélioration de la dureté. Par conséquent, dans ce qui suit, les TTS seront considérées comme des transformations tribologiques de structures.

Module de Young (E) [GPa]	Coefficient de Poisson (ν)	Dureté Vickers ($H_{V0.1}$) [MPa]	Limite d'écoulement [MPa]	Densité à 20° [10 ³ Kg\m ³]
45	0.291	35-45	185-232	1.74

Tableau III.1 : Caractéristiques mécaniques du magnésium pur

Composants	Al	Si	Mn	Ni	Zn	Cu	Fer	Mg
en masse (PPM)	70	50	170	<10	<20	<20	280	Reste

Tableau III.2 : Composition du magnésium pur

La figure III.8 présente la microstructure initiale de l'échantillon de magnésium avant déformation. On observe une distribution aléatoire de la taille des grains. La taille de grain moyenne est évaluée à 70 μm . Il est important de noter que l'analyse de cette microstructure ne révèle aucune texture cristalline, c'est-à-dire aucune orientation préférentielle des grains. Comme, on l'a évoqué précédemment, dans cette étude, la seule réponse du matériau se traduit par un raffinement des grains.

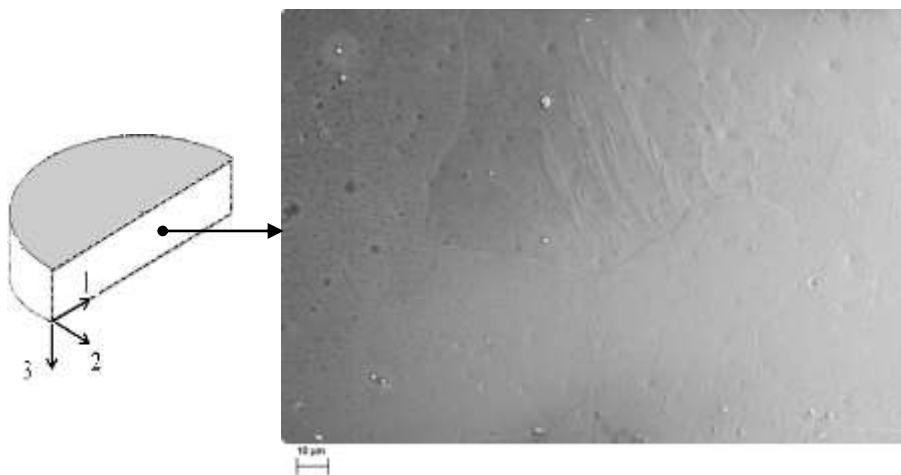


Figure III.8 : Microstructure initiale du matériau utilisé

III.4.3 Préparation des échantillons pour essais

Les échantillons utilisés ont un diamètre de 6 mm et une épaisseur de 0,3 mm. Les échantillons ont été coupés à partir d'une barre extrudée de diamètre de 6 mm. Pour réussir la découpe et éviter la déformation des échantillons, la barre de magnésium est insérée dans un tube de diamètre interne égal à 6 mm et d'un diamètre extérieur égal à 8 mm, comme montré sur la schématisation de la figure III.9. L'ensemble est ensuite découpé à l'aide d'une tronçonneuse de précision.

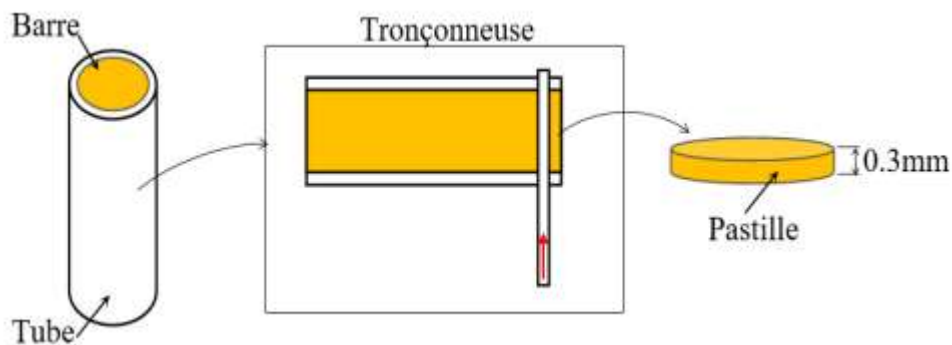


Figure III.9 : Schéma de découpage des échantillons de magnésium

Après la découpe, les échantillons sont polis pour être ensuite nettoyés par ultrasons. Ils sont par la suite rincés à l'alcool et séchés à l'air chaud. Les enclumes sont également préparées avant chaque essai. Ils sont polis jusqu'à obtention d'une surface miroir ($R_a = 0,1 \mu\text{m}$). Pour améliorer l'accrochage mécanique, un profil de surface est ensuite créé sur la surface des enclumes dans deux directions perpendiculaires par rapport au sens des rayures (voir la figure III.10).

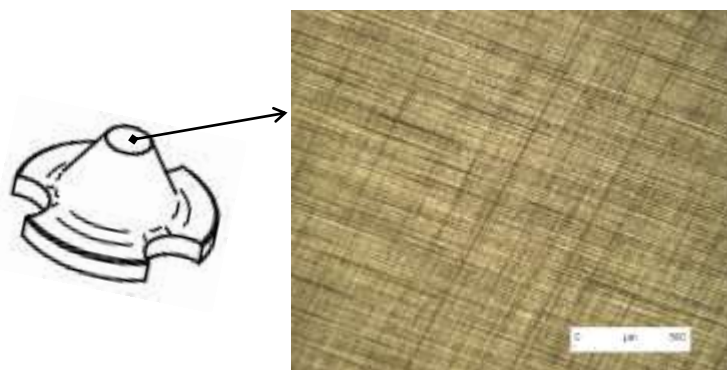


Figure III.10 : État initial de surfaces des enclumes

Les enclumes sont par la suite nettoyées dans des bains d'alcool ultrasonore. Les surfaces des enclumes sont rincées et séchées. Le protocole ainsi établi garantit la plus grande reproductibilité des états de surface de l'enclume pour tous les essais.

Il est à noter que le polissage des enclumes ne doit pas altérer la planéité. Pour conserver cette propriété, un support de polissage est conçu pour assurer une fixation stable et uniforme de l'enclume pendant l'opération. Après chaque polissage, les surfaces sont vérifiées à l'aide d'un profilomètre pour tracer le profil obtenu. Pour considérer l'enclume plane, les écarts de planéité ne doivent pas dépasser le micromètre.

III.4.4 Description d'un essai type

L'essai de HPT se déroule généralement en deux étapes distinctes (voir la figure III.11). Dans la première étape, une force normale est appliquée à l'échantillon par le rapprochement des enclumes pour le mettre en compression. Par exemple, une force de 27 kN génère une pression nominale de 1 GPa sur les surfaces de l'échantillon. Au cours de la deuxième étape, une vitesse de rotation constante (0.5 tour par minute) est imposée à l'échantillon pendant 30 secondes, générant ainsi un cisaillement à l'interface entre l'échantillon et les enclumes.

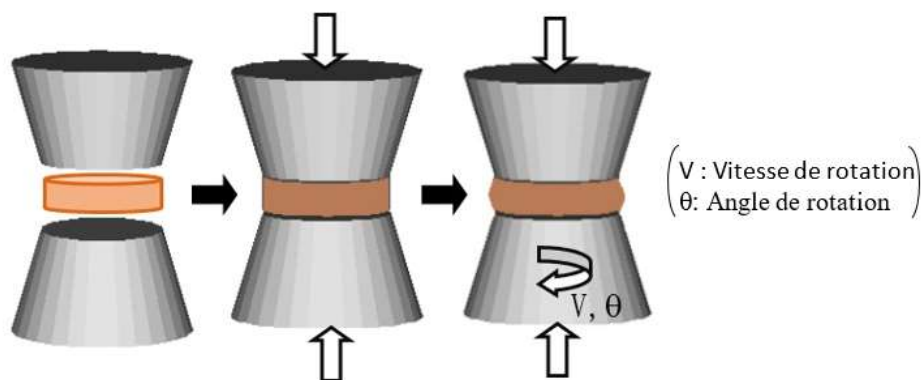
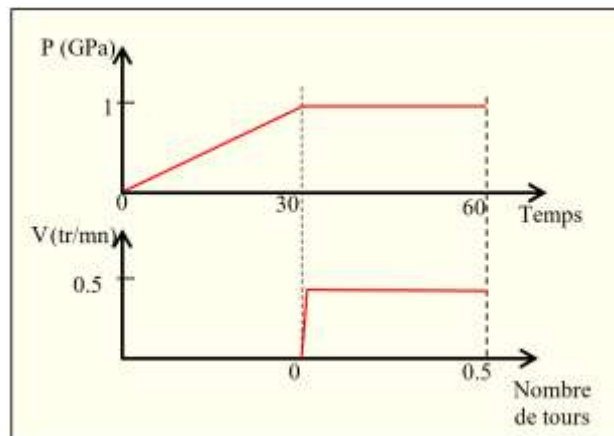


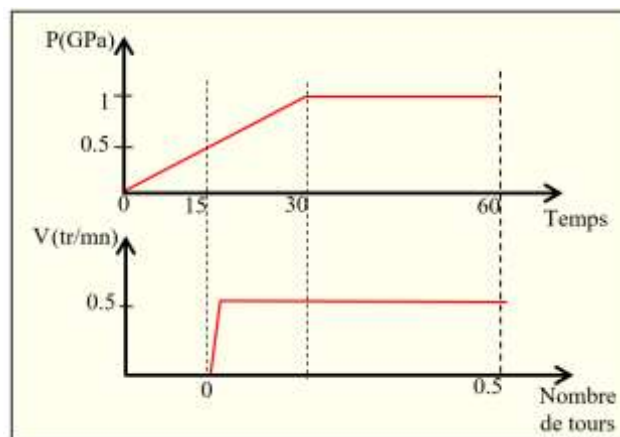
Figure III.11 : Etapes de déformation sous HPT

Une série d'expériences est ainsi organisée visant à étudier l'influence de différents paramètres (charge normale, vitesse de rotation, mode opératoire et confinement) sur le comportement du matériau. Compte tenu du manque de données détaillées sur le comportement de surface lors de processus HPT, notamment en ce qui concerne la des TTS dans le magnésium, les conditions expérimentales ont été définies en s'appuyant sur des travaux antérieurs [BUSQ 09, DESC 11 b].

Deux modes d'essai ont été mis en œuvre : le premier mode, dit « classique », consiste en un chargement jusqu'à 1 GPa suivi d'une rotation, tandis que le deuxième mode, appelé « mi-chargement », initie la rotation à mi-chargement. Ce dernier mode est établi dans le but d'étudier l'influence du chargement sur l'adhérence et la déformation du magnésium. La figure III.12 illustre le déroulement des essais lors des deux modes opératoires. Ces essais sont entièrement automatisés, permettant de définir et de maintenir les conditions de contacts désirées.



(a)



(b)

Figure III.12 : Modes opératoires sur RHEOS : (a) Classique, (b) Mi-hargement

Des essais complémentaires ont été réalisés en mode classique avec confinement du contact. Pour ce faire, des bagues en bronze ont été utilisées sur les enclumes à tétons cylindriques de 6 mm de diamètre (voir figure III.13), pour empêcher tout écoulement du matériau hors du contact.

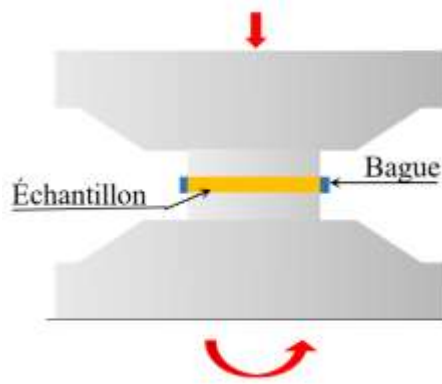


Figure III.13 : Contact confiné

Finalemment et avant chaque essai, tous les outils utilisés pour réaliser l'essai subissent un cycle de démagnétisation. Cette opération a pour but de ne pas perturber le positionnement des échantillons sur les enclumes en éliminant tout champ magnétique résiduel dans celles-ci.

Au cours de l'essai, un système d'acquisition de données permet d'enregistrer en continu l'évolution des différents paramètres expérimentaux, tels que la charge appliquée (et par conséquent la pression de contact), le couple de torsion et l'écrasement de l'échantillon. Les données enregistrées permettent d'établir une description globale du comportement du matériau sous de telles sollicitations.

III.4.5 Préparation des échantillons pour observation

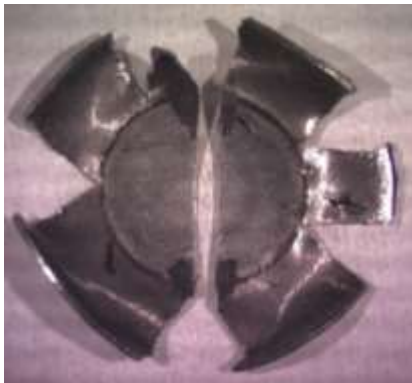
Après chaque essai, une analyse métallurgique combinant la technique de la microscopie optique, le MEB et la FIB est réalisée afin d'étudier les évolutions microstructurales et morphologiques à différentes échelles.

La préparation des échantillons est une étape indispensable à toute observation microscopique. L'opération vise à rendre l'échantillon plus compatible avec le moyen d'observation choisi. Comme nous l'avons déjà évoqué, les moyens utilisés pour la caractérisation du comportement du matériau en surface et en volume sont le MO, le MEB et la FIB.

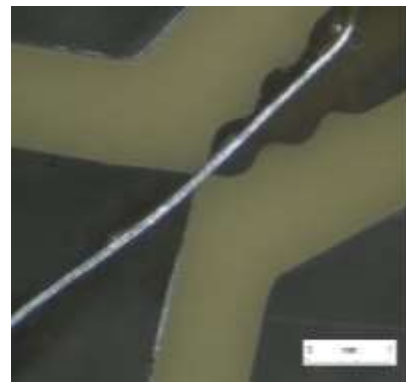
Le protocole de préparation des échantillons comprend un polissage de la surface suivi d'une attaque chimique. Dans un premier temps, l'échantillon subit une série de polissages utilisant du papier abrasif de granulométrie décroissante (1200, 2400, 4000), suivie d'un polissage final à la pâte diamantée pour obtenir une surface miroir. Après chaque polissage, l'échantillon est soigneusement nettoyé pour enlever les résidus collés à la surface. Par la suite, une attaque chimique à l'acide nitrique (HNO_3) est appliquée à la surface pour dévoiler la structure du magnésium.

Pour analyser la microstructure de l'échantillon déformé, celui-ci est enrobé dans de la résine durcissante à l'ambiante (voir figure III.14). L'enrobage est nécessaire pour faciliter sa manipulation et réaliser des coupes. Après démoulage, l'échantillon enrobé est coupé selon le plan (1,3) (voir figure III.8) à l'aide d'une scie à fil.

La surface obtenue est ensuite polie progressivement à l'aide de papier abrasif, en suivant la même procédure que précédemment. L'échantillon subit ensuite un polissage de finition en utilisant du liquide diamanté de $3 \mu\text{m}$ sur des draps de polissage adaptés. Ensuite, les échantillons sont nettoyés de tout résidu dans des bains ultrasonores. Les surfaces sont ensuite rincées à l'éthanol et séchées à l'air chaud.



(a)



(b)

Figure III.14 : Préparation des coupes : (a) Plan de coupe, (b) Échantillon enrobé

Pour l'analyse du comportement du contact, une approche multi-échelle a été adoptée. La première observation de l'échantillon après déformation est effectuée à la loupe binoculaire, qui offre une vue globale des différentes surfaces (échantillons et enclumes). Cette étape ne nécessite aucun polissage de l'échantillon.

Une caractérisation plus détaillée est ensuite obtenue à l'aide de la microscopie optique présentant un meilleur pouvoir de résolution. Ces deux techniques permettent de localiser les zones d'intérêt pour une analyse plus fine. Grâce aux moyens disponibles aux laboratoires LaMCoS et MatéIS de l'INSA de Lyon (le MEB et la FIB), il a été possible d'accéder à la microstructure des matériaux tant en surface qu'en volume, révélant ainsi des et permettant d'analyser les modifications apparues à l'échelle nanométrique.



(a)



(b)

Figure III.15 : Techniques d'observation utilisées: (a) MO, b) MEB-EDX

III.4.6 Reproductibilité des essais

La reproductibilité des essais a été évaluée à deux niveaux : d'un côté, en comparant les courbes rhéologiques et, d'autre part, en examinant l'état des surfaces frottées. Les résultats obtenus (suite à un nombre suffisant d'essais dans les différents modes opératoires) ont permis de confirmer la reproductibilité des résultats.

Un résultat reproductible n'est possible que par un contrôle rigoureux et continu des conditions expérimentales, en particulier lorsque la machine est soumise à de fortes pressions.

Lors de ce type d'essais, une attention particulière est accordée à la coaxialité des enclumes (l'alignement parfait des enclumes) et aux problèmes de glissement à l'interface de contact. Afin d'assurer un contact uniforme entre l'échantillon et les enclumes, un contrôle régulier de la coaxialité des enclumes est effectué. Pour plus de précaution, on utilise souvent une combinaison d'enclumes de diamètres différents (une enclume de diamètre 6 mm contre une autre de diamètre 10 mm, c'est-à-dire l'enclume supérieure de diamètre plus grand que l'enclume inférieure).

Pour remédier au phénomène de glissement à l'interface échantillon/enclumes, phénomène fréquent lors de la déformation HPT, les surfaces des enclumes subissent un traitement spécifique (voir figure III.10) pour améliorer l'accrochage mécanique lors du frottement. En pratique, le problème de glissement compromet la fiabilité des mesures en induisant des erreurs significatives, notamment sur le couple de torsion. La préparation des enclumes est décrite en détails dans la section III.4.3. Le choix d'appliquer un rayage à la surface des enclumes est motivé par l'efficacité d'application et surtout la simplicité de mise en œuvre. Par ailleurs, une caméra haute résolution a été utilisée pour suivre l'essai et vérifier le glissement à l'interface, fournissant ainsi des données supplémentaires pour une interprétation plus fiable.

III.5 Conclusion

Cette étude a pour objectif de corréler les résultats obtenus en surface et en volume afin de décrypter avec précision le comportement complexe du contact étudié. La méthodologie expérimentale, requise pour aboutir à ces résultats a été rigoureusement

définie et détaillée dans ce chapitre, a permis de réaliser une série d'essais sous diverses combinaisons de paramètres.

À l'issue de chaque essai, des analyses approfondies ont été menées pour caractériser les phénomènes se manifestant à l'interface, mettant en lumière les mécanismes en jeu. Le respect scrupuleux des protocoles de préparation et de manipulation, précédemment exposés, a été primordial pour garantir la cohérence et la fiabilité des résultats obtenus.

La cohérence des données recueillies atteste de la pertinence et de la qualité du protocole expérimental mis en place, ouvrant la voie à une interprétation fine des résultats et à une compréhension approfondie du comportement du contact.

Chapitre IV : Résultats et discussions

IV.1 Introduction

Comme mentionné précédemment, les essais réalisés sont des essais de HPT. Cette étude se concentre principalement sur l'analyse de l'effet de la pression et du mode de chargement sur le comportement du matériau. En raison du manque de détails concernant le comportement de surface dans la plupart des études HPT, et plus particulièrement du manque d'études sur la génération de TTS dans le cas du magnésium, les paramètres d'essai ont été sélectionnés en s'appuyant sur des travaux antérieurs [DESC 11 a, BUSQ 09].

Afin d'étudier l'influence du chargement, nous avons fait varier la pression moyenne appliquée à l'échantillon tout en maintenant un angle de torsion final de 180° et une vitesse de rotation constante de 0,5 tr/min. Nous avons également exploré différents modes de chargement.

Dans les sections suivantes, nous nous intéresserons à la caractérisation du matériau sous deux aspects : (i) la dégradation de la surface et (ii) l'évolution de la microstructure. Des observations détaillées ont été effectuées sur les différentes zones de contact.

Dans un premier temps, nous présenterons en détail les résultats expérimentaux d'un essai classique réalisé sous une pression de contact de 1 GPa et à une vitesse de rotation de 0,5 tr/min. Cet essai servira de référence pour l'étude comparative de l'influence des divers paramètres de sollicitation sur le comportement du matériau en contact.

IV.2 Résultats et discussions

IV.2.1 Essai en mode classique (1 GPa, 0.5 tr/mn, 0.5 tour)

IV.2.1.1 Mesures de couple et d'épaisseur

Figure IV.1 présente l'évolution du couple (C) et de l'épaisseur de l'échantillon en fonction de la position angulaire (θ). La position angulaire instantanée est déterminée à partir du temps écoulé depuis le démarrage du moteur à la vitesse prédéfinie.

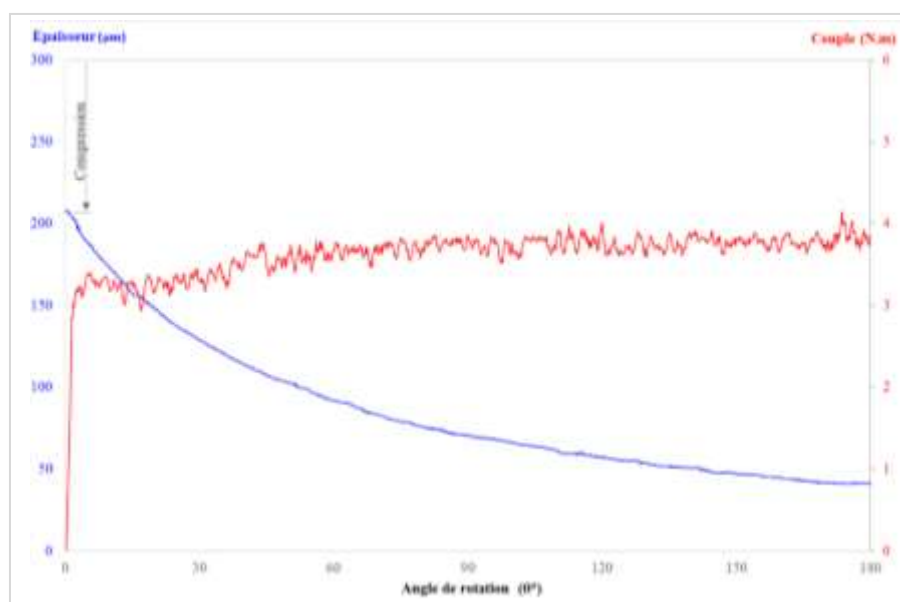


Figure IV.1 : Évolution de l'épaisseur et le couple mesurés en fonction de l'angle de rotation (conditions d'essai : 1 GPa, 0.5 tour, 0.5 tr/mn)

Pendant la phase de compression, la déformation du matériau suit rigoureusement la variation de la charge appliquée. Ce dernier a présenté un comportement typique de durcissement par écrouissage. À la fin de la compression, l'épaisseur est réduite à 207 µm, soit une variation d'environ 31 % par rapport à l'épaisseur initiale.

Au cours de la phase de torsion, l'échantillon subit une déformation plastique significative, entraînant un écoulement du matériau vers les bords. Le couple de torsion atteint rapidement 3 N.m pour un angle de rotation d'environ 2°, principalement en raison de l'accroissement des frottements à l'interface échantillon-enclume, induisant une torsion

du matériau. L'épaisseur de l'échantillon diminue progressivement d'environ 80 % au cours de cette phase.

Après 60° de rotation, le couple atteint une valeur maximale stable de 3,7 N.m. Cette stabilisation est attribuable à un état d'équilibre des forces de frottement à l'interface.

La corrélation entre la variation d'épaisseur de l'échantillon et le couple est due au travail supplémentaire impliqué dans la phase de rotation, associée à l'extrusion du matériau.

A la fin de l'essai, l'épaisseur est réduite à environ un huitième de l'épaisseur initiale. Dans le cas de contact non confiné, la réduction d'épaisseur est plus importante que dans les autres configurations de contacts de HPT, en raison de la diminution continue de l'épaisseur de l'échantillon.

La figure IV.2 présente la courbe contrainte-déformation obtenue à partir de ces calculs. On y observe un comportement typique des matériaux métalliques : une phase d'écrouissage initiale, caractérisée par une augmentation progressive de la contrainte nécessaire pour déformer le matériau, suivie d'une phase de stabilisation où la contrainte reste quasiment constante malgré l'augmentation de la déformation.

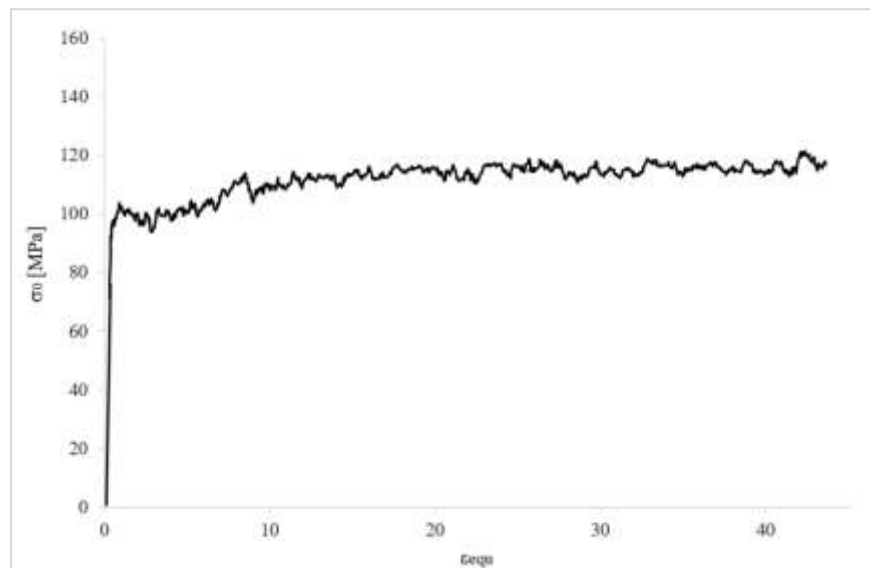


Figure IV.2 : Courbe contrainte-déformation

IV.2.1.2 Morphologie des surfaces frottées

La figure IV.3 (a) montre que l'échantillon a subi une déformation importante, qui se traduit par une modification de son épaisseur radiale par rapport à son état initial. Selon Kim [KIM 01], l'épaisseur de la pièce diminue avec la distance par rapport au centre en raison de l'état de contrainte plastique de compression plus élevé dans le centre par rapport au reste de l'échantillon pendant la phase de chargement. Ainsi, la zone périphérique est soumise à une contrainte de traction tandis que la zone centrale est soumise à une contrainte de compression. Les essais révèlent un écoulement radial du matériau plus important que celui observé lors des essais réalisés sur l'acier dans des conditions similaires [DESC 11 a]. L'acier, par contre, est moins déformé.

Il est clair que l'adhérence réduit l'écoulement radial de l'échantillon, mais elle ne peut pas l'empêcher totalement. Une conséquence de l'écoulement du matériau est la formation du ruban à l'extrémité de l'échantillon. Différentes études par éléments finis [PERE 14, KIM 03, PERE 19] ont discuté ce phénomène. Pereira [PERE 14] explique que cette zone est soumise à des contraintes de traction du fait que la surface du ruban n'est pas en contact avec les surfaces des enclumes ; par conséquent, le matériau est libre de s'écouler.

De plus, dans la configuration non confinée, étant donné que le ruban n'est pas en contact avec les enclumes, il est probable que la température de l'échantillon soit légèrement inférieure par rapport à celle observée dans les autres configurations de déformation sous HPT. Conformément aux résultats obtenus dans [PERE 19], l'étendue de l'écoulement du matériau dépend non seulement des conditions de frottement à l'interface enclume/disque, mais aussi de la taille de l'échantillon. Ainsi, la longueur des pétales peut être réduite en augmentant le rapport rayon/hauteur.

Les surfaces frottées sont présentées dans les figures IV.3 (b) et IV.3 (c). L'ensemble des figures obtenues au cours des différents essais montrent une grande cohérence dans les phénomènes d'usure observés. Malgré les quelques légères variations, le comportement global du contact échantillon/enclumes en mode de déformation classique présente une image stable (Voir la section III.4.6).

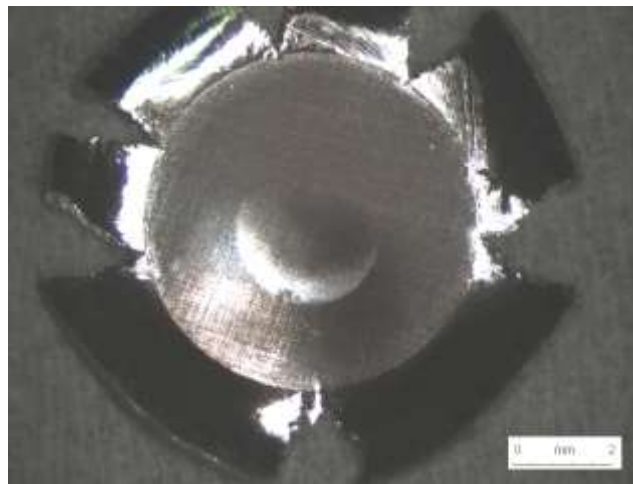
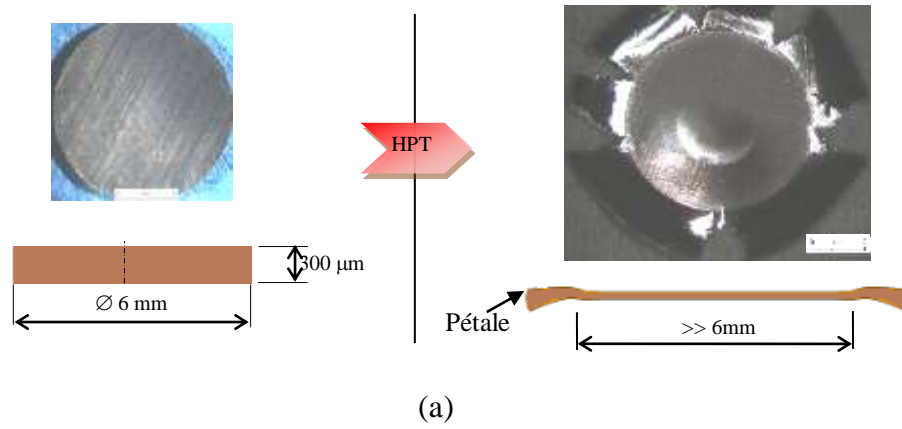


Figure IV.3: Échantillon déformé en mode classique : (a) Échantillon avant et après déformation, (b) Surface inférieure, (c) Surface supérieure

Il est à noter que le niveau de dégradation de la surface est inférieur à celui rapporté dans [BUSQ 09] pour le cas du fer et de l'acier.

Cependant, on observe des disparités morphologiques entre les surfaces supérieure et inférieure, principalement lorsque le matériau est écrasé entre deux enclumes de diamètres différents (Rappelant que cette solution est utilisée pour diminuer le défaut d'excentricité existant sur le dispositif). Dans ce cas, le matériau semble plus confiné dans le contact inférieur, car il s'écoule vers l'extérieur sur le bord et se courbe sur l'enclume, créant ainsi une légère dissymétrie dans la déformation. Néanmoins, le comportement global du matériau demeure cohérent.

Globalement, l'analyse de surfaces obtenues permet d'identifier trois zones distinctes (voir figure IV.4) présentant chacune des caractéristiques morphologiques spécifiques. La figure IV.5, obtenue par microscopie optique, révèle la morphologie des surfaces au centre et au bord de l'échantillon.

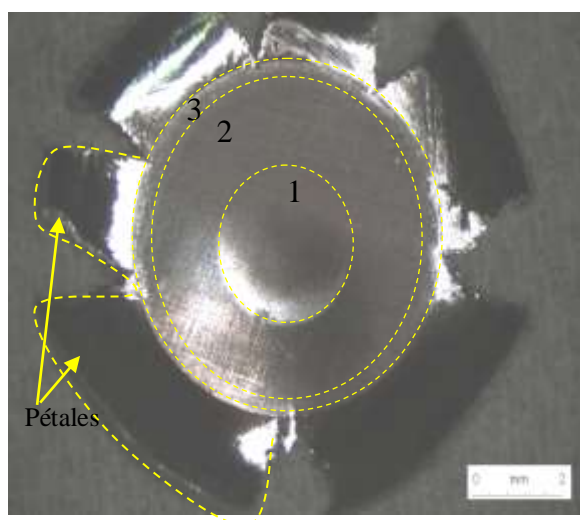
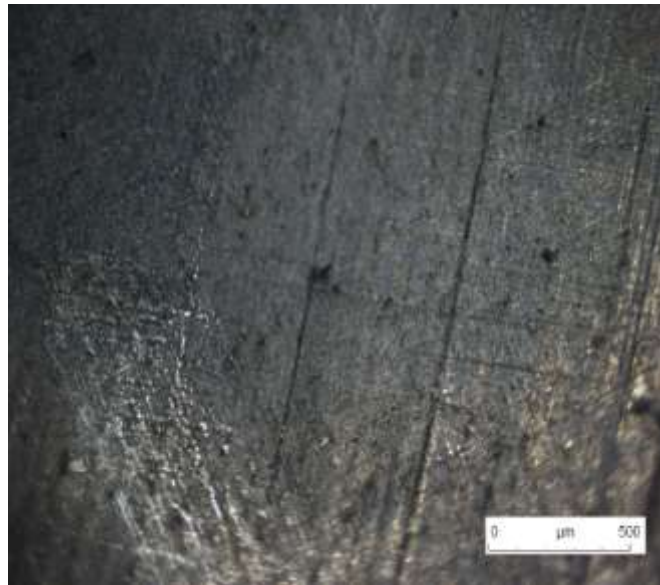
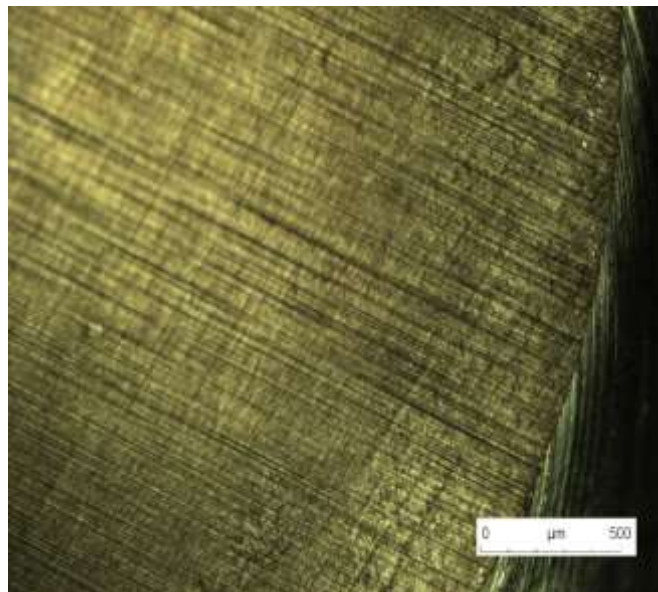


Figure IV.4 : Localisation des différentes zones sur la surface inférieure de l'échantillon:

1-Zone centrale, 2- Zone intermédiaire, 3- Zone au bord



(a)



(b)

Figure IV.5 : Vue globale : (a) du centre, (b) du bord

La zone 01 : la zone centrale est caractérisée par la présence de marques de rayures provenant des enclumes et par le détachement de particules. Les détails de cette zone sont présentés dans la figure IV.6. Il est visible qu'un écoulement plastique s'est produit au niveau des rugosités des surfaces des enclumes.

La zone au centre est délimitée par une zone de détachement de particules formant une couronne (voir figure IV.7), marquée par quelques micro-glissements. Ces micro-glissements ne sont pas orientés dans la direction de rotation, ce qui suggère leur formation lors de la phase de déchargement en raison des contraintes induites par la séparation des surfaces. L'ensemble de ces observations confirme l'occurrence de bonne adhérence aux interfaces d'échantillon/enclume, ce qui justifie l'appellation de zone d'adhésion.

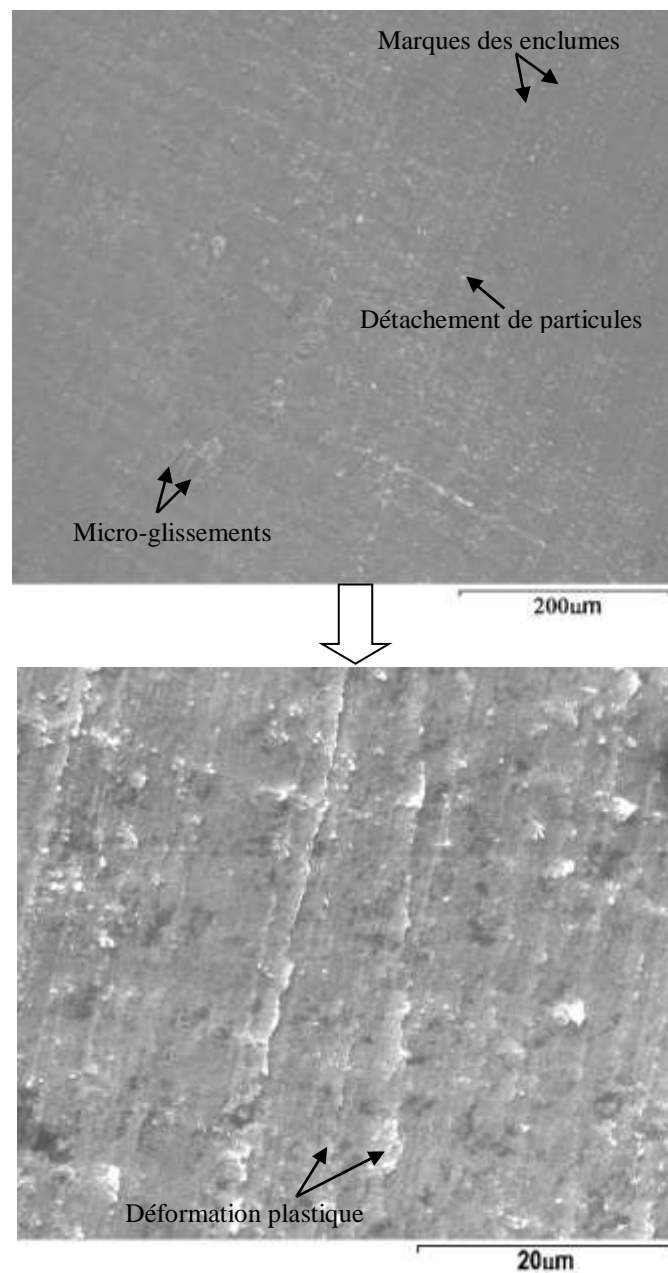


Figure IV.6: Détails de la zone numérotée 1 sur la figure IV.4

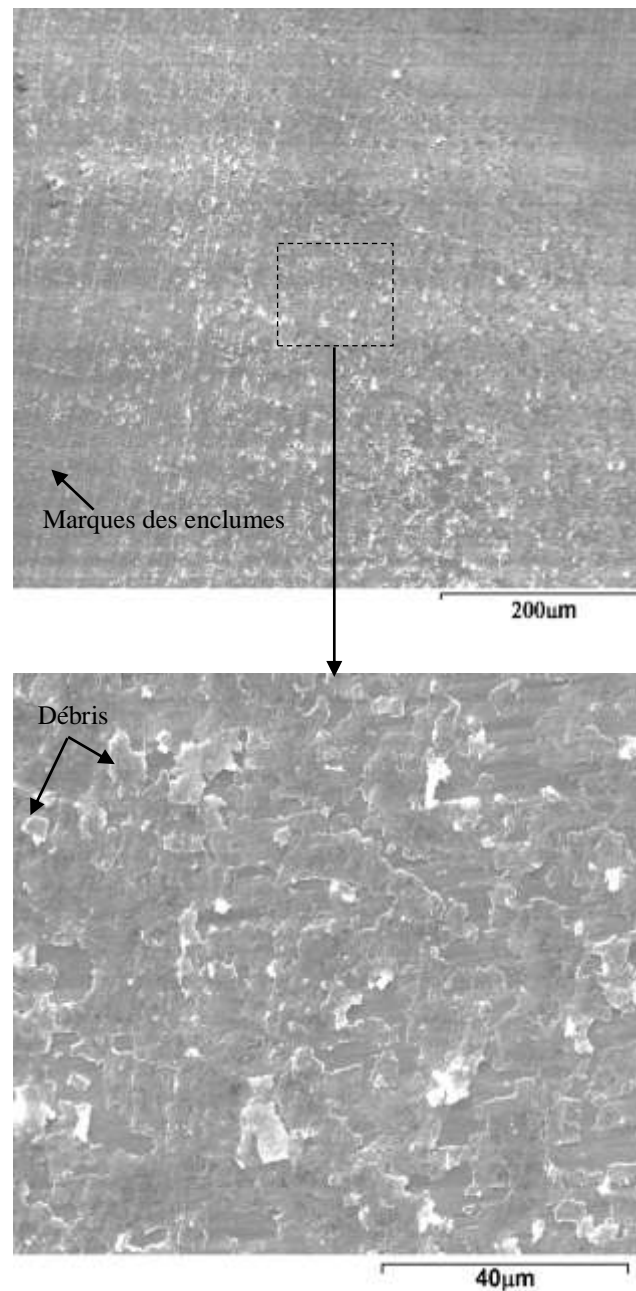


Figure IV.7: Détails du détachement de particules dans la zone en forme de couronne

Zone 02 : la zone intermédiaire constitue une zone de transition entre le comportement du centre et le bord. Cette zone présente des caractéristiques similaires à la zone 01 (voir figure IV.8). Les marques des enclumes et la présence de particules détachées témoignent également d'une interaction forte entre les surfaces en contact, révélant une bonne adhérence.

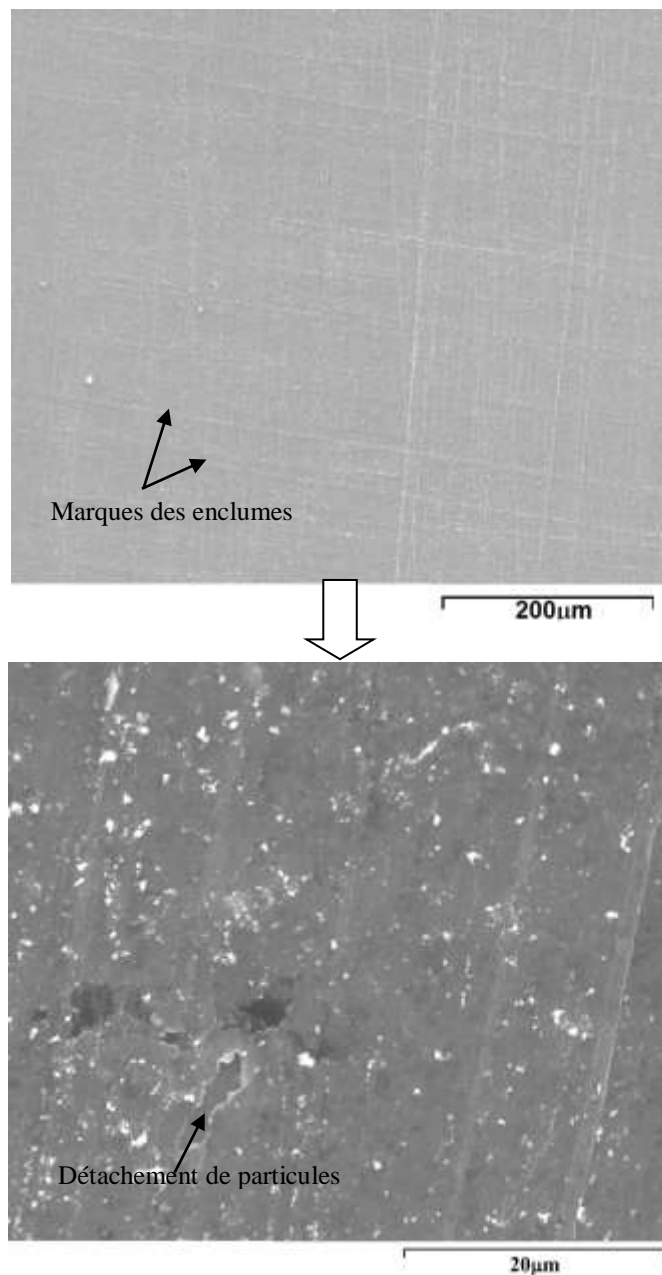


Figure IV.8 : Détails de la zone numérotée 2 sur la figure IV.4

Zone 03 : La zone à la périphérie du contact est caractérisée par un écoulement plastique radial important, un détachement de particules plus prononcé et la présence de stries de glissement. Les particules détachées s'accumulent sur l'enclume opposée, formant des empilements. Cette zone de contact peut être considérée comme zone de glissement.

Une analyse plus approfondie du bord met en évidence la formation d'une couche au bord de l'échantillon qui s'écoule en dehors de la surface de contact. Ce prolongement du métal est appelé languette. En examinant les trous formés par le détachement des

particules au bord, les marques de glissement sont visibles et se prolongent dans la même direction que les marques situées sur les pétales (le ruban) (voir figure IV.9).

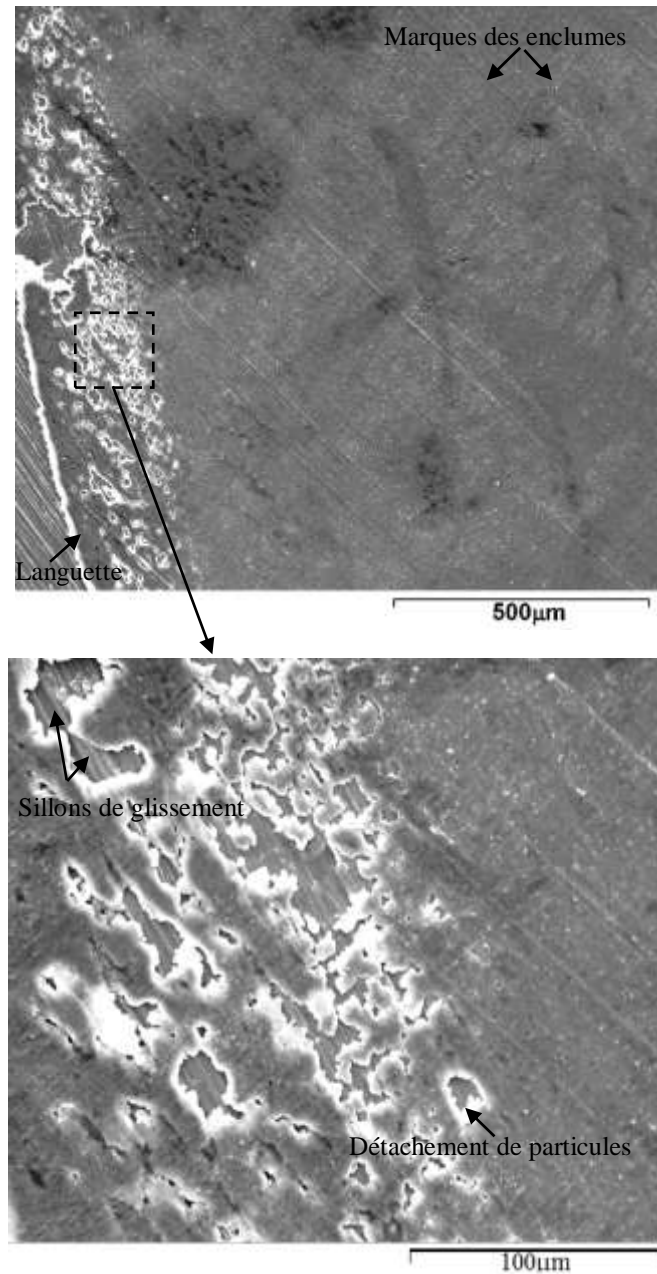
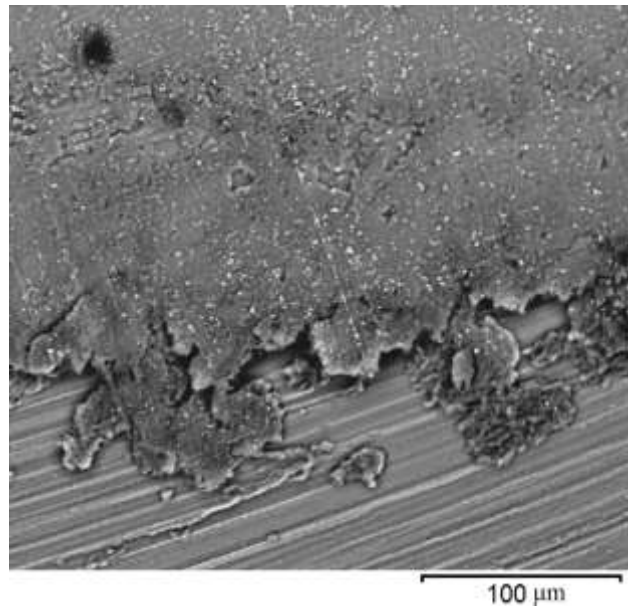


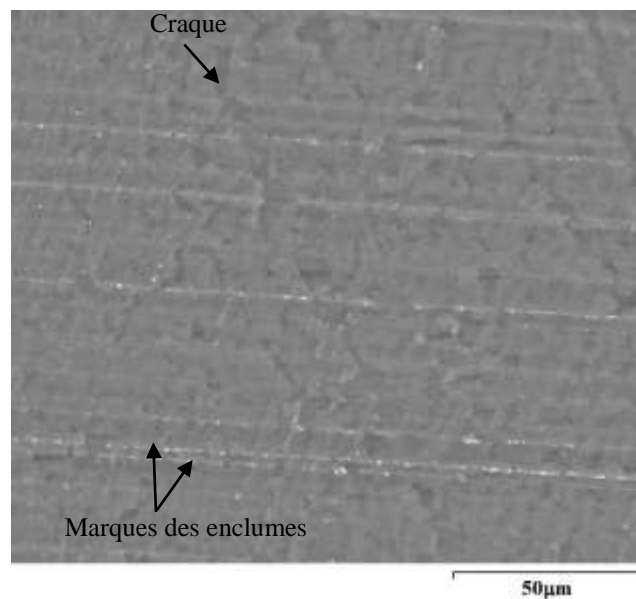
Figure IV.9 : Détails de la zone numérotée 3 sur la figure IV.4

De plus, l'imagerie en contraste Z confirme une forte adhérence au niveau des bords, caractérisée par la présence d'empreintes d'enclume clairement visibles, même

autour des zones de détachement. L'image confirme l'occurrence d'une bonne adhérence au bord.



(a)



(b)

Figure IV.10: Images en Z-Contraste : (a) Le bord, (b) Le centre

L'image en contraste Z du centre de l'échantillon apparaît légèrement fissurée. Cela suggère que la couche formée dans cette zone, ayant une structure fragile, ne peut pas

accommoder la contrainte imposée à la fin de l'essai, qui est la force de déchargement (au moment de l'ouverture du contact), et par conséquent s'éclate, suggérant un mécanisme de rupture par décohésion.

Le transfert de magnésium sous forme d'îlots du troisième corps vers l'enclume antagoniste est un phénomène marquant. Ces îlots adhèrent fortement à la surface de l'enclume et restent piégés au niveau des cavités et des aspérités. Les figures IV.11 et IV.12 illustrent clairement ce phénomène.

L'analyse EDX réalisée sur la surface des enclumes a montré la présence des éléments provenant des surfaces frottantes. Cette technique ne permet pas une analyse quantitative, mais confirme le transfert de magnésium sur l'enclume antagoniste et, de même, le transfert de tungstène sur les échantillons de magnésium.

Au bord, les particules se détachent de la surface, principalement au contact supérieur, s'agglomèrent et forment une barrière à l'éjection d'autres particules du contact. La troisième zone forme ainsi la source des particules détachées. En outre, elle peut être appelée une zone de rétention des débris.

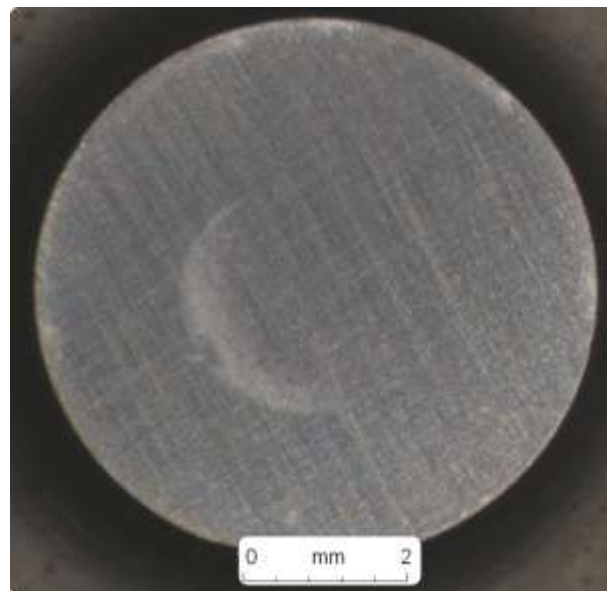
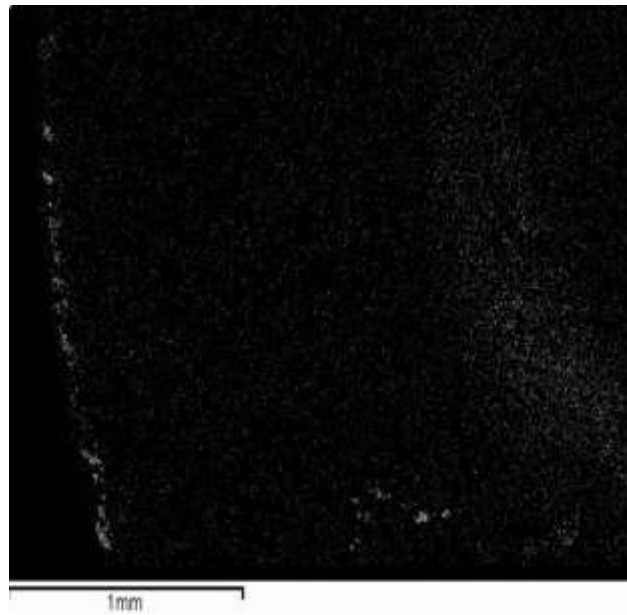
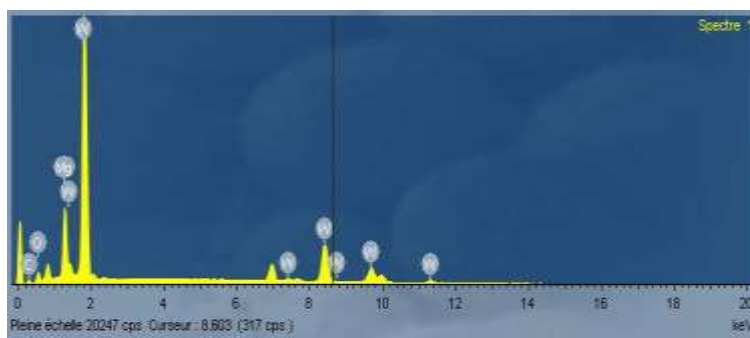
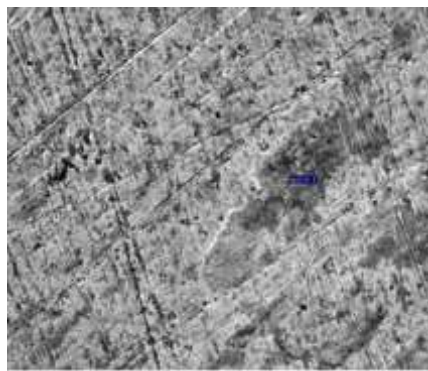


Figure IV.11: Surface de l'enclume – Contact inférieur



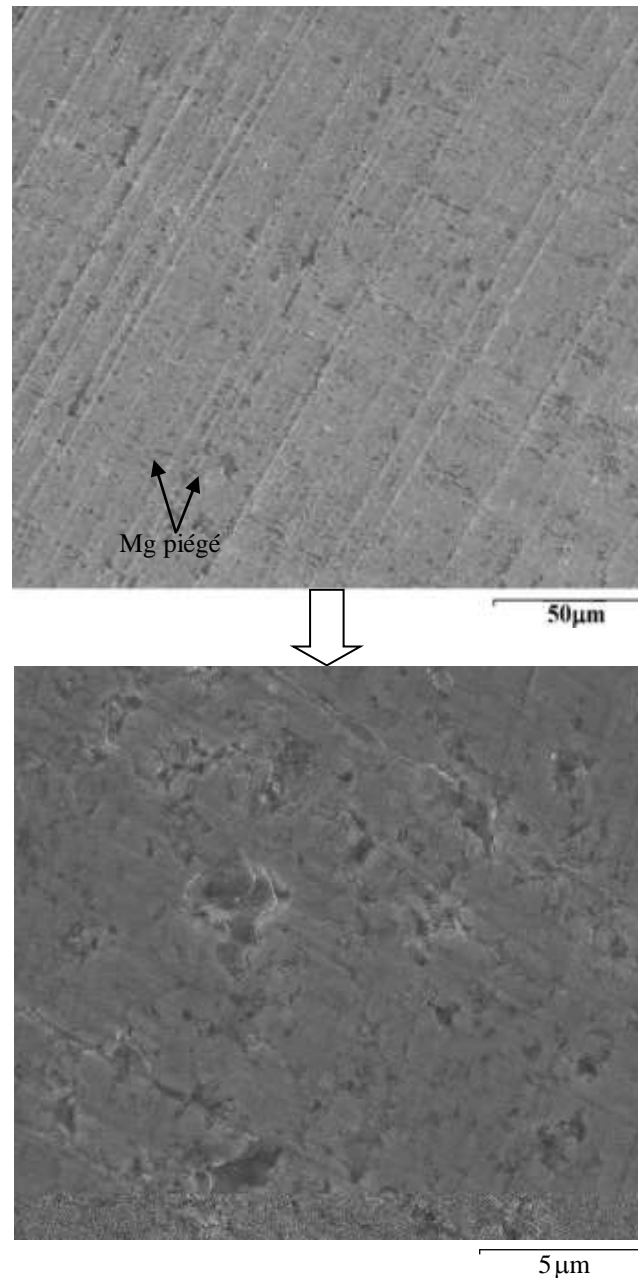
(a)



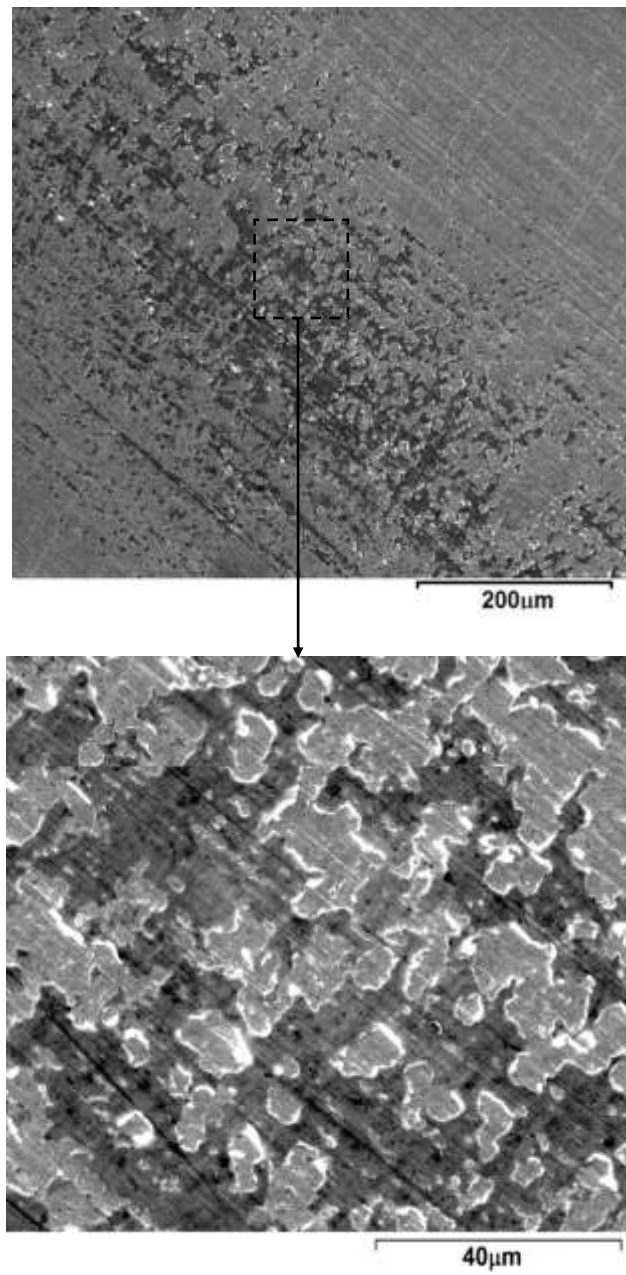
(b)

Figure IV.12 : Résultat de l'analyse EDX de l'enclume – Contact inférieur : (a) Vue globale du transfert du magnésium sur l'enclume, (b) Spectre EDX obtenu sur le matériau transféré

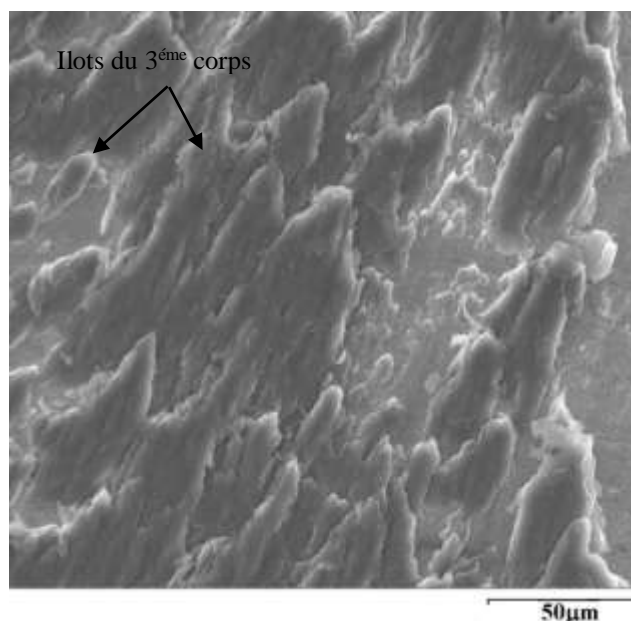
La figure IV.13 illustre le mécanisme de transfert du magnésium sur l'enclume, où l'image de la dégradation de la surface de l'échantillon est quasi identique à celle observée sur l'enclume. Cette concordance visuelle suggère fortement que le mécanisme de transfert du matériau est intimement lié à un phénomène de décohésion.



(a)



(b)



(c)

Figure IV.13 : Détails du transfert du magnésium sur l'enclume inférieure : (a) Piégeage du magnésium dans la rugosité de l'enclume, (b) Trace en forme de couronne au centre, (c) Îlots du troisième corps sur le bord

À l'ouverture du contact, la majorité des échantillons restent collés à l'enclume. Ces observations confirment ainsi la localisation de l'adhérence maximale dans cette zone par rapport au reste de la surface.

Cette adhérence, caractéristique du magnésium dans ces conditions de HPT non confiné, est probablement favorisée par les pressions élevées exercées dans cette zone. Cette observation contraste avec le comportement du fer dans les mêmes conditions expérimentales, où une telle trace n'a pas été observée, suggérant une réactivité plus élevée du magnésium à l'interface.

La pression nominale, calculée selon la théorie de l'élasticité classique ($P = F/A$), suppose une répartition uniforme des contraintes. En pratique, la pression réelle est supérieure à la pression nominale. Plusieurs études ont analysé l'évolution de la contrainte de cisaillement et le comportement de durcissement au cours du processus HPT dans le contact non confiné. Ainsi, les travaux de [BRID 35, BEN 17, KIM 01] ont montré que la

pression est généralement plus élevée au centre de la zone de contact. Cette augmentation de pression, combinée à l'effet du frottement à l'interface échantillon/enclume, engendre des contraintes maximales au centre du disque. Ces contraintes conduisant à une adhérence localisée dans cette zone. Les simulations numériques dans [BUSQ 09] confirment cette observation en montrant une concentration des contraintes au centre du disque, due à la résistance du matériau à s'écouler radialement sous l'effet du frottement.

Cela indique que la force normale dans cette zone est suffisamment élevée pour assurer l'adhérence aux enclumes, tandis qu'à la périphérie est exposé au glissement. Ces observations sont corroborées par les résultats de [KHIA 18] qui montrent une microdureté et une déformation plastique plus importantes au centre des échantillons. Les études menées sur le fer [HALL 14] ont révélé des pressions centrales pouvant atteindre plusieurs gigapascals, avec des valeurs encore plus élevées pour l'acier.

Par ailleurs, l'évaluation des dimensions de la couronne centrale des échantillons déformés (voir le tableau IV.1) a révélé une diminution du rayon de la zone au centre à la fin de l'essai. Ces résultats sont en accord avec les calculs numériques de Busquet [BUSQ 09] qui suggèrent que la pression maximale diminue lorsque la rotation de l'enclume augmente, et que la distribution tend à devenir approximativement uniforme pour les angles les plus élevés. L'auteur montre que la pression maximale se produit dans une région annulaire (entre un rayon de 0.8 mm et 1.5 mm). Une corrélation a été établie entre le rayon d'adhérence et la déformation maximale, ce qui confirme l'influence de la distribution de pression sur déformation du matériau [HALL 14].

	Contact supérieur	Contact inférieur
Début de la rotation	3.17 mm	3.15 mm
Fin de l'essai	2.7 mm	2.85 mm

Tableau IV.1 : Dimension de la couronne avant et après rotation

IV.2.1.3 Observation des coupes

La réalisation d'une coupe transversale au niveau du bord de l'échantillon a permis de visualiser l'écoulement à la surface, comme illustré dans la figure IV.14. Les analyses EDX effectuées dans cette zone ont effectivement révélé la présence de magnésium, validant ainsi l'hypothèse avancée concernant la formation et l'écoulement d'une couche en périphérie (voir figure IV.15). En plus de l'observation des languettes, les coupes verticales permettent d'étudier la déformation dans le volume. La microstructure résultante est illustrée dans les figures IV.16 à IV.18.

Dans l'ensemble, l'observation par MEB de la figure IV.16 met en évidence un raffinement significatif de la microstructure par rapport à l'état initial. La figure IV.17 présente des images FIB réalisées dans différentes zones de la surface frottée : au centre de l'échantillon, dans la trace de la couronne et en périphérie.

Une comparaison des trois zones révèle que le raffinement est le plus marqué dans la trace de la couronne, témoignant d'une forte déformation plastique dans cette région. Bien qu'un raffinement général des grains soit observé, une certaine hétérogénéité est constatée, avec notamment la présence de grains allongés, révélateurs des contraintes subies lors du frottement.

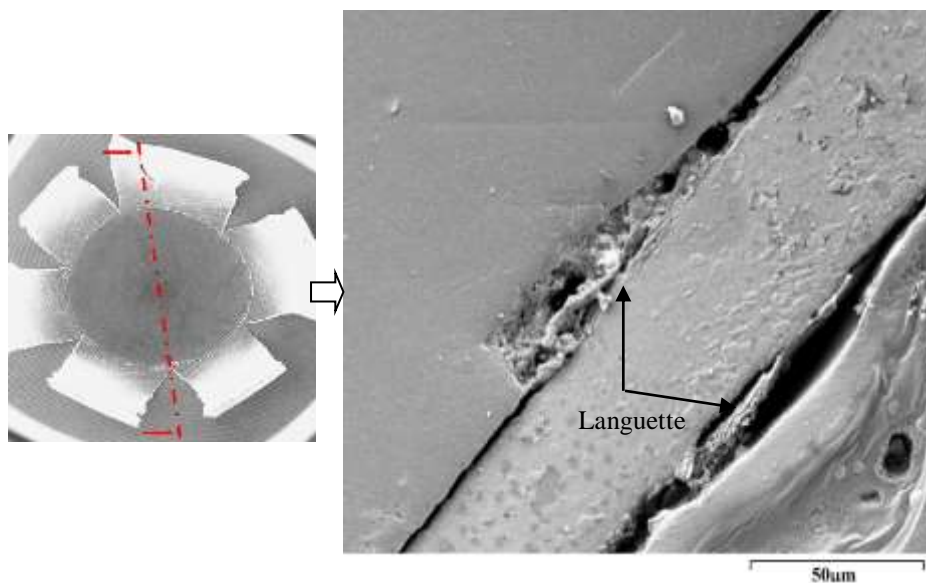


Figure IV.14 : Observation des languettes dans la coupe

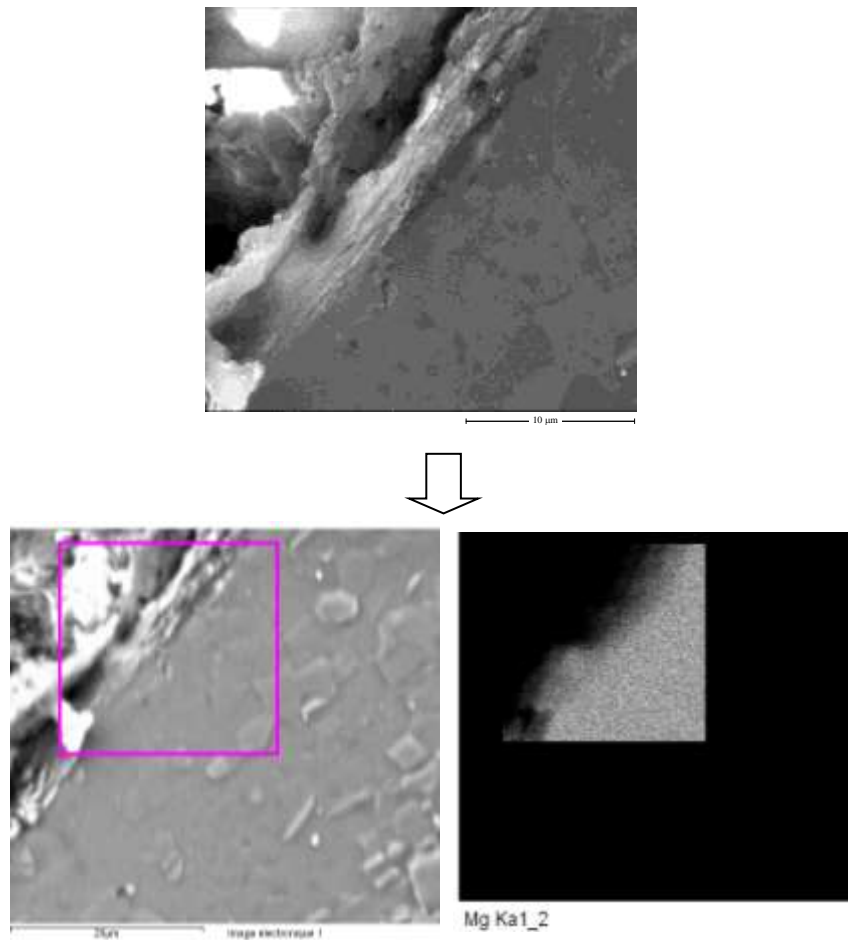


Figure IV.15 : Analyse EDX sur la lagouette

Dans la zone centrale, soumise aux contraintes les plus élevées, un raffinement encore plus prononcé est observé, avec une localisation des grains ultrafins à moins de 4 µm de la surface. Cependant, la coexistence de grains grossiers, en particulier près de la surface, suggère une compétition entre les mécanismes de déformation et de recristallisation.

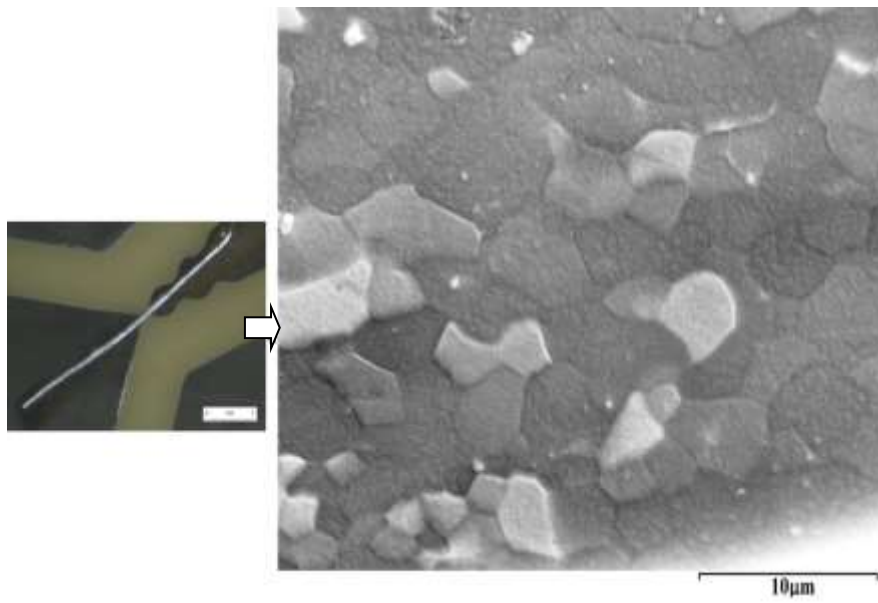
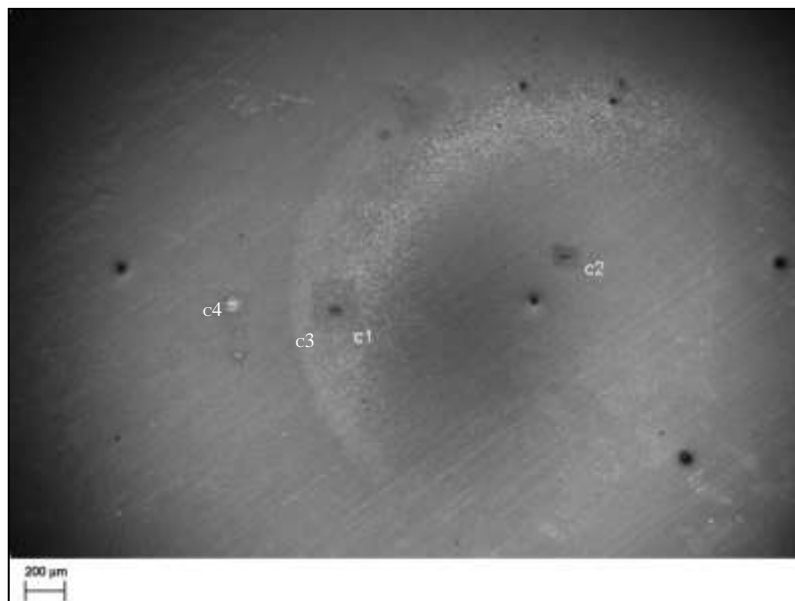
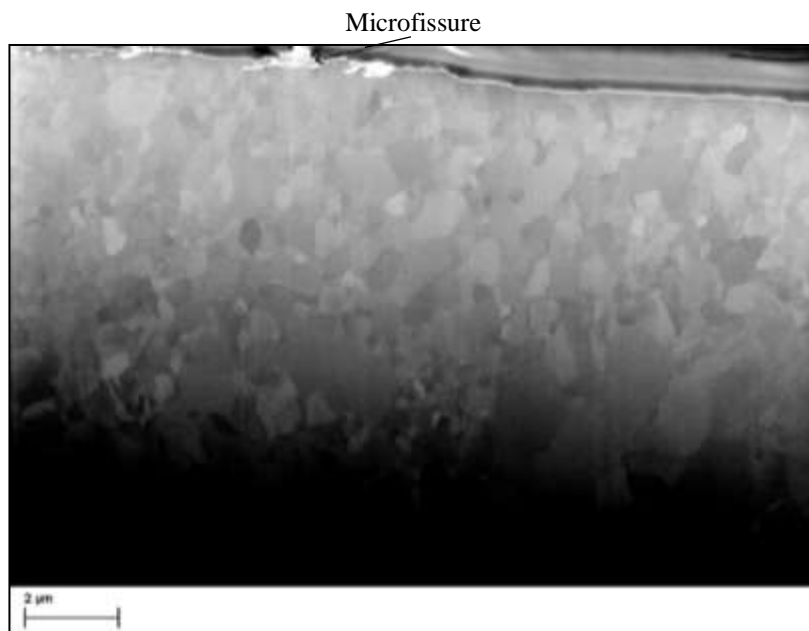


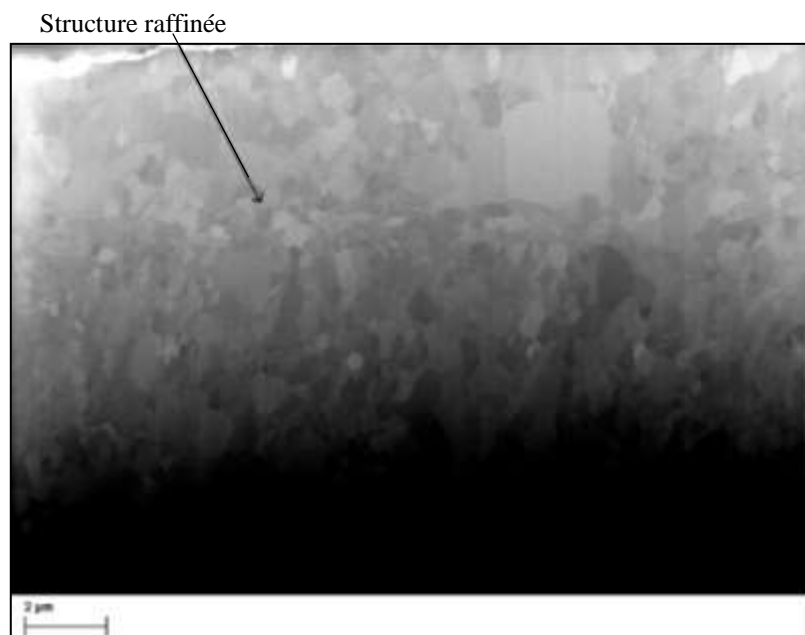
Figure IV.16 : Microstructure dans le plan (1, 2)



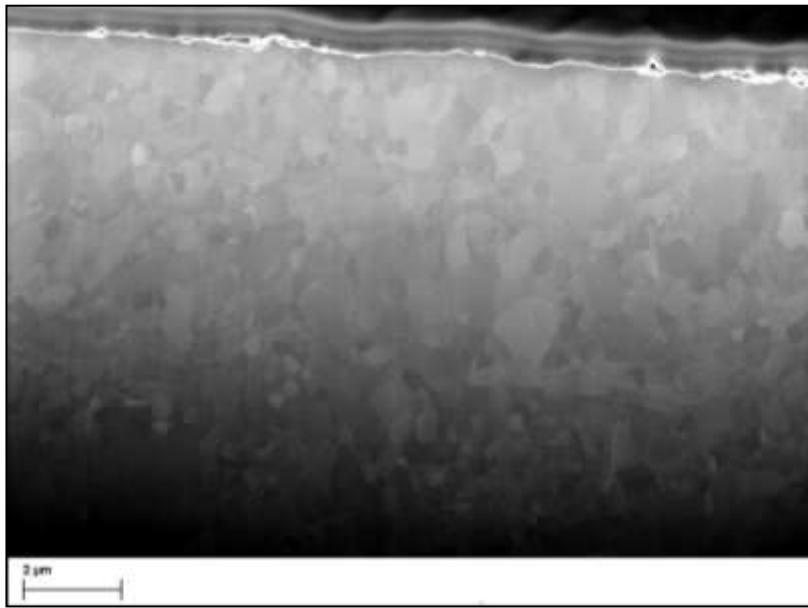
(a)



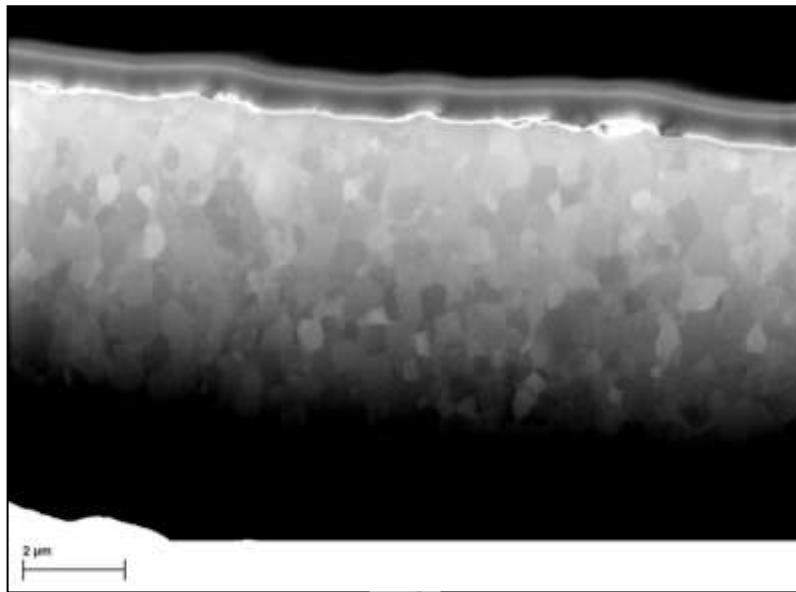
(b)



(c)



(d)

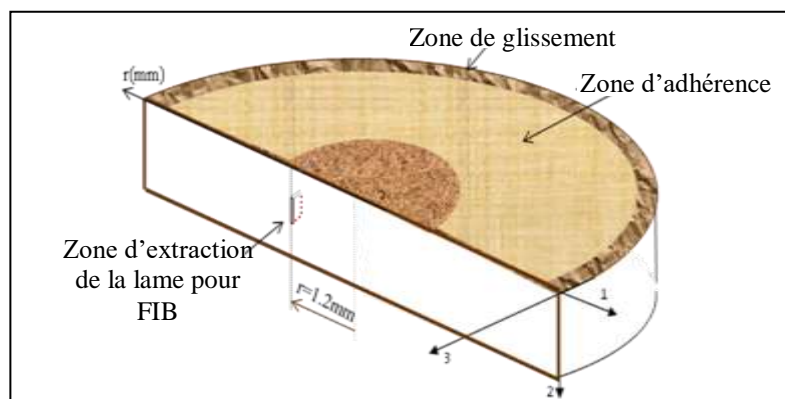


(e)

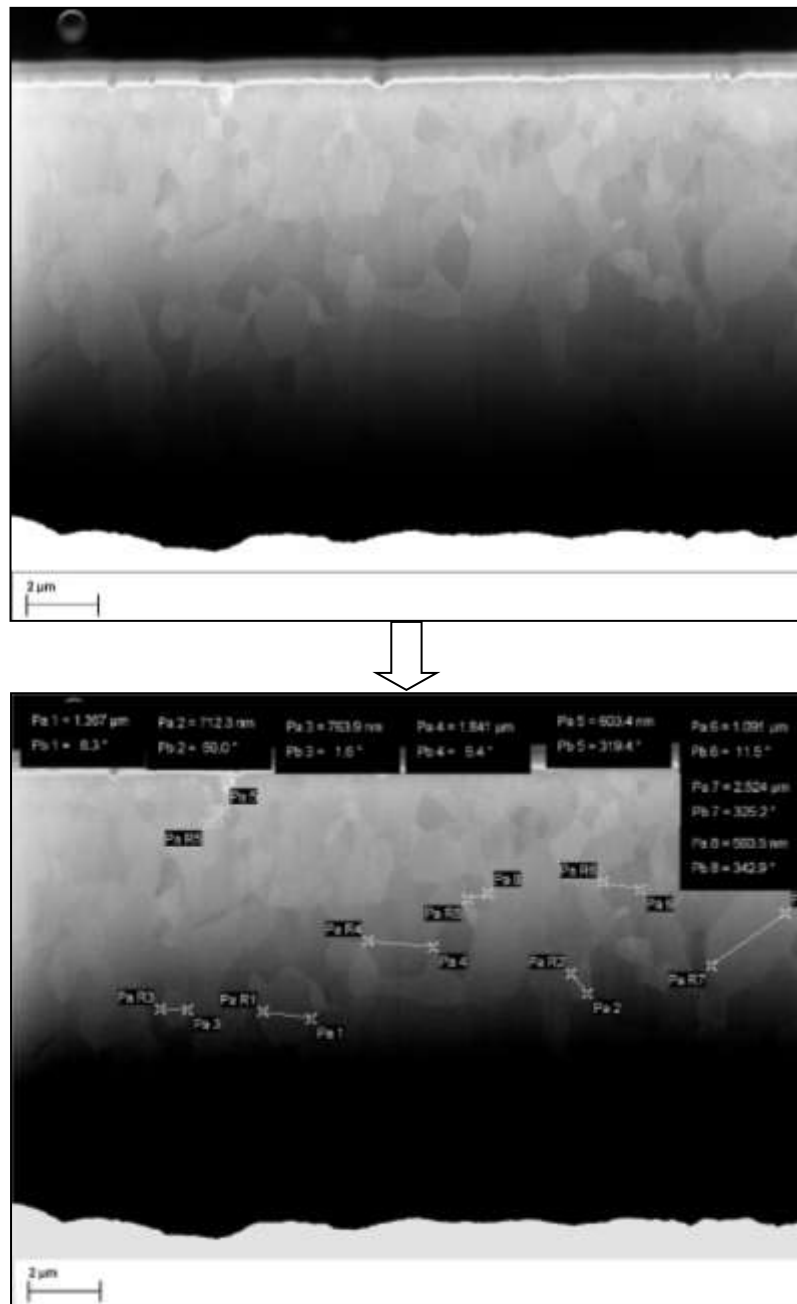
Figure IV.17 : Évolution de la microstructure dans les différentes zones numérotées C1, C2, C3 et C4 : (a) localisation des différentes zones, (b) Zone C1, (c) Zone C2, (d) Zone C3, (e) Zone C4

D'après Figueiredo [FIGU 17], un processus de recristallisation dynamique se met en place, où les grains fins, issus des limites de grains initiaux, croissent progressivement. Cette évolution microstructurale est marquée par une forte hétérogénéité, à la fois en épaisseur et en direction radiale, reflétant une distribution non uniforme des contraintes. La taille de grain finale varie entre 300 nm et 1000 nm. Par ailleurs, la figure IV.17 révèle la présence de microfissures et de vides superficiels, favorisant les phénomènes d'usure.

La figure IV.18 présente une microstructure moins raffinée et plus hétérogène à 10 μm de profondeur par rapport à la surface. Cette observation contraste avec la microstructure relativement homogène de la trace de couronne. Des études antérieures ont déjà signalé la formation d'une microstructure bimodale dans ce type de matériaux, caractérisée par la coexistence de gros grains recristallisés (supérieurs à un micron) et de grains de taille submicronique. Ces résultats sont en accord avec ceux de [BONA 08 a, EDAL 11], qui ont également mis en évidence la présence de grains recristallisés de plus grande taille.



(a)



(b)

Figure IV.18 : Microstructure dans le plan (1, 2) sous 10 μm de la surface

IV.2.2 Essai effectué sous pression supérieure à 1 GPa

IV.2.2.1 Mesures de couple et d'épaisseur

Afin d'étudier l'influence de la pression sur le comportement du contact, différentes valeurs de pression ont été appliquées, allant de 0.5 GPa jusqu'à 2 GPa. Dans cette section, nous nous concentrerons plus particulièrement aux résultats obtenus pour des pressions supérieures à 1 GPa.

La figure IV.19 présente l'évolution de l'épaisseur et du couple lors d'un essai réalisé sous une pression de 1,6 GPa. La charge appliquée est de 46 kN et la vitesse de rotation est maintenue constante à 0,5 tr/min.

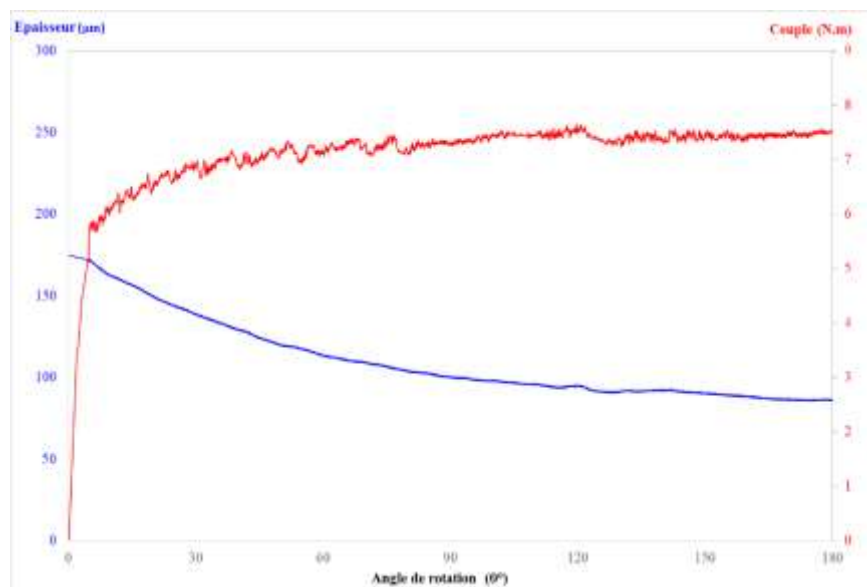


Figure IV.19 : Évolution de l'épaisseur et le couple sous une pression de 1.6 GPa

Après compression, l'épaisseur de l'échantillon est réduite de 42 % pour atteindre 175 µm. La phase de rotation induit une poursuite de la déformation, entraînant une diminution supplémentaire de l'épaisseur. Ce phénomène se stabilise après 130 ° de rotation, suggérant que le matériau atteint un état d'équilibre mécanique sous les conditions de l'expérience.

Parallèlement, le couple mesuré augmente rapidement au début de la rotation en raison de l'adhérence de l'échantillon sur les enclumes. Après une phase transitoire, le couple se stabilise autour de 7 N.m, indiquant l'établissement d'un régime de frottement stable. Des simulations numériques ont mis en évidence l'influence de la pression sur l'évolution du couple, montrant qu'une augmentation de pression induit une augmentation du couple.

L'analyse de l'évolution du couple et la diminution de l'épaisseur de l'échantillon met en évidence une corrélation étroite entre ces deux paramètres, ce qui est typique du comportement des matériaux métalliques soumis à des sollicitations mécaniques. Cette corrélation s'explique par le fait que l'augmentation du couple est liée à la résistance à la déformation du matériau, tandis que l'amincissement de l'échantillon est une conséquence directe de la déformation.

La courbe contrainte-déformation obtenue dans cette série d'essais est présentée dans la figure IV.20. De manière similaire à l'évolution du couple, elle présente une montée rapide initiale, suivie d'une augmentation progressive jusqu'à stabilisation.

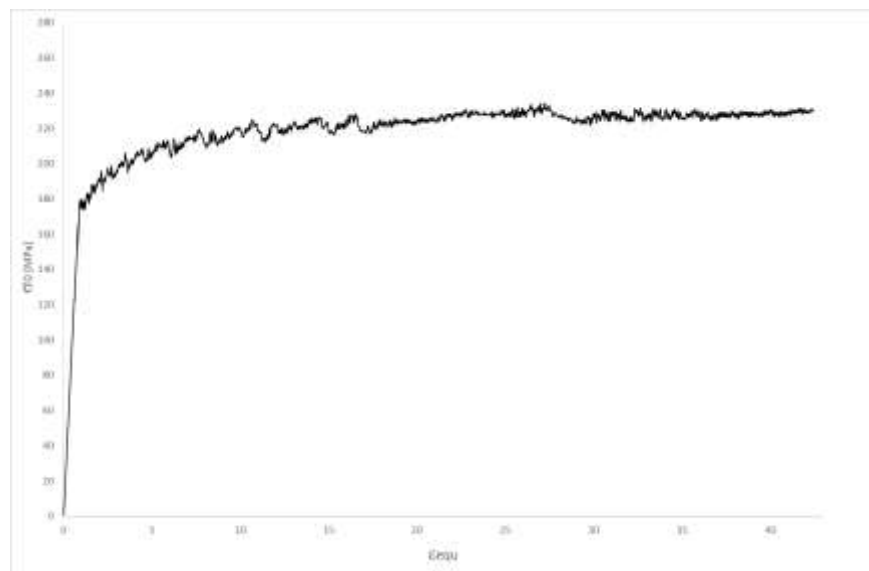


Figure IV.20 : Courbe contrainte-déformation sous une pression de 1.6 GPa

Au début de l'essai, la contrainte augmente rapidement avec la déformation. Cette phase correspond à l'écrouissage du matériau, c'est-à-dire au durcissement du matériau et rend sa

déformation plus difficile. Après une déformation initiale, la courbe atteint un plateau. Cette phase correspond à un état d'équilibre. Le matériau a atteint un état quasi-stationnaire où la contrainte nécessaire pour poursuivre la déformation reste relativement constante.

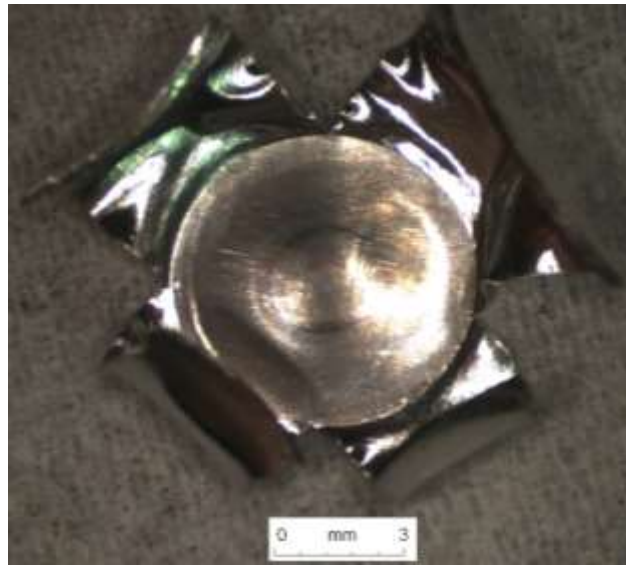
IV.2.2.2 Morphologie des surfaces frottées

L'examen détaillé des surfaces frottées lors des essais à 2 GPa met en évidence quelques différences de comportement par rapport aux résultats obtenus à 1 GPa, tant en termes de comportement mécanique que de morphologie de surface.

La figure IV.21 offre une vue d'ensemble de l'échantillon déformé. On y observe des pétales avec de tailles supérieures par rapport aux résultats obtenus lors du premier essai.

Les détails de ces observations sont présentés dans la figure IV.22. Il est clair que l'adhérence entre l'échantillon et les enclumes s'est avérée satisfaisante et que la déformation a augmenté avec l'augmentation de la pression appliquée. Ces résultats sont corroborés par les travaux de [KHIA 18] qui montrent une augmentation de la microdureté de l'échantillon sous l'effet de la pression, suggérant un durcissement lié à la concentration des contraintes.

Bien que les caractéristiques de surface globales soient similaires à celles observées sous 1 GPa, une analyse plus fine par MEB révèle des particularités intéressantes. La zone centrale présente une double couronne, ce qui s'explique par une déformation plus localisée sous cette pression élevée, comme illustré dans la figure IV.23. Le rayon de la couronne a légèrement augmenté par rapport aux mesures antérieures. Cette observation s'accorde précisément avec les résultats des simulations numériques [HALL 14], qui montrent que l'augmentation de la pression entraîne un élargissement du rayon d'adhérence.



(a)

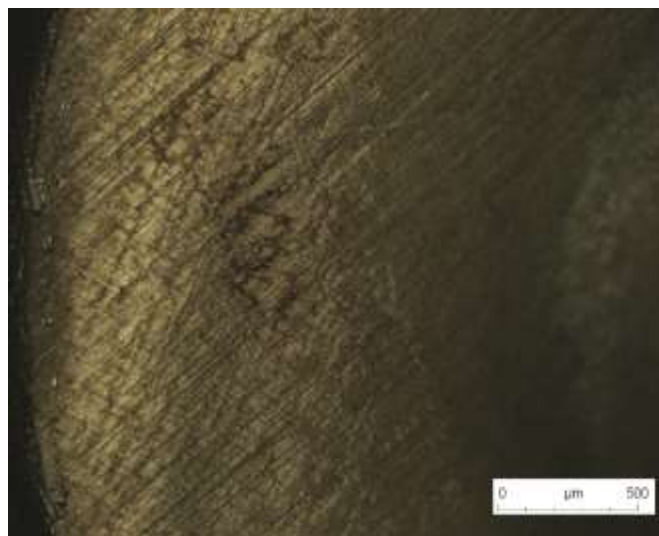


(b)

Figure IV.21 : Échantillon déformé sous 2 GPa : (a) Surface inférieure, (b) Surface supérieure

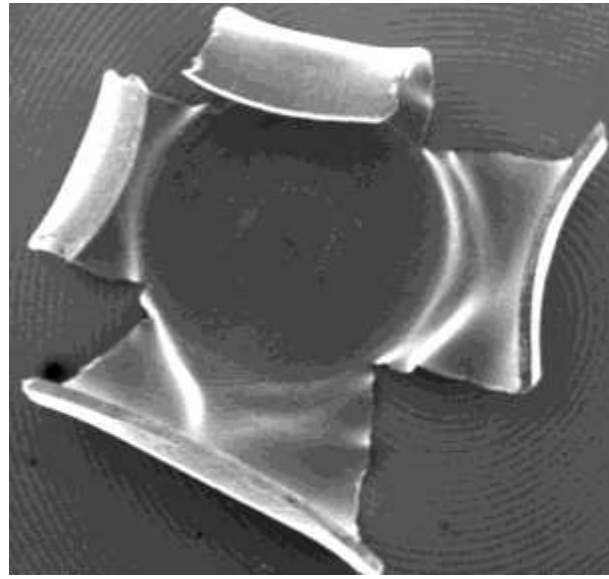


(a)

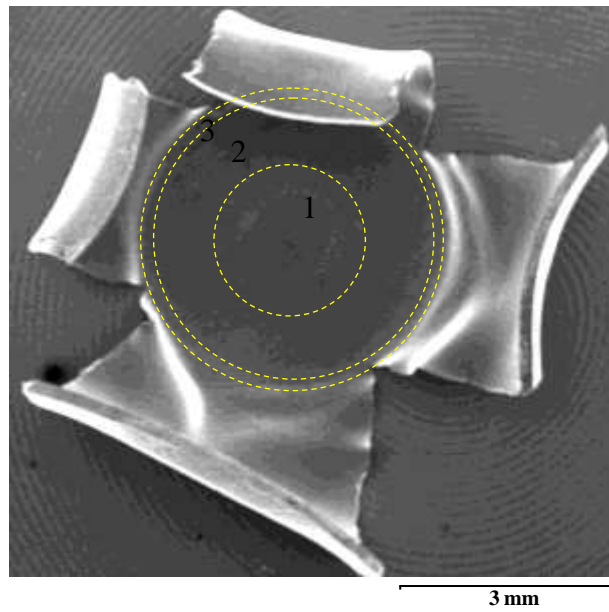


(b)

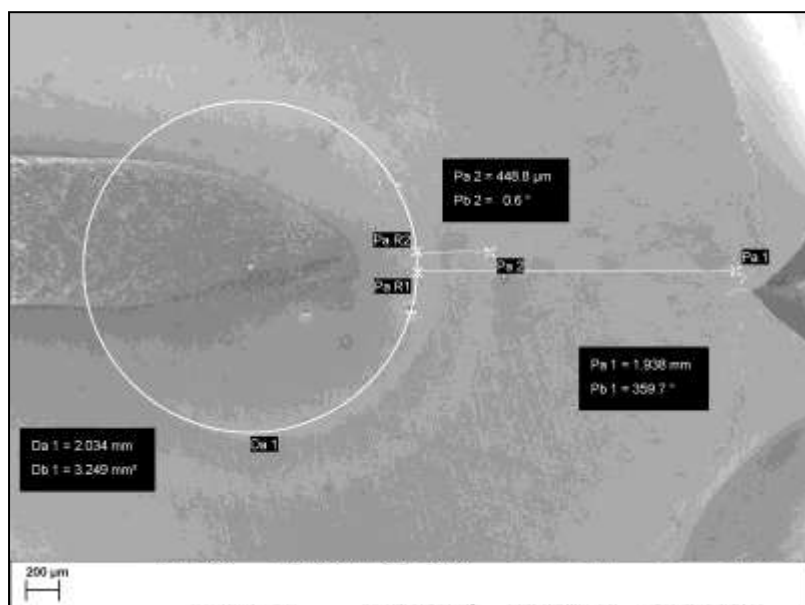
Figure IV.22 : Détails de l'échantillon déformé sous 2 GPa : (a) Grossissement de la zone centrale, (b) Grossissement de la zone périphérique



(a)



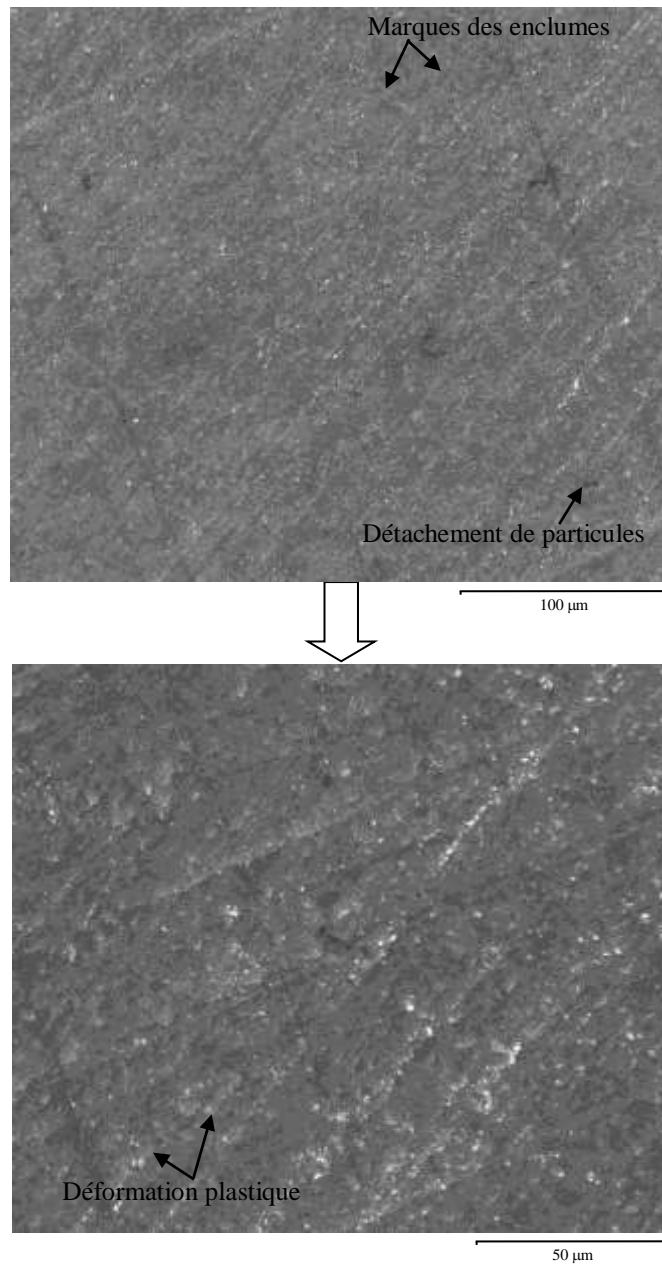
(b)



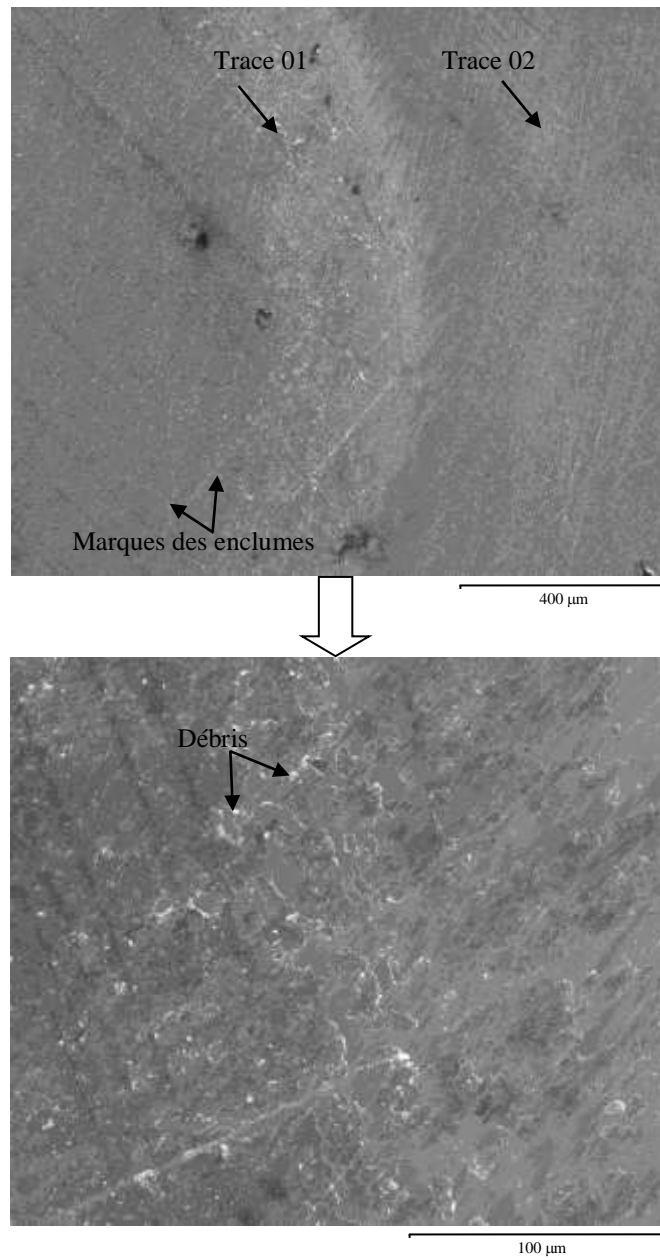
(c)

Figure IV.23 : Observation MEB : (a) Vue globale, (b) Localisation des différentes zones sur la surface inférieure de l'échantillon, (c) Dimension de la zone centrale

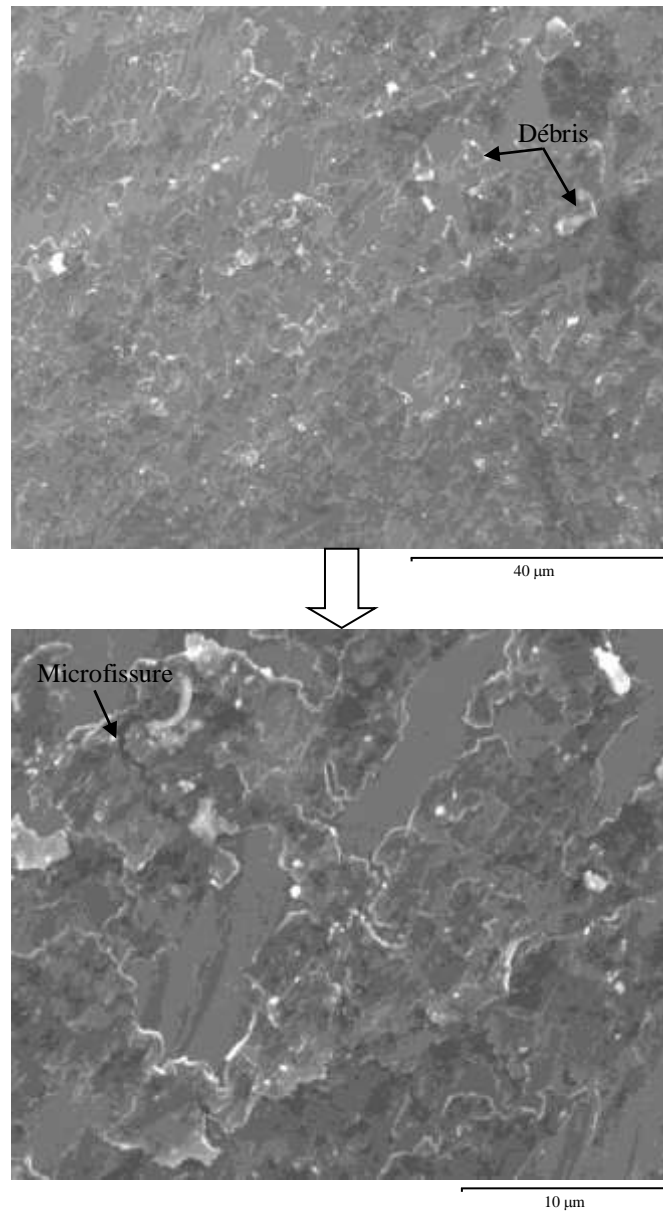
La figure IV.24 (a) met en évidence une dégradation plus prononcée de la zone centrale, caractérisée par des empreintes d'enclumes plus profondes et un nombre accru de particules détachées. Par ailleurs, l'analyse des traces de couronne, détaillées dans les figures IV.24 (b - d), révèle une dégradation nettement plus importante de la trace 01 par rapport à la trace 02, suggérant un niveau de contrainte localement plus intense dans cette région de la trace 01. La trace 02, quant à elle, présente une dégradation caractérisée par un réseau de fissures de taille micrométrique, révélant d'une distribution non uniforme des contraintes au centre de l'échantillon.



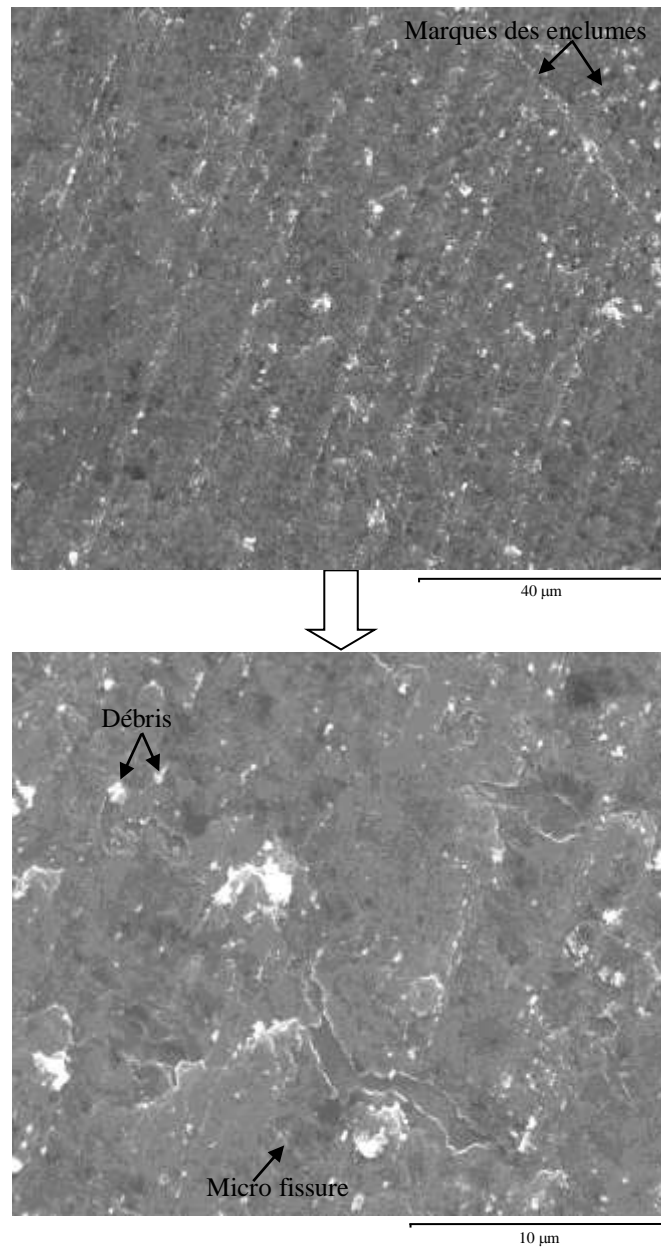
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure IV.24 : Détails de la zone numérotée 1 sur la figure IV.23 : (a) Détails de la zone centrale, (b) Grossissement de la double couronne, (c) Détails de la trace 01, (d) Détails de la trace 02

Les résultats obtenus dans [DESC 11 b, BEN 17] sont particulièrement intéressants. L'étude s'est focalisée sur l'étude de la distribution des contraintes au sein de l'échantillon et sur les principales composantes des gradients de contraintes. L'évolution de la déformation plastique équivalente de Von Mises en fonction du rayon à la surface de l'échantillon, telle que représentée par les courbes obtenues, présente un profil caractéristique. On observe une augmentation progressive de la déformation plastique jusqu'à atteindre un maximum, suivie d'une décroissance, puis d'un second pic de moindre amplitude avant une décroissance finale. Ce profil complexe suggère la présence de deux zones de concentration de contraintes, se manifestant par deux couronnes dans la zone centrale de l'échantillon. La première couronne, correspondant au pic de déformation plastique maximal, indique une zone de déformation plastique plus intense.

Dans la zone intermédiaire, le comportement de la surface se caractérise par un détachement de particules plus important que précédemment. Les empreintes profondes sur le matériau sont un signe évident d'une adhérence significative entre les deux surfaces. L'écoulement plastique radial observé en périphérie du contact est davantage favorisé par l'augmentation de la pression appliquée. Cette tendance est particulièrement accentuée pour le cas du magnésium, contrairement aux résultats obtenus avec le fer pur et certains aciers. Ce constat témoigne d'une déformation plastique accrue sous l'effet de la pression appliquée.

L'endommagement de surface s'est aggravé de manière significative par rapport au premier essai, se manifestant par un détachement de particules plus important. Les images de la figure IV.26 illustrent clairement cette tendance et renforcent l'hypothèse d'un mécanisme d'usure adhésive dominant. Les forces d'adhésion entre les surfaces en contact ont probablement augmenté, entraînant une rupture plus marquée en profondeur dans la peau du matériau.

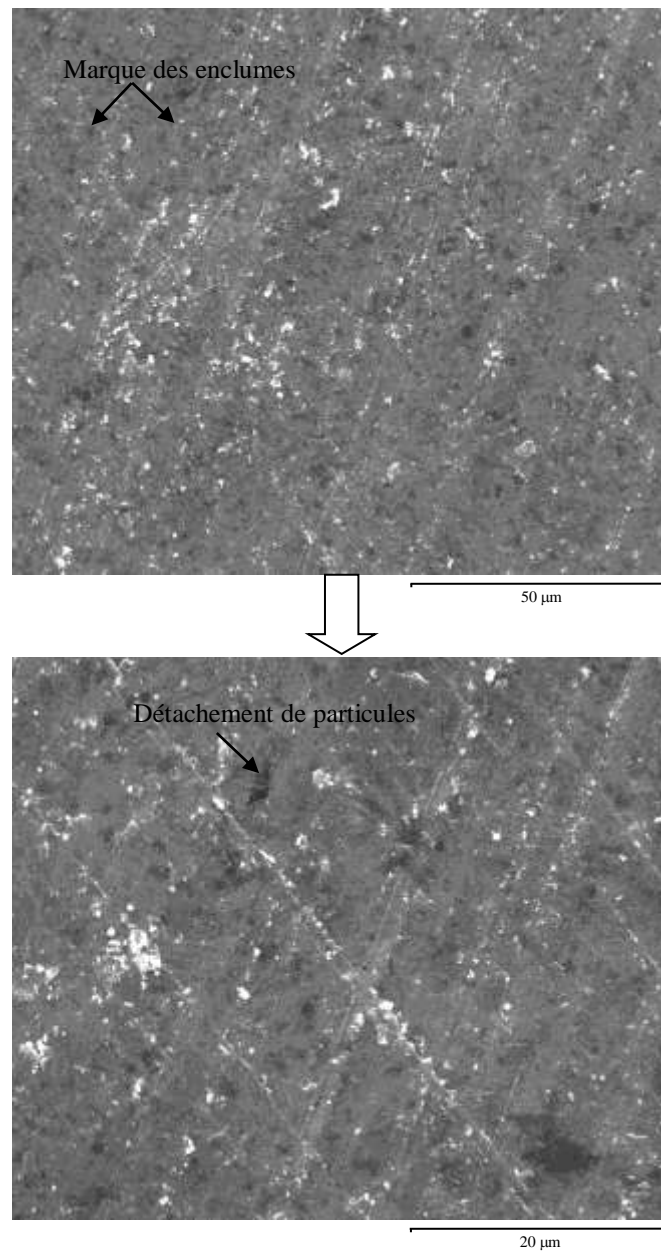


Figure IV.25 : Détails de la zone numérotée 2 sur la figure IV.23

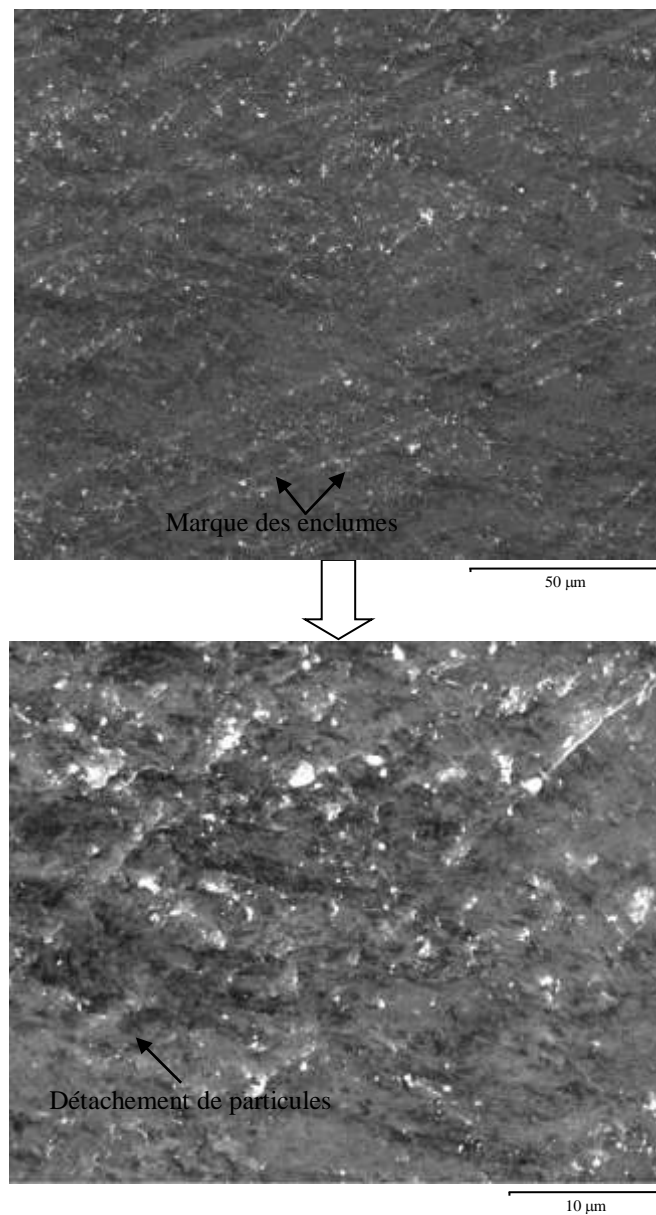


Figure IV.26 : Détails de la zone à la périphérie numérotée 3 sur la figure IV.23

En mode de capture en contraste Z (voir figure IV.27), on constate l'ampleur du phénomène d'arrachement de la matière. Sur la surface des enclumes, on observe un transfert de magnésium sur des zones étendues. Il existe également une correspondance étroite entre l'image de ce transfert de matériau et les zones de dégradation de la surface du magnésium. Un grossissement de la trace d'usure révèle l'incrustation des débris dans les rugosités des enclumes. Ces observations renforcent l'hypothèse de l'occurrence de l'usure adhésive.

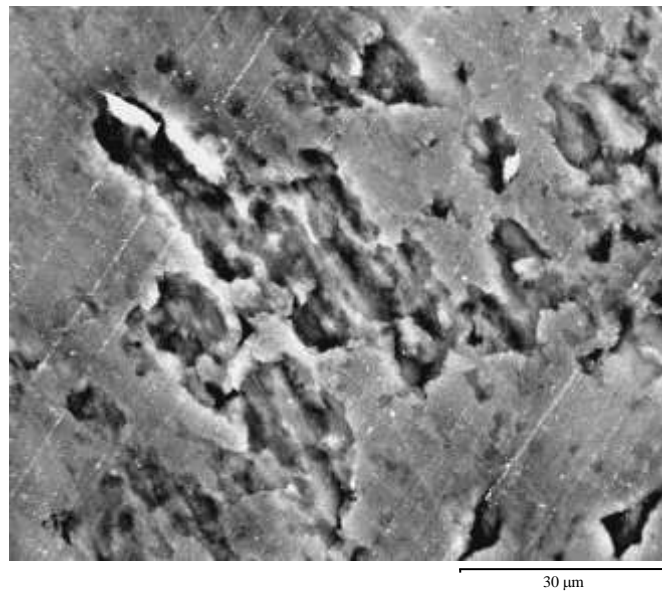
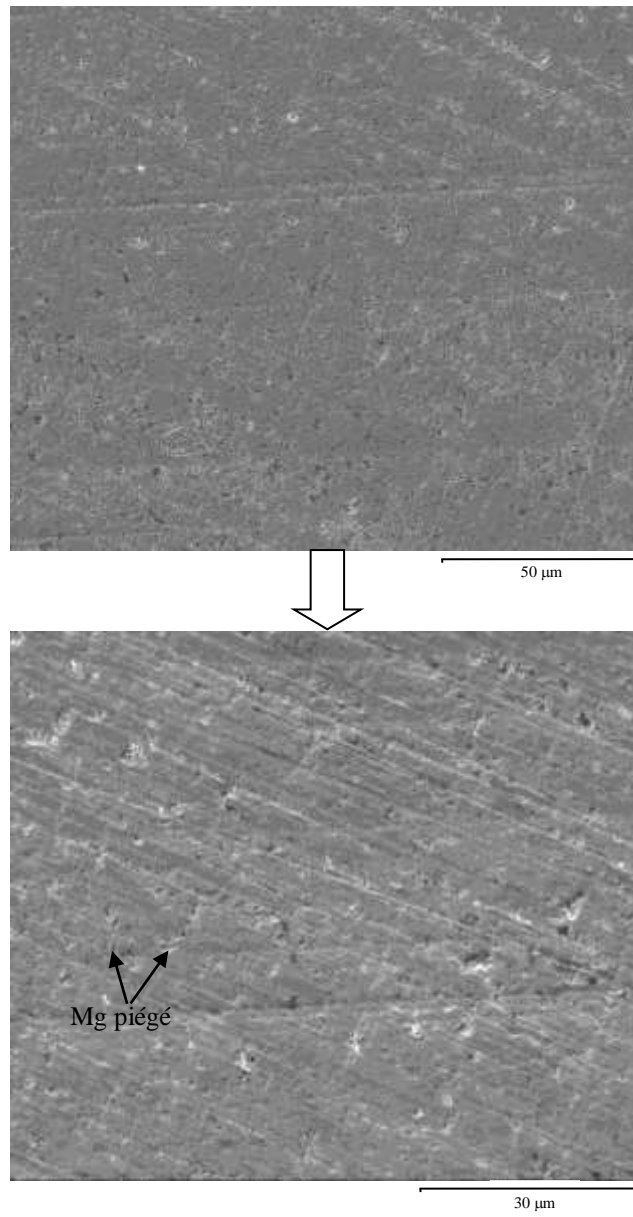


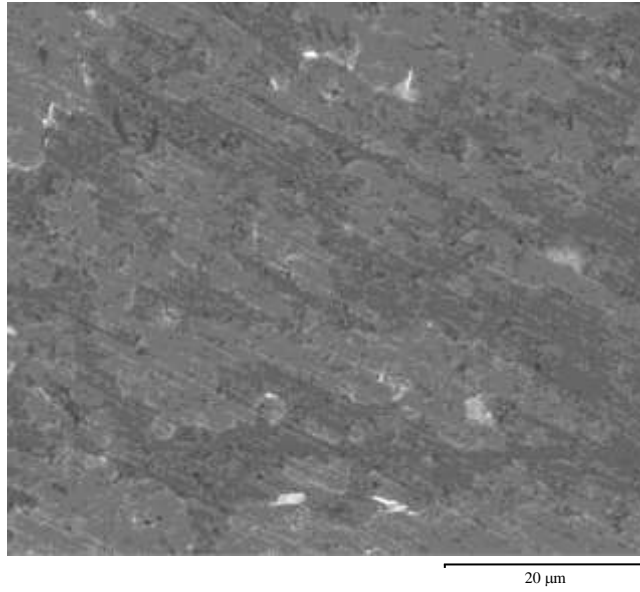
Figure IV.27 : Image en contraste Z de la zone de détachement de particules



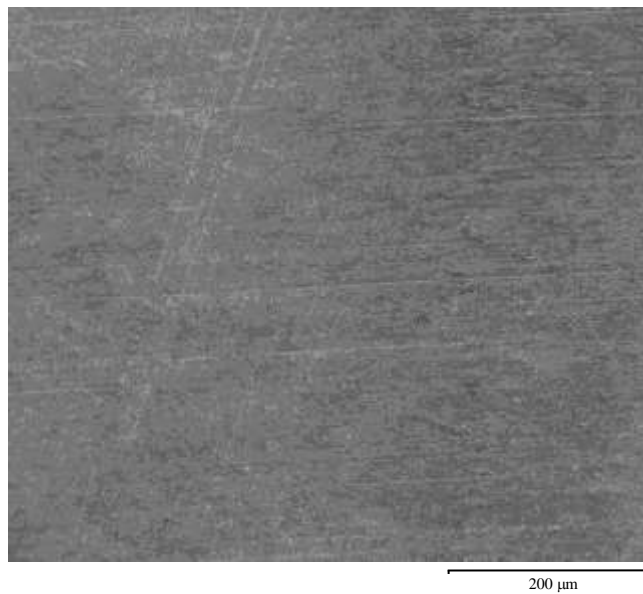
Figure IV.28: Surface de l'enclume – Contact inférieur



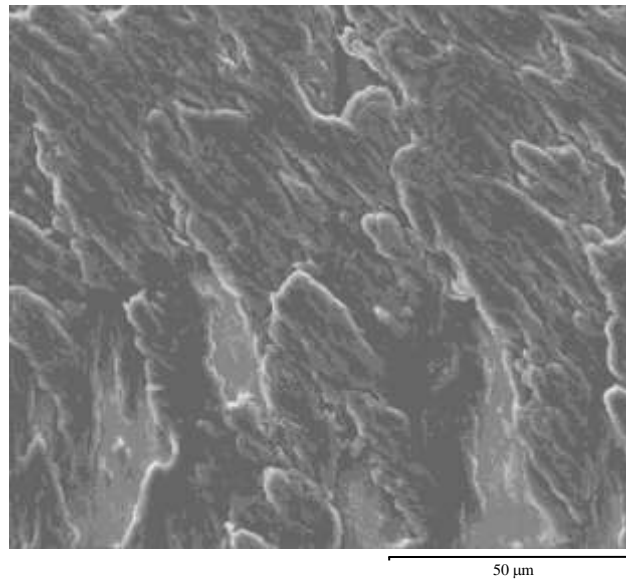
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure IV.29 : Détails de la surface de l'enclume inférieure : (a) Piégeage du magnésium dans la rugosité de l'enclume, (b) Grossissement de la trace en forme de couronne au centre, (c) Zone de transition, (d) Ilots du troisième corps sur le bord

IV.2.2.3 Observation des coupes

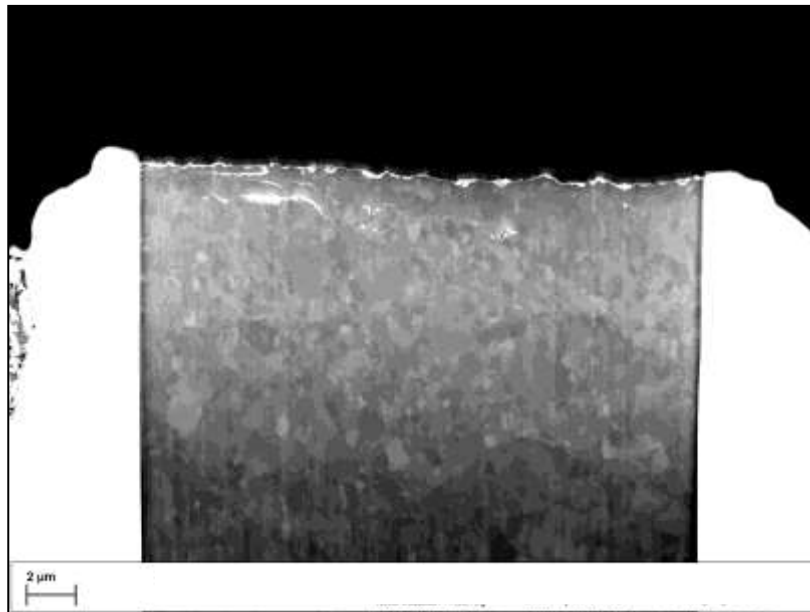
Afin de corréler la dégradation de la surface avec les modifications microstructurales induites par la pression, une analyse FIB détaillée a été menée dans les deux zones identifiées sur la figure IV.30. Les micrographies obtenues révèlent une évolution marquée de la microstructure en réponse à l'augmentation de la pression appliquée. Cette évolution se traduit par une diminution notable de la taille des grains témoignant d'une déformation plastique plus intense dans cette zone.



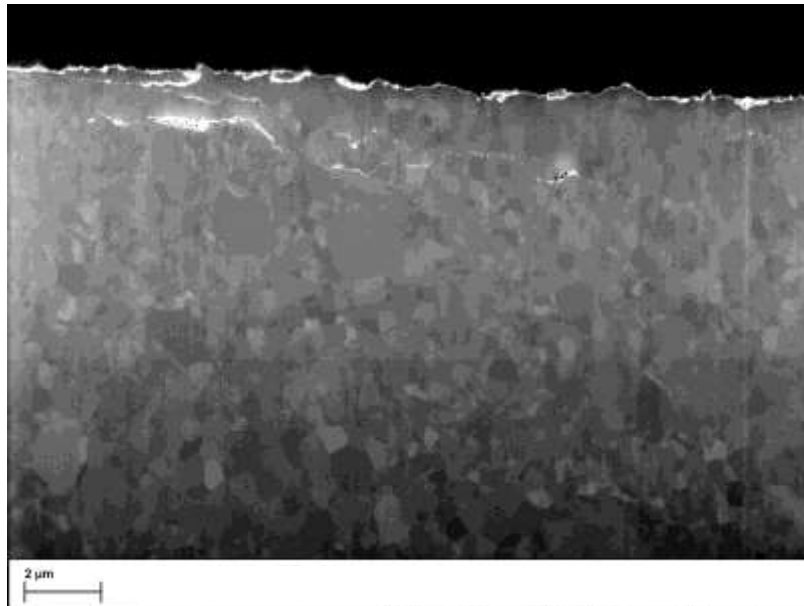
Figure IV.30 : Localisation des différentes zones

Les images de la zone centrale révèlent une microstructure significativement affinée par rapport à l'état initial, avec une taille de grain nanométrique prédominante. Les grains présentent une orientation aléatoire similaire à l'état initial, mais avec une morphologie équiaxe. La figure IV.31(c) révèle une microstructure à grains essentiellement uniformes, à l'exception de quelques gros grains de 2 μm .

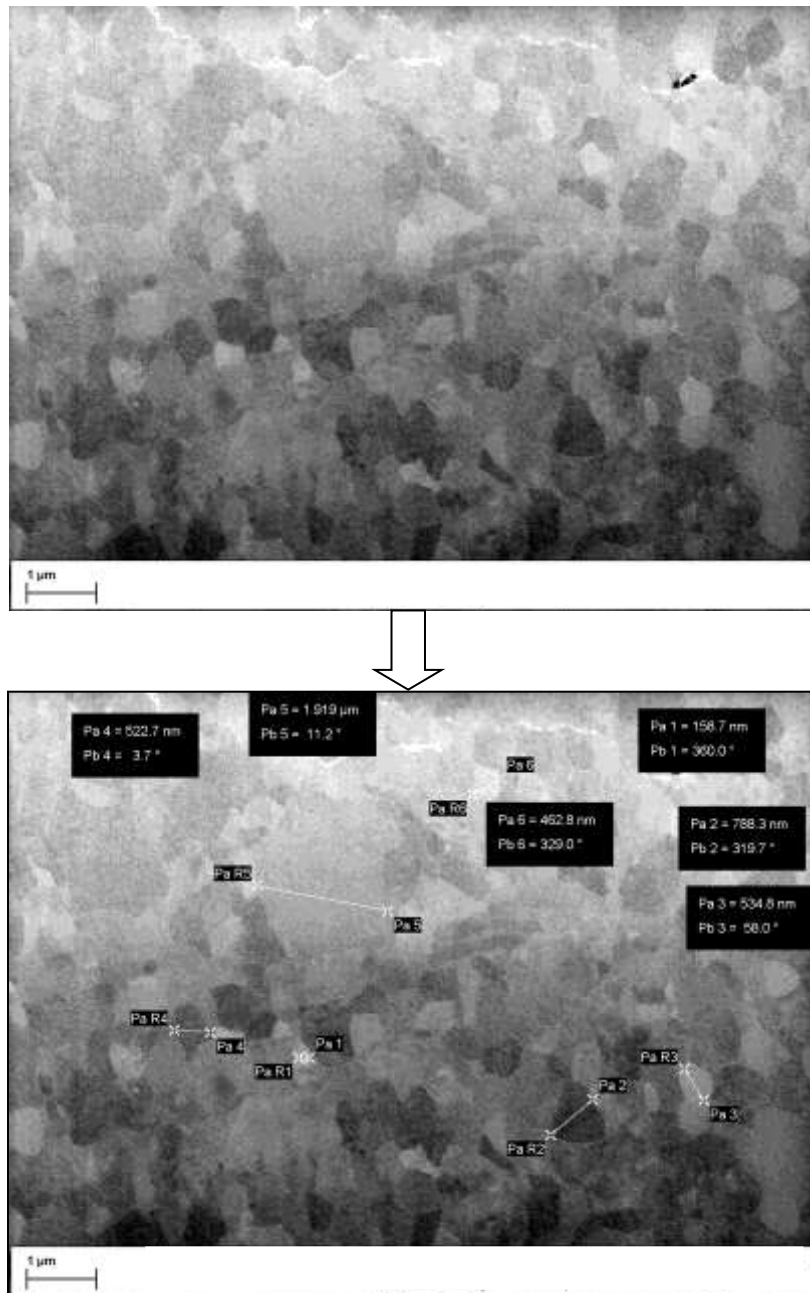
Parallèlement, des fissures atteignant 9 μm de longueur maximale ont été observées. Ces fissures sont orientées parallèlement à la surface et se situent à environ 2 μm de profondeur, comme illustré sur la figure. L'observation suggère une propagation des fissures le long des joints de grains, induite par la décohésion du matériau lors de l'ouverture du contact, consécutive aux forces d'adhérence entre les surfaces.



(a)



(b)

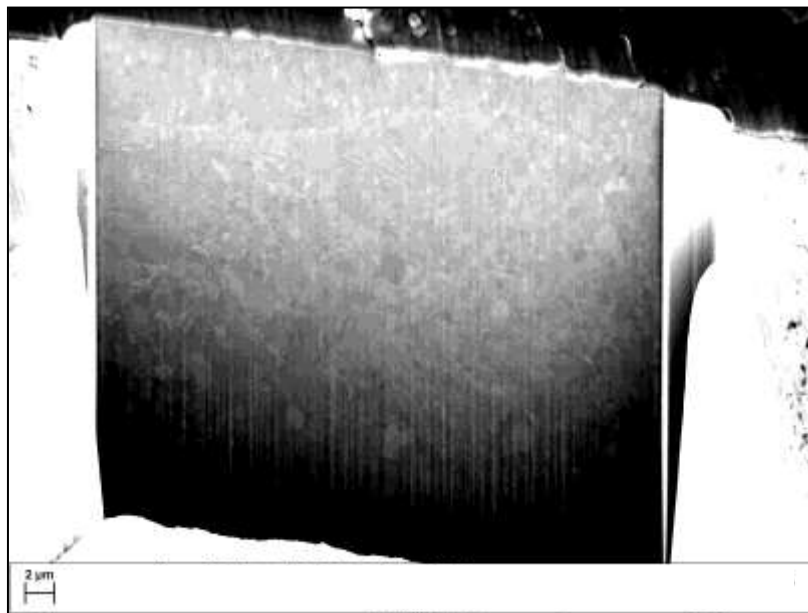


(c)

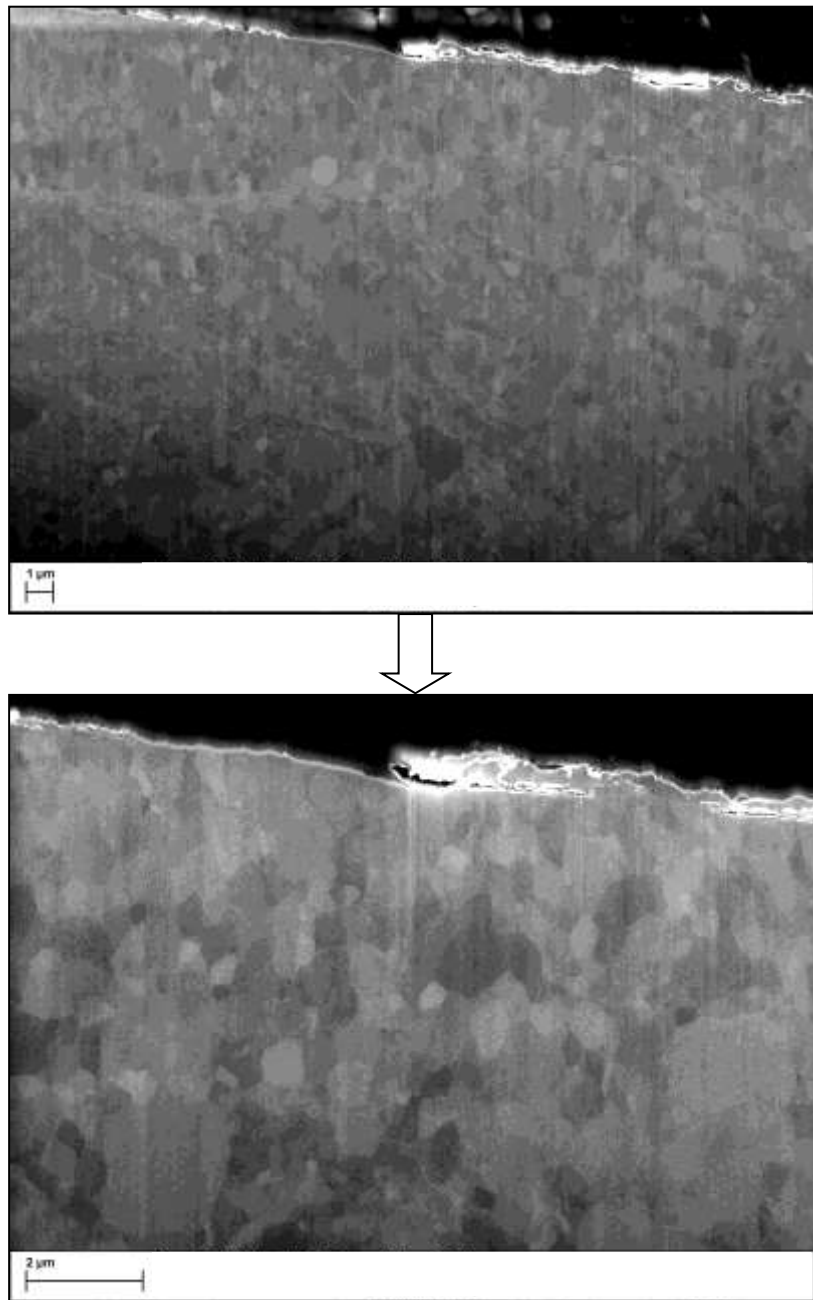
Figure IV.31 : Évolution de la microstructure dans la zone centrale : (a) Vue globale, (b) Grossissement du réseau de fissures, (c) Grossissement de la zone au gros grain

Contrairement à la zone centrale, les images de la zone en forme de couronne (voir figure IV.32) révèlent une transition très nette entre deux microstructures distinctes. Une région présente des grains plus grossiers, tandis que l'autre exhibe des grains beaucoup plus fins. On observe également de gros grains d'environ 1 mm. De plus, la zone à grains fins semble présenter une orientation préférentielle marquée, typique des mécanismes de déformation par bandes de cisaillement. Cette texture est plus marquée que celle observée dans le premier essai.

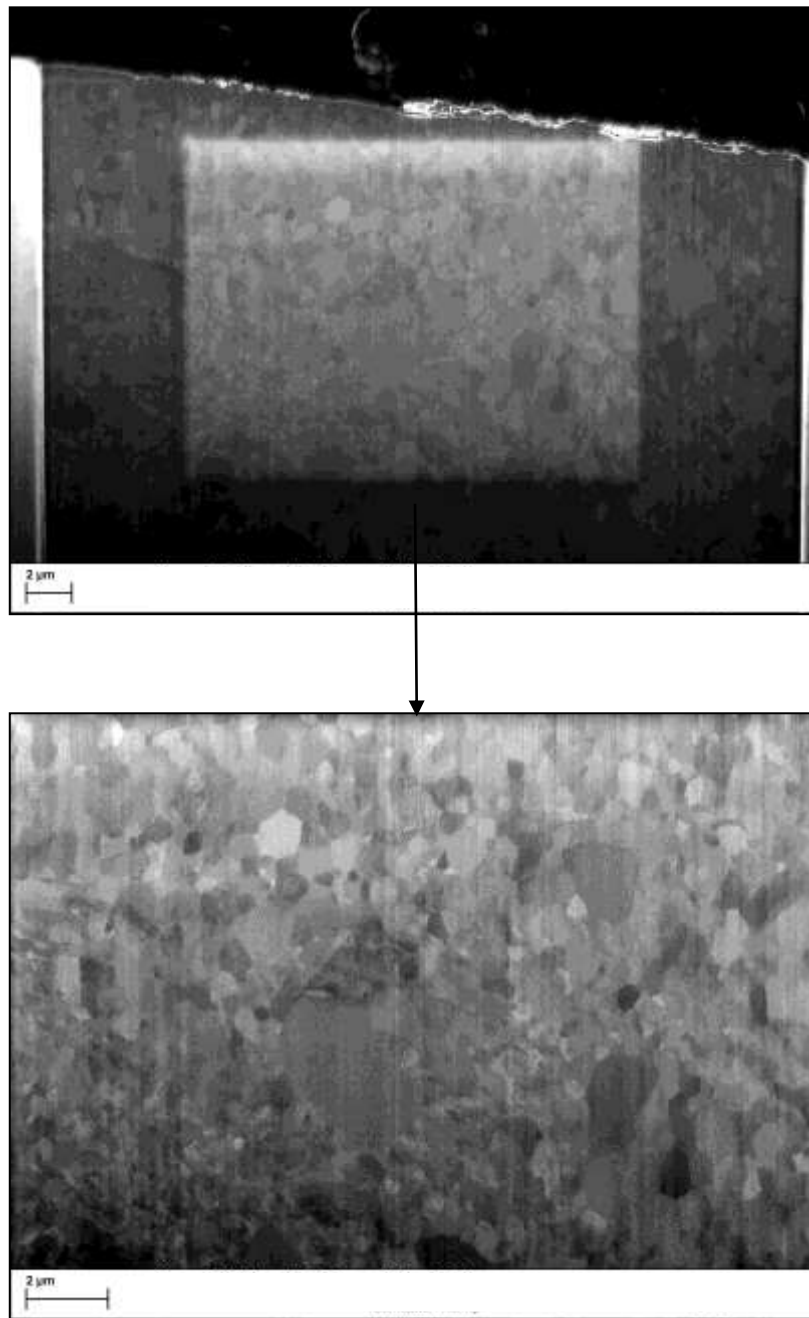
En complément des observations précédentes, l'analyse des images met en évidence des fissures superficielles, suggérant un mécanisme de décohésion interfaciale. Ce phénomène est consécutif à la formation d'une couche superficielle aux propriétés modifiées, induite par les conditions expérimentales imposées au matériau. Cette couche pourrait expliquer le début du détachement de particules observé.



(a)



(b)



(c)

Figure IV.32 : Évolution de la microstructure dans la zone de couronne : (a) Vue globale, (b) Grossissement du réseau de fissures, (c) Grossissement de la zone aux gros grains

IV.2.3 Effet du mode de chargement

IV.2.3.1 Mesures de couple et d'épaisseur

Dans cette série d'essais, les échantillons de magnésium ont été soumis à des conditions de mi-charge, comme décrit en section III.4.4. Les résultats sont présentés dans les figures IV.33 et IV.34.

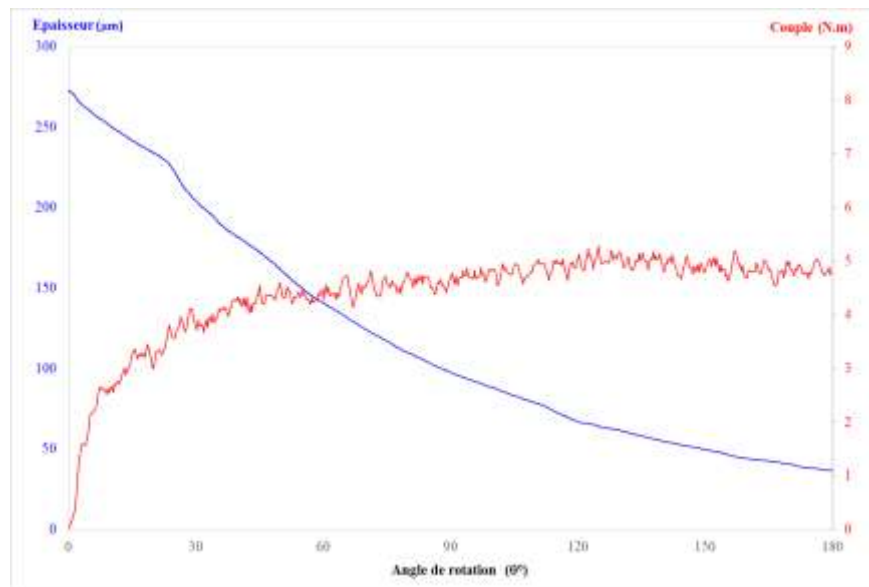


Figure IV.33 : Évolution de l'épaisseur et du couple en mode mi-charge

Après compression, l'échantillon atteint une épaisseur de 270 mm, soit une réduction de 10 % par rapport à son état initial. Durant la phase de torsion, l'échantillon se déforme davantage et on observe une augmentation progressive du couple jusqu'à atteindre un plateau d'environ 5 N.m à 120 degrés. Au début de la torsion, le matériau présente une résistance initiale plus faible par rapport aux essais classiques. Ce phénomène pourrait être attribué à une modification des mécanismes de déformation, notamment les modes d'accommodation de la déformation au sein du matériau, conséquence directe du lancement de la rotation à mi-charge, qui implique un niveau d'écrasement initial plus faible.

La pente de la courbe d'évolution de l'épaisseur de l'échantillon est remarquable, offrant une image de déformation continue du matériau et confirmant la tendance d'évolution du couple.

L'évolution de la contrainte suit une tendance similaire, caractérisée par une croissance initiale suivie d'une stabilisation. Les valeurs maximales atteintes sont légèrement supérieures à celles observées lors des essais classiques.

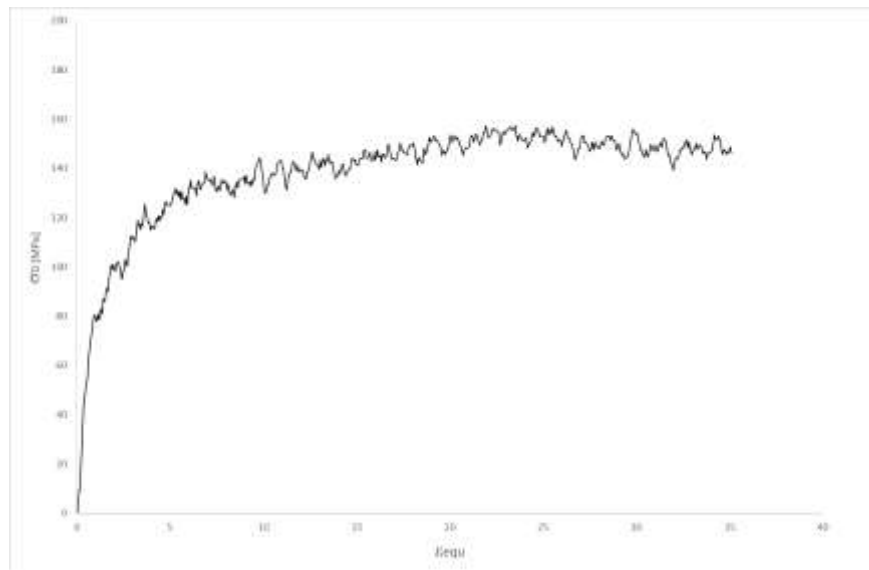


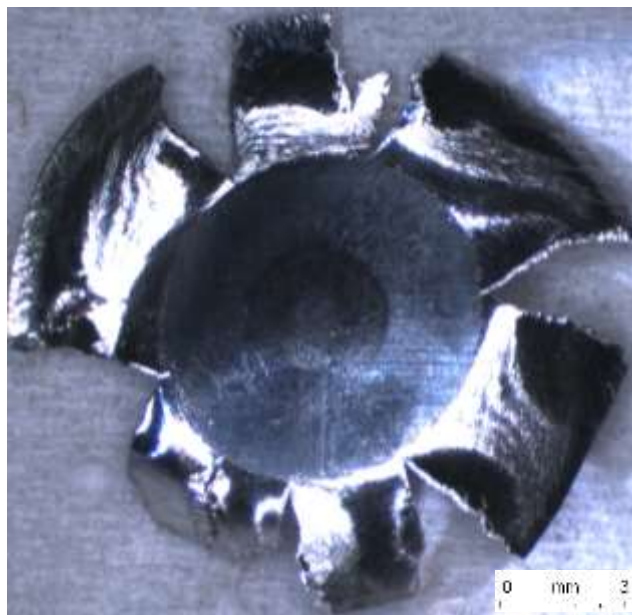
Figure IV.34 : Courbe contrainte-déformation en mode mi-chargement

IV.2.3.2 Morphologie des surfaces frottées

Les premières observations des surfaces frottées en mode de mi-chargement révèlent un comportement tribologique similaire à celui observé lors des essais classiques (voir figure IV.35). Une trace centrale caractéristique se forme au sein de la zone de contact. Cependant, les détails des surfaces exposés dans la figure IV.36 permettent de constater quelques différences de comportement.

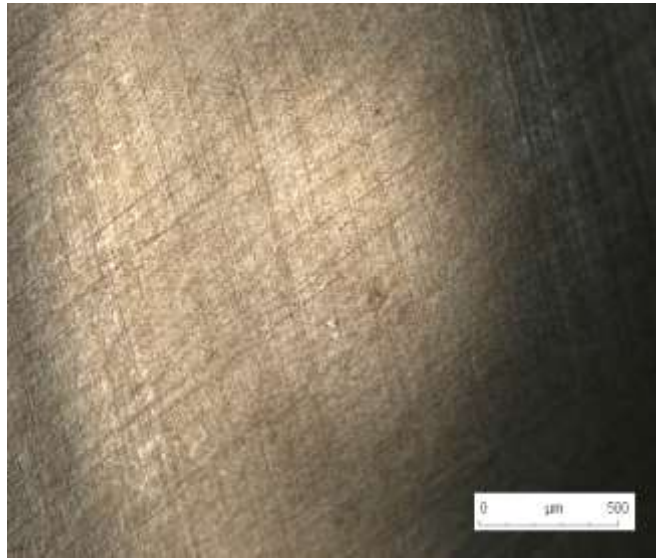


(a)



(b)

Figure IV.35 : Échantillon déformé en mode mi-charge : (a) Surface inférieure, (b) Surface supérieure



(a)



(b)

Figure IV.36: Détails de l'échantillon en mode mi-chargement : (a) Grossissement de la zone centrale, (b) Grossissement de la zone périphérique

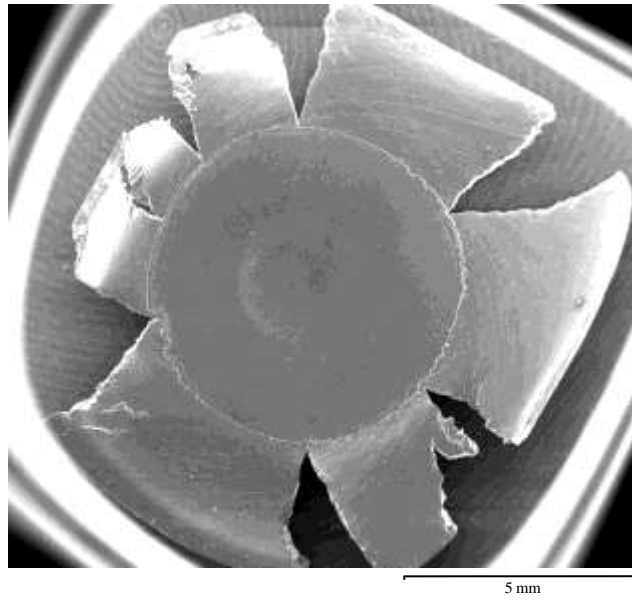
L'analyse MEB révèle des différences significatives entre les résultats obtenus et ceux de l'essai classique. La surface de l'échantillon peut être divisée en trois zones distinctes, comme illustré sur la figure IV.37. De manière générale, l'observation permet de formuler les remarques suivantes :

1- La zone centrale est caractérisée par des empreintes d'enclumes témoignant d'une bonne adhérence. Cette zone est délimitée par une trace de détachement de matière particulière. Le détachement des particules s'effectue par l'éclatement d'une couche superficielle apparemment plus fragile. Comme le montre la figure IV.37 (d), ce détachement suit la direction de rotation.

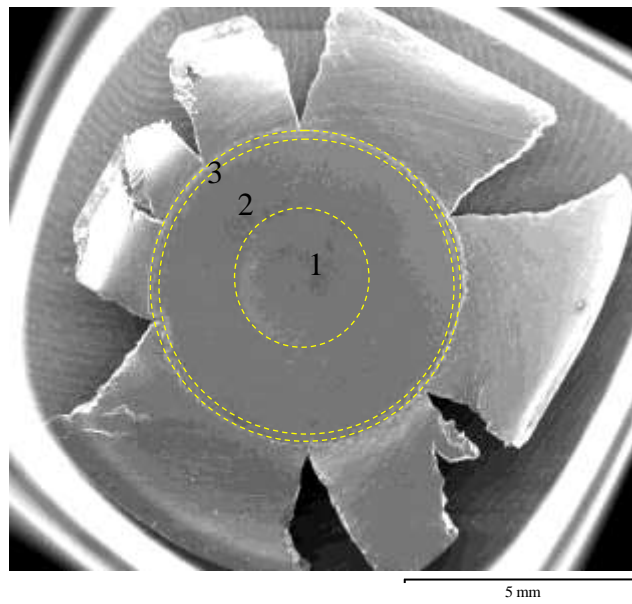
2- La zone intermédiaire est marquée par un relief caractéristique d'un arrachement de matière plus important. Cette zone présente également des rayures d'enclumes, confirmant l'occurrence d'une bonne adhérence. Les images de la figure IV.39 mettent en évidence une différence notable dans le comportement de la zone intermédiaire, où l'arrachement de matière est significativement plus profond et plus prononcé que lors des essais classiques. La figure IV.39 (b) illustre clairement l'ampleur de ce détachement.

Par ailleurs, les enclumes présentent des marques d'une forte adhérence à l'interface, confirmée par un relief similaire à celui observé sur les échantillons. Cette correspondance est confirmée par la comparaison des figures IV.37(d) et IV.40(c). L'orientation des stries, formées par l'arrachement de matière et alignées avec le sens de rotation, indique clairement que le matériau a subi un cisaillement important. Cette orientation atteste de l'entraînement du matériau par le mouvement de torsion. Dans ces conditions de déformation, la distribution des contraintes n'est pas homogène. Ces hétérogénéités ont engendré des concentrations de contraintes en certains points, favorisant ainsi l'apparition des fronts d'écoulement plastique et du détachement de particules caractéristiques en forme de "V".

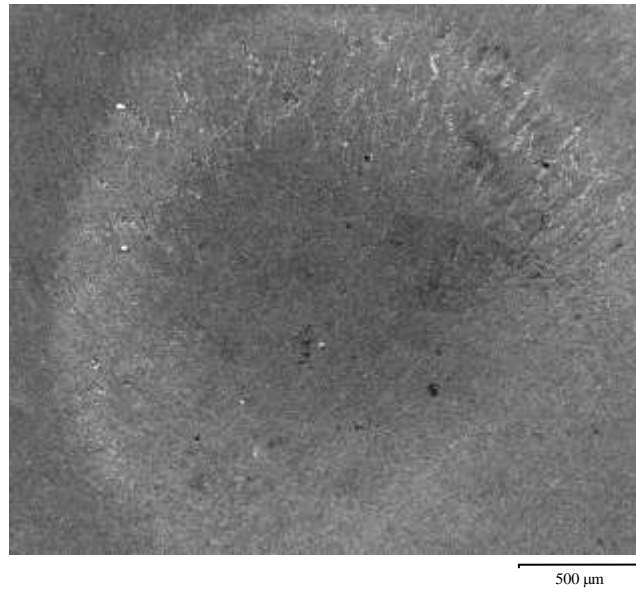
3- La zone périphérique présente un comportement analogue à celui observé précédemment, caractérisé par la formation d'empilements d'îlots issus du troisième corps. Ces empilements présentent une distribution de tailles variées.



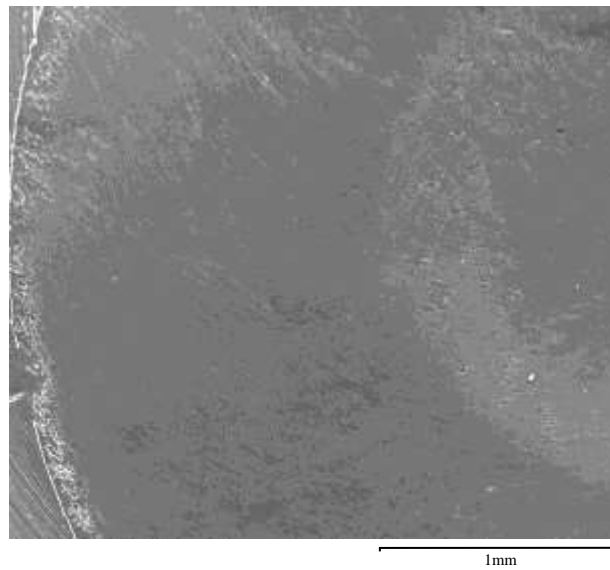
(a)



(b)

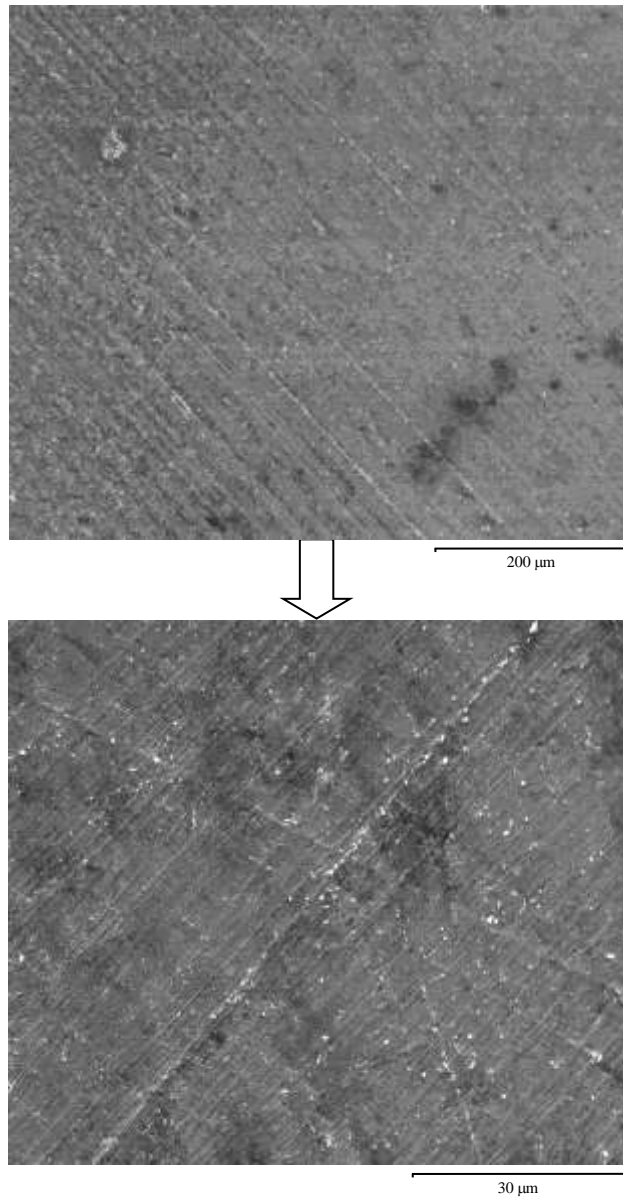


(c)

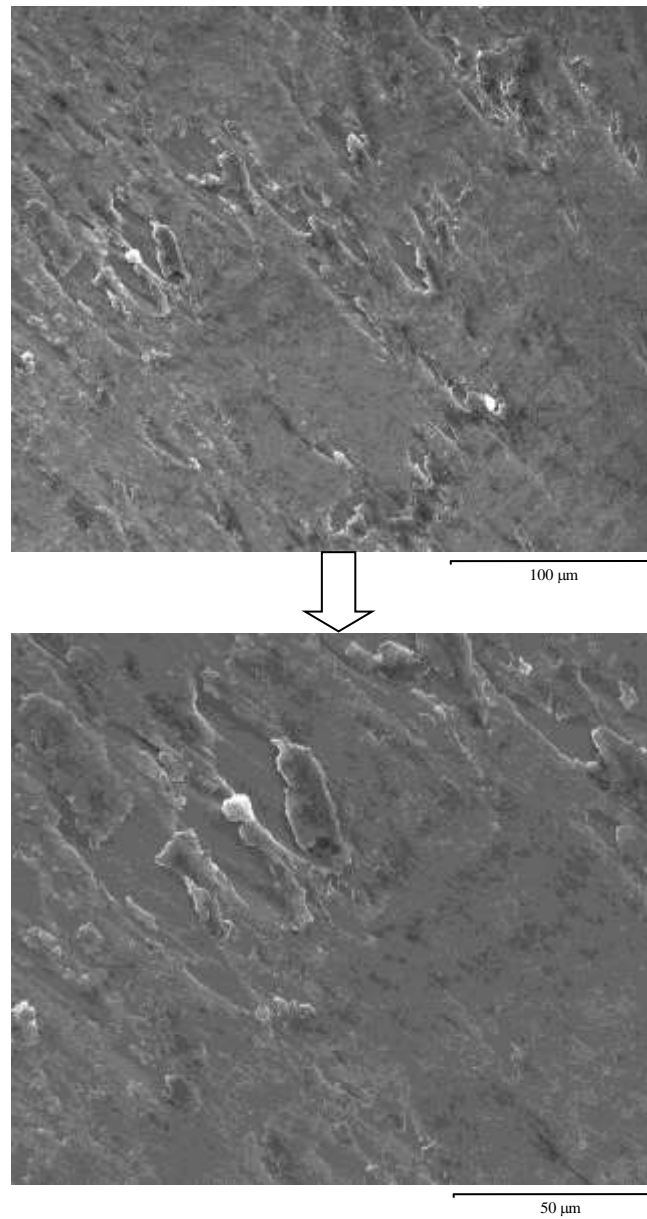


(d)

Figure IV.37 : Observation MEB : (a) Vue globale, (b) Localisation des différentes zones sur la surface inférieure de l'échantillon, (c) Vue de la zone centrale, (d) Vue de la zone intermédiaire

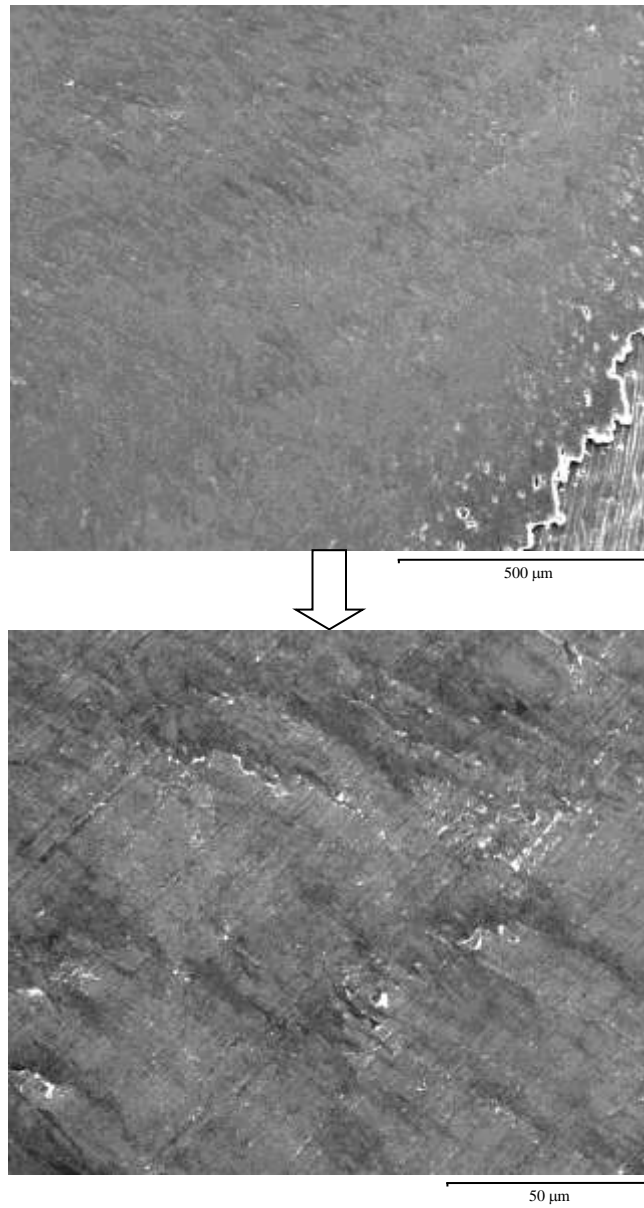


(a)

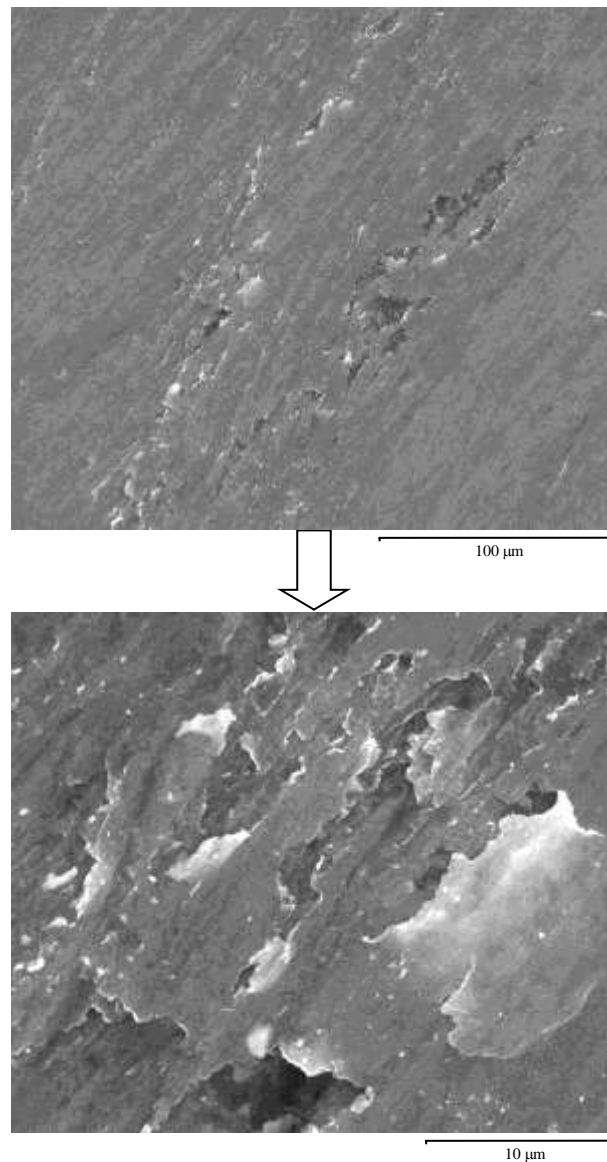


(b)

Figure IV.38 : Détails de la zone numérotée 1 sur la figure IV.37: (a) Détails de la zone centrale, (b) Détachement de particules dans la zone en forme de couronne

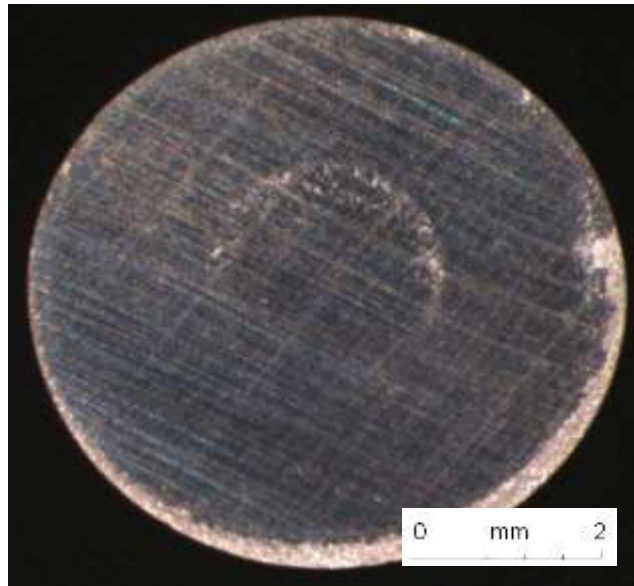


(a)

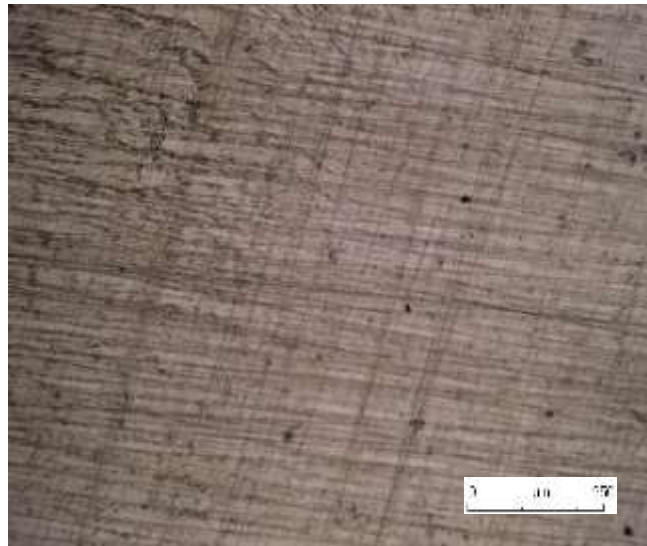


(b)

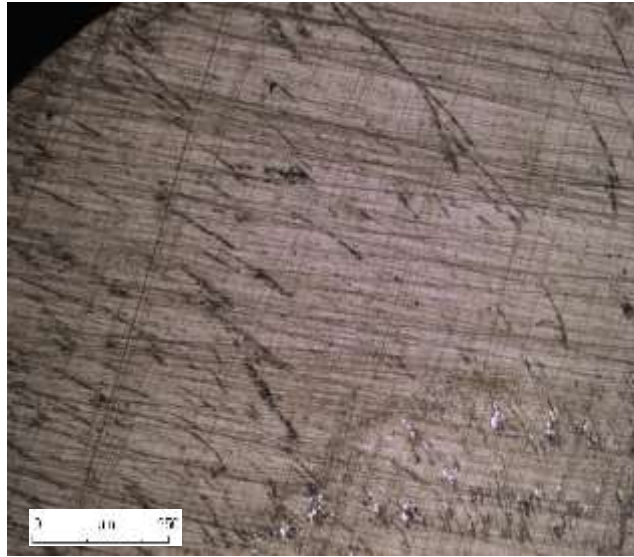
Figure IV.39 : Détails des zones numérotées 2 et 3 sur la figure IV.37 : (a) Détails de la zone périphérique, (b) Détachement de particules



(a)

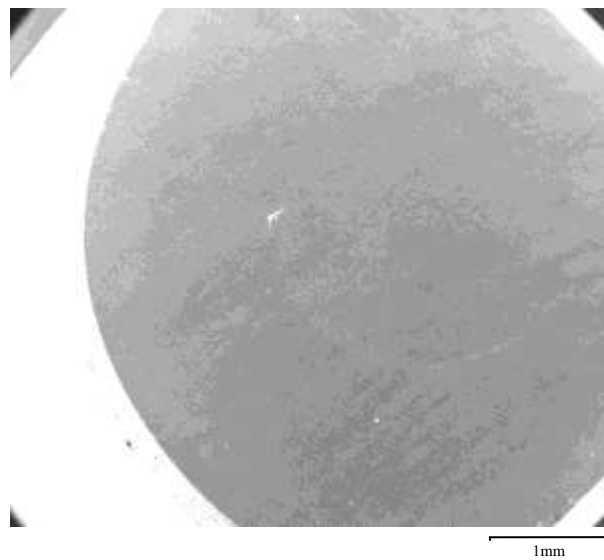


(b)

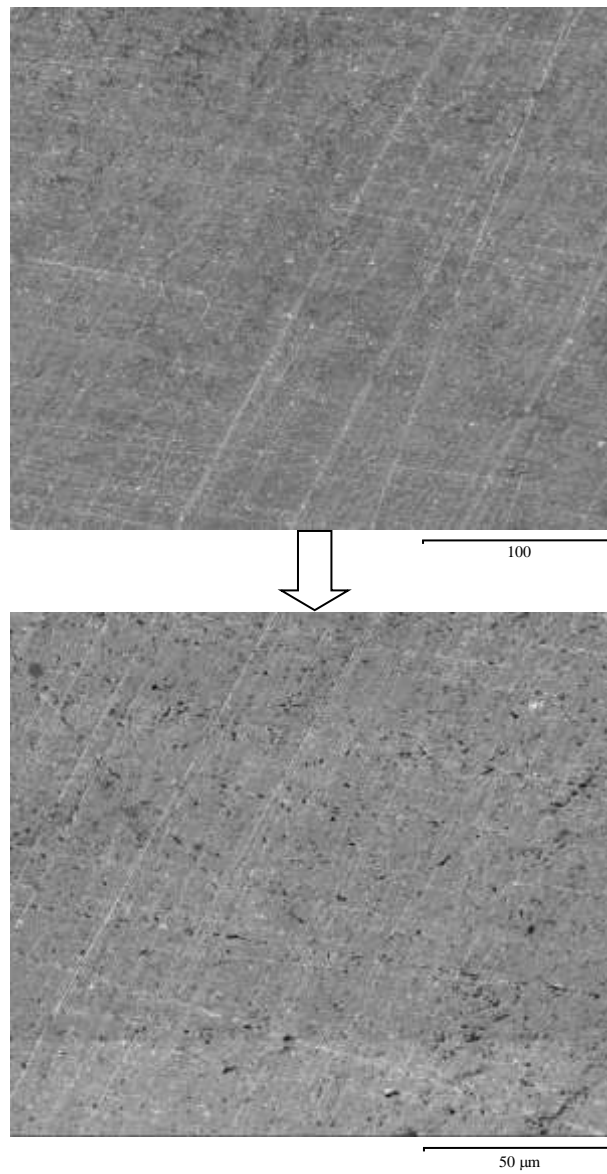


(c)

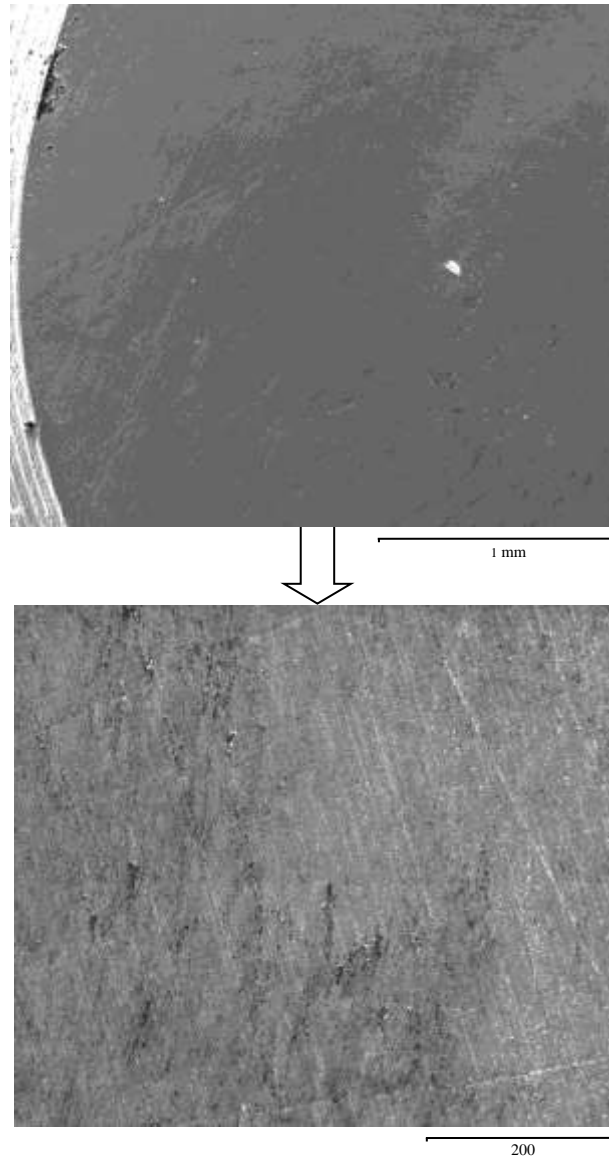
Figure IV.40: Surface de l'enclume – Contact inférieur : (a) Vue globale ; (b) Zone centrale, (c) zone périphérique



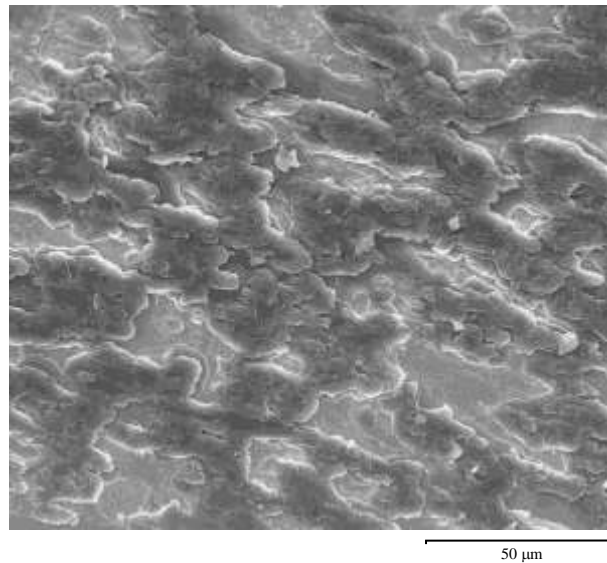
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure IV.41: Images MEB – Enclume inférieure : (a) Vue globale, (b) Zone centrale, (c) Trace du détachement – Zone intermédiaire, (d) Ilots du troisième corps sur le bord

IV.2.4 Essai confiné

IV.2.4.1 Mesures de couple et d'épaisseur

Dans les mêmes conditions que le premier essai (pression, vitesse, rotation), cette série d'essais a été réalisée dans un environnement confiné, comme décrit en section III.4.4. Les résultats obtenus sont présentés dans la figure IV.42.

Initialement comprimé de 60 %, l'échantillon subit une déformation supplémentaire sous l'effet de la rotation, entraînant une augmentation rapide du couple jusqu'à atteindre un plateau à 9,2 N.m. ce qui indique que le matériau résiste de plus en plus à la déformation.

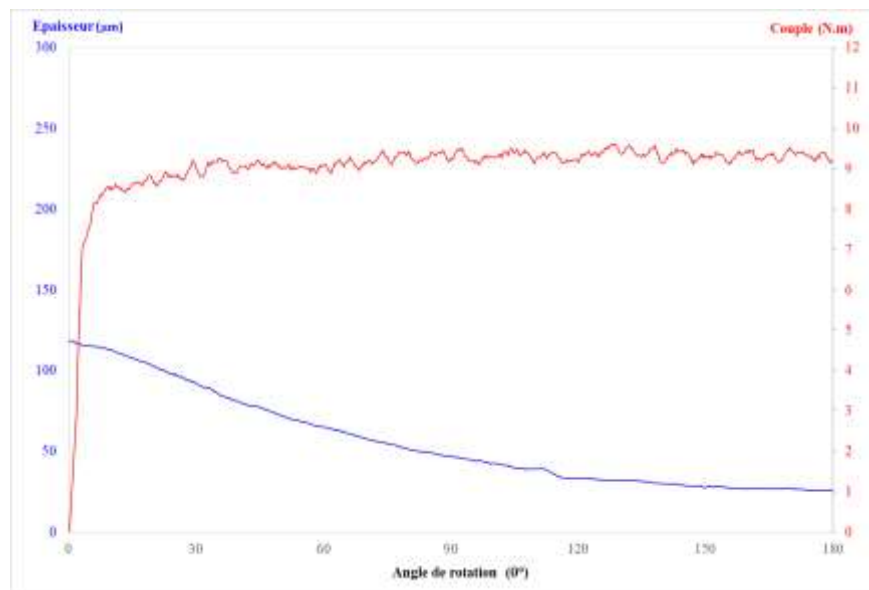


Figure IV.42 : Évolution de l'épaisseur et du couple – Contact confiné

Le couple enregistré en confinement est plus important que dans les autres cas. Il convient de noter que, dans ce type de montage, le frottement est inévitable. La bague de confinement, légèrement plus grande que l'échantillon pour des raisons de montage, crée un espace annulaire. Le matériau, en s'écoulant dans cet espace, génère un frottement non négligeable avec la bague et l'enclume, entraînant ainsi des couples de torsion supérieurs lors de la déformation.

La courbe contrainte-déformation (figure IV.43) présente une allure similaire à celle du couple : une montée rapide initiale suivie d'une stabilisation, caractéristique d'un écrouissage puis d'une saturation du matériau. Ainsi, la contrainte maximale atteinte dans cet essai est plus élevée que dans l'essai non confiné.

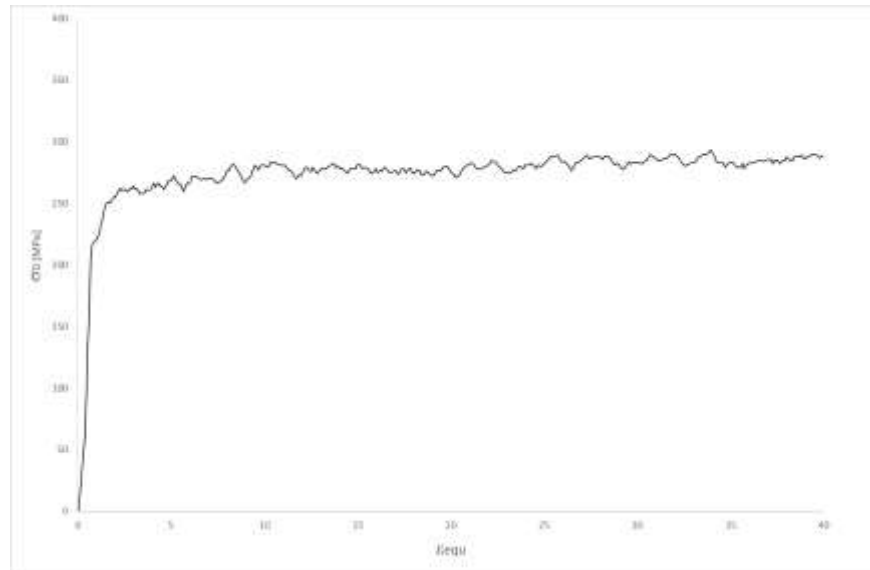


Figure IV.43 : Courbe contrainte-déformation – Contact confiné

IV.2.4.2 Morphologie des surfaces frottées

L'examen des surfaces après essai confiné dévoile une morphologie totalement différente de celle observée lors des essais non confinés. Le confinement a induit une modification profonde de la morphologie de surface, comme le montre la figure IV.44. La présence de traces en "V" suggère une similitude de comportement avec l'essai de mi-chargement. Cependant, à la différence de ce dernier, on observe une absence de trace au centre. Globalement, la surface exhibe un aspect quasi-uniforme, caractérisé par une distribution dense de ces traces en "V".

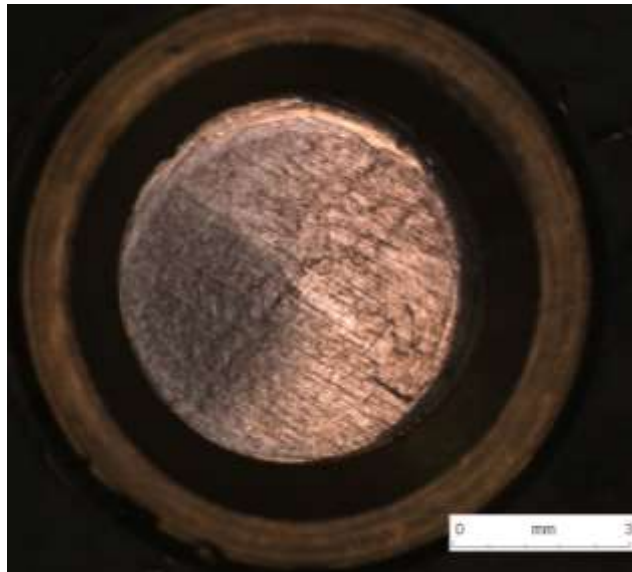
Lors d'un essai confiné, la distribution de pression dans l'échantillon avant le début de la rotation de l'enclume est proche d'une distribution uniforme. En effet, le développement de la contrainte dans un essai confiné suggère une déformation plus homogène du matériau, due à la présence d'une pression de confinement qui empêche la localisation de la déformation [ZHIL 08].

Ces constatations sont renforcées par la présence d'empreintes d'enclumes sur toute la surface, révélatrices d'une adhésion marquée entre les matériaux. Comme expliqué précédemment, les traces en "V" sont la conséquence directe de la décohésion du matériau

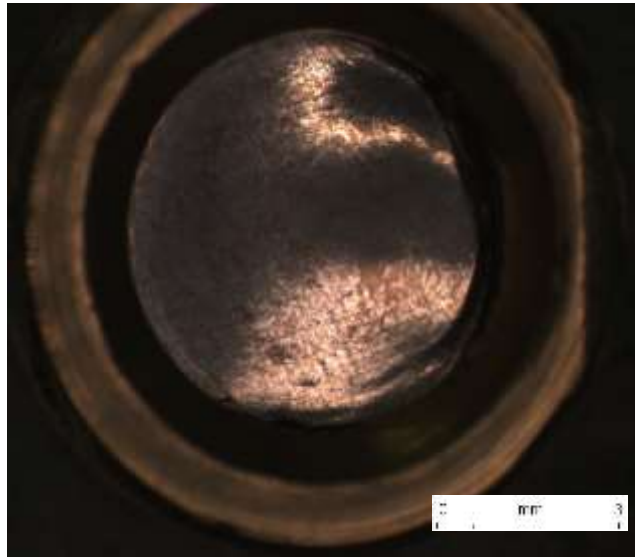
au niveau des fronts d'écoulement plastique, générées lors de l'écoulement plastique intense induit par la rotation de l'échantillon.

L'analyse de la figure IV.45 (a) révèle un écoulement latéral de la matière qui s'est formé le long des faces des bagues en raison du frottement avec celles-ci. Ce phénomène est en accord avec les résultats précédents qui mettaient en évidence une augmentation du couple dans des conditions de confinement.

La figure IV.45 (b) illustre le comportement de la zone centrale. La surface présente des marques de frottement distinctes, organisées en lignes circulaires concentriques, témoignant du mouvement de rotation de la surface. Ces lignes correspondent aux traces de détachement de particules, suggérant un frottement relativement régulier. Néanmoins, on observe des variations locales d'usure, indiquant des hétérogénéités dans les conditions de contact au cours de l'essai.



(a)

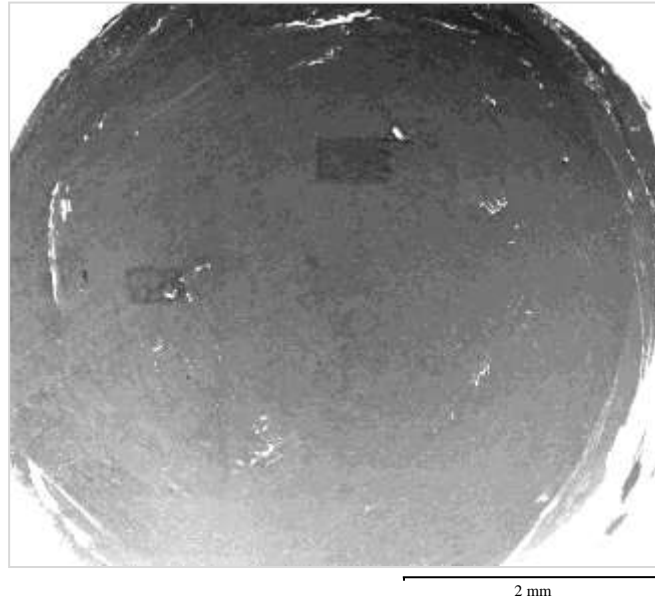


(b)

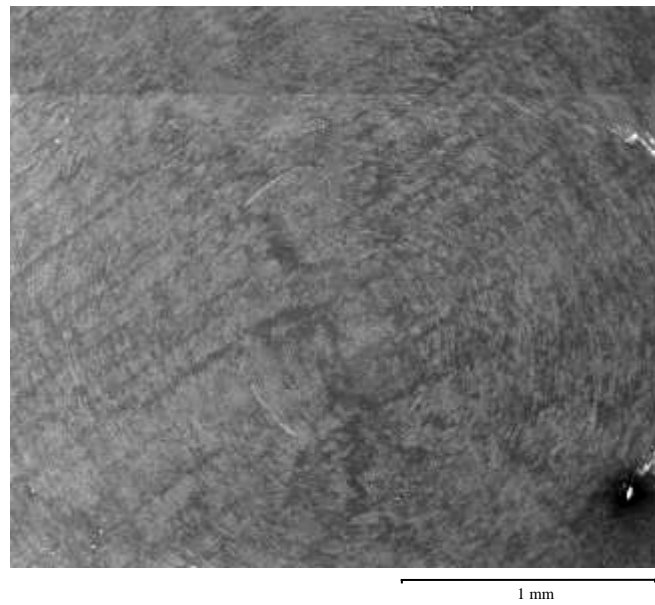


(c)

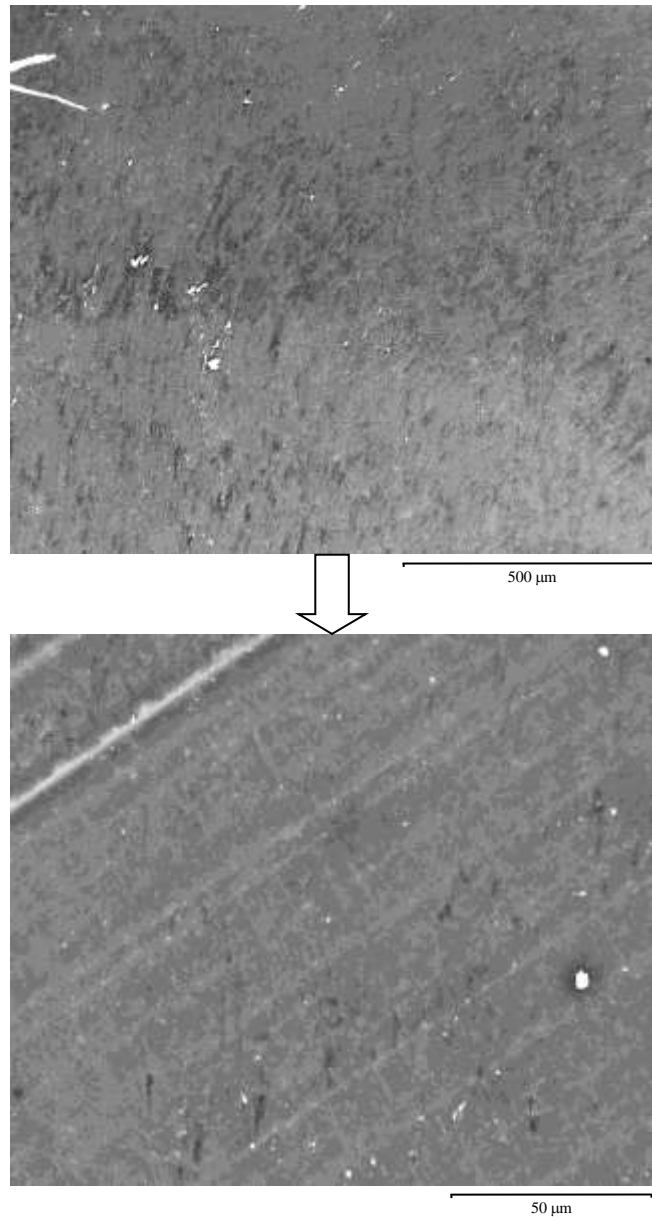
Figure IV.44: Échantillon confiné : (a) Surface inférieure, (b) Surface supérieure, (c) Grossissement de la zone centrale – Contact inférieur



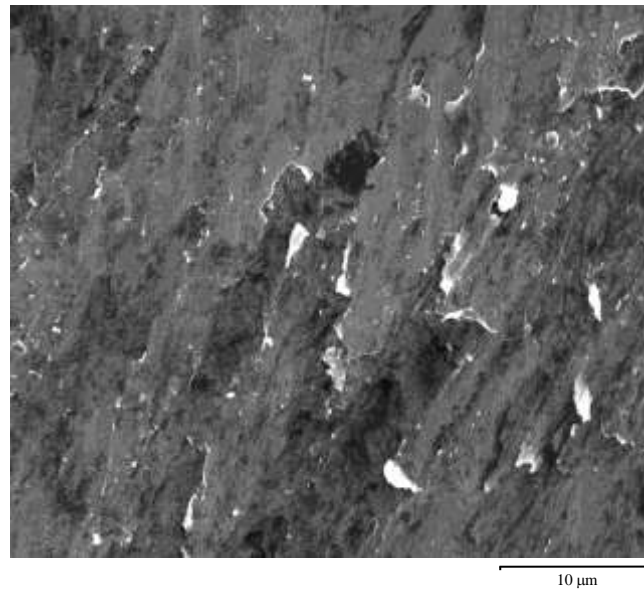
(a)



(b)



(d)



(e)

Figure IV.45 : Observation MEB – Contact inférieur : (a) Vue globale, (b) Zone centrale, (c) Zone périphérique (d) Zone périphérique en contraste Z, (e) Détachement de particules

La figure IV.45 (e) met en évidence un phénomène d'adhésion marqué, caractérisé par de notables arrachements de matière et des empreintes typiques de l'enclume. Les observations complémentaires sur la surface opposée de l'enclume confirment ce transfert de matière, avec notamment l'incrustation de particules de magnésium. Cette correspondance, illustrée par les figures IV.45 (b) et IV.47 (a), est renforcée par une microanalyse EDX. Cette analyse détaille la nature des éléments transférés, offrant ainsi un éclairage précis sur les mécanismes d'adhésion en jeu.

Globalement, l'interaction entre les surfaces a été intense. Des adhérences se sont formées, entraînant un arrachement de matière lors de la séparation des surfaces. Il est suggéré que, lors des essais confinés, les contraintes de cisaillement dues à la torsion sont plus prédominantes par rapport aux contraintes de compression.

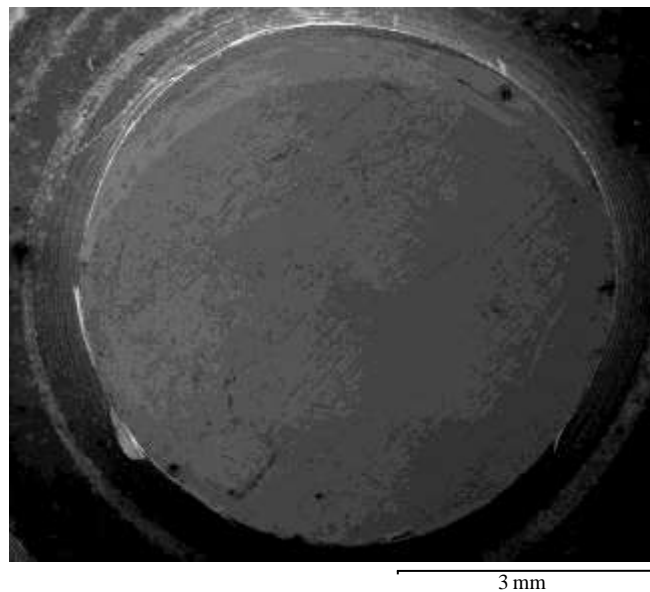
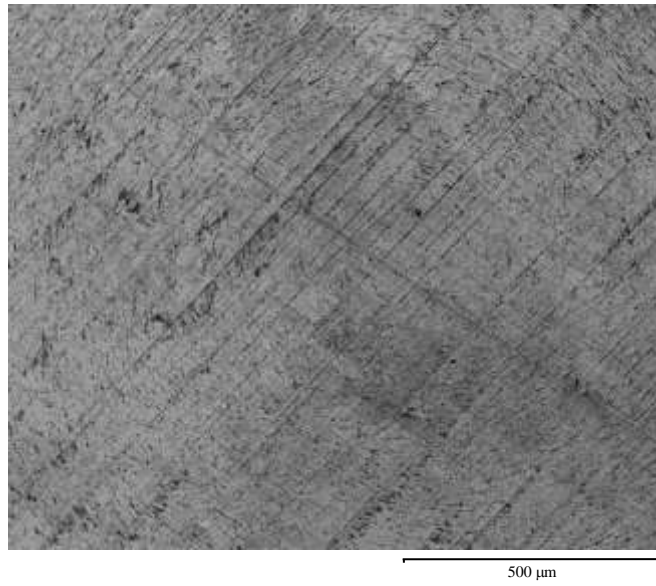
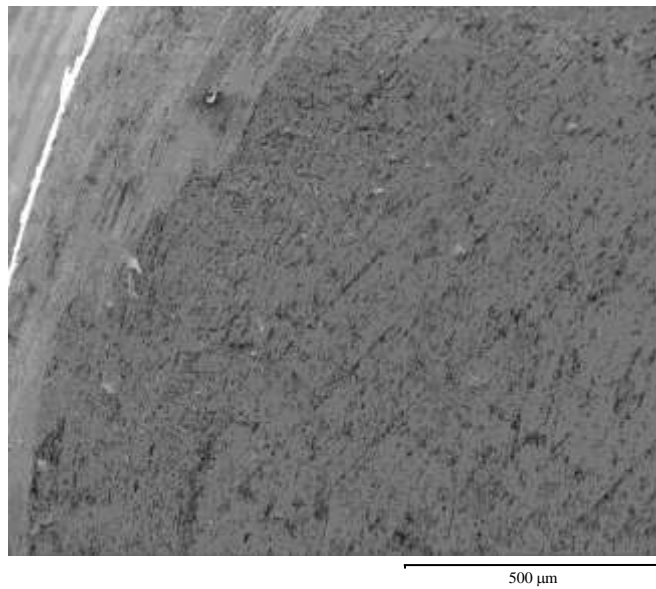


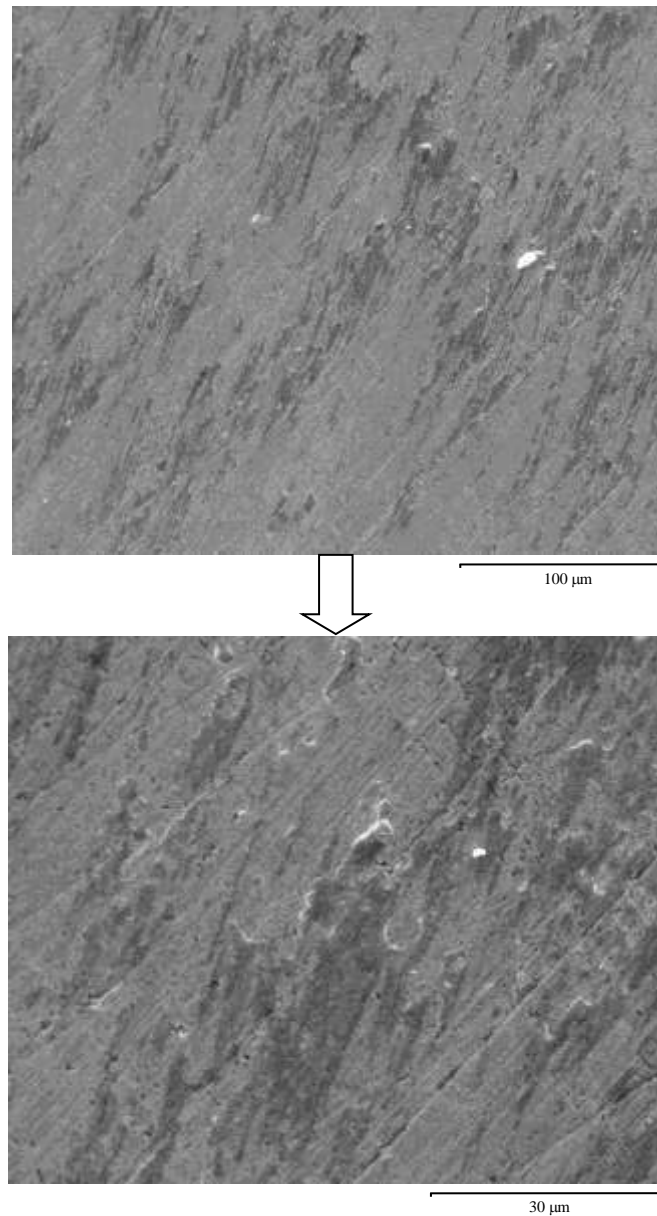
Figure IV.46: Surface de l'enclume – Contact inférieur



(a)



(b)



(c)

Figure IV.47 : Détails de la surface de l'enclume inférieure : (a) Zone centrale, (b) Zone périphérique (c) Îlots du troisième corps

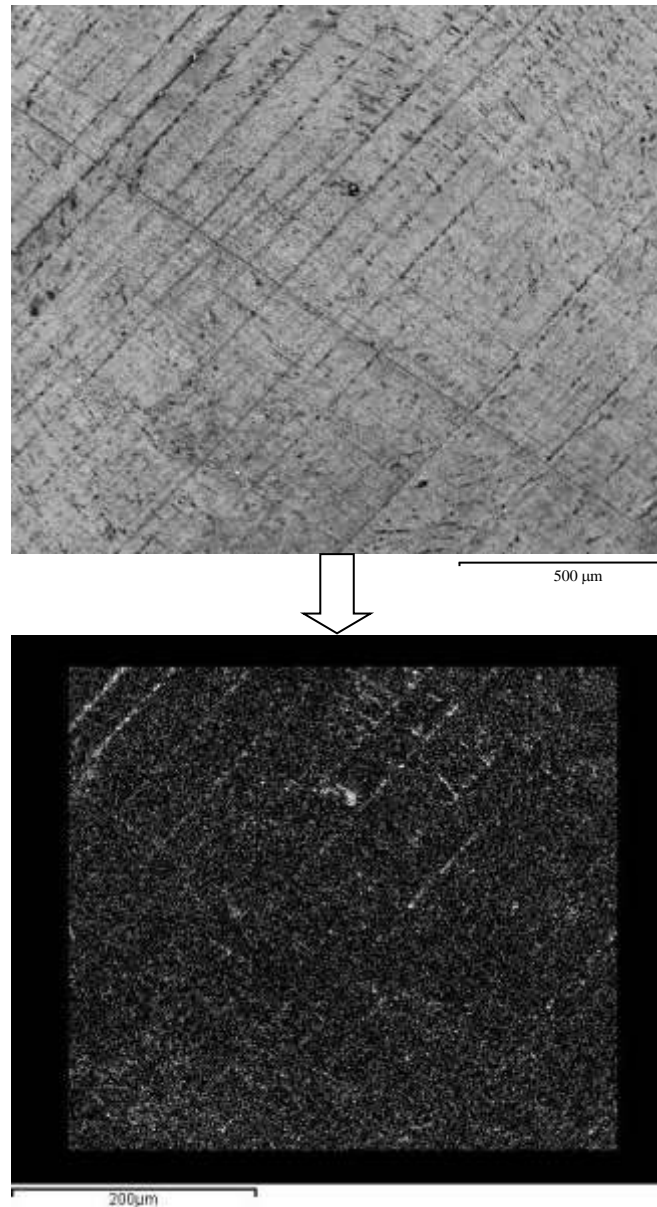


Figure IV.48 : Analyse EDX – Transfert du magnésium sur l'enclume

IV.3 Bilan des résultats expérimentaux

Dans le procédé de HPT, les matériaux subissent des déformations plastiques sévères. La figure IV.49 illustre l'évolution du couple en fonction de la pression hydrostatique appliquée lors des essais réalisés en mode classique. Les résultats montrent une influence significative de la pression sur le couple mesuré, attribuable principalement à

l'écrouissage du matériau [BAUM 96, ZHAN 06]. Plus la pression augmente, plus le couple nécessaire pour déformer le matériau est élevé. Ces résultats soulignent également la sensibilité du matériau aux variations de pression, même les plus faibles.

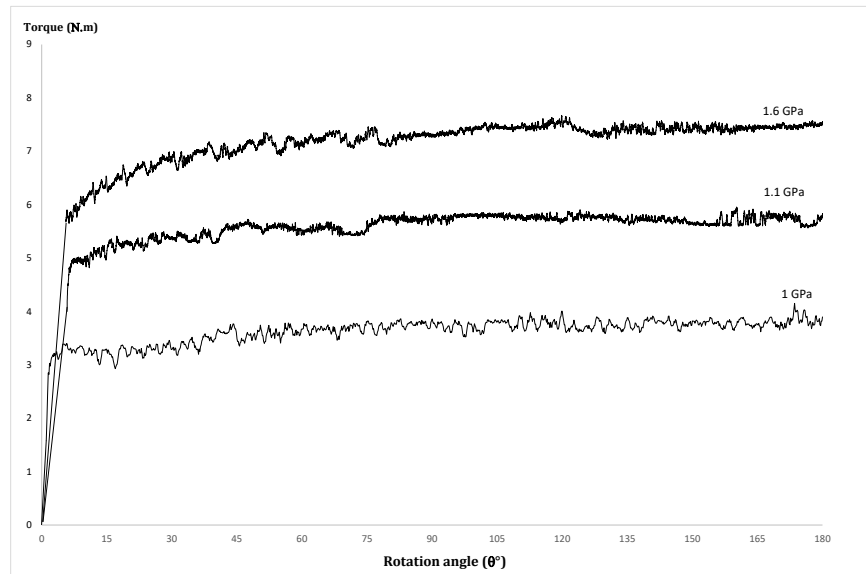


Figure IV.49 : Évolution du couple en fonction de la pression

Le couple mesuré dans ces conditions est influencé par les phénomènes développés tant dans le volume de l'échantillon (déformation plastique) qu'à ses interfaces avec les enclumes (frottements). Les frottements peuvent induire des hétérogénéités de contraintes et de déformations. Il convient donc de considérer le couple mesuré comme une grandeur complexe, résultant de l'interaction de différents mécanismes naissants dans le contact. Compte tenu de ces facteurs, quatre configurations expérimentales sont possibles pour la mesure du couple, comme illustré dans la figure IV.50.

L'état intermédiaire observé lors des mesures de couple résulte d'une transition entre deux régimes extrêmes :

- Régime d'adhérence parfaite : lorsque le contact entre les surfaces est parfait, la contrainte de rotation est intégralement transmise au volume du matériau. Le couple mesuré, noté C_v , reflète alors les propriétés mécaniques du matériau dans son ensemble.
- Régime de glissement pur : en présence d'un glissement important à l'interface, le couple mesuré, noté C_i , est principalement dû aux frottements à l'interface.

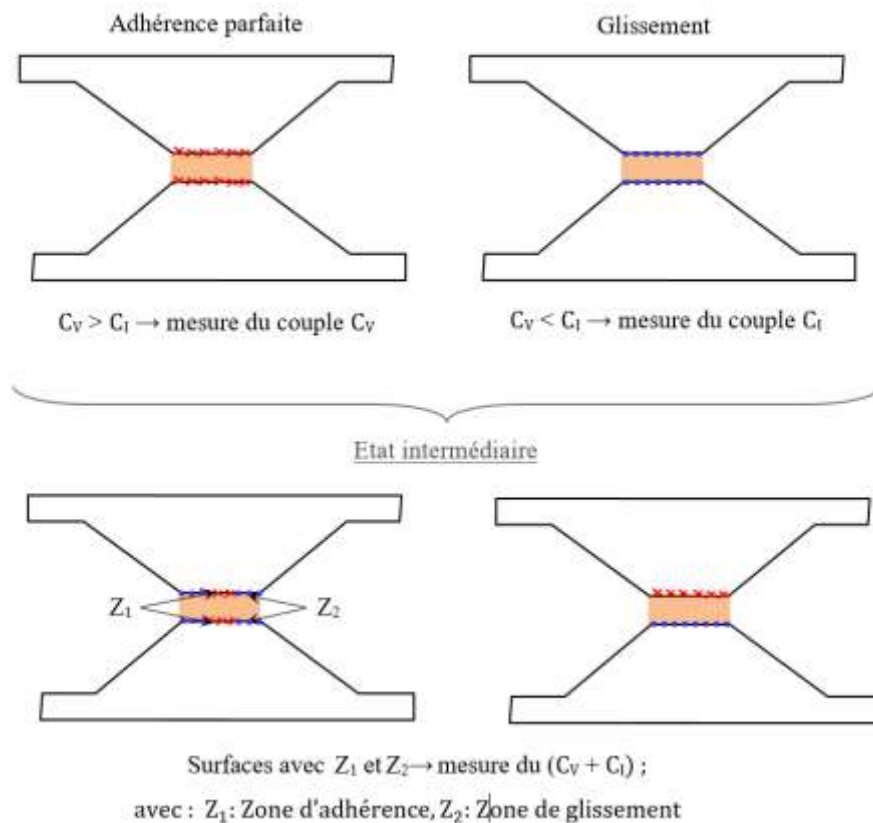


Figure IV.50: Situations rencontrées lors de la mesure du couple

Dans de nombreux cas réels, on observe une situation intermédiaire où l'adhérence est partielle, souvent perturbée par la présence de particules ou de films à l'interface. Le couple mesuré dans ce cas est une combinaison de C_V et de C_I , avec des proportions dépendant de l'importance relative de l'adhérence et du glissement.

La figure IV.51 présente un autre cas de mesure du couple résultant de la dissymétrie du comportement observée lors de l'utilisation d'enclumes de diamètres différents. Cette dissymétrie est due à une légère variation de la réponse des surfaces en frottement, qui induit des variations d'adhérence aux interfaces échantillon-enclumes. Ainsi, même au sein d'un même essai, le niveau d'adhérence peut varier entre les contacts supérieur et inférieur.

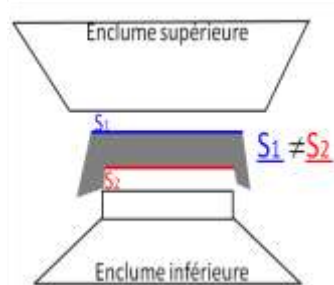


Figure IV.51 : Cas de dissymétrie du comportement des surfaces

En pratique, le glissement diminue avec l'augmentation de la pression appliquée [EDAL 09, HALL 14], ce qui a été observé lors de nos expériences. Celles-ci ont mis en évidence une adhérence significative à l'interface échantillon-enclumes, pour toutes les pressions appliquées et quel que soit le mode opératoire utilisé ; ce qui favorise une transmission efficace des efforts de torsion dans le volume de l'échantillon.

La figure IV.52 compare l'écrasement des échantillons lors des phases de compression et de torsion. Les résultats mettent en évidence l'effet de la prédéformation en compression sur la réponse des échantillons à la phase de torsion. Ces résultats soulignent l'importance cruciale de la phase de compression initiale.

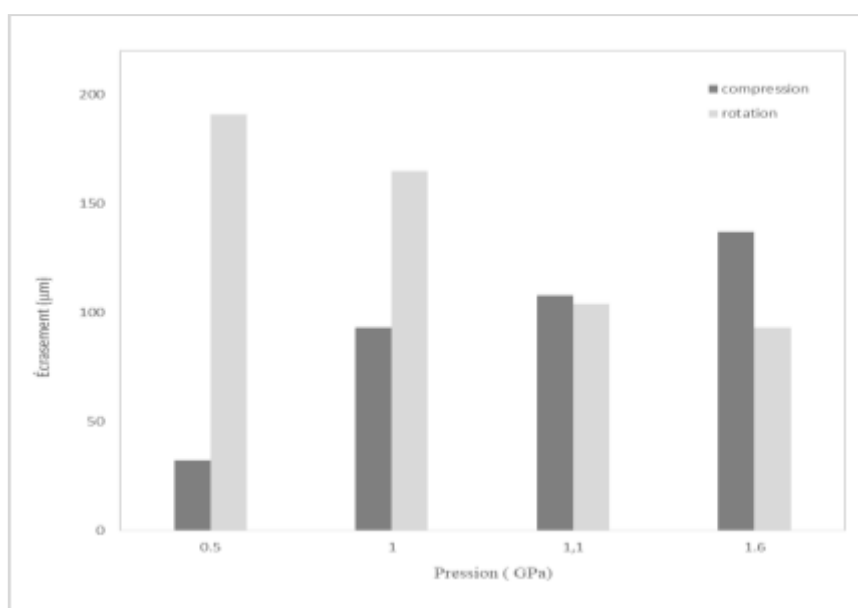


Figure IV.52 : Écrasements des échantillons en phases de compression et de torsion

Il est observé que les échantillons ayant subi une déformation en compression plus importante sont moins écrasés lors de la rotation. Autrement dit, les échantillons les plus prédéformés en compression résistent mieux à l'écrasement lors de la rotation. Le tableau IV.2 récapitule les effets de la pression sur le durcissement du matériau durant les phases de compression et de torsion.

		Écrasement en chargement	Écrasement en rotation
Pression	↑	↑	↓
	↓	↓	↑

Tableau IV.2 : Effet de pression sur l'écrasement de l'échantillon

À partir de ces observations, deux hypothèses possibles peuvent être avancées pour expliquer ce phénomène :

1- Différence dans le niveau d'adhérence (suite aux modifications développées à la surface) : le matériau devient plus adhérent à la surface de l'enclume, limitant ainsi l'écoulement radial du matériau sur le bord des enclumes (contact fermé). Par conséquent, pendant la phase de rotation, les contraintes sont transférées plus efficacement dans le volume de l'échantillon.

Ce comportement est lié à l'effet des hautes pressions qui améliorent l'adhérence entre l'échantillon et les enclumes. En effet, la pression entraîne un écoulement plastique du matériau dans les micro-aspérités, renforçant ainsi l'accrochage mécanique à l'interface et favorisant l'adhérence de l'échantillon aux enclumes. Lors de la rotation, le frottement est amélioré et devient suffisant pour transmettre le cisaillement au sein du matériau. Les calculs effectués dans [HALL 14] montrent qu'un coefficient de frottement élevé à l'interface réduit l'écoulement du matériau et augmente le couple de cisaillement requis.

Par ailleurs, des études ont mis en évidence l'impact de la contamination sur l'adhérence des contacts [NOLL 97]. Il est établi que les hautes pressions, en limitant la pénétration des contaminants et en favorisant un état physico-chimique homogène à l'interface, améliorent

significativement l'adhérence dans le procédé de HPT. Cette proposition établit une corrélation directe entre les hautes pressions et l'amélioration de l'adhérence sous HPT.

Le tableau IV.3 récapitule les corrélations entre la pression, l'effet de surface et la déformation en torsion.

<i>Pression</i>	Adhérence à la surface	Écoulement latéral	Écrasement en rotation
↑	↑	↓	↓
↓	↓	↑	↑

Tableau IV.3 : Effet de pression sur l'état de surface et la déformation

L'apparition exclusive d'une trace centrale dans les échantillons de magnésium soumis à HPT – non confiné constitue une signature caractéristique de la déformation plastique de ce matériau. Cette observation permet d'affiner les simulations numériques et d'améliorer ainsi la prédiction du comportement des matériaux soumis à de telles sollicitations extrêmes.

2- Différence dans le niveau de modification de la microstructure (suite aux modifications développées dans le volume) : La compression sous haute pression induit une déformation plus importante et un écrouissage plus marqué, modifiant ainsi la microstructure initiale de manière à limiter la déformabilité ultérieure en torsion. En revanche, sous basse pression, l'écrouissage étant moins prononcé, la microstructure conserve ces propriétés et permet une déformation plus importante en torsion. Par conséquent, l'échantillon, au début de la rotation, présente un état microstructural différent de son état initial. Cette réponse est principalement attribuable à l'interaction entre les mécanismes de déformation activés lors de la compression et de la rotation. Cette compétition limite ou favorise la déformation en fonction des contraintes appliquées.

Les travaux de Pereira [PERE 15] montrent que la phase de compression initiale induit une déformation plastique intense, générant des défauts cristallins qui modifient l'orientation des grains et entraînent un durcissement par écrouissage significatif, même avant le début de la torsion. Ces résultats sont corroborés par les travaux de Dixi [DIXI 15], qui ont également mis en évidence l'importance de ces mécanismes dans le

durcissement des matériaux. Par ailleurs, Xiao [Xiao] souligne que la compétition entre différents mécanismes de déformation joue un rôle crucial dans le raffinement et le durcissement du matériau. Le tableau IV.4 résume le lien entre la pression appliquée, la modification de la microstructure et le durcissement de l'échantillon.

<i>Pression</i>	Modification de la microstructure	Ecoulement latéral	Écrasement en rotation
↑	↑	↓	↓
↓	↓	↑	↑

Tableau IV.4 : Effet de pression sur la microstructure et la déformation en torsion

Concernant le raffinement de grain, les résultats obtenus montrent un raffinement significativement plus important que ceux rapportés dans la littérature pour le magnésium pur (voir le tableau IV.5). Cependant, une hétérogénéité de la taille et de la morphologie des grains est observée selon les zones étudiées. La zone centrale et la couronne présentent des grains de taille similaire, plus fins que dans les autres régions. La morphologie des grains est majoritairement équiaxe, à l'exception de la trace de couronne où des grains allongés sont présents. Ces observations sont en accord avec les travaux de [STRA 15, SHAH 17, SONK 20, ANDR 14] qui suggèrent une fragmentation des grains allongés pour former des grains équiaxes plus fins.

Au début de la déformation, une distribution bimodale de la taille des grains est observée, évoluant progressivement vers une distribution homogène de grains ultrafins [FIGU 17]. Cette microstructure bimodale est considérée comme une étape de transition pendant le raffinement des grains [WANG 10]. La transformation inhomogène s'explique principalement par le fait que l'échantillon n'a pas été déformé de manière identique. D'autre part, les grains allongés révèlent les conditions insuffisantes des expériences pour atteindre une microstructure homogène. Effectivement, la déformation n'est pas homogène et est principalement liée à la distribution des contraintes et des déformations dans le disque ainsi qu'à la variation du frottement à l'interface échantillon/enclume. On précise que la caractérisation microstructurale présentée ici ne concerne que le mode de déformation classique.

Taille du grain initiale (μm)	Conditions				Taille du grain finale (μm)	% de raffinement	Réf
	Pression (GPa)	Vitesse de rotation (rpm)	N° de rotations	HPT*			
20	1-4	0.2	0.5-4	C	----	----	[BONA 08 b]
20	1.2-4	0.2	10	C	1-5	10	[FIGU 16]
----	2	----	----	C	2.4	----	[BONA 10]
50	6	1	1 8	----	4 0.6	12.5 100	[QIAO 14]
---	6	1	10	QC	1.46	----	[MALH 14]
33	6	0.2	1-15	-----	-----	----	[JOSH 14]
300	6	0.2	10	QC	1	300	[FIGU 16]
	6	1	1/8 10	QC	>1 <0.6	----	[BONA 10]
45			10		2	22.5	[LI 22]
70	1	0.5	0.5	NC	<0.3	233	Le présent travail

(*Contact Confiné : C, Contact Quasi-Confiné : QC, Contact Non Confiné : NC)

Tableau IV.5 : Tailles de grains finales du magnésium pur déformé à température ambiante sous différentes conditions de HPT

D'autre part, les résultats des essais en mode de mi-chargement et confiné ont permis d'étudier le comportement des surfaces. L'étude du magnésium en conditions de mi-chargement a été motivée par la constatation d'une déformation excessive de ce matériau sous une pression de 1 GPa par rapport au fer et à l'acier. Les résultats obtenus ont effectivement mis en évidence des comportements de surface distincts. Cependant, des caractérisations microstructurales plus approfondies sont nécessaires pour lever les incertitudes persistantes. Il est apparu clairement que les mécanismes d'accommodation de la déformation au sein du matériau diffèrent significativement entre le magnésium et les autres métaux étudiés.

L'accommodation du matériau en présence d'un troisième corps est un processus complexe et hétérogène. La diversité des mécanismes mis en jeu, influencés par la nature et la distribution du troisième corps, ainsi que par l'évolution de la déformation plastique, conduit à des réponses locales variables et à différentes échelles. Les sollicitations mécaniques imposent un champ de contraintes qui oriente les mécanismes de déformation au sein du matériau. La réponse du matériau, à une échelle donnée, est alors conditionnée par ses propriétés intrinsèques et par la nature de ces sollicitations.

Des résultats complémentaires, obtenus lors des essais classiques réalisés sous une pression de 0,5 GPa (voir l'annexe), montrent un comportement similaire à celui observé en mode confiné. Une dégradation significative de la surface a été constatée dans tous les cas. La correspondance parfaite des marques sur les deux surfaces en contact indique un arrachement direct de matière lors de la séparation des surfaces. La condition d'adhérence est toujours vérifiée. Ces résultats confirment l'influence prépondérante de la pression sur le comportement plastique du matériau. Sous un chargement diminué, le matériau est entraîné en rotation, révélant ainsi le rôle crucial de la compétition entre les mécanismes de déformation dans la modification de la réponse mécanique.

En pratique, lorsque les conditions d'adhérence dominent, peu d'écoulement est observé, et le cisaillement se produit au sein de l'échantillon. Cependant, avec un frottement plus faible, un écoulement de matériau plus important est observé au bord du contact. Pour cela, il est nécessaire d'améliorer l'adhérence en donnant à la surface une rugosité favorable à l'accrochage mécanique pour maintenir l'intégralité de la surface en contact avec les enclumes.

Dans des recherches récentes, l'adhérence n'est pas considérée comme le facteur dominant pour obtenir de meilleurs résultats en termes de raffinement de la structure et donc de la TTS. Il faut l'associer à l'effet de la pression sur la déformation plastique [DESC 11 b]. C'est-à-dire que la formation d'une telle structure nécessite la stabilisation d'un certain compromis entre une augmentation significative de la résistance et une bonne ductilité.

Il ressort de ces résultats que l'hétérogénéité de la réponse du matériau, qui se manifeste tant au niveau des surfaces qu'au sein du volume, influence la production de TTS. Ces dernières se forment préférentiellement dans les zones caractérisées par des conditions de contact glissement-adhérence [BUSQ 11, DESC 11 a, DESC 11 b, HALL 14]. Dans notre étude, la microstructure transformée dans cette zone présente également une taille de grain plus fine. L'analyse de la surface montre que le détachement de particules se produit à l'ouverture du contact lorsque les deux surfaces sont séparées. Cette microstructure fine, plus fragile que le matériau initial, se fissure facilement et contribue à la formation du troisième corps. Les îlots de particules détachées sont restés collés sur l'enclume. Ces observations révèlent que la TTS formée dans cette zone est plus fragile que le matériau

initial. Elle se fissure à l'ouverture du contact et se fragmente, conduisant à la formation du troisième corps.

Dans les roulements, les fissures peuvent s'initier et se propager aux interfaces des TTS et dans les sous-couches, ce qui entraîne une rupture par fatigue des roulements [ZHAN 23]. Dans ce travail, nous avons observé une distinction nette entre la couche formée et le matériau initial. Les mécanismes d'accommodation de la déformation sont donc identifiés comme une combinaison du mode de rupture et du mode de cisaillement (S_1M_3 et S_1M_2). Dans la zone périphérique, le détachement de particules se produit pendant la rotation et à l'ouverture du contact. Les îlots de particules détachées sont compactés et restent collés sur les surfaces des enclumes. Les mécanismes d'accommodement considérés sont le mode de rupture et le mode de cisaillement, qui se produisent d'abord dans le premier matériau (S_1M_2 et S_1M_3) et plus tard dans le troisième corps, où les mécanismes d'accommodation deviennent (S_3M_3). Il est possible qu'à la fin du test, lors du déchargement, certaines particules frottent sur la surface de l'échantillon lorsque les deux surfaces s'écartent progressivement ; ce qui explique l'apparition de quelques micro-glissements sur la surface de l'échantillon.

- Scénario de la dégradation des surfaces

Au cours de la rotation, le matériau subit une déformation plus importante, ce qui permet d'affiner la structure de l'échantillon. L'affinement de la taille de grain n'est pas homogène dans tout le volume. La couche formée à la surface coule sur les pétales formant les languettes. Dans la zone centrale, le détachement de particules se produit lors de l'ouverture du contact, où les deux interfaces sont séparées. Les particules détachées, sous forme d'îlots, sont produites à partir de la couche active qui est restée collée à la surface adjacente. Ces observations révèlent l'aspect de la TTS formée dans cette zone, dans la couche proche de la surface, qui se fissure à l'ouverture du contact et sera fragmentée, conduisant au détachement de particules.

Conclusion générale

Ce travail vise à discuter de la formation de la TTS dans le magnésium pur. La génération de la TTS a été analysée en détail en soumettant le matériau à une sollicitation combinée de compression axiale et de torsion par le procédé de HPT. Dans ces conditions de chargement, l'échantillon est soumis à des forces de cisaillement, à une compression axiale et à une pression hydrostatique. Le frottement entre les enclumes et les surfaces de l'échantillon a été ajusté pour satisfaire la condition d'adhérence. La compression précédant la torsion joue un rôle significatif dans les premiers instants de la vie du contact. Après un demi-tour de torsion, une modification considérable de la microstructure de l'échantillon a été constatée. La structure obtenue n'est pas homogène, ni le long du rayon, ni à travers l'épaisseur de l'échantillon.

L'analyse des surfaces frottées a révélé la présence de trois zones distinctes, chacune présentant un comportement spécifique : la zone centrale, la zone intermédiaire et la zone périphérique. Ces zones sont caractérisées par divers phénomènes, tels que le détachement de particules, l'accumulation du troisième corps et le transfert de matière, principalement régis par la déformation plastique, les phénomènes d'adhésion, la fissuration et l'abrasion. Les couches transformées obtenues correspondent à la formation de grains fins d'environ 300 nm à 1000 nm, produits principalement dans la zone d'adhérence et plus précisément dans la zone de couronne. Il est conclu qu'il y a une formation raisonnable de TTS à travers l'échantillon, bien que cette formation présente une certaine hétérogénéité.

Il est évident que la formation de TTS implique une compétition entre les comportements de surface et de volume, ainsi que la génération de débris. Les résultats suggèrent que la distinction entre la déformation plastique se produisant lors de la phase de compression et la phase de compression-torsion est importante pour comprendre les propriétés et les microstructures des matériaux déformés par HPT. Cependant, le comportement du magnésium se distingue de celui des autres matériaux par la présence de la trace au centre de l'échantillon, résultant du détachement de particules qui constituent le débris du troisième corps dans le contact. Ce phénomène majeur, observé lors de ces

expériences, concorde avec les résultats de simulations numériques, qui révèlent des niveaux élevés de contraintes et de déformations dans cette zone. Dans ce contexte, la trace peut être considérée comme la signature magnésium déformé sous HPT.

Les études du frottement sous haute pression, en particulier pour le magnésium, représentent un domaine de recherche relativement récent. Bien que nos résultats soient prometteurs et soulignent la diversité de réponses du matériau en fonction des conditions de chargement, de nombreuses questions subsistent. Afin de caractériser plus précisément le comportement du matériau dans ces conditions, des études complémentaires sont recommandées. La caractérisation des surfaces déjà testées peut être approfondie.

Pour déterminer le compromis optimal entre les phénomènes induits par la compression et ceux résultant de la rotation, et pour identifier les mécanismes d'accommodation de la déformation associés conduisant à la formation des TTS, il est recommandé de mener des expériences paramétriques. Ces expériences devraient systématiquement faire varier le chargement appliqué et la vitesse de rotation, tout en étudiant l'effet du confinement sur l'évolution de la microstructure dans le temps.

D'autre part, une approche combinant des analyses physico-chimiques et mécaniques avancées pourrait fournir des éclairages précieux sur ces mécanismes. De plus, des essais sous ultravide permettraient d'améliorer l'adhérence à l'interface du contact pour identifier les mécanismes d'accommodation intrinsèques au matériau.

Enfin, des simulations numériques multi-échelles, intégrant des modèles de contact, pourraient compléter les résultats expérimentaux et permettre une prédiction plus fine du comportement du matériau.

Références

1. [AKBA 23] Akbari M, Asadi P, Aliha M R M, Berto F. Modeling and optimization of process parameters of the piston alloy-based composite produced by FSP using response surface methodology. *Surface Review and Letters*, 2023, 30(06), 2350041.
2. [AKCA 02] Akcan S, Shah W I S, Moylan S P, Chandrasekar S, Chhabra P N, Yang H T Y. Formation of white layers in steels by machining and their characteristics. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2002, 33, 1245-1254.
3. [ANDR 14] Andreau O, Gubicza J, Zhang N X, Huang Y, Jenei P, Langdon T G. Effect of short-term annealing on the microstructures and flow properties of an Al-1% Mg alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering : A*, 2014, 615 231-239.
4. [ARAM 07] Aramcharoen A, Mativenga P T. White layer formation and hardening effects in hard turning of H13 tool steel with CrTiAlN and CrTiAlN/MoST coated carbide tools. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2007, 36, 650-657.
5. [BABE 71] Babei Y, Golubets V, Vygovsky I P, Ryabov B F, Gnatyshak N N. Effect of the white layer on the wear resistance of steel 50 Kh. *Soviet materials science : a transl. of Fiziko-khimicheskaya mekhanika materialov/Academy of Sciences of the Ukrainian SSR*, 1974 7, 511-514.
6. [BAI 90] Bai Y L. Adiabatic shear banding. *Res Mechanica*, 1990, 31(2), 133-203.
7. [BART 05] Bartha B B, Zawadzki J, Chandrasekar S, Farris T N. Wear of Hard Turned AISI 52100 Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2005, 36, 1417-1425.
8. [BAUM 96] Baumann G, Fecht H J, Liebelt S. Formation of white-etching layers on rail treads. *Wear*, 1996, 191, 133-140.
9. [BEN 17] Ben Kaabar A B, Aoufi A, Descartes S Desrayaud C. 3D modelling of unconstrained HPT process : role of strain gradient on high-deformed microstructure formation. In *IOP Conference Series : Materials Science and Engineering*, 2017, 194(1), 012044. IOP Publishing.

10. [BERN 16] Bernsteiner C, Müller G, Meierhofer A, Six K, Künstner D, Dietmaier P. Development of white etching layers on rails : simulations and experiments. *Wear*, 2016, 366, 116-122.
11. [BERT 88 a] Berthier Y. Mécanismes et Tribologie. thèse de doctorat. Lyon, INSA, 1988.
12. [BERT 88 b] Berthier Y, Vincent L M, Godet M. Velocity accommodation in fretting. *Wear*, 1988, 125(1-2), 25-38.
13. [BERT 89] Berthier Y, Vincent L, Godet M. Fretting fatigue and fretting wear. *Tribology International*, 1989, 22(4), 235-242.
14. [BERT 92] Berthier Y, Dubourg M C, Godet M, Vincent L. Wear data : What can be made of it ? Simulation tuning. Wear particles : From the cradle to the grave. *Tribology Series*, 1992, 21, 161-171.
15. [BERT 96] Berthier Y. The third body concept : interpretation of tribological phenomena. In D. Dowson and al. (Eds.), *Proceedings of the 22nd Leeds-Lyon Symposium on Tribology*, Tribology Series 31, Elsevier, Amsterdam, 1996, 21-30.
16. [BLANC 91] Blanchard P. Usure induite par petits débattements : Transformation tribologique superficielle d'alliages de titane. Thèse de doctorat. Ecully, Ecole centrale de Lyon, 1991.
17. [BONA 08 a] Bonarski B J, Schafler E, Mingler B, Skrotzki W, Mikulowski B, Zehetbauer M J. Texture evolution of Mg during high-pressure torsion. *Journal of materials science*, 2008, 43, 7513-8. 2008, vol. 43, p. 7513-7518.
18. [BONA 08 b] Bonarski B J, Mikulowski B, Schafler E, Holzleithner C, Zehetbauer M J. Crystallographic textures of single and polycrystalline pure Mg and Cu subjected to HPT deformation. *Archives of Metallurgy and Materials*, 2008, 53, 117-23
19. [BONA 10] Bonarski B J, Schafler E, Mikulowski B, Zehetbauer M J. Effects of recrystallization on texture, microstructure and mechanical properties in HPT deformed pure Mg. *Journal of Physics : Conference Series*, 2010, 240(1), 012133.
20. [BOWD 50] Bowden F P, Tabor D. *The Friction and Lubrication of Solids*. Oxford Clarendon Press, 1950.

21. [BRID 35] Bridgman P W. Effects of High Shearing Stress Combined with High Hydrostatic Pressure. *Physical review*, 1935, 48(10), 825-847
22. [BRUC 01] Brucelle O. Etude de l'effet de la microstructure sur la résistance à la corrosion sous contrainte en milieu primaire REP de l'alliage 718. Thèse de doctorat. Toulouse, INPT, 2001
23. [BUSQ 09] Busquet M, Descartes S, Berthier Y. Formation conditions of mechanically modified superficial structures for two steels. *Tribology International*, 2009, 42, 1730-1743.
24. [CARR 07] Carroll R I, Beynon J H. Rolling contact fatigue of white etching layer : Part 1 : Crack morphology. *Wear*, 2007, 262(9-10), 1253-1266.
25. [CHEN 17] Chen Z, Colliander M H, Sundell G, Peng R L, Zhou J, Johansson S, Moverare J. Nano-scale characterization of white layer in broached Inconel 718. *Materials Science and Engineering : A*, 2017, 684, 373-384.
26. [COLO 86] Colombié C. Usure induite sous petits débattements. Thèse de doctorat. Ecole Centrale de Lyon, 1986.
27. [COUR 78] Courtel R. Le frottement sec, vues passées et présentes sur les mécanismes du frottement sec. *Revue française de mécanique*, 1978, 66, 23-29.
28. [DALV 98] Dalverny O. Vie tribologique à chaud et température interfaciale des contacts Céramiques. Thèse de doctorat. Bordeaux I, 1998.
29. [DESC 02] Descartes S, Berthier Y. Rheology and flows of solid third bodies : background and application to an MoS_{1.6} coating. *Wear*, 2002, 252, 546-556.
30. [DESC 11 a] Descartes S, Desrayaud C, Rauch E F. Inhomogeneous microstructural evolution of pure iron during high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering : A*, 2011, 528(10-11), 3666-36751.
31. [DESC 11 b] Descartes S, Busquet M, Berthier Y. An attempt to produce ex situ TTS to understand their mechanical formation conditions - The case of an ultra high purity iron. *Wear*, 2011, 271, 1833-1841.
32. [DIXI 15] Dixit N, Xie K Y, Hemker KJ, Ramesh K T. Microstructural evolution of pure magnesium under high strain rate loading. *Acta Materialia*, 2015, 87, 56-67.

-
33. [DUBO 85] Dubois J.P, Blinot P, Chiem C Y. Comportement des monocristaux de Fe-3% Si, soumis aux contraintes élevées et très élevées. *Journal de Physique, Colloque*, 1985, 46(C5), C5-13.
 34. [EDAL 09] Edalati K, Horita Z, Langdon, TG. The significance of slippage in processing by high-pressure torsion. *Scripta Materialia*, 2009, 60(1), 9-12.
 35. [EDAL 11] Edalati K, Yamamoto A, Horita Z, Ishihara T. High-pressure torsion of pure magnesium : Evolution of mechanical properties, microstructures and hydrogen storage capacity with equivalent strain. *Scripta Materialia*, 2011, 64(9), 880-883.
 36. [ELEO 99] Eleod A, Oucherif F, Devez J, Berthier Y. Conception of numerical and experimental tools for study of the tribological transformation of Surface (TTS). *Tribology series*, Elsevier, 1999, 36, 673-682.
 37. [ELEO 09] Eléöd A, Berthier Y, Lach E, Törköly T, Juhász G. Friction-induced structural modifications of Mg and Ti surfaces. *Tribology International*, 2009, 42, 690-698.
 38. [ESHA 2021] Eshaghpour M, Ebrahimzadeh I, Rafiei M. Enhanced surface properties of plain carbon steel by duplex process of friction stir processing and plasma nitriding. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2021, 30, 2991-3002.
 39. [EVAN 12] Evans M H. White structure flaking (WSF) in wind turbine gearbox bearings : effects of "butterflies" and white etching cracks (WECs). *Materials Science and Technology*, 2012, 28(1), 3-22.
 40. [EYRE 72] Eyre T, Baxter A. The formation of white layers at rubbing surfaces. *Tribology*, 1972, 256-261.
 41. [FIEL 71] Field M, Koster W P, Kohls J B, Snider R E, Maranchik J. Machining of high strength steels with emphasis on surface integrity. *Air Force Machinability Data Center Report No AFMDC*, 1971.
 42. [FIGU 16] Figueiredo R B, Poggiali F S J, Silva CL P, Cetlin P R, Langdon TG. The influence of grain size and strain rate on the mechanical behavior of pure magnesium. *Journal of materials science*, 2016, 51, 3013-3024

-
43. [FIGU 17] Figueiredo R B, Sabbaghianrad S, Langdon TG. The effect of high-pressure torsion on the microstructure and properties of magnesium. IOP Conf. Series : Materials Science and Engineering, 2017, 194 (1), 012039. IOP Publishing.
 44. [FILL 05] Fillot N, Iordanoff I, Berthier Y. Simulation of wear through mass balance in a dry contact. Journal of Tribology-transactions of THE ASME, 2005, 127(1), 230-237.
 45. [FURZ 88] Furze D C, Griffiths B J, Bertolotti G P. Engineering the Surface Characteristics of Wear Resistant White Layers With Reference to the Design of Tribosystems. Society of Automotive Engineers, 1988, SAE 881625.
 46. [GEOR 00] Georges J M. Frottement, usure et lubrification. Editions Eyrolles, 2000, CNRS Editions Paris, France.
 47. [GHAZ 08] Ghazali M J, Rainforth W M, Omar M Z. A comparative study of mechanically mixed layers (MMLs) characteristics of commercial aluminium alloys sliding against alumina and steel sliders. Journal of materials processing technology, 2008, 201(1-3), 662-668.
 48. [GLEN 71] Glenn R C, Lesile W C. The nature of white streaks in impacted steel armour plate. Metallurgical Transactions, 1971, 2(10), 2945-2947.
 49. [GODE 84] Godet M. The third body approach: a mechanical view of wear. Wear, 1984, 100(1-3), 437-452.
 50. [GODE 89] Godet M. Third-bodies in tribology. Proceedings of the 5th International Congress on Tribology (EUROTRIB 89), Helsinki, 1989, I, 1-15.
 51. [GRIF 85] Griffiths B J. White layer formation at machined surfaces and their relationship to white layer formation at worn surfaces. Transaction of the ASME, Series F, Journal of Tribology, 1985, 107, 165-171.
 52. [GRIF 87] Griffiths B J, Furze D C. Tribological advantages of white layers produced by machining. Journal of Tribology-transactions of THE ASME, 1987, 109, 338-342.
 53. [GUET 96] Guetteche Y. Apport de la micro caractérisation acoustique, à la tribologie. Thèse de doctorat .INSA, Lyon, 1996.

-
54. [GUO 04] Guo Y, Sahni J A. comparative study of hard turned and cylindrically ground white layers. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 2004, 44(2-3), 135-145.
 55. [GUO 05] Guo Y B, Schwach D W. An experimental investigation of white layer on rolling contact fatigue using acoustic emission technique. *International journal of fatigue*, 2005, 27(9), 1051-1061.
 56. [HALL 14] Halloumi A, Busquet M, Descartes S. Parametric study of unconstrained high-pressure torsion-Finite element analysis. 6th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation. In *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2014, 63(1) 012036. IOP Publishing.
 57. [HARA 08] Harai Y, Ito Y, Horita Z. High-pressure torsion using ring specimens. *Scripta Materialia*, 2008, 58(6), 469-472.
 58. [HARR 07] Harrison I S, Kurfess T R, Oles E J, Singh P M. Inspection of White Layer in Hard Turned Components Using Electrochemical Methods. *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, 2007, 447-452.
 59. [HERB 11] Herbert C R J, Axinte D A, Hardy M C, Brown P D. Investigation into the characteristics of white layers produced in a nickel-based superalloy from drilling operations. *Procedia Engineering*, 2011, 19, 138-143.
 60. [HOSS 17] Hossain R, Pahlevani F, Witteveen E, Banerjee A, Joe B, Prusty B G, Dippenaar R, Sahajwalla V. Hybrid structure of white layer in high carbon steel - Formation mechanism and its properties. *Scientific reports*, 2017, 7(1), 13288.
 61. [IORD 05] Iordanoff I, Fillot N, Berthier Y. Numerical study of a thin layer of cohesive particles under plane shearing. *Power technology*, 2005, 159(1), 46-54.
 62. [IORD 08] Iordanoff I, Said B B, Mezianne A, Berthier Y. Effect of internal friction in the dynamic behavior of aerodynamic foil bearings. *Tribology international*, 2008 ,41(5), 387-395.
 63. [IWAH 98] Iwahashi J Y, Horita Z, Nemoto M, Langdon T G. Factors Influencing the Equilibrium Grain Size in Equal-Channel Angular Pressing : Role of Mg Additions to Aluminum. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1998, 29, 2503-2510.

-
64. [JAVA 22] Javaheri V, Sadeghpour S, Karjalainen P, Lindroos M, Haiko O, Sarmadi N, Pallaspuro S, Valtonen K, Pahlevani F, Laukkanen A, Kömi J. Formation of nanostructured surface layer, the white layer, through solid particles impingement during slurry erosion in a martensitic medium-carbon steel. *Wear*, 2022, 496-467, 204301.
65. [JAYA 15] Jayachandran A R, Kailas S V. Effect of strain rate and pin diameter on mechanically mixed layer formation and wear mechanisms in a Ti6Al4V-SS16L pair. *Proceedings of Malaysian International Tribology Conference*, 2015, 137-138.
66. [JERO 05] Jérôme R. Couplage entre modélisation et expérimentale pour étudier le rôle de l'oxydation et des sollicitations mécaniques sur la rhéologie et les débits de troisième corps solide cas de l'usure de contacts de géométrie conforme. Thèse de doctorat .INSA, Lyon, 2005.
67. [JOHN 00] Young Jr J L, Kuhlmann-Wilsdorf D, Hull R. The generation of mechanically mixed layers (MMLs) during sliding contact and the effects of lubricant thereon. *Wear*, 2000, 246(1-2), 74-90.
68. [JOSH 14] Joshi M, Fukuta Y, Gao S, Park N, Terada D, Tsuji N. Fabrication of fine recrystallized grains and their mechanical property in HPT processed pure magnesium. In *IOP Conference Series : Materials Science and Engineering*, 2014, 63, 012074. IOP Publishing.
69. [JOST 85] Jost N, Schmidt I. Friction induced martensite in austenitic Fe-Mn-C steels. In *Wear of Materials*, Ludema K. C, ed, ASME, New York 1985, 205-211.
70. [KHIA 18] Khiavi S G, Emadoddin E. Microhardness distribution and finite element method analysis of Al 5452 alloy processed by unconstrained high-pressure torsion. *Journal of Materials Research and Technology*, 2018, 7, 410-418.
71. [KIM 03] Kim H S, Hong S I, Lee Y S, Dubravina A A, Alexandrov I V. Deformation behavior of copper during a high pressure torsion process. *Journal of Materials Processing Technology*, 2003, 142(2), 334-337.
72. [KLOC 16] Klocke F, Hensgen L, Klink A, Ehle L, Schwedt A. Structure and composition of the white layer in the Wire-EDM Process. *Procedia CIRP* 2016, 42, 673 - 678.

-
73. [KUMA 19] Kumar A, Saxena A K, Kirchlechner C, Herbig M, Brinkmann S, Petrov R H, Sietsma J. In situ study on fracture behaviour of white etching layers formed on rails. *Acta Materialia*, 2019,180, 60-72.
74. [LANG 2016] Langlade C, Roman A, Schlegel D, Gete E, Folea M. Formation of a Tribologically Transformed Surface (TTS) on AISI 1045 Steel by Friction Stir Processing. *Materials and Manufacturing Processes*, 2016, 31(12), 1565-1572.
75. [LEWA 98] Lewandowski J J, Lowhaphandu P. Effects of hydrostatic pressure on mechanical behaviour and deformation processing of materials. *International Materials Reviews*, 1998, 43(4), 145-187.
76. [LI 06] Li J, Umemoto M, Todaka Y, Tsuchiya K. Nanocrystalline structure formation in carbon steel introduced by high speed drilling. *Materials Science and Engineering A*, 2006, 435, 383-388.
77. [LI 22] Li Z, Ding H, Huang Y, Langdon T G. An evaluation of the mechanical properties, microstructures, and strengthening mechanisms of pure Mg processed by high-pressure torsion at different temperatures. *Advanced Engineering Materials*, 2022, 24(10), 2200799.
78. [LOJK 01] Lojkowski W, Millman, Y, Chugunova, S I, Goncharova I V, Djahanbakhsh M, Burkle G, Fecht H J. The mechanical properties of the nanocrystalline layer on the surface of railway tracks, *Materials Science and Engineering : A*, 2001, 303, 209-215.
79. [MALH 14] Malheiros L R C, Figueiredo R B, Langdon T G. Processing different magnesium alloys through HPT. *Materials Science Forum*. Trans Tech Publications Ltd, 2014, 783, 2617-2622.
80. [MAO 11] Mao C, Zhou Z, Zhang J, Huang X, Gu D. An experimental investigation of affected layers formed in grinding of AISI 52100 steel. *International journal of advanced manufacturing technology*, 2011, 54, 515-523.
81. [MERI 21] Merino P, Cazottes S, Lafile V, Risbet M, Saulot A, Bouvier S, Marteau J, Berthier Y. An attempt to generate mechanical white etching layer on rail surface on a new rolling contact test bench. *Wear*, 2021, 482, 203945.

-
82. [MESA 20] Mesaritis M, Shamsa M, Cuervo P, Santa J F, Toro A, Marshall M B, Lewis R. A laboratory demonstration of rail grinding and analysis of running roughness and wear. *Wear*, 2020, 456, 203379.
83. [MOYL 03] Moylan S P, Kompella S, Chandrasekar S, Farris T N. A new approach for studying mechanical properties of thin surface layers affected by manufacturing processes *Journal of Manufacturing Science and Engineering : Series B, Transactions of the A.S.M.E*, 2003, 125(2), 310-315.
84. [NANG 08] Nanga N S. Comportement et transformations martensitiques de deux aciers inoxydables austénitiques : effets de la température, de la vitesse et du chargement. Thèse de doctorat. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2008.
85. [NEWC 84] Newcomb S B, Stobbs W M. A transmission electron microscopy study of the white-etching layer on a rail head. *Materials Science and Engineering*, 1984, 66(2), 195-204.
86. [NOLL 97] Noll N. Conception et naissance d'un contact tribologique - rôle des écrans de surface. Thèse de doctorat .INSA, Lyon, 1997.
87. [NURI 08] Nurislamova G, Sauvage X, Murashkin M, Islamgaliev R, Valiev R. Nanostructure and related mechanical properties of an Al-Mg-Si alloy processed by severe plastic deformation. Published in *Philosophical Magazine Letters*, 2008, 88(6), 459-466.
88. [NURM 19] Nurmi V, Hintikka J, Juoksukangas J, Honkanen M, Vippola M, Lehtovaara A, Mantyla A, Vaara J, Frondelius T. The formation and characterization of fretting-induced degradation layers using quenched and tempered steel. *Tribology International* 2019,131, 258-267.
89. [OSTE 82] Osterlund R, Vingsbo O, Vincent L, Guiraldenq P. Butterflies in fatigued ball bearings - formation mechanisms and structure. *Scandinavian Journal of Metallurgy*, 1982, 11, 23-32.
90. [OSTE 01] Österle W, Rooch H, Pyzalla A, Wang L. Investigation of white etching layers on rails by optical microscopy, electron microscopy, X-ray and synchrotron X-ray diffraction. *Materials Science and Engineering : A*, 2001, 303(1-2), 150-157.

-
91. [PELL 90] Pellerin V. Etude du comportement en usure induite sous petits débattements d'alliages d'aluminium et de titane. Thèse de doctorat. Ecully, Ecole centrale de Lyon, 1990.
 92. [PENA 23] Pena L V W, Wang L, Mellor B G, Schwedt A, Mayer J, Holweger W. Characterisation of white etching structures formed in annealed AISI 52100 through High Pressure Torsion (HPT). *Tribology International*, 2023,184, 108432.
 93. [PERE 14] Pereira P H R, Figueiredo R B, Cetlin P R, Langdon T G. Using finite element modelling to examine the flow process and temperature evolution in HPT under different constraining conditions. In *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2014, 63(1), 012041). IOP Publishing.
 94. [PERE 15] Pereira P H R, Figueiredo R B, Cetlin P R, Langdon T G. An examination of the elastic distortions of anvils in high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering : A*, 2015, 631, 201-208.
 95. [PERE 19] Pereira P H R, Figueiredo R B. Finite element modelling of high-pressure torsion : An overview. *Materials Transactions*, 2019, 60(7), 1139-1150.
 96. [PEZD 96] Pezdernik F, Podgornik B , Vižntin J, Kalin M, Vodopivec F. Three-body contact temperature in fretting conditions. In *Tribology Series*, Elsevier, 1996, 31, 257-270.
 97. [PICU 04] Picu R C, Zhang D. Atomistic study of pipe diffusion in Al-Mg alloys. *Acta materialia*, 2004, 52(1), 161-171.
 98. [PIPP 09] Pippin R. High-Pressure Torsion-Features and Applications. *Bulk Nanostructured Materials*, 2009, 217-233.
 99. [POUL 05] Poulachon G, Albert A, Schluraff, M. Jawahir, I. An experimental investigation of work material microstructure effects on white layer formation in PCBN hard turning. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 2005, 45, 211-218.
 - 100.[PROK 05] Prokoshkin S D, Khmelevskaya I Y, Dobatkin SV, Trubitsyna I B, Tatyaniin EV, Stolyarov V V. Alloy composition, deformation temperature, pressure and post-deformation annealing effects in severely deformed Ti-Ni based shape memory alloys. *Acta Materialia*, 2005, 53(9), 2703-2714.

-
- 101.[PUJA 18] Pujari S R, Koonar R, Beela S. Surface integrity of wire EDMed aluminum alloy : A comprehensive experimental investigation. *Journal of King Saud University - Engineering Sciences*, 2018, 30, 368-376.
- 102.[QIAO 14] Qiao XG, Zhao YW, Gan W M, Chen Y, Zheng M Y, Wu K, Gao N, Starink M J. Hardening mechanism of commercially pure Mg processed by high pressure torsion at room temperature. *Materials Science and Engineering : A*, 2014, 619, 95-106.
- 103.[RIGN 00] Rigney D A. Transfer, mixing and associated chemical and mechanical processes during the sliding of ductile materials. *Wear*, 2000, 245, 1-9.
- 104.[ROMA 06] Roman A, Meunier C, Vives S, ROMAN A, Nardin P. Etude des profils de contraintes sur acier par diffraction des rayons X. *Matériaux 2006.2006*.
- 105.[SANK 21] Sankuru A B, Sunkara H, Sethuraman S, Gudimetla K, Ravisankar B, Kumares Babu S P. Effect of processing route on microstructure, mechanical and dry sliding wear behavior of commercially pure magnesium processed by ECAP with back pressure. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 2021, 74, 2659-2669.
- 106.[SAUG 00] Sauger E, Fouvry S, Ponsonnet L, Kapsa Ph, Martin J M, Vincent L. Tribologically transformed structure in fretting. *Wear*, 2000, 245, 39-52.
- 107.[SCHW 20] Schwarz K T, Rosalie J M, Wurster S, Pippin R, Hohenwarter A. Microstructure and failure characteristics of nanostructured Molybdenum-Copper composites. *Advanced engineering materials*, 2020, 22(1), 1900474.
- 108.[SCOT 06] Scott C, Guelton N, Ivanisenko Y, Sauvage X. Applying the latest microscopy techniques to study phase transformations at rail surfaces. *Metallurgical Research and Technology*, 2006, 103(10), 458-464.
- 109.[SEKK 05] Sekkal A C, Langlade C, Vannes A B. Tribologically transformed structure of titanium alloy (TiAl6V4) in surface fatigue induced by repeated impacts. *Materials Science and Engineering : A*, 2005, 140-146.
- 110.[SEO 11] Seo J, Kwon S, Jun H, Lee D. Numerical stress analysis and rolling contact fatigue of White Etching Layer on rail steel. *International Journal of Fatigue*, 2011, 33(2), 203-211.

-
- 111.[SHAH 17] Shahmir H, He J, Lub Z, Kawasaki M, Langdon T G. Evidence for super plasticity in a CoCrFeNiMn high-entropy alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering : A*, 2017, 685, 342-348.
- 112.[SHAR 08] Sharman A R C, Amarasinghe A, Ridgway K. Tool life and surface integrity aspects when drilling and hole making in Inconel 718. *Journal of materials processing technology*, 2008, 200, 424-432.
- 113.[SIMO 13] Simon S, Saulot A, Dayot C, Quost X, Berthier Y. Tribological characterization of rail squat defects. *Wear*, 2013, 297, 926-942.
- 114.[SOLA 14] Solano-Alvarez W, Bhadeshia H K D H. White-etching matter in bearing steel. Part II : distinguishing cause and effect in bearing steel failure. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2014, 45, 4916-4931.
- 115.[SONK 20] Sonkusare R, Biswas K, Al-Hamdany N, Brokmeier H G, Kalsar R, Schell N, Gurao N P. A critical evaluation of microstructure texture-mechanical behavior heterogeneity in high pressure torsion processed CoCuFeMnNi high entropy alloy. *Materials Science and Engineering : A*, 2020, 782139187.
- 116.[SOUC 98] Souchon F, Renaux P, Berthier Y. Helical scan head and tape contact behaviour : optimization of tribological and magnetic aspects. *Tribology International*, 1998, 31(8), 479-484.
- 117.[STAC 01] Stachowiak G W, Batchelor A W. *Engineering Tribology (Second Edition)*. Butterworth, Heinemann, 2001.
- 118.[STEAD 12] Stead J W. Micro-metallography and its practical application. *Journal of Western Scottish Iron and Steel Institute*, 1912, 19, 169-204.
- 119.[STRÁ 15] Stráská J, Janeček M, Gubicza J, Krajňák T, Yoon E Y, Kim H S. Evolution of microstructure and hardness in AZ31 alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering : A*, 2015, 625, 98-106.
- 120.[SUH 73] Suh N P. The delamination theory of wear. *Wear*, 1973, 25, 111-124.
- 121.[SUN 23] Sun H, Wang Z, Wang P, Chen C, Jin X, Zhao X, Ren R, Li Z, Zhang H. An investigation on the formation and hardening mechanisms of white etching layer in hypoeutectoid rail surface. *Wear*, 2023, 530, 205010.
- 122.[TABO 81] TABOR D. Friction: the present state of our understanding. *ASME J. of Lubrication Technology*, 1981, 103, 169-179.

-
123. [TAKA 10] Takahashi J, Kawakami K, Ueda M. Atom probe tomography analysis of the white etching layer in a rail track surface. *Acta Materialia*, 2010, 58(10), 3602-3612.
124. [THIE 22] Thiercelin L, Cazottes S, Saulot A, Lebon F, Mercier F, Le Bourlot C, Dancette S, Fabrègue D. Development of Temperature-Controlled Shear Tests to Reproduce White-Etching-Layer Formation in Pearlitic Rail Steel. *Materials*, 2022, 15(19), 6590.
125. [TOML 88] Tomlinson W J, Blunt L A, Spraggett S. Running-inWear of White Layers Formed on EN24 Steel by Centerless Grinding. *Wear*, 1988, 128, 83-91.
126. [TUMB 16] Tumbajoy-Spinel D, Descartes S, Bergheau J M, Lacaille V, Guillonneau G, Michler J, Kermouche G. Assessment of mechanical property gradients after impact-based surface treatment : application to pure α -iron. *Materials Science and Engineering : A*, 2016, 667, 189-198.
127. [TUMB 18] Tumbajoy-Spinel D, Maeder X, Guillonneau G, Sao-Joao S, Descartes S, Bergheau J M, Langlade C, Michler J, Kermouche G. Microstructural and micromechanical investigations of surface strengthening mechanisms induced by repeated impacts on pure iron. *Materials and Design*, 2018, 147, 56-64.
128. [UMBR 09] Umbrello D, Jawahir I S. Numerical modeling of the influence of process parameters and workpiece hardness on white layer formation in AISI 52100 steel. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2009, 44, 955-968.
129. [VARG 16] Vargolici O, Merino P, Saulot A, Cavoret J, Simon S, Ville F, Berthier Y. Influence of the initial surface state of bodies in contact on the formation of white etching layers under dry sliding conditions. *Wear*, 2016, 366, 209-216.
130. [WANG 10] Wang Y B, Louie M, Cao Y, Liao XZ, Li H J, Ringer S P, Zhu Y T. High-pressure torsion induced microstructural evolution in a hexagonal close-packed Zr alloy. *Scripta Materialia*, 2010, 62 214-7.
131. [WANG 15] Wang J, Zhou X, Thompson G E, Hunter J A, Yuan Y. Delamination of near-surface layer on cold rolled Al Fe Si alloy during sheet forming. *Materials Characterization*, 2015, 99, 109-117.

-
- 132.[WETS 05] Wetscher F, Vorhauer A, Pippan R. Strain hardening during high pressure torsion deformation. *Materials Science and Engineering : A*, 2005, 410, 213-216.
- 133.[WU 16] Wu J, Petrov R H, Li S, Li Z, Godet S, Malet L, Sietsma J. Characterization of structural change in rail surface using advanced automatic crystallographic orientation microscopy. *WIT Transactions on The Built Environment*, 2016, 162, 367-376.
- 134.[WU 18] Wu J, Petrov R H, Kölling S, Koenraad P, Malet L, Godet S, Sietsma J. Micro and nanoscale characterization of complex multilayer-structured white etching layer in rails. *Metals*, 2018, 8(10), 749.
135. [WUSA 11] Wusatowska-Sarnek A M, Dubiel B, Czyrska-Filemonowicz A, Bhowal P R, Ben Salah N, Klemberg-Sapieha J E. Microstructural characterization of the white etching layer in nickel-based superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2011, 42, 3813-3825.
- 136.[Xin 20] Xin L, Han Y, Ling L, Zhang W, Lu Y, Shoji T. The evolution of fretting wear behavior and damage mechanism in Alloy 690TT with cycle number. *Materials*, 2020, 13(10), 2417.
- 137.[XU 95] Xu L, Clough S, Howard P, Stjohn D. Laboratory Assessment of the Effect of White Layers on Wear Resistance for Digger Teeth. *Wear*, 1995, 181-183, 112-117.
- 138.[YANG 96] Yang Y Y, Fang H S, Huang W G. A study on wear resistance of the white layer. *Tribology International*, 1996, 29 (5), 425-428.
- 139.[ZAMB 98] Zambelli G, Vincent L. *Matériaux et Contacts - une approche tribologique*. Presses polytechniques et Universitaires Romandes, 1998.
- 140.[ZHAN 98] Zhang B, Shen W, Liu Y, Zhang R. Some Factors influencing adiabatic shear banding in impact wear. *Wear*, 1998, 214, 259-263.
- 141.[ZHAN 06] Zhang H W, Ohsaki S, Mitao S, Ohnuma M, Hono K. Microstructural investigation of white etching layer on pearlite steel rail. *Materials Science and Engineering : A*, 2006, 421(1-2), 191-199.
- 142.[ZHAN 23] Zhang X, Wu D, Xia Z, Zhang Y, Li Y, Wang J, Han E H. Microstructure characteristics and formation mechanisms of white etching layer

- (WEL) and brown etching layer (BEL) on martensite bearing raceway, *Journal of Materials Research and Technology*, 2023, 25 4876-87.
143. [ZHIL 01] Zhilyaev A P, Lee S, Nurislamova G V, Valiev R Z, Langdon T G. Microhardness and microstructural evolution in pure nickel during high-pressure torsion. *Scripta materialia*, 2001, 44(12), 2753-2758.
144. [ZHIL 05] Zhilyaev A P, Oh-ishi K, Langdon T G. McNelley T R. Microstructural evolution in commercial purity aluminum during high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering : A*, 2005, 410, 277-280.
145. [ZHIL 07] Zhilyaev A P, McNelley T R, Langdon T G. Evolution of microstructure and microtexture in fcc metals during high-pressure torsion. *Journal of materials science*, 2007, 42, 1517-1528.
146. [ZHIL 08] Zhilyaev A P, Langdon T G. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications. *Progress in Materials science*, 2008, 53(6), 893-979.
147. [ZHOU 97] Zhou Z R, Sauger E, Liu J J, Vincent L. Nucleation and early growth of tribologically transformed structure (TTS) induced by fretting. *Wear*, 1997, 212, 50-58.
148. [ZHOU 16] Zhou Y, Peng J F, Luo Z P, Cao B B, Jin X S, Zhu M H. Phase and microstructural evolution in white etching layer of a pearlitic steel during rolling-sliding friction. *Wear*, 2016, 362, 8-17.
149. [ZINB 09] Zinbi A, Bouchou A, Caliez M, Gontier C. Caractérisation et modélisation de la transformation martensitique dans l'acier austénitique instable 301. In CFM 2009-19ème Congrès Français de Mécanique. AFM, Maison de la Mécanique, 39/41 rue Louis Blanc-92400 Courbevoie.

Essai réalisé sous pression de 0.5 GPa

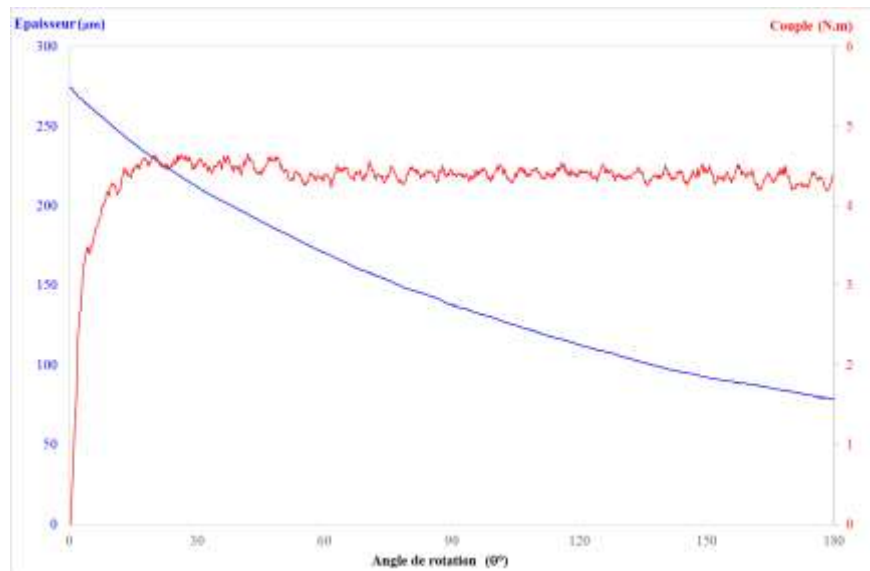


Figure 1 : Évolution de l'épaisseur et le couple sous une pression de 0.5 GPa

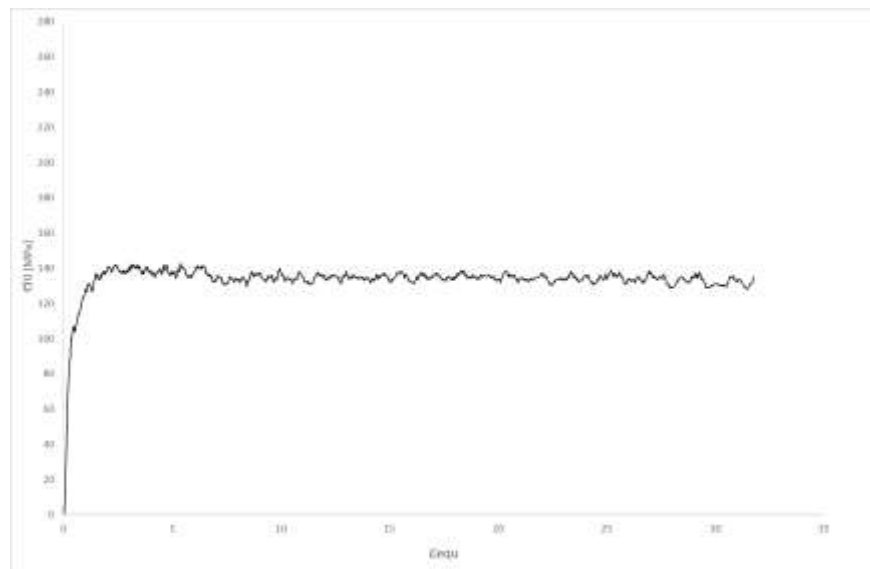
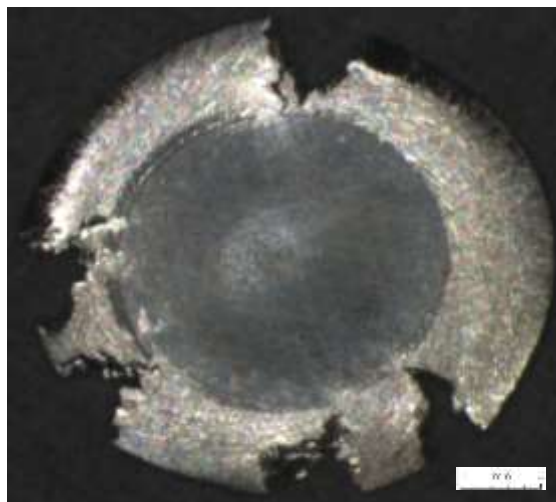
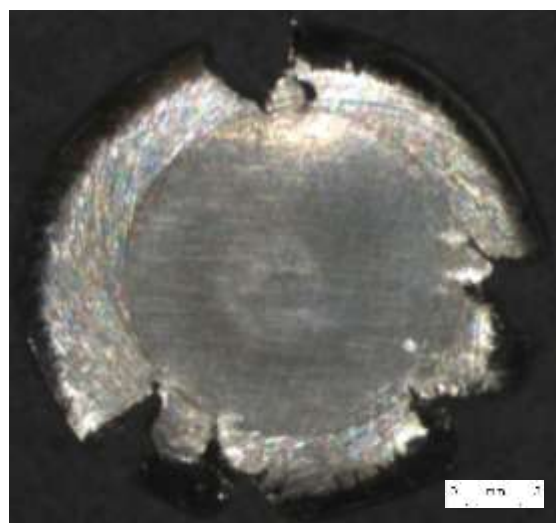


Figure 2 : Courbe contrainte- déformation sous une pression de 0.5 GPa

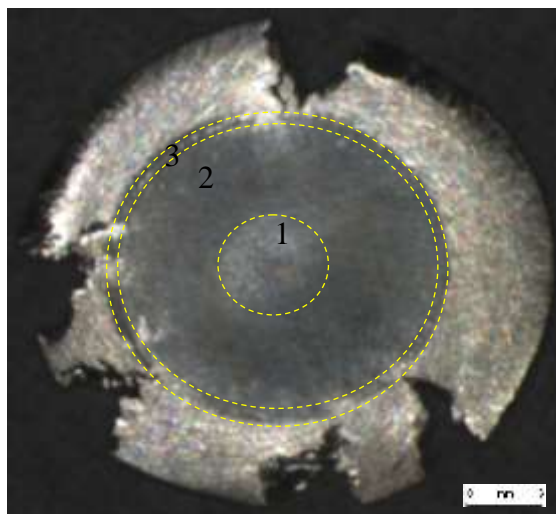


(a)



(b)

Figure 3 : Échantillon déformé sous une pression de 0.5 GPa : (a) Surface inférieure, (b) Surface supérieure



(a)

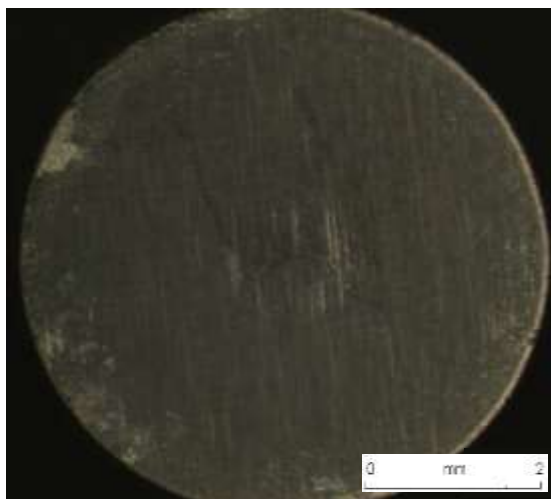


(b)

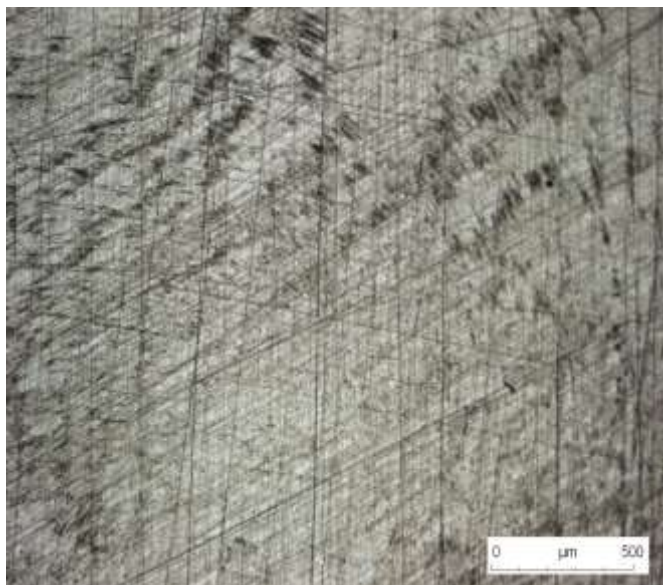


(c)

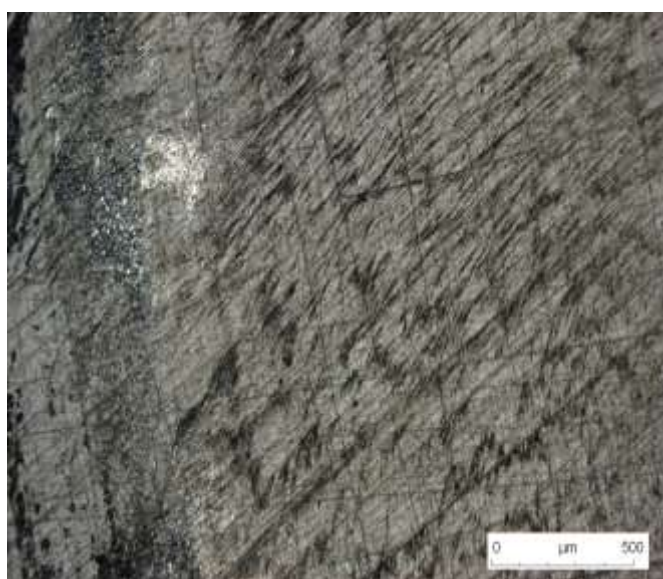
Figure 4 : Détails de l'échantillon déformé sous 0.5 GPa : (a) Localisation des différentes zones à la surface de contact, (b) Grossissement de la zone centrale, (c) Grossissement de la zone périphérique



(a)



(b)



(c)

Figure 5 : Surface de l'enclume – essai 0.5 GPa : (a) Vue globale, (b) Zone centrale, (c) Zone périphérique

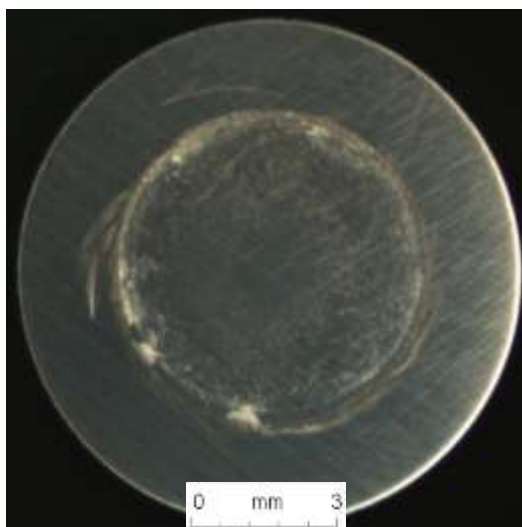


Figure 6 : Enclume supérieure