

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES ET METALLURGIE
ENSMM-annaba-



DÉPARTEMENT SCIENCE ET GÉNIE DES MATÉRIAUX

Mémoire de fin d'études

MASTER: Ingénierie des Surfaces

THEME :

**ETUDE TRIBOLOGIQUE DES COUCHES MINCES DE
TiO₂ DEPOSEES SUR UN ALLIAGE TA6V4 ET UN
ACIER INOXYDABLE 316L**

Présenté(e) par : - LAKHALI Housseem

Encadré(e) par : - Mme. MATOUGUI.N.....(MCB)

Co-Encadreur: - Mr. BAIT.L..... (Attaché de recherche)

Membres du jury : - Dr. TAHRAOUI.T

Président

- Dr. BELHANI.M

Rapporteur

Juin 2016

Dédicaces

*Je dédie ce modeste travail à ma mère et mon frère aussi à mes sœurs. À mon père source de courage et de volanté qui m'a soutenu tous le long de ma vie.
À ma famille la plus chère à ma vie.
Et tous mes collègues de l'ENSM.*

Houssein

Remerciements

J'aimerais avant tout remercier « الله »

Je tiens à remercier mes parents qui m'ont soutenu tout le long de ma vie et c'est grâce à eux que je suis arrivé à ce niveau.

Ce mémoire concrétise trois mois de travail effectué à l'école nationale supérieure des mines et Métallurgie (ENSM) ANNABA et centre de développement des technologies avancées.

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance et à remercier très chaleureusement M^{me} N. MAATOUGUI et grâce à son encadrement consciencieux et à sa rigueur scientifique, j'ai pu progresser et apprendre ce qu'est le métier de chercheur. Merci à elle pour sa disponibilité, son soutien, ses conseils pertinents et ses encouragements tout au long de ces trois mois.

J'exprime également ma gratitude et mon profond respect à Monsieur Larbi BAIT attaché de recherche au centre de développement des technologies avancées pour m'avoir accueilli dans leurs unités de recherche. Je lui adresse ma gratitude pour sa disponibilité, ses conseils, son encouragement, sa patience et son aimabilité.

Il m'est très agréable de remercier tous ceux, qui d'une manière ou d'une autre, m'ont apporté leur contribution, les personnelles de laboratoire en particulier N. BENAMIRA et Monsieur H. BRAHMIA, S. SOUKHAL et M^{me} S. MEDDAH.

Sommaire

Introduction.....	i
-------------------	---

Chapitre I : Aperçu bibliographique

I.1. Les biomatériaux	5
I.1.1. Définition générale des biomatériaux	5
I.1.2. Notion des couches minces	9
I.1.3. Le dioxyde de titane (TiO ₂)	9
I.3.1.1. Les couches minces de dioxyde de titane	10
I.3.1.2. Synthèse du dioxyde de titane.....	10
I.2. Notion de tribologie	11
I.2.1. Définition de la tribologie	13
I.2.2. Familles de tribologie.....	13
I.2.2.1. Frottement.....	14
I.2.2.2. Usure et dégradations.....	15
I.2.2.2.1. Les différentes mécanismes d'usure.....	16
I.2.2.2.1.1. Usure adhésive.....	16
I.2.2.2.1.2. Usure abrasive.....	17
I.2.2.2.2. Approche quantitative de l'usure	18
I.2.2.3. Les lubrifiants	19
I.2.2.3.1. composition des lubrifiants.....	20

I.2.2.3.1.1. Les huiles minérales.....	21
I.2.2.3.1.2. Les huiles de synthèse.....	22
I.2.2.3.1.3. Les additifs	23
I.3. Notion de rugosité.....	24
I.3.1. Etat de surface.....	25
I.3.2. Défauts de surface.....	27
I.3.3. Définition de la rugosité.....	28

Chapitre II. Expérimentation et caractérisation des couches minces deTiO₂

II.1. Les techniques de caractérisations tribologiques	30
II.1.1. Rugosité	30
II.1.1.1. Principe d'un rugosimètre.....	32
II.1.2. Tribomètre.....	33
II.1.2.1. Principe de tribomètre.....	33
II.1.3. Microscope optique.....	35
II.1.3.1. Principe d'un microscope optique.....	36

Chapitre III : Résultats et discussion

III.1. Propriétés tribologiques	47
III.1.1. Coefficient de frottement.....	48
III.2. Conclusion.....	50
Conclusion & perspective.....	63

Liste des figures

Figure I.1. Surface apparente et surface réelle

Figure I.2: Contact bille/ plan

Figure I.3 a) Dissipation thermique due au frottement dans un disque de formule 1 b) Disque de frein usé par frottement.

Figure I.4. Importance relative des mécanismes d'usure dans l'industrie

Figure I.5. Mécanisme de l'usure adhésive.

Figure I.6.i)-Mécanisme de l'usure abrasive ii) a)-usure abrasive à deux corps b)-usure abrasive à trois corps

Figure I.7. Paramètres principales de la rugosité

Figure II.1. a) Figures illustrant comment faire pivoter le palpeur. b) rugosimètre

Figure II.2. Tribomètre de marque CSM

Figure II.3. Schéma descriptif d'un microscope [technique d'ingénieur]

Figure II.4. Schéma correspondant à un microscope dont le tube oculaire est incliné

Figure.III.1. Coefficient de frottement μ en fonction de la tension appliquée sur les substrats en acier et en alliage de Ti.

Figure.III.2. Morphologie des surfaces obtenue par microscopie optique après tests de pion-disque.

Figure III.3. Les valeurs de rugosité pour différentes polarisations appliquées

Figure III.5. Coefficient de frottement μ en fonction de la tension appliquée des revêtements a) sur acier inoxydable 316L. b) sur TA6V4

Liste des tableaux

Tableau I.1. Récapitulation des défauts de surface

Tableau I.2. Paramètres de rugosité

Tableau II.1. Récapitulation des conditions de travail

Tableau II.2. Récapitulation des conditions de travail

Tableau III.1. Coefficient de frottement pour différentes polarisation

Tableau III.2. Les valeurs de rugosité des couches polarisée

Introduction générale

Lorsque deux surfaces en contact sont soumises à un mouvement de faible amplitude, une dégradation superficielle peut apparaître. Les phénomènes d'usure induite par frottement sous petits débattements sont généralement désignés par le terme anglo-saxon "fretting".

La caractérisation du comportement tribologique d'un contact sec nécessite la prise en compte de très nombreux paramètres : matériaux, environnement de contact, géométrie de contact, type de sollicitations, etc. Et, d'une combinaison optimale de ces paramètres dans un cas précis ne découle pas forcément une généralité applicable à tout type de contact.

Notre étude cherche à développer la compréhension et à trouver des solutions pour tenter d'améliorer le comportement tribologique

Le premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique sur les biomatériaux ainsi que les dépôts de TiO_2 . En tenant compte à l'aspect tribologique et les types qui le composent.

Au deuxième chapitre, une présentation décrit les différentes techniques de caractérisation mise en place pour ce travail.

Le dernier chapitre est consacré à l'interprétation des résultats obtenus, ainsi que l'évolution de coefficient de frottement en fonction de quelques paramètres. Où on a réuni les différentes analyses que ce soit structural ou tribologiques pour en faire une synthèse qui permettra d'appréhender la minimisation de coefficient de frottement

Enfin, nous proposerons une conclusion générale et envisagerons les perspectives à donner à ce travail.

Chapitre I: Aperçu bibliographique

I.1. Les biomatériaux

Introduction

L'homme a essayé de remplacer les parties déficientes des tissus ou des organes depuis longtemps. Les substituts utilisés étaient de provenance diverse et les conséquences pas toujours les plus heureuses pour les patients. L'utilisation des biomatériaux est devenue théoriquement possible depuis 1860 quand le Dr Lister a développé la technique de la chirurgie antiseptique [1].

La science des biomatériaux est l'un des domaines les plus intéressants, voire fascinants, de la science contemporaine. De nombreuses questions sont toujours sans réponse. Nous en savons davantage aujourd'hui sur ce qu'il se passe pendant la déformation d'une pièce métallique qu'à l'interface d'un biomatériau après l'implantation. Cette difficulté vient du fait que le domaine des biomatériaux implique différentes disciplines : science des matériaux, physique, chimie, biologie et médecine, en effet, doivent communiquer et trouver un langage commun pour aborder sérieusement les problèmes des biomatériaux [2].

I.1.1. Définition générale des biomatériaux

Les matériaux synthétiques et naturels en contact avec les systèmes biologiques sont nommés *biomatériaux*. Des nombreuses définitions ont été développées pour le terme de *biomatériau*. Une définition qui a l'assentiment de l'ensemble des experts est la suivante : "*a biomaterial is a nonviable material used in a medical device intended to interact with biological systems*" [3]. Un peu plus tard, Williams complétera cette définition par: "*in the medical and dental area, biomaterials are used to evaluate, treat, augment or replace damaged tissues or organs*" [4].

Par définition, un *biomatériau* est un matériau non viable, d'origine naturelle ou artificielle, utilisé dans l'élaboration de dispositifs médicaux destinés à être mis en contact avec des *tissus biologiques* [5]. Par tissu biologique on entend non seulement les tissus de soutien tels que la peau, l'os, la dent..., mais aussi le sang, qui contient divers types de cellules (globules rouges, globules blancs) ainsi que diverses substances permettant la formation d'un caillot en cas de blessure (plaquettes, fibrine...). De nombreuses recherches sur les biomatériaux ont donc pour objectif de modifier les caractéristiques de surface de divers biomatériaux, choisis d'abord pour leurs propriétés intrinsèques (mécaniques en particulier), afin d'en améliorer la biocompatibilité [6].

I.1.2. Notion des couches minces

Introduction

Les couches minces solides représentent une classe de matériaux qui suscite un intérêt tant du point de vue fondamental que technologique de plus en plus grandissant depuis le début des années 80. Elles peuvent être élaborées à partir de matériaux conducteurs, isolants, semiconducteurs et polymères. L'épaisseur des films déposés sur des substrats peut varier d'un plan atomique (quelques Angströms) à plusieurs micromètres. Leurs propriétés physiques sont étroitement liées aux paramètres de dépôt. Actuellement, un des oxydes qui est très étudié en couches minces est l'oxyde de titane à cause de ses propriétés physiques très intéressantes [7].

Le domaine des couches minces destinées à l'amélioration de la fonctionnalité des outils ou aux domaines de l'électronique et de l'optique a fait l'objet de plusieurs études scientifiques et industrielles. En effet, dans le domaine de la mécanique, le développement des différentes techniques de dépôt et la maîtrise des paramètres opératoires ont permis l'obtention de revêtements présentant une bonne résistance à l'usure, une dureté très élevée et une bonne stabilité thermique et chimique. Ainsi, la durée de vie des outils peut être améliorée de manière significative de 2 à 4 fois [8].

I.1.2.1. Définition d'une couche mince

Une couche mince est une fine pellicule d'un matériau déposée sur un autre matériau. Ce dernier est appelé «substrat». Le but du dépôt en couches minces est de doter la surface des pièces de propriétés particulières tout en gardant le bénéfice des propriétés massives du substrat.

Aujourd'hui, les couches minces sont utilisées dans une logique de miniaturisation des composants dans de nombreux domaines tels que l'électronique, l'optique, la photonique, le magnétisme dans ses applications pour les capteurs, les micro-actionneurs ou encore l'enregistrement magnétique (stockage de grande densité).

A l'ère des nanotechnologies, les objectifs industriels actuels convergent vers une structuration des couches minces à une échelle nanométrique de plus en plus petite.

I.1.3. Le dioxyde de titane(TiO_2)

Introduction

Puisque le titane est en contact avec le tissu, il interagit avec les fluides physiologiques à travers le film d'oxyde présent sur sa surface, responsable de la résistance à la corrosion et de la biocompatibilité. Les propriétés chimiques et structurales de cette couche jouent un rôle important dans l'absorption des protéines présentes dans des fluides biologiques, processus suivi par l'attachement des cellules sur la surface du biomatériau.

Le dioxyde de titane joue le rôle d'une *interface active* entre le matériau inerte (le titane) et le matériau biologique (les biomolécules, le tissu). Tout aussi important est son rôle de protection du métal contre la corrosion. L'importance des propriétés de TiO_2 sur la biocompatibilité sera mise en évidence dans ce qui suit, en soulignant les caractéristiques de surface qui peuvent influencer le développement du tissu autour de l'implant [2].

I.3.1.1. Les couches de dioxyde de titane

Les films minces d'oxyde de titane (TiO_2) possèdent de grandes potentialités technologiques grâce à leurs propriétés spécifiques (grande stabilité chimique, indice de réfraction élevé, constante diélectrique élevée, transparence dans le visible,...) qui permettent leur utilisation comme des composants optiques, optoélectroniques, détecteurs, guides d'ondes, amplificateurs optiques. L'oxyde de titane devient aussi un bon candidat pour le domaine biomédical [9].

I.3.1.2. Synthèse du dioxyde de titane

Les propriétés des couches minces de TiO_2 dépendent fortement des microstructures obtenues. Celles-ci sont modulées par la technique et les conditions de préparation, ainsi que par les traitements thermiques ultérieurs [10]. Lorsque des dopants sont utilisés la modulation des propriétés ne dépend pas seulement du type de dopant, mais aussi de sa concentration ainsi que de sa distribution dans le réseau de TiO_2 [11].

I.2. Notion de tribologie

Introduction

Les problèmes de surface en contact existent depuis toujours et sont présent dans tous les domaines dès lors que deux objets viennent à se rencontrer. La surface d'un corps est le lieu des points séparant ce corps du milieu environnant, la surface de contact peut donc être définie comme la zone d'interaction et de séparation entre deux éléments. Une notion importante lorsque l'on s'intéresse à la surface d'un corps est l'ordre de grandeur auquel s'arrête l'observation. Trois « types » de surface peuvent être distinguées : la surface nominale, conçue et dimensionnée sur un dessin, la surface apparente visible à l'œil nu et la surface réelle qui n'est jamais parfaitement lisse et où s'effectue le contact entre deux éléments (*Cf. Figure. I.1*).

Le contact entre deux objets s'effectue donc par l'intermédiaire de micro-zones plus ou moins nombreuses en fonction de la rugosité des surfaces réelles. Lorsque les deux surfaces en contact se mettent à glisser l'une par rapport à l'autre, les zones discrètes de contact sont sans cesse renouvelées. La compréhension d'un contact dynamique nécessite donc d'avoir des informations sur la morphologie globale et la rugosité des surfaces en interactions [12].

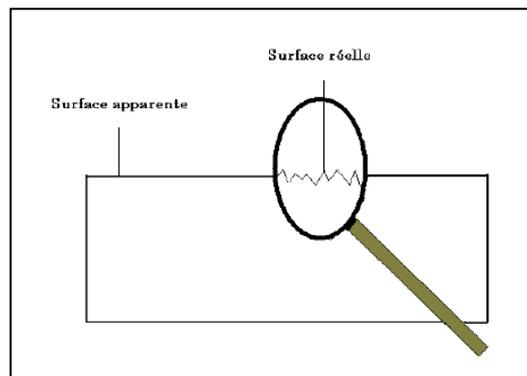


Figure. I.1 Surface apparente et surface réelle

D'une façon générale, les caractéristiques d'une surface diffèrent de celles du matériau (dans la masse), d'une part parce que la symétrie de la structure atomique est rompue (modification des forces de liaison, de la concentration en défaut, etc.), d'autre part parce que l'effet des contraintes extérieures et notamment de l'environnement peut modifier considérablement les couches superficielles en créant des concentrations d'éléments très différents des valeurs moyennes volumiques. En effet, la présence de couches adsorbées à la surface concerne la plupart des matériaux. En fonction de la nature des éléments en présence, les liaisons mises en jeu peuvent être physiques (physisorption) ou chimiques (chimisorption). Les couches chimisorbées sont caractérisées par des forces de liaisons plus grandes [13].

I.2.1. Définition de la tribologie

La tribologie est la science qui étudie les phénomènes se produisant lorsque deux systèmes matériels sont en contact que ce soit de manière immobile ou bien en mouvement relatif. Elle implique plusieurs disciplines scientifiques telles que la mécanique des solides, la mécanique des fluides, les matériaux, la physique, ou bien encore la chimie [14].

Le mot tribologie a été proposé par Peter Jost 1 en 1966 et est basé sur le mot grec "*tribos*" qui signifie frotter [15]. Il s'agit donc de la science du frottement. Son but est de regrouper sous une seule terminologie l'ensemble des sciences du frottement [16].

Une définition plus précise de la tribologie est l'étude des interactions entre surfaces solides en mouvement relatif [16]. La tribologie regroupe la science et la technologie des surfaces solides en contact et en mouvement [17]. Elle englobe les notions de frottement, usure, lubrification et adhérence. La tribologie est un domaine pluridisciplinaire dans lequel interviennent les bases de la mécanique fondamentale et tous les aspects de la science des matériaux. La caractérisation des surfaces et des couches proches de l'extrême surface très grande a une importance en tribologie. La compréhension des lois physico-chimiques des surfaces permet, dans certains cas, d'appréhender l'origine de leurs comportements [18].

I.2.2. Familles de tribologie

I.2.2.1 Frottement

Lorsque deux solides sont mis en contact sous l'action d'une force normale F_n , une force tangentielle T apparaît et s'oppose au déplacement relatif des deux solides (Cf. **Figure I.2**). Le frottement est très utile lorsque l'on cherche à immobiliser deux solides l'un par rapport à l'autre. Par exemple il facilite nos déplacements en nous permettant d'exercer, sans glisser, des forces de poussée tangentielle sur le sol pour nous propulser. En revanche, il présente un inconvénient dès lors que l'objectif est de mettre en mouvement relatif deux solides [16].

Le frottement d'une manière générale peut être considéré comme une dissipation d'énergie induite par la force tangentielle F_t nécessaire pour assurer le glissement entre deux corps.

La relation entre frottement et adhésion est au centre des questions que soulève la tribologie depuis très longtemps.

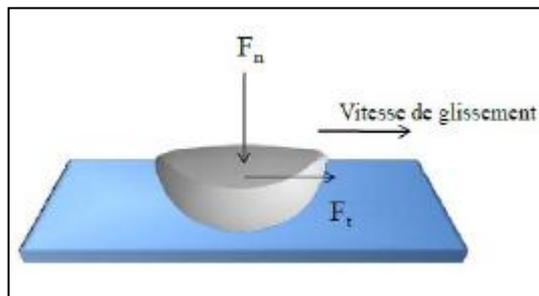


Figure I.2: Contact bille/ plan

Les théories les plus anciennes sont celles de Léonard de Vinci (≈ 1500) qui s'intéressa à la friction en se demandant quelle était la force minimale nécessaire pour faire glisser un objet frottant sur une surface. C'est au *XVIIe siècle*, après avoir redécouvert ces lois de glissement, que le physicien français Amontons constitua les lois classiques du frottement qui furent complétées par coulomb:

- L'intensité de la force de frottement ne dépend pas de l'aire de contact;
- La force de frottement est indépendante de la vitesse de glissement, une fois le mouvement commencé;
- La force de frottement qui s'oppose au glissement est proportionnelle à la charge normale.

Ces lois, vérifiées uniquement dans des cas particuliers, se formulent par la relation : $\mu = \frac{F_t}{F_n}$ [18]

La présence de frottement dans un contact glissant conduit à une perte d'énergie mécanique qui est transformée en chaleur (Cf. **Figure 2 a**). D'autre part, il conduit à une détérioration des surfaces par usure, fissuration thermique, fatigue comme le montre la **Figure 2 b** [16].



Figure I.3 a) Dissipation thermique due au frottement dans un disque de formule 1 b) Disque de frein usé par frottement.

Une étude récente de *Holmberg et al.* [19] a montré que dans une voiture moyenne se déplaçant à 60km/h, les pertes par frottement représentaient 43% de l'énergie mécanique fourni par le moteur. Pour l'année 2009, 208 milliards de litres de carburant auraient été brûlés pour vaincre le frottement. On comprend aisément l'intérêt que présente la tribologie et la maîtrise des frottements aussi bien pour les aspects économiques qu'environnementaux. Il est donc utile de pouvoir proposer des solutions permettant de limiter le frottement et ses conséquences [16].

I.2.2.2. Usure et dégradations

L'usure d'un solide est généralement défini comme une perte de matière, un mouvement de matière ou une transformation de matière en surface du solide sous l'effet d'une interaction avec un autre milieu (solide dans notre cas, mais ça peut également être un fluide). [16]

I.2.2.2.1. Les différents mécanismes d'usure

Cornet et Deville [20] ont proposé une répartition des mécanismes à l'origine de l'usure dans l'ensemble des milieux industriels.

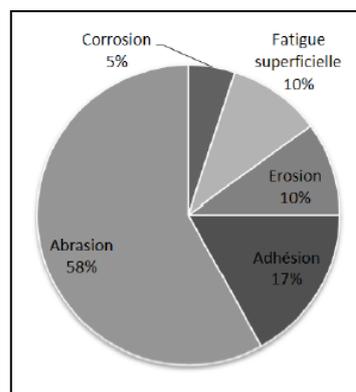


Figure I.4. Importance relative des mécanismes d'usure dans l'industrie [20].

I.2.2.2.1.1. Usure adhésive

A un instant donné, la charge appliquée au contact est supportée par l'ensemble des fonctions existantes. Si la jonction adhésive produite résiste, les deux corps se séparent sans aucune

modification ; par contre si elle est relativement résistante il y a formation de fissures dans le corps le moins résistant [21]

Les forces d'adhésion se développent entre les surfaces mises en contact. La rupture de ces liaisons adhésives nécessite d'exercer une contrainte de cisaillement τ_a , à l'origine du frottement. Elle peut s'exprimer :

$$\tau_a = f_a p_m$$

p_m : est la pression moyenne de contact; et f_a : La contribution adhésive du coefficient de frottement. Dans le cas du contact sphère plan, l'application d'une pression conduit à la création d'une contrainte de cisaillement sous la surface. Elle s'exprime :

$$\tau_0 \approx 0.31 p_0 = 0.2 p_m$$

Ces deux contraintes sont du même ordre de grandeur. On comprend alors qu'il est parfois plus facile de rompre le matériau (le moins résistant) sous sa surface plutôt que de rompre la liaison adhésive. C'est le mécanisme à l'origine de l'usure adhésive et qui est illustré sur la **Figure I.5**. L'usure adhésive se caractérise donc par des arrachements de matière irréguliers sur les surfaces

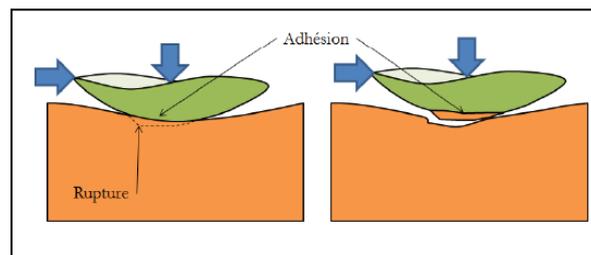


Figure I.5. Mécanisme de l'usure adhésive.

I.2.2.2.1.2. Usure abrasive

Le mécanisme de l'usure abrasive est décrit sur la **Figure I.6**. Un solide rigide vient indenter et labourer un matériau qui se déforme plastiquement. Le solide rigide peut être une particule dure qui s'est introduit dans le contact. On parle d'abrasion à trois corps. Le solide rigide peut être un des deux protagonistes du contact. On parle d'abrasion à deux corps. L'usure abrasive est généralement limitée en augmentant la dureté du matériau le plus tendre.

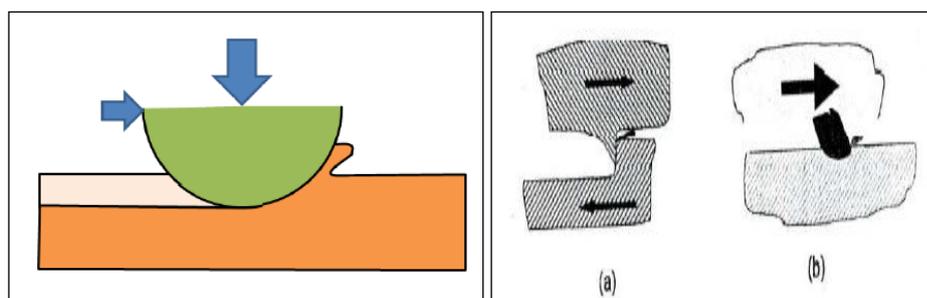


Figure I.6.i)-Mécanisme de l'usure abrasive ii) a)-usure abrasive à deux corps b)-usure abrasive à trois corps

L'abrasion est un phénomène de dégradation superficielle se rapportant aussi bien l'outil que le produit de mise en forme la dureté et le taux de consolidation de la structure par écrouissage sont des facteurs importants qui limitent l'usure abrasive sous réserve que les matériaux conserve une capacité de déformation plastique sans excès de fragilité [22].

I.2.2.2.2. Approche quantitative de l'usure

Les premiers modèles de quantification de l'usure ont débuté depuis les années 50. *Holm* [Holm, 1946] en étudiant l'usure des contacts électriques montre que le volume usé est proportionnel au rapport de la charge normale P et de la dureté H suivant la relation :

$$V = k \frac{P}{H}$$

Où k est un coefficient difficile à interpréter.

I.2.2.3. Les lubrifiants

Un lubrifiant est une substance qui va être insérée dans un contact pour assurer les fonctions suivantes :

1. permettre la séparation des surfaces. Cette fonction est essentiellement assurée par la viscosité du fluide. L'objectif de la séparation des surfaces est d'empêcher le contact direct des solides et donc le frottement puis l'usure
 2. protéger les surfaces principalement contre des réactions chimiques avec l'environnement (corrosion, oxydation)
 3. évacuer du contact les débris (particule d'usure ou autres), les polluants, la chaleur générée [16].
- D'une manière générale, la lubrification permet de diminuer le coefficient de frottement associé à un contact glissant, ainsi que l'usure des pièces en contact.

I.2.2.3.1. Composition des lubrifiants

Un lubrifiant est composé d'une huile de base qui peut être minérale ou de synthèse et d'additifs. Dans le cas d'une graisse, on ajoute à l'huile des additifs épaississants.

I.2.2.3.1.1. Les huiles minérales

Les huiles minérales sont directement obtenues par distillation du pétrole. Le matériau de base est relativement visqueux et est ensuite raffiné afin d'obtenir différents types d'huile qui se différencient par leur structure chimique et leur viscosité.

I.2.2.3.1.2. Les huiles de synthèse

Les huiles minérales présentent des limitations (notamment une forte dépendance de la viscosité à la température) qui a conduit au développement d'huiles plus performantes dites de synthèses. Leur obtention nécessite un processus chimique qui est généralement beaucoup plus coûteux que la distillation et le raffinage.

I.2.2.3.1.3. Les additifs

Les performances des lubrifiants sont généralement améliorées grâce à l'ajout d'additifs.

Ces derniers peuvent être classés en trois catégories selon leur principale fonction [23] :

1. Protéger les surfaces :

- Détergent ;
- Dispersant ;
- Extrême pression, anti-usure ;
- Anticorrosion ;
- Modificateur de frottement.

2. Améliorer le lubrifiant :

- Modificateur de viscosité ;
- Modificateur de point d'écoulement.

3. Protéger le lubrifiant :

- Antioxydant ;
- Anti-mousse. [16]

I.3. rugosité

I.3.1. Etat de surface

Une surface, quel que soit son procédé de fabrication, n'est pas une surface parfaitement lisse : selon la méthode d'usinage et les outils utilisés, mais aussi selon le matériau, elle présente de nombreuses irrégularités, micro-géométriques ou macro-géométriques. Ces irrégularités sont définies par comparaison avec une ligne "moyenne" et sont classées en deux catégories : des aspérités ou "pics", et des cavités ou "creux". L'ensemble de ces défauts de surface constitue la rugosité.

I.3.2. Défauts de surface :

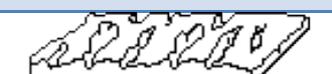
La norme *NF E 05-515* distingue six ordres de défauts de surface, du plus grand au plus petit :

1. Écart de forme (échelle macroscopique) : défaut de planéité, de rectitude, de circularité;

2. Ondulation (échelle macroscopique) : l'écart entre les crêtes est compris entre 0,5 et 2,5 mm ;
3. Stries et sillons (défauts périodiques ou pseudopériodiques, échelle microscopique) : l'écart entre les crêtes est inférieur ou égal à 0,5 mm ;
4. Défauts localisés (échelle microscopique) : marque d'outil, arrachement, fente, piqûre, ... ;
5. Structure cristalline (échelle mésoscopique)
6. Réseau cristallin (échelle nanoscopique)

L'état de surface se définit de plusieurs points de vue, mais qui ne sont toutefois pas indépendant, rendant difficile la préparation optimale d'une surface. Ainsi, on peut distinguer en termes de caractérisation :

- La cristallographie, la texture et la structure ;
- La topographie (rugosité) et la morphologie ;
- L'analyse (composition) ;
- La mécanique (contraintes résiduelles, déformation).
- **Tableau I.1.** Récapitulation des défauts de surface

	Types de défauts	Désignation	Causes
Macrographique	 Profil géométrique	défauts de forme et de position	Pendant l'usinage et après l'usinage etc.
		Ondulation périodique	Fraisage : pas de l'ondulation = avance par tour de fraise, vibrations, pièce et outil, etc.
Micrographique		strie - sillon, rugosité périodique	Stries et sillons dus à l' avance de l'arête coupante de l'outil : lubrification, vibrations.
		arrachement, fentes, marques d'outil, piqûres, etc.	Qualité de l'affûtage de l'outil. Hétérogénéité du matériau usiné.

I.3.3. Définition de la rugosité

C'est l'ensemble des irrégularités d'une surface à caractère micrographique et macrographique. Les surfaces usinées ne sont pas parfaites, elles présentent des irrégularités dues aux procédés d'obtentions, aux outils, à la matière, etc. Le rôle fonctionnel d'une surface dépend d'un certain nombre de facteurs, notamment de l'état de surface (étanchéité, glissement, etc.). Plus l'indice de rugosité est faible, plus il est difficile à obtenir, ce qui augmente nécessairement le coût de fabrication.

Tableau I.2. Paramètres de rugosité

R_p	Pic maximal observé sur la longueur analysée. Si l'on pose un repère cartésien dont l'axe des abscisses est aligné sur la ligne centrale de la surface à mesurer, le pic maximal, lu sur l'axe des ordonnées, pourra également être noté $R_p = y_{\max}$ (voir diagramme ci-dessous)
R_c	Creux maximal observé sur la longueur analysée (voir diagramme ci-dessous). $R_c : R_c = y_{\min} $
R_t	Rugosité totale. Elle correspond à la somme du pic maximal et du creux maximal observé sur la longueur analysée. $R_t = R_p + R_c$
R_a	Écart moyen, ou moyenne arithmétique des distances entre pics et creux successifs. "Ra" correspond à la différence entre cette distance moyenne et la "ligne centrale". Ce paramètre "moyen" permet de donner une indication générale résumant les autres paramètres de rugosité d'une surface donnée, et est par conséquent fréquemment utilisé.

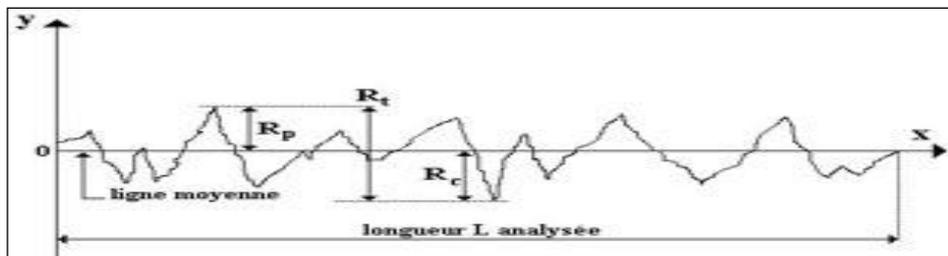


Figure I.7. Paramètres principaux de la rugosité.

Chapitre II: Expérimentation et techniques de caractérisations

Ce chapitre est consacré à la description des dispositifs expérimentaux utilisés lors des caractérisations des dépôts élaborés. Les dépôts ont été réalisés dans la division de milieu ionisé au niveau de centre de développement des technologies avancées (CDTA). Cependant les caractérisations des essais expérimentaux sont faites dans le laboratoire de recherche au sein de l'école nationale supérieure des mines et métallurgie (ENSMM).

Dans ce chapitre nous allons montrer comment on a caractérisé les dépôts afin d'améliorer les propriétés biomédicales de ces dernières.

II.1. Les techniques de caractérisations tribologiques:

II.1.1. Rugosité

Introduction

S'il est un paramètre que chacun peut facilement appréhender, c'est bien la rugosité d'une surface. Il faut dire qu'elle est à la fois reliée à une notion sensorielle (une surface lisse est plus luisante, plus agréable au toucher...) et à des critères fonctionnels : la rugosité d'une surface explique sa sensibilité à la corrosion, à l'usure, ainsi que ses propriétés d'adhérence, de glissement ou encore de roulement...

II.1.1.1. Principe d'un rugosimètre

Le mécanisme du translateur se trouve à l'intérieur du TR220 et le palpeur est fixé au translateur à l'aide du porte-palpeur articulé. Pour exécuter les mesures, vous pouvez soit tenir le rugosimètre dans la main, soit le fixer à un support ou simplement le poser.

L'ensemble porte-palpeur permet de faire pivoter le palpeur pour exécuter des mesures à l'intérieur de gorges (palpeur à 90°), comme illustré dans la figure suivante.

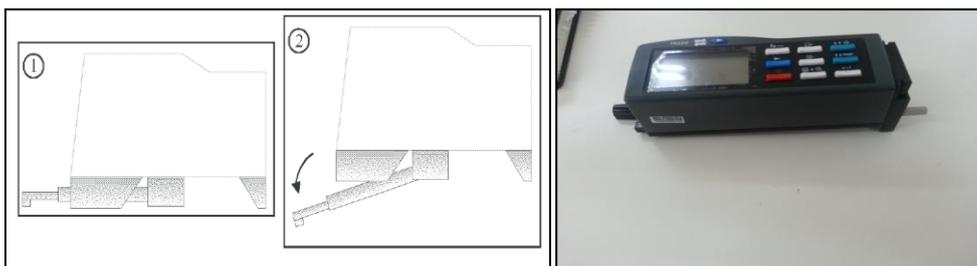


Figure II.1. a) Figures illustrant comment faire pivoter le palpeur. b) rugosimètre

Tableau II.1. Récapitulation des conditions de travail

Paramètres de mesures	Champs de mesures	Course du palpeur total	Vitesse de course du palpeur	Température du travail
Ra, Rz	*Ra: 0.05 à 15 μm *Rz: 0.2 à 60 μm	6 mm	1.0 mm/sec	0°C à 40°C

Appareillage

Le rugosimètre à main *TR220* est un instrument portatif, léger, très compact, maniable et facile à utiliser. Il est composé d'un écran électronique, d'un translateur miniaturisé (incorporé ; il permet de relever les paramètres principaux de la rugosité superficielle avec une résolution centésimale. Le translateur est en mesure d'affronter n'importe quelle condition de mesure, vous pouvez aussi bien le tenir dans la main que le fixer sur un support.

L'instrument empêche et signale sur l'écran les manœuvres erronées ou les anomalies pouvant se vérifier durant les phases de sélection et de mesure.

II.1.2. Tribométrie

Introduction

La résistance à l'usure permet d'apporter une information complémentaire sur les propriétés mécaniques des couches. Dans de nombreux domaines, c'est la résistance élevée à l'usure des revêtements durs à basse ou à haute température qui est le plus souvent recherchée. L'usure est une conséquence du frottement, de l'abrasion...etc. D'une manière générale, le frottement apparaît lorsque l'on déplace deux corps en contact l'un par rapport à l'autre comme c'est le cas par exemple en usinage. Par conséquent, l'usure est définie comme la perte progressive de matière de la surface d'un corps par suite du mouvement relatif d'un autre corps en contact.[\[33\]](#)

II.1.2.1.Principe de tribomètre

L'échantillon en contact avec la bille en alumine (Al_2O_3) montée sur un bras élastique subit un déplacement rotatif ou alternatif durant 2000 tours qui correspond approximativement à 30 mn. Cependant ce processus nous a permis de trouver empiriquement la valeur de coefficient de frottement μ



Figure II.2. Tribomètre de marque CSM.

Tableau II.2. Récapitulation des conditions de travail

Acquisition	<ul style="list-style-type: none">• Rayon: 2 mm• Vitesse linéaire : 1,00 [cm/s]• Force normale : 1,00 [N]• Condit. Stop : 2000,0 [lap]• Taux d'acquisition : 31,0 [hz]
Partenaire statique	<ul style="list-style-type: none">• Substrat : Al₂O₃• Dimension : 6,00 [mm]• Géométrie : Ball
Environnement	<ul style="list-style-type: none">• Température : 25,00 °C• Atmosphère : Air• - Humidité : 50,00 [%]

Appareillage

Les essais tribologiques ont été réalisés à l'aide d'un tribomètre de marque CSM Instrument assisté avec un logiciel sur PC en configuration pion-plan (*Cf.* **Figure. II.1**). Le pion est une bille en alumine (Al₂O₃) et le plan est animé d'un mouvement alternatif. Cette configuration entraîne une expulsion des débris d'usure en dehors de la zone de frottement. La charge appliquée au contact est de 1 N avec un frottement alternatif toutes les 8 s. Le temps de frottement est de l'ordre de 30 minutes ce qui correspond à 2000 tours.

De plus, grâce au tribomètre, nous pouvons avoir une idée qualitative de l'adhérence de la couche sur le substrat. En effet, si lors d'un essai la couche ne résiste pas au frottement et qu'elle se désagrège, ou si des fissures apparaissent ainsi que des arrachements le long de la trace d'usure, c'est qu'elle n'a pas une bonne adhérence.

II.1.3. Microscope Optique

Introduction

La microscopie est un ensemble de techniques permettant d'obtenir une image des structures à l'échelle microscopique. L'image obtenue est beaucoup plus qu'un instantané de la préparation. Les techniques de révélation permettent aujourd'hui d'identifier de façon précise toutes sortes de molécules et les photographies (sur pellicules ou numériques) peuvent être analysées pour des études quantitatives (taille, nombre et emplacement des éléments observés).

La technique de microscopie optique est la plus ancienne utilisée. Elle est également celle dont il existe le plus de variantes.

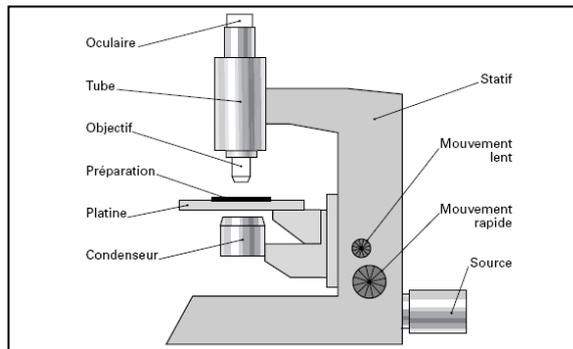


Figure II.3. Schéma descriptif d'un microscope [technique d'ingénieur]

II.1.3.1. Principe d'un microscope optique

Le principe est le suivant, la préparation est éclairée par une lampe. Les molécules à observer vont interagir avec la lumière de plusieurs façons :

- soit en absorbant certaines longueurs d'onde de la lumière. C'est la microscopie en lumière directe.
- soit en provoquant un déphasage des différents rayons lumineux. C'est la microscopie en contraste de phase.
- soit en émettant de la lumière à une autre longueur d'onde que celle d'origine. C'est la microscopie à fluorescence.

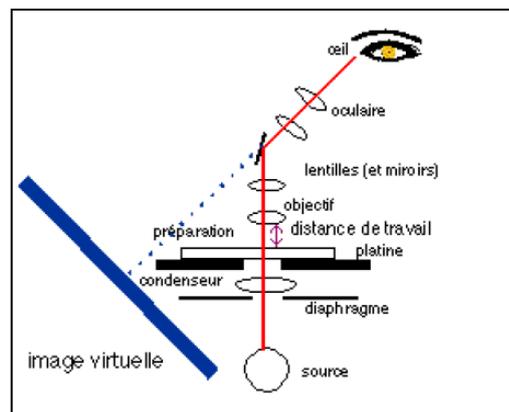


Figure II.4. Schéma correspond à un microscope dont le tube oculaire est incliné

Les structures à observer sont colorées, soit qu'elles le soient naturellement, soit que ce soit le résultat d'un marquage. La lumière blanche émise par une lampe est concentrée sur la préparation et la traverse. Selon l'intensité de la coloration, la lumière sera plus ou moins absorbée et l'endroit apparaîtra plus ou moins sombre, les zones peu marquées restant relativement claires. La coloration est due soit à un colorant qui se fixe de façon préférentielle à une molécule particulière ou une famille de molécules, soit à un précipité sombre.

Chapitre III. Résultats et discussion

Dans ce chapitre nous allons présenter et commenter les résultats obtenus par les diverses techniques expérimentales mises en œuvre dans le cadre de ce mémoire. Ce chapitre est consacré à l'étude des caractéristiques tribologiques et microstructurales des films de TiO₂ pulvérisés à une puissance RF de 250W, différentes polarisations et sur deux substrats: alliage de Ti (TA6V4) et un acier inoxydable 316 L

III.1. Propriétés tribologiques

III.1.1. Coefficient de frottement

Pour étudier l'effet de polarisation sur le coefficient de frottement(μ), nous avons effectué des essais de tribométrie en configuration pion-plan. La **Figure.III.1** donne l'évolution du coefficient de frottement en fonction de polarisation pour différents revêtements de TiO₂ obtenus sur des substrats en acier 316L d'une rugosité illustrée dans le tableau suivant.

Tableau III.1. Coefficient de frottement pour différentes polarisation

Polarisation(V)	0v	-25v	-50v	-75v	-100v
μ sur 316L	0.305	0.532	0.716	0.592	0.165
μ sur TA6V4	0.239	0.532	0.675	0.313	0.242

La **Figure III.1** illustre l'évolution du coefficient de frottement μ en fonction de la polarisation appliquée

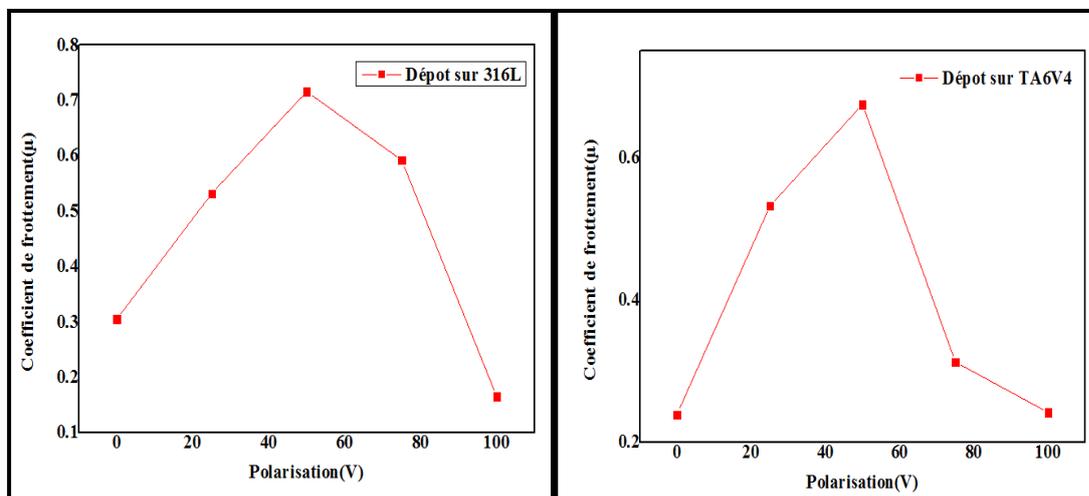


Figure.III.1. Coefficient de frottement μ en fonction de la tension appliquée sur les substrats en acier 316 L et en alliage de Ti.

Les courbes révèlent une diminution intuitive de coefficient de frottement: les valeurs de μ sur les dépôts en acier inoxydable (316L) et pour les polarisations de -50 V et -100 V sont respectivement 0,716 et 0.165, et il varie de 0.675 à 0.242 pour les dépôts de TA6V4 et avec les mêmes polarisations.

Cependant, d'après notre étude on a trouvé que le coefficient de frottement a diminué au fur et à mesure que la polarisation augmente. Cette diminution est peut être due à la croissance de la densité de la couche formée. De plus en plus la présence de la phase rutile qui est plus dure et plus compacte à un effet primordial pour cette diminution.

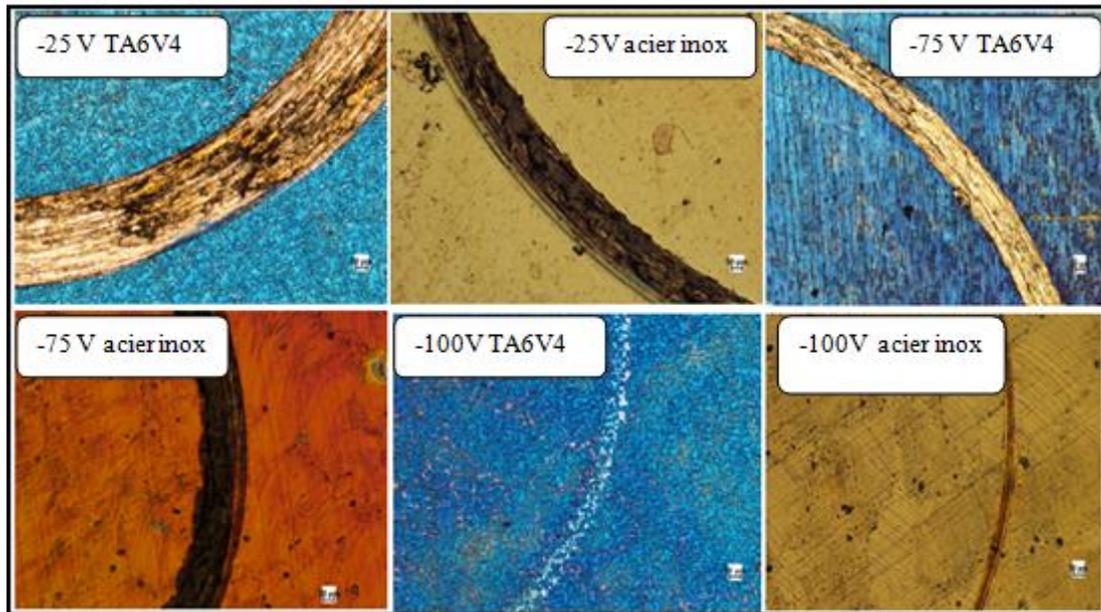


Figure.III.2. Morphologie des surfaces obtenue par microscopie optique après tests de pion-disque.

La morphologie des surfaces après les tests de frottement a été observée par microscope optique (Cf. **Figure.III.2**). Nous avons observé les traces de la bille sur la surface des films elles confirment bien que les couches ayant un taux de polarisation important ont un coefficient de frottement important et une bonne dureté. Nous avons remarqué aussi la diminution de volume de la trace laissée par la bille avec l'augmentation de la polarisation ce qui est en corrélation avec la variation du coefficient de frottement obtenue sur la **Figure.III.1**. De plus, une trace peu profonde a été observée sur l'échantillon de -100v (TA6V4) ce qui montre la diminution du coefficient de frottement pour cette couche.

Par la suite, nous avons voulu avoir une idée de l'ordre de grandeur du coefficient de frottement des couches de TiO₂ réalisées sur des différents substrats à différentes polarisations avec des rugosités Ra et Rq mentionnées dans le tableau ci-dessous:

Tableau III.2. Les valeurs de rugosité des couches obtenues sur substrats polarisés.

Polarisation(V)	0 volt	-50 volts	-100 volts
Ra(μm)	0.188	0.238	0.244
Rq(μm)	0.231	0.290	0.302

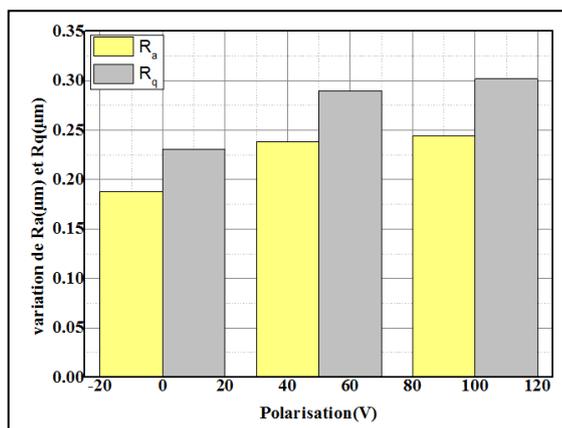


Figure III.3. Les valeurs de rugosité pour différentes polarisations appliquées

Le fait que les substrats ne soient pas de la même nature ceci peut avoir un effet sur l'adhérence de la couche et par conséquent sur son coefficient de frottement.

La **Figure.III.4** donne l'évolution du coefficient de frottement d'une couche de TiO₂, en fonction de la distance parcourue par la bille.

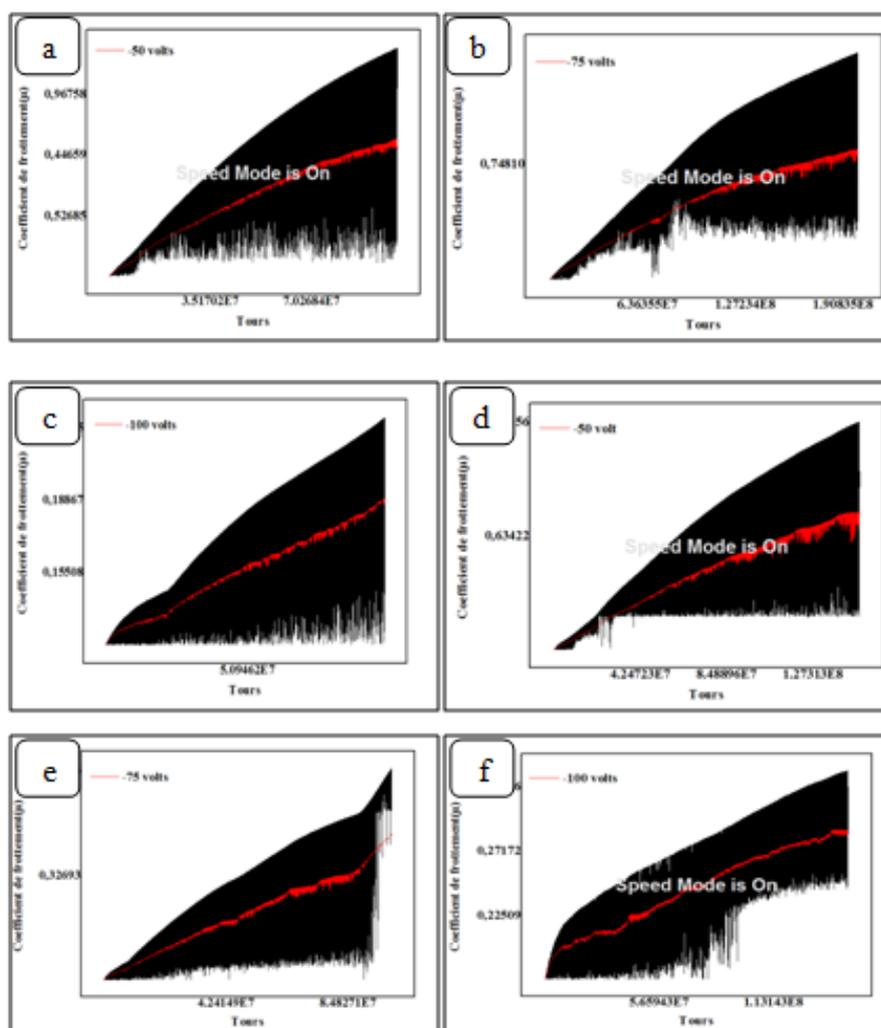


Figure II.4. Evolution de coefficient de frottement en fonction de la distance parcourue

a-b-c: acier inoxydable 316L. d-e-f: TA6V4

Nous avons remarqué qu'au début le coefficient de frottement est de l'ordre de 0,2 puis il augmente en fonction de la distance pour se stabiliser à 0,79 après 0,1 m de frottement. Ce résultat est relatif, généralement, aux essais de tribométrie et en corrélation avec d'autres travaux en effet, à la fin du test deux phases distinctes ont été observées. Le coefficient de frottement est faible lors du premier contact de la bille avec la couche puis augmente progressivement pour se stabiliser à une valeur maximale.

Pour bien visualiser l'effet du dépôt sur le coefficient de frottement, nous avons récupéré la valeur minimale, moyenne et maximale à la fin de chaque essai de tribométrie pour toutes les couches de TiO₂. Les valeurs moyennes ont été calculées en utilisant la courbe représentée sur la **Figure.III** en prenant en compte seulement les valeurs à partir desquelles le coefficient de frottement se stabilise, c'est-à-dire après 12 m de distance parcourue par la bille. Sur la **Figure.III.5** nous avons tracé la variation de ces trois valeurs en fonction de la tension appliquée aux deux substrats (TA6V4 et acier 316L).

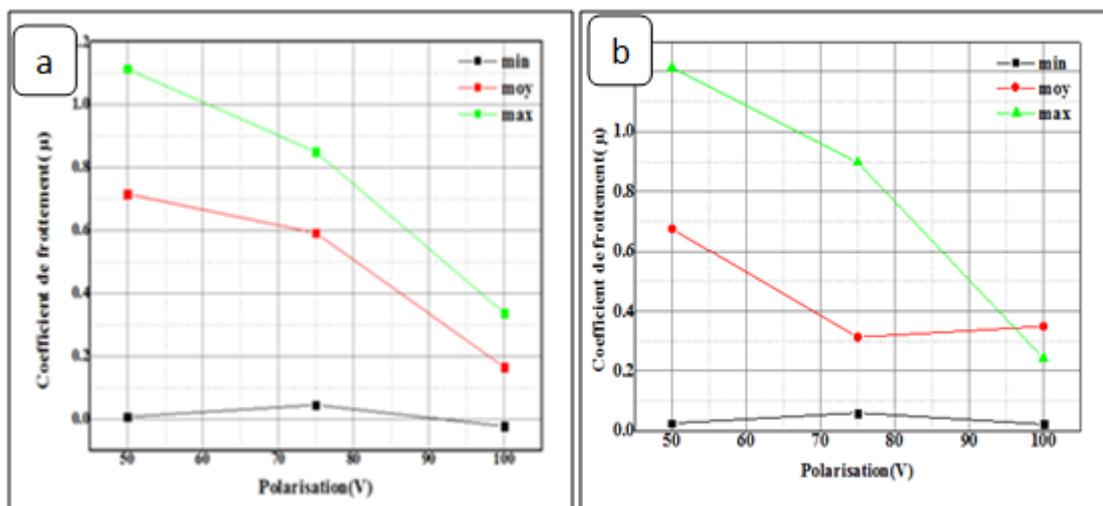


Figure III.5. Coefficient de frottement μ en fonction de la tension appliquée des revêtements a) sur acier inoxydable 316L. b) sur TA6V4

La légère augmentation des valeurs moyennes et maximales du coefficient de frottement est due probablement à l'état de surface de la couche plus lisse que les autres revêtements.

Nous avons ainsi constaté que les couches de TiO₂, obtenues sur des substrats d'acier 316L ou deTA6V4, présentent un coefficient de frottement presque similaire. Par contre, nous ne pouvons pas conclure de même pour les autres propriétés mécaniques (dureté et module d'Young) et tribologiques (adhérence), puisque la nature chimique différente des deux substrats peut influencer les propriétés des couches. En effet, ces dernières dépendent fortement de la nature de la couche de transition, à l'interface couche/substrat, de l'orientation préférentielle des grains ainsi que du mode de croissance du revêtement lui-même.

Conclusion

Dans cette étude nous nous sommes intéressés à l'étude de l'influence de polarisation dans des revêtements de TiO_2 , obtenus par pulvérisation magnétron RF, afin de les appliquer sur des substrats de TA6V4 et acier 316L. Le but était d'étudier l'influence de la polarisation sur les propriétés structurales, mécaniques et tribologiques des couches de TiO_2 . Le travail que nous avons réalisé nous a permis de relever les points suivants :

- Au cours des essais, nous avons observé un détachement de matière à partir du pion. Une partie s'échappe sous forme de débris et l'autre reste collée sur la piste de glissement du disque.
- Le mécanisme d'usure activé est celui par abrasion.
- La valeur du coefficient de frottement est du même ordre de grandeur que celle donnée dans la littérature.

Globalement, l'augmentation de la polarisation entraîne la décroissance du coefficient de frottement alors que la diminution de la dureté contribue à la diminution des valeurs de celui-ci.

- [1] Ciucă S., Antoniac I., Molagic C., Trante O., *Biomatériaux* – București; Editura Printech (2001)
- [2] Simona Andrea JACOTA POPESCU; Films minces de dioxyde de titane déposés sur titane par MOCVD : microstructure et biocompatibilité ; novembre 2008
- [3] D.F. Williams, *Proc. of a Consensus Conf. of the Eur. Soc. for Biomater.* . Elsevier, New York, March 3-5, 1986. 4.
- [4] D.F. Williams, J. Black, P. J. Doherty, *Biomater.-Tissue Interfaces*. Advances in Biomaterials. Vol.10. 1992, Amsterdam: Elsevier.
- [5] *Biomaterials Science : An introduction to Materials in Medicine*.(B.D. Ratner, A.S. Hoffman, F.J. Schoen & J.E. Lemons eds.) Academic Press, San Diego 1996, p. 2.
- [6] F.Z. Cui & Z.S. Luo « Biomaterials modification by ion implantation : » *Surface and Coatings Technology* 112 (1999) 278-285.
- [7] Medjaldi farida; Préparation et caractérisation des couches minces d'oxyde de titane (TiO_2) et du couples d'oxydes ($\text{TiO}_2/\text{SnO}_2$) ; juin 2012.
- [8] Berkane Hayat ; Elaboration et caractérisation de revêtement durs Ti-Al, Ti-Al-N et Al-Cr-N; Université Mentouri de Constantine.
- [9] X. Wang, M. Fujimaki, K. Awazu, *Optics. Express*, 13 (2005) 1486.
- [10] N.I. Al-Salim, S.A. Bagshaw, A. Bittar, T. Kemmit, A.J. Mc Quillan, A.M. Mills and M.J. Ryan, *J. Mater. Chem*, 10 (2000) 2358
- [11] S. Vargas, R. Arroyo, E. Haro and R. Rodriguez, *J. Mater. Res*, 14(10) (1999) 3932.
- [12] Amirat M., Etude thermomécanique et caractérisation du comportement tribologique de couples de matériaux ferromagnétique/ ferromagnétique et diamagnétique/ ferromagnétique soumis à un champ magnétique dans une atmosphère contrôlée, Thèse, Université de Poitiers, 2008.
- [13] Cartier M., Kapsa P., *Usure des contacts mécanique, éléments de tribologie, techniques de l'ingénieur*, BM 5066.
- [14] Manuel Sylvestre; Etude en fretting, sous conditions thermiques et vibratoires sévères, de paliers avec butées en matériaux carbonés imprégnés en contact avec des arbres en acier ou en alliage de titane nitrurés; décembre 2010.
- [15] Q.J. Wang and Y-W. Chung, editors. *Encyclopedia of Tribology*. Springer, 2013.
- [16] Noël Brunetière; introduction à la tribologie; Institut Pprime – Futuroscope 2015
- [17] Georges, J.M., *Frottement, usure et lubrification*. 2000, Paris: CNRS Editions, Eyrolles.
- [18] Guillaume Klein, Propriétés tribologiques de films issus de latex acryliques nano composites, Juillet 2011.
- [19] K. Holmberg, P. Andersson, and A. Erdemir. Global energy consumption due to friction in passenger cars. *Tribology International*, 47 :221–234, 2012.

- [20] A. Cornet and J-P. Deville. Physique et Ingénierie des Surfaces. Monographie de Matériologie. EDP Sciences, Les Ulis, France, 1998.
- [21] CASTRO (R.) et SERAPHIN (L.). – Contribution à l'étude métallographique et structurale de l'alliage de titane TA6. Mém. Sci. Rev. Metal 5F- 63, No 12, p. 1 025-58, Déc. 1966 diagrams. General Electric Co (1977).
- [22] Damman, P., Dosière, M., V. A., Thermal fluctuations at PTFE friction and transfer, Wear, 1997. 209(1-2): p. 331.
- [23] Henry Cléménçon. Abc du graissage. Technical report, Castrol (Switzerland) AG, 2009.

Résumé

Dans ce travail, nous nous intéressons à la caractérisation des couches minces de TiO₂ déposées sur un acier inoxydable (316L) et un alliage de titane(TA6V4) utilisé comme un biomatériau. Ce travail a porté sur l'étude de l'influence de la polarisation sur le coefficient de frottement (μ). Les résultats ont montré que le coefficient de frottement décroît avec l'augmentation de la polarisation. Ainsi que ce même coefficient est diminué avec l'augmentation de la dureté. Les résultats obtenus corroborent assez bien ceux de la littérature. L'observation des surfaces des échantillons montrent une prédominance de l'usure par abrasion.

Les résultats indiquent que l'utilisation des films minces pouvait apporter des améliorations significatives en termes de résistance au frottement.

Mots clé:

Tribologie, couches minces, Coefficient de frottement, résistance, polarisation, dureté