

Influence du coefficient de frottement initial sur la résistance à la fatigue de PMMA par essais de rayure multi-passes.

L. Limol^{a,b}, H. Pelletier^{a,b}, C. Gauthier^a

a. Institut Charles Sadron, UPR 22 Université de Strasbourg, CNRS,
23 rue du Loess, BP84047, F-67034 Strasbourg Cedex 2, France

b. INSA de Strasbourg, 24 Boulevard de la Victoire, F-67084 Strasbourg, France

Résumé :

Dans ce travail, nous présentons les résultats expérimentaux associés aux essais de rayure multi-passe réalisés avec un indenteur sphérique en verre de rayon $R = 500 \mu\text{m}$ et sous un effort normal inférieur à 5,5 N. Au cours des essais de rayures multi-passes, un indenteur sphérique glisse au contact d'une surface d'un polymère amorphe (PMMA) jusqu'à 10000 fois dans le même sillon. Différentes conditions de charge normale ont été utilisées et le coefficient de frottement apparent initial a été contrôlé en lubrifiant à l'huile de silicone. L'appareil de micro-rayure utilisé pour cette étude présente l'avantage de permettre l'observation in-situ du contact et du sillon résiduel au cours de l'essai à chaque cycle. Au cours de chaque cycle, le coefficient de frottement apparent est déterminé et des images sont enregistrées pour suivre l'évolution de la géométrie du contact et du sillon en fonction du nombre de cycles. Cette étude expérimentale originale montre clairement l'influence du coefficient apparent initial sur l'apparition des endommagements de surfaces de PMMA. Le mécanisme d'endommagement, de fatigue de contact ou d'usure abrasive, dépend de la valeur initiale du coefficient de frottement apparent.

Abstract :

In this work, the experimental results of multi-pass scratch experiments of polymethylmethacrylate (PMMA) with controlled lubrication are presented. Scratch experiments are performed using a specific built-in microvisioscratch device that allows in-situ observations of the contact area and of the residual groove during tests. For commercial grade of cast PMMA, evolutions of the apparent friction coefficient are studied as a function of the number of repeated loading cycles in the same groove. In parallel, in-situ observations of the groove and of damage left on the surface are also reported and initiation of the damaging processes of amorphous polymeric surfaces is described. This experimental study shows clearly the influence of the initial apparent friction coefficient on the damaging of PMMA surfaces. The mechanisms depend on the apparent friction coefficient value of the first few cycles.

**Mots clefs : fatigue superficielle ; rayure ; multi-passe ; PMMA ;
lubrification ; coefficient de frottement.**

1 Introduction

Les sollicitations cycliques de surfaces de polymère amorphe en service conduisent à une perte de transparence et, à terme, à la perte de leur fonction principale. La caractérisation tribologique de ces surfaces de polymères par des contacts microscopiques permet une meilleure identification des mécanismes d'endommagements. Les essais de rayures instrumentées reproduisent des contacts de quelques dizaines de micromètres. Au cours d'un essai de rayure, traditionnellement, on impose un effort normal (F_N), une vitesse de rayage (V) et on mesure l'effort tangentiel résultant (F_T) [1]. On peut ainsi calculer le coefficient de frottement apparent comme $\mu_{app} = F_T / F_N$. L'originalité de nos outils d'analyse mécanique repose sur le couplage de ces paramètres d'essai à de l'observation *in-situ* à tous les instants de la rayure. Ce développement de nouveaux systèmes de rayures mono-passes [2] a déjà permis d'observer, *in-situ*, le contact entre un indenteur et une surface de polymère. Les images du contact ont pour but de mieux identifier le comportement mécanique de la surface [2, 3], notamment les transitions ductile-fragile allant du contact élastique à l'apparition de craquelures en passant par un contact plastique [4]. Nous pouvons ainsi, à partir de grandeurs géométriques mesurées *in-situ* et des paramètres expérimentaux (F_N , V et F_T), calculer de manière précise des grandeurs mécaniques vraies tel que la pression moyenne de contact (p_{moy}), la déformation moyenne ($\bar{\epsilon}$) et la vitesse de déformation moyenne ($\bar{\dot{\epsilon}}$) sans être modèle dépendent.

L'endommagement en service (formation de sillons plastiques, de débris ou encore de fissures ou craquelures) apparaît de manière progressive sous faible pression. Celui-ci s'apparente à de la fatigue superficielle à l'échelle microscopique des contacts élémentaires d'aspérités des surfaces antagonistes. Pour reproduire le phénomène de fatigue superficielle, nous avons mis en place un protocole d'essais spécifiques développé au laboratoire [5].

Des travaux antérieurs ont montré l'effet du coefficient de frottement local sur la valeur de la déformation plastique équivalente au cours d'un essai de rayure mono-passe avec un indenteur sphérique [6, 7].

Des premiers résultats en rayure multi-passes décrivent le comportement de surfaces de PMMA [8, 9]. À basse pression de contact ($p_{moy} \leq 30$ Mpa), le contact non lubrifié initialement purement élastique devient rapidement de nature plastique, avec formation d'un sillon résiduel, dont la largeur augmente avec le nombre de cycles. La vie du sillon et l'évolution du coefficient de frottement apparent lors des essais de rayure multi-passe sont essentiellement gouvernés par la formation de débris ou de particules.

Dans ce travail, nous étudions l'influence du coefficient de frottement apparent sur la résistance à la fatigue superficielle de PMMA à des pressions moyennes de contact avoisinant 200 MPa. Pour ce faire, nous utilisons des indenteurs sphériques en verre de rayon 500 μm , possédant un état de surface contrôlé, pour réaliser des essais de rayure répétitifs à charge constante sur des surfaces de PMMA. Les essais ont été réalisés avec des contacts secs et lubrifiés (huile de silicone) pour une vitesse de glissement (1 mm/s). L'objectif est de corréler l'apparition des mécanismes de micro-usures aux paramètres mécaniques du contact en fonction du coefficient de frottement apparent initial.

2 Méthode expérimentale

Un « micro-visio-scratch » a été développé au laboratoire pour observer à travers les polymères transparents l'évolution de la forme du contact lors d'essais d'indentation ou de rayure, en fonction des conditions de tests (Fig. 1).

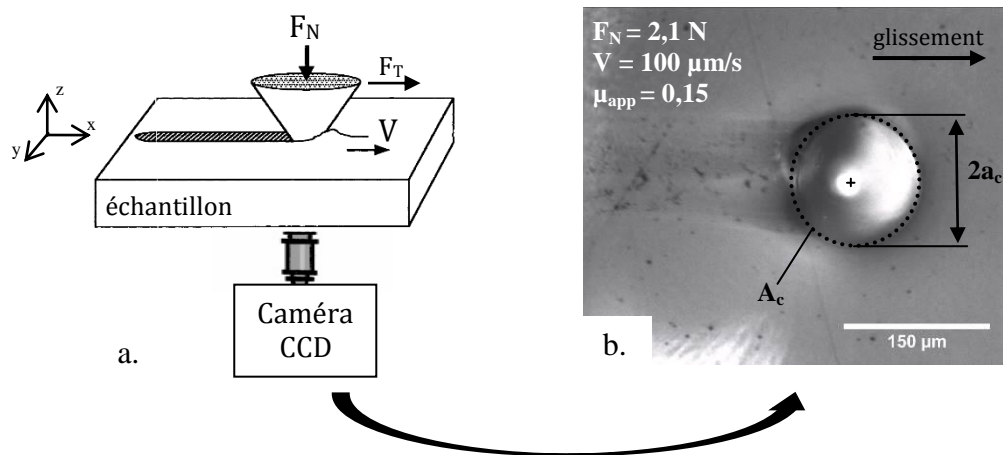


Figure 1: (a) Schéma et (b) cliché (vue de dessous) du contact *in-situ* entre un PMMA lubrifié et un indenteur sphérico-conique en diamant de rayon R 251 μm en rayure mono-passe (vision à travers l'échantillon).

Ce scléromètre automatisé génère des rayures à vitesse constante et par palier de charge normale, F_N . Le dispositif expérimental permet de réaliser des essais à température contrôlée. Les paramètres d'essais sont donc la force normale, la géométrie de l'indenteur et sa nature, la température et la vitesse de glissement. Les grandeurs mesurées sont la force tangentielle, F_T , et l'aire réelle de contact, A_c (diamètre de contact $2a_c$) (Fig. 2).

Nous avons adapté le dispositif existant pour réaliser des essais de rayure répétitifs dans la même trace, à vitesse constante et à effort normal imposé constant. Ces essais expérimentaux permettent de reproduire le passage cyclique d'une particule abrasive ou d'une aspérité de contact sur une surface de polymère transparent amorphe, dans des conditions données constantes. Le principe de l'essai est décrit sur la figure 2.

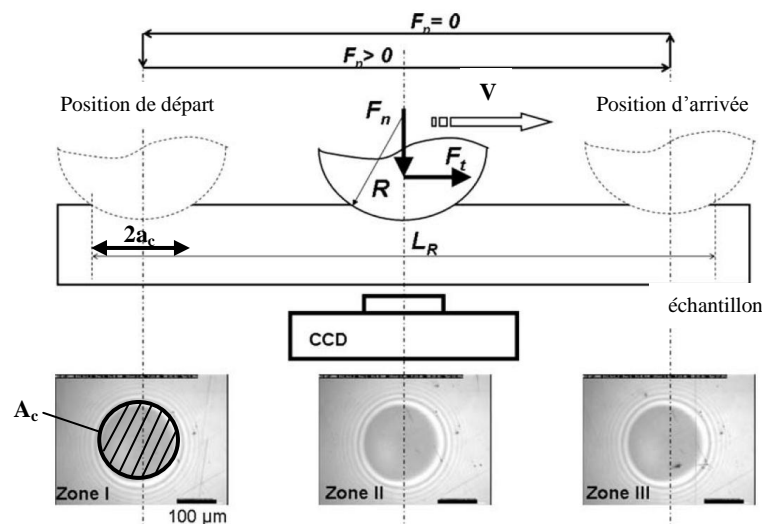


Figure 2: Description du dispositif expérimental utilisé pour les essais de rayures multipasse.

Un cycle se décompose en 4 phases : (i) une phase d'indentation à la charge normale de consigne, (ii) l'essai de rayure à charge normale imposée, (iii) une phase décharge de l'indenteur et enfin (iv) le retour de l'indenteur en position initiale, avant de débiter un nouveau cycle.

Lors de la phase rayure, la longueur de rayage L_R est divisée en 3 zones (Fig. 2) et une image au centre de chaque zone est enregistrée au cours de chaque cycle. Ainsi, il est possible de définir, en fonction des conditions des essais et du nombre de cycles, les modes d'endommagement par usure et par fatigue superficielle des surfaces de polymères amorphes transparents. La figure 3 montre un exemple d'observations optiques réalisées dans les zones 2, lors d'un essai de rayure multi-passe lubrifié à $F_N = 3.5$ N et $V = 1$ mm/s avec un indenteur sphérique de rayon $R = 500$ μm . Tous les essais ont été réalisés à température constante, avec $T = 24^\circ\text{C}$ et à atmosphère contrôlée ($HR < 5\%$). Pour chaque essai, nous avons utilisé un indenteur de verre, préalablement nettoyé à l'acétone et rincé à l'eau. Les essais ont été conduits à 3 charges normales F_N et pour une vitesse de rayage V (Tableau 1). En fonction des conditions d'essais et pour chaque cycle effectué, nous avons déterminé l'évolution du facteur de frottement apparent, μ_{app} .

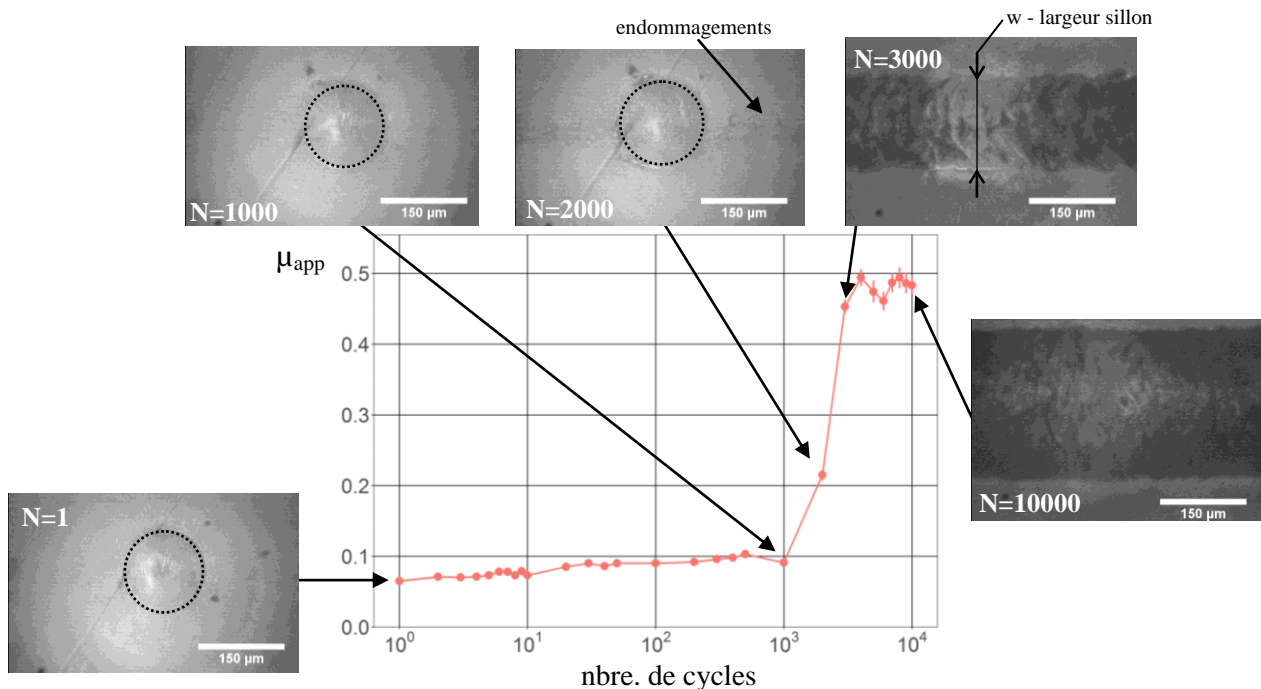


Figure 3: Evolution du contact et du coefficient de frottement apparent en fonction du nombre de cycles. Essai lubrifié réalisé à $F_N = 3.5$ N et $V = 1$ mm/s avec un indenteur sphérique de rayon $R = 500$ μm .

Durant ces essais de glissement rayure, l'observation *in-situ* du contact entre l'indenteur rigide et la surface déformée permet de déterminer sans l'aide d'un modèle analytique les dimensions de l'interface. Par similitude avec les essais d'indentation, nous utiliserons la définition de la déformation donnée par Tabor [10] et la vitesse de déformation est définie par le rapport entre la vitesse de déplacement de la pointe et la largeur du contact [5]. A partir des observations optiques, la pression moyenne de contact, p_{moy} , la déformation moyenne, $\bar{\varepsilon}$, et la vitesse de déformation, $\bar{\dot{\varepsilon}}$, peuvent être définies par les relations suivantes :

$$p_{moy} = \frac{F_N}{A_c} \quad (1)$$

$$\bar{\varepsilon} \approx 0,2 \times \frac{a_c}{\sqrt{R^2 - a_c^2}} \quad (2)$$

$$\dot{\bar{\varepsilon}} = \frac{V}{2a_c} \quad (3)$$

F_N (N)	L_R (mm)	Vitesse (mm/s)	nbre de cycles	lubrifiant	p_{moy} (Mpa)	$\bar{\varepsilon}$ (-)	$\dot{\bar{\varepsilon}}$ (s ⁻¹)
3	4	1	30	aucun	200	0.028	7
3.5	4	1	10000	silicone	211	0.029	7
5	4	1	400	silicone	234	0.033	6

Tableau 1: Conditions expérimentales des essais de rayures multipasse réalisés, utilisant une bille en verre de rayon $R = 500 \mu\text{m}$. Tous les essais ont été réalisés à une température contrôlée de 24°C . Les différentes grandeurs mécaniques ont été déterminées lors du premier cycle ($N = 1$).

3 Résultats

La figure 3 montre l'évolution du coefficient de frottement apparent en fonction du nombre de cycles réalisés dans la même trace en présence d'huile de silicone. Pour un nombre de cycles $N \leq 1000$, le facteur de frottement apparent augmente progressivement et lentement allant de 0.06 pour le premier cycle à approximativement 0.1 aux alentours du millième cycle. A partir de $N=1000$, on peut observer une augmentation brutale du facteur de frottement pour atteindre une valeur proche de 0.5 pour $N=4000$. L'évolution de la géométrie du contact et de la trace montre les étapes du phénomène de fatigue superficielle. Le contact de nature élastique reste inchangé et sans trace jusqu'au 1000^{ème} cycle. Aux alentours du cycle 2000, l'apparition d'endommagements permanents au niveau de la trace entraîne une augmentation du facteur de frottement apparent. Le coefficient de frottement apparent atteint un maximum aux alentours du cycle 3000. On observe l'apparition d'un sillon permanent avec de multiples endommagements empêchant la visualisation des contacts ultérieurs.

La figure 4 montre l'évolution du facteur de frottement en fonction du nombre de cycles réalisés dans la même trace à sec. Le nombre de passe total est de 30. Ici, la pression de contact moyenne vaut 200 MPa et la déformation moyenne et la vitesse de déformation sont similaires au cas précédent. Le coefficient de frottement augmente progressivement de 0.21 (1^{er} cycle) à 0.43 au 30^{ème} cycle.

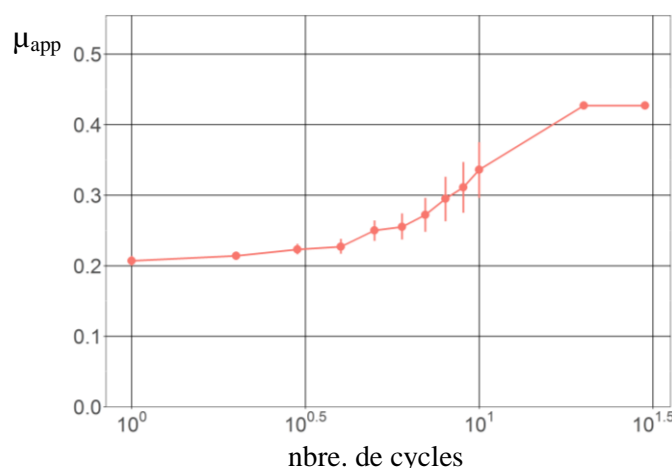


Figure 4: Evolution du coefficient de frottement apparent en fonction du nombre de cycles. Essai réalisé à $F_N = 3.5 \text{ N}$ et $V = 1 \text{ mm/s}$ avec un indenteur sphérique de rayon $R = 500 \mu\text{m}$ à sec.

Bien que le coefficient de frottement augmente progressivement, la visualisation du contact pour $N \leq 9$ ne permet pas d'observer un changement significatif de la morphologie de l'interface (Fig. 5). A

$N=10$, on observe un début d'endommagement sans la formation d'un sillon permanent visible. Pour $N \geq 20$, un sillon peu profond apparaît avec la présence de débris microscopiques de part et d'autre. Dans ce macrosillon d'une dizaine de micromètre de largeur, on note de microsillons orientés dans le sens de la rayure. Les débris sont plus fins et leur nombre est en augmentation.

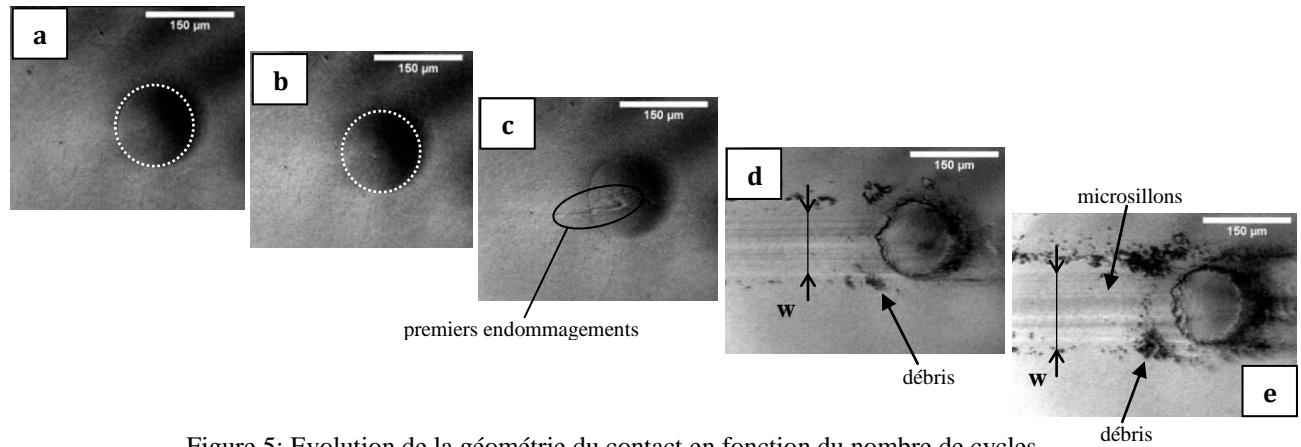


Figure 5: Evolution de la géométrie du contact en fonction du nombre de cycles.

Essai réalisé à $F_N = 3.5 \text{ N}$ et $V = 1 \text{ mm/s}$ avec un indenteur sphérique de rayon $R = 500 \text{ }\mu\text{m}$ à sec.

a. $N=1$ et $\mu_{app}=0,21$; b. $N=9$ et $\mu_{app}=0,11$; c. $N=10$ et $\mu_{app}=0,34$; d. $N=20$ et $\mu_{app}=0,43$ et e. $N=30$ et $\mu_{app}=0,40$.

La figure 6 montre l'évolution du facteur de frottement en fonction du nombre de cycles réalisés dans la même trace à $F_N=5 \text{ N}$ lubrifié à l'huile de silicone. En augmentant la charge normale de $3,5 \text{ N}$ à 5 N , la déformation moyenne passe de $0,029$ à $0,033$ et la pression moyenne de contact passe de 211 MPa à 234 MPa . Les contacts lubrifiés présentent un meilleur maintien de la valeur du coefficient de frottement par rapport au nombre de cycles. Pour un nombre de passes $N \leq 100$, le facteur de frottement augmente de manière progressive allant de $0,10$ (première passe) à $0,13$ (millième passe). Puis, à partir de $N=200$, il augmente brutalement jusqu'à stabilisation pour $N=300$ à une valeur voisine de $0,42$.

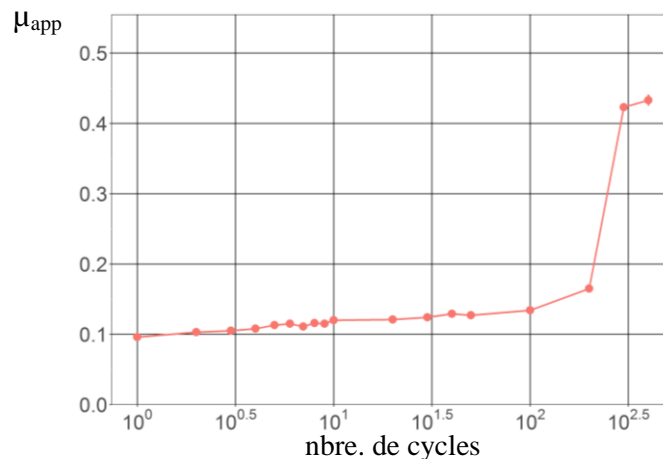


Figure 6: Evolution du coefficient de frottement apparent en fonction du nombre de cycles.

Essai lubrifié réalisé à $F_N = 5 \text{ N}$ et $V = 1 \text{ mm/s}$ avec un indenteur sphérique de rayon $R = 500 \text{ }\mu\text{m}$.

L'observation des contacts et de la trace montre l'évolution de l'endommagement en fonction du nombre de cycles (Fig. 7).

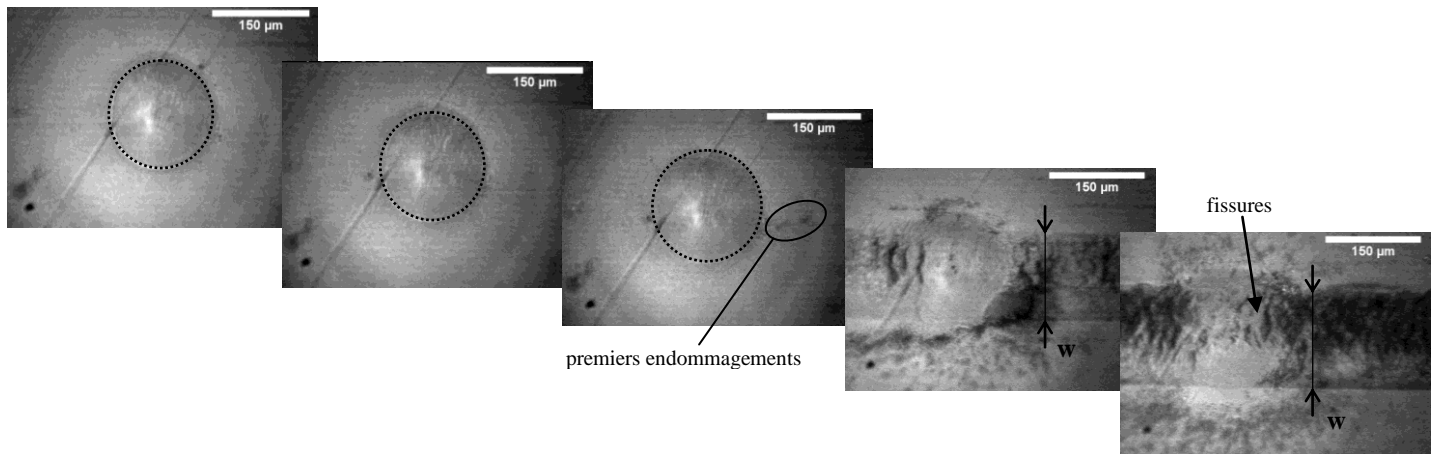


Figure 7: Evolution de la géométrie du contact en fonction du nombre de cycles.

Essai lubrifié réalisé à $F_N = 5$ N et $V = 1$ mm/s avec un indenteur sphérique de rayon $R = 500$ μm .

a. $N=1$ et $\mu_{\text{app}}=0,10$; b. $N=100$ et $\mu_{\text{app}}=0,13$; c. $N=200$ et $\mu_{\text{app}}=0,17$; d. $N=300$ et $\mu_{\text{app}}=0,42$ et e. $N=400$ et $\mu_{\text{app}}=0,43$.

4 Discussion

Lors des premiers cycles ($N \leq 10$), pour les charges appliquées, le contact est apparemment de nature élastique de part sa symétrie, avec des rapports a_c/R compris entre 0,14 et 0,17 et des pressions moyennes variant de 200 MPa à 235 MPa (Tableau 1). Pour les conditions d'essais utilisées, la pression normalisée p_{moy}/σ_y vraie (avec σ_y , contrainte d'écoulement plastique) varie de 1,1 à 1,2. En indentation, pour un indenteur sphérique, en supposant un critère de plasticité de type Tresca, la plasticité apparaît sous le contact dans le volume du matériau affecté pour une pression normalisée $p_{\text{moy}}/\sigma_y=1$ et à une profondeur d'environ $0.5 a_c$ [9]. Des résultats numériques en rayure utilisant des lois de comportement élasto-plastiques ont montré que la contrainte de Von Mises et le volume plastifié sont fortement affectés le frottement local [7]. Une augmentation du coefficient de frottement local engendre une hausse de la valeur maximale de la déformation plastique. De même, le volume déformé plastiquement et le gradient de déformation plastique sont modifiés avec le frottement local. Dans le cas d'un contact glissant entre une sphère et un plan, le frottement à l'interface engendre des contraintes supplémentaires dans le matériau déformé. Les contraintes à n'importe quel point de l'espace du matériau déformé peuvent être calculées quand le régime de déformation reste purement élastique. Une augmentation du coefficient de frottement diminue la profondeur de l'apparition de la plasticité. Ainsi, si $\mu > 0.3$, la région plastifiée se trouve en surface [11]. Dans nos conditions d'essais, un volume de forme cylindrique a été déformé plastiquement sous la surface dans le volume affecté par l'essai de rayure. Avec l'augmentation du nombre de passages, les dimensions du volume plastique sous l'indenteur et dans le sillon augmentent par accumulation de l'endommagement par fatigue.

Pour les essais lubrifiés, qui présentent un coefficient de frottement apparent faible inférieur à 0.1, il faut atteindre un nombre de cycles élevés ($N > 1000$) pour que l'accumulation de la plasticité sous la surface puisse générer des endommagements en surface, avec parfois, la création de débris. Ainsi, un sillon plastique se forme et favorise une augmentation progressive de la part déformation du frottement. Une fois le sillon formé, la hausse du coefficient de frottement est responsable de l'augmentation de la largeur du sillon.

Dans le cas d'un essai à sec, les premières passes présentent un coefficient de frottement apparent approximant 0.2, l'augmentation du coefficient de frottement apparent conduit à une modification de

la forme du volume plastifié, en localisant la déformation plastique principalement en surface à une distance inférieure à $0.5 a_c$. La plasticité ne se concentre plus uniquement dans le volume, mais tend à se localiser en extrême surface, dans une couche d'épaisseur, diminuant avec l'augmentation du facteur de frottement. Avec l'augmentation de la plasticité dans le contact, caractérisée par la formation d'un sillon de largeur proche de la largeur de contact, la géométrie du contact entre l'indenteur sphérique et le sillon plastique est modifiée, affectant les champs de pression et de déformation imposés. Ces modifications peuvent expliquer la formation de débris formant le troisième corps. Le coefficient de frottement est ensuite piloté par le caractère autolubrifiant ou non des débris. Une fois la plasticité en surface, que ce soit pour un essai à sec ou lubrifié, le frottement augmente brutalement à une valeur seuil $\mu_{app} > 0,4$. Cette augmentation brutale du frottement accentue le phénomène de localisation de la déformation plastique, avec une forte augmentation du niveau de déformation plastique maximale, et une réduction de l'épaisseur cisailée, conduisant à une augmentation du nombre de débris formés à grand nombre de cycles, sans variation du facteur de frottement mesuré.

5 Conclusion

L'observation *in-situ* du contact et du sillon (ou trace) en fonction du nombre de cycles permet de mettre en évidence et de suivre les évolutions du coefficient de frottement apparent mesuré lors de chaque essai de rayure, répétitif dans la même trace, réalisé avec un indenteur rigide sur une surface de polymères, et donc de définir les mécanismes élémentaires d'endommagement de ces surfaces en fonction des paramètres d'essais.

Avec l'augmentation de la charge normale, la formation des débris et du sillon plastique surviennent à un nombre de cycles réduits. Les différentes transitions de nature du contact (sillon élastique, puis elasto-plastique et enfin complètement plastique) et des modes d'endommagements peuvent être corrélées à l'évolution du frottement apparent mesuré.

L'apparition des endommagements dépend du coefficient de frottement initial i.e. des 10 premiers cycles. La diminution par lubrification du coefficient de frottement apparent d'un facteur 2 permet de retarder les endommagements d'un facteur 10 000.

Références

- [1] H. Pelletier, T. Roland et C. Gauthier, Multi-scale mechanical analysis of thin titanium layer on UHMWPE substrates for biomedical applications, *Engineering Procedia* (2011), 10, pp. 2839-2844.
- [2] C. Gauthier, A.-L. Durier, C. Fond, R. Schirrer, Scratching of a polymer and mechanical analysis of a scratch resistance solution, *Tribol. Int.* (2006), 39, pp. 88–98.
- [3] I. Demirci, C. Gauthier, R. Schirrer, Mechanical analysis of the damage of a thin polymeric coating during scratching: role of the ratio of the coating thickness to the roughness of a scratching tip *Thin Solid Films* (2005), 479, pp. 207-215.
- [4] H. Pelletier, A.-L. Durier, C. Gauthier et R. Schirrer, Viscoelastic and elastic– plastic behaviors of amorphous polymeric surfaces during scratch, *Tribology International* (2008), 41, pp. 975-984.
- [5] C. Gauthier, R. Schirrer, Time and temperature dependence of the scratch properties of poly(methylmethacrylate) surfaces, *Journal of Materials Science* (2000), 35, 9, pp. 2121–2130.
- [6] H. Pelletier, J. Krier et C. Gauthier, Influence of local friction coefficient and strain hardening on the scratch resistance of polymeric surfaces investigated by finite element modeling, *Procedia Engineering* (2011), 10, pp. 1772 -1778.
- [7] H. Pelletier, C. Gauthier et R. Schirrer, Influence of the friction coefficient on the contact geometry during scratch onto amorphous polymers, *Wear* (2010), 268, pp. 1157 – 1169.
- [8] H. Pelletier, C. Gauthier, R. Schirrer, Wear Simulation of Polymer Using Multi scratch Test Procedure, *Tribology Letters* (2010), 37, 3, pp. 507–515.
- [9] H. Pelletier, C. Gauthier et R. Schirrer, Endommagement de surface de polymères par essais de rayure multi-passe à faible pression de contact.
- [10] F.P. Bowden, D. Tabor, In: *Friction and lubrication of solids*, Oxford University Press (1951), London.
- [11] K.L. Johnson, *Contact Mechanics*, Cambridge University Press, London (1985).