



HAL
open science

Effet de l'adhésion et du frottement sur la rayabilité de couches minces déposées sur verre

Xuan Geng, D. Dalmas, Jan-Dirk Kamminga, Etienne Barthel

► **To cite this version:**

Xuan Geng, D. Dalmas, Jan-Dirk Kamminga, Etienne Barthel. Effet de l'adhésion et du frottement sur la rayabilité de couches minces déposées sur verre. CFM 2007 - 18ème Congrès Français de Mécanique, Aug 2007, Grenoble, France. <hal-03361690>

HAL Id: hal-03361690

<https://hal.science/hal-03361690v1>

Submitted on 1 Oct 2021

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire HAL, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



HAL Authorization

Effet de l'adhésion et du frottement sur la rayabilité de couches minces déposées sur verre

Xuan Geng, Davy Dalmas, Jan-Dirk Kamminga & Etienne Barthel

Unité mixte CNRS/Saint-Gobain UMR 125
Laboratoire "Surface du Verre et Interfaces (SVI)"
39 quai Lucien Lefranc 93303 Aubervilliers cedex
xuan.geng@saint-gobain.com

Résumé :

Afin de comprendre les mécanismes d'endommagement lors d'une sollicitation de rayage sur un empilement de couches minces caractérisé par la présence d'une interface faible et en raison de l'importance des propriétés interfaciales, nous avons choisi d'étudier l'influence de deux paramètres principaux : l'adhésion et le frottement. Dans cette étude, plusieurs empilement modèles ayant différentes adhésions et différents coefficients de frottement superficiel ont été développés et testés. La morphologie de rayures observées industriellement a été reproduite au laboratoire grâce à des essais de rayage réalisés avec un tribomètre sphère/plan sur ces empilements modèles. Une caractérisation systématique des rayures a été effectuée à l'aide des techniques suivantes : microscopie optique, MEB, profilométrie, AFM et XPS. Nous avons ainsi proposé un scénario d'endommagement par rayage des couches minces.

Abstract :

In order to understand scratch mechanisms of low adhesion multilayer coatings on glass and due to the importance of interface properties, we focus on adhesion and friction as key parameters. In this study, several model multilayer coatings with different adhesions and different friction coefficients have been developed and tested. The morphology of scratches observed in industrial context has been reproduced in laboratory conditions by using a scratch test performed on a sphere/plane tribometer. A systematic characterization of the scratches was done by using the following techniques: optical microscopy, SEM, profilometer, AFM and XPS. We also proposed a scenario to describe the scratch damage mechanisms.

Mots-clefs :

rayabilité ; adhésion ; frottement

1 Introduction

Pour modifier les propriétés de surface du verre plat (optiques, thermiques, électrochimiques...), le dépôt d'empilement de couches minces par pulvérisation cathodique magnétron est une technique de plus en plus répandue. La surface du verre revêtu devient plus sensible aux endommagements par contact (rayures) lors du procédé de fabrication ou lors de la mise en service, ce qui peut provoquer une dégradation des propriétés du produit final. L'apparition de ces rayures est liée à la sollicitation engendrée par le contact (frottement) [Blees *et al.* (2000)] et influencée par les propriétés mécaniques de l'empilement (module [Kouitat Njiwa *et al.* (1998)], dureté [Bull *et al.* (1997)], adhésion [Li *et al.* (2004)]...). Cependant, une analyse quantitative des endommagements est très délicate du fait de la complexité et de la très faible épaisseur de ces empilements (quelques dizaines de nanomètres).

L'objectif de cette étude est donc l'analyse et la compréhension des mécanismes d'endommagement lors d'une sollicitation de rayage sur un empilement de couches minces caractérisé

par la présence d'une interface faible (faible adhésion). Dans cette étude, nous avons tenté de reproduire au laboratoire la morphologie de rayures observées industriellement grâce à des essais de rayage réalisés avec un tribomètre sphère/plan sur des empilements modèles. Ces rayures industrielles sont caractérisées par un fond plat, des bords droits et une absence d'endommagement dans le substrat. En raison de l'importance des propriétés de surface et d'interface de ces empilements, nous nous sommes concentrés sur l'étude de l'influence de deux paramètres principaux sur la morphologie des rayures : l'adhésion et le frottement.

2 Procédure expérimentale

En faisant varier la nature des couches et leur séquence dans l'empilement, il est possible de modifier l'adhésion des empilements [Barthel *et al.* (2005)] ainsi que le coefficient de frottement superficiel. En s'inspirant des empilements utilisés dans l'industrie verrière, nous avons conçu plusieurs empilements modèles qui ont deux niveaux d'adhésion $1,5 J/m^2$ et $2 J/m^2$. Ces valeurs d'adhésion ont été mesurées par un essai de clivage [Barthel *et al.* (2005)] et les interfaces de clivage (i.e. les interfaces de plus faible adhésion) ont ainsi été identifiées par une analyse XPS post mortem des deux faciès après rupture totale des échantillons. Pour faire varier les coefficients de frottement superficiel, certains échantillons ont été revêtus d'une surcouche anti-frottement (overcoat (OC)) de quelques nanomètres d'épaisseur. Les valeurs du coefficient de frottement ont été mesurées directement sur le tribomètre sphère/plan (cf. ci-dessous) : $\mu = 0,12$ avec OC et $\mu = 1$ sans OC.

Les essais de rayage ont été effectués sur un tribomètre commercial Plint multi-axes TE79 à géométrie de contact sphère sur plan. La gamme de forces normale accessible s'étend de $2N$ à $20N$ et la vitesse de déplacement peut varier de $0,01 mm/s$ à $10 mm/s$. Dans nos essais, le choix du frotteur s'est porté sur une bille en acier de $10 mm$ de diamètre. Les rayures ont été réalisées à $0,5 mm/s$ avec des charges constantes de $2N$, $4N$, $6N$, $8N$ et $16N$, ce qui induit une pression de contact maximale variant de $300 MPa$ à $800 MPa$. Afin d'éliminer l'effet d'accélération et de décélération dû à l'inertie du moteur en début et en fin de rayure, nous avons choisi une longueur de rayure de $10 mm$, ce qui permet d'avoir des conditions de rayage constantes sur environ $9 mm$ (zone centrale).

3 Résultats et discussions

3.1 Influence du coefficient de frottement superficiel

Lors des essais de rayage, pour toutes les pressions de contact utilisées dans cette étude, les dépôts avec surcouche n'ont subi aucun endommagement. Par contre, tous les dépôts sans surcouche sont rayés même avec la charge la plus faible. Cela montre que les empilements ont une meilleure résistance à la rayure en présence de cette surcouche. En d'autres termes, la résistance à la rayure augmente lorsque μ diminue. De plus, il existe une transition entre un état non endommagé et un état rayé pour un coefficient de frottement critique compris entre $0,12$ et 1 . Pour la suite de cette étude, nous allons tenter de déterminer cette valeur critique avec plus de précision en modifiant la nature de la surcouche de manière à obtenir des valeurs intermédiaires du coefficient de frottement superficiel.

3.2 Morphologie des rayures

Les morphologies des rayures ont été observées au microscope optique et au MEB. Les rayures sont continues avec des bords quasiment droits et un fond plat (cf. Fig. 1a). De plus,

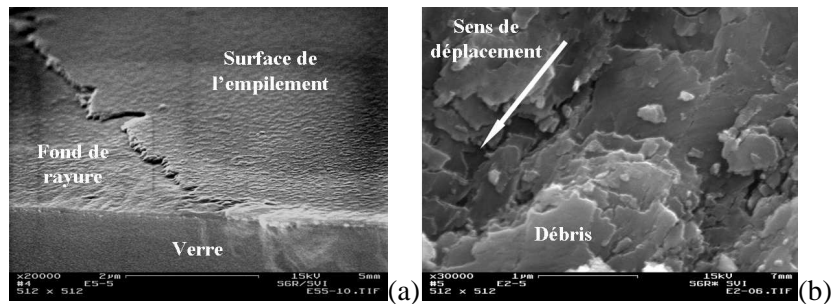


FIG. 1 – Observation au MEB : (a) section d'une rayure réalisée sur un empilement modèle et (b) morphologie des débris accumulés à la fin d'une rayure.

aucun endommagement dans le substrat n'a pu être observé. Les conditions expérimentales que nous avons utilisées permettent donc bien de reproduire les rayures industrielles. Il devient alors possible d'analyser d'une manière plus quantitative l'origine de ces rayures et donc de comprendre les mécanismes d'endommagement mis en jeu.

La figure 1b montre la morphologie des débris accumulés en avant du frotteur à la fin d'une rayure. Ces débris sont constitués d'un empilement des petits fragments de couches d'épaisseur constante (quelques dizaines de nanomètres) dont la surface est plane, non endommagée et voisine de quelques microns carrés. Cela montre que la rayure est liée à la fois à la délaminage et à la fragmentation des couches ; aucune usure de l'empilement n'entre en jeu. Ceci confirme la validité de notre hypothèse concernant l'importance des propriétés des interfaces pour expliquer les mécanismes d'endommagement par rayage des empilements de multicouches très minces.

3.3 Largeur des rayures

Les rayures sont localisées au milieu de la zone de contact où la pression est la plus élevée (cf. Fig. 2a). Dans l'hypothèse d'un seuil critique de pression normale au bord de la rayure, la largeur de rayure déduite de la théorie de Hertz (L_r _calcul) tend vers la largeur de contact (L_c _Hertz) quand la charge croît (cf. Fig. 2b). Nos résultats expérimentaux (L_r _mesure) ne sont pas du tout en accord avec cette hypothèse, ce qui signifie que l'origine de la largeur des rayures n'est pas uniquement liée à la pression de contact. D'autres facteurs comme l'effort de cisaillement ou l'effet de l'accumulation de débris en avant du frotteur sont probablement à prendre en compte.

3.4 Profondeur des rayures

La profondeur des rayures a été mesurée par profilomètre mécanique (cf. Fig. 3a) et au microscope à force atomique (AFM). Les résultats de ces deux mesures sont identiques. De plus, le profil des rayures obtenu par ces deux techniques confirme que le fond est bien plat, ce qui montre qu'elles résultent du délaminage d'une interface faible dans l'empilement. Plusieurs rayures ont été réalisées sur un même échantillon avec plusieurs charges différentes. La profondeur de ces rayures reste constante quelle que soit la pression appliquée (cf. Fig. 3b).

La figure 4 montre schématiquement les interfaces de rupture pour les essais de rayage et pour les essais de clivage. La ligne rouge représente l'interface de rupture après clivage. La ligne bleue représente le fond des rayures. Le fond des rayures est toujours sur l'interface au-dessous de la couche d'argent. Elle ne correspond pas toujours à l'interface la plus faible identifiée par

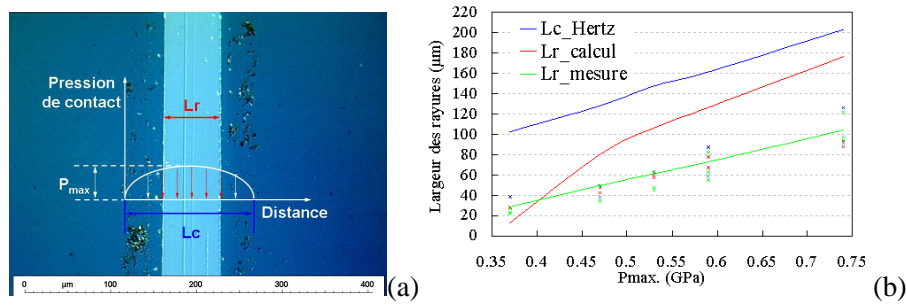


FIG. 2 – (a) Allure de la distribution de pression de contact calculées par la théorie de Hertz pour une charge de $8N$ et (b) Evolution de la largeur de rayure mesurée expérimentalement (courbe verte) et de la largeur de contact théorique (courbe bleue) en fonction de la pression appliquée. Un calcul de la largeur de rayure à partir de la théorie de Hertz en assurant un seuil critique de pression en bord de rayure (courbe rouge) ne permet pas de rendre compte de nos données expérimentales.

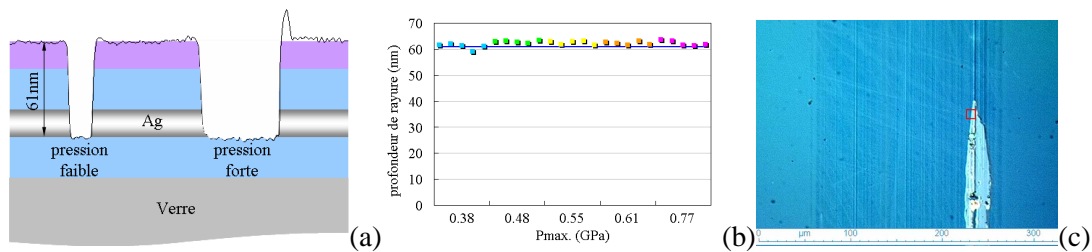


FIG. 3 – (a) Profils de rayures obtenus avec un profilomètre DEKTAK et (b) Profondeur de rayure en fonction de la pression appliquée et (c) Vue au microscope optique de l'initiation d'une rayure.

le test de clivage. Deux hypothèses peuvent être faites pour expliquer ce phénomène : soit le délaminage induit par la rayure n'est pas en pur mode I comme c'est le cas pour le clivage, ainsi la mixité de mode (mode I et mode II) entraînerait une déviation de la fissuration interfaciale sous l'argent ; soit la sollicitation tangentielle sous le contact est suffisante pour rompre simultanément les deux interfaces de faible adhésion autour de la couche d'argent.

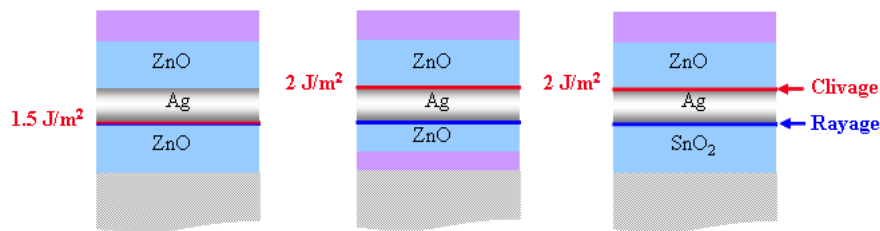


FIG. 4 – Position des interfaces de rupture lors des essais de rayage et de clivage : le fond des rayures est symbolisé par la ligne bleue et l'interface de clivage par la rouge.

Les mesures de profondeur par AFM en début de rayure (cf. carré rouge sur la figure 3c) montrent que la profondeur correspond immédiatement à l'interface au-dessous de la couche d'argent . Ceci confirme qu'il n'y pas d'usure des couches et que la rayure résulte d'un endommagement fragile par délaminage et fragmentation de la couche.

4 Conclusion

Dans cette étude, nous avons été en mesure de reproduire au sein du laboratoire les rayures observées industriellement sur des empilements de multicouches ayant une interface faible. Nous avons ainsi pu identifier les différents mécanismes d'endommagement à l'origine de ces rayures (délaminage et fragmentation fragile de la couche) et commencer à appréhender l'influence de paramètres tels que l'adhésion au sein de la couche et le coefficient de frottement superficiel. L'influence de ces paramètres sur les mécanismes d'endommagement est représentée schématiquement sur la figure ci-dessous (cf. Fig. 5). Ce schéma fait apparaître deux transitions importantes qu'il va nous falloir mieux comprendre et mieux évaluer dans la suite de ce travail. La première est liée à l'existence d'un coefficient de frottement critique et traduit le passage d'un état non endommagé à un état rayé. La seconde est liée à l'adhésion au sein de l'empilement et traduit le passage entre un état rayé et un état fissuré (fissuration de Hertz) sans délaminage de la couche.

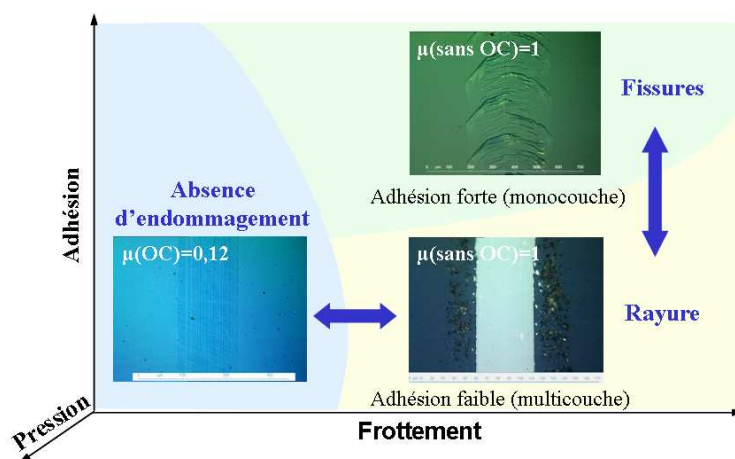


FIG. 5 – Evolution schématique des mécanismes d'endommagement en fonction de l'adhésion et du coefficient de frottement superficiel.

Références

- Barthel, E., Kerjan, O., Nael, P., Nadaud, N. 2005 Asymmetric silver to oxide adhesion in multilayers deposited on glass by sputtering. *Thin Solid Films* **473** 272-277
- Blees, M.H., Winkelman, G.B., Balkenende, A.R., den Toonder, J.M.J. 2000 The effect of friction on scratch adhesion testing : application to a sol-gel coating on polypropylene *Thin Solid Films* **359** 1-13
- Bull, S.J. 1997 Failure mode maps in the thin film scratch adhesion test. *Tribology International* pp. 491-498
- Kouitat Njiwa, R., Consiglio, R., von Stebut, J. 1998 Boundary element modelling of coated materials in static and sliding ball-flat elastic contact **102** 148-153
- Li, X., Curry, M., Wei, G., Zhang, J., Barnard, J.A., Street, S.C., Weaver, M.L. 2004 Nanotribological studies of dendrimer-mediated metallic thin films. *Surface and Coatings Technology* **177-178** 504-511