



HAL
open science

Etude des phénomènes de grippage dans le cas d'un contact acier-acier phosphaté et graissé : application au domaine OCTG

Pauline Faura

► **To cite this version:**

Pauline Faura. Etude des phénomènes de grippage dans le cas d'un contact acier-acier phosphaté et graissé : application au domaine OCTG. Sciences de l'ingénieur [physics]. Ecole Centrale de Lyon, 2024. Français. NNT : 2024ECDL0005 . tel-04931877

HAL Id: tel-04931877

<https://hal.science/tel-04931877v1>

Submitted on 10 Feb 2025

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.



N° d'ordre NNT : 2024ECDL0005

THESE de DOCTORAT DE L'ÉCOLE CENTRALE DE LYON membre de l'Université de Lyon

**Ecole Doctorale N° ED 034
Ecole Doctorale des Matériaux de Lyon**

Spécialité de doctorat : Matériaux

Soutenue publiquement le 01/02/2024 par :

Pauline FAURA

Etude des phénomènes de grippage dans le cas d'un contact acier-acier phosphaté et graissé : application au domaine OCTG

Devant le jury composé de :

VILLE, Fabrice, professeur des Universités, INSA Lyon
MONTMITONNET, Pierre, directeur de recherche CNRS, Mines Paris
DELBE, Karl, maître de conférences, ENI Tarbes
BOUVIER, Salima, professeure des Universités, UT Compiègne
FOUVRY, Siegfried, directeur de recherche CNRS, Ecole Centrale de Lyon
MINFRAY, Clotilde, professeure des Universités, Ecole Centrale de Lyon
BENITEZ, Alberto, docteur-ingénieur, Vallourec Aulnoye Aymeries
MENCAGLIA, Xavier, ingénieur, Vallourec Aulnoye Aymeries

Président
Rapporteur
Rapporteur
Examinatrice
Directeur de thèse
Co-directrice de thèse
Invité
Invité

Thèse préparée au Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes à Ecully

Résumé

Dans le domaine OCTG (Oil Country Tubular Goods), les colonnes servant à extraire le pétrole ou le gaz dans les puits sont constituées de tubes vissés les uns aux autres. La partie vissée, appelée la connexion est conçue de manière à supporter les contraintes mécaniques et garantir l'étanchéité de la colonne. Pour ce faire, la connexion comprend notamment une zone de contact sous haute pression appelée la portée. Des traitements de surface et graisses de vissage sont appliqués sur les surfaces pour les préserver. Néanmoins, dans certains cas, les conditions de glissement et de chargement à la portée occasionnent de l'usure et du grippage. Le grippage est une forme d'usure sévère qui modifie macroscopiquement la rugosité des surfaces. En connexion, son apparition peut entraîner des fuites. Ce travail de thèse porte sur la mise au point d'une démarche expérimentale permettant d'analyser le scénario d'endommagement d'une interface dans des conditions représentatives de celles subies par la portée des connexions. Également, le comportement d'une interface acier carbone contre acier carbone avec traitement de phosphate de manganèse et une graisse de vissage est étudié. Le test se base sur le principe de la norme ASTM G196, deux échantillons cylindriques sont mis en contact section contre section. La procédure de test consiste à appliquer une charge normale et une rotation alternée sur l'un des échantillons. Lors de ces travaux de thèse, un critère de grippage simple et robuste a été mis au point pour détecter l'apparition du grippage dans l'interface. Ce critère se base sur le suivi quantitatif des fluctuations de la force de frottement, l'amplitude de ces fluctuations devenant plus grande avec l'apparition du grippage. Le scénario d'endommagement de l'interface phosphate de manganèse – graisse a été étudié grâce au test de grippage dans le cas de deux graisses de vissage. La première est une graisse contenant, entre autres, des particules de plomb, la seconde est sans métaux lourds. Le scénario d'endommagement varie considérablement selon la graisse employée. Dans le cas de la graisse sans plomb, on observe la formation de tribofilms à partir des débris de phosphate de manganèse et des additifs solides de la graisse. Après une phase de rodage assez longue, l'interface connaît un équilibre entre destruction et reformation des tribofilms jusqu'à épuisement de la couche de phosphate de manganèse. Dans le cas de la graisse au plomb, les tribofilms sont épais et se forment également à partir de débris de phosphate de manganèse et des additifs solides de la graisse. Leur formation est rapide et la tenue de ces couches protectrices ne dépend ensuite pas de la présence de la couche de phosphate de manganèse. L'impact de l'application périodique de graisse fraîche sur les surfaces a été étudié pour chaque graisse. Le protocole de regraissage a été calqué sur celui appliqué en connexion entre chaque dévissage et vissage. Dans le cas de la graisse au plomb, aucun impact n'a été observé. Dans le cas de la graisse sans plomb, l'application de graisse fraîche interfère dans la reformation des tribofilms en chassant du contact les particules d'usure et de graisse mélangée mécaniquement. Cela conduit à une consommation plus rapide de la couche de phosphate de manganèse et donc une durée de vie moins grande. Une analyse paramétrique sur la configuration avec la graisse sans plomb a permis la formalisation de la durée de vie en fonction du produit de la pression de contact et de la vitesse de glissement pv . L'analyse paramétrique pourrait être approfondie, notamment par l'étude de la fréquence des regraissages, et élargie à la graisse au plomb et d'autres configurations de traitement de surface et/ou graisse.

Abstract

In the OCTG (Oil Country Tubular Goods) sector, the tubular goods used to extract oil or gas from wells are made up of tubes screwed together. The screwed part, known as the connection, is designed to withstand mechanical stresses and guarantee the column's tightness. To this end, the connection includes a high-pressure contact zone called the seal. Surface treatments and thread compounds are applied to the surfaces to preserve them. However, in some cases, sliding and loading conditions at the seal can lead to wear and galling. Galling is a severe form of wear that macroscopically modifies surface roughness. In connexions, it can lead to leakage. The aim of this thesis is to develop an experimental approach for analyzing the damage scenario of an interface under conditions representative of those experienced by the seal of connexions. It also investigates the behavior of a carbon steel/carbon steel interface treated with manganese phosphate and a grease by using the galling test. Based on the principle of ASTM G196 test, two cylindrical samples are brought into contact with ends mated. The test procedure consists in applying a normal load and alternating rotation to one of the samples. During this thesis work, a simple and robust galling criterion was developed to detect the onset of galling in the interface. This criterion is based on the quantitative monitoring of friction force fluctuations, the amplitude of which increases with the onset of galling. The damage scenario for the manganese phosphate - grease interface was investigated using the galling test for two different greases. The former is a grease containing, among other things, lead particles, while the latter is free of heavy metals. The damage scenarii vary considerably depending on the grease used. In the case of lead-free grease, tribofilms are formed from manganese phosphate debris and solid grease additives. After a long running-in phase, the interface undergoes an equilibrium between tribofilm destruction and regeneration, until the manganese phosphate layer is fully consumed. In the case of lead grease, tribofilms are thick and are formed from manganese phosphate debris and solid grease additives as well. They form rapidly, and the durability of these protective layers is not dependent on the presence of the manganese phosphate layer. The impact of periodic application of fresh grease on the surfaces was studied for each grease. The regreasing protocol was modelled on that applied in connection between each break-out and make-up. In the case of lead grease, no impact was observed. In the case of lead-free grease, the application of fresh grease interferes with tribofilm reformation by driving wear particles and interfacial material out of contact. This leads to faster consumption of the manganese phosphate layer, and consequently shorter lifetime. A parametric analysis of the lead-free grease configuration has enabled us to formalize lifetime as a function of the product of contact pressure and sliding velocity $p v$. The parametric analysis could be extended to lead grease and other surface treatment and/or grease configurations, in particular by studying relubrication frequency.

Remerciements

Il faut tout un village pour écrire une thèse, je tiens à remercier tout-es ses habitant-es.

Je remercie les membres de mon jury d'avoir accepté d'évaluer mon travail.

Je remercie mes rapporteurs, Pierre Montmitonnet et Karl Delbé, d'avoir pris le temps de lire ce manuscrit, merci pour vos retours et les discussions que vous avez apportées lors de la soutenance. Je remercie Salima Bouvier et Fabrice Ville d'être venu-es compléter ce jury le jour de la soutenance. Merci pour les éclairages nouveaux que vous avez apportés sur mon travail.

Je remercie Siegfried Fouvry d'avoir dirigé ces travaux de recherche. Je remercie Clotilde Minfray d'avoir accepté de co-diriger ma thèse. Merci beaucoup pour ton soutien, ta disponibilité et ta rigueur. Grâce à toi, j'ai beaucoup appris sur la physico-chimie des interfaces et, surtout, j'ai pu grandement améliorer ma méthodologie de recherche !

Je remercie Vallourec d'avoir lancé ce projet et de m'avoir fait confiance pour le mener à bien.

Je remercie Alberto Benitez, mon encadrant Vallourec, d'avoir suivi le déroulé de cette thèse d'un bout à l'autre. Merci pour ton soutien, toutes nos discussions, ton aide sur la gestion pratico-pratique de la thèse depuis le grand Nord ! Je remercie Pauline Ronfard, mon encadrante Vallourec sur les deux premières années de cette thèse. Merci d'avoir réussi mon intégration en plein COVID, un vrai exploit. Merci pour ta réactivité à toute épreuve et merci pour ton soutien (jusqu'au bout !).

Je remercie également Nabil Marouf, Xavier Mencaglia, Alexandre François-Heude, Arnaud Verleene, Olivier Cazier et Alexandre Antoine d'avoir également suivi cette thèse de plus ou moins près. Merci pour vos retours toujours pertinents, merci d'avoir apporté votre expertise industrielle, merci pour vos encouragements également. Je remercie aussi toutes les collègues de la R&D Vallourec d'Aulnoye-Aymeries de m'avoir offert un accueil si chaleureux et d'avoir toujours pris le temps de m'aider lorsque j'en avais besoin. Je remercie particulièrement Françoise, Cyril et David qui ont fait en sorte que mes échantillons existent.

Je remercie ceux qui m'ont apporté une aide technique et des résultats à cette thèse.

Je remercie Olivier Graton pour son aide immense au début de la thèse sur le banc d'essai, la machine et l'instrumentation. Je remercie Jules Galipaud de m'avoir formée et aidée lors des manip XPS (avec mes trop gros échantillons...), merci aussi pour ton aide plus tard dans le dépouillement de toutes ces données. Je remercie Béatrice Vacher qui a fait les analyses TEM, merci pour ces si belles images, j'ai beaucoup aimé nos petites excursions à la Doua.

Je remercie Ghali Bouayad et Elijah Wane que j'ai encadrés lors de leur stage ingénieur. Merci à tous les deux pour votre implication, votre rigueur et toutes ces petites pierres que vous avez apportées à la thèse. Pour répondre à la question que vous m'avez tous les deux posée : oui, j'ai utilisé vos résultats pour ma thèse !

Je remercie celles et ceux que j'ai côtoyé-es au labo durant ces années.

Je remercie la fretting team, déjà, pour commencer, évidemment. Merci pour tous ces échanges, merci pour votre immense soutien (tmtc), merci pour les apéros, le volley,

l'escalade et tous ces trucs fun et cool. Merci Julien, Jean et Benjamin pour votre aide « d'anciens ». Merci Soha, la queen de l'usure, tu m'as appris énormément, je suis toujours impressionnée par ta rigueur et la qualité de ton travail. Et WOM c'était vachement plus mieux en ta compagnie ! Merci Timothée et Laura pour votre bonne humeur. Last but not least, la team de dehors et le bureau des gagnantes, Sébastien, Hugo, Mélody et Fadlallah. Vreuuument des supers moments avec vous les ami-es <3

A tout ce petit monde s'ajoutent les ancien·nes du D4 (également des challengers de la team de dehors), merci Yann, Quentin, Alexandre, Mathilde C. (Mathilde D. et Clémence au début aussi) pour ces bons moments, le fun fut maximal ! Le comité des fêtes existe puisqu'il est dans nos cœurs. Et tou·tes ceux de TMM que nous avons rejoint·es plus tard, merci pour la bonne ambiance, les ragots du midi et votre aide régulière sur l'XPS ou dans la salle chimie.

Je remercie ceux qui ne font pas partie du microcosme de la thèse ou de la recherche mais qui sont bien là.

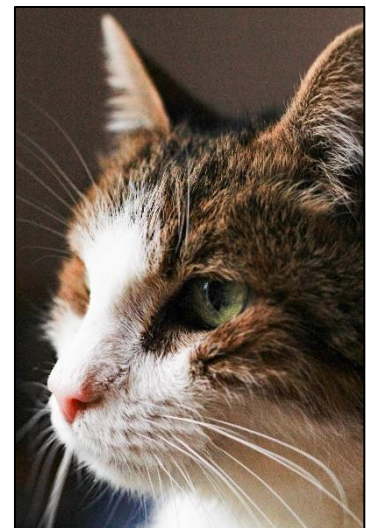
Je remercie mes ami-es de la XVI (ma promo à l'UTBM). Merci pour tous ces moments, pour ces week-ends ici et là, ces randos et ces bons repas. Merci de m'avoir sorti la tête de la thèse, merci aussi pour votre curiosité sur mon travail qui m'a beaucoup touchée et votre soutien <3

Je remercie les Gens Bons lyonnais (et étendus), j'ai (ré-)appris à vous connaître sur le tard et je ne suis pas déçue du voyage. Merci pour ces aprèm jeux et ces bonnes bouffes, ça m'a apporté beaucoup de réconfort pendant la rédaction <3

Je remercie l'unique, le mémorable, le sensationnel, le superbe, l'incroyable, le merveilleux Davion. Merci pour ta présence et ton soutien gargantuesque, merci très fort <3 (oui tu es objectivement drôle.)

Je remercie ma famille, papa maman mymy benjy papy mamie et mamie (à lire très vite) et tou·tes les autres. Merci pour votre soutien depuis toujours, merci de m'avoir donné la confiance nécessaire, merci de vous intéresser toujours de près à ce que je peux bien fabriquer dans ma vie, merci pour le chocolat, les bretzels et les moricettes. S'il fait si bon sur la terrasse, c'est certainement parce que vous y êtes.

Je remercie mon amour de chat, Farès. Merci pour ta présence (si peu discrète), merci pour l'immense réconfort que tu m'apportes chaque jour. Ton fluff et ta petite bouille sont mes motivations dans les journées difficiles. Longue vie à toi. Je pense aussi à mon petit Cloclo, des bisous là où tu es <3



Non mais vraiment,
il est pas beau mon chat ?

Table des matières générale

RESUME.....	3
ABSTRACT	4
NOMENCLATURE	9
INTRODUCTION GENERALE	13
CHAPITRE 1 : ETAT DE L'ART.....	15
1. Généralités.....	17
1.1. Surface	17
1.2. Frottement.....	19
1.3. Usure	20
1.4. Lubrification	22
2. Grippage.....	24
2.1. Définition et mécanismes	24
2.2. Normes	27
2.3. Critères de grippage.....	28
3. La problématique « grippage » dans le domaine OCTG	33
3.1. La connexion	33
3.2. Méthodes d'étude existantes.....	38
3.3. Résultats majeurs	40
4. Conclusions et positionnement de la thèse	45
CHAPITRE 2 : MATERIAUX ET TECHNIQUES D'ANALYSE DE SURFACE	47
1. Analyses des surfaces	48
1.1. Préparation des échantillons.....	48
1.2. Morphologie des surfaces.....	49
1.3. Composition et structure des surfaces	50
2. Matériaux étudiés	52
2.1. Acier.....	52
2.2. Traitement de phosphate de manganèse	53
2.3. Graisses.....	56
3. Conclusion.....	58
CHAPITRE 3 : SIMULATION EXPERIMENTALE DU CONTACT A LA PORTEE DANS LES CONNEXIONS OCTG	59
1. Etude du contact réel	60
1.1. Géométrie des portées	60
1.2. Chargement et cinématique.....	60
1.3. Pression de contact et usure	62

2. Bancs expérimentaux	63
2.1. Principe du test (TGT/RGT).....	63
2.2. Comparaison entre le contact plan/plan et tor/plan.....	67
2.3. Critères de grippage.....	70
2.4. Durée de vie des essais tor/plan et plan/plan.....	77
3. Conclusion.....	78
CHAPITRE 4 : DEVELOPPEMENT DES SCENARII D'ENDOMMAGEMENT DANS LES CAS API ET YEL.....	80
1. Essais préliminaires	81
2. Résultats des analyses dans le cas YEL.....	84
2.1. Usure	84
2.2. Physico-chimie de l'interface YEL	85
3. Résultats des analyses dans le cas API.....	93
3.1. Usure	93
3.2. Physico-chimie de l'interface API	94
4. Scénarii de grippage et comparaison des contacts API et YEL.....	103
5. Conclusion.....	106
CHAPITRE 5 : DUREE DE VIE DE L'INTERFACE GRAISSEE EN FONCTION DES CONDITIONS DE CHARGEMENT	108
1. Influence des conditions expérimentales dans le cas de la graisse YEL	109
1.1. Pression de contact	109
1.2. Vitesse de glissement	115
1.3. Amplitude de glissement	121
1.4. Développement d'une approche « <i>p_v</i> ».....	125
2. Simulation expérimentale des processus de vissage et dévissage : analyse de l'influence des séquences de regraissage de l'interface	129
2.1. Cas de la graisse YEL	129
2.2. Cas de la graisse API.....	138
2.3. Synthèse.....	140
3. Conclusion.....	141
CONCLUSION GENERALE.....	142
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	146

Nomenclature

Lettres latines

a : demi-largeur de contact hertzien (mm)

A : aire de contact apparente d'une surface (mm²)

A_r : aire de contact réelle d'une surface (mm²)

C : couple (N·m)

C_{th} : capacité thermique spécifique (J·K⁻¹·kg⁻¹)

$d_{glissement}, d_g$: distance de glissement (mm)

$d_{glissement/cycle}$: distance de glissement par cycle (mm)

$d_{g,p0}$: durée de vie pour $p = 0$ MPa (mm)

$d_{g,th}$: distance de glissement seuil (mm)

d_{reg} : distance entre chaque regraissage (mm)

$d_{\mu=xx}$: distance de glissement avant d'atteindre le coefficient de frottement $\mu = xx$ (mm)

$d_{\varphi,G}$: critère de grippage sur l'instabilité du coefficient de frottement φ (mm)

$d_{g,\infty}$: distance de glissement seuil quand $p\nu$ tend vers l'infini

E : module d'Young (GPa)

F_N : force normale (kN)

F_{NL} : force normale linéique (kN·m⁻¹)

F_T : force tangentielle, force de frottement (kN)

$F_{T,max}$: force tangentielle maximale (kN)

$F_{T,S}$: force de frottement statique (kN)

G_{50} : charge d'apparition du grippage sur 50% des échantillons (N)

h : épaisseur du film fluide

H : dureté du matériau

k : coefficient

k_I : coefficient dans l'expression liant durée de vie au produit $p\nu$

k_{II} : coefficient dans l'expression liant durée de vie au produit $p\nu$

k_p : coefficient dans l'expression liant durée de vie à p

k_v : coefficient dans l'expression liant durée de vie à v

K_I : coefficient d'usure dans la phase I (mm²)

K_{II} : coefficient d'usure dans la phase II (mm^2)
 l : longueur de profil d'une surface (mm)
 n : exposant d'écrouissage
 n_I : exposant dans l'expression liant durée de vie au produit ρv
 n_v : exposant dans l'expression liant durée de vie à v
 N : nombre de cycles
 N_{Hersey} : nombre d'Hersey
 p, p_{moy} : pression de contact moyenne (MPa)
 p_{max} : pression de contact maximale (MPa)
 r_c : rayon de courbure d'une surface (mm)
 R : rayon moyen de la surface de contact (mm)
 R_a : rugosité arithmétique d'une surface (μm)
 R_e : limite élastique (MPa)
 R_q : rugosité quadratique d'une surface (μm)
 R_a : hauteur totale du profil d'une surface (μm)
 S_i : surface de contact à la portée (mm^2)
 t : temps (s)
 T : température (K)
 v : vitesse de glissement (mm/s)
 V_{th} : volume d'usure seuil (mm^3)
 V, V_{usure} : volume d'usure (mm^3)
 Z : différence entre le profil d'une surface et sa valeur moyenne (μm)

Lettres grecques

α : constante
 β : terme regroupant certaines caractéristiques initiales des surfaces
 γ_c : contrainte critique (MPa)
 $\dot{\gamma}$: vitesse de déformation ($\text{MPa}\cdot\text{s}^{-1}$)
 δ : débattement linéaire ($\pm \text{mm}$)
 η : viscosité dynamique ($\text{Pa}\cdot\text{s}$)
 θ : débattement angulaire ($\pm \text{rad}$)

λ : ratio entre épaisseur et rugosité composite des surfaces
 λ_{vert} : longueur d'onde de la lumière verte (nm)
 μ : coefficient de frottement
 μ_g : coefficient de frottement au moment du grippage
 μ_L : coefficient de frottement avant grippage
 μ_S : coefficient de frottement statique
 ν : coefficient de Poisson
 σ_1, σ_2 : paramètre de rugosité des corps 1 et 2
 ρ : densité
 τ : contrainte de cisaillement
 φ : instabilité du coefficient de frottement
 φ_{moy} : instabilité du coefficient de frottement moyenne en début d'essai
 ω : vitesse de rotation ($\text{rad}\cdot\text{s}^{-1}$)

Abréviations

API : graisse API modified
BOX : partie femelle de la connexion
COF : coefficient de frottement
DRX : Diffraction des Rayons X
EHL : Lubrification Elasto-Hydrodynamique
FEA : Analyse par Eléments Finis
FFT : transformée de Fourier rapide
FIB : faisceau d'ion focalisé
M&B : Make-up and Break-out (vissage et dévissage)
MEB : Microscope Electronique à Balayage
MET : Microscope Electronique en Transmission
Mn-P : couche de phosphate de manganèse
NET : Nettoyage des surfaces
NLGI : National Lubricating Grease Institute
OCTG : Oil Country Tubular Goods
OUV : ouverture du contact

PIN : partie mâle de la connexion

REG : Regraissage

RGT : banc de test Reduced Galling Tester

STD : test standard

TDS : Traitement De Surface

T&C : Threaded and Coupled

TGT : banc de test Tubular Galling Tester

Tor : échantillon torique

TTS : Tribologically Transformed Structure

XPS : spectroscopie de photoélectrons

YEL : graisse « jaune »

Zn-P : couche de phosphate zinc

Introduction générale

L'extraction du pétrole et du gaz nécessite la construction de puits profonds, jusque plusieurs milliers de mètres sous la surface de la Terre. Pendant le forage, les puits sont consolidés grâce, entre autres, à des tubes en acier. Une colonne de tubes de plus petit diamètre, à l'intérieur de laquelle le fluide extrait passera dans la phase d'exploitation est ensuite insérée à l'intérieur des premiers tubes de consolidation. L'ensemble de ces tubes, appelés tubes OCTG (Oil Country Tubular Goods), sont assemblés grâce à des connexions : une partie femelle est vissée dans une partie mâle (Figure 1).

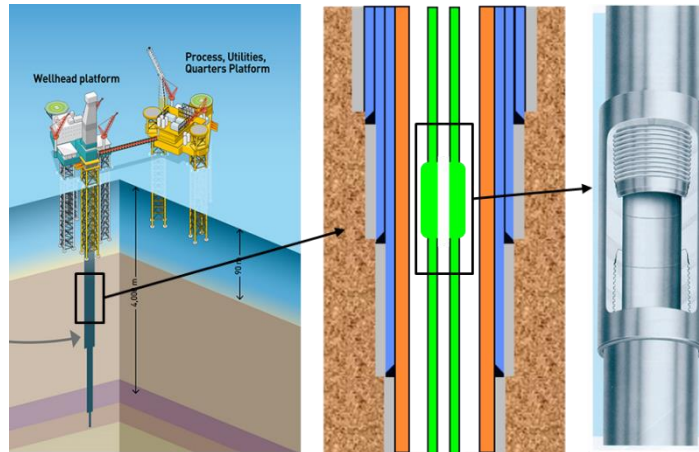


Figure 1 Schéma d'un puit de pétrole et localisation des connexions OCTG [1]

Les tubes sont donc vissés les uns aux autres depuis la plateforme pétrolière en surface : un premier tube descend dans le puit, puis un autre tube est vissé à son extrémité et descendu également, et ainsi de suite jusqu'à la construction de toute la colonne. Il y a plusieurs enjeux autour de l'assemblage des tubes. En effet, la connexion est une zone particulière de la colonne : elle doit avoir des propriétés mécaniques similaires au tube en acier et assurer l'étanchéité de la colonne. Une non-conformité au moment du vissage des tubes peut mettre en danger l'intégrité de la colonne et engendrer des fuites ou la rupture de la colonne dans le pire des cas. Ceci entraîne des coûts et des retards pouvant être très pénalisant au vu du coût et de la difficulté d'exploitation de certains sites d'extraction.

Pour garantir leur étanchéité, le design des connexions prévoit une zone de contact qui subit de hautes pressions. Cette zone - la portée - est vulnérable au moment des vissages et des dévissages de la connexion lorsque les deux surfaces en contact glissent l'une contre l'autre. Des traitements de surface combinés ou non à une graisse de vissage sont appliqués sur les connexions pour préserver les surfaces et garantir le bon fonctionnement de la connexion. Néanmoins, dans certains cas, une forte usure voire du grippage peuvent apparaître, rendant la connexion inutilisable.

Cette thèse propose d'étudier l'apparition du grippage dans ce contexte. Le grippage est une forme d'usure induisant des changements macroscopiques de rugosité des surfaces dans les contacts glissant pouvant aboutir au blocage complet du système. Le premier objectif de ces travaux est de mettre au point une méthode expérimentale permettant d'étudier le scénario d'endommagement dans des conditions représentatives de l'application industrielle. La méthode doit comprendre un moyen de détection de l'apparition du grippage pour évaluer la résistance face au grippage des interfaces. Le second objectif est de comprendre le scénario

d'endommagement d'une interface acier phosphaté contre acier avec une graisse, configuration couramment utilisée dans le domaine OCTG. Aussi, le comportement de cette interface sous différentes conditions de glissement doit être étudié pour prédire ses performances en conditions réelles.

Le chapitre 1 propose une étude bibliographique du phénomène de grippage et du comportement tribologique de l'interface étudiée. Les objectifs de la thèse et le déroulé du manuscrit seront ensuite présentés plus en détail en faisant en sorte de positionner ces travaux par rapport à la littérature.

Les chapitres 2 et 3 présentent ensuite les matériaux étudiés et développent les moyens expérimentaux mis en place pour l'étude du grippage en connexion.

Enfin, les chapitres 4 et 5 présentent et discutent les résultats des campagnes d'essai menées sur l'interface étudiée.

Chapitre 1 : Etat de l'art

La thèse a pour premier objectif de mettre au point une démarche expérimentale permettant d'étudier les phénomènes de grippage ayant lieu à la portée. Les portées sont soumises à une problématique de frottement et d'usure. Ainsi, la première partie présente les notions de tribologie utiles pour appréhender le sujet. La deuxième partie est consacrée au grippage, avec une définition approfondie et une étude des modèles et critères existants. La dernière partie présente les connexions OCTG pour comprendre les sollicitations subies par la portée. Le deuxième objectif de cette thèse est d'étudier le comportement d'une interface incluant un traitement de phosphate de manganèse et une graisse en conditions réelles. La dernière partie présente alors également les différentes études existantes sur le comportement tribologique incluant le grippage en présence de phosphatation. Enfin, les objectifs de la thèse sont précisés et l'organisation de la suite de ce manuscrit est présentée.

1. GENERALITES	17
1.1. Surface	17
1.1.1. Géométrie de surfaces.....	17
1.1.2. Traitement de surface.....	18
1.1.3. Surface de contact.....	19
1.2. Frottement.....	19
1.3. Usure.....	20
1.3.1. Modes d'usure [10–13].....	20
1.3.1. Lois d'usure	21
1.4. Lubrification	22
2. GRIPPAGE	24
2.1. Définition et mécanismes	24
2.2. Normes.....	27
2.2.1. ASTM G98.....	27
2.2.2. ASTM G196.....	28
2.3. Critères de grippage	28
2.3.1. Observations de surface.....	29
2.3.2. Critères prédictifs	30
2.3.3. Détection de l'apparition du grippage	32
3. LA PROBLEMATIQUE « GRIPPAGE » DANS LE DOMAINE OCTG	33
3.1. La connexion	33
3.1.1. Géométrie	33
3.1.2. Traitements de phosphatation zinc/manganèse	35
3.1.3. Graisses API	36
3.2. Méthodes d'étude existantes	38
3.2.1. Essais laboratoires	38
3.2.2. Analyses des surfaces	39
3.3. Résultats majeurs	40
3.3.1. Frottement et usure.....	40
3.3.2. Mécanisme d'usure de la couche de phosphate de manganèse	41
4. CONCLUSIONS ET POSITIONNEMENT DE LA THESE	45

1. Généralités

Pour connaître les mécanismes d'apparition du grippage, il faut analyser le tribosystème au complet. Il peut être représenté comme sur la Figure 1-1. La composante « matériau » fait référence à la nature des deux corps et leurs propriétés physico-chimiques et mécaniques. Une composante « surface » inclut les propriétés topographiques, mécaniques et physico-chimiques du matériau en surface induites par les éventuels traitements de surface ou revêtements. Enfin, une composante « lubrification » inclut toute substance appliquée sur l'une ou l'autre des surfaces et les éventuelles réactions physico-chimiques avec les autres composantes du système. Ces trois composantes interagissent entre elles sous l'effet des conditions de glissement appliquées i. e. la charge appliquée, la distance et la vitesse de glissement. Le tribosystème s'inscrit dans un système mécanique global, le contact et les conditions de chargement peuvent être affectés par la raideur du mécanisme, la déformation des matériaux, la température et l'environnement.

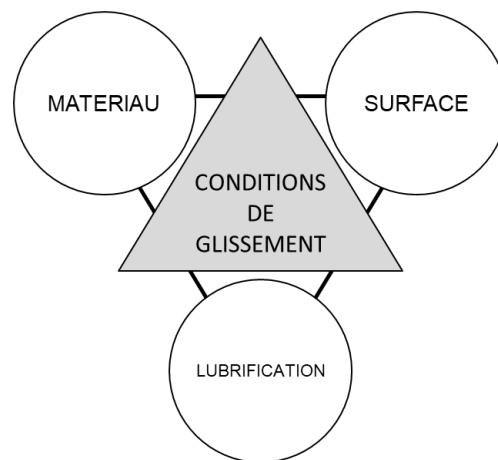


Figure 1-1 Composantes d'un tribosystème

Cette partie est divisée en quatre sous-parties reprenant les bases de tribologie nécessaires à la compréhension de ces travaux de thèse. D'abord, la manière de décrire une surface est présentée ainsi que la définition de la surface de contact. Ensuite, la définition du frottement utilisée dans cette étude est donnée. Lorsque deux solides sont en contact frottant, il apparaît généralement de l'usure sur les surfaces. La définition et la description des différents modes d'usure sont présentées dans la troisième sous-partie. Enfin, pour faciliter le frottement et/ou limiter l'usure des surfaces, il est commun de lubrifier le contact. La dernière sous-partie présente les moyens disponibles pour lubrifier une surface et les régimes de lubrification.

1.1. Surface

La surface est définie comme la limite entre un solide et l'environnement dans lequel il évolue. Pour décrire complètement une surface, il faut prendre en compte sa géométrie ainsi que les propriétés mécaniques, physiques et chimiques des matériaux en surface [2,3]. La fin de cette sous-partie précise la définition de la surface de contact qui apparaît lorsque deux solides sont en contact.

1.1.1. Géométrie de surfaces

Lors de la fabrication de pièces, les surfaces réelles comportent toujours des écarts géométriques par rapport à la surface théorique dessinée en amont. Il est possible d'obtenir le profil d'une surface dans une direction donnée pour quantifier les écarts géométriques. Ces

derniers se retrouvent à différentes échelles de hauteur et de longueur et sont classés en trois catégories [2] :

- (1) *Le profil P* : profil primaire avec lequel on peut comparer la forme générale théorique souhaitée (surface plane, cylindrique, sphérique, etc.)
- (2) *Le profil W* : profil d'ondulation (variation périodique de grande amplitude causée, par exemple, par des vibrations basses fréquences présentes pendant l'usinage)
- (3) *Le profil R* : profil de rugosité, il correspond aux plus petites variations observées sur le profil de surface.

La rugosité peut être décrite grâce à différents paramètres calculés par rapport à la ligne moyenne d'un profil (Figure 1-2). Trois paramètres généralement utilisés sont présentés ici. Le Ra (1-1) est défini comme la moyenne arithmétique des différences $Z(x)$ entre le profil et la ligne moyenne sur la longueur d'analyse. Le Rq (1-2) est défini comme la moyenne quadratique des différences entre le profil et la ligne moyenne. Le Rt est défini comme la hauteur totale du profil, somme entre la hauteur du plus grand pic du profil et la profondeur de la plus grande vallée.

$$Ra = \frac{1}{l} \int_0^l |Z(x)| dx \quad (1-1)$$

$$Rq = \sqrt{\frac{1}{l} \int_0^l Z^2(x) dx} \quad (1-2)$$

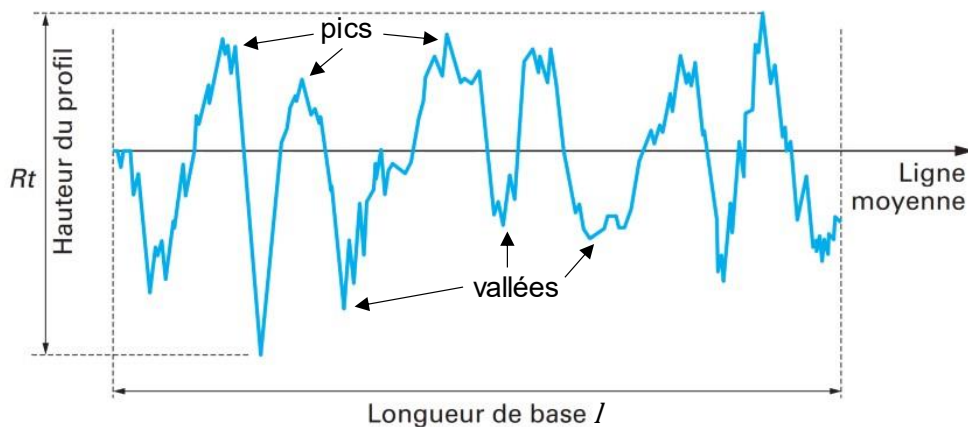


Figure 1-2 Profil d'une surface rugueuse et définition de Rt [2]

Les paramètres de rugosité peuvent aussi être calculés pour une surface (i.e. dans deux directions) en ajoutant une dimension dans les intégrales des équations (1-1) et (1-2).

1.1.2. Traitement de surface

Les traitements de surface (TDS) sont régulièrement utilisés pour améliorer les propriétés de surface en vue d'une application spécifique. Ils peuvent améliorer la résistance à l'usure, la tenue à la corrosion et/ou à la fatigue et permettre la réduction du frottement. Certains traitements de surface modifient la topographie ou la rugosité de la surface. Il existe quatre catégories de traitement de surface [3] :

- (1) *Traitement par transformation structurale* : traitement sans matériau d'apport qui modifie la structure du substrat proche de la surface (par exemple : trempe superficielle, grenailage).

- (2) *Traitement par diffusion* : apport d'un métalloïde ou métal qui s'intègre au substrat (par exemple : cémentation, chromatisation).
- (3) *Traitement par conversion* : réaction entre un matériau d'apport et le substrat créant une couche en surface (par exemple : phosphatation, oxydation, sulfuration).
- (4) *Revêtement* : création d'une couche sur la surface grâce à un matériau d'apport, sans réaction avec le substrat. La couche peut être créée par voie sèche (projection thermique, dépôt en phase vapeur) ou par voie humide (revêtement métallique, enduction).

Plusieurs traitements peuvent être appliqués successivement sur une même surface pour améliorer les performances du traitement ou atteindre des objectifs différents.

1.1.3. Surface de contact

La surface de contact dépend de la géométrie des solides et de leur déformation une fois le chargement appliqué. La surface de contact apparente (ou nominale) est définie comme l'aire de la surface se trouvant dans le contact (Figure 1-3a). Si les surfaces en contact sont courbées, alors l'aire de contact apparente peut être calculée en utilisant l'équation de Hertz [4]. En réalité, le contact est porté par les aspérités (Figure 1-3b), l'aire de contact réelle est alors bien moindre que l'aire de contact apparente. Si on considère que toutes les aspérités se déforment plastiquement, alors l'aire de contact réelle peut être approchée par l'équation (1-3) [5].

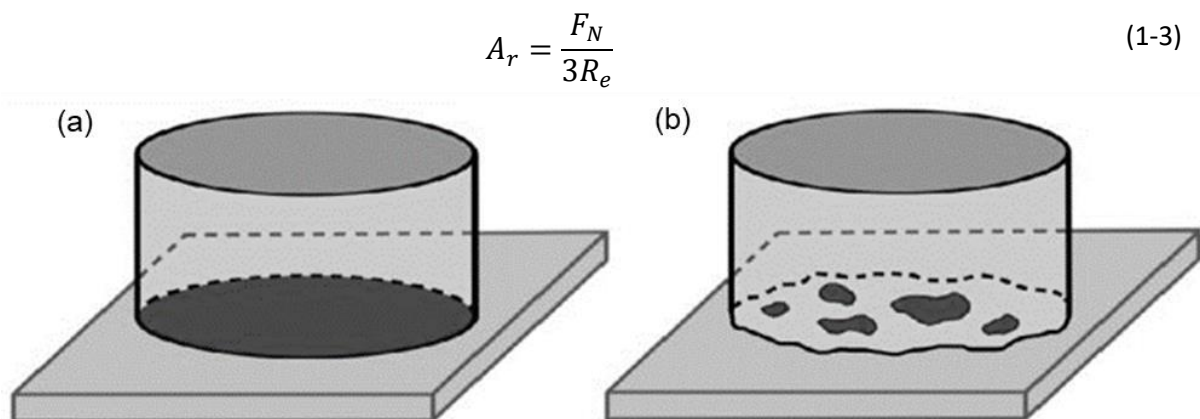


Figure 1-3 Illustration de la définition de la surface de contact (a) apparente et (b) réelle [6]

1.2. Frottement

Lorsque deux solides en contact sont mis en mouvement relatif, il apparaît une force résistante au mouvement. C'est la force de frottement, elle est tangentielle à la surface de contact et opposée au sens de glissement [7]. On définit le coefficient de frottement μ comme le ratio entre la force de frottement F_T et la force de réaction entre les solides normale au contact F_N :

$$\mu = \frac{F_T}{F_N} \quad (1-4)$$

Le frottement est généralement régi par ces deux lois, exprimées d'abord par Amontons en 1699 et validées par Coulomb en 1821 [8] :

- (1) La force de frottement est proportionnelle à la force normale de contact.
- (2) La force de frottement est indépendante de l'aire de contact apparente.

La force nécessaire pour initier le mouvement entre les deux surfaces $F_{T,s}$ est généralement plus élevée que la force nécessaire pour maintenir le mouvement F_T . On distingue alors le coefficient de frottement statique μ_s du coefficient de frottement dynamique μ .

1.3. Usure

L'usure est définie comme la perte de matière superficielle engendrée par le mouvement relatif entre deux corps solides en contact [9]. La définition est parfois étendue pour prendre en compte d'autres modes d'endommagement comme la déformation plastique du matériau au niveau de la surface. Cette partie détaille les différents modes d'usure qui laissent des endommagements caractéristiques sur les surfaces ainsi que quelques lois d'usure proposées par différents auteurs pour tenter de prédire le volume de matière perdue en fonction de différents paramètres du contact frottant.

1.3.1. Modes d'usure [10–13]

Abrasion (Figure 1-4a) – On distingue deux types d'usure abrasive. Dans le cas de l'abrasion à deux corps, la matière est éliminée de la surface la plus molle par la surface la plus dure. Dans le cas de l'abrasion à trois corps, les détériorations sont causées par des petites particules dures glissant ou roulant entre les deux surfaces de contact. Ces particules proviennent de contaminations extérieures ou de débris d'usure éventuellement écrouis. Les traces laissées ressemblent à des sillons (plus ou moins profonds selon la taille et la dureté des particules en cause) et les taux d'usure peuvent être très élevés.

Erosion (Figure 1-4b) – L'usure par érosion est causée par l'impact de particules solides ou liquide contre la surface. Les impacts répétés induisent des déformations et des coupures dans la matière menant au détachement de matière.

Adhésion (Figure 1-4c) – L'usure adhésive apparaît entre deux surfaces non lubrifiées ni oxydées ou lorsque la lubrification est localement manquante. Les forces interatomiques et le phénomène de diffusion mis en jeu provoquent la soudure puis l'arrachement de matière. Ce mode d'usure induit d'importantes dégradations entre les surfaces. Le grippage est souvent présenté comme la forme d'usure adhésive la plus sévère.

Corrosion (Figure 1-4d) – L'usure par corrosion s'ajoute à l'usure mécanique dans le cas de réaction chimique ou électrochimique avec l'environnement. Une réaction se produit sur l'une ou les deux surfaces et le produit est éliminé par le mouvement relatif des surfaces.

Fatigue (Figure 1-4e) – Ce type d'usure apparaît le plus fréquemment lors du roulement d'une surface sur l'autre. Des fissures liées à la fatigue apparaissent à une petite distance en sous couche et se propagent parallèlement à la surface. Cela mène à des détachements de matière sous forme d'écailles.

Fretting usure (Figure 1-4f) – usure d'une surface causée par une sollicitation de fretting (mouvement alterné de faible amplitude telle qu'une partie du contact n'est jamais exposée à l'environnement). Une trace d'usure par fretting est composée en général d'un lit de débris oxydés formé à partir des particules d'usure coincées dans le contact, d'une zone sous le contact dont la structure a été tribologiquement transformée (TTS) et d'une zone sous la TTS déformée plastiquement.

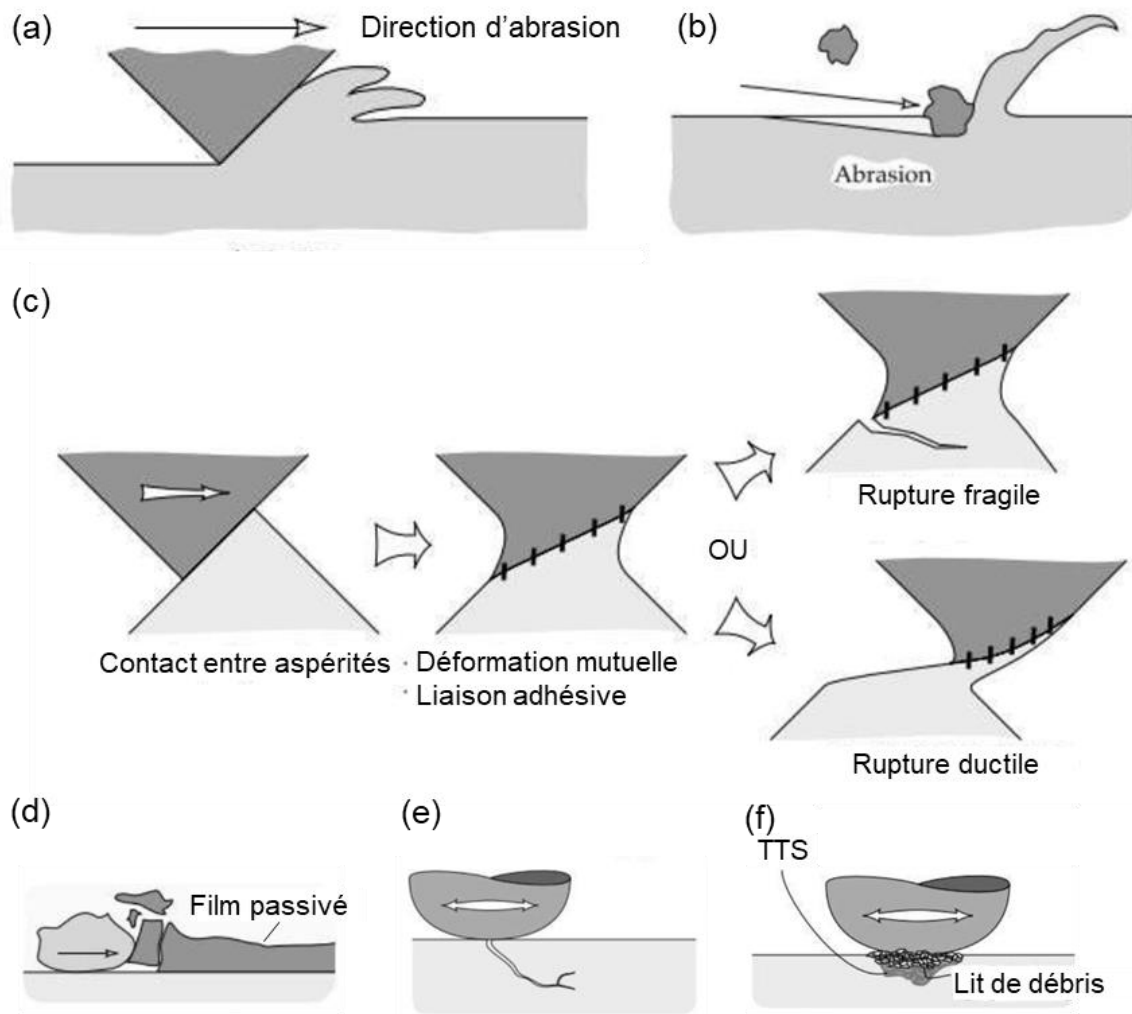


Figure 1-4 Représentation schématique des mécanismes d'usure par Stachowiak et Batchelor [10], (a) usure abrasive, (b) usure par érosion, (c) usure adhésive, (d) usure par corrosion, (e) fatigue, (f) fretting usure

1.3.1. Lois d'usure

Jusqu'aux années 1970, il était commun de formuler des lois d'usure en se basant sur un test dont on ne faisait varier que peu de paramètres [14]. Burwell [12] suggère que le volume d'usure peut être exprimé suivant un des trois modèles suivants :

$$V = \frac{\beta}{\alpha} \{1 - \exp(-\alpha t)\} \quad (1-5)$$

$$V = \alpha t \quad (1-6)$$

$$V = \beta \exp(\alpha t) \quad (1-7)$$

Avec V : volumé usé, α : constante, t : temps, β : terme regroupant certaines caractéristiques des surfaces initiales. Ces équations ne prennent pas en compte l'influence des conditions d'essai comme la charge ou la vitesse de glissement qui peut pourtant être significative [13,15].

L'équation d'Archard [16], proposée en 1953, est encore largement utilisée aujourd'hui. La perte de volume liée à l'usure V_{usure} (1-8) est exprimé en fonction de la force normale F_N , de la distance de glissement parcourue $d_{glissement}$ et de la dureté H du corps le plus mou.

$$V_{usure} = k \frac{F_N * d_{glissement}}{H} \quad (1-8)$$

Avec k le coefficient d'usure d'Archard sans dimension.

Les paramètres de ces lois d'usure peuvent être obtenus grâce à des essais en laboratoire standards. En réalité, il est difficile de mettre au point une loi d'usure universelle tant les paramètres à prendre en compte et les applications sont nombreux. De plus, selon le type d'usure présente dans le contact, le volume d'usure n'est pas toujours un indicateur de la sévérité des endommagements (déformation en sous couche, modification de la rugosité).

1.4. Lubrification

Le rôle de la lubrification est de réduire le frottement et l'usure dans le contact. Cette réduction est atteinte par la mise en place dans le contact d'une couche fluide (huile ou graisse), gazeuse ou solide d'un matériau différent des surfaces [7]. Pour un cas de lubrification fluide et si un convergent est présent dans le contact, il existe différents régimes de lubrification qui peuvent être décrits grâce à la courbe de Stribeck [17] présentée Figure 1-5. La courbe présente l'évolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de Hersey [18] défini par l'équation (1-9). η est la viscosité dynamique de l'huile, V la vitesse de glissement moyenne et P_{moy} la pression de contact moyenne. On distingue différentes zones sur la courbe : les régimes limite, mixte et hydrodynamique (qui contient également le régime élasto-hydrodynamique) [5,7].

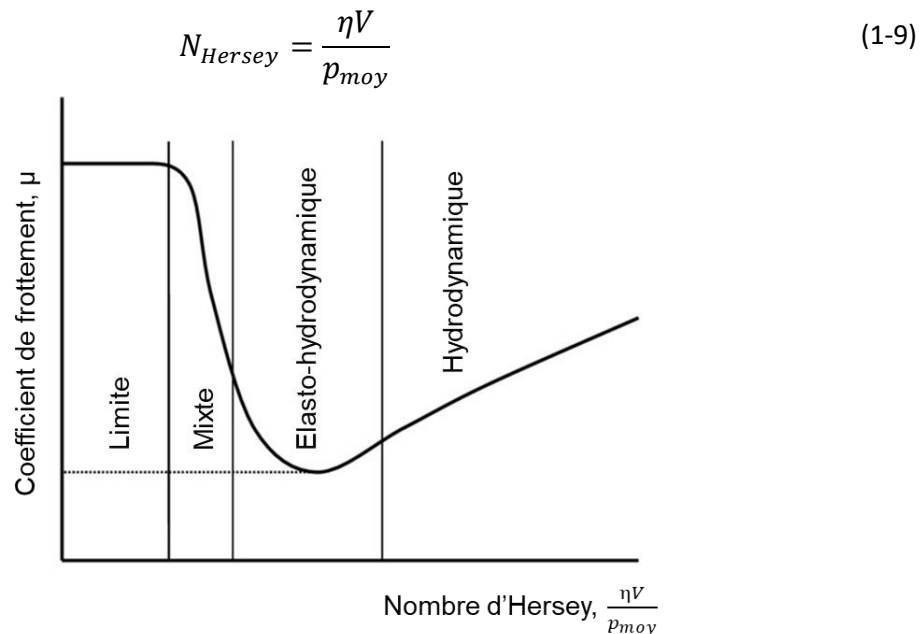


Figure 1-5 Courbe de Stribeck (illustration tirée de la référence [19])

Régime limite – La charge est supportée entièrement par le contact entre les solides, il n'y a pas de film d'huile. La présence d'un tribofilm lubrifiant entre les deux surfaces peut réduire le frottement et l'usure. Ce film peut être dû à la croissance d'un oxyde par l'interaction des surfaces avec l'air ambiant, un produit de réaction provenant des additifs du lubrifiant et/ou

un film solide ayant un faible taux de cisaillement comparé aux surfaces (métal mou, couche solide à base de MoS₂ ou graphite par exemples).

Régime mixte – La charge est supportée en partie par les aspérités et en partie par un film d'huile. Comme pour le régime de lubrification limite, un film lubrifiant très mince peut être présent au niveau des zones de contact entre les deux solides.

Régime hydrodynamique – La charge est totalement supportée par le film d'huile par effet de portance, il n'y a pas de contact entre les aspérités. Le frottement est régi par les propriétés du lubrifiant. La lubrification élasto-hydrodynamique (EHL) est un cas particulier du régime hydrodynamique. Il est atteint lorsque deux phénomènes s'opèrent sous l'effet de la pression : les surfaces se déforment élastiquement et la viscosité du lubrifiant augmente significativement.

Pour améliorer la lubrification de l'interface, des traitements de surface peuvent être appliqués [3]. Leurs rôles diffèrent selon le régime de lubrification auquel est soumis l'interface. Dans le cas des régimes limites et mixtes, les Traitements De Surface (TDS) peuvent agir sur plusieurs fronts. Les TDS améliorant les propriétés mécaniques du substrat peuvent améliorer la tenue du tribofilm en prévenant la déformation du matériau en surface. Les TDS modifiant la physico-chimie et/ou la morphologie de la surface peuvent améliorer la rétention et la répartition des films fluides adsorbés. Dans le cas du régime hydrodynamique, abaisser la rugosité de la surface permet une plus grande épaisseur du film fluide. De plus, ces contacts peuvent faire face à des déficiences momentanées ou une sous-alimentation en lubrification, l'ajout d'un traitement de surface permet de suppléer à ces déficiences.

2. Grippage

La partie précédente a présenté les bases utiles en tribologie pour la bonne compréhension du reste de la thèse. Le sujet de la thèse se concentre sur l'apparition du grippage dans l'interface étudiée. Les différents travaux faits sur le grippage présentés dans la littérature sont résumés dans cette partie. Le grippage a rapidement été évoqué dans la partie précédente, cette partie propose alors une définition plus approfondie et présente les différents mécanismes menant au grippage. Ensuite, les différents tests normés couramment utilisés et les critères associés au grippage sont présentés.

2.1. Définition et mécanismes

Souvent catégorisé comme un phénomène d'usure adhésive (1.3.1), le grippage est un phénomène d'usure induisant des changements macroscopiques de rugosité des surfaces dans le cas de contact glissant. Il est souvent caractérisé par une forte augmentation du coefficient de frottement. Dans sa forme la plus grave, il peut mener au blocage de la liaison.

En 1973, Rabinowicz [20] explique le blocage du mouvement entre les surfaces à travers deux phénomènes principaux en se basant sur la définition du coefficient de frottement $F_T = \mu F_N$. Le blocage peut être dû à un coefficient de frottement excessif dû à un manque de lubrification de l'interface ou un mécanisme d'entraînement trop faible, ceci n'entraînant pas de détérioration de surface. Le deuxième mécanisme, le grippage en tant que tel, est activé lorsque les particules d'usure (généralement adhésive) produites par le mouvement relatif sont plus grandes que l'écart entre les surfaces (Figure 1-7). Ces particules ne permettent plus aux surfaces d'être séparées par le lubrifiant et engendrent de l'usure abrasive et adhésive sévère, la rugosité augmente conduisant à d'autant plus d'usure. Le comportement aléatoire du grippage est souligné, ce mode d'usure étant activé par la formation d'une particule d'usure suffisamment grande et non un phénomène cumulatif.

La tendance à créer des particules d'usure adhésive entre deux solides (et donc potentiellement du grippage) s'explique par le phénomène d'adhésion [10,11]. Lorsque deux solides sont en contact, des liaisons se créent au niveau atomique à l'origine de la force d'adhésion (force nécessaire pour séparer les deux surfaces). Dans le cas où deux métaux sont en contact, ces liaisons sont dues à des échanges d'électron entre les atomes des surfaces lorsque celles-ci sont suffisamment proches (modèle de Jellium) [10]. La force d'adhésion est dépendante de la nature des solides en contact, une plus grande tendance à l'adhésion est la cause d'une plus grande quantité d'usure adhésive dans le contact. La Figure 1-6 illustre la tendance à l'usure adhésive entre les surfaces en fonction de la nature des surfaces et de la lubrification. Ainsi, les plus hauts taux d'usure sont atteints lorsque deux métaux sont en contact, et particulièrement lorsque ce sont les mêmes métaux [11].

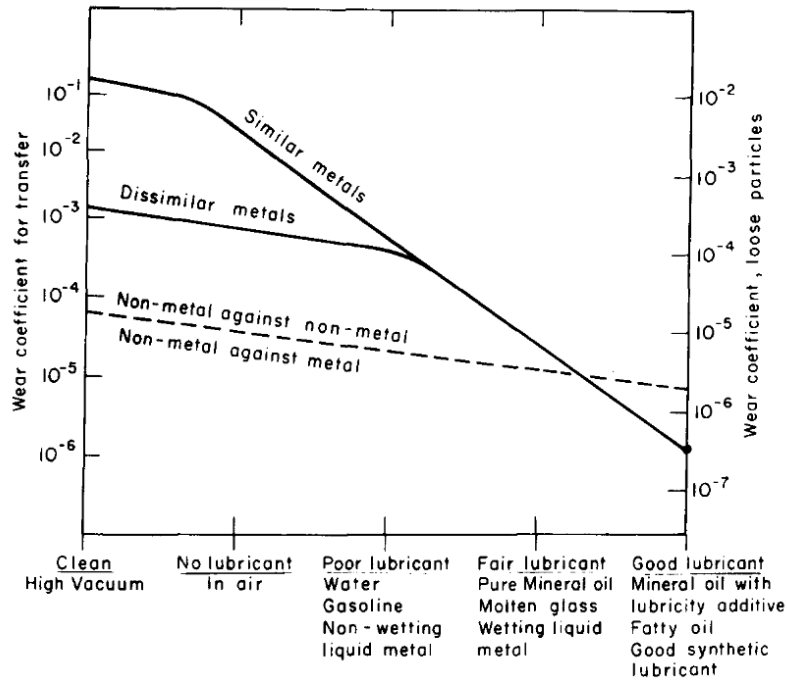


Figure 1-6 Valeurs typiques du coefficient d'usure adhésive en fonction de l'état de la lubrification et du type de matériau en contact [11]

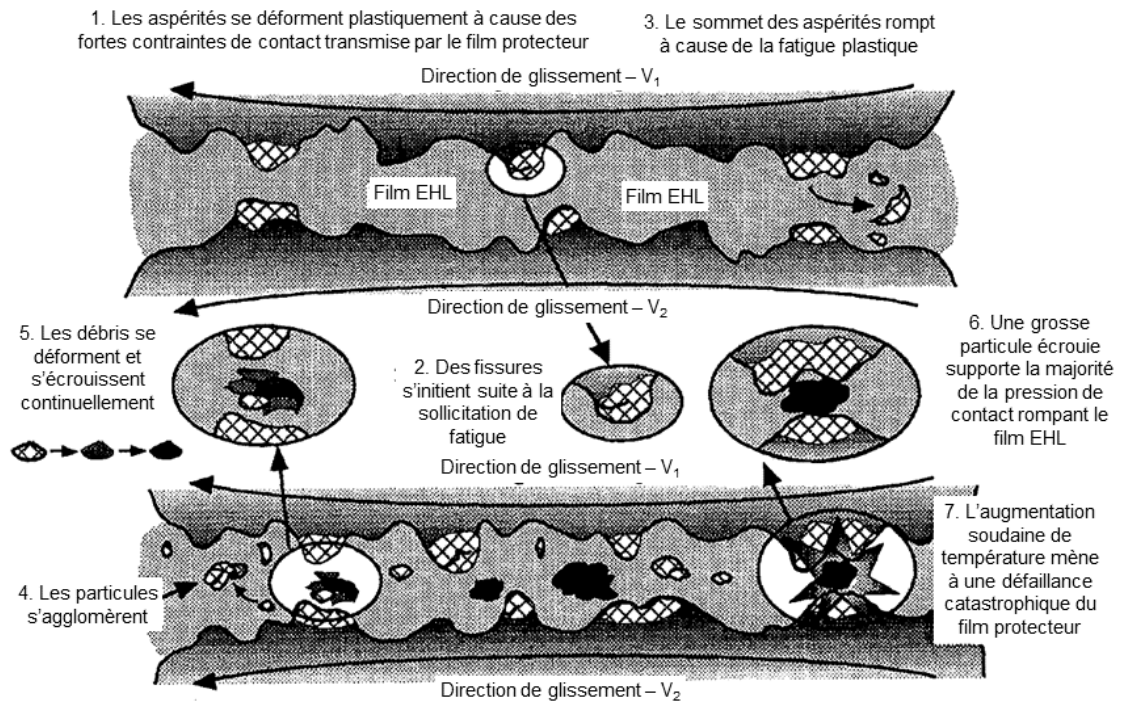


Figure 1-7 Mécanisme d'apparition du grippage en contact lubrifié illustré par [21]

La norme ASTM G40 [22] propose la définition actuelle du grippage : « une forme d'usure apparaissant entre des solides en mouvement, observable macroscopiquement par la création de protubérances souvent localisées sur la surface d'origine et pouvant inclure du transfert de matière, de l'écoulement plastique ou les deux ». Le grippage est un phénomène qui regroupe différents mécanismes avec différents degrés de gravité.

En anglais, il existe quatre mots différents qui peuvent être traduits par grippage : *seizure*, *galling*, *scuffing* et *scoring*. Ils ont chacun des utilisations différentes et nuancent le terme de grippage. Ludema et Ajayi [5] propose les définitions suivantes :

Seizure : endommagement le plus sévère de la surface. Le glissement est rendu impossible, les surfaces sont contraintes de rompre pour que le mouvement puisse continuer.

Galling : forte augmentation de la rugosité de la surface, ce terme est généralement utilisé dans le cas de grands chargements associés à une faible vitesse de glissement. Ce terme est plutôt utilisé pour des interfaces non lubrifiées ou lorsque le grippage s'initie dès les premiers cycles.

Scuffing : défaillance dans le cas d'une interface correctement lubrifiée.

Scoring : souvent utilisé comme synonyme de *scuffing*. Budinski et Budinski [23] évoquent ce terme lorsque des déformations en forme de ligne apparaissent sur la surface causées par le passage d'une protubérance présente sur l'autre corps.

La Figure 1-8 montre des observations de surfaces grippées à différentes échelles sur selon la sévérité du grippage.

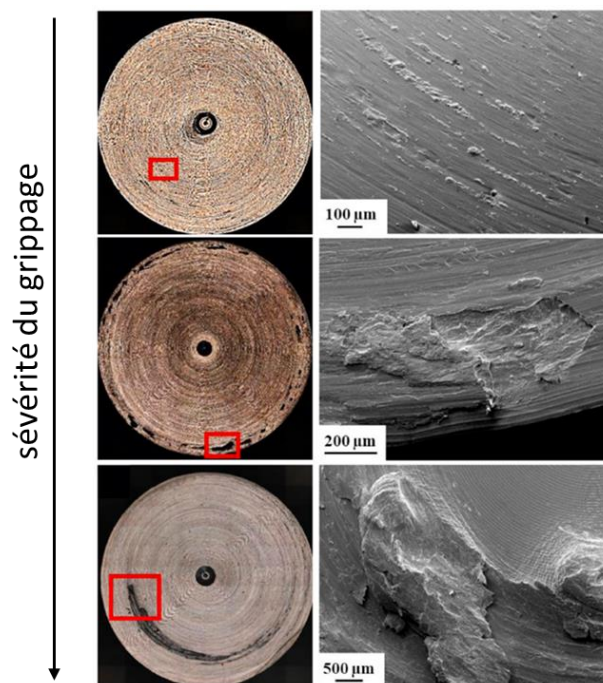


Figure 1-8 Observations de surfaces grippées plus ou moins sévèrement par Lesage *et al.* [24]

La présence d'usure adhésive dans le contact ne prédit pas forcément l'apparition de grippage, des transferts de matière peuvent apparaître sans bloquer le contact. De même, le grippage peut apparaître sans que le processus soit activé par des transferts de matière. Ives *et al.* [25] expliquent que la tendance au grippage d'un tribosystème dépend de la manière dont se produisent l'écoulement plastique et/ou la rupture au niveau des aspérités en réponse à une sollicitation.

Bowman et Stachowiak [21], dans une revue sur les modèles de grippage, expliquent que différents phénomènes et/ou leur combinaison peuvent mener à l'apparition du grippage. Certains peuvent être initiés par l'augmentation de la température dans le contact comme la

défaillance des films et micro-films EHL, la désorption des films adsorbés par la surface ou la décomposition thermique du lubrifiant. L'oxydation des films d'huile lubrifiants peut aussi être un facteur de défaillance. D'autres phénomènes peuvent être d'origine plutôt mécanique comme la déformation et la rupture des aspérités ou l'enlèvement des films protecteurs par usure.

2.2. Normes

Il existe deux normes (ASTM G98 [26] et G196 [27]) qui proposent chacune un banc de test et une méthodologie pour caractériser la résistance au grippage d'un couple de matériau dans le cadre d'un contact non-lubrifié. Pour tester la résistance d'un lubrifiant sous de hautes pressions de contact, il existe la norme ASTM D2596 [28]. Quatre billes sont positionnées en pyramide (à l'image d'un tétraèdre) dans un « pot » rempli de la graisse à tester. Une charge et un mouvement de rotation sont appliqués sur la bille du dessus, la procédure de la norme permet de déterminer la charge seuil supportée par la graisse avant l'apparition du grippage. La norme ASTM D2596 ne sera pas développée dans cette partie, le test « quatre-billes » étant trop éloigné de l'application industrielle étudiée dans la thèse. Les tests proposés dans les normes ASTM G98 et G196 sont plus représentatifs et déjà utilisés par les précédents travaux dans le domaine [29].

2.2.1. ASTM G98

La norme ASTM G98 [26] propose un test laboratoire (Figure 1-9a) permettant de classer la résistance au grippage de couples de matériaux. Deux échantillons plans sont mis en contact et maintenus sous une charge normale constante, l'un est cylindrique et l'autre comporte une grande surface plane pour obtenir une surface de contact en forme de disque. Un des deux échantillons est mis en rotation pour opérer une révolution complète sur son axe (360°) par rapport à l'échantillon fixe. Les surfaces sont examinées après avoir frottées, une observation à l'œil nu de l'état de surface détermine s'il y a eu grippage ou non (Figure 1-9b). Si les surfaces ne présentent pas de grippage, un autre set d'échantillons est testé en utilisant une charge plus élevée et ainsi de suite jusqu'à ce que du grippage soit produit. Plus la charge seuil du grippage « threshold galling stress » est élevée, plus le couple de matériau est résistant au grippage.

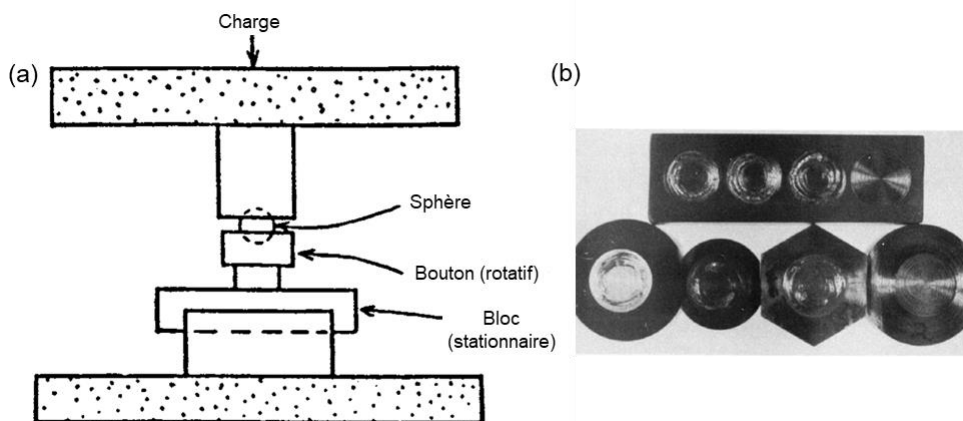


Figure 1-9 (a) Schéma du banc de test, (b) surfaces usées, du grippage est identifié sur les trois premières [26]

La détermination de la présence de grippage est subjective, il est difficile d'avoir des données très précises. De même, ce test permet de comparer différentes configurations entre elles sur

leur tendance au grippage mais pas de fournir des données quantitatives réutilisables dans un autre contexte.

2.2.2. ASTM G196

La norme ASTM G196 [27] est proposée comme une évolution de la norme G98. Elle présente un test laboratoire (Figure 1-10a) permettant de classer la résistance au grippage de couples de matériaux en utilisant une mesure quantitative. Ce test a une meilleure répétabilité que celui de la G98. Deux cylindres creux sont maintenus en contact (section contre section) par une charge normale constante, la surface de contact est donc sous la forme d'un anneau. Un des échantillons est mis en rotation pour faire une révolution complète (360°) par rapport à l'échantillon fixe. Chaque essai doit être répété au minimum douze fois.

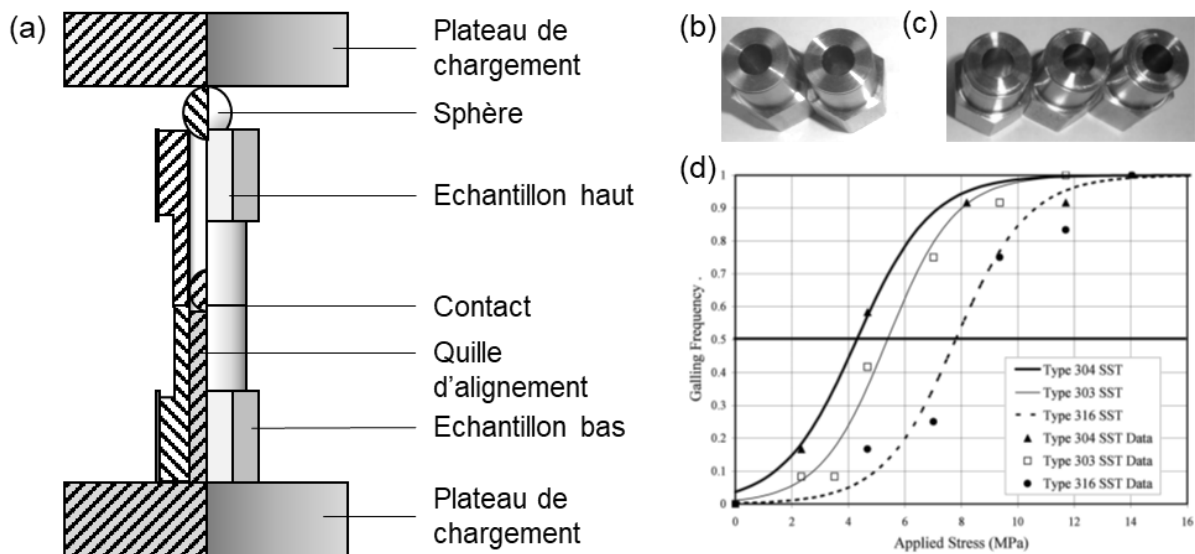


Figure 1-10 (a) Schéma du banc de test, (b) échantillons neufs, (c) échantillons grippés, (d) fréquence de grippage en fonction de la charge appliquée [27]

Les échantillons ayant frotté sont examinés à l'œil nu pour déterminer s'il y a eu grippage ou non (Figure 1-10b et c). Le pourcentage d'apparition du grippage est noté pour chaque charge, le critère retenu G_{50} est la charge pour laquelle 50% des échantillons sont supposés présenter du grippage. Il est déterminé par lecture du graphique représentant le pourcentage d'apparition du grippage en fonction de la charge appliquée (Figure 1-10d). Comme pour la norme G98, ce test permet de comparer différentes configurations entre elles mais pas de fournir des données quantitatives réutilisables dans un autre contexte.

Le principe du test proposé par la norme ASTM G196 [27] semble intéressant pour évaluer la résistance au grippage d'une interface. Il est cependant nécessaire d'apporter des modifications dans le protocole pour mettre en place un test de grippage dans le cas d'un contact lubrifié représentatif de l'application industrielle étudiée dans le contexte de ce travail de thèse.

2.3. Critères de grippage

Les différents auteurs ayant travaillé sur le grippage ont proposé une multitude de critères de grippage. Ceux-ci s'appliquent différemment et peuvent être complémentaires. La première sous-partie présente les critères liés à l'observation des états de surface, ceux-ci ont pour objectif de répondre à la question suivante : quels endommagements de surface sont la

conséquence de l'apparition du grippage ? La seconde sous-partie présente différents critères de grippage prédictifs. Ceux-ci s'appuient sur les caractéristiques mécaniques et physico-chimiques des matériaux en présence et des conditions de chargement de l'interface pour prédire l'apparition ou non de grippage dans l'interface. La dernière sous-partie présente des moyens d'identifier l'apparition de grippage au cours d'un essai laboratoire ou d'un processus industriel.

2.3.1. Observations de surface

Budinski et Budinski [23] proposent une représentation schématique des différents types d'usure impliqués dans le processus de grippage (Figure 1-11). Par observation de surface, il est alors possible de distinguer des traces de grippage plus ou moins sévère (b, c, e et f sur la Figure 1-11) des autres types d'usure (abrasion, transferts adhésifs...). Ives *et al.* [25] mettent en évidence que le phénomène de grippage peut être observé à différentes échelles. Une interface peut sembler exempte de grippage à l'œil nu ou à la loupe mais présenter des endommagements liés au grippage une fois la trace d'usure observée à travers le grossissement d'un microscope électronique à balayage. Voss *et al.* [30] proposent une méthode s'appuyant sur des mesures profilométriques des traces d'usure pour estimer la présence et la sévérité du grippage. Cette méthode a l'avantage de s'affranchir de la subjectivité d'une inspection visuelle humaine.

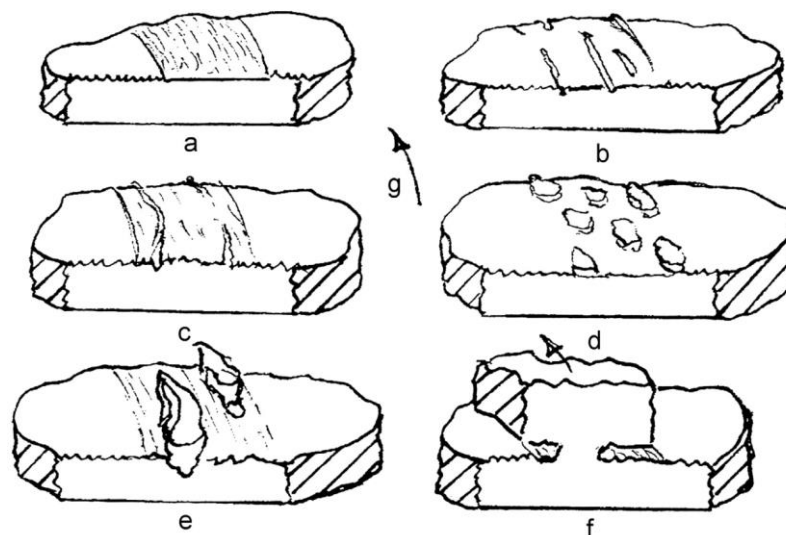


Figure 1-11 Représentation schématique de différents types d'usure impliqués dans les mécanismes de grippage par Budinski et Budinski [23] (a : polissage, b : *scoring*, c : grippage naissant, d : transfert adhésif, e : grippage, f : seizure, g : direction de rotation)

Budinski et Budinski [23] proposent de donner un score aux couples de matériaux testés en utilisant une des deux normes présentées précédemment pour évaluer sa tendance au grippage. Il s'agit d'associer une lettre correspond à l'état de surface obtenu pour chaque charge testée, chaque lettre étant associée à un score. La classification des états de surface va d'aucun endommagement observé au grippage sévère, elle est détaillée dans le Tableau 1-1. Les scores obtenus à chaque niveau de charge avant grippage sont additionnés pour donner un nombre reflétant la tendance au grippage du couple de matériaux. Si deux couples de matériaux ont la même charge seuil de grippage, alors leur score « tendance au grippage » peuvent être comparés pour les classer.

Tableau 1-1 Classification des états de surface proposée par Budinski et Budinski [23]

Indice	Définition	Score proposé
O	Pas d'endommagement.	0
B	Polissage	1
S	Scoring	3
I	Grippage naissant	4
A	Transfert adhésif	6
W	Usure	3
G	Grippage	10

2.3.2. Critères prédictifs

Un grand nombre de critères s'appuyant sur différents phénomènes (mécanique, physique, chimique) opérant dans l'interface a été proposé au fil du temps. Cette partie en présente quelques-uns en fonction de l'hypothèse émise par les auteurs.

Indice de plasticité

L'indice de plasticité est un critère qui repose sur l'hypothèse que le grippage apparaît quand les aspérités sous le contact se déforment plastiquement jusqu'à un certain point [5]. Différentes équations sont proposées successivement par Blok [31], Greenwood et Williamson [32] et Whitehouse et Archard [33]. Ces différents critères prennent en compte les propriétés matériaux (module d'élasticité, dureté) et la « pente » des aspérités. L'indice de plasticité sera plus élevé si le matériau a un module d'Young élevé et/ou si les aspérités ont une grande pente. Ainsi il est possible de déterminer une valeur seuil de l'indice de plasticité au-dessus de laquelle l'apparition de grippage dans l'interface est possible. Dans les faits, les éventuels films protecteurs formés sur les surfaces ou la présence d'un lubrifiant fluide influent fortement sur l'apparition de grippage dans l'interface. Cet indice ne prend pas en compte ces caractéristiques, son application est donc assez limitée.

Défaillance du film lubrifiant

D'autres auteurs ont émis l'hypothèse que le grippage apparaît lorsque la lubrification est localement défaillante [21]. Un premier critère λ est défini comme le ratio entre l'épaisseur du film fluide et la rugosité composite des surfaces (1-10). Lorsque ce ratio diminue jusqu'à un certain point, alors il existe des zones dans l'interface où la lubrification devient insuffisante (passage du régime de lubrification hydrodynamique au régime limite par exemple) créant des conditions propices au grippage [34]. L'expérience a montré qu'il n'existe pas de valeur universelle du ratio indiquant la condition de grippage, elle peut varier de 3 à 0,05 [35]. La valeur critique dépend de la topographie, de la microstructure, du lubrifiant, du régime de lubrification ou encore de la phase de rodage.

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2}} \quad (1-10)$$

Pour expliquer la perte locale de lubrification, Blok introduit le concept de « température flash » [36]. Le système gripe lorsque la température dans le contact atteint une valeur critique. Dans son modèle, la température critique ne dépend pas des conditions de

chargement ou de la température du substrat. Des travaux plus récents montrent que ces paramètres jouent un rôle, d'autres équations basées sur ce modèle ont été proposées [21] en prenant en compte les propriétés matériaux, la géométrie de contact, la vitesse de glissement, le chargement ainsi que le coefficient de frottement. La température critique est alors déterminée en fonction de la température du substrat et la température « flash ».

Dans ces modèles, la température est calculée pour un contact aspérité-aspérité, la température du reste du contact étant supposée relativement basse. Cela exclut les interactions thermiques entre aspérités et entre aspérités et lubrifiant. Ling [37] propose un modèle plus réaliste s'appuyant sur une distribution stochastique des contacts entre aspérités. L'effet du nombre d'aspérités et de leur interaction et l'effet « refroidissant » du lubrifiant sont alors pris en compte. Par la suite, Aramaki *et al.* [38] et Lee [39] proposent des modèles utilisant des profils de surface réelle.

Les travaux précédents se basent sur des phénomènes mécaniques et/ou physiques pour déterminer la température dans le contact. Il existe également des modèles se basant sur la chimie [40]. De ce point de vue, la température est déterminée d'après la quantité de produit généré pendant un test d'usure connaissant la cinétique des différentes réactions chimiques identifiées. Hsu *et al.* [40] appliquent les deux démarches « chimie » et « mécanique » sur un même contact pour calculer la température de contact. Les deux approches donnent des températures différentes (375°C approche « chimie », 220°C approche « mécanique » pour le contact considéré). Hsu *et al.* proposent alors de modifier le modèle « mécanique » en tenant compte de l'effet de l'usure sur la température locale. En analysant le nombre d'aspérités déformées plastiquement dans le profil de rugosité, il est possible d'harmoniser les modèles en intégrant un coefficient de frottement « plastique » et un coefficient de frottement « élastique » dans le modèle « mécanique ».

Instabilité face au cisaillement

Ajayi *et al.* [41] proposent un modèle pour prédire la charge d'initiation du grippage en faisant l'hypothèse que le grippage est dû à une déformation plastique sévère et soudaine de la surface causée par l'instabilité de la résistance au cisaillement adiabatique de la matière en proche surface. La contrainte critique γ_c (1-11) est définie par la contrainte pour laquelle le taux d'adoucissement thermique excède le taux d'écrouissage, la traduction du critère en charge critique L_s est également donnée (1-12).

$$\gamma_c = -\frac{n\rho C}{\partial\tau/\partial T} \quad (1-11)$$

Avec n l'exposant d'écrouissage, ρ la densité, C la capacité thermique spécifique et $\partial\tau/\partial T$ le taux d'adoucissement thermique.

$$L_s = \frac{n\rho CAH}{3\sqrt{3}\mu \partial\tau/\partial T} \quad (1-12)$$

Avec A l'aire de contact, H la dureté et μ le coefficient de frottement.

Ce critère indique l'initiation du grippage mais pas sa propagation vers des détériorations catastrophiques [42]. Le calcul de la vitesse de propagation de l'instabilité de la contrainte de cisaillement est un critère simple décrit par une somme de deux termes permettant de caractériser la propagation de l'aire grippée. Le premier terme décrit la température moyenne générée par les déformations plastiques et le second, le taux de conduction thermique à

travers la limite entre zone grippée et non grippée. Ainsi, si la vitesse est négative, le processus s'arrête, à l'inverse, le grippage s'étend. Il apparaît alors que l'augmentation de température à l'interface est causée par l'apparition de grippage et non l'inverse. Ce modèle ne prend pas en compte certains paramètres pourtant connus pour influencer sur l'apparition du phénomène comme la vitesse de glissement ou l'état de surface initial. Le rôle des films lubrifiants peut être ajouté au modèle en ajoutant leurs effets sur les déformations locales du contact pour prévenir l'apparition de site de grippage et sur leur capacité à dissiper la chaleur générée par le grippage pour prévenir sa propagation.

Les critères prédictifs permettent généralement de calculer une charge seuil (ou des conditions de glissement seuil) en dessous de laquelle l'interface étudiée ne grippe pas. Dans le cas des critères se basant sur l'hypothèse de la « température flash », il est nécessaire de connaître la température de l'interface pour savoir si elle est en situation de grippage ou non. Le calcul de la température de l'interface (ou sa mesure) est assez complexe et dépend fortement de l'approche choisie. L'objectif de la thèse est de mettre au point une démarche expérimentale permettant de connaître la performance face au grippage d'une interface. Il est alors plus approprié de définir un critère de durée de vie avant grippage pour les essais expérimentaux. Celui-ci peut être mis au point grâce à l'instrumentation de l'essai.

2.3.3. Détection de l'apparition du grippage

Différentes recherches ont été faites pour permettre le suivi de l'apparition du grippage durant un essai laboratoire ou un procédé industriel.

La mesure du coefficient de frottement (ou force tangentielle) est le moyen le plus répandu pour tenter de détecter l'apparition de grippage dans l'interface. L'apparition de grippage est souvent accompagnée d'une augmentation et/ou d'une instabilité sur le coefficient de frottement. Podgornik *et al.* [43] détermine un critère de grippage lorsqu'une augmentation soudaine du frottement est observée ou que le coefficient de frottement atteint 0,5. Ce dernier critère est néanmoins très lié à l'étude de Podgornik *et al.* [43], d'autres auteurs observent l'apparition du grippage à des coefficients de frottement bien plus faibles [44,45]. Shanbhag *et al.* [46] définissent l'augmentation de la force tangentielle et l'apparition d'instabilité sur la courbe comme critère de grippage. Lindvall [47] propose d'exploiter cette instabilité en utilisant l'évolution de l'écart-type standard du coefficient de frottement : une augmentation sur l'écart-type (et donc l'apparition de fluctuation sur le frottement) indique l'apparition de grippage.

Le suivi des émissions acoustiques est également très utilisé dernièrement pour détecter l'apparition du grippage. Saeidi *et al.* [48] ont lié le niveau d'énergie des salves acoustiques au régime d'usure en cours dans l'interface. Shanbhag *et al.* [46] ont trouvé une corrélation entre l'amplitude des pics acoustiques et la profondeur des profils de surface. Shevchik *et al.* [49], en représentant d'une certaine manière les salves acoustiques dans le domaine des fréquences, ont pu anticiper l'apparition du grippage de quelques minutes.

D'autres types d'instrumentations sont plus rarement utilisés. Par exemple, Booth *et al.* [50] utilisent un capteur électrostatique pour lier le niveau de charge électrostatique de la surface au régime de frottement (état de la lubrification, type d'usure, oxydation...).

En conclusion, il est possible de déterminer si le grippage a eu lieu ou non en observant les faciès d'usure. Dans le cadre d'un essai, l'analyse des données expérimentales peut

permettre de lier l'évolution d'un ou plusieurs paramètres à l'apparition du grippage. Ainsi, il est possible de déterminer un critère de grippage calibré sur l'essai utilisé.

3. La problématique « grippage » dans le domaine OCTG

L'appellation OCTG « Oil Country Tubular Goods » désigne un ensemble d'éléments nécessaires à l'extraction de pétrole et de gaz naturel. En particulier, les tubes OCTG sont conçus pour le forage pétrolier, l'extraction et le transport de gaz naturel et de pétrole (Figure 1-12). Sont étudiés ici deux types de tubes OCTG : les tubes de « casing » (tubes partant de la surface, destinés à consolider les parois d'un puit foré) et de « tubing » (tubes placés dans un puit pour produire ou injecter du pétrole/gaz). Afin de réaliser des colonnes de tubes de plusieurs centaines de mètres de long, les tubes sont vissés les uns aux autres depuis la plateforme pétrolière en surface. La zone vissée qui permet d'assurer la liaison entre deux tubes est appelée « connexion » [51,52].

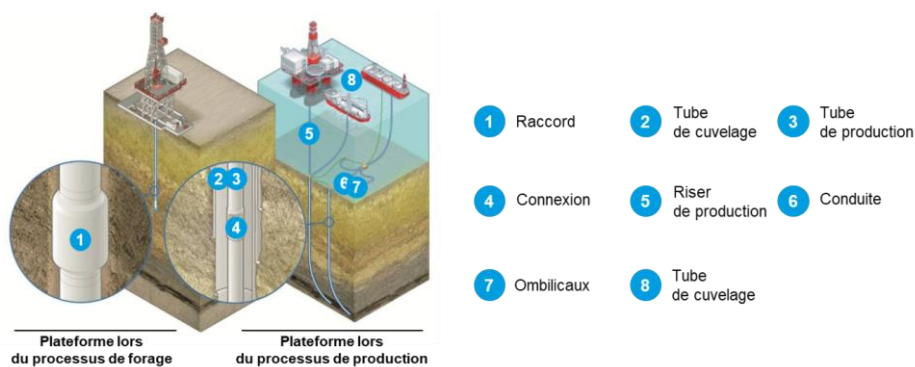


Figure 1-12 Schéma situant l'utilisation des produits OCTG dans une plateforme pétrolière (infographie Vallourec)

3.1. La connexion

3.1.1. Géométrie

Il existe deux types de connexion dites « premium » : les « T&C – Threaded and Coupled » et les « Integrals ». Les connexions T&C permettent de joindre deux tubes filetés mâle-mâle grâce à un troisième composant femelle-femelle appelé « manchon » (Figure 1-13a). Les connexions intégrales consistent à visser l'extrémité mâle du tube avec l'extrémité femelle du tube suivant (Figure 1-13b). Dans les deux cas, la partie femelle est appelée « BOX » et la partie mâle « PIN ». Les connexions doivent avoir les mêmes performances mécaniques que le reste du tube. Elles doivent également assurer l'étanchéité de la colonne. Le concept de connexion Premium répond à toutes ces exigences grâce à ses différentes zones fonctionnelles illustrées Figure 1-13c :

- (1) Le Filetage - « Thread » : assure l'engagement et permet le vissage/dévisage et, par la suite, la tenue mécanique de la connexion.
- (2) La Portée - « Seal » : garantit l'étanchéité de la connexion grâce à un contact métal-métal
- (3) La Stabiliseur - « Stabilizer » : permet de diriger le PIN dans le BOX en évitant que la portée touche une surface non voulue
- (4) La Butée - « Shoulder » : sert de buttoir de fin du vissage et assure ainsi le bon positionnement du PIN dans le BOX (essentiel pour l'étanchéité)

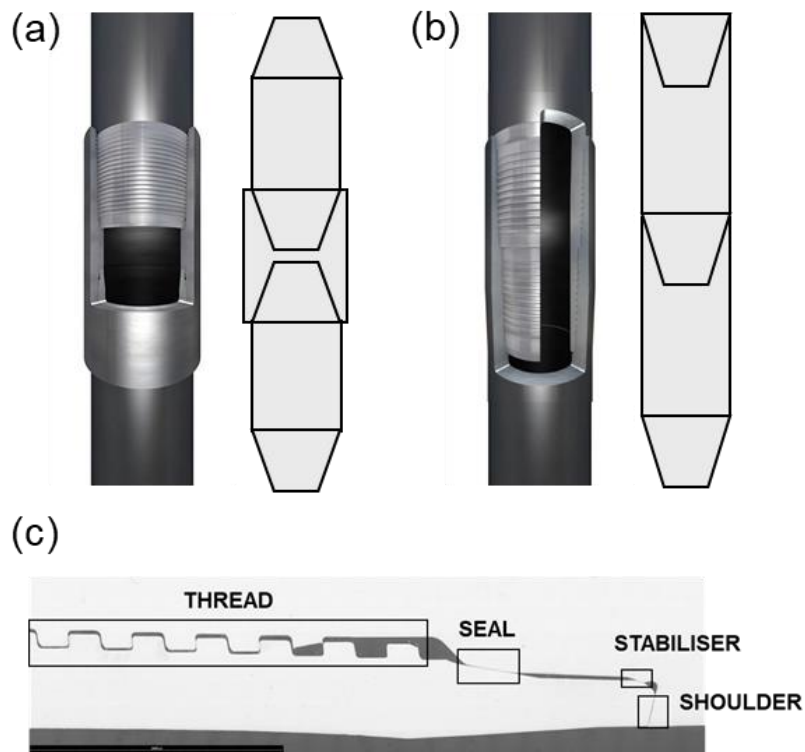


Figure 1-13 Illustration d'une connexion OCTG (a) concept « Threaded and coupled », (b) concept « Integrals », (c) vue en coupe des zones fonctionnelles d'une connexion (images Vallourec)

La zone de portée nécessite une attention particulière. En effet, pour garantir l'étanchéité, la portée métallique est soumise à des pressions de contact élevées lors du vissage alors que les surfaces sont encore en contact glissant avec une cinématique de rotation avec un certain déplacement longitudinal (Figure 1-14a). Pour préserver les surfaces des connexions, des traitements de surface couplés à l'application d'une graisse sont mis en place. Les portées métalliques sont dimensionnées pour supporter les sollicitations précédemment décrites. Cependant, dans certains cas, la détérioration des traitements de surface peut conduire à l'apparition de grippage. Un grippage, même léger, peut présenter un chemin de fuite pour les fluides transportés et dans le pire cas un blocage de la connexion, il est alors impossible de la dévisser [29]. La connexion est alors inutilisable et doit être sortie du puit.

Lors du vissage de la connexion, le couple résultant est enregistré et représenté sur un diagramme « torque-turn » présenté Figure 1-14b (couple mesuré en fonction du nombre de tours du vissage). Le vissage doit s'arrêter lorsqu'un couple préalablement déterminé lors de la conception de la connexion est atteint, il indique que la connexion est entrée en butée. Surpasser ce couple peut mener à la détérioration de la connexion par déformation plastique de la butée notamment. Ce couple maximum dépend du type de connexion, du diamètre des tubes, du type d'acier, du traitement de surface et de la graisse utilisée. Il est établi d'après les tests de qualification de la connexion et, éventuellement, grâce des analyses éléments finis sur la connexion. Le vissage d'une connexion est appelé « make-up » et le dévissage « break-out », un test de vissage puis dévissage est appelé Make&Break (M&B).

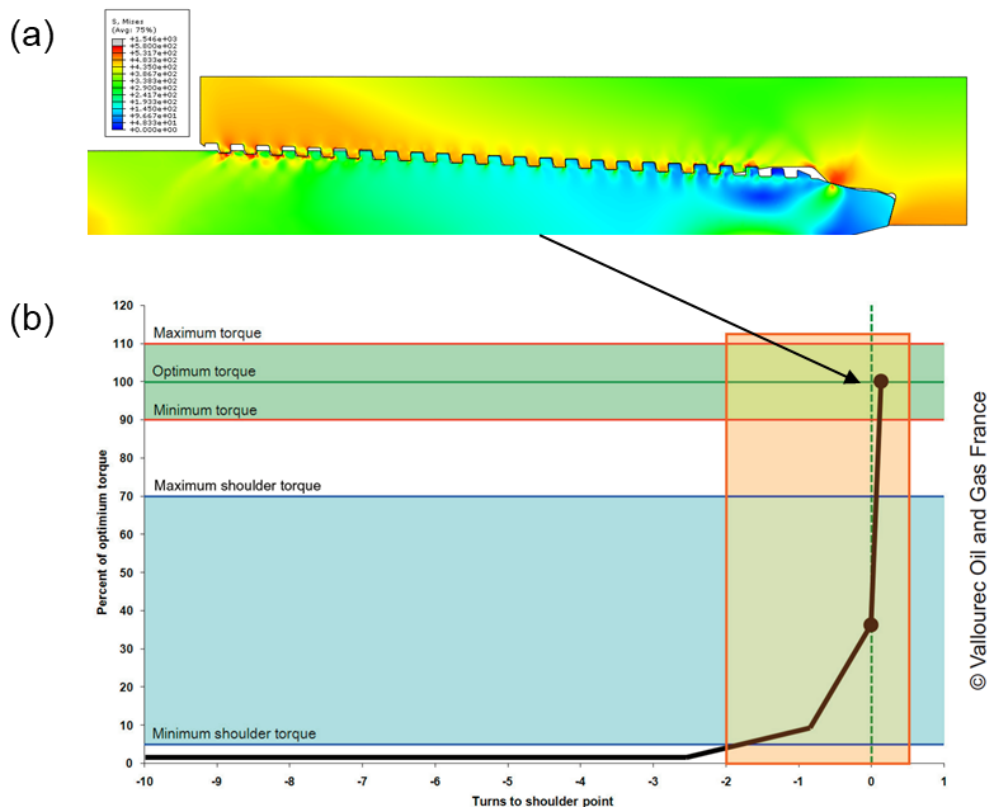


Figure 1-14 (a) Analyse éléments finis de la répartition des efforts dans une connexion vissée [53], (b) Graphique Torque-Turn (couple mesuré en fonction du nombre de tours fait pendant le vissage) avec illustration du critère d'arrêt de vissage "Optimum torque" [51]

Concernant les traitements de surface appliqués, pour les aciers carbone (faiblement alliés), on retrouve majoritairement des traitements de phosphatation (manganèse ou zinc) utilisés avec des graisses contenant des additifs solides. Pour les aciers inoxydables, un revêtement de cuivre est généralement utilisé, également couplé à une graisse de vissage. Récemment, des traitements de surface multicouches impliquant des revêtements métalliques et des peintures lubrifiantes sont utilisés avec l'avantage de ne pas nécessiter de graisse [51].

3.1.2. Traitements de phosphatation zinc/manganèse

Les traitements de phosphatation font partie des revêtements de conversions chimiques. La couche de phosphate est constituée de grains cristallins de phosphate ancrés à la surface de l'acier. Leur forme dépend du type de phosphate : la phosphatation zinc (Zn-P) présente des grains fins et allongés donnant au revêtement une structure lamellaire (Figure 1-15a) alors que la phosphatation manganèse (Mn-P) est constituée de grains prismatiques (Figure 1-15b). Les grains de Zn-P peuvent atteindre plusieurs centaines de micromètres de long, les grains de Mn-P sont beaucoup plus petits, de l'ordre de quelques dizaines de micromètres. Ces couches sont habituellement caractérisées par deux paramètres : le poids de couche (ou densité) et la taille des grains. Les couches étant très rugueuses, il est difficile de donner une épaisseur représentative, le poids de couche défini comme la masse de revêtement rapportée à une surface est donc un meilleur indicateur de la « quantité » de revêtement déposé. Les caractéristiques des couches de phosphate sont très dépendantes des paramètres de phosphatation (concentration des différents réactifs, température du bain) et de l'état de surface initiale de l'acier (propreté, rugosité, etc.) [54,55]. Il est commun d'ajouter une étape « d'activation » qui permet de déposer des sels de titane (par exemple) sur la surface et ainsi

créer des sites d'initiation pour les grains de phosphate. Ce procédé permet d'obtenir des couches plus denses et de mieux contrôler la taille de grain. Un traitement de sablage de la surface permet aussi d'obtenir des couches de meilleures qualités (le sablage ayant un double effet, faire un décapage contrôlé et augmenter la rugosité, propices à l'initiation et la croissance de grains de phosphate).

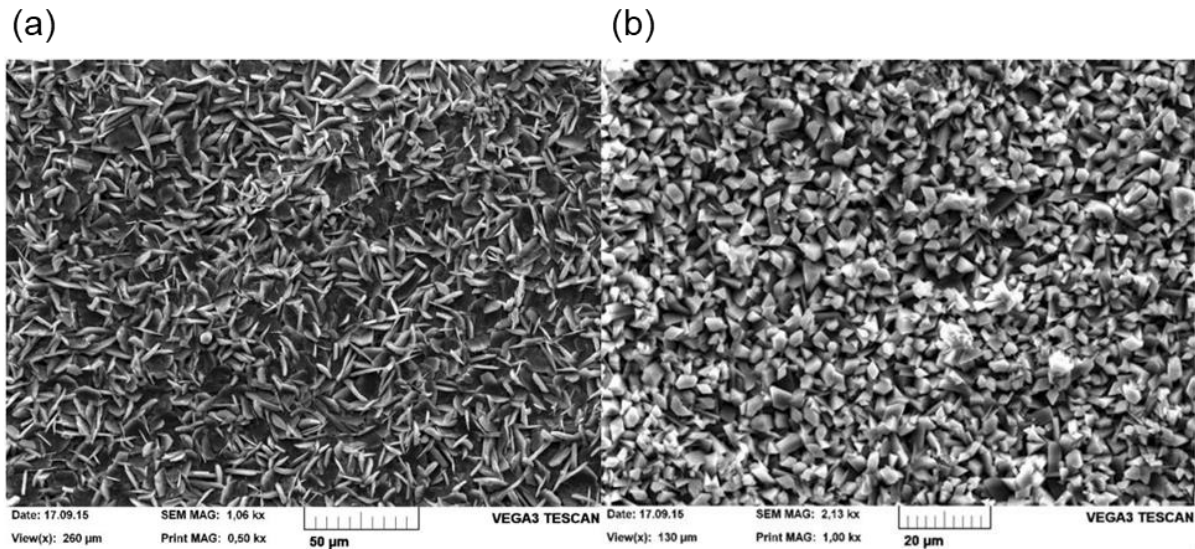


Figure 1-15 (a) Image MEB d'une couche de phosphate de zinc (Zn-P) [56], (b) Image MEB d'une couche de phosphate de manganèse (Mn-P) [56] (à noter la différence de grossissement)

La thèse portera sur l'étude d'un contact incluant le traitement de phosphate de manganèse sans sablage qui est le plus souvent utilisé dans les connexions T&C. La suite de cette partie présentera les résultats de la littérature concernant la couche du traitement Mn-P plus en détails que ceux concernant la couche du traitement Zn-P.

3.1.3. Graisses API

Les graisses sont composées principalement de trois éléments [57] : une huile lubrifiante, un épaississant et un ensemble d'additifs. L'huile additivée a pour rôle de réduire le frottement et l'usure dans l'interface. Elle peut être d'origine minérale ou synthétique (par exemple des silicones, des esters polyglycol ou des polyesters).

L'épaississant donne à la graisse sa structure physique et son comportement semi-solide. Il peut s'agir d'un savon métallique, d'un savon métallique complexe ou d'une argile par exemple. L'épaississant, en piégeant l'huile dans son réseau de particule (comme une éponge), permet de garder le lubrifiant dans le contact.

Des additifs de différentes natures sont ajoutés pour améliorer les performances de la graisse (usure, lubrification, anti-oxydant ou étanchéité) [58]. Des composés à base de phosphore ou de soufre sont très utilisés pour leur performance en extrême pression grâce à leur capacité à garder une interface à faible cisaillement en mode de lubrification limite ou mixte. Sont utilisés comme additifs anti-usure de l'acide stéarique, glycerol mono-oléate, du tricresol phosphate ou du zinc diakyl dithiophosphate (ZDDP). Ce dernier est très largement utilisé pour ses très bonnes performances anti-usure.

La graisse utilisée sur les connexions par l'ensemble des professionnels suit la norme API 5A3 [59]. Ses caractéristiques sont données par le Tableau 1-2. La graisse est appliquée sur

l'ensemble des surfaces PIN et BOX qui composent la connexion à l'aide d'une brosse spéciale. Son rôle principal est de permettre un glissement « facile » des surfaces entre elles et d'empêcher l'usure de la connexion. Elle doit alors supporter de très hautes pressions de contact (500-1500 MPa) ainsi que des températures élevées (environ 180°C). Le vissage des connexions s'effectue directement sur les plateformes pétrolières et, la cadence étant grande, l'application de la graisse doit être facile et rapide (Figure 1-16). Les graisses de vissage doivent alors répondre à des exigences de texture et « d'applicabilité ». La graisse est majoritairement caractérisée par sa consistance selon la note NLGI [60] et son point de goutte (température maximum à laquelle la graisse conserve sa structure).

Tableau 1-2 Caractéristiques physiques et chimiques des graisses de vissage selon la norme API 5A3 [59]

Propriété	Valeur attendue
Point de goutte, °C (°F)	138 (280) min.
Evaporation, % perte en fraction volumique 24 h at 100 °C (212 °F)	3,75 max.
Dégagement de gaz, cm ³ 120 h at 66 °C (151 °F)	20 max.
Séparation de l'huile, % fraction volumique 24 h at 100 °C (212 °F)	10,0 max.
Pénétration, mm × 10 ⁻¹ Agitation, 60 coups à 25 °C (77 °F)	± 15 max.
Densité massique, % variation	± 5,0 max.
Lessivage par eau, % perte en fraction massique 2 h à 66 °C (151 °F)	5,0 max.



Figure 1-16 Illustration d'une graisse appliquée à la brosse sur une connexion [61]

La graisse « API modified » est une graisse dont la proportion entre la graisse de base et les additifs solides est proposée par la norme API 5A3. Les éléments en présence sont présentés dans le Tableau 1-3. Les additifs utilisés sont majoritairement des particules métalliques (plomb, zinc, cuivre) et des particules de graphite amorphe. Le plomb contenu dans la graisse API modified est toxique pour les êtres vivants, ainsi l'utilisation de cette graisse est de plus en plus interdite au vu des enjeux environnementaux. Pour ces raisons, d'autres graisses formulées sans métaux lourds remplacent progressivement l'API modified. L'OCNS [62] affecte une couleur à chaque graisse du commerce qui renseigne sur l'écotoxicité de la graisse. L'API modified est classé « black » (noire), échelon correspondant à une très grande toxicité.

Tableau 1-3 Proportion des additifs solides dans les graisses "API Modified" [59]

Composant	Fraction massique
Total solides	64,0 ± 2,5
dont Graphite amorphe	18,0 ± 1,0
Poudre de plomb	30,5 ± 0,6
Poussière de zinc	12,2 ± 0,6
Flocon de cuivre	3,3 ± 0,3
Graisse de base	36,0 ± 2,5
Total	100,0

3.2. Méthodes d'étude existantes

3.2.1. Essais laboratoires

Les tests tribologiques utilisés par les différent-es auteur-ices de la littérature sont récapitulés dans la deuxième colonne du Tableau 1-4. La majeure partie des tests utilisés sont des essais billes/plan ou pion/disque sur des tribomètres de laboratoire.

La cinétique de glissement dans les connexions est particulière, il est alors nécessaire de soumettre les surfaces à des conditions similaires pour pouvoir observer les mêmes mécanismes qu'en condition réelle. Ertas *et al.* [63] ont développé un banc pin-and-box qui reproduit fidèlement les conditions de contact de la portée en connexion (Figure 1-17a). Deux échantillons cylindriques sont alignés suivant leur axe puis mis en contact rotatif, le bord des échantillons au niveau du contact est usiné pour obtenir un profil semblable à la zone portée dans les connexions. Ce banc de test permet d'étudier la résistance au grippage des matériaux ainsi que des analyses en coefficient de frottement [64,65]. Ernens *et al.* [56] présentent un montage assez similaire appelé « ring-on-ring », les échantillons cylindriques sont mis en contact au niveau de leur section normale à l'axe du cylindre (Figure 1-17b). Le montage dispose d'un capteur de couple. L'évolution du coefficient de frottement n'est cependant pas exploitée dans leurs publications car les données sont peu significatives.

Ainsi, si deux groupes de recherche [56,63] ont proposé des bancs d'essai dont les échantillons et les conditions de glissement sont représentatifs de la portée, l'instrumentation et l'exploitation des traces d'usure restent assez limitées par les niveaux de chargement élevés et la taille des surfaces.

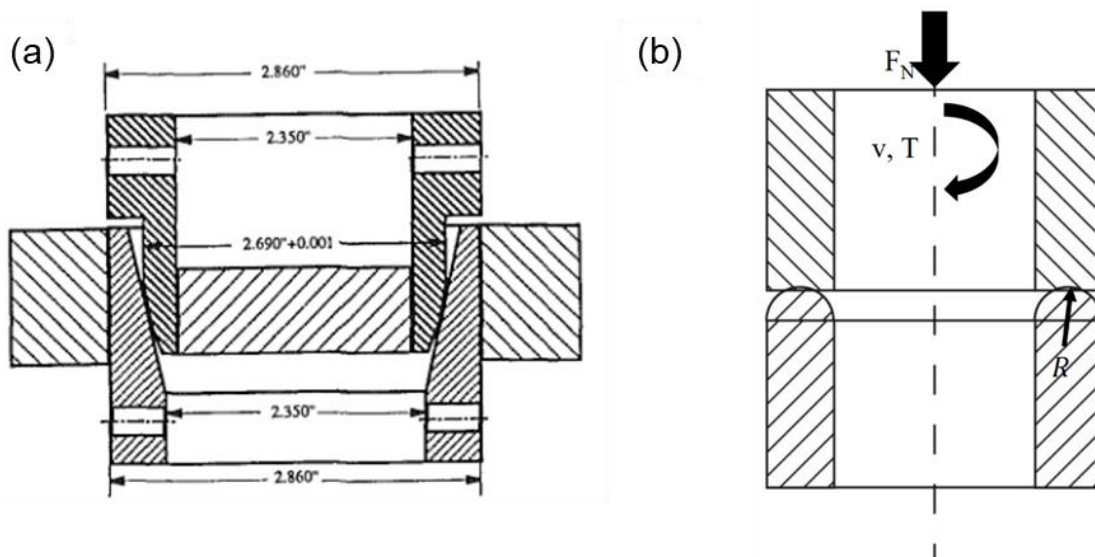


Figure 1-17 Schéma des bancs d'essai développés spécifiquement pour l'étude tribologique de la portée dans les connexions OCTG par (a) Ertas *et al.* [63] et (b) Ernens *et al.* [56]

3.2.2. Analyses des surfaces

Les différentes équipes de recherche se sont attelées à la caractérisation des surfaces avant et après essais. De manière générale, les surfaces sont analysées en utilisant un microscope optique ou digital, un profilomètre et un microscope à balayage électronique. Ces analyses permettent de décrire l'apparence, les dimensions et la morphologie des éléments de surface (traitement de surface, usure, tribofilms...). S'ajoutent parfois à cela des analyses EDX pour connaître la composition de la surface et la répartition des éléments dans la trace d'usure. Ernens *et al.*, Azhaarudeen *et al.* et Nevosad *et al.* ont fait des analyses plus fines de la surface en utilisant la diffraction des rayons X (DRX), l'usinage par faisceau d'ion focalisé (FIB) et la spectroscopie des photoélectrons (XPS). Les analyses DRX sont utilisées pour caractériser la structure et la cristallinité de la couche de phosphate de manganèse. La technique FIB permet d'obtenir des coupes transversales en surface des échantillons sans destruction des échantillons en extrême surface. Les analyses MEB de ces coupes donnent des indications sur l'épaisseur des films de surface et éventuellement la déformation du substrat proche surface. La spectroscopie XPS permet de connaître la composition chimique en extrême surface et éventuellement les liaisons chimiques entre les éléments. Ernens *et al.* ont également procédé à des essais de nano-indentation dans les tribofilms formés pour connaître la dureté des couches et faire le lien avec les conditions d'essais.

Tableau 1-4 Valeurs de coefficient de frottement présentes dans la littérature pour des interfaces impliquant de la phosphate de manganèse (Mn-P) ou zinc (Zn-P) et un lubrifiant (distinction faite entre huiles, graisses et API modified). Les valeurs sont comparables entre résultats d'une même équipe de recherche uniquement. *Les valeurs données par Ernens *et al.* sont les valeurs de coefficient maximum mesurées durant l'essai où du grippage a pu avoir lieu.

Auteur·ices	Type de tests	Revêtement	Lubrifiant	Coefficient de frottement
Perry et Eyre, 1997 [66]	Pointe sur disque, 3 m/s, 3,5-160 kg	- Mn-P	Huile Huile	0,08 0,05-0,07
Ilaiyavel <i>et al.</i> , 2012 [67]	Pointe sur disque, 350 mm/s, 10-60 N	Mn-P	-	0,3-0,5
Zhang et Li, 2016 [68]	Rotation disque/plan, 170- 470 mm/s, 3-8 MPa	- Mn-P	Huile Huile	0,2-0,4 0,1-0,2
Ernens <i>et al.</i> , 2017* [56]	Pointe sur disque, 0,25 mm/s, 1 GPa	-	API modified	0,12
		-	Autre	0,1-0,25
		-	-	1
		Mn-P	API modified	0,08
		Mn-P	-	0,75
Zn-P	API modified	0,11		
Zn-P	-	0,7		
Azhaarudeen <i>et al.</i> , 2018 [69]	Bille/plan, 50 mm/s, 750- 2000 MPa	-	-	0,3-0,6
		Mn-P	-	0,2-0,7
Nevosad <i>et al.</i> , 2020 [70]	Bille/plan, 50 mm/s, 750- 2000 MPa	Acier	-	0,5-0,7
		Acier	API modified	0,1
		Mn-P	-	0,2-0,3
		Mn-P	API modified	0,1-0,15
Podgornik <i>et al.</i> , 2020 [71]	Pointe sur disque, 3 m/s, 3,5-160 kg	-	-	0,12-0,16
		Mn-P	-	0,11-0,14
Zang <i>et al.</i> , 2020 [72]	Cylindres croisés, 10 mm/s, 200- 1500 N	- Mn-P	Huile Huile	0,13-0,14 0,11-0,14

3.3. Résultats majeurs

3.3.1. Frottement et usure

Les traitements de phosphatation permettent de retarder l'usure par différents mécanismes dépendant notamment de la présence ou non de graisse [56,66–73].

Réduction du frottement et de l'usure

La présence de revêtement Mn-P ou Zn-P et/ou de graisse permet de réduire drastiquement le coefficient de frottement entre les aciers en contact. Le Tableau 1-4 résume les COF mesurés par différents auteur·ices (les données sont soit exprimées dans le texte soit obtenues par lecture graphique). Le phosphate de manganèse à sec permet de réduire le frottement d'au moins 15% [56,69–71]. Il est parfois fait la distinction entre les revêtements

de phosphate présentant une grande taille de grain (autour de 10 μm) ou des petits grains (en dessous de 5 μm). Celles des petits grains présentent un coefficient de frottement plus bas [66]. Le phosphate de zinc à sec présente des coefficients de frottement relativement similaires au phosphate de manganèse [56]. En présence de lubrifiant, le COF atteint des niveaux très bas, entre 0.05 et 0.15 [56,66,68,70,72]. La graisse API modified utilisée dans un contact acier-acier sans revêtement donne des valeurs de coefficient de frottement autour de 0,12 [56,70]. Dans le cas du phosphate de manganèse en frottement sec ou lubrifié, le coefficient de frottement baisse avec l'augmentation de la force normale [67,70–72]. Après une phase de rodage (« running-in »), les traitements de phosphatation permettent de réduire sensiblement l'usure [68,69,72]. La présence de phosphate de manganèse permet aussi d'augmenter le seuil de pression pour lequel le régime d'usure devient sévère. Grâce à des essais à palier de charge (l'effort normal est augmenté au fur et à mesure de l'essai), Zang *et al.* observent une augmentation de 37% de la charge critique à laquelle dérive le coefficient de frottement (Figure 1-18), Perry et Eyre 25% d'augmentation de la charge à la transition d'usure modérée à sévère [66,72].

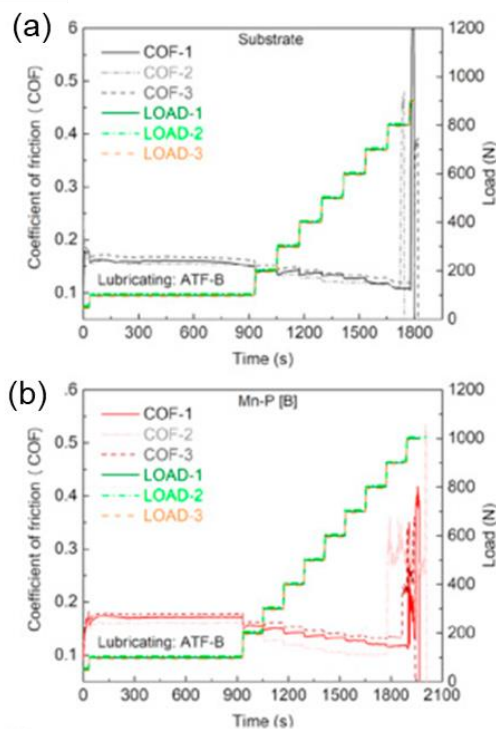


Figure 1-18 Courbes de coefficient de frottement en fonction du temps pour un essai (pointe sur disque) à paliers de charge avec lubrification à huile de transmission automobile pour (a) un contact acier-acier et (b) un contact acier – phosphate de manganèse [72]

3.3.2. Mécanisme d'usure de la couche de phosphate de manganèse

Comportement de la Mn-P en frottement sec

Après une période d'accommodation, une surface lisse et compacte est généralement observée dans la trace frottée de l'échantillon revêtu de phosphate de manganèse [69,71,73]. L'obtention de cette surface lisse est expliquée par Nevosad *et al.* [73] : sous des conditions de pression suffisamment élevées, le sommet des grains de phosphate de manganèse casse et les particules résultantes sont piégées dans les porosités du revêtement. Le reste des grains

et les particules d'usure se compactent ensuite sous l'effet de la pression et du cisaillement. En comparant avec un contact non revêtu, une diminution ou une disparition du risque de grippage est observée [69,71]. Selon Azhaarudeen *et al.* [69], la couche de phosphate permet une meilleure résistance à l'extension des déformations plastiques. Podgornik *et al.* confèrent des propriétés antiadhésives à cette couche de Mn-P lissée grâce au fait qu'elle fasse écran entre les deux surfaces métalliques empêchant l'adhésion et/ou le grippage. Ernens *et al.* ont étudié la trace de frottement sur le contre-corps non revêtu, des transferts de grains ou morceaux de grains de Mn-P sont observés [74]. Ces observations ont aussi été faites par Podgornik *et al.* Selon la rugosité du contre-corps, des particules de Mn-P peuvent être piégées dans les rainures de la surface non traitée et participer à la réduction de l'usure et au retardement de l'usure sévère [71]. En augmentant la distance de glissement ou la pression de contact, Azhaarudeen *et al.* observent que la couche de phosphate compactée craquelle et se détache en écaille [69].

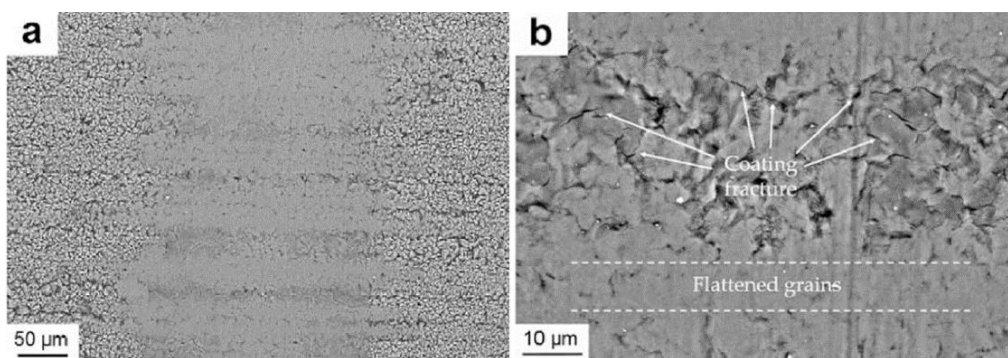


Figure 1-19 Observation MEB d'une trace de frottement sur du phosphate de manganèse (a) vue générale, (b) vue détaillée [69]

Comportement de la Mn-P en frottement lubrifié

En présence de lubrifiant (huile ou graisse) sans additif solide, la trace de frottement est composée du revêtement Mn-P avec par-dessus, d'un film composé de la couche de phosphate et du lubrifiant et de quelques zones avec débris d'usure oxydés. D'après les auteurs, le film formé en surface de la phosphate permet un coefficient de frottement faible et stable et une bonne résistance à l'usure. Zhang *et al.* trouvent que le tribofilm comporte du phosphate provenant du revêtement. Ernens *et al.* observent également la formation d'un tribofilm sur contre-corps non revêtu sur des essais sphère/plan. Il est constitué du lubrifiant et de phosphate de manganèse comme le suggèrent les analyses XPS (Figure 1-20b). Sa composition est homogène dans toute son épaisseur. Des analyses par diffraction de rayon X sur le tribofilm transféré montre qu'il est amorphe. Son épaisseur croît en début d'essai puis se stabilise aux alentours de 600-700 nm indépendamment du type d'huile lubrifiante utilisée (Figure 1-20a). Ernens *et al.* expliquent la formation de ce tribofilm de la manière suivante : des grains de Mn-P cassent et les particules résultantes sont dispersées dans l'huile. Les particules se déforment dans le contact et s'adsorbent à la surface métallique, formant ainsi le tribofilm.

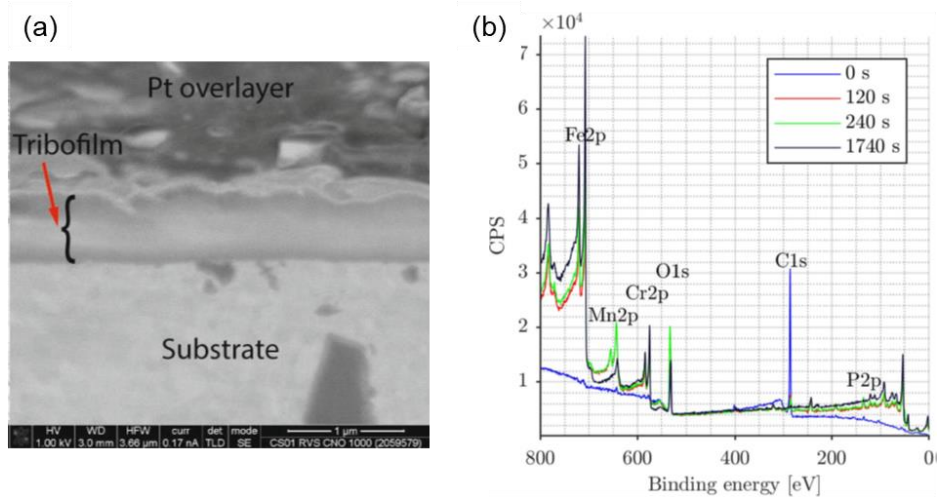


Figure 1-20 Caractéristiques du tribofilm formé sur le contre-corps non-revêtu (a) coupe FIB, (b) spectre XPS pendant attaque ionique [74]

Dans le cas de la graisse API modified contenant des additifs solides, Nevosad *et al.* observent une couche supplémentaire au-dessus de la couche de phosphate composée des additifs solides. Cette couche est imprégnée dans la surface de Mn-P et agit comme un troisième corps selon Nevosad *et al.* Les performances en usure et en frottement ne sont pas changées par la présence ou non d'additifs solides sauf en extrême pression. En extrême pression, les additifs solides présentent de meilleures performances grâce à la couche protectrice formée selon Nevosad *et al.*

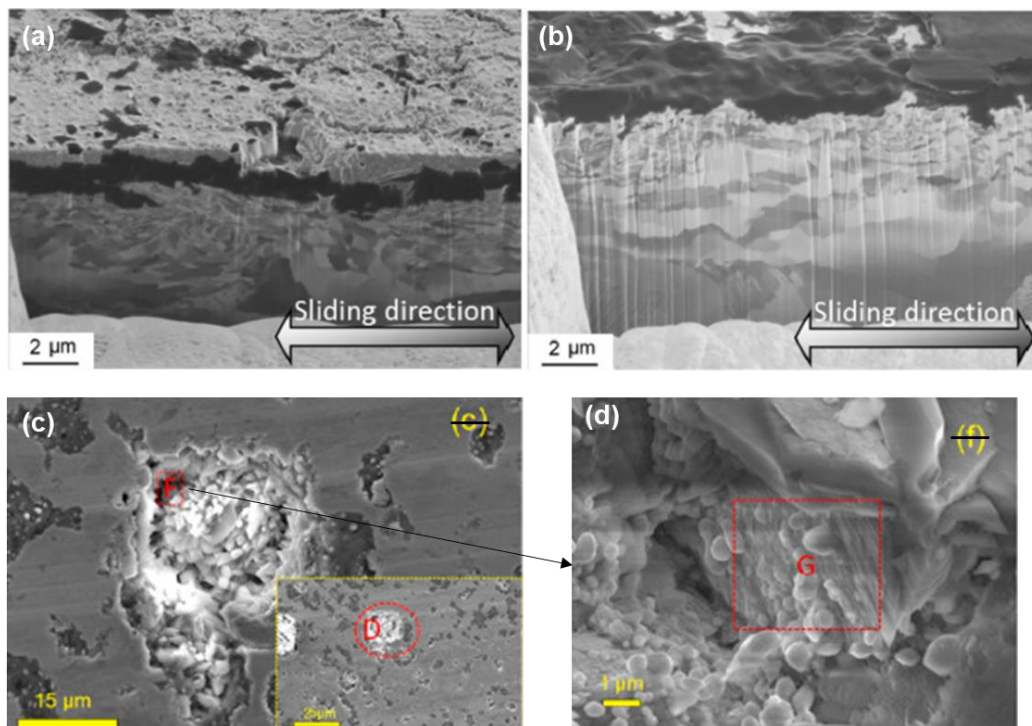


Figure 1-21 (a) Coupe FIB surface frottée revêtue Mn-P avec API modified : en gris clair le tribofilm imprégné de particules solides, en gris foncé le reste de phosphate de manganèse et sur la moitié basse de l'image, l'acier déformé [70], (b) coupe FIB surface frottée revêtue Mn-P avec graisse sans additifs solides, en gris foncé la couche de Mn-P lissée et imprégnée de lubrifiant et sur la moitié

basse de l'image, l'acier déformé [70] (c) Mn-P frotté avec "réservoir de lubrifiant" [72], (d) détail sur le "réservoir de lubrifiant"

Dans chaque cas, des meilleures performances en frottement et en usure sont apportées par le revêtement de phosphate de manganèse par rapport au contact non-revêtu lubrifié. Trois explications peuvent être trouvées dans la littérature :

- (1) La couche de phosphate de manganèse, par sa morphologie, agit comme un réservoir de lubrifiant ;
- (2) Dans le cas d'une interface asymétrique Mn-P/acier, le contact lisse versus rugueux et la différence de nature des surfaces minimise l'adhésion ;
- (3) La capacité du duo Mn-P/lubrifiant à former un tribofilm sur le contre-corps non revêtu est une barrière supplémentaire à l'adhésion.

Le mécanisme d'usure du traitement de phosphatation en contact glissant lubrifié est résumé par Ernens (Figure 1-22). La couche de phosphate casse au niveau des sommets, les débris se mélangent au lubrifiant et forment un tribofilm à la surface du traitement. La couche protectrice et le tribofilm sont progressivement éliminés du contact laissant localement le contact métal-métal possible. C'est dans cette dernière étape que le grippage peut apparaître.

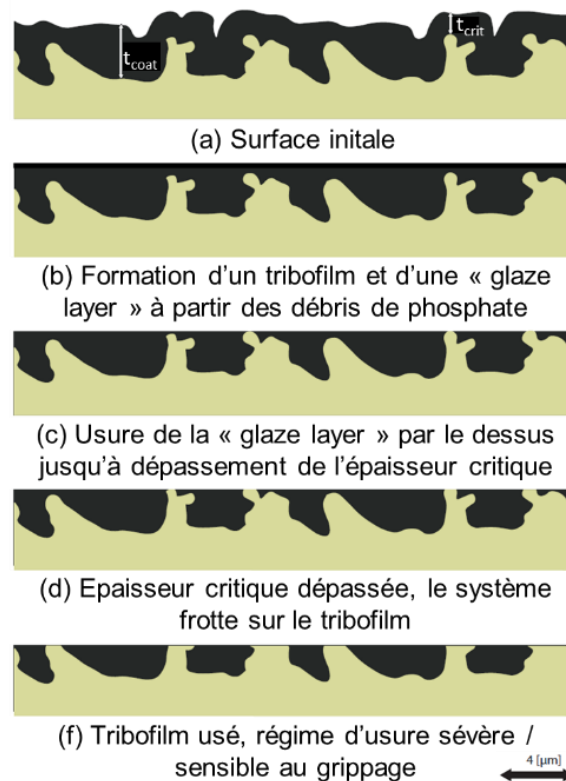


Figure 1-22 Mécanisme d'usure du traitement de phosphatation en contact lubrifié par Ernens [56]

Le grippage apparaît dans un système acier-phosphate-graisse usé. Pour lutter contre l'apparition du grippage, une compréhension précise de tous les éléments du tribosystème est nécessaire. Cela demande une bonne compréhension de l'évolution du matériau interfacial au cours de l'essai en termes de composition chimique, de structure et de propriétés mécaniques.

Jusqu'à présent, les travaux ont majoritairement porté sur le comportement de la couche de phosphate de manganèse à sec ou avec une huile de base. Certaines équipes ont travaillé avec des graisses additivées, dont la graisse API modified. Il a été montré que les additifs jouent un grand rôle dans la formation de couche protectrice, leur interaction avec la couche de phosphate de manganèse reste encore à éclaircir. La majeure partie des résultats a été obtenue avec des tribomètres sphère/plan ou pointe-sur-disque avec soit le plan, soit le pion revêtu, et parfois les deux. Par la suite, seule la trace d'usure sur le plan, qu'il ait été préalablement revêtu ou non, a été analysée. La création d'un tribofilm sur la surface a systématiquement été observée. Il serait intéressant d'analyser les deux surfaces pour connaître l'interface entièrement, les éventuelles variations entre les tribofilms selon leur surface d'attache et l'impact de la présence de la couche de phosphate de manganèse sur le tribofilm formé dessus. Aussi, si les essais ont parfois été menés jusqu'à apparition de grippage dans l'interface, son apparition est peu étudiée. De même, aucun critère n'a été proposé pour la prédiction ou la détection du grippage.

4. Conclusions et positionnement de la thèse

Le grippage est un phénomène d'usure adhésive sévère entre deux surfaces en contact et ayant un mouvement relatif. Il est caractérisé par une augmentation de la force de frottement et de la rugosité des surfaces. Son apparition et sa sévérité dépendent de nombreux paramètres : la pression, la vitesse/distance de glissement, la lubrification, les états/traitements de surface, la nature et les propriétés mécaniques des matériaux, etc.

Dans le domaine pétrolier, pour construire les puits de pétrole, différents tubes sont utilisés vissés les uns aux autres pour former de longues colonnes. Au sein des connexions tubulaires, de fortes pressions de contact sont appliquées alors que les surfaces glissent l'une par rapport à l'autre du fait du vissage. Des traitements de phosphatation (manganèse et zinc) sur les aciers et des graisses contenant des additifs solides sont appliqués sur les surfaces pour les préserver. Dans certains cas, les sollicitations sévères peuvent endommager les traitements de surface mener à l'initiation de grippage dans l'interface.

Ces travaux de thèse ont pour premier objectif de proposer une démarche expérimentale permettant de tester la résistance face au grippage d'une interface dans des conditions représentatives des conditions de chargement et de glissement à la portée des connexions. Pour ce faire, il est nécessaire d'étudier les conditions de frottement subies à la portée. Il faut ensuite mettre au point une démarche expérimentale complète : banc de test, conception des échantillons, protocole d'essai, analyses des surfaces et post-traitement des résultats. Le deuxième objectif est d'étudier le comportement et la résistance face au grippage d'un contact acier – phosphate de manganèse graissé. Deux graisses seront étudiées, la première est l'API modified car elle est historiquement et massivement utilisée dans l'industrie. Les graisses au plomb sont cependant vouées à ne plus être utilisées en raison de leur toxicité pour l'environnement. La deuxième graisse étudiée est alors sans métaux lourds et a un impact environnemental moindre. Pour comparer ces deux graisses, il est nécessaire d'établir leur scénario d'endommagement, permettant ainsi de comprendre leurs performances. Les connexions n'étant pas uniformes, les conditions de glissement peuvent aussi varier. Leur influence sur le comportement de l'interface phosphatée et graissée doit alors être étudiée. Les quatre prochains chapitres présenteront les travaux effectués pour répondre aux objectifs de la thèse.

Le chapitre 2 expose les différentes techniques d'analyse de surface utilisées pour caractériser les traces d'usure dans la suite de la thèse. Pour connaître l'état de l'interface avant frottement, ce chapitre présente également les caractéristiques des matériaux étudiés : l'acier, la couche de phosphate de manganèse et les deux graisses de vissage.

Le chapitre 3 a pour objectif de proposer une démarche expérimentale représentative pour tester les tribo-systèmes de la thèse. D'abord, la géométrie du contact et les conditions de chargement et de glissement présentes à la portée sont étudiées. Ensuite, un essai à échelle laboratoire et un critère de grippage associé sont mis en place.

Le chapitre 4 présente les résultats des tests de grippage dans les cas où l'interface est graissée à l'aide de la graisse API modifiée et à l'aide de la graisse sans plomb. L'objectif du chapitre est d'établir le scénario d'endommagement dans le cas de chaque graisse et de comparer leurs performances. Ces scénarios sont établis à partir de l'analyse de l'évolution des traces d'usure au cours de l'essai.

Le chapitre 5 a pour objectif d'explorer l'influence des conditions d'essai sur le scénario d'endommagement étant donné l'éventail de conditions de chargement et de glissement retrouvé en connexion OCTG.

Chapitre 2 : Matériaux et techniques d'analyse de surface

Ce chapitre présente les techniques d'analyses de surface utilisées lors de cette étude ainsi que les résultats des caractérisations des matériaux étudiés. Dans la première partie, le protocole de préparation des échantillons et les techniques de caractérisations morphologiques et physico-chimiques sont présentées. La seconde partie présente les résultats des caractérisations concernant l'acier, la couche de phosphate de manganèse et les graisses étudiées.

1. ANALYSES DES SURFACES	48
1.1. Préparation des échantillons	48
1.1.1. Nettoyage des échantillons post-mortem.....	48
1.1.2. Préparation des lames FIB.....	48
1.1.3. Collecte des débris d'usure	48
1.2. Morphologie des surfaces	49
1.2.1. Optique	49
1.2.2. Profilomètre	49
1.2.3. Microscope Electronique à Balayage (MEB).....	49
1.3. Composition et structure des surfaces	50
1.3.1. Spectroscopie de rayon X à dispersion d'énergie (EDX).....	50
1.3.2. Spectroscopie de photoélectrons (XPS)	51
1.3.3. Microscope électronique en transmission (MET)	51
2. MATERIAUX ETUDIES	52
2.1. Acier	52
2.2. Traitement de phosphate de manganèse	53
2.3. Graisses	56
2.3.1. Rhéologie	56
2.3.2. Additifs solides	57
3. CONCLUSION	58

1. Analyses des surfaces

1.1. Préparation des échantillons

Différents outils d'analyses de surface, présentés dans la suite de cette partie, sont utilisés pour caractériser les matériaux avant et après le test de frottement. Concernant les traces d'usure, les surfaces sont préalablement nettoyées pour éliminer les résidus de graisses, les particules d'usure, les poussières et les contaminations.

1.1.1. Nettoyage des échantillons post-mortem

Après l'essai de frottement, le protocole suivant est alors appliqué sur les échantillons à analyser :

- Essuyage grossier de la surface à l'aide d'un papier imbibé d'heptane
- Passage pendant 10 minutes au bain ultrason immergé dans l'heptane pur
- Séchage de l'échantillon à l'air libre
- Passage pendant 10 minutes au bain ultrason immergé dans l'isopropanol pur
- Séchage de l'échantillon à l'air libre
- Emballage de l'échantillon dans du papier aluminium pour protéger les surfaces de la poussière.

1.1.2. Préparation des lames FIB

Afin d'observer les surfaces de manière transversale au Microscope Electronique à Transmission (MET), des lames minces ont été réalisées par usinage ionique FIB (Focused Ion Beam – faisceau d'ions focalisés) sur certains échantillons d'intérêt. Ce procédé permet l'obtention d'une lame de quelques microns de côté et de l'ordre d'une centaine de nanomètres d'épaisseur (Figure 2-1).

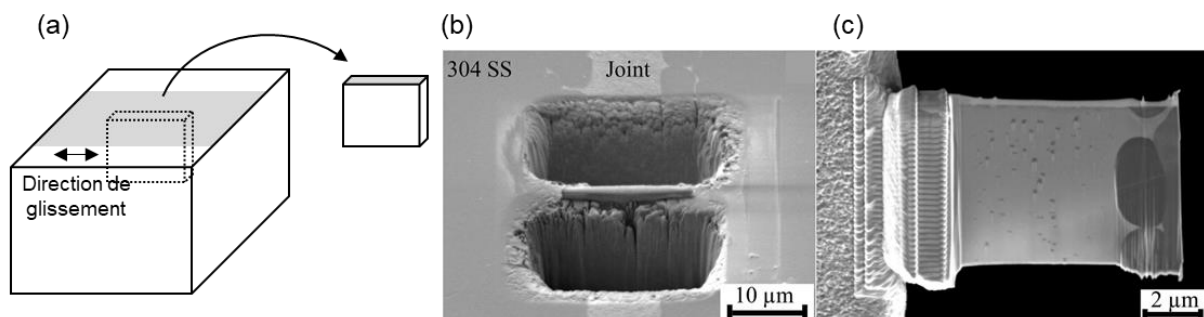


Figure 2-1 (a) Schéma d'extraction d'une lame, (b) position de la lame FIB prélevée, (c) lame FIB extraite (images Li et al. [75])

1.1.3. Collecte des débris d'usure

Afin d'observer et analyser les débris d'usure au Microscope Electronique à Balayage (MEB) ou au MET, les débris sont collectés avec la procédure suivante :

- Pose d'une grille de microscopie graphite-cuivre côté graphite sur la trace d'usure ;
- Dépose d'une goutte d'heptane par-dessus la grille ;
- Attente jusqu'à évaporation totale de l'heptane ;
- Immersion totale de la grille dans l'heptane pendant une heure ;
- Pose de la grille sur un disque absorbant côté cuivre jusqu'à évaporation totale de l'heptane ;
- Les deux étapes précédentes sont répétées trois fois.

Au cours de cette procédure, les débris se déposent sur le côté composé de graphite de la grille de microscopie.

1.2. Morphologie des surfaces

1.2.1. Optique

Les observations optiques (comme celle de la Figure 2-4a) sont réalisées à l'aide du microscope numérique KEYENCE VHX-7100 [76]. Ce microscope est équipé de différents objectifs permettant un grossissement de x 20 à x 6 000 et est équipée d'une caméra haute résolution.

1.2.2. Profilomètre

La topographie des surfaces est obtenue grâce au mode de mesure VSI (Vertical Scanning Interferometry) de l'interféromètre Wyko NT9800/9300 [77]. La mesure se base sur le principe d'interférence d'ondes lumineuses. Les mesures ont été obtenues en utilisant la lumière verte ($\lambda_{\text{vert}} = 570 \text{ nm}$) et l'objectif x5, la résolution verticale est de $\lambda_{\text{vert}}/4 = 142,5 \text{ nm}$ et la résolution latérale de l'ordre du micron. Des exemples de cartographie sont illustrés Figure 2-2a et Figure 2-4b.

A partir de la cartographie d'une trace d'usure (Figure 2-2a), il est possible d'extraire un profil d'usure (Figure 2-2b). Le profil d'usure est obtenu perpendiculairement à la direction de glissement. Dans la suite de cette thèse, le volume d'usure négatif sera déterminé à partir du profil des traces d'usure. Il est obtenu en calculant l'aire entre le profil non usé et le profil usé comme illustré Figure 2-2b. Cette démarche est répétée pour deux autres profils prélevés dans la même trace d'usure. La moyenne des aires obtenues est multipliée par la longueur centrale de la trace pour obtenir le volume d'usure total. Dans certaines situations, l'abaissement du profil dans la zone de frottement est liée en partie à une déformation plastique en sous-couche (à l'image d'un poinçon). Également, il est possible qu'il y ait la présence de transferts, on parle d'usure « plastique » associée à l'ajout de matière sur la surface frottée. Le volume d'usure négatif calculé est donc une combinaison de tous ces phénomènes sans discrimination.

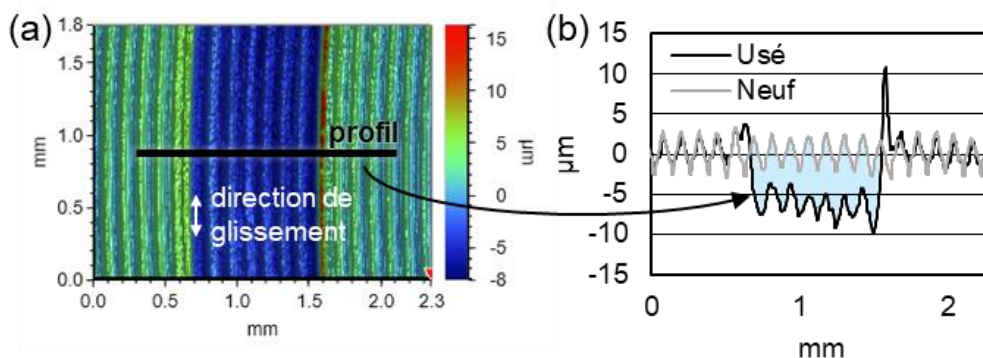


Figure 2-2 (a) Cartographie d'une trace d'usure au profilomètre, (b) extraction du profil d'usure et comparaison au profil de l'échantillon neuf pour le calcul du volume usé (zone bleu clair)

1.2.3. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Le principe de fonctionnement d'un MEB est illustré Figure 2-4. Le faisceau d'électron balaye la surface de l'échantillon. L'interaction électron-matière génère l'émission d'électrons secondaires, d'électrons rétrodiffusés et de photons X. Un détecteur d'électrons secondaires permet de construire une image de la topographie de la surface. On obtient alors une image en nuances de gris comme sur la Figure 2-4. L'équipement utilisé ici est un MEB TESCAN Mira 3

FEG [78]. L'imagerie MEB permet des grossissements jusqu'à x100 000 avec une résolution spatiale de l'ordre de quelques nanomètres. Les images MEB de cette étude ont été obtenues avec une tension d'accélération entre 5 keV et 10 keV, un courant d'une intensité de 8 μA et un grossissement entre x 150 et x 10 000.

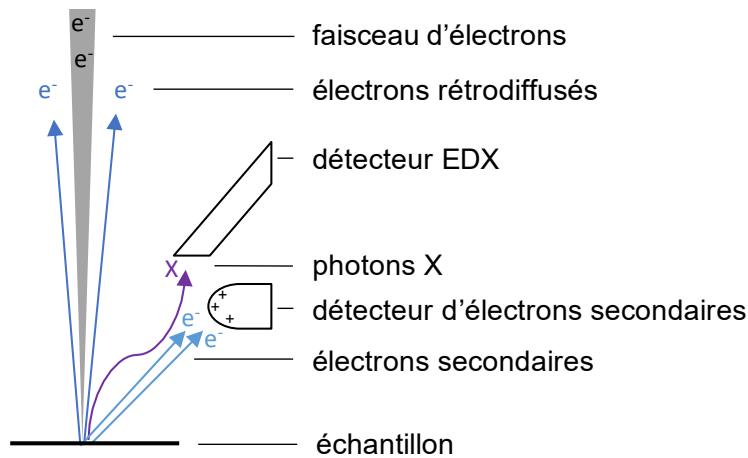


Figure 2-3 Principe de fonctionnement de l'imagerie MEB et l'analyse EDX (schéma inspiré de [79])

1.3. Composition et structure des surfaces

1.3.1. Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDX)

L'analyse EDX (Energy Dispersive X-ray spectroscopy) se fait dans la même enceinte que le MEB grâce à un détecteur de rayons X (ici le XMAX^N 80 de Oxford Instruments [80]). Celui-ci permet d'obtenir un spectre en fonction de l'énergie des photons émis par l'interaction entre la surface et le faisceau d'électron incident (Figure 2-3). L'énergie des photons émis est caractéristique des atomes émetteurs, ce qui permet de connaître la composition élémentaire en surface (jusqu'à 10 μm de profondeur). Il est possible alors de construire une cartographie des éléments en présence comme illustré Figure 2-4. Les analyses EDX de cette étude ont été obtenues avec une tension d'accélération de 20 keV, un courant d'une intensité entre 13 μA et 16 μA pour un grossissement variant entre x150 et x10 000.

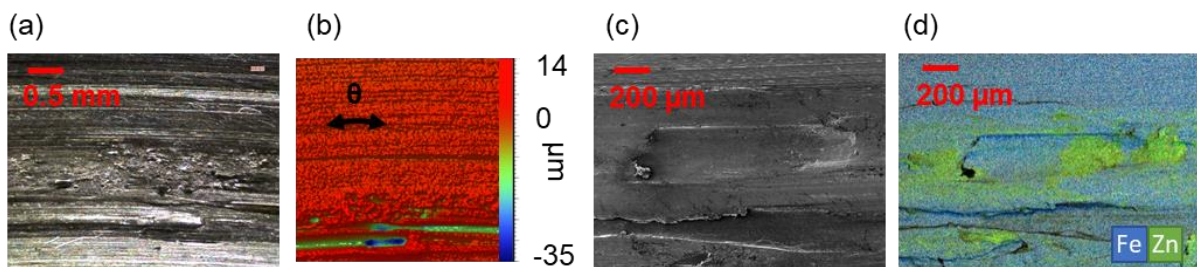


Figure 2-4 Caractérisation d'une surface usée [45] à l'aide (a) du microscope optique, (b) du profilomètre, (c) du MEB et (d) de l'EDX [45]

1.3.2. Spectroscopie de photoélectrons (XPS)

La spectrométrie des photoélectrons à rayons X est une technique d'analyse d'extrême surface (quelques nanomètres sondés). Le schéma de principe d'un appareil XPS est présenté sur la Figure 2-5. Un rayonnement X monochromatique d'énergie $h\nu$ irradie la zone d'analyse permettant l'émission de photoélectrons dont l'énergie de liaison est inférieure à $h\nu$. L'énergie cinétique de ces électrons est alors $E_{\text{cinétique}} = h\nu - E_{\text{liaison}} + \phi_{\text{sp}}$ (ϕ_{sp} étant le travail de sortie du spectromètre) [81]. Le détecteur mesure l'énergie cinétique des photoélectrons permettant de remonter à leur énergie de liaison initiale. La lecture des spectres XPS permet alors d'identifier la nature des éléments en présence, ainsi que possiblement la nature des liaisons entre eux et leurs proportions relatives. Le dispositif utilisé lors de cette thèse est le spectromètre PHI Versaprobe III [82] équipé d'une source de rayons X monochromatique $\text{AlK}\alpha$ (1486.6 eV). La taille de spot utilisé est de 200 μm . Un système de compensation de charge est utilisé. Une correction de charge supplémentaire est appliquée en fixant le pic C1s (liaison C-C) à 284,8 eV. Les spectres de survol ont été enregistrés avec une énergie de passage de 224 eV dans la gamme 0 – 1100 eV. Les spectres de haute résolution sont obtenus avec une énergie de passage de 13 eV sur un intervalle de balayage de 20 eV. Les pics sont dépouillés en utilisant une ligne de base de type Shirley et la quantification est faite en utilisant les facteurs de sensibilité de la référence [83]. Tous les spectres ont été dépouillés avec le logiciel CasaXPS.

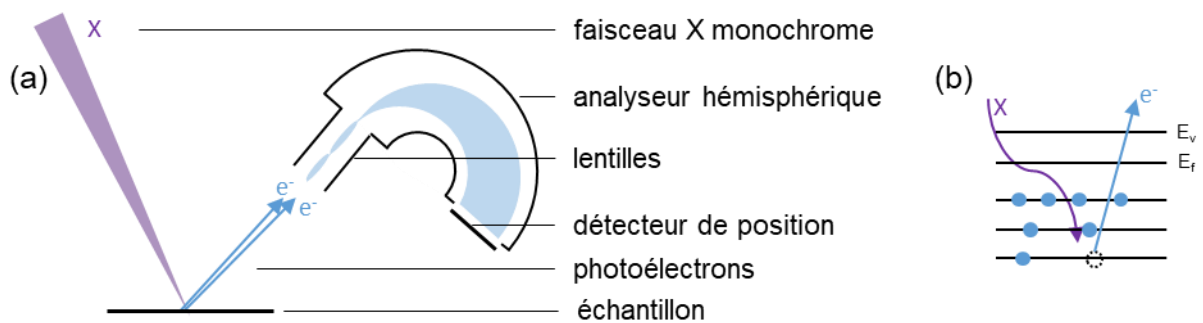


Figure 2-5 (a) Principe de fonctionnement de la spectroscopie XPS, (b) illustration de l'éjection d'un électron de cœur par rayon X (schéma inspiré de [84])

1.3.3. Microscopie électronique en transmission (MET)

La microscopie électronique en transmission s'utilise sur des échantillons très minces (moins de 100 nm d'épaisseur) afin que le faisceau d'électrons puisse traverser la matière. Cette technique donne des informations sur la morphologie et la cristallinité des échantillons avec une résolution allant jusqu'au dixième de nanomètre et des grossissements jusqu'à un million. L'échantillon est placé sous un faisceau d'électrons, le faisceau transmis passe alors par un enchaînement de diaphragmes et de lentilles permettant d'obtenir une image agrandie de la zone observée (exemple Figure 2-6a). Si l'échantillon est cristallin, une partie du faisceau est diffracté selon la loi de Bragg, il est alors possible d'obtenir des clichés de diffraction (exemples Figure 2-6b, c et d). L'équipement utilisé ici est un MET JEOL 2100F [85], il dispose également d'un détecteur permettant l'analyse chimique par EDX.

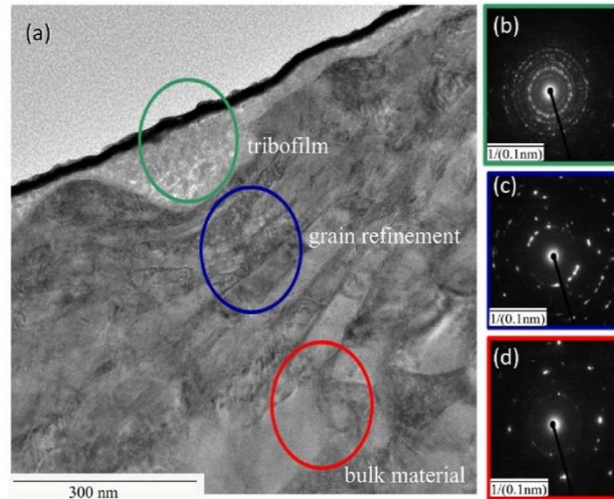


Figure 2-6 (a) Image MET d'une lame FIB d'une surface usée, clichés de diffraction de la zone (b) « tribofilm », (c) « grain refinement », (d) « bulk material » (image Miranda-Medina *et al.* [86])

2. Matériaux étudiés

Le tribo-système étudié dans ce travail de thèse (voir Chapitre 1) est composé de deux corps en acier carbone comme utilisé dans les connexions OCTG. Une des surfaces est traitée avec une couche de phosphate de manganèse. Enfin, une graisse de vissage est ajoutée pour lubrifier l'interface. Ici, deux graisses de vissage utilisées dans le milieu OCTG sont étudiées.

2.1. Acier

L'acier utilisé pour les échantillons est un acier carbone d'appellation L80 selon la norme API 5CT [52] qui liste les différents matériaux utilisés dans la fabrication de tubes OCTG. La matière a été fournie par Vallourec. La composition de l'acier L80 est présentée dans le Tableau 2-1. L'acier a subi un traitement thermique consistant en une austénitisation, une trempe à l'eau et un revenu. La Figure 2-7 montre les courbes de traction résultantes de différents prélèvements dans la matière utilisée et une photographie de la microstructure obtenue après polissage et attaque chimique. La microstructure de l'acier est celle de la martensite revenue composée de ferrite et de cémentite. La limite d'élasticité est de 570 MPa et la dureté de 322 ± 16 HV (mesurée par micro-dureté Vickers avec une force de 20 mN).

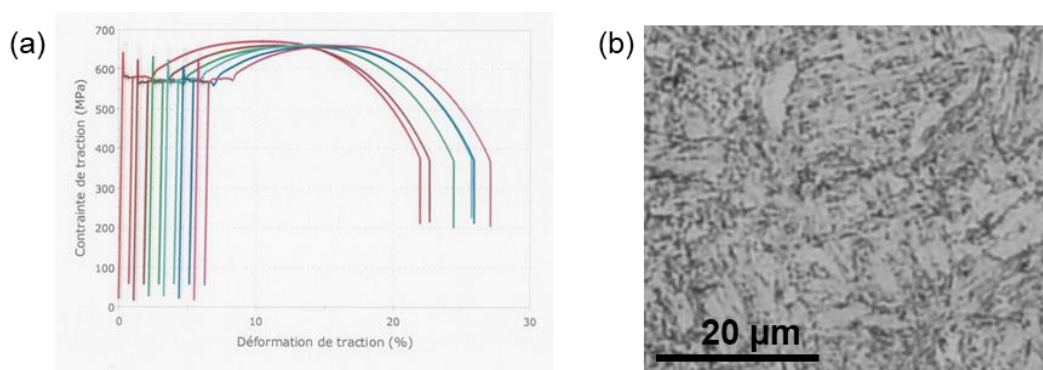


Figure 2-7 (a) Courbe de traction sur différentes éprouvettes prélevées dans la matière première (un offset sur l'axe des abscisses est ajouté pour chaque courbe pour plus de visibilité), (b) microstructure obtenue après traitement thermique

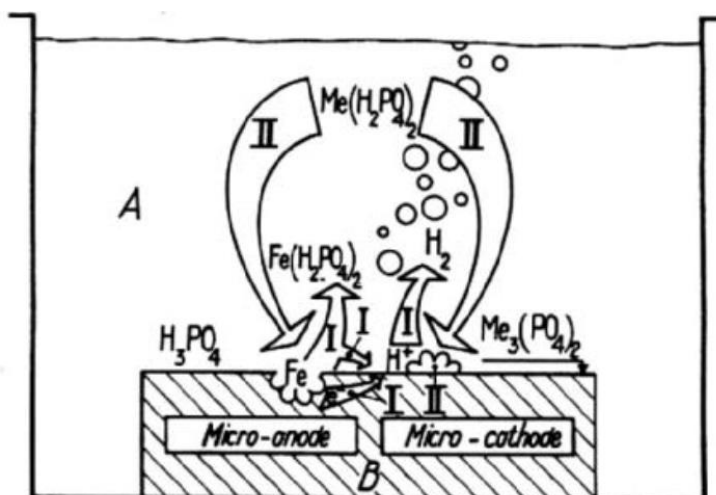
Tableau 2-1 Composition de l'acier en fraction massique

	C	Mn	Ni	Cu	P	S	Si
% max	0,43	1,90	0,25	0,35	0,030	0,030	0,45

2.2. Traitement de phosphate de manganèse

Le contact étudié dans la thèse est celui d'une surface avec traitement de phosphate de manganèse et d'une surface avec l'acier à nu.

Les couches de phosphate de manganèse sont obtenues par attaque chimique de la surface (Figure 2-8a) dans un milieu maîtrisé oxydant avec complexes. Les pièces sont plongées dans un bain de phosphatation : une solution aqueuse très diluée contenant de l'acide phosphorique H_3PO_4 et un phosphate primaire $Me(H_2PO_4)_2$ d'un métal divalent (ici Mn^{2+}) ainsi que des accélérateurs et catalyseurs. La phosphatation se déroule en deux étapes principales : la surface de l'acier est attaquée par l'acide H_3PO_4 , un phosphate ferreux soluble ($Fe(H_2PO_4)_2$) est formé et un dégagement d'hydrogène se produit. Le phosphate ferreux est précipité par l'action des accélérateurs en $FePO_4$ insoluble dans la solution. Le pH de la surface métallique augmente provoquant la précipitation des cristaux de phosphate du type $Me_3(PO_4)_2$ à la surface de l'acier [87].



A bain de phosphatation
B surface du métal (acier ou fonte)

Figure 2-8 Illustration du processus de phosphatation issue de la référence [87]

Les échantillons nécessitant le traitement de phosphate de manganèse sont traités par Vallourec selon le protocole interne d'application de la phosphate de manganèse (Mn-P) standard pour les connexions. La couche de phosphate de manganèse est obtenue en immergeant successivement les échantillons dans différents bains. Le détail des différentes étapes est présenté dans le Tableau 2-2. Les échantillons sont d'abord nettoyés pour garantir une bonne qualité de traitement. Une étape d'affinage est appliquée avant le traitement de phosphatation en lui-même. Elle consiste à créer des sites d'initiation à la surface de l'acier pour la croissance des grains de phosphate. Cette étape permet d'obtenir une couche de Mn-P plus homogène avec des grains plus petits.

Tableau 2-2 Protocole de traitement des échantillons pour obtenir une couche de phosphate de manganèse sur les surfaces (les étapes sont ordonnées du haut vers le bas)

	Produit(s) contenu(s) dans le bain	Température
Dégraissage	Dégraissant alcalin	Elevée
Rinçage	Eau de ville	Ambiante
Affineur	Pyrophosphate de tétrasodium Hydrogénophosphate de manganèse	Intermédiaire
Phosphate de manganèse	Dihydrogénophosphate de manganèse Acide nitrique Acide phosphorique	Elevée
Rinçage	Eau de ville	Ambiante

La couche de phosphate de manganèse obtenue est présentée Figure 2-9 et Figure 2-10. L'observation MEB (Figure 2-9a) révèle des grains réguliers avec une taille variant entre 2 μm et 3 μm . La densité de la couche de phosphate de manganèse (parfois appelée poids de couche) est de $12,4 \pm 0,5 \text{ g/m}^2$. L'observation au TEM (Figure 2-9b) présente une couche d'épaisseur d'environ 3 μm , la couche est continue sur toute la surface de l'acier. En coupe, on ne discerne pas les grains aussi bien qu'en vue de dessus.

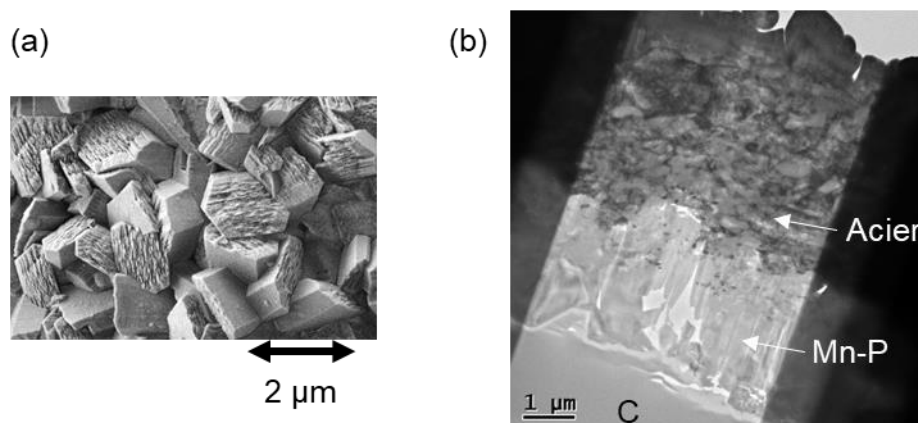


Figure 2-9 Observations au (a) MEB et au (b) TEM de la couche de phosphate de manganèse appliquée sur les échantillons

Les analyses XPS sont présentées Figure 2-10. Le spectre de survol Figure 2-10b permet d'identifier les éléments présents sur la surface et d'obtenir la proportion relative des éléments présentée Tableau 2-3. Le spectre de survol révèle la présence de manganèse, de phosphore et d'oxygène, ce qui est attendu dans la composition de la couche de Mn-P. Le pic de carbone est dû à la contamination de l'extrême surface pendant le stockage des échantillons à l'air. La présence de calcium et d'une faible quantité de zinc est attribuée à une contamination lors du processus de phosphatation. La présence de cobalt est attribuée à la pollution par les outils d'usinage durant la fabrication des surfaces.

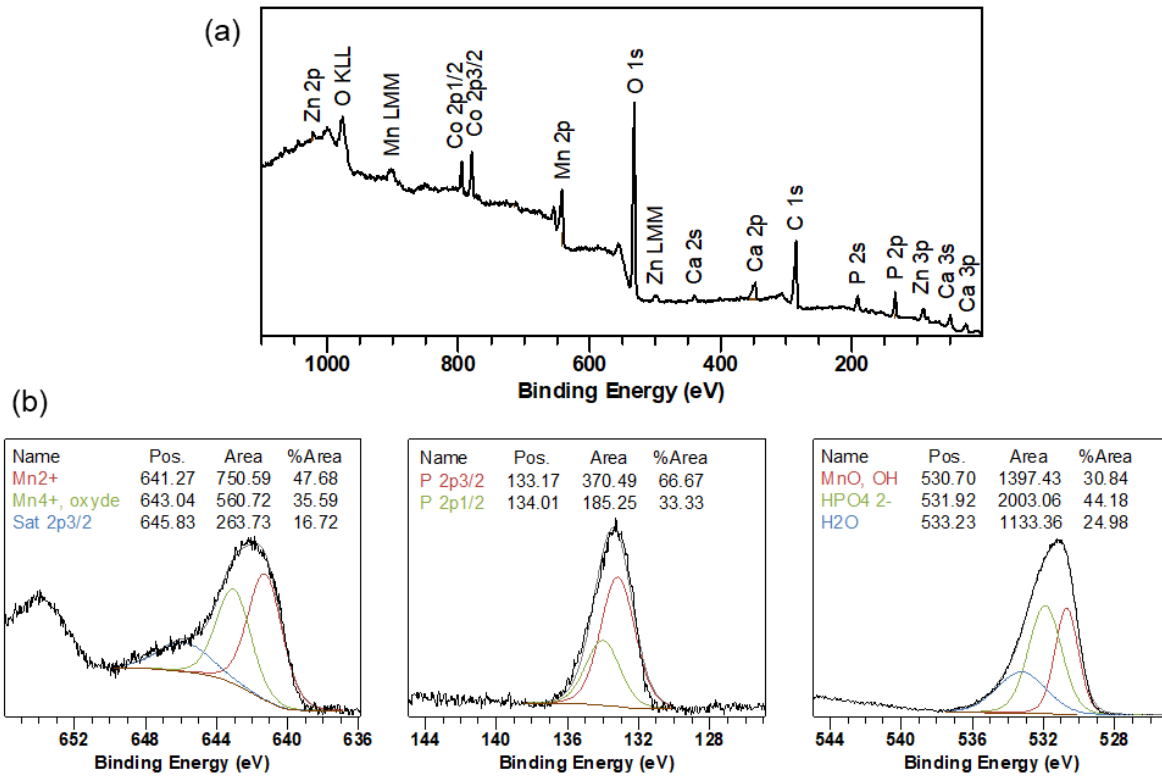


Figure 2-10 (a) Spectre de survol XPS, (b) spectres de haute résolution du manganèse, du phosphore et de l'oxygène

Tableau 2-3 Proportion relative entre les éléments détectés par XPS sur la couche de Mn-P

Élément	C	O	P	Mn	Fe	Ca	Mg	Zn	Co
Proportion (At %)	35,46	42,15	5,62	4,74	0,3	1,79	7,42	0,26	2,26

Les spectres de hautes résolutions Figure 2-10c permettent de préciser les analyses sur les éléments d'intérêt. Le Tableau 2-4 récapitule les analyses des pics des spectres de haute résolution. La position des pics donne une indication sur l'environnement chimique des atomes. Ici, la position des pics de l'oxygène, du phosphore et du manganèse est cohérente avec la littérature pour du phosphate de manganèse.

Tableau 2-4 Assignation des pics des spectres de haute résolution de l'oxygène, du phosphore et du manganèse

	Valeurs exp. sur Mn-P	Chiba <i>et al.</i> , 2000 [88]	Cai <i>et al.</i> , 2018 [89]	Guo <i>et al.</i> , 2021 [90]
O 1s				
H ₂ O, POP	533,2			
O-Mn, PO ₄ ³⁻ , OH	530,7	532-533		530,91
HPO ₄ ²⁻	531,9			532.19
P 2p	133,2			

Mn 2p3/2			
Mn ²⁺	641,3	640,5	640,95
Mn ⁴⁺	643	642,5	642,92
Sat 2p3/2	645,8	647	645,7

2.3. Graisses

Deux graisses commerciales utilisées dans le domaine OCTG ont été choisies pour cette étude. Les deux graisses suivent la norme API 5A3 [91]. La première correspond à l'API modified présentée dans la norme et la deuxième est une graisse « jaune » dans le classement OCNS [62]. Elles seront nommées respectivement API et YEL dans ce manuscrit. La composition et les caractéristiques des graisses données par le fabricant sont récapitulées dans le Tableau 2-5.

Tableau 2-5 Caractéristiques et composition des graisses utilisées pour la thèse (données du fabricant)

Echelon OCNS	« Black »	« Yellow »
Abréviation utilisée	API	YEL
Couleur	Cuivré sombre	Gris clair
Pénétration (ASTM D217 [92])	310 – 330	295 – 310
Grade NLGI [60]	1	1,5
Taille des particules	<300 µm	-
Point de goutte (ASTM D2265 [93])	> 177°C	> 288°C
Point d'ignition	> 200°C	202°C
Huile de base	Issue du pétrole	Synthétique
Epaississant	Savon de lithium	Complexes de calcium
Additifs	Poudre de plomb, graphite en poudre, poudre de zinc, paillettes de cuivre, talc, quartz	Graphite, talc, dioxyde de titane

2.3.1. Rhéologie

Les propriétés d'écoulement des graisses ont été obtenues avec le rhéomètre TA Instruments AR 2000 en configuration cône-plan (Figure 2-11). Une certaine quantité de graisse est placée entre le cône et la surface plane, le cône peut être mis en rotation pour mesurer différentes caractéristiques de la graisse.

Pour cette géométrie, la contrainte et la vitesse de déformation sont constantes dans tout le volume de l'échantillon. Leurs expressions sont données par les équations (2-1) et (2-2) respectivement.

$$\tau = \frac{3C}{2\pi R^3} \quad (2-1)$$

$$\dot{\gamma} = \frac{\omega}{\tan \alpha} \quad (2-2)$$

avec C le couple mesuré en Nmm.

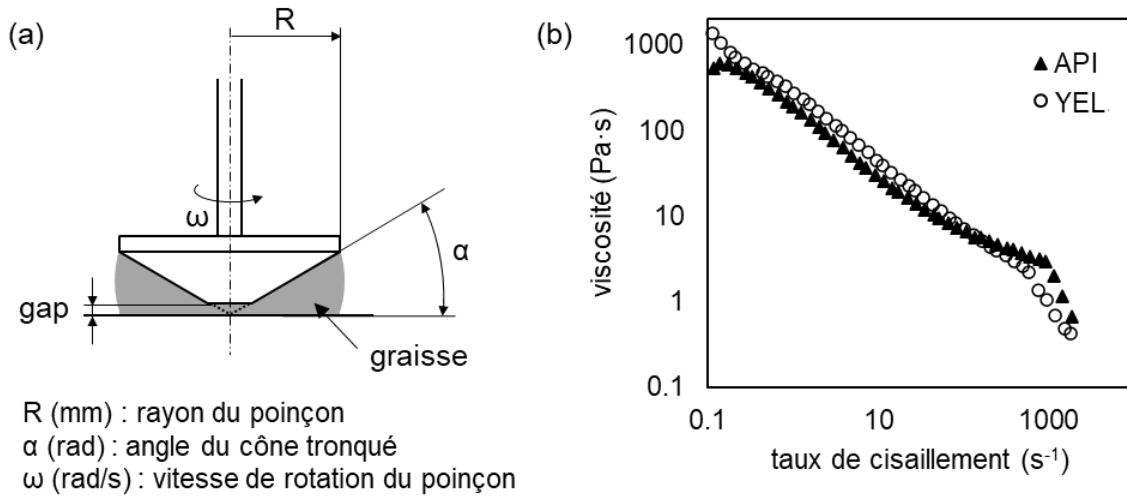


Figure 2-11 (a) Schéma de la configuration cône-plan utilisée dans le rhéomètre (pour cette étude, $R = 20$ mm et $\alpha = 4^\circ$), (b) rhéogramme viscosité - taux de cisaillement pour les graisses YEL et API

La viscosité dynamique est donnée par :

$$\eta = \frac{3C\alpha}{2\pi\omega R^3} \quad (2-3)$$

Le test de rhéologie mené sur les graisses consiste à mettre le cône en rotation en augmentant progressivement la vitesse de rotation en restant à température ambiante. La gamme de taux de cisaillement balayée se situe en $0,1 s^{-1}$ et $2000 s^{-1}$. Les courbes (viscosité – vitesse de déformation) obtenues pour les deux graisses sont présentées Figure 2-11. Les tests ont été reproduits sur différents échantillons de graisse à intervalle de temps régulier au cours de la thèse et sont répétables. Les deux graisses présentent le même comportement rhéofluidifiant. La YEL a une viscosité un peu plus élevée que l'API pour les faibles taux de cisaillement, la tendance s'inverse à haut taux de cisaillement.

2.3.2. Additifs solides

Les graisses étudiées contiennent des additifs solides comme mentionné précédemment dans le Tableau 2-5. Les additifs solides des graisses ont été collectés pour analyses selon la procédure présentée au paragraphe 1.1.3. Les observations MEB et des particules sont disponibles Figure 2-12a pour l'API et Figure 2-12b pour la YEL.

Concernant l'API, les particules de zinc et de plomb apparaissent rondes et de petites tailles (moins d'un micron). Les particules de graphite, de quartz (contenant du silicium), de talc (contenant du magnésium et du silicium) et de cuivre sont plus irrégulières et plus plates. Leur taille est assez variable, entre 5 et 10 μm . On observe également des petites particules d'oxyde de calcium non mentionnées dans la composition (Tableau 2-5) par le fabricant.

Dans le cas de la YEL, on observe une grande particule de graphite (10 μm). Les particules de talc semblent plus petites avec une taille inférieure à 5 μm . On observe une partie de fibres de complexe de calcium agglomérées. Les particules de dioxyde de titane sont les plus petites avec une taille en dessous du micron.

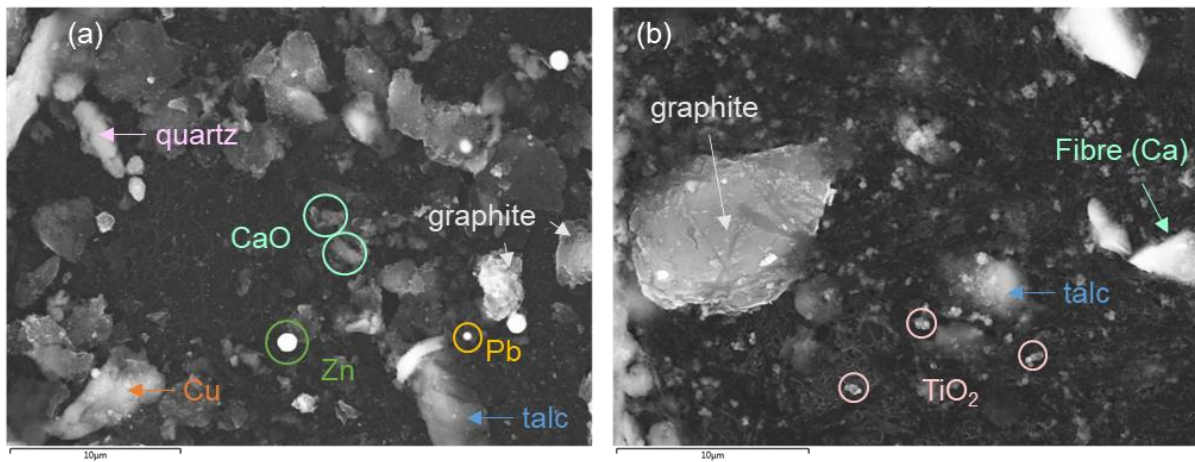


Figure 2-12 Observations MEB des additifs des graisses pour (a) API et (b) YEL

3. Conclusion

L'objectif de ce chapitre était de présenter les matériaux étudiés dans la thèse ainsi que les différentes techniques de caractérisation utilisées sur les surfaces avant et après frottement.

Les différentes analyses et observations faites sur les matériaux non usés (l'acier, la couche de phosphate de manganèse et les deux graisses étudiées) pourront ensuite être comparées à celles faites sur les traces d'usure.

Les caractérisations des traces d'usure aideront à établir les scénarii d'endommagement des surfaces. Les observations optiques, au MEB et les analyses au profilomètre permettront d'observer la morphologie des traces d'usure à différentes échelles. Les analyses EDX et XPS donneront des informations sur les éléments en présence sur les surfaces pour différentes profondeurs d'analyse. Finalement, le TEM pourra donner des informations sur la structure de la surface et des particules d'usure.

Chapitre 3 : Simulation expérimentale du contact à la portée dans les connexions OCTG

Dans ce chapitre, la mise en place des bancs expérimentaux simulant le contact à la portée dans les connexions est présentée. D’abord, l’étude du contact dans les portées et des conditions de glissement qu’elles subissent permettra de poser le cadre des conditions à atteindre pour recréer fidèlement les phénomènes d’usure ayant lieu au sein de la portée. Ensuite, les deux bancs de test développés dans le cadre de ce travail sont présentés. Deux géométries dites « modèles » sont comparées. L’objectif sera de sélectionner la plus représentative de l’application pour la suite des campagnes expérimentales. La définition de critères de grippage lors des essais d’usure fait également l’objet d’une discussion. La fin de ce chapitre donne une vue générale des conditions d’essai à respecter pour simuler le contact à la portée lors du vissage/dé vissage des connexions.

1. ETUDE DU CONTACT REEL.....	60
1.1. Géométrie des portées.....	60
1.2. Chargement et cinématique.....	60
1.3. Pression de contact et usure.....	62
2. BANCS EXPERIMENTAUX.....	63
2.1. Principe du test (TGT/RGT).....	63
2.2. Comparaison entre le contact plan/plan et tor/plan.....	67
2.3. Critères de grippage.....	70
2.3.1. Critères sur le coefficient de frottement.....	70
2.3.2. Critères sur l’analyse des cycles de glissement.....	72
2.4. Durée de vie des essais tor/plan et plan/plan.....	77
3. CONCLUSION.....	78

1. Etude du contact réel

Cette première partie présente les caractéristiques du contact à la portée dans les connexions. Les conditions de chargement et de glissement subies par les surfaces lors des vissages et dévissages des connexions sont étudiées.

1.1. Géométrie des portées

La Figure 3-1 montre le profil (coupe longitudinale) de différentes géométries de portée utilisées dans les connexions Vallourec. Le profil de l'interface se compose généralement d'une surface (PIN ou BOX) avec une zone ressortant comme une bosse, l'autre côté (BOX ou PIN respectivement) présente un profil plat ou avec un grand rayon de courbure. La géométrie de la « bosse » diffère selon le type de connexion et est dessinée avec d'éventuelles variations de rayon de courbure sur le dessus. Pour obtenir la surface de contact totale, il faut faire une révolution complète du profil autour de l'axe du tube. On obtient alors une surface en forme de cône dont la pente varie.

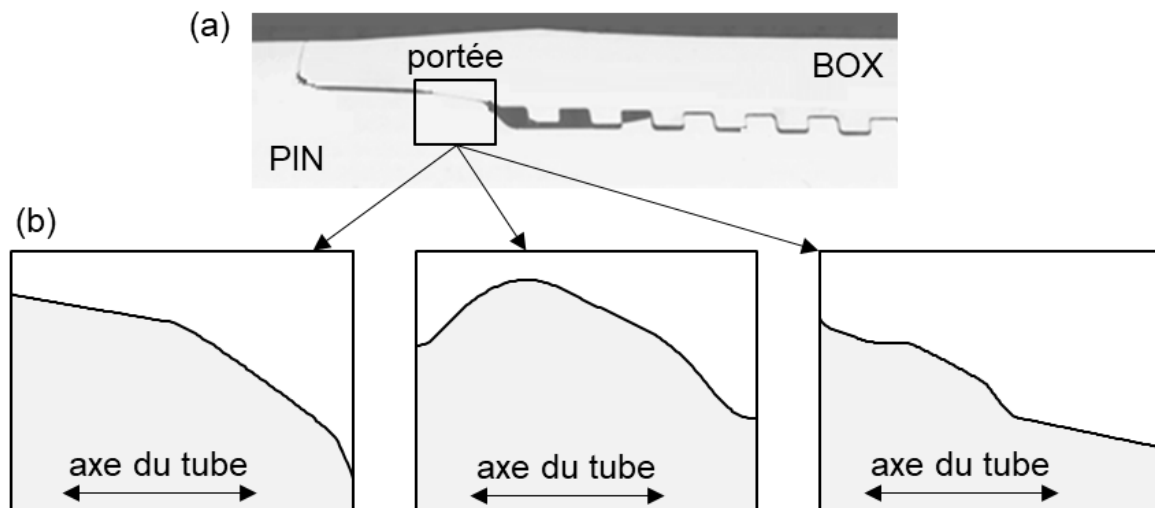


Figure 3-1 (a) Vue en coupe d'une connexion, (b) exemples de forme de portée

1.2. Chargement et cinématique

Lors du vissage de la connexion, la partie PIN est animée par un mouvement hélicoïdal par rapport au côté BOX dû au pas de vis présent de chaque côté. Au niveau de la portée, la surface côté PIN va alors frotter le long du périmètre de la zone portée côté BOX tout en progressant vers l'intérieur de la partie BOX. Ce mouvement est résumé Figure 3-2a. Le mouvement inverse s'opère lors du dévissage de la connexion. Vallourec utilise des simulations par éléments finis (FEA - Finite Element Analyses) pour comprendre l'évolution spatiale et temporelle des contraintes dans la connexion durant le vissage. La Figure 3-2b présente l'évolution de la pression de contact maximale à la portée pendant un vissage pour une connexion donnée. La Figure 3-3a présente les niveaux de pressions maximales à la portée obtenus en fin de vissage pour différentes configurations et tailles de connexion. Selon ces calculs, la fourchette de pression de contact maximale exercée sur les portées dans les connexions se situe entre 400 à 1000 MPa pour un acier de grade L80. Pour les aciers de grades plus élevés, la pression de contact peut atteindre 1,2 GPa. La Figure 3-2c présente des exemples de distribution de la pression de contact à la portée (celle-ci variant en fonction du

type et de la taille de la connexion). Certaines portées voient le maximum de la pression de contact plutôt au centre de la bande de glissement et d'autres en bord de contact.

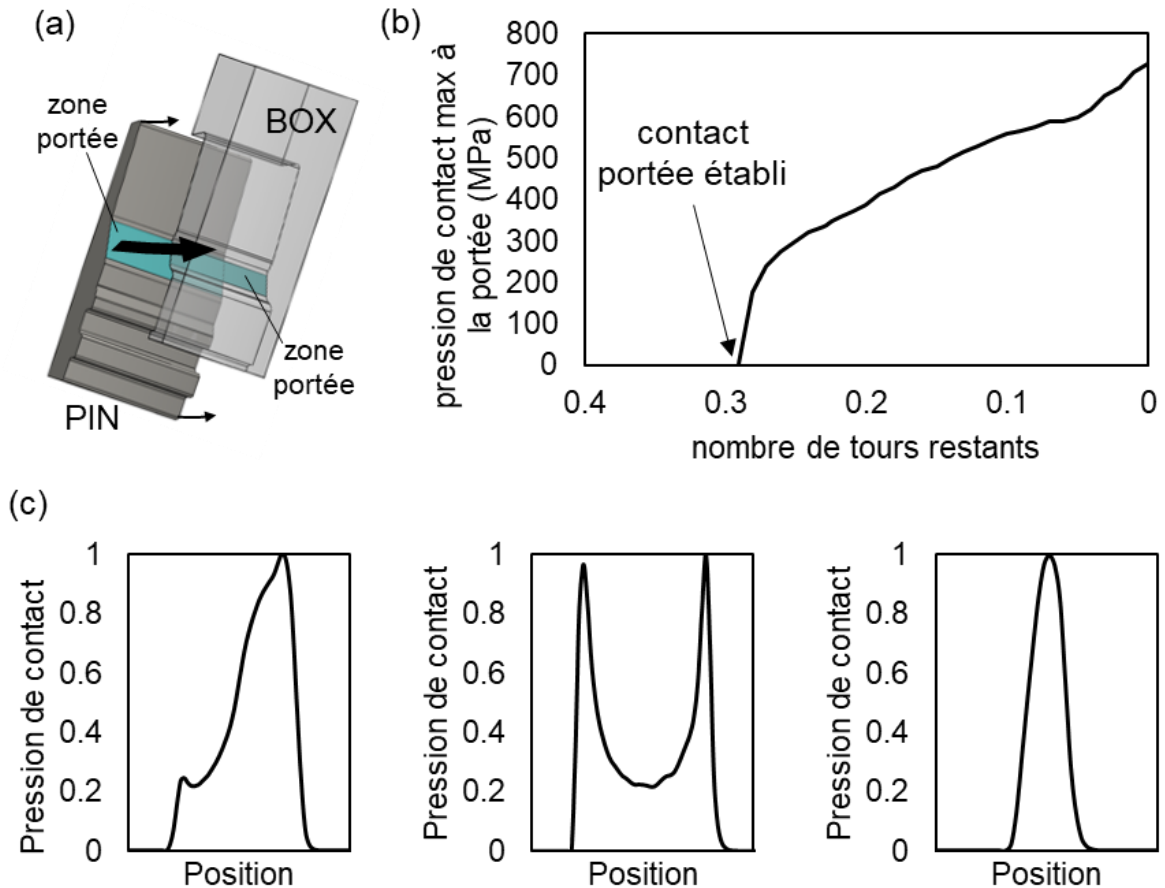


Figure 3-2 (a) Mouvement relatif entre les surfaces dans la zone portée lors du vissage de la connexion, (b) évolution de la pression de contact maximal à la portée en fonction du nombre de tours restants avant la fin du vissage, (c) distribution de la pression de contact à la portée à la fin du vissage pour différents types de connexion (pression de contact normalisée par la pression maximale)

Les analyses FEA donnent aussi la distance de glissement parcourue entre les deux surfaces pendant un vissage. Cette distance dépend du design de la connexion et de sa taille. En négligeant l'effet de l'usure, de la déformation plastique et le graisse, la distance de glissement parcourue lors du dévissage est estimée similaire à celle parcourue lors du vissage. La Figure 3-3b montre les résultats des analyses FEA pour les distances de glissement parcourue pour différentes configurations et tailles de connexion pour un vissage/dévissage. Les distances de glissement varient entre 100 mm et 700 mm.

La vitesse de glissement à la portée dépend de la vitesse de rotation du tube pendant le vissage et du diamètre du tube. La vitesse de rotation du tube préconisée à la fin du vissage est de 2 à 3 tours par minute [94]. Le graphe Figure 3-3c donne alors la gamme de vitesse de glissement résultante à la portée en fonction de la taille de la connexion. Dans les connexions tubulaires, on retrouve alors des vitesses linéaires de glissement entre 6 et 55 mm/s selon leur diamètre.

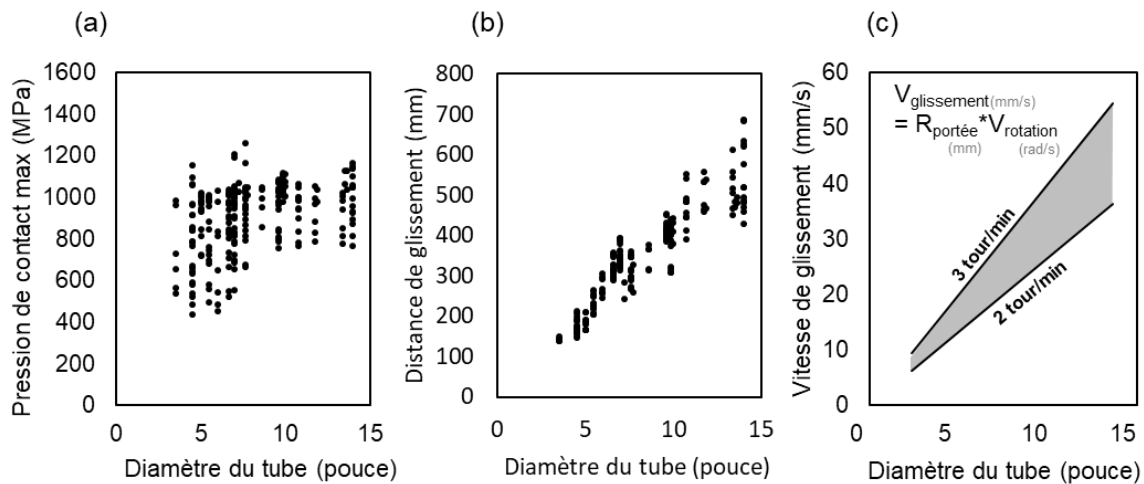


Figure 3-3 Pression de contact maximale finale (a) et distance de glissement (b) à la portée lors du vissage pour différents types de connexion en fonction de leur taille, (c) plage de vitesses de glissement atteintes en fonction de la taille de la connexion

1.3. Pression de contact et usure

La géométrie des connexions contenant des parties courbes, le profil et le niveau de la pression de contact peut fortement varier avec l'usure. Pour avoir un ordre de grandeur de la chute de pression causée par l'usure dans les connexions, l'extension de l'aire de contact est simulée en rabotant micron par micron la surface comportant la « bosse » comme représenté sur la Figure 3-4a. La surface initiale S_0 utilisée pour le calcul tient compte de la déformation élastique (donnée par les analyses FEA) causée par les contraintes lorsque le vissage est terminé. La surface opposée est supposée plane. La pression de contact moyenne est ainsi recalculée après chaque micron « raboté » en utilisant la nouvelle surface créée (S_{n+1}). La Figure 3-4b présente l'évolution de la pression de contact moyenne estimée en fonction du volume d'usure. Pour chaque courbe, la pression de contact est normalisée par la pression de contact sans usure. En fonction des types de connexion, la pression de contact connaît une diminution plus ou moins forte au début de l'usure puis une éventuelle stabilisation à mesure que l'usure augmente. Pour un volume d'usure donné de 50 mm^3 , la pression de contact moyenne diminue entre 10 et 70 % selon la géométrie de l'interface.

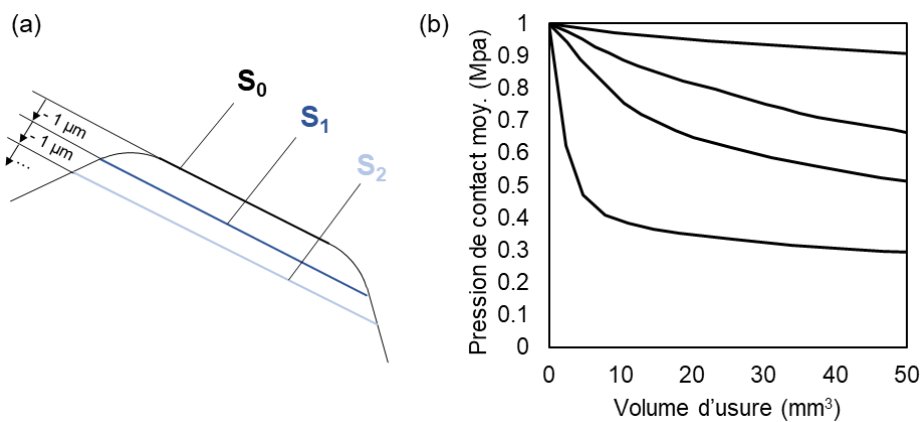


Figure 3-4 (a) Schéma représentant le calcul appliqué aux portées pour simuler l'usure dans le contact, (b) évolution de la pression de contact moyenne pour différents types et tailles de connexion (pression de contact normalisée par la valeur initiale)

L'étude du contact réel a montré qu'il existe un large éventail de conditions de chargement et de glissement subies par les surfaces. Le Tableau 3-1 récapitule ces conditions et servira de référence pour les conditions à reproduire en essai laboratoire.

Tableau 3-1 Conditions de glissement à la portée en connexion

		min – max
Pression de contact maximale	MPa	400 – 1200
Distance de glissement par vissage/dévissage	mm	100 – 700
Vitesse de glissement	mm/s	5 – 55

2. Bancs expérimentaux

Cette partie présente la mise en place des moyens d'essai en laboratoire pour reproduire le contact et les conditions au plus proche du réel. Deux bancs de test sont mis en place et différents critères de grippage sont proposés pour interpréter les résultats d'essai. Une étude préliminaire permet de statuer sur la géométrie de la surface des échantillons pour la suite des campagnes expérimentales.

2.1. Principe du test (TGT/RGT)

Deux bancs d'essai sont utilisés au cours de cette thèse. L'essai Tubular Galling Tester (TGT) et l'essai Reduced Galling Tester (RGT). Ils sont tous les deux utilisés sur une machine hydraulique MTS Axial-Torsion présentée Figure 3-5a. Une enceinte climatique permet de contrôler dans une certaine mesure l'environnement si besoin, les essais dans le cadre de cette étude ont été faits à l'air et à température ambiante. Le principe des bancs d'essai est basé sur celui du test proposé par l'ASTM G196 [27] (Figure 3-5b). Deux échantillons cylindriques sont alignés sur leur axe et placés section contre section. La surface de contact résultante est en forme d'anneau.

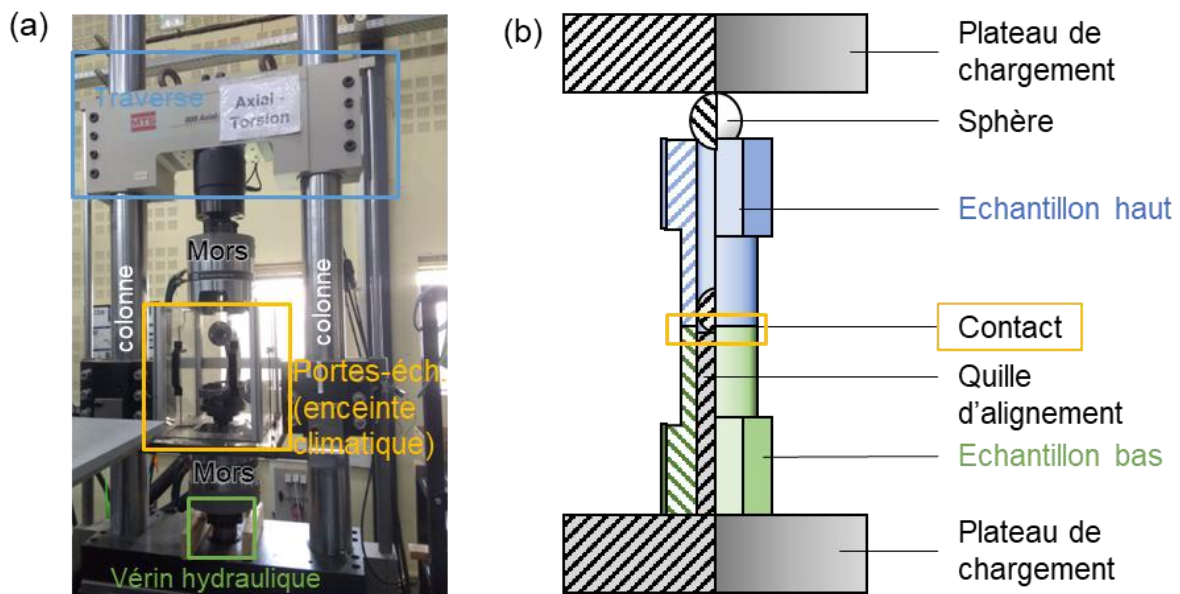


Figure 3-5 (a) Vue générale de la machine hydraulique axial-torsion, (b) schéma de principe de l'essai présenté par la norme ASTM G196 [27]

La différence entre les deux bancs de tests réside dans la taille des échantillons. Le TGT permet le montage d'échantillon de 73 mm de diamètre externe. La surface de contact est alors très proche de l'échelle « un » (réelle). Le RGT permet le montage d'échantillons de 40 mm de diamètre externe. Ces plus petits échantillons permettent de faire des analyses MEB et XPS sans devoir couper les échantillons évitant alors l'endommagement et la contamination des traces d'usure. Différentes vues des échantillons sont disponibles Figure 3-6 d&e pour RGT et Figure 3-6 a&b pour TGT. Le banc TGT a été développé en amont de la thèse. Le banc RGT a été développé au cours de la thèse, sa mise au point a fait partie des travaux de la thèse. Ces deux bancs permettent d'appliquer des conditions de glissement et de chargement similaires à celles rencontrées en connexion. L'étude sur la géométrie des échantillons et sur les critères de grippage présentée plus loin dans cette partie a concerné les deux bancs et a été développée au cours de la thèse.

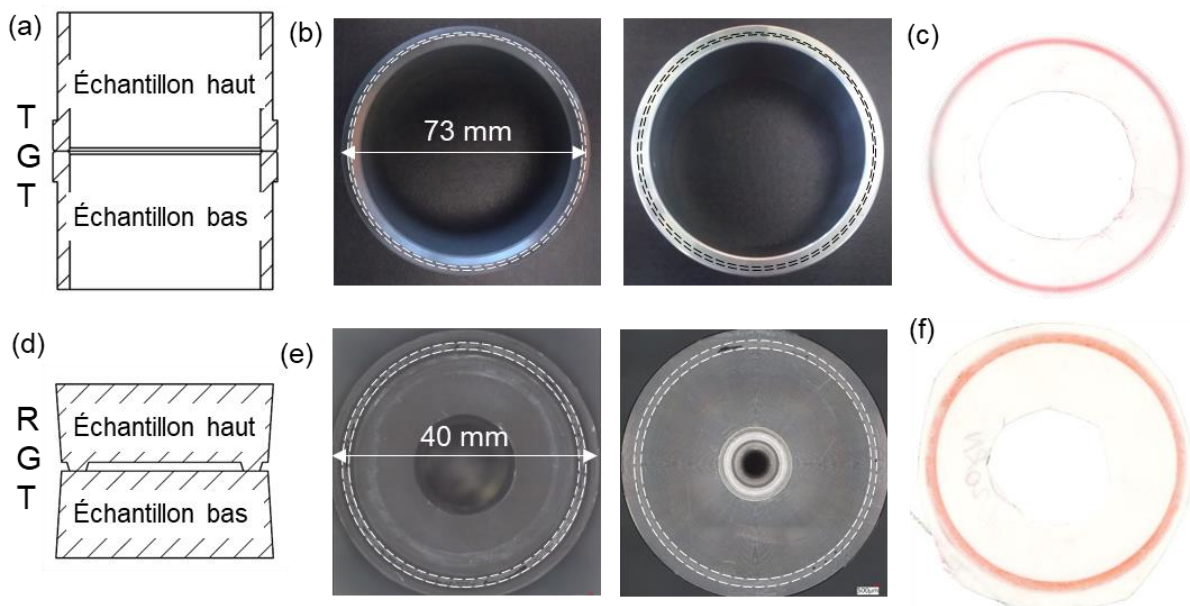


Figure 3-6 Echantillons TGT (a) vue en coupe, (b) vues du dessus et échantillons RGT (d) vue en coupe et (e) vues du dessus, test de la répartition de la pression sur la surface à l'aide de papier pression Fujifilm® pour (c) TGT et (f) RGT

Pour appliquer les conditions de chargement et de glissement adéquates, un des échantillons est maintenu statique. Une force axiale dans le même axe que les échantillons est appliquée sur l'autre échantillon pour appliquer une pression sur les surfaces en contact. Ce dernier est également soumis à un mouvement rotatif pour créer le frottement entre les deux surfaces. Ce type de test permet d'obtenir une forme de contact axisymétrique dont les surfaces sont constamment en contact lors du mouvement rotatif comme c'est le cas dans les connexions industrielles.

Les deux bancs TGT et RGT (respectivement Figure 3-7a et Figure 3-7b) permettent d'imposer les contraintes nécessaires sur les échantillons grâce à deux porte-échantillon. Le premier, le porte-échantillon « haut » est monté dans le mors relié à la traverse, celle-ci peut être ajustée en hauteur puis bloquée lors des essais. Le porte-échantillon « bas » est monté sur le vérin hydraulique qui permet la mise en pression et la mise en rotation du système. Par conséquent, l'échantillon monté dans le porte-échantillon du haut reste statique et celui monté dans le porte-échantillon du bas subit une rotation alternée. Une quille de guidage entre les échantillons en contact permet d'assurer leur coaxialité. Pour assurer l'alignement entre les

deux surfaces, le porte-échantillon du bas est doté d'un système d'auto-alignement. L'alignement axial entre les deux échantillons est réglé lors du montage des porte-échantillon. L'échantillon du haut (représentant le côté BOX) est traité en phosphatation manganèse tandis que l'échantillon du bas n'est pas modifié après usinage comme c'est majoritairement le cas en connexion.

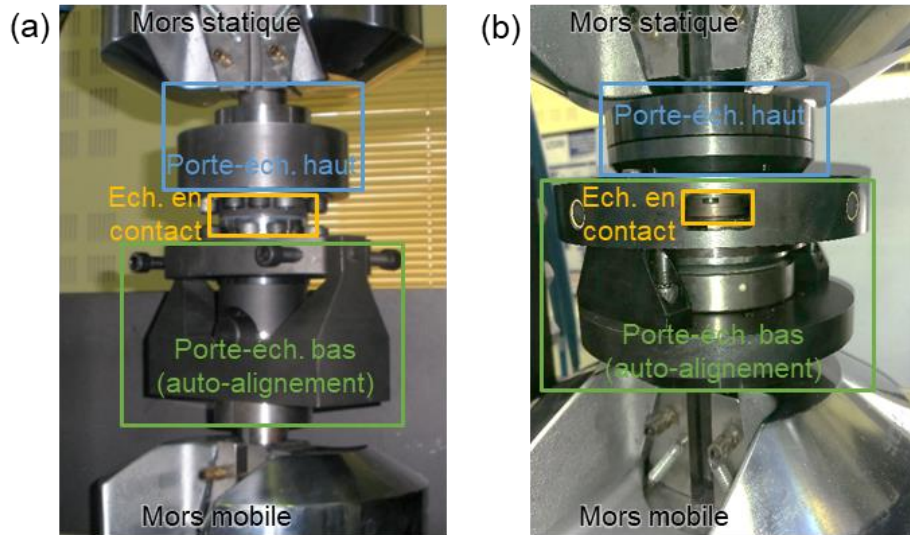


Figure 3-7 Photo des montages (a) TGT - Tubular galling tester, (b) RGT - Reduced Galling Tester

La répartition de la pression sur la surface de contact une fois les échantillons montés est testée grâce à un papier-pression Fuji film intercalé entre les deux surfaces. Le résultat est présenté Figure 3-6f pour RGT et Figure 3-6c pour TGT. Dans les deux cas, on observe une bonne répartition de la pression dans l'interface qui confirme un bon alignement entre les surfaces.

Pour les deux essais TGT et RGT, le protocole consiste à appliquer une charge normale constante F_N sur les échantillons puis une rotation alternée d'un débattement $\pm \theta$ (Figure 3-8a) en maintenant la charge constante (Figure 3-8b). Un cycle consiste en une rotation « aller » dans un sens avec une ouverture θ° puis une rotation « retour » d'une ouverture $2\theta^\circ$ dans le sens inverse puis à nouveau une rotation « aller » de θ° dans l'autre sens. Les cycles s'enchaînent sans pause. La charge est choisie pour atteindre une pression de contact appartenant à la gamme des pressions de contact retrouvées en connexion. La rotation alternée permet d'atteindre des distances de glissement cumulées équivalentes à celles parcourues lors des vissages/dévisages des connexions. La fréquence de rotation est choisie pour simuler une vitesse de glissement linéaire équivalente à celles atteintes pendant les vissages. Durant l'essai, la force normale appliquée, la position radiale et le couple causé par le frottement sont mesurés grâce à des capteurs LVDT situés sur le vérin hydraulique. Connaissant le diamètre moyen R de la surface de contact, il est possible de calculer le débattement linéaire en utilisant la relation (2-1) et de tracer l'évolution de l'effort tangentiel (2-2) en fonction de ce débattement lors d'un cycle comme illustré Figure 3-9a.

$$\delta_{(mm)} = R_{(mm)} * \theta_{(rad)} \quad (3-1)$$

$$F_T (N) = \frac{C_{(N.m)}}{R_{(m)}} \quad (3-2)$$

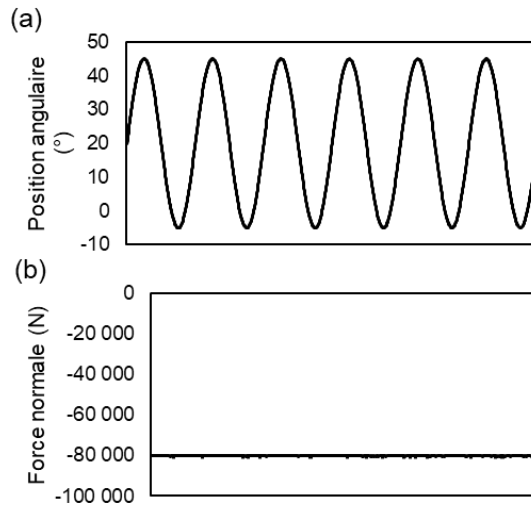


Figure 3-8 Exemple de signal (a) du pilotage en rotation, (b) du pilotage en force normale

La courbe d'évolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles (Figure 3-9b) est obtenue en calculant le coefficient de chaque cycle par la relation suivante :

$$\mu = \frac{F_{T,max}}{F_N} \quad (3-3)$$

La distance de glissement parcourue pendant un cycle correspond à quatre fois le débattement linéaire :

$$d_{glissement/cycle} (mm) = 4 * \delta_{(mm)} \quad (3-4)$$

On peut alors également tracer l'évolution du coefficient de frottement en fonction de la distance de glissement parcourue (Figure 3-9c).

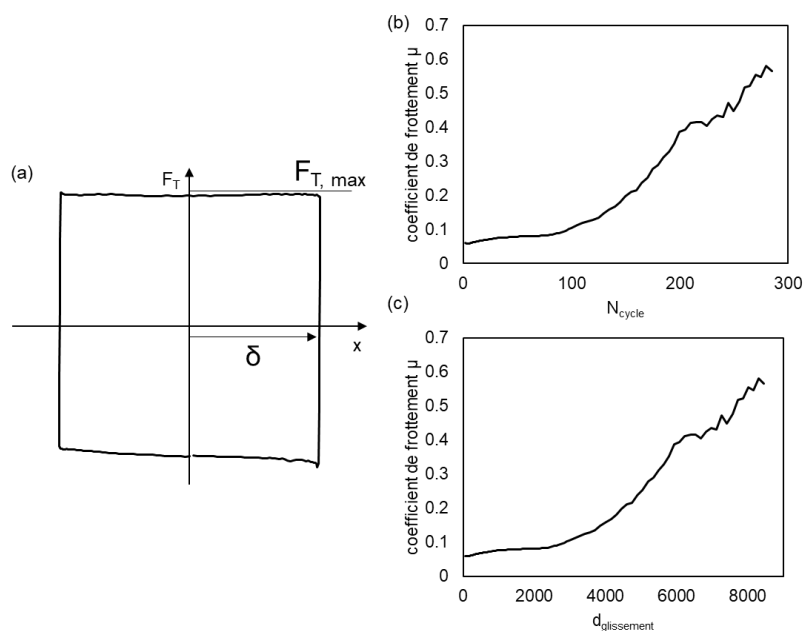


Figure 3-9 (a) Cycle de glissement, courbe de frottement en fonction du nombre de cycles (b) et de la distance de glissement parcourue (c)

2.2. Comparaison entre le contact plan/plan et tore/plan

Etant donnée la diversité des profils de portée, une étude préalable comparant deux géométries modèles a été menée en utilisant le banc TGT. Les deux géométries choisies sont présentées Figure 3-10 a&b.

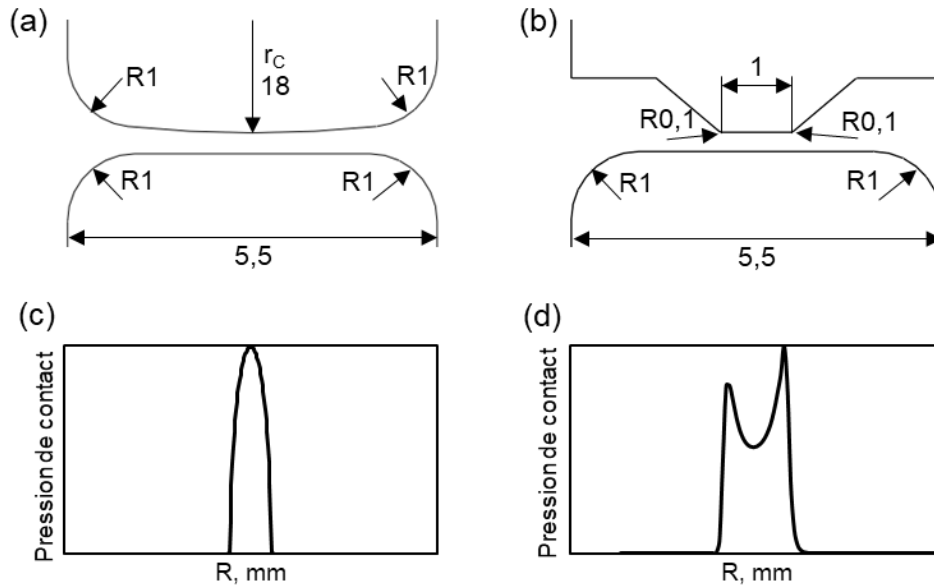


Figure 3-10 Schéma (a) et répartition de la pression de contact (c) pour la géométrie tore/plan, schéma (b) et répartition radiale de la pression de contact (d) pour la géométrie plan/plan

La première géométrie dite « tore/plan » est obtenue en usinant par tournage un rayon de courbure r_c au niveau de la bande de glissement sur l'échantillon du haut. L'échantillon du bas est plan. La répartition de pression (Figure 3-10 c) est obtenue en utilisant le modèle de Hertz (3-7) illustré Figure 3-11 [95]. La charge linéique F_{NL} est la force appliquée rapportée à la longueur du contact (ici le périmètre au centre de la surface de contact).

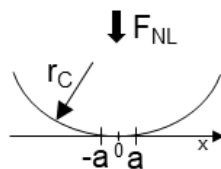


Figure 3-11 Paramètres du modèle de Hertz

$$\text{Demi-largeur de contact : } a = \left(\frac{4 \cdot F_{NL} \cdot r_c}{\pi \cdot E^*} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (3-5)$$

$$\text{Pression de contact maximale : } p_{max} = \left(\frac{F_{NL} \cdot E^*}{\pi \cdot r_c} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (3-6)$$

$$\text{Répartition de la pression de contact : } p(x) = p_{max} \left(1 - \frac{x^2}{a^2} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (3-7)$$

$$\text{Avec : } E^* = \frac{E}{2 \cdot (1-\nu)} \text{ avec } E : \text{ module d'Young, } \nu : \text{ coef. de Poisson} \quad (3-8)$$

La deuxième géométrie « plan/plan » est obtenue en usinant une forme de cône tronquée sur l'échantillon du haut donnant une surface plane de 1 mm de largeur. Des petits rayons de raccordement sont ajoutés de part et d'autre de la zone plane pour éviter les effets de bord.

La répartition de pression dans l'interface (Figure 3-10 d) est calculée en utilisant l'analyse par éléments finis (modèle axisymétrique) sur Abaqus®.

La Figure 3-12 indique la charge normale à appliquer pour atteindre la pression moyenne de contact visée pour chaque géométrie sur TGT et RGT.

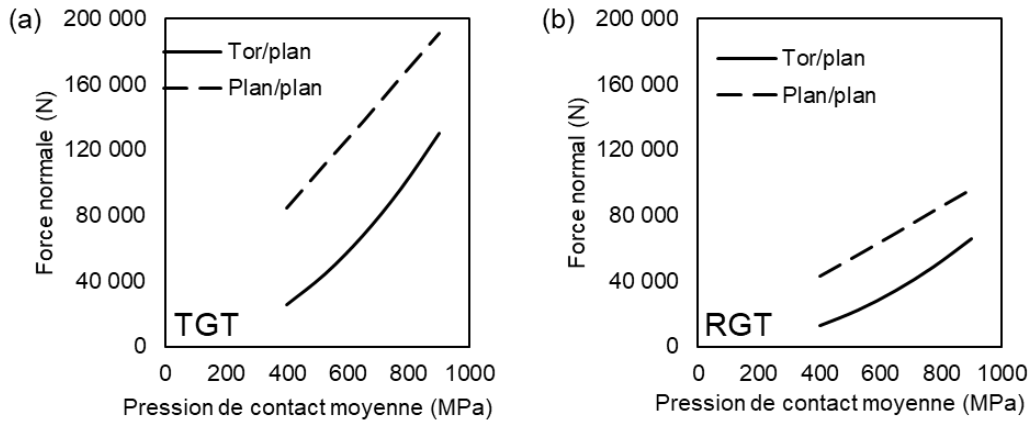


Figure 3-12 Equivalence pression de contact moyenne - charge normale pour les géométries tore/plane et plane/plane pour les montages (a) TGT et (b) RGT

En comparant la répartition de pression aux portées (Figure 3-2 c) et la répartition de pression des deux géométries modèles (Figure 3-10 c&d), on observe que le contact réel est une combinaison des géométries tore/plane et plane/plane. Pour étudier l'influence de l'usure sur la pression de contact dans les géométries modèles, la même démarche que dans la partie §1.3 ci-dessus est faite. La Figure 3-13 montre l'évolution de la pression de contact moyenne (normalisée par la pression moyenne initiale) en fonction du volume d'usure. La chute de pression dans le cas du tore/plane est drastique avec une diminution de 90 % pour un volume d'usure de 50 mm³. Dans le cas du contact plane/plane, la chute de pression est au contraire légère (environ 20 %). En comparant ces courbes à la diminution de la pression liée à l'usure calculée dans le cas des connexions, on remarque que, à nouveau, la chute de pression de contact se situe à des niveaux intermédiaires aux géométries modèles proposées.

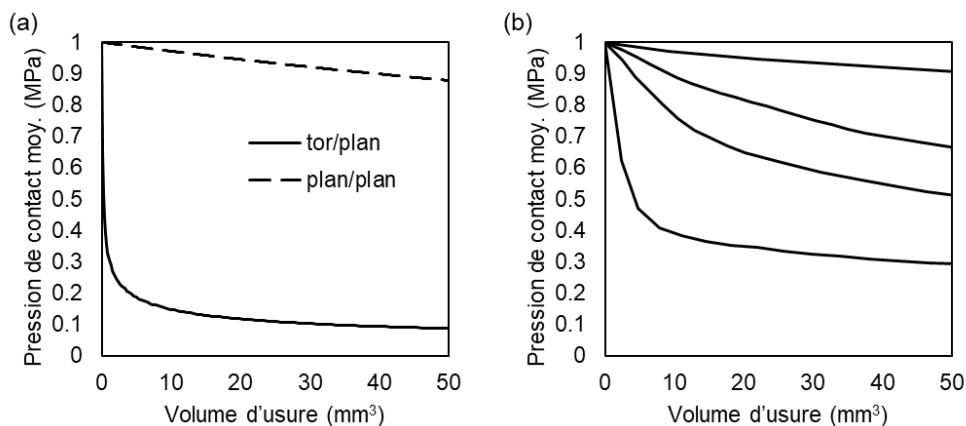


Figure 3-13 Evolution de la pression de contact en fonction du volume d'usure pour (a) les géométries tore/plane et plane/plane et (b) plusieurs configurations de portée (pour rappel)

Le Tableau 3-2 récapitule la matrice d'essais utilisée pour comparer les géométries entre elle. Les conditions d'essais choisies correspondent aux conditions de chargement imposées aux

portées pendant le vissage des connexions. Les essais sont répétés cinq fois pour chaque géométrie et les tests sont faits en utilisant la configuration API (Mn-P sur échantillon du haut et graisse API). La graisse est appliquée sur les surfaces une fois en début d'essai. Dans les connexions, la quantité de graisse requise est telle que l'épaisseur du film de graisse est de 0,1 mm sur chaque partie la connexion. La quantité de la graisse appliquée sur les échantillons suit la même règle, deux moyens sont utilisés : soit la graisse est pesée et appliquée au pinceau (adapté aux plus grandes surfaces de contact), soit la graisse est appliquée au pinceau puis un outil gabarit est utilisée pour racler l'excédent (adapté au cône tronqué). Les courbes de frottement résultantes sont présentées Figure 3-14.

Tableau 3-2 Matrice d'essais utilisée pour comparer les géométries tore/plan et plan/plan

	F_N	Pression moyenne initiale	Vitesse de glissement	θ	δ	Graisse	Nombre d'essais
	kN	MPa	mm/s	°	mm	-	-
Plan/plan	135	650	11,6	25	14,7	API	5
Tore/plan	68	650	11,6	25	14,7	API	5

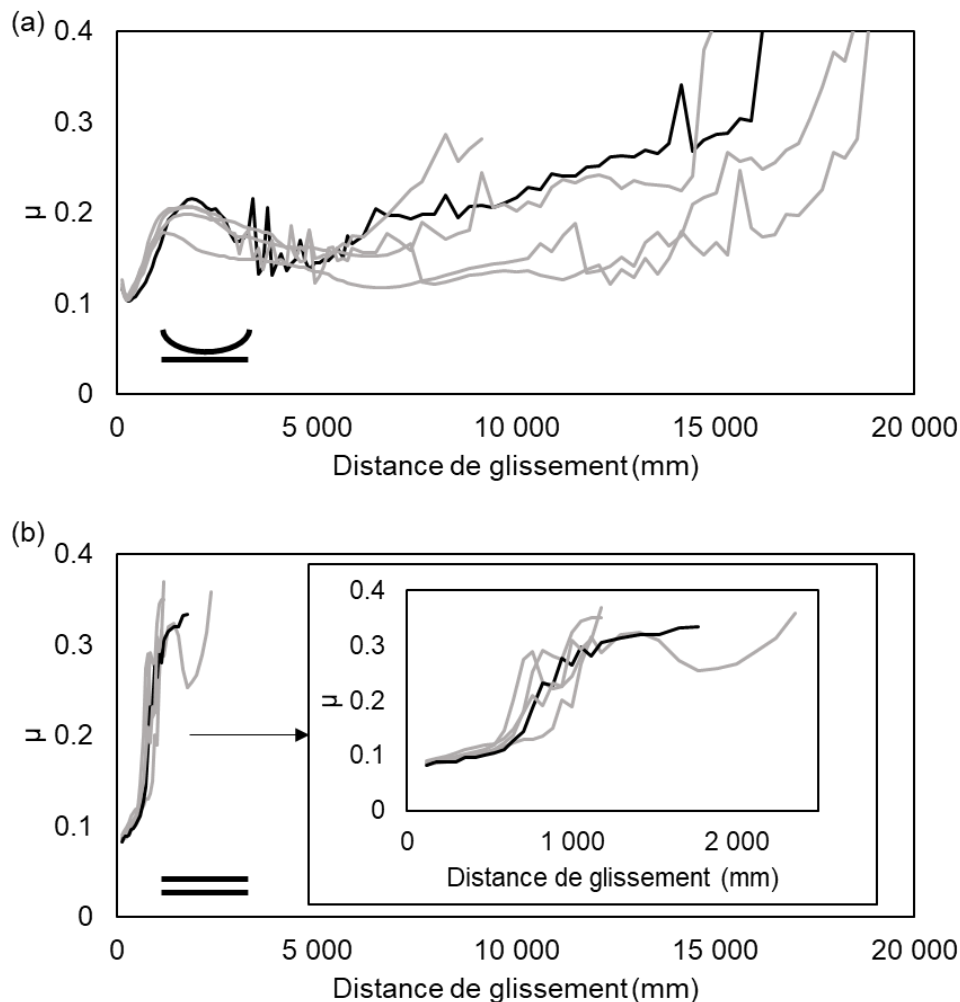


Figure 3-14 Courbes de frottement des essais de grippage pour les géométries (a) tore/plan et (b) plan/plan ($p_{moy} = 650$ MPa, $v = 11,6$ mm/s, $\delta = 14,7$ mm)

Pour chaque géométrie, le début d'essai est assez similaire, le coefficient de frottement initial est de 0,1 puis augmente légèrement sur les 500 mm de distance de glissement. Dans le cas tore/plan, on observe un comportement non monotone. Le coefficient de frottement augmente sur les 1000 premiers millimètres pour atteindre un maximum autour de 0,2. Il diminue ensuite puis remonte à nouveau après 5 000 mm. Une très forte augmentation est ensuite observée entre 15 000 mm et 20 000 mm, et l'essai est arrêté quand le coefficient de frottement atteint 0,4. Dans le cas de la configuration plan/plan, on observe une évolution monotone avec une forte augmentation du coefficient de frottement observée juste après les 500 premiers millimètres de glissement.

Les observations optiques des surfaces en fin d'essai (Figure 3-15) montrent clairement du grippage dans l'interface après essai pour les deux géométries. Dans les deux cas, il semble que la forte augmentation du coefficient de frottement en fin d'essai indique la présence de grippage dans l'interface. Il est néanmoins difficile de connaître exactement la distance de glissement à laquelle le grippage apparaît pour la première fois par lecture de courbe, notamment dans le cas tore/plan. La mise en place d'un critère de grippage s'appuyant sur les données d'acquisition est alors nécessaire pour comprendre à quel moment celui-ci apparaît dans l'interface. Le choix de la géométrie utilisée dans le reste de la thèse se fera alors après la mise en place d'un critère de grippage.

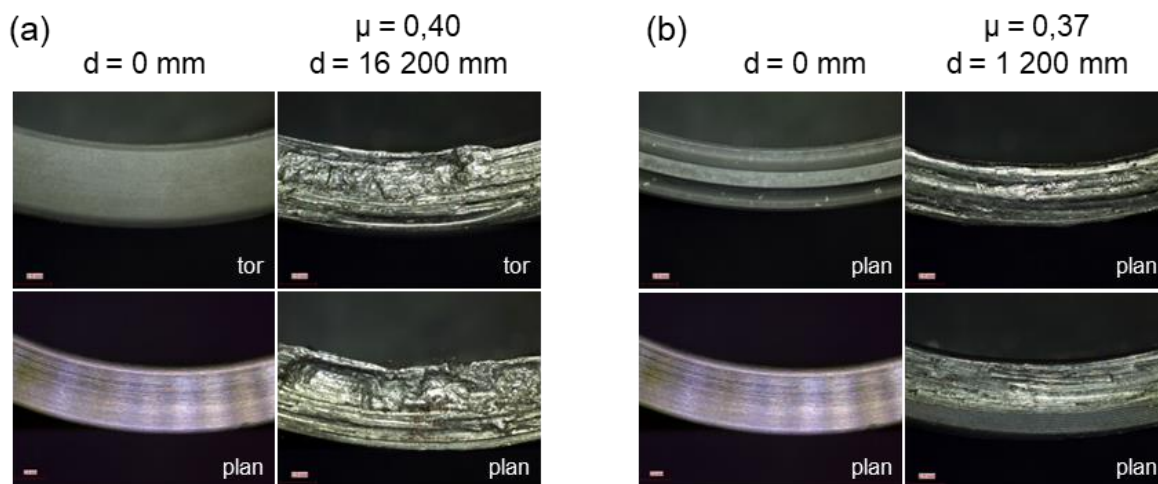


Figure 3-15 Observations optiques des surfaces avant et après essais pour les géométries (a) tore/plan et (b) plan/plan ($p_{\text{moy}} = 650 \text{ MPa}$, $v^\circ = 11,6 \text{ mm/s}$, $\delta = 14,7 \text{ mm}$)

2.3. Critères de grippage

Afin de définir un critère de grippage représentatif à partir des données d'acquisition, les résultats de différents essais ont été utilisés. Ces essais sont issus de différentes études industrielles sur différentes configurations de matériaux que j'ai menées en amont de ce travail de thèse. Les tests ont été fait en utilisant une configuration tore/plan ($R_{\text{courbure}} = 25 \text{ mm}$) sur TGT et différents niveaux de charges entre 40 et 160 kN). Chaque essai a été répété deux fois. A ce stade, deux critères semblent intéressants. Le premier se base sur la courbe du coefficient de frottement et le deuxième sur l'évolution de la forme des cycles de glissement.

2.3.1. Critères sur le coefficient de frottement

Les courbes de frottement correspondant aux différents essais sélectionnés pour différentes configurations sont présentés Figure 3-16. Les allures des courbes diffèrent en fonction de la

configuration. Pour les configurations (a), (c), (e) et (f), on observe un plateau en début d'essai puis une forte augmentation du coefficient de frottement. Dans le cas des configurations (b) et (d), on observe un pic sur le frottement en début d'essai puis une diminution et une stabilisation de μ avant d'observer une forte augmentation.

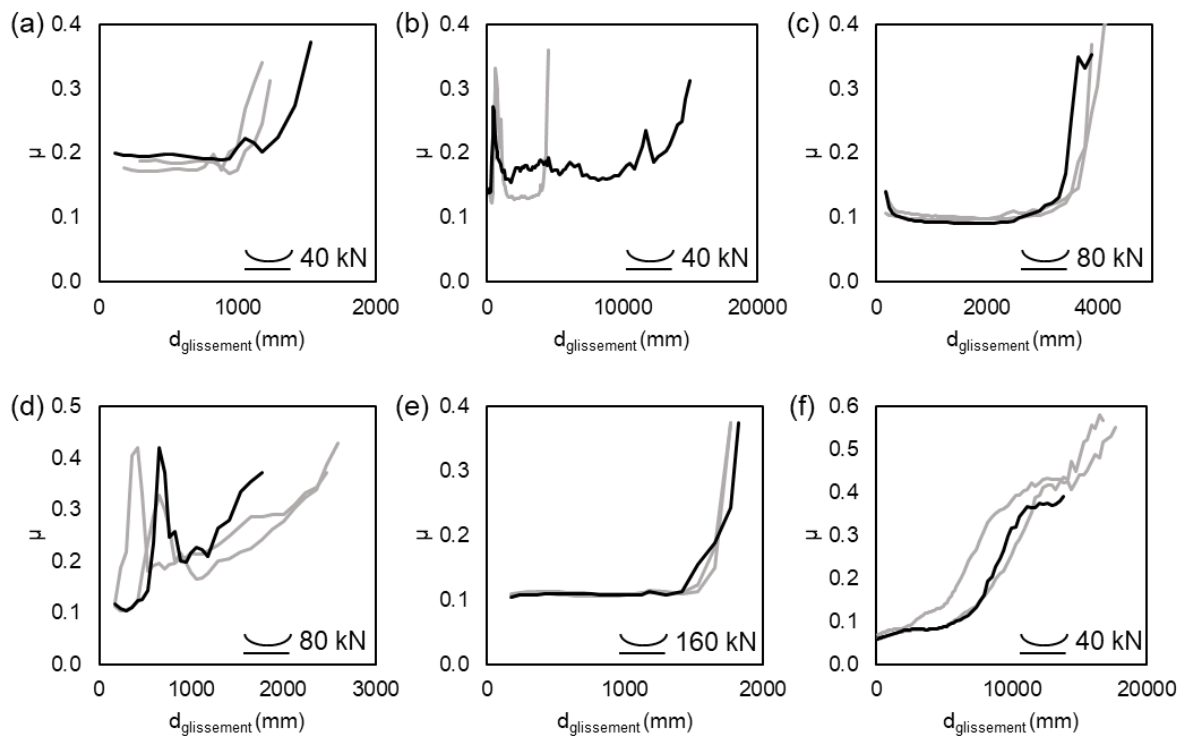


Figure 3-16 Courbes de frottement pour un panel de tests tore/plan (a), (b), (c), (d) et (e) différentes configurations de traitement de surface et de conditions d'essai lors d'études industrielles et (f) configuration impliquant un traitement de surface alternatif nécessitant aucune graisse ayant fait l'objet d'une publication [45]

La durée de vie pour les différentes configurations est déterminée grâce aux observations de surface faites lors d'essais interrompus présentée dans le Tableau 3-3.

Tableau 3-3 Durée de vie effective et distance de glissement à $\mu = 0,12$ pour les configurations du panel d'essai

	Lubrifiant	Durée de vie avant grippage par essais interrompus	Distance de glissement à $\mu = 0,12$
	-	mm	mm
(a)	Graisse	1041 ± 148	0
(b)	Graisse + TdS	510 ± 123	196 ± 90
(c)	Graisse + TdS	3495 ± 68	1217 ± 1802
(d)	Graisse	295 ± 59	353 ± 102
(e)	Graisse	1492 ± 68	1571 ± 68
(f)	Vernis	5910 ± 1757	5910 ± 1757

La configuration (f) qui implique une vernis de glissement a fait l'objet d'une publication scientifique [45] dans laquelle le grippage apparaît pour un coefficient de frottement de 0,12. Ce critère est appliqué sur les autres configurations du panel, les résultats sont présentés

Tableau 3-3. La configuration (a) présente des niveaux de frottement plus élevés alors que le contact est encore lubrifié et sans grippage. Pour les configurations (b), (c) et (e), le critère $d_{\mu=0,12}$ prévoit l'apparition du grippage trop tôt dans l'essai.

Ainsi, pour identifier un coefficient de frottement de grippage μ_g le plus représentatif possible, on compare l'évolution de la distance de glissement induisant le grippage (observations optiques) avec la distance de glissement associée à une valeur de coefficient de frottement seuil (Figure 3-17). Des niveaux de frottement plus élevés sont alors testés comme critère d'apparition du grippage : $\mu = 0,16$, $\mu = 0,2$ et $\mu = 0,3$.

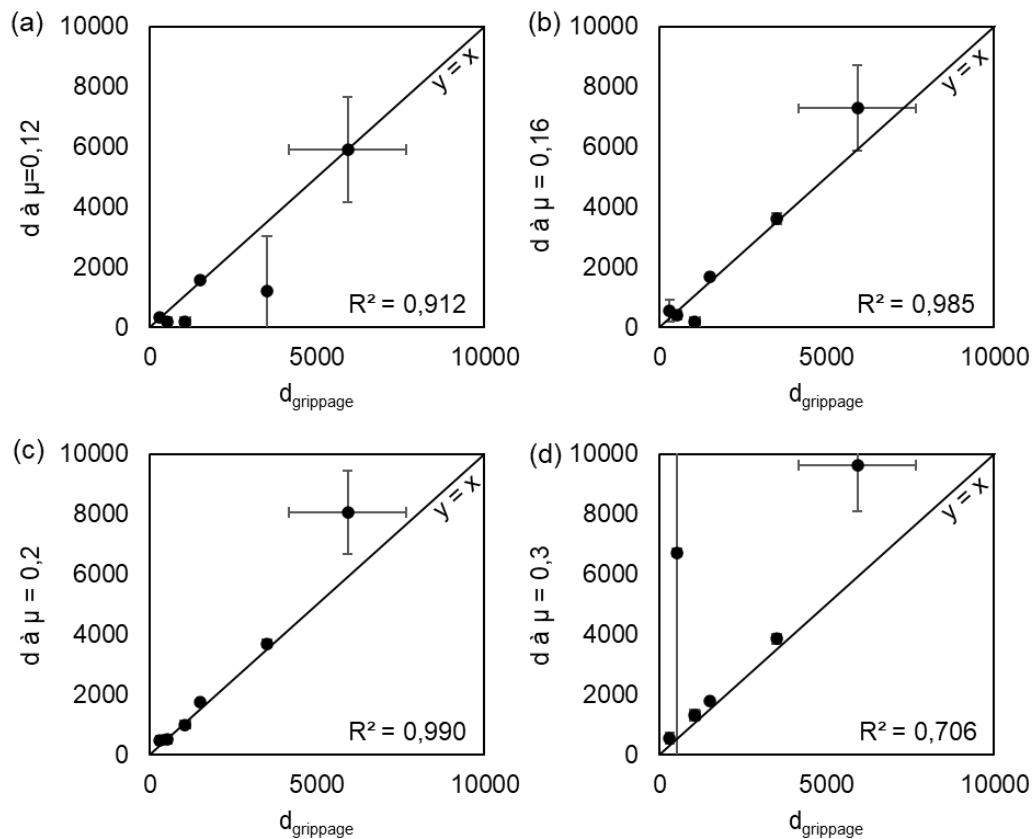


Figure 3-17 Comparaison entre la durée de vie effective et la distance de glissement avant d'atteindre un coefficient de frottement de (a) 0,12, (b) 0,16, (c) 0,2 et (d) 0,3

La meilleure corrélation est obtenue pour une valeur $\mu = 0,2$ soit un critère $d_{\mu=0,2}$. Le critère $d_{\mu=0,16}$ présente également une bonne corrélation, il a cependant tendance à sous-estimer la durée de vie pour plusieurs configurations. Le critère $d_{\mu=0,3}$ surestime la durée de vie des configurations avec parfois des points très éloignés de la durée de vie effective. Ainsi, une valeur $\mu_g = 0,2$ associée à une durée de vie $d_{\mu=0,2}$ semble être un bon compromis pour constituer un critère de grippage.

2.3.2. Critères sur l'analyse des cycles de glissement

Si la forme générale des cycles de glissement reste la même tout au long de l'essai, le plateau de glissement présente des perturbations lorsque le grippage apparaît. La Figure 3-18 montre un cycle de glissement en condition lubrifiée et un plateau de glissement en condition grippage. Il semble alors possible de mettre au point un critère de grippage en exploitant la perturbation du plateau dans le cycle de glissement

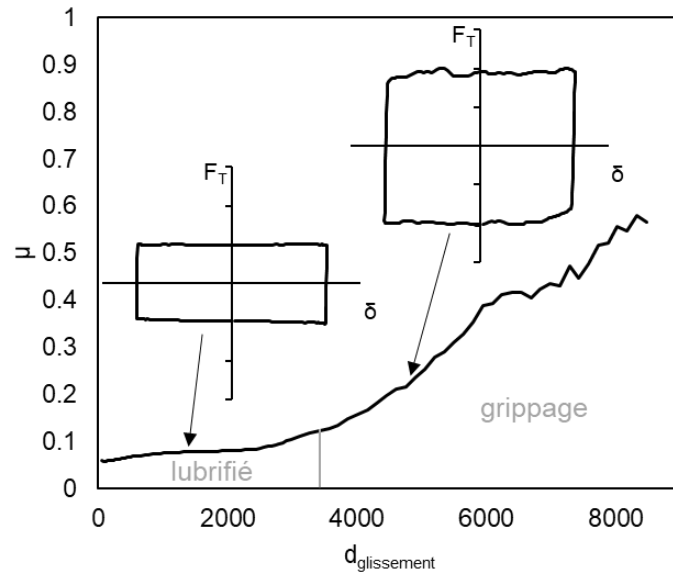


Figure 3-18 Evolution des cycles de glissement en fonction de l'état de surface

Pour quantifier l'évolution de ces perturbations, un nouveau post-traitement que j'ai introduit durant mon travail de thèse est proposé Figure 3-19. Il consiste à calculer le paramètre φ pour « FI - friction instability ».

La démarche de ce post-traitement est la suivante : d'abord, le plateau de glissement est extrait du cycle. Le signal de la rotation alternée étant de forme sinusoïdale, la vitesse de glissement ralentit légèrement au moment de chaque demi-tour. Le plateau de glissement peut alors être légèrement incurvé si l'interface est sensible aux variations de vitesse. Pour prendre en compte cette déformation, un polynôme de degré 2 est appliqué comme courbe de tendance. Les déviations par rapport à ce polynôme sont prises en compte pour le calcul de φ . Le paramètre φ est alors défini comme la différence relative moyenne entre les valeurs de force tangentielle mesurées et le polynôme sur le plateau de glissement.

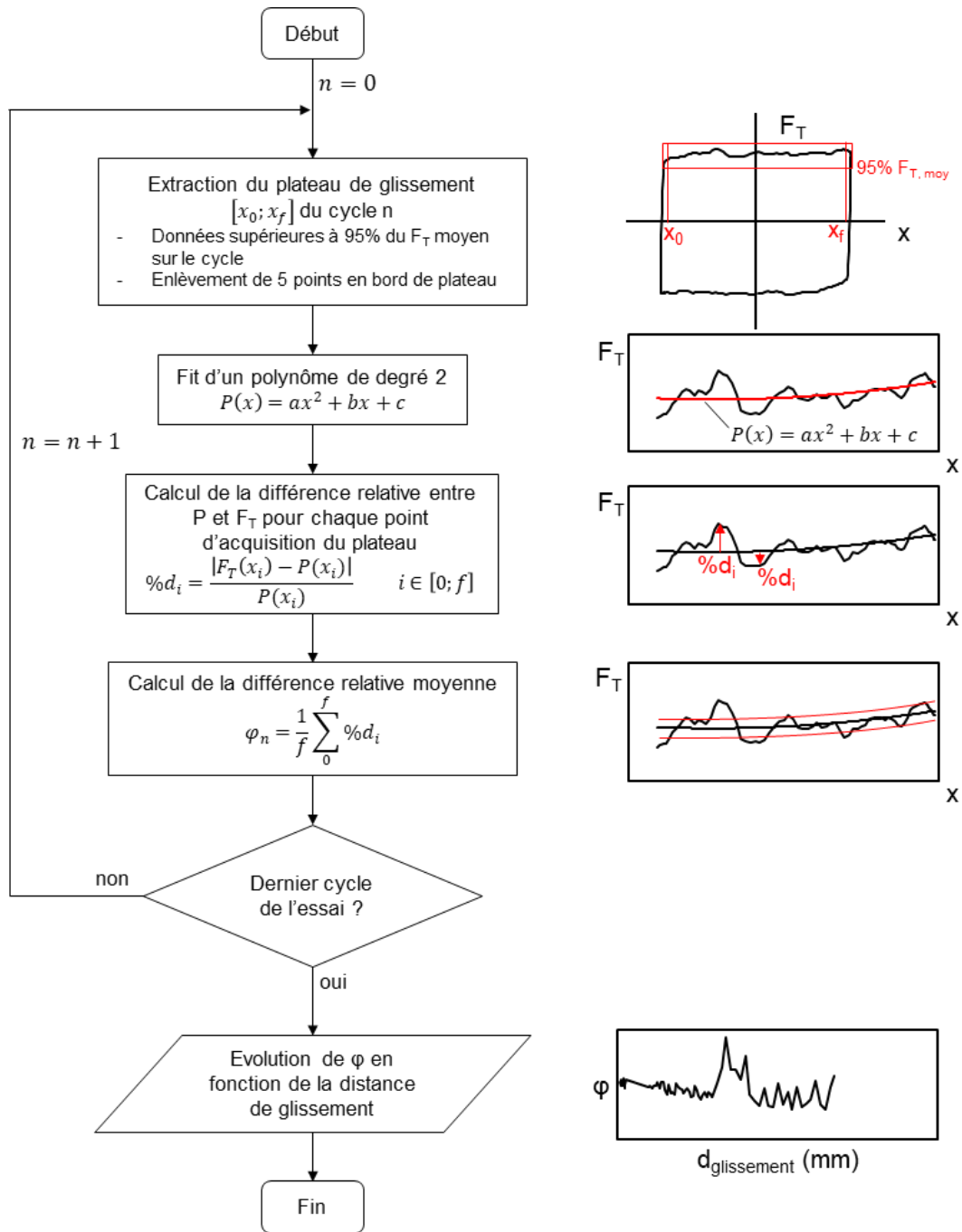


Figure 3-19 Algorithme du post-traitement appliqué sur les cycles de glissement d'un essai pour obtenir l'évolution du paramètre φ au cours de l'essai

L'évolution du paramètre φ qui peut être associé à un calcul de « Ra » sur une courbe de frottement est appliquée pour les différentes configurations du panel et est présentée Figure 3-20. Pour les configurations (a), (c), (e) et (f), φ est relativement stable en début d'essai puis augmente fortement ou connaît des grandes variations au moment où le grippage apparaît. Dans le cas des configurations (b) et (d), le paramètre est faible en début d'essai mais connaît de grandes perturbations après quelques cycles. Ceci correspond également à la durée de vie effective de ces configurations.

Pour définir un critère de grippage quantitatif à partir du paramètre φ , la distance de glissement pour atteindre différents niveaux d'augmentation de φ est comparée à la durée de

vie effective Figure 3-21. Le valeur φ_{moy} de référence est la moyenne de φ sur les 200 premiers millimètres de distance de glissement. Cette distance de glissement très courte est choisie pour correspondre également aux configurations qui ont des durées de vie très courtes. Les critères testés sont définis comme la distance de glissement $d_{\varphi, \text{moy} + x\%}$ avant d'atteindre une augmentation entre 0,001 (+ 0,1%) et 0,004 (+ 0,4%). Par exemple, si la valeur de référence φ_{moy} est égale à 0,5%, le critère est la durée de vie pour atteindre $\varphi = 0,6\%$ (dans le cas de l'augmentation + 0,1%) ou $\varphi = 0,9\%$ (dans le cas de l'augmentation + 0,4 %).

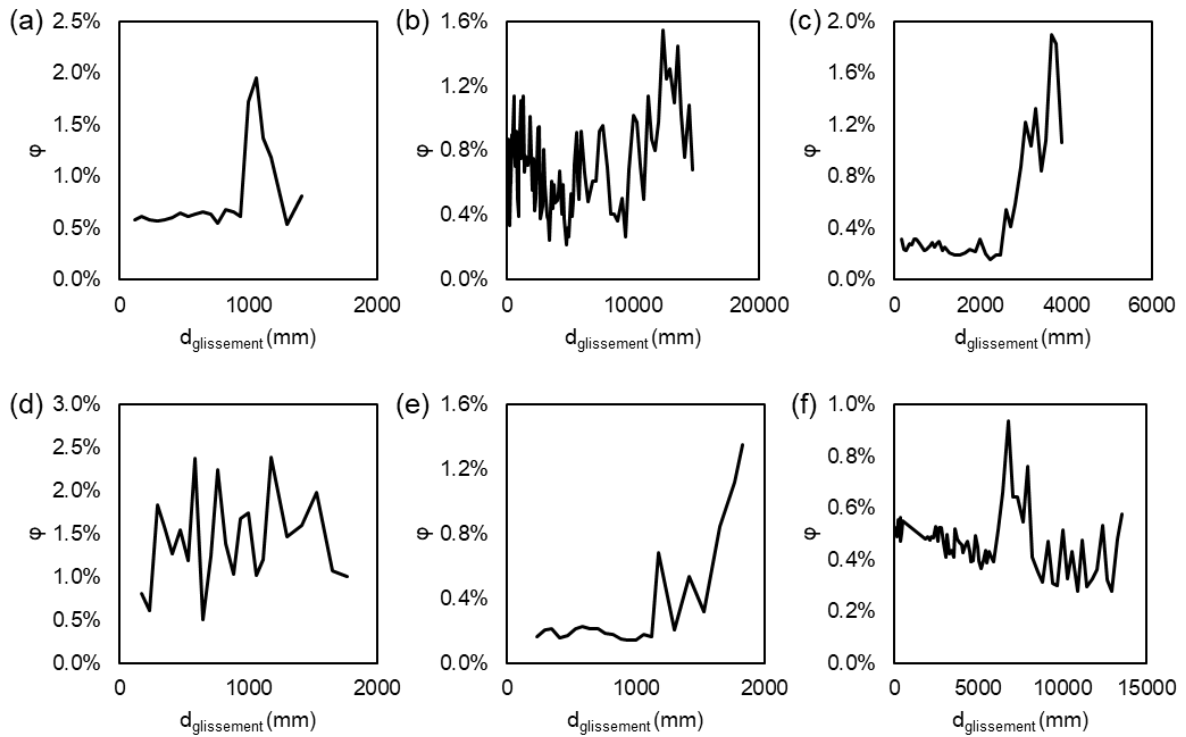


Figure 3-20 Evolution du paramètre φ pour les configurations (a), (b), (c), (d), (e) et (f)

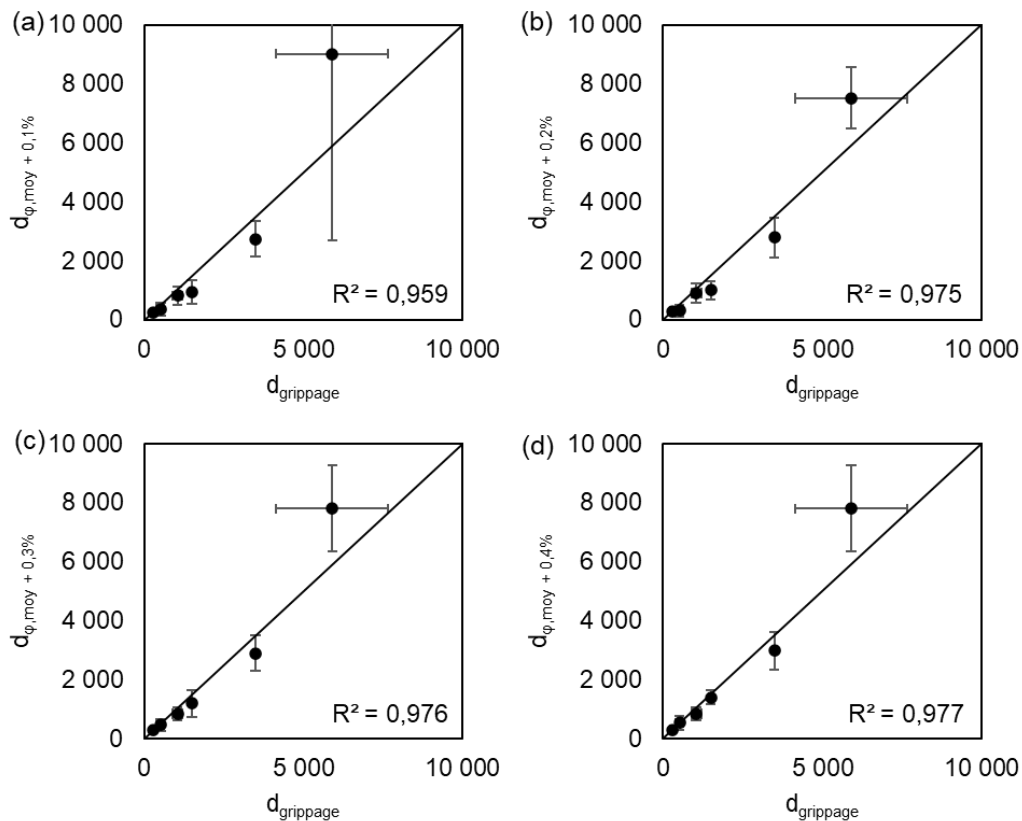


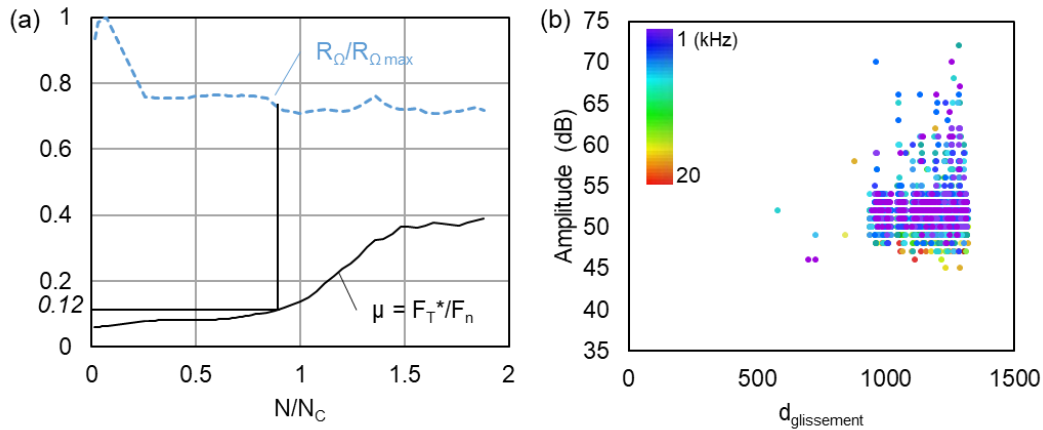
Figure 3-21 Comparaison entre la durée de vie effective et la distance de glissement avant atteindre (a) $\varphi_{moy}+0.1\%$, (b) $\varphi_{moy}+0.2\%$, (c) $\varphi_{moy}+0.3\%$ et (d) $\varphi_{moy}+0.4\%$

Tous les critères ont tendance à sous-estimer la durée de vie pour la plupart des configurations. Le critère avec augmentation de 0,1% de φ_{moy} donne des résultats avec beaucoup d'incertitude. Les trois autres critères donnent des résultats assez similaires. La meilleure corrélation est trouvée pour le critère $\varphi_{moy}+0.4\%$.

La comparaison entre les différents niveaux de frottement, l'augmentation de l'instabilité du frottement dans les cycles de glissement et la durée de vie effective des configurations du panel testé permet de définir les critères de grippage $d_{\mu=0,2}$ et $d_{\varphi,moy+0,4\%}$. L'application de ces critères sur les résultats de test permet de s'affranchir de la subjectivité d'une lecture graphique pour déterminer la durée de vie des interfaces comme il est commun de procéder habituellement [43,47,96,97]. Le critère $d_{\varphi,moy+0,4\%}$ sera appelé $d_{\varphi,g}$ dans la suite pour plus de simplicité. $d_{\mu=0,2}$ et $d_{\varphi,g}$ seront utilisés comme critère d'apparition du grippage dans le reste de ce travail de thèse. Le critère $d_{\mu=0,2}$ est défini comme la distance de glissement parcourue avant d'atteindre un coefficient de frottement de 0,2. Le critère $d_{\varphi,g}$ est défini comme la distance de glissement parcourue avant d'atteindre une augmentation de 0,004 de φ par rapport au φ moyen sur les 200 premiers millimètres de distance de glissement. On peut alors définir une autre caractéristique de l'interface : le coefficient de frottement avant grippage, lorsque l'interface est encore suffisamment lubrifiée. Ce paramètre, nommé μ_L , est défini comme la moyenne des valeurs de frottement des cycles de glissement précédant $d_{\varphi,g}$.

Il est aussi possible d'instrumenter l'essai avec un dispositif de suivi de la résistance électrique (mesure à quatre points) et capteur d'émissions acoustiques. Des exemples de résultats obtenus avec ces dispositifs sont présentés Figure 3-22. Dans l'étude présentée dans l'article

[45], il a été montré que la résistance électrique du contact fluctue au moment où le grippage apparaît. De même, le suivi des émissions acoustiques montre l'augmentation du nombre et de l'amplitude des salves acoustiques une fois le grippage apparu. Ces techniques pourraient permettre également de définir des critères de grippage [48,49,98] mais elles ne seront cependant pas utilisées dans le reste de la thèse. En effet, leur mise en place est lourde et alourdit l'exploitation des essais. Les critères sur le frottement, plus efficaces, apparaissent suffisamment pertinents pour décrire l'activation du processus de grippage.



2.4. Durée de vie des essais tore/plan et plan/plan

Les critères de grippage $d_{\mu=0,2}$ et $d_{\varphi,g}$ sont appliqués sur les courbes de frottement des essais tore/plan et plan/plan (voir Figure 3-14 pour les courbes de frottement). Les critères et le coefficient de frottement moyen avant grippage (μ_L) sont présentés respectivement Figure 3-23a et Figure 3-23b. La dispersion sur les critères de grippage sur les cinq essais répétés est présentée Figure 3-23c, celle sur μ_L Figure 3-23d.

La durée de vie des configurations tore/plan et plan/plan sont très différentes. Le contact plan/plan est le plus sévère avec une durée de vie moyenne entre 700 et 800 mm de distance de glissement avec une dispersion modérée entre 15 et 20%. La durée de vie du contact tore/plan est beaucoup plus importante, de l'ordre de 4000 mm, mais les résultats sont très dispersés (plus de 50%). La durée de vie drastiquement plus faible pour la configuration plan/plan s'explique par le fait que la pression de contact chute lentement avec l'usure. A l'inverse, la pression de contact chute très rapidement dans le cas de la configuration tore/plan, ce qui explique la temporisation de l'apparition du grippage. Les niveaux de frottement avant grippage entre les deux configurations diffèrent légèrement. En configuration tore/plan, le coefficient de frottement est de 0,15 et en configuration plan/plan de 0,11. La dispersion, autour de 5%, est assez faible dans les deux cas.

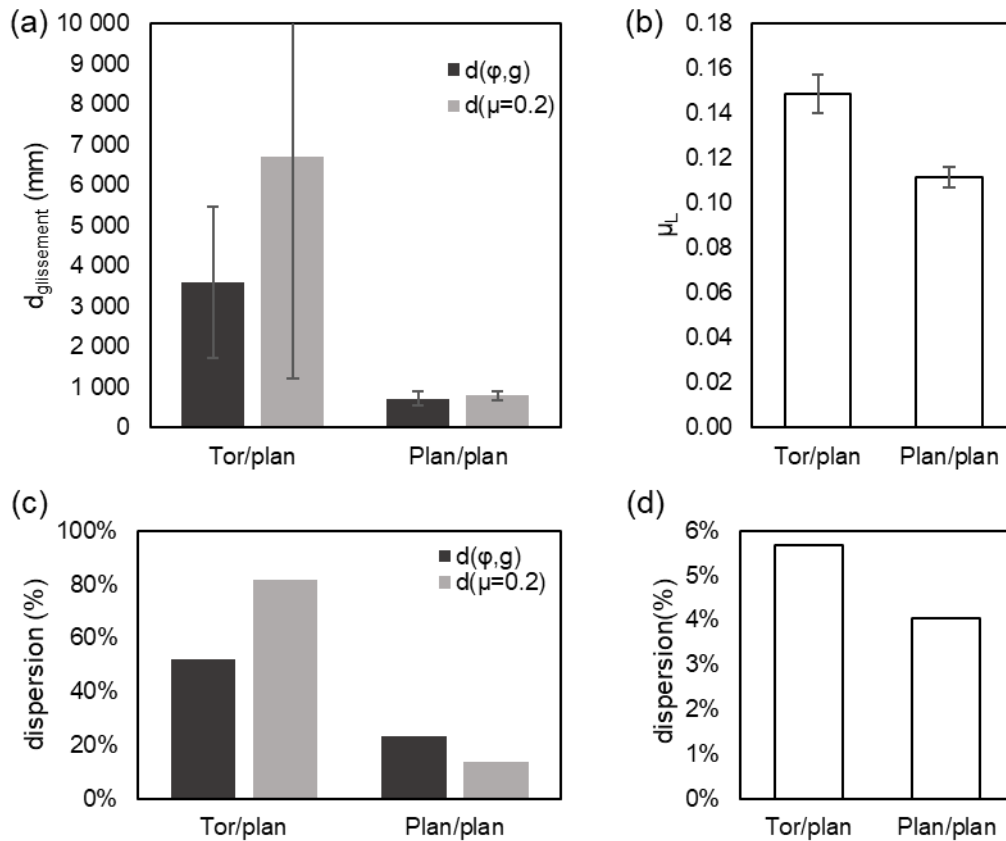


Figure 3-23 (a) Durée de vie selon les critères de grippage et (b) coefficient de frottement moyen avant grippage μ_L des configurations tore/plan et plan/plan, dispersion sur (c) les critères de grippage et (d) μ_L

La comparaison entre les caractéristiques des géométries modèles (§2.2) et celles du contact « portée » en connexion (§1) a montré que les deux géométries sont représentatives de contacts réels. Grâce au test des géométries modèles sur le banc de test, le choix est fait de continuer les travaux de thèse avec la géométrie plan/plan. En effet, d'une part, cette géométrie permet un bon contrôle de la pression de contact durant l'essai et d'obtenir des durées de vie plus représentatives des cas industriels. D'autre part, les résultats des essais ont aussi présenté une dispersion beaucoup plus faible que ceux du contact tore/plan.

3. Conclusion

L'étude des caractéristiques des portées montrent une diversité des géométries dans le design des connexions. La pression de contact, la vitesse de glissement et la distance de glissement parcourue pendant un vissage/dévisage sont très dépendantes du diamètre du tube. Pour rappel, le Tableau 3-1 résume les conditions de glissement lors du vissage de la connexion.

Les bancs de tests TGT et RGT, basés sur le principe proposé par la norme [27], permettent de reproduire les conditions de frottement des portées à échelle réelle et réduite. Le banc RGT a été développé et validé pendant la thèse. Les échantillons à échelle réduite permettent d'analyser les traces d'usure avec le MEB et l'XPS.

A ce stade, deux critères de grippage sur les essais ont été proposés. Le premier, $d_{\mu=0.2}$ est défini comme la distance de glissement parcourue avant d'atteindre un coefficient de frottement de 0,2. Le second $d_{\varphi, g}$ est lié à l'évolution du paramètre φ qui quantifie l'amplitude

des fluctuations du plateau des cycles de glissement. Ces fluctuations augmentent lors de l'apparition du grippage, alors indiquée par une augmentation de 0,004 de φ par rapport au φ moyen sur les premiers cycles.

Une étude préliminaire sur deux géométries modèles a montré que ces dernières étaient toutes deux représentatives du contact réel. La géométrie plan/plan a été choisie pour sa meilleure répétabilité sur les essais et son meilleur contrôle de la pression de contact.

Chapitre 4 : Développement des scénarii d'endommagement dans les cas API et YEL

L'objectif de ce chapitre est d'étudier le scénario d'endommagement du contact Mn-P/acier graissé couramment utilisé dans les connexions OCTG à l'aide de la méthode expérimentale développée dans le chapitre 3. Le comportement de l'interface sera analysé pour deux graisses différentes : API et YEL. Des essais préliminaires sont effectués pour mettre à jour l'effet de chaque composante du tribosystème sur le comportement de l'interface durant l'essai de grippage. Ensuite, des analyses plus conséquentes sont réalisées pour chacune des configurations YEL et API. Elles permettent d'observer l'évolution des traces d'usure et des différents matériaux présents dans l'interface durant l'essai. Enfin, les scénarii d'endommagement des deux configurations peuvent être établis et comparés.

1. ESSAIS PRELIMINAIRES	81
2. RESULTATS DES ANALYSES DANS LE CAS YEL	84
2.1. Usure.....	84
2.2. Physico-chimie de l'interface YEL.....	85
2.2.1. En surface.....	85
2.2.2. Expertise en coupe de l'interface YEL et du tribofilm associé	89
2.2.3. Analyse des particules issues du contact YEL	92
3. RESULTATS DES ANALYSES DANS LE CAS API.....	93
3.1. Usure.....	93
3.2. Physico-chimie de l'interface API.....	94
3.2.1. Analyses en surface	94
3.2.2. Analyses en coupe du tribofilm généré par l'interface API	98
3.2.3. Particules dans le contact.....	102
4. SCENARII DE GRIPPAGE ET COMPARAISON DES CONTACTS API ET YEL.....	103
5. CONCLUSION	106

1. Essais préliminaires

Dans un premier temps, nous avons étudié les trois configurations élémentaires soit la configuration Mn-P sans graisse puis les deux graisses YEL et API sans le dépôt Mn-P. Ensuite, les deux configurations complètes « Mn-P + API » et « Mn-P + YEL » sont étudiées. Des conditions de tests ont été choisies pour établir le test standard de cette thèse. Ces conditions correspondent à la gamme des conditions réelles tout en s'appliquant aisément aux bancs de test. La matrice d'essais préliminaires et les conditions du test standard sont récapitulées dans le Tableau 4-1.

Tableau 4-1 Matrice d'essais préliminaires et conditions du test standard

Configuration	TDS			Banc de test utilisé	Test « standard »		
	Mn-P	Graisse			Pression moyenne	Vitesse de glissement	$d_{\text{glissement}}$ par cycle
		YEL	API				
Mn-P	✓			RGT Plan/plan	650 (70 kN)	11,9 (0,4 Hz)	29,7 (± 25°)
YEL		✓					
Mn-P + YEL	✓	✓					
API			✓				
Mn-P + API	✓		✓				

Les courbes de frottement résultant des essais sont présentées Figure 4-1. Les critères de grippage sont appliqués et le coefficient de frottement moyen avant grippage est calculé pour chaque essai. Les résultats sont présentés Figure 4-2. Les essais des campagnes expérimentales présentés dans ce chapitre ont été réalisés en utilisant le banc de test RGT. Après les tests de mise au point sur ce banc, le système d'auto-alignement des échantillons a montré quelques difficultés à conserver l'alignement lors de la propagation du grippage. Il a été convenu d'interrompre les essais au moment du grippage lorsque le coefficient de frottement atteint 0,16. L'interface étant déjà sévèrement grippée lorsque le coefficient de frottement atteint ce niveau de frottement, l'analyse du scénario d'endommagement reste possible. Le critère de grippage sur le niveau de frottement utilisé pour les prochains essais est donc $d_{\mu=0,16}$ en lieu et place de $d_{\mu=0,2}$. L'étude dans le chapitre 3 a montré l'état d'avancement du grippage pour $\mu = 0,16$ est en fait très proche de celui obtenu pour $\mu = 0,2$. Ainsi, nous considérons que le seuil $d_{\mu=0,16}$ est équivalent au standard associé au banc TGT $d_{\mu=0,2}$.

La forme des courbes de frottement, les niveaux de frottement et les durées de vie diffèrent significativement selon les configurations. La configuration « Mn-P » présente d'abord un plateau dont le coefficient de frottement moyen est d'environ 0,12 puis on observe une augmentation du frottement témoin de l'apparition du grippage (Figure 4-1a). La durée de vie observée est d'environ 500 mm. Les configurations sans revêtement « API » et « YEL » (respectivement Figure 4-1d et b) présentent des durées de vie plus faibles, leurs courbes de frottement ne présentent pas de plateau, le coefficient de frottement augmente continuellement et rapidement dès les premiers cycles. Leur niveau de frottement moyen avant grippage est respectivement de 0,11 et 0,13 et leur durée de vie respectives sont de 180 mm et 200 mm.

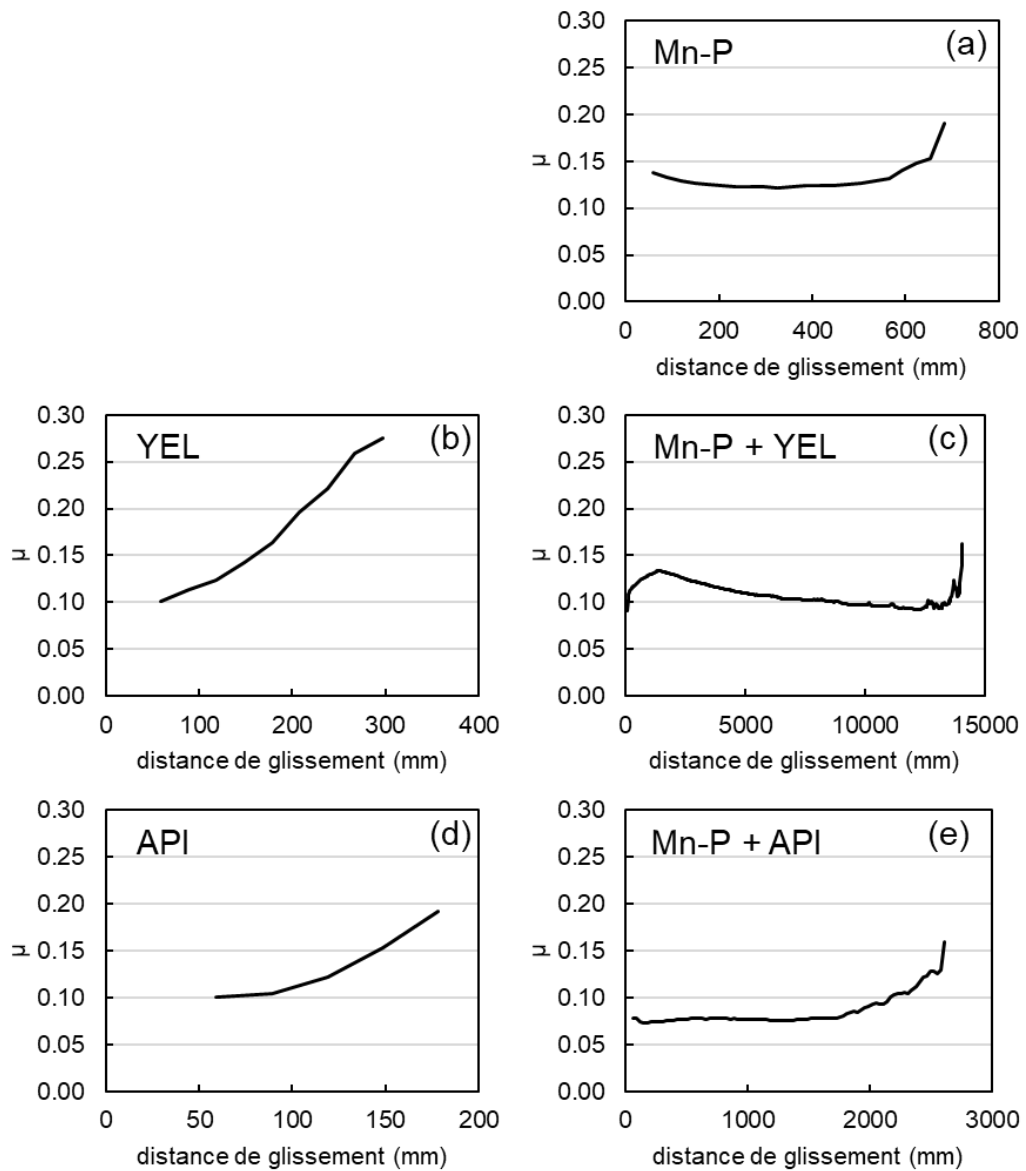


Figure 4-1 Courbes de frottement des configurations (a) Mn-P, (b) YEL, (c) Mn-P + YEL, (d) API et (e) Mn-P + API (RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, $\pm 7,4$ mm)

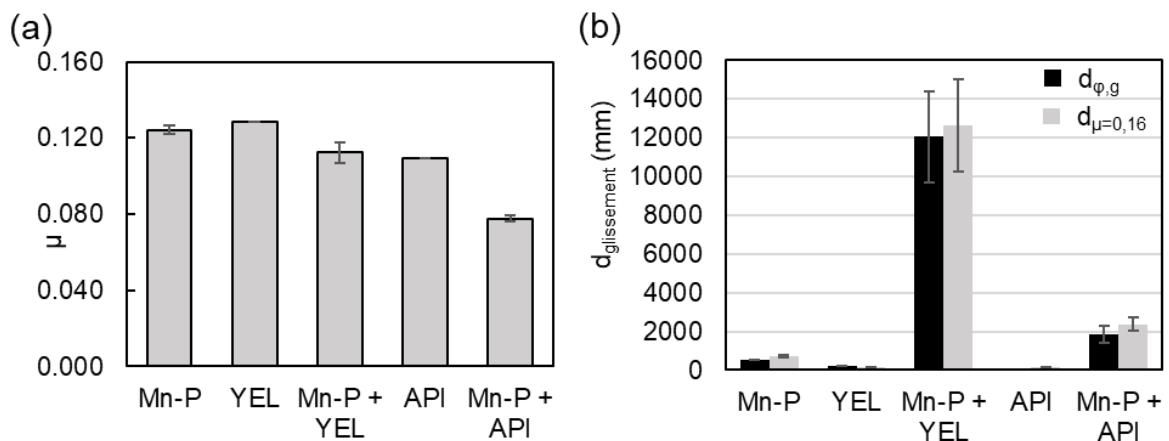


Figure 4-2 (a) Coefficient de frottement moyen avant grippage, (b) critères de grippage $d_{\mu=0,16}$ et $d_{g,\phi}$ appliqués aux essais préliminaires (RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, $\pm 7,4$ mm)

Le comportement des configurations complètes (Mn-P + YEL et Mn-P + API) est très différent de ces configurations dites élémentaires. Il diffère également significativement selon la graisse employée. La configuration « Mn-P + YEL » présente la durée de vie la plus importante autour de 12 000 mm avec un coefficient de frottement moyen de 0,11 avant rupture. La courbe présente une « bosse » en début d'essai autour de 0,13, puis une lente diminution du coefficient de frottement jusqu'à l'apparition du grippage où le coefficient de frottement augmente fortement (Figure 4-1c). La configuration « Mn-P + API » présente un coefficient de frottement moyen avant rupture plus faible à 0,08 mais une durée de vie moyenne de 1800 mm. La courbe de frottement est composée d'un plateau sur la majorité de l'essai suivi d'une augmentation de plus en plus forte du coefficient de frottement au moment où le grippage apparaît (Figure 4-1e). Dans les deux cas, la présence de Mn-P en plus de la graisse permet une diminution du coefficient de frottement et un allongement de la durée de vie.

La différence très marquée des comportements des différentes configurations met en lumière l'interaction entre la couche de phosphate de manganèse et la graisse. Lorsque les configurations sont complètes, i.e. échantillon du haut revêtu et application de graisse, la durée de vie est multipliée par un facteur 10 voire 30. Cela révèle que l'interaction entre graisse et phosphate de manganèse est très favorable à la résistance au grippage. De plus, la différence de comportement entre le système complet avec l'API et celui avec la YEL montre que ces deux graisses ont un fonctionnement très différent.

La suite de ce chapitre s'attèle à comprendre les mécanismes d'usure et de protection face au grippage pour les deux graisses étudiées. Dans chaque cas, les traces d'usure provenant d'essais interrompus à différents points de la courbe de frottement sont caractérisées et analysées avec les moyens présentés dans le chapitre 2. Seules les configurations complètes avec l'échantillon haut revêtu Mn-P combiné respectivement avec la graisse YEL et API sont étudiées. Pour simplification, elles seront renommées respectivement configurations YEL et API.

2. Résultats des analyses dans le cas YEL

2.1. Usure

La Figure 4-3 présente les profils d'usure relevés du contact YEL (c'est-à-dire Mn-P (haut) + YEL) à différentes distances de glissement, ainsi que l'évolution du volume d'usure sur l'échantillon du bas au cours de l'essai. L'usure apparaît dès le début de l'essai, elle est homogène et uniformément répartie dans la trace d'usure pendant la majorité de l'essai. Lorsque le grippage apparaît, la surface est assez hétérogène, avec une rugosité augmentée et la présence de sillons et de protubérances caractéristiques du grippage. Cela est confirmé par le profil qui est très perturbé dans la bande de glissement.

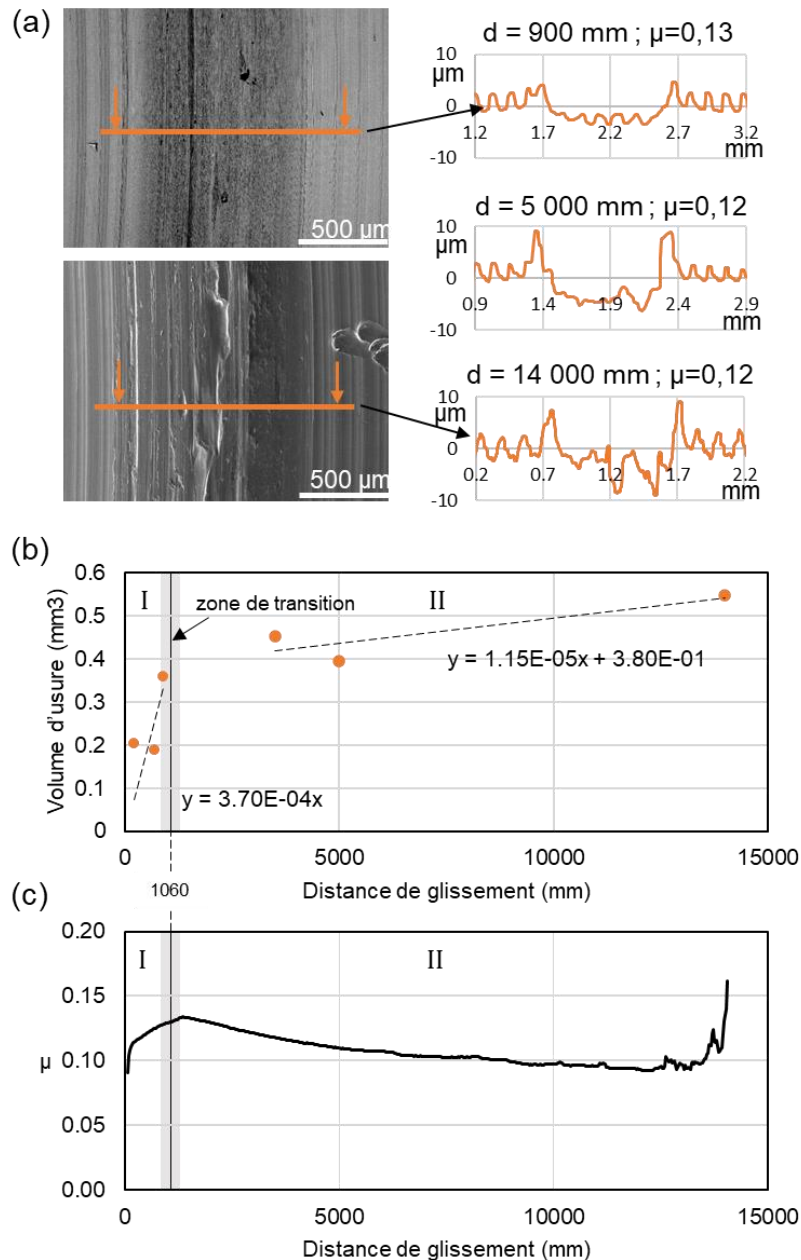


Figure 4-3 (a) Evolution du profil d'usure de l'échantillon bas au cours de l'essai, (b) évolution du volume d'usure sur l'échantillon du bas au cours de l'essai, (c) évolution du coefficient de frottement en fonction de la distance de glissement (YEL – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, ± 7,4 mm)

L'évolution du volume d'usure marque deux phases. La première, en début d'essai, montre une augmentation très rapide du volume d'usure. Ensuite, le volume d'usure augmente plus doucement. Ce changement sur l'évolution du volume d'usure est comparable à celui du coefficient de frottement. Celui-ci augmente assez fortement en début d'essai et atteint un maximum à environ 1000 mm de distance de glissement, il diminue ensuite sur le reste de l'essai (avant l'apparition de grippage). L'évolution du volume d'usure en fonction de la distance de glissement est formalisée pour chaque phase en utilisant la méthode de régression linéaire. La limite entre les points utilisés pour le calcul de la première phase et ceux utilisés pour la seconde phase doit être définie. On fait l'hypothèse que les transitions observées sur l'évolution du frottement et du volume d'usure sont liées au même mécanisme. Cela suggère que la transition usure rapide/usure douce est associée au premier maximum (la bosse) du coefficient de frottement. Ceci est cohérent avec le fait que l'activation de l'usure douce est associée à un coefficient de frottement plus faible et plus stable. La transition sur les courbes de frottement est définie comme la distance de glissement où la tendance s'inverse, c'est-à-dire le moment où le coefficient commence à diminuer (le sommet de la bosse). La distance de glissement moyenne correspondant au premier maximum sur μ est calculée sur chaque essai répété. Elle est égale à 1060 ± 260 mm et est représentée sur la Figure 4-3b. On peut donc formaliser la cinétique d'usure au travers d'une approche bi-linéaire en considérant une valeur seuil $d_{g,th} = 1060$ mm (associée au premier maximum du frottement) soit :

$$\text{si } d_g < d_{g,th(BOL)} \quad V_{usure} = K_{I(BOL)} * d_g \quad (4-1)$$

$$\text{si } d_g > d_{g,th(BOL)} \quad V_{usure} = K_{II(BOL)} * (d_g - d_{g,th(BOL)}) + V_{th(BOL)} \quad (4-2)$$

avec $K_{I(BOL)} = 3,70 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{mm}$ et $K_{II(BOL)} = 1,15 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{mm}$ et $V_{th(BOL)} = K_{I(BOL)} * d_{g,th(BOL)} = 3,92 \cdot 10^{-1} \text{ mm}^3$.

2.2. Physico-chimie de l'interface YEL

2.2.1. En surface

Les observations MEB et analyses EDX sont présentées Figure 4-4 pour les échantillons hauts et bas à différentes distances de glissement. Les analyses XPS sont présentées Figure 4-5 également pour les deux surfaces en contact pour une distance de glissement de 5000 mm correspondant environ à la moitié de la durée de vie de la configuration. Les analyses XPS sont faites au milieu de la trace et sur une zone hors de la trace, cependant suffisamment proche du bord de la trace pour avoir été couverte de graisse. Ainsi, les analyses hors trace témoignent de l'état de la surface après application de la graisse mais sans avoir subi de pression ou de frottement. Le Tableau 4-2 présente la proportion relative des éléments détectés par XPS des différentes zones analysées.

Les cartographies EDX révèlent que les éléments de la graisse (calcium, carbone) et du phosphate de manganèse (phosphore, manganèse, oxygène) sont répartis de façon homogène sur la trace de frottement pendant la phase lubrifiée de l'essai. Au moment où le grippage apparaît, les cartographies montrent que ces éléments sont éjectés du contact en partant du bord de la trace, laissant apparaître l'acier en haut et en bas.

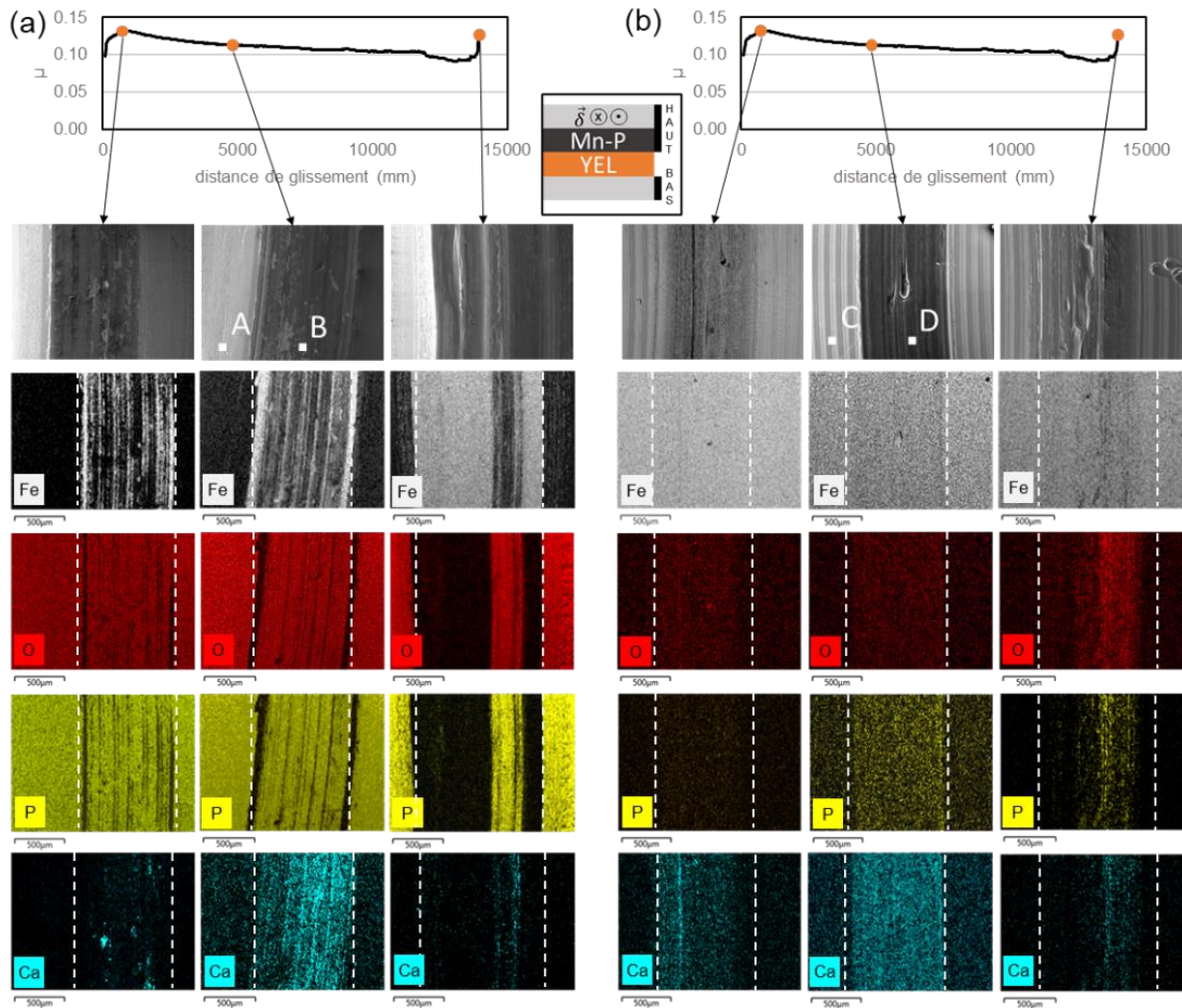


Figure 4-4 Observations MEB et analyses EDX à différents points de la courbe de frottement du contact YEL sur (a) l'échantillon du haut et (b) l'échantillon du bas (YEL – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, $\pm 7,4$ mm)

Les analyses XPS révèlent la présence d'éléments de la graisse hors des traces d'usure, cela montre que les éléments s'adsorbent aux surfaces (acier et Mn-P) sans la nécessité d'appliquer une contrainte mécanique. La couche de carbone, liée à la contamination, est plus fine que l'épaisseur analysée par l'XPS (d'environ 10 nm). Cela est mis en évidence sur les analyses hors trace, où les éléments du substrat sont détectés : fer pour l'échantillon du bas et phosphore et manganèse pour l'échantillon du haut. Dans les traces des échantillons haut et bas, les analyses XPS et EDX ont détecté les éléments de la graisse et de la couche de phosphate de manganèse. La couche de Mn-P a donc été partiellement transférée et un troisième corps contenant des éléments de la graisse et de la couche Mn-P est observé sur les deux surfaces.

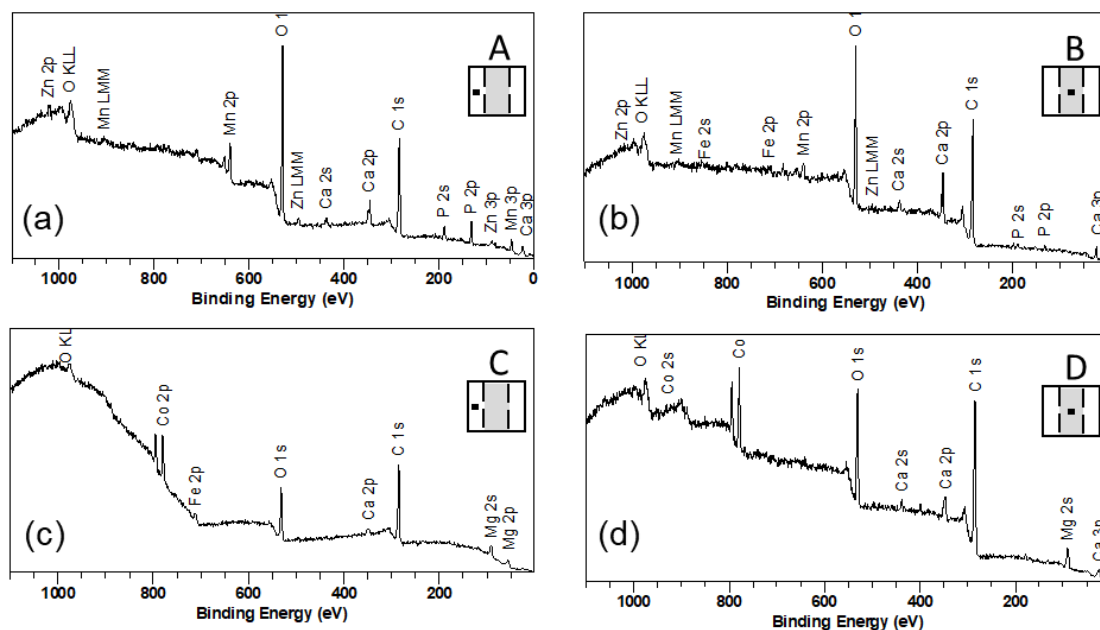


Figure 4-5 Spectres XPS à demi-vie (5000 mm) du contact YEL sur la surface de l'échantillon du haut (a) hors et (b) au milieu de la trace d'usure et sur la surface de l'échantillon du bas (c) hors et (d) au milieu de la trace (les analyses sont localisées sur les images MEB dans la Figure 4-4 par les points A, B, C et D) (YEL – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, \pm 7,4 mm)

Tableau 4-2 Proportion relative des éléments par analyses XPS du contact YEL pour une distance de glissement de 5000 mm, les analyses sont localisées sur les images MEB dans la Figure 4-4 par les points A, B, C et D, la référence Mn-P est celle des analyses sur le traitement de surface présentées dans le chapitre 2 (HT = Hors Trace, MT = Milieu de la Trace)

	C	O	P	Mn	Fe	Ca	Mg	Co
	At %	At %	At %	At %	At %	At %	At %	At %
Ref Mn-P	35	42	6	5	0	2	7	2
Haut HT - A	49	38	5	3	1	2	2	-
Haut MT - B	64	31	1	1		4	-	-
Bas HT - C	74	19	-	-	1	1	-	5
Bas MT - D	68	19	1	-	-	2	6	4

Pour mieux connaître la composition de ces couches, des analyses haute résolution ont été réalisées. Les analyses sur le calcium et le phosphore sont présentées Figure 4-6. Le Tableau 4-3 récapitule l'analyse des pics et la proportion entre les différents éléments. En comparant la forme et la position des pics sur la surface avant et après essai, aucun décalage des pics n'est observé (ni pour le phosphore, ni pour le calcium). La proportion relative entre ces deux éléments montre que sur l'échantillon du haut, il y a plus de calcium après frottement. Sur l'échantillon du bas, on note la présence de phosphore après frottement, la position du pic P 2p est cohérente avec une configuration « phosphate » similaire aux analyses faites sur l'échantillon du haut (revêtu Mn-P). La forme et la position des pics similaires avant et après essai suggèrent que le frottement n'a pas activé de réaction chimique entre les différents éléments. En effet, si c'était le cas, un décalage sur la position des pics ou l'apparition de pics à des positions légèrement différentes auraient été observés. On peut alors conclure que la

couche présente sur les surfaces relève d'un mélange mécanique entre les particules de la graisse et les particules de Mn-P.

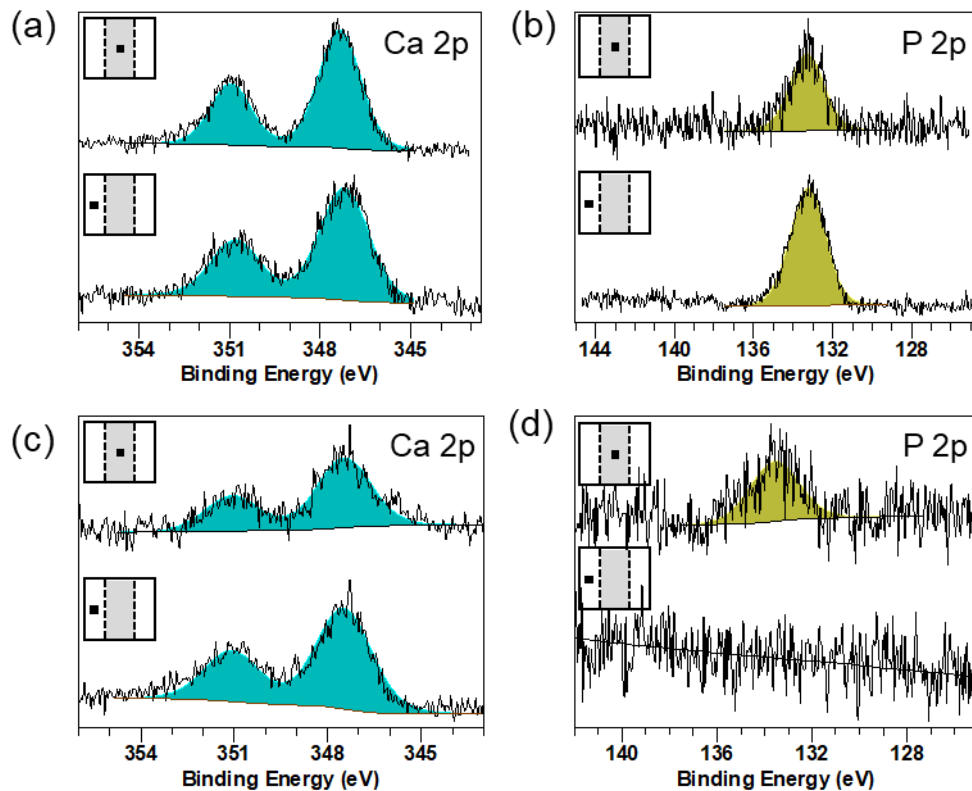


Figure 4-6 Analyses XPS haute résolution des pics Ca 2p et P 2p dans et hors de la trace d'usure d'un essai arrêté à 5000 mm pour (a) l'échantillon du haut et (b) l'échantillon du bas (les analyses sont localisées sur les images MEB dans la Figure 4-4 par les points A, B, C et D) (YEL – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, \pm 7,4 mm)

Tableau 4-3 Assignation des pics sur les spectres XPS de haute résolution de la Figure 4-6 (YEL – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, \pm 7,4 mm)

Echantillon du haut						
Zone	Nom	Position	FWHM	At%	Espèce	Ref.
	Ca 2p	347,36	1,64	72		
	P 2p	133,30	2,06	28	Phosphate	[90]
	Ca 2p	347,20	1,94	30		
	P 2p	133,18	1,65	70	Phosphate	[90]
Echantillon du bas						
Zone	Nom	Position	FWHM	At%	Espèce	Ref.
	Ca 2p	347,47	2,06	100		
	Ca 2p	347,49	2,12	78		
	P 2p	133,18	1,65	22	Phosphate	[90]

2.2.2. Expertise en coupe de l'interface YEL et du tribofilm associé

Deux lames minces réalisées par FIB ont été prélevées sur les traces d'usure des échantillons YEL ayant subi un essai « standard » arrêté à 700 mm. Les lames ont été prélevées dans la direction de glissement.

La Figure 4-7 présente les analyses MET et EDX faites sur la lame mince prélevée sur l'échantillon du bas. Sur la vue générale, le tribofilm paraît assez homogène dans son épaisseur mais comporte quelques particules non mélangées. Les cartographies EDX montrent que le tribofilm est composé d'éléments provenant de la graisse (calcium, talc, graphite) et de la couche de phosphate de manganèse. Les particules non mélangées sont des particules d'usure à base de fer. L'épaisseur du tribofilm mesurée est de 200 nm. La Figure 4-7c montre le résultat de la transformée de Fourier rapide (FFT) d'analyses TEM à haute résolution repérée sur la vue générale de la lame Figure 4-7a. Au point A, à la frontière entre l'acier et le tribofilm, la FFT montre qu'il y a une zone cristalline (l'acier) et une zone amorphe (le tribofilm). Le point B situé dans l'épaisseur du tribofilm montre une structure amorphe. L'analyse C est faite sur une des particules d'acier contenues dans le tribofilm, on retrouve le même résultat qu'au point A.

La Figure 4-8 présente les analyses MET et EDX faite sur la lame mince prélevée sur l'échantillon du haut. La lame FIB a été abîmée, les analyses n'ont pu être réalisées que sur un bord. Une vue générale est disponible Figure 4-8c avec les analyses EDX. On observe quatre zones distinctes : l'acier, la couche de phosphate de manganèse, le tribofilm et la couche protectrice de carbone liée au procédé d'usinage. Les analyses Figure 4-8a et b se concentrent sur la zone tribofilm. Comme pour la lame de l'échantillon du bas, le tribofilm est assez homogène et comporte des particules d'acier. Des particules de TiO_2 provenant de la graisse se retrouvent également dans le tribofilm. L'analyse haute résolution D montre que le tribofilm est amorphe mais comporte une certaine orientation (normale à la surface de contact sur cette zone analysée). L'épaisseur du tribofilm est ici estimée à 2 μm .

Les observations faites sur les lames FIB confirment celles faites en surface. Selon les analyses hautes résolutions, le tribofilm est amorphe. Il n'est pas possible de savoir si la structure a été modifiée par le faisceau d'ion utilisé durant l'usinage de la lame FIB ou résulte des contraintes tribologiques. Des analyses sont faites sur des particules d'usure récoltées sur les surfaces après essai n'ayant pas subi le faisceau d'ion, elles nous permettront de trancher sur ce point après avoir présenté ces derniers résultats.

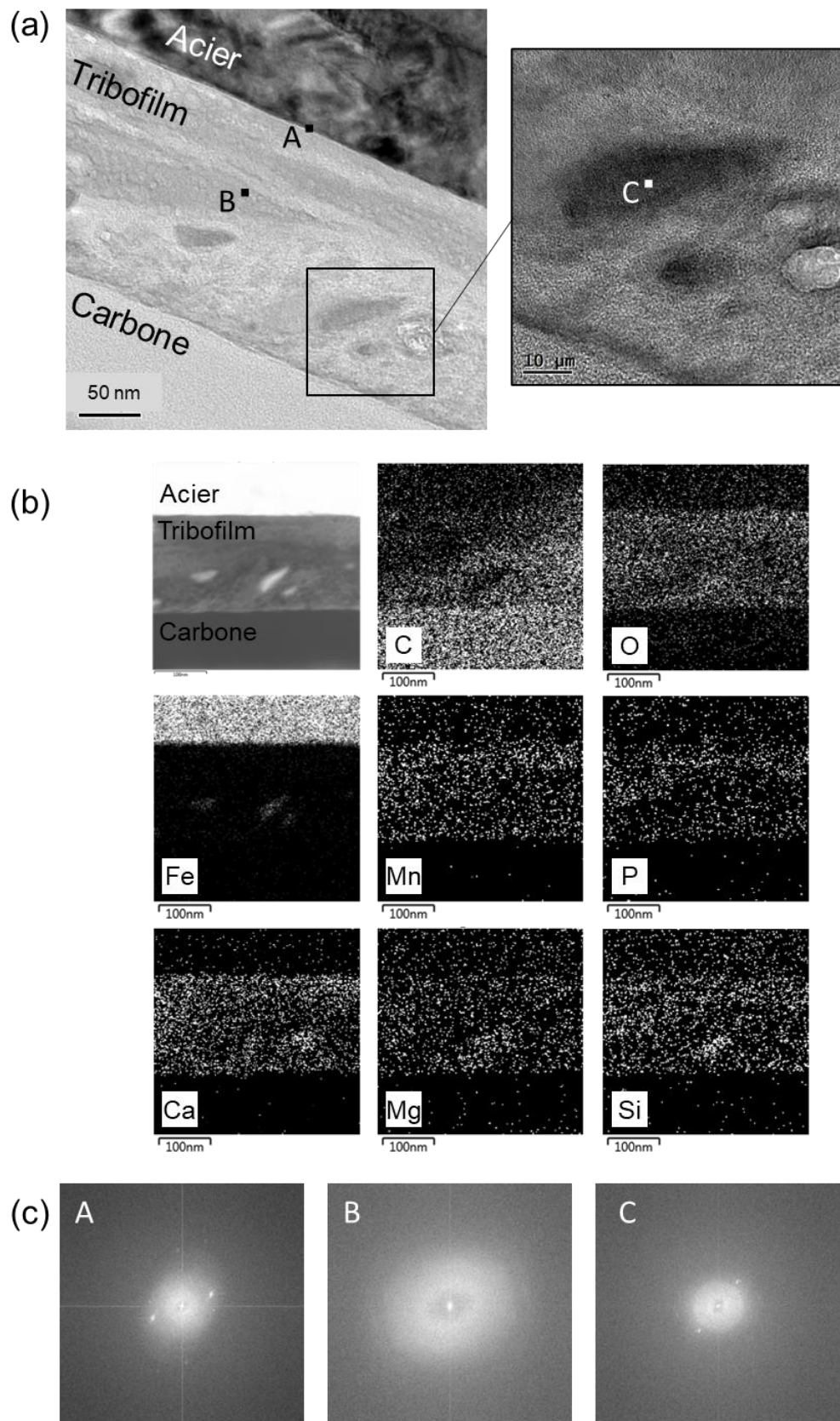


Figure 4-7 Analyses sur lame mince : vue en coupe de la surface de l'échantillon du bas après essai standard interrompu à 700 mm du tribofilm issu d'un contact YEL (a) vues d'ensemble et détaillée par imagerie MET, (b) cartographies EDX sur la vue d'ensemble et (c) FFT des analyses haute résolution en MET aux points A, B et C (YEL – RGT – 650 MPa, 11,9 mm/s, $\pm 7,4$ mm)

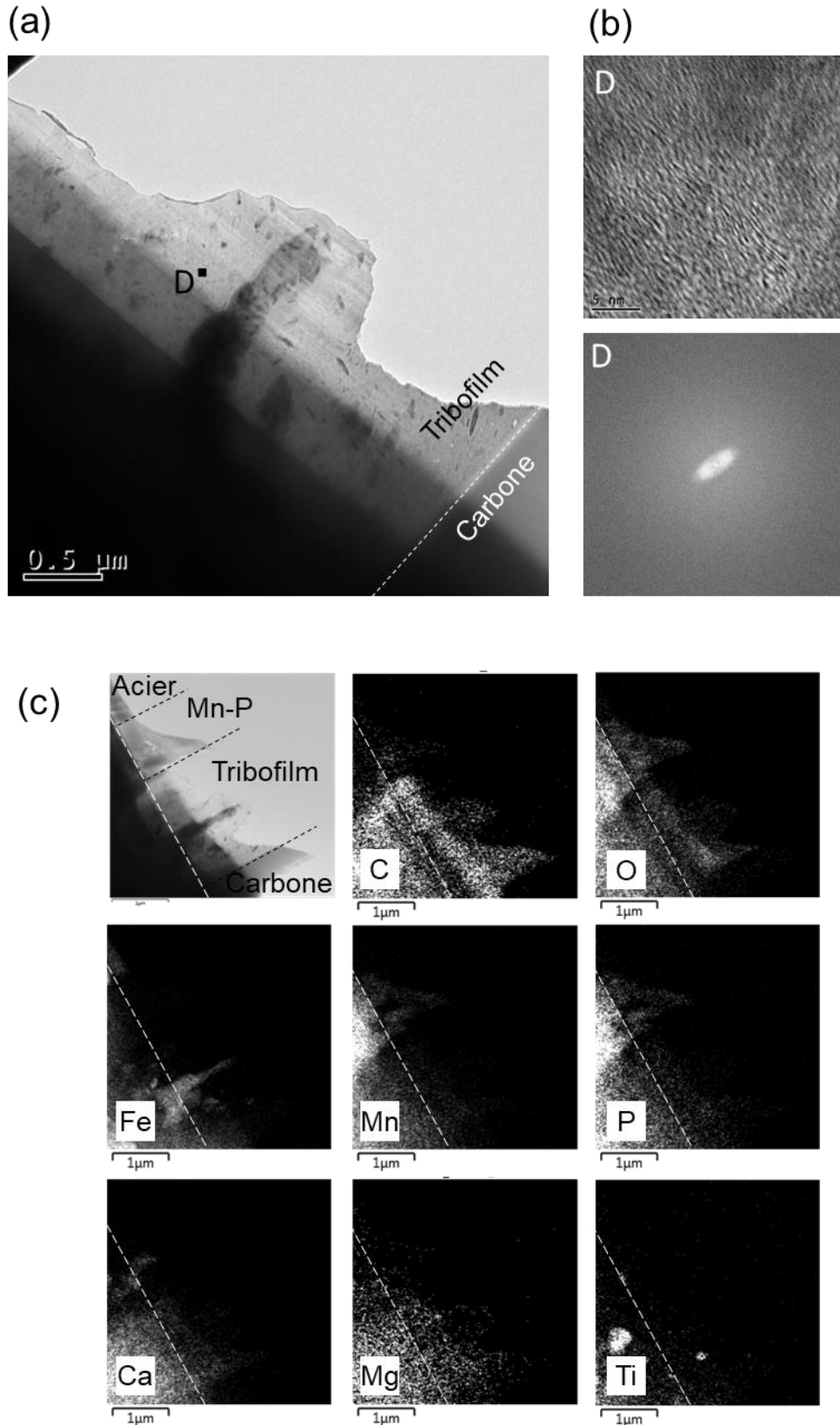


Figure 4-8 Analyses sur lame mince : vue en coupe de la surface de l'échantillon du haut après essai standard interrompu à 700 mm (a) vue détaillée de la zone tribofilm par imagerie MET, (b) image et FFT des analyses MET haute résolution au point D et (c) cartographies EDX sur la vue d'ensemble (YEL – RGT – 650 MPa, 11,9 mm/s, ± 7,4 mm)

2.2.3. Analyse des particules issues du contact YEL

Les particules d'usure du contact YEL ont été collectées selon la procédure décrite dans le chapitre 2 lors un essai standard arrêté à 700 mm. La Figure 4-9 présente les analyses TEM et EDX faites sur une particule représentative. On observe une particule composée d'éléments provenant de la graisse, de la couche de phosphate et de l'acier. Elle mesure environ un micron. Les FFT des analyses en haute résolution faite sur les bords de la particule montrent une zone cristalline (zone riche en fer selon les cartographies EDX) et une zone amorphe (zone riche en Mn-P). Ainsi, nous pouvons conclure que le tribofilm combine des structures cristallines à une matrice de type amorphe et que le faisceau d'ion utilisé durant l'usinage des lames FIB n'altère pas la structure du tribofilm.

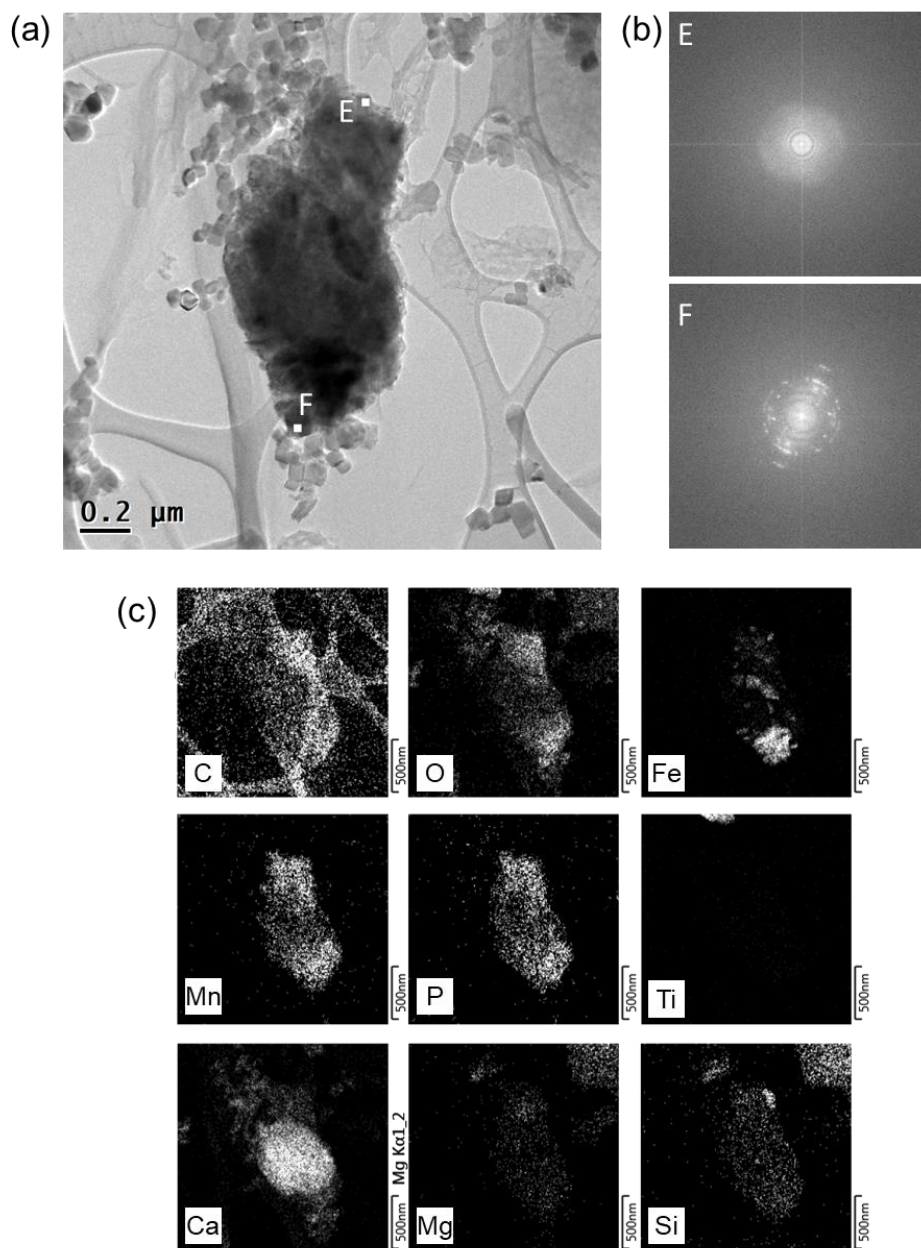


Figure 4-9 Analyses MET d'une particule d'usure du contact YEL représentative collectée sur les surfaces après essai standard interrompu à 700 mm (a) image MET, (b) FFT des analyses MET haute résolution aux points E et F et (c) cartographies EDX de la particule (YEL – RGT – plan/pla – 650 MPa, 11,9 mm/s, \pm 7,4 mm)

3. Résultats des analyses dans le cas API

3.1. Usure

La Figure 4-10 présente les profils d'usure relevés à différentes distances de glissement pour le contact API. En début d'essai, l'usure est assez douce et uniformément répartie dans la trace. On observe que la trace apparaît tout de même assez hétérogène sur l'image MEB. A la moitié de la durée de vie, le profil comporte toujours des hétérogénéités et la trace d'usure est comblée par endroit par une couche de matière interfaciale assez épaisse. Lorsque le grippage apparaît, la trace d'usure présente des sillons et des protubérances caractéristiques qui apparaissent également sur le profil.

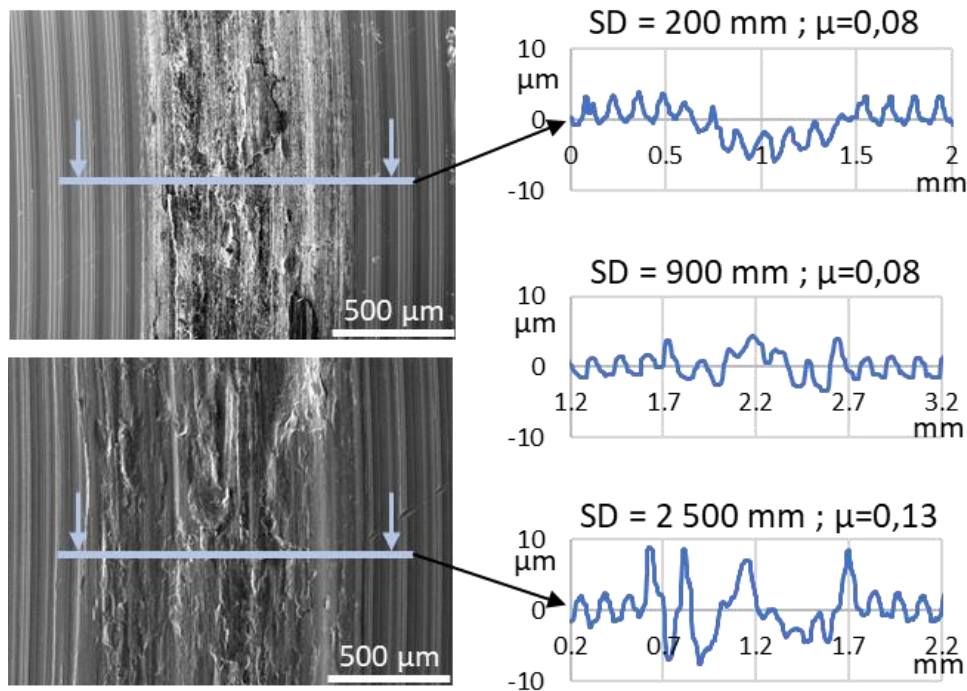


Figure 4-10 Evolution du profil d'usure de l'échantillon bas au cours de l'essai pour le contact API (API – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, ± 7,4 mm)

La Figure 4-11a présente l'évolution du volume d'usure sur l'échantillon du bas du contact API au cours de l'essai. Le volume d'usure est faible en début d'essai ($0,08 \text{ mm}^3$) puis augmente graduellement. Comme pour le contact YEL, on peut considérer ici une approximation bilinéaire en considérant une valeur seuil $d_{g,th} = 77 \text{ mm}$ (associée au premier maximum du frottement) soit :

$$\text{si } d_g < d_{g,th(API)} \quad V_{usure} = K_{I(API)} * d_g \quad (4-3)$$

$$\text{si } d_g > d_{g,th(API)} \quad V_{usure} = K_{II(API)} * (d_g - d_{g,th(API)}) + V_{th(API)} \quad (4-4)$$

avec $K_{I(API)} = 1,41 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{mm}$ et $K_{II(API)} = 8,30 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{mm}$ et $V_{th(API)} = K_{I(API)} * d_{g,th(API)} = 1,08 \cdot 10^{-1} \text{ mm}^3$.

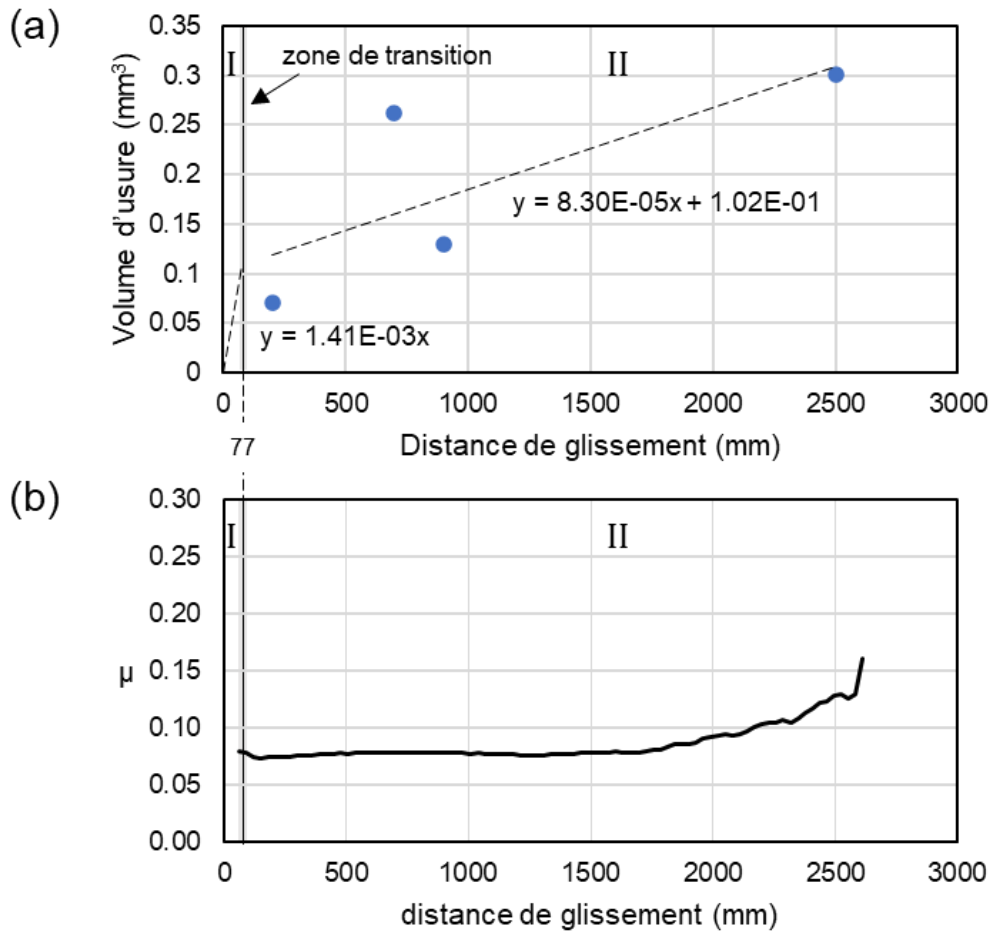


Figure 4-11 (a) Evolution du volume d'usure sur l'échantillon du bas du contact API au cours de l'essai, (b) courbe de frottement (API – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, $\pm 7,4$ mm)

3.2. Physico-chimie de l'interface API

3.2.1. Analyses en surface

Les observations MEB et analyses EDX de la trace API sont présentées Figure 4-12 pour les échantillons haut et bas à différentes distances de glissement. Les analyses XPS sont présentées Figure 4-13 également pour les deux surfaces en contact pour une distance de glissement de 900 mm correspondant à la moitié de la durée de vie. Comme l'analyse du contact YEL, les analyses hors trace sont utilisées pour avoir l'état de surface après application de la graisse sans contrainte appliquée. Le Tableau 4-4 présente la proportion relative des éléments détectés par XPS sur les zones analysées.

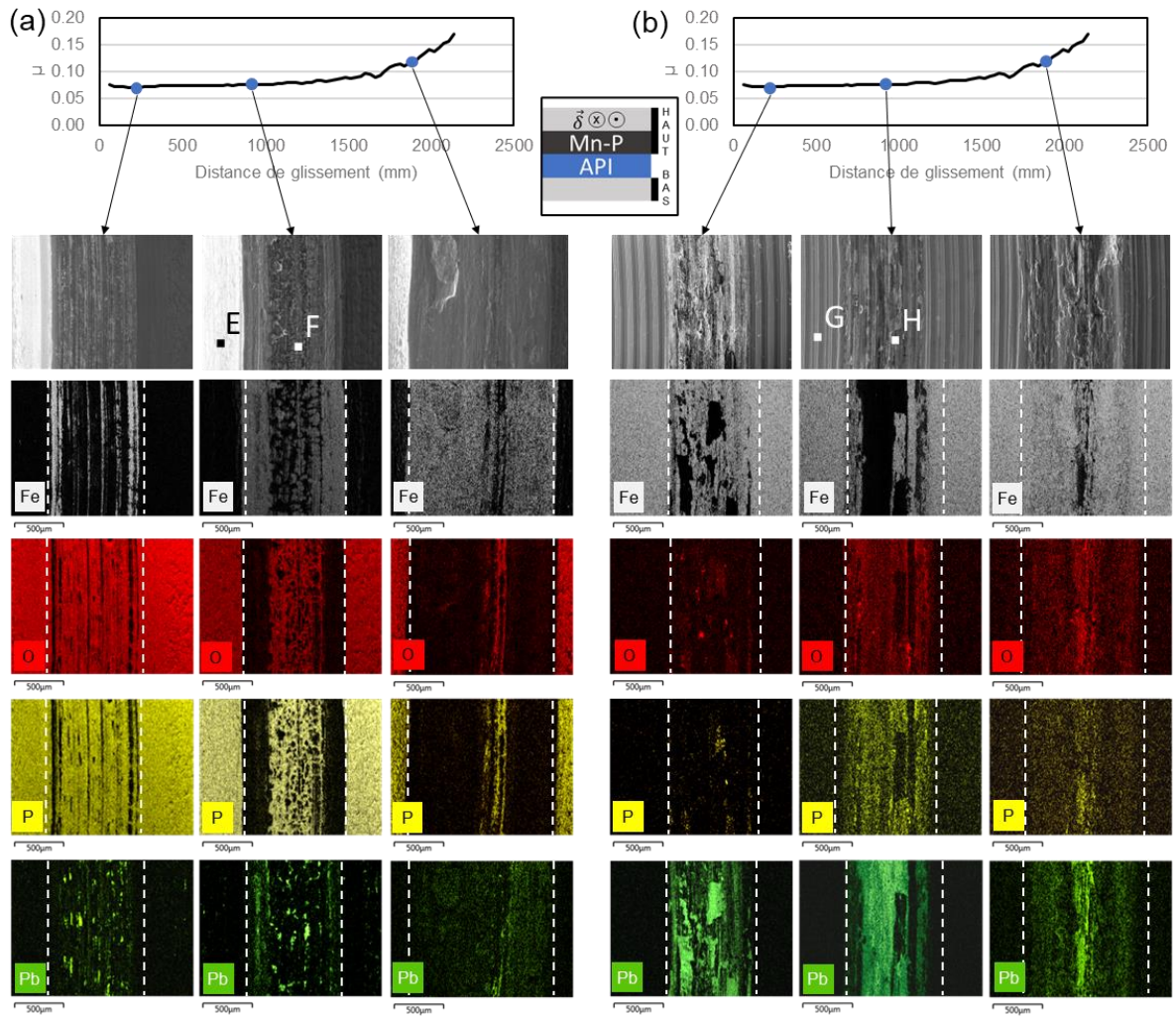


Figure 4-12 Observations MEB et analyses EDX à différents points de la courbe de frottement sur (a) l'échantillon du haut et (b) l'échantillon du bas (API – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, $\pm 7,4$ mm)

Les cartographies EDX montrent que la couche de phosphate de manganèse est éjectée au fur et à mesure de l'essai en commençant par les bords du contact. Cela est clairement illustré sur la cartographie du phosphore pour l'essai arrêté à 900 mm avec la présence de deux bandes noires en bord de trace (Figure 4-12a), témoins de l'absence de phosphore. Ces mêmes zones sont par ailleurs colorées sur la cartographie du fer, l'EDX détecte l'acier dans ces zones. Les éléments de la graisse sont présents sur l'échantillon du haut tout au long de l'essai de manière assez isolée et dispersée. Sur l'échantillon du bas, au contraire, on observe de grandes zones avec du plomb étalé dans la zone de glissement. Les cartographies du fer et du plomb montrent que l'EDX ne détecte pas de fer dans les zones où on observe du plomb. Cela montre que la couche contenant du plomb a une épaisseur supérieure à plusieurs microns suffisante pour masquer la présence du fer du substrat. En début d'essai, la présence de phosphore sur l'échantillon du bas est assez faible, il est ensuite présent dans toute la trace d'usure une fois la distance de glissement de 900 mm atteinte. Au moment de l'apparition du grippage, les éléments de la graisse sont éliminés du contact en commençant par les bords de trace (comme pour la couche Mn-P).

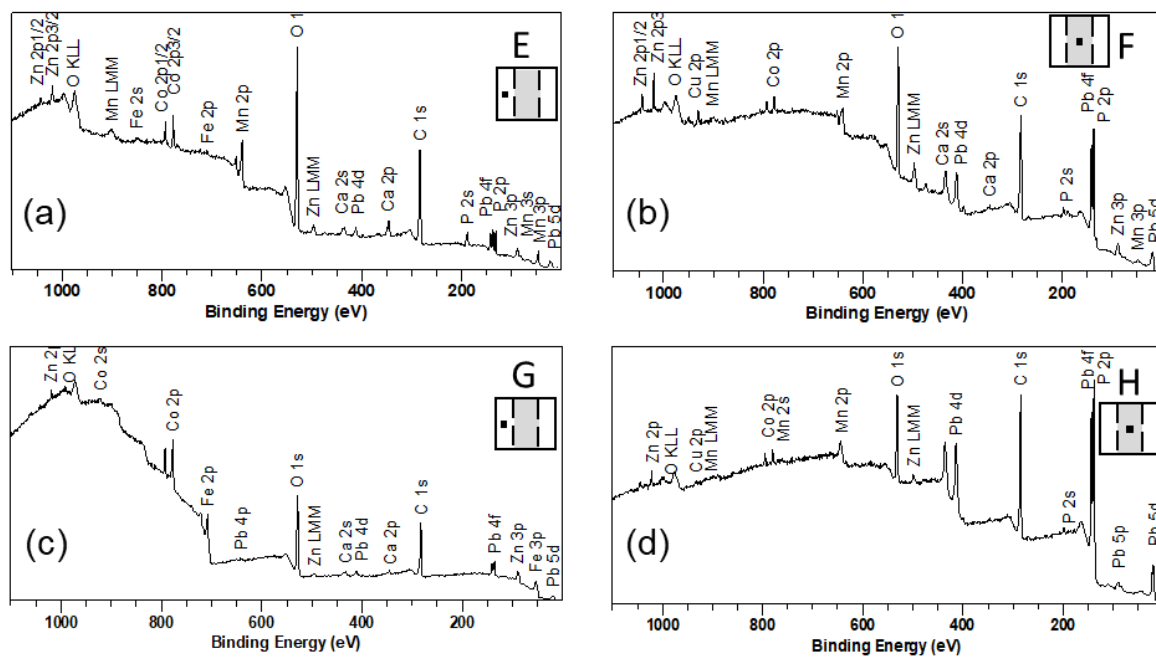


Figure 4-13 Analyses XPS à demi-vie de 900 mm du contact API sur la surface de l'échantillon du haut (a) hors et (b) au milieu de la trace d'usure et sur la surface de l'échantillon du bas (c) hors et (d) au milieu de la trace (les analyses sont localisées sur les images MEB dans la Figure 4-12 par les points E, F, G et H) (API – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, ± 7,4 mm)

Tableau 4-4 Proportion relative des éléments par analyses XPS du contact API pour une distance de glissement de 900 mm, les analyses sont localisées sur les images MEB dans la Figure 4-12 par les points E, F, G et H, la référence Mn-P est celle des analyses sur le traitement de surface présenté dans le chapitre 2 (HT = Hors Trace, MT = Milieu de la Trace)

	C	O	P	Mn	Fe	Ca	Mg	Zn	Pb	Cu	Co
	At %	At %	At %	At %	At %	At %	At %	At %	At %	At %	At %
Mn-P	35	42	6	5	-	2	7	-	-	-	2
Haut HT - E	47	34	6	-	1	1	8	1	1	-	1
Haut MT - F	63	26	4	-	-	-	-	1	5	1	1
Bas HT - G	51	36	-	-	7	1	-	1	1	-	4
Bas MT - H	71	15	-	-	-	-	5	1	9	-	1

Les analyses XPS montrent la présence d'éléments de la graisse hors de la trace. Comme dans le cas des analyses avec la YEL, l'épaisseur de la couche de contamination carbonée est plus faible que la profondeur d'analyse puisque le fer présent dans le substrat est détecté hors trace. Si les analyses EDX ont montré des transferts de la couche de phosphate de manganèse sur l'échantillon non revêtu, les analyses XPS ne détectent ni phosphore, ni manganèse. Cette différence EDX/XPS peut être liée à la taille de la zone d'analyse ou à la profondeur d'analyse. L'analyse XPS se fait sur une zone restreinte (200 µm) par rapport à la taille de la surface de contact avec une faible profondeur (quelques nanomètres), l'analyse EDX est réalisée sur toute la largeur de la trace sur plusieurs microns de profondeur. Ainsi, si la trace d'usure comporte des hétérogénéités il est possible que les particules de Mn-P ne soient pas présentes dans la zone de l'analyse XPS. Également, si ces dernières ne se situent pas en extrême surface,

elles seront détectées par EDX mais pas par XPS. Cette dernière hypothèse est la plus probable puisque la couche est épaisse de plusieurs microns (jusqu'à une dizaine potentiellement).

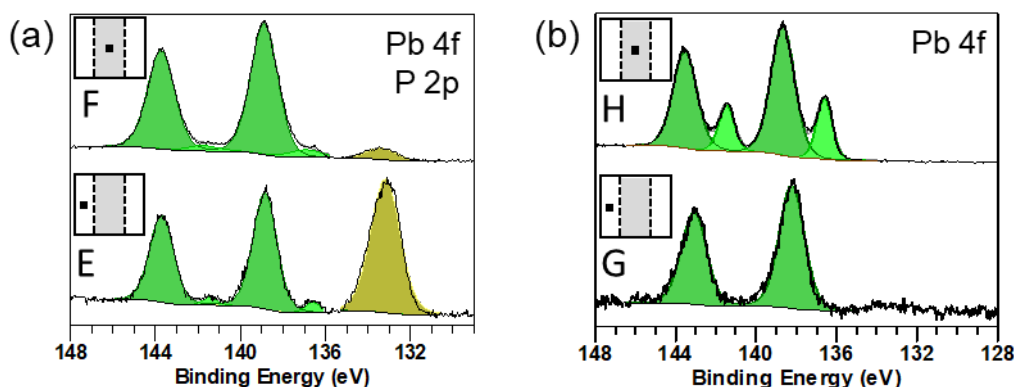


Figure 4-14 Analyses haute résolution des pics Pb 4f et P 2p dans et hors de la trace d'usure API d'un essai arrêté à 900 mm pour (a) l'échantillon du haut et (b) l'échantillon du bas (les analyses sont localisées sur les images MEB dans la Figure 4-12 par les points E, F, G et H) (API – RGT -plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, ± 7,4 mm)

Tableau 4-5 Assignation des pics sur les spectres XPS de haute résolution de la Figure 4-14 (API – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, ± 7,4 mm)

Echantillon du haut						
	Nom	Position	FWHM	At%	Espèce	Ref.
	Pb 4f	136,93	1,84	3	Pb métal	[99]
		138,85	1,33	38	Oxydes ou carbonates	[100,101]
	P 2p	133,35	1,67	59	Phosphate	[90]
	Pb 4f	136,59	0,82	0.4	Pb métal	[99]
		138,85	1,33	6.6	Oxydes or carbonates	[100,101]
	P 2p	133,18	1,65	93	Phosphate	[90]
Echantillon du bas						
	Nom	Position	FWHM	At%	Espèce	Ref.
	Pb 4f	136,60	0,93	24	Pb métal	[99]
		138,67	1,40	76	Oxydes ou carbonates	[100,101]
	Pb 4f	138,22	1,48	100	Oxydes ou carbonates	[100,101]

Les analyse XPS à haute résolution du plomb et du phosphore sont présentées dans la Figure 4-14. Le Tableau 4-5 consigne les différentes attributions des pics du plomb et du phosphore

sur les spectres XPS de haute résolution. Sur l'échantillon du haut, le plomb présente deux doublets de pics caractéristiques de deux composés chimiques différents. Le premier doublet situé aux positions 136,9 eV et 141,3 eV est caractéristique des transitions 4f7/2 et 4f5/2 du plomb sous sa forme métallique. Le deuxième doublet est décalé aux positions 138,8 eV et 143,3 eV (respectivement 4f7/2 et 4f5/2). Ce décalage peut être attribué à un oxyde ou à un carbonate de plomb. La proportion relative du plomb (toutes formes confondues) augmente dans la trace par rapport aux zones hors trace. La proportion de plomb sous la forme métal augmente légèrement dans la trace par rapport au domaine hors trace. Dans le cas de l'échantillon du bas, les deux doublets associés au plomb sous les formes métallique et oxyde ou carbonate existent dans la trace. Seul du plomb sous forme d'oxyde ou carbonate est détecté hors trace.

La graisse API tient sa structure du savon de lithium utilisée dans la formulation (cf. chap. 2). Les analyses EDX et XPS ne permettent pas d'analyser la présence ou non de lithium en raison de la légèreté de cet élément.

Les analyses en vue de dessus permettent d'observer la formation de tribofilms sur chacune des surfaces en contact. Ce tribofilm qui présente une certaine épaisseur (jusqu'à dix microns potentiellement) contient du plomb et des particules de phosphate de manganèse. La détection par XPS de plomb sous sa forme métallique dans les traces d'usure suggère que les particules de plomb contenues dans la graisse sont déformées ou rompues par l'action mécanique du frottement. En effet, les particules sont initialement couvertes d'une couche passive d'oxyde ou de carbonate de plomb. Sous l'action mécanique, la couche est brisée laissant apparaître le plomb métal. Les analyses en coupe permettront de mieux comprendre la nature et la structure de ces tribofilms.

3.2.2. Analyses en coupe du tribofilm généré par l'interface API

Deux lames minces ont été prélevées sur les traces d'usure des échantillons Mn-P/API ayant subi un essai « standard » arrêté à 700 mm. Les lames ont été prélevées dans la direction de glissement.

La Figure 4-15 présente les analyses MET et EDX faites sur la lame mince prélevée sur l'échantillon du bas. La Figure 4-15a présente une vue générale de la lame, avec trois agrandissements à différentes profondeurs. L'épaisseur du tribofilm est plus grande que la taille de la lame FIB, on n'observe alors que la partie supérieure de celui-ci. Le tribofilm est un agglomérat de différents matériaux. Les cartographies EDX illustrées Figure 4-15b et c permettent d'en déterminer la nature. Trois types de zones ayant des niveaux de gris différents se distinguent : les zones les plus claires sont composées de carbone (Figure 4-15c), ce sont les particules de graphite contenues dans la graisse. Les zones de gris intermédiaire (très visibles sur l'agrandissement I Figure 4-15a) sont des débris de la couche de phosphate de manganèse (voir Figure 4-15b). Les zones les plus foncées sont composées très majoritairement de plomb et de cuivre avec des particules de zinc dispersées. Ces trois éléments sont apportés par les additifs solides de la graisse. Les FFT des analyses en haute résolution sont présentées Figure 4-15c. L'analyse A a été faite dans une zone avec cuivre et plomb (agrandissement III), la FFT montre que la zone est cristalline. L'analyse B a été faite dans une zone avec du graphite (agrandissement II), la FFT indique que la zone est amorphe. L'analyse C a été faite sur une des toutes petites particules retrouvées dans une zone « graphite » (agrandissement I). Elle montre que ces particules sont cristallines. Le tribofilm est majoritairement composé de plomb-cuivre et de graphite, les particules de Mn-P sont plus

rare. Les particules agglomérées n'ont pas une taille constante dans toute l'épaisseur, en effet, plus les particules sont proches de la surface et plus elles sont petites. On peut donc supposer que la proximité de l'interface et donc des cisaillements maximaux favorise l'affinement des particules.

La Figure 4-16 présente les analyses MET et EDX faites sur la lame mince prélevée sur l'échantillon du haut. La Figure 4-16a présente la vue générale de la lame ainsi qu'une vue agrandie sur la zone du tribofilm. Une partie de la couche de phosphate de manganèse est encore intacte avec un tribofilm au-dessus d'une épaisseur d'environ 1 μm . Le tribofilm ressemble à celui observé sur l'échantillon du haut avec quelques variantes. On retrouve les trois différentes zones avec les trois niveaux de gris dont la composition est confirmée par des pointés d'analyse EDX (Figure 4-16c, clair = graphite, intermédiaire = Mn-P et foncé = plomb). On observe également une évolution de la taille des particules en fonction de leur position. Plus elles sont proches de la surface, plus elles sont petites confirmant un phénomène d'affinement de ces dernières sous l'effet du cisaillement. La différence ici réside dans le fait que le tribofilm est majoritairement composé de carbone provenant des particules de graphite et de débris de phosphate de manganèse, le plomb étant plus rare et dispersé. Cela est en accord avec les analyses EDX faites en vue de dessus (Figure 4-12). Les analyses hautes résolutions D et E montrent respectivement une particule de plomb entourée de carbone et une anfractuosit  dans une particule de Mn-P o  le carbone s'est ins r . Les FFT de ces images sont pr sent es Figure 4-16b. Sur l'analyse D, la structure cristalline de la particule de plomb et la structure amorphe des zones avec carbone peuvent  tre observ es. L'analyse E montre que la particule de Mn-P et les zones avec carbone sont majoritairement amorphes. Une certaine orientation est cependant visible dans la partie carbone comme s'il s' tait  tir  au sein de l'anfractuosit  de la particule de Mn-P.

Les informations donn es par l'analyse des lames minces confirment et compl tent les observations faites gr ce aux analyses EDX et XPS en surface.

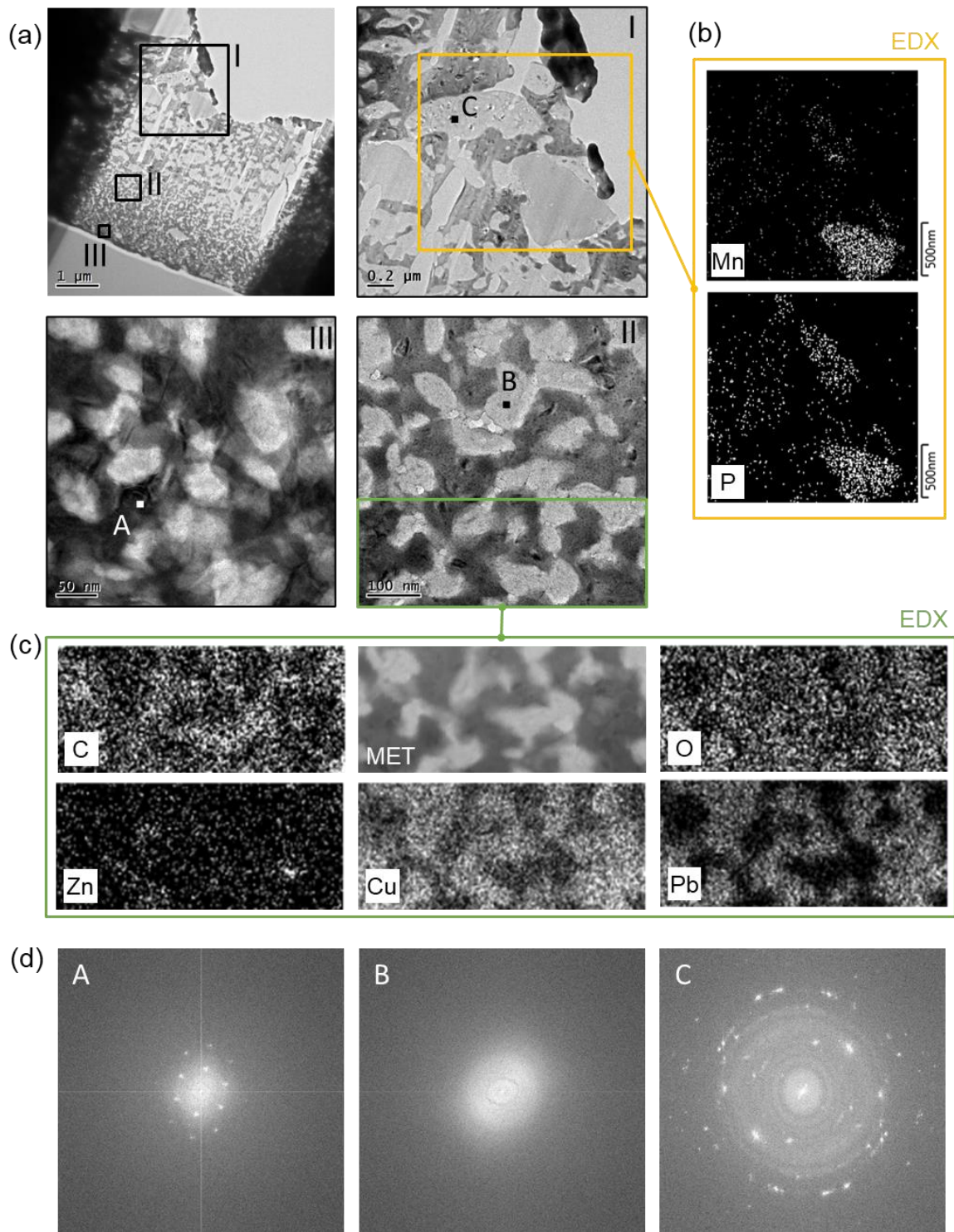


Figure 4-15 Analyses sur lame mince du tribofilms du contact API : vue en coupe de la surface de l'échantillon du bas après essai standard interrompu à 700 mm (a) vues générale et détaillées (I, II et III) de la lame par imagerie MET, (b) cartographies EDX du phosphore et du manganèse de la vue détaillée I, (c) cartographies EDX de la vue détaillée II et (d) FFT des analyses MET hautes résolutions au point A, B et C (API – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, ± 7,4 mm)

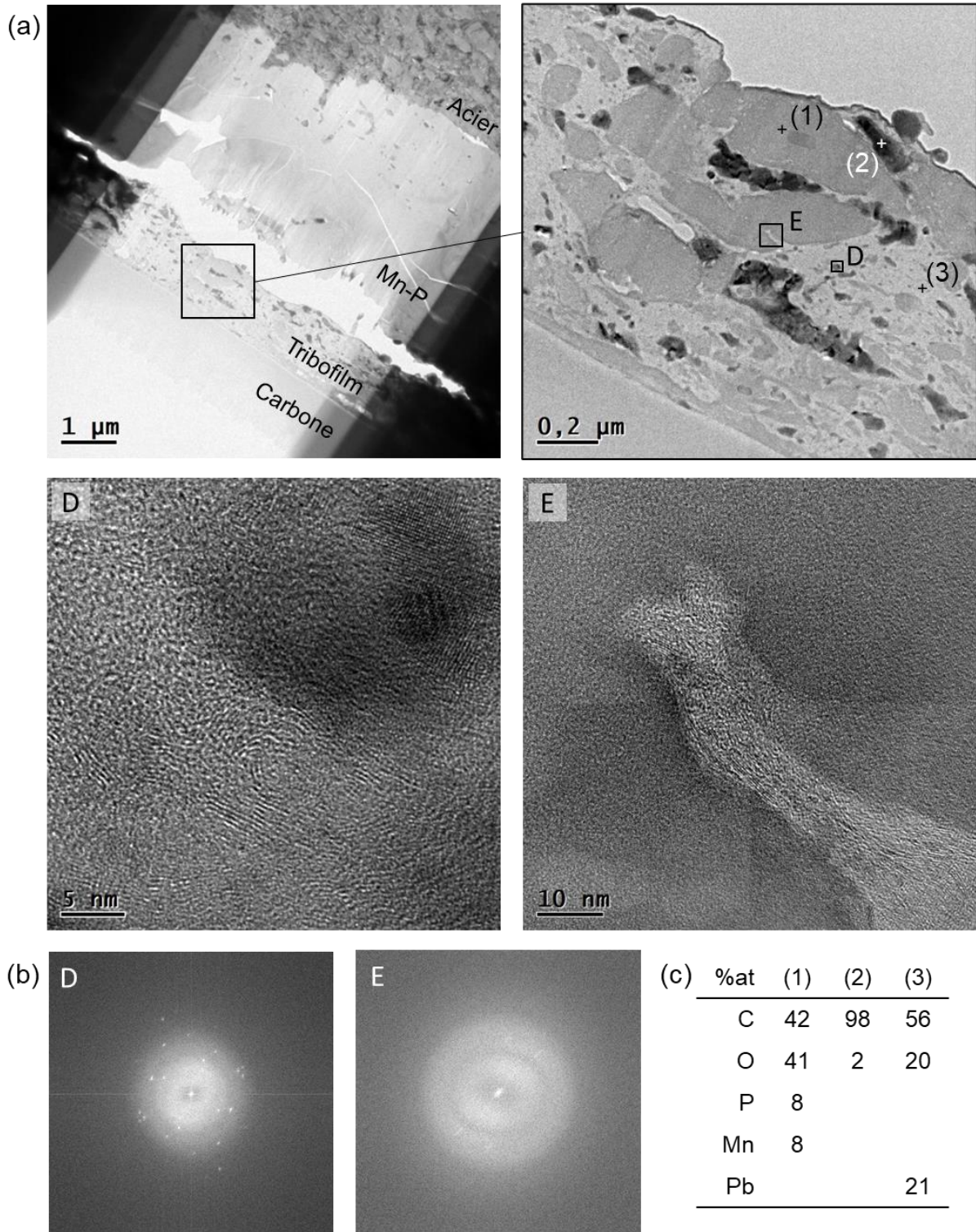


Figure 4-16 Analyses sur lame mince : vue en coupe de la surface de l'échantillon du haut après essai standard interrompu à 700 mm (a) vues générale et détaillée sur le tribofilm de la lame et analyses haute résolution aux points D et E par imagerie MET, (b) FFT des analyses MET haute résolution aux points D et E, (c) proportions relatives des éléments en présence pour les points d'analyse EDX (1), (2) et (3) faits dans le tribofilm (API – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, \pm 7,4 mm)

3.2.3. Particules dans le contact

Les particules d'usure ont été collectées selon la procédure présentée au chapitre 2 lors d'un essai standard arrêté à 700 mm. La Figure 4-17 présente les analyses TEM et EDX faites sur une zone représentative. Différentes particules sont visibles sur l'image TEM. Les cartographies EDX permettent de déterminer la nature et la provenance de chaque particule. La grande particule oblongue qui apparaît en gris assez foncé est un débris d'usure de l'acier. Les larges particules plates en transparence sont soit des particules de quartz soit des particules de graphite et proviennent de la graisse. Les plus petites particules agglomérées apparaissant le plus foncées sont des particules de zinc provenant de la graisse. Aucun débris d'usure de la phosphate de manganèse ou particule de plomb n'a été observé dans les débris expertisés.

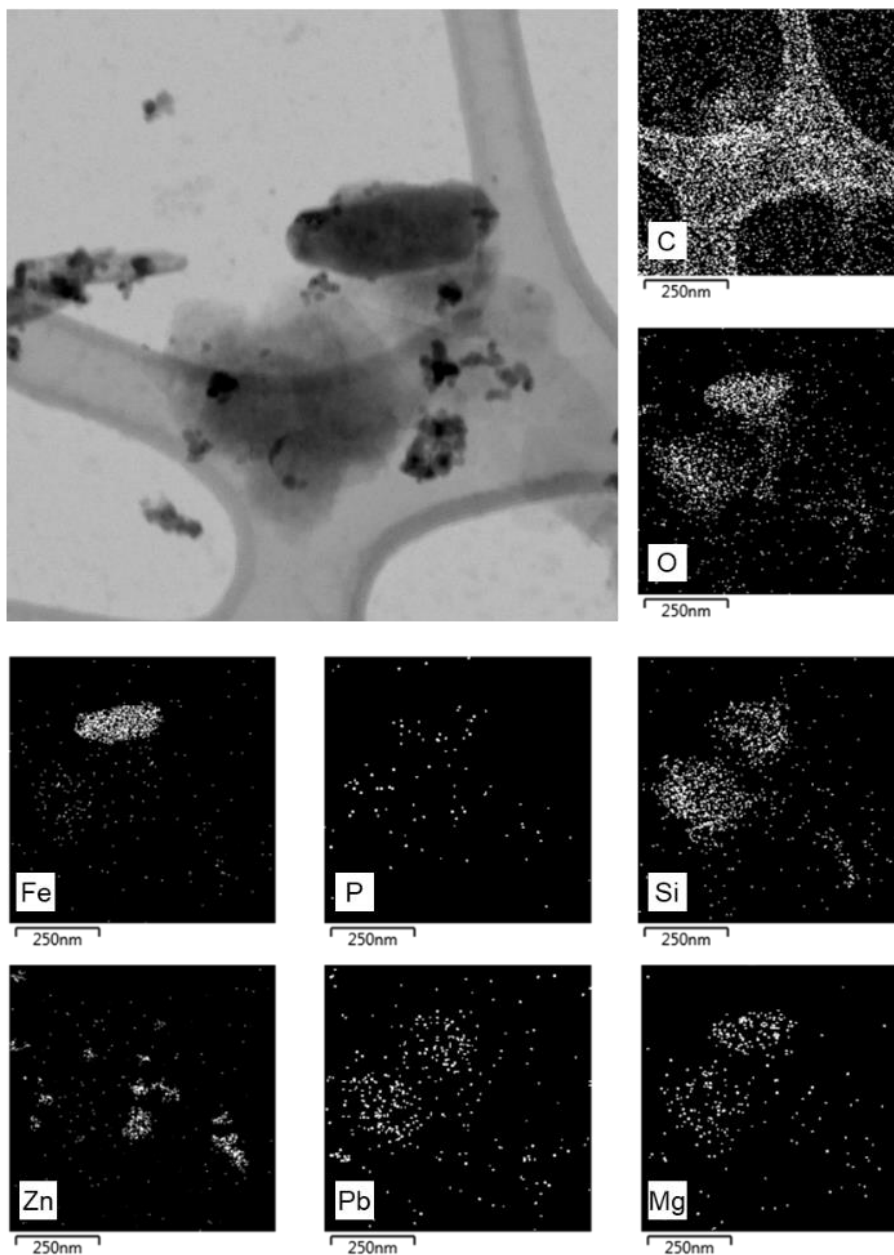


Figure 4-17 Analyses MET de particules d'usure du contact API représentatives collectées sur les surfaces après essai standard interrompu à 700 mm (API – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, $\pm 7,4$ mm)

4. Scénarii de grippage et comparaison des contacts API et YEL

Les résultats et les différentes analyses présentés dans les deux parties précédentes permettent de proposer des scénarii d'endommagement des configurations API et YEL. Les Figure 4-18 et Figure 4-19 illustrent les scénarios d'endommagement des configurations respectives YEL et API. Sur les deux figures, les graphiques en haut à gauche permettent de comparer le comportement des deux configurations en fonction de la distance de glissement.

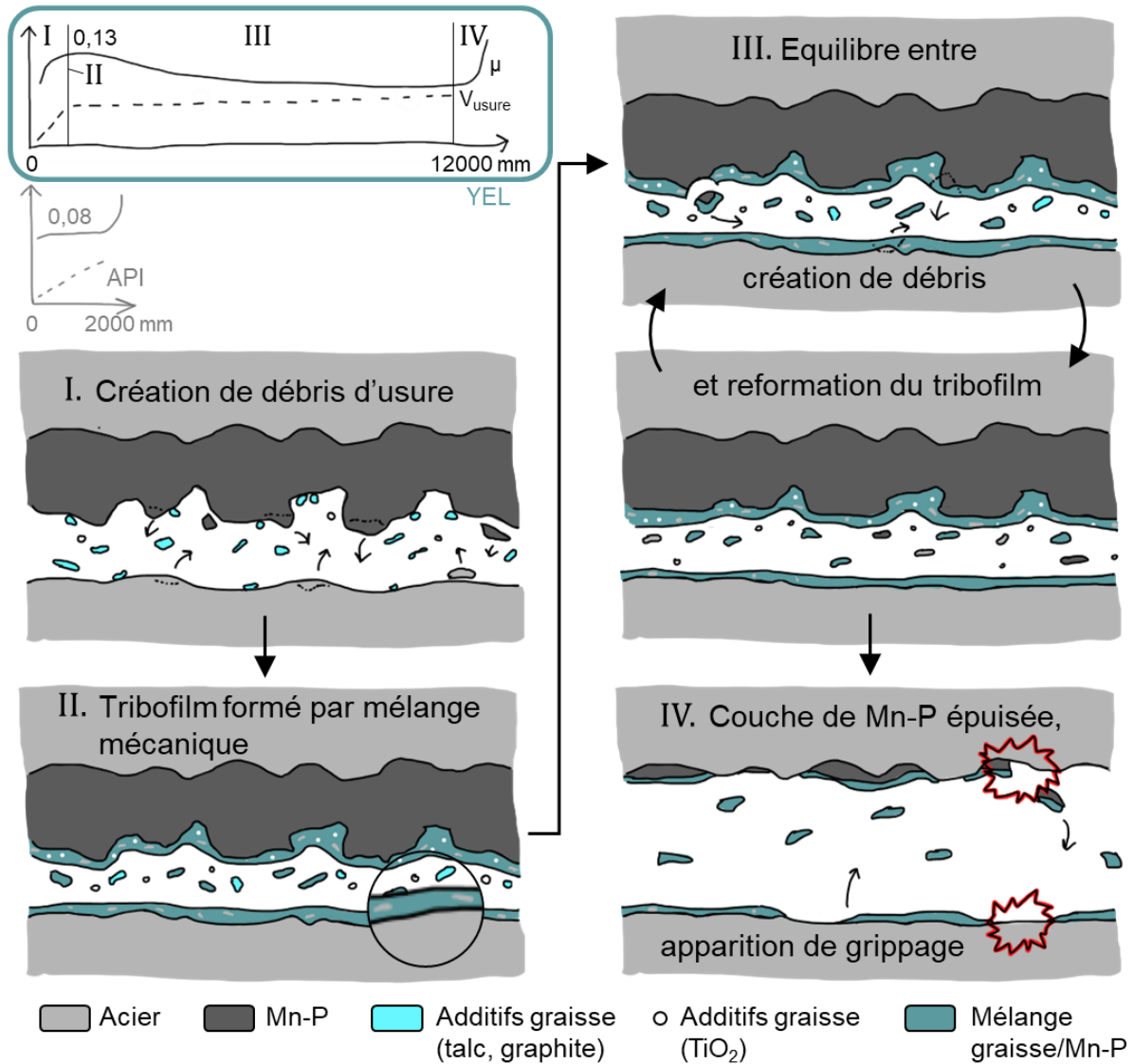


Figure 4-18 Scénario d'endommagement de la configuration YEL

Pour la configuration YEL, dès que l'essai commence, les grains de phosphate sont fracturés en surface et les particules circulent au sein de l'interface. Ces particules sont ensuite mélangées mécaniquement avec les particules de la graisse pour former un tribofilme protecteur sur les deux surfaces en contact. Ernens *et al.* [74] ont aussi observé la formation de ce type de tribofilme en utilisant un contact phosphaté avec une graisse différente de la YEL. Le tribofilme obtenu est assez fin, de l'ordre du dixième de micron côté acier et du micron côté Mn-P. Le mélange est homogène et se fait à partir du savon de calcium, du talc et du graphite contenus dans la graisse et des particules détachées de la couche de phosphate. Des particules d'usure de l'acier se retrouvent dans l'épaisseur du tribofilme en haut et en bas, ainsi quelques

particules de TiO_2 dans le tribofilm du haut uniquement. Une grande partie de l'usure est générée au début de l'essai, les débris d'usure servent ensuite à la formation des tribofilms qui écrantent le contact métal-métal. La capacité protectrice du tribofilm tend à augmenter avec la distance de glissement. En effet, une fois la phase de rodage passée, le coefficient de frottement et le taux d'usure diminuent. Durant cette phase, le contact connaît un équilibre où l'usure des tribofilms et de la couche de phosphate nourrissent la reformation de tribofilms. Lorsque toute la couche de phosphate a été consommée, les tribofilms s'usent sans possibilité de se reconstituer. Les deux surfaces finissent par se retrouver sans protection, le contact métal-métal se produit et les hautes contraintes de glissement mènent à l'apparition du grippage. Le grippage se propage très rapidement, en quelques cycles toute l'interface est ainsi dégradée.

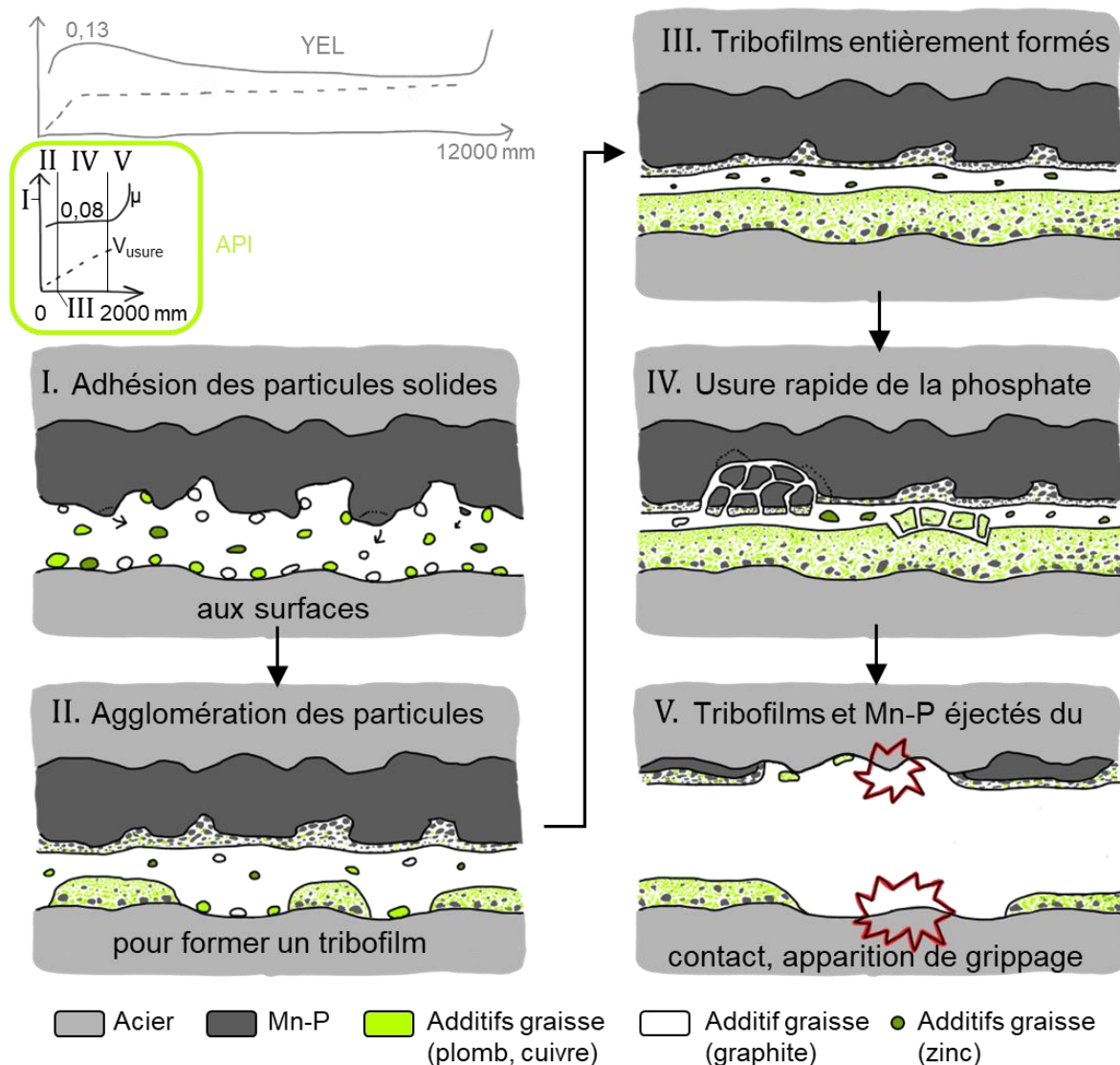


Figure 4-19 Scénario d'endommagement de la configuration API

Dans le cas de l'API, les particules solides de la graisse et les particules de Mn-P détachée forment très tôt un tribofilm sur chaque surface. Sur l'échantillon du haut (Mn-P), le tribofilm a une épaisseur de l'ordre du micron, il est composé majoritairement de particules de Mn-P, et d'additifs solides de la graisse, le tout entouré de carbone. Sur l'échantillon du bas, le

tribofilm apparait très épais (plus de 4 microns) et comporte majoritairement du plomb et du carbone. Dans les deux cas, les particules agglomérées présentent un gradient de taille, plus elles sont proches de la surface et plus elles sont petites. De fait, on peut supposer un affinement des particules lorsque ces dernières sont proches du champ de cisaillement maximal. Ces couches agglomérées limitent fortement l'usure et se cisailent facilement. Leur comportement peut être comparé à celui des films lubrifiants métalliques mou, dont le mécanisme de lubrification solide est expliqué par Stachowiak et Batchelor [102]. L'aire de contact réelle est liée aux aspérités de la surface du substrat. Dans ce cas, le substrat étant dur, l'aire de contact reste faible. La contrainte de cisaillement est cependant liée à la couche de métal mou sur la surface. Cette couche étant facilement cisillable, la contrainte de cisaillement dans le contact est assez faible. La force de frottement est déterminée par le produit de la contrainte de cisaillement aux aspérités et l'aire de contact. Ainsi, dans le cas d'un contact frottant entre deux solides durs revêtus d'un film métallique mou, ce produit est faible. Cela explique le faible coefficient de frottement observé dans le cas API. La couche protectrice graphite/plomb est ensuite graduellement éliminée par l'usure jusqu'au premier contact métal-métal. Les conditions sont ensuite réunies pour l'apparition du grippage. Le grippage se propage d'abord assez lentement jusqu'à un certain point, l'épaisseur du tribofilm restant permet de temporiser quelques cycles. Enfin, la propagation du grippage jusqu'à un endommagement sévère est activée en quelques cycles comme dans le cas de la YEL.

Pour les deux configurations, l'apparition d'une usure sévère se fait en bord de contact et se propage vers le centre de la zone de glissement. Cela s'explique par la distribution de la pression de contact dans l'interface, les maximales de pression se trouvent sur les bords de la zone de glissement. Ces pressions plus élevées sont de fait responsables d'une usure plus importante sur les bords du contact. Les tribofilms formés par les deux graisses ont des qualités différentes. Le tribofilm de la YEL nécessite beaucoup d'usure en début d'essai et présente un coefficient de frottement assez élevé. Il est cependant plus durable dans le temps. A l'inverse, le tribofilm de l'API se met en place dès les premiers cycles et nécessite très peu d'usure. Il se cisaille plus facilement, comme l'indique un coefficient de frottement initial inférieur à 0,08 contre 0,13 pour la YEL. Néanmoins, sa durée de vie est assez faible (divisée par 6 par rapport à la YEL).

Les distances de glissement associées à cette procédure expérimentale sont assez élevées comparées aux distances de glissement atteintes pour un vissage-dévisage d'une connexion industrielle. L'analyse du contact réel dans le chapitre 3 montre que la distance de glissement maximale obtenue pour un vissage-dévisage de connexion est autour de 700 mm. Pour mieux refléter les performances des graisses après un vissage-dévisage, on propose de considérer les valeurs du coefficient de frottement et le volume d'usure pour une distance de glissement de 700 mm. On applique cette démarche pour les deux configurations YEL et API (Figure 4-20). Tenant compte de ces deux critères, on montre que la configuration API semble plus performante que la YEL. En effet, le niveau de frottement et le volume d'usure moyen du contact API pour cette distance de glissement sont plus faibles que ceux observés pour le contact YEL. Ces résultats sont en accord avec les expériences à échelle réelle où l'API modifiée est connue pour être la plus performante en connexion industrielle [57].

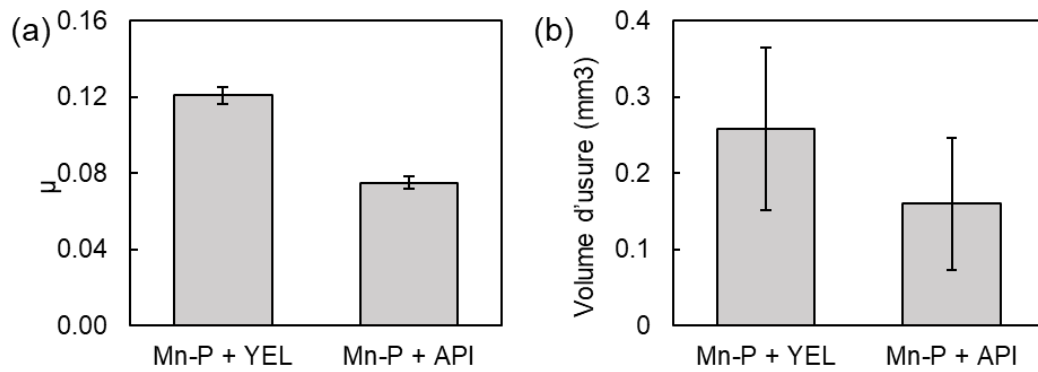


Figure 4-20 Critères de performance à 700 mm appliqués aux configuration YEL et API (a) coefficient de frottement moyen et (b) volume d'usure moyen issu des expressions analytiques du volume d'usure en fonction de la distance de glissement (RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, $\pm 7,4$ mm)

Après un vissage-dévisage, de la graisse fraîche est appliquée sur les surfaces de la connexion en prévision du prochain vissage. Ainsi, une caractéristique très importante pour la graisse est de permettre la formation d'une couche protectrice efficace dès les premiers millimètres de glissement. Ces résultats suggèrent aussi que la procédure de test que nous avons développée permettant d'identifier la distance de glissement critique en ne faisant qu'une application de graisse initiale n'est sans doute pas représentative de l'application industrielle qui implique des regraisages réguliers. En effet, en analysant la Figure 4-2, il semble intuitif de dire que la configuration avec la YEL est la plus performante puisque cette dernière présente la plus grande distance de glissement avant grippage. Or, l'analyse détaillée avec le critère de performance à 700 mm et le retour d'expérience industrielle montrent le contraire. Une amélioration de la procédure de test est alors nécessaire.

5. Conclusion

Deux configurations impliquant un traitement de phosphate de manganèse et une graisse ont été testées sur le banc de grippage RGT. Les différences de comportement des deux configurations YEL et API ont été étudiées. Le comportement en frottement et la performance face au grippage diffèrent significativement selon la graisse utilisée. Les analyses physico-chimiques sur les traces d'usure effectuées à différentes distances de glissement ont permis d'établir les scénarii d'endommagement des deux interfaces et de mieux comprendre leurs spécificités. Dans le cas de la YEL, la formation d'un tribofilm protecteur nécessite la création d'une quantité de débris d'usure suffisante. L'interface entre alors dans un régime d'équilibre entre usure et formation de tribofilm. Le grippage intervient lorsque la couche de phosphate de manganèse est entièrement consommée, ne permettant plus la reformation de la couche protectrice. Dans le cas de l'API, peu d'usure est nécessaire pour former le tribofilm protecteur. Les débris s'agglomèrent avec les additifs solides de la graisse pour former un tribofilm épais et facilement cisailable grâce, en particulier, à la présence de plomb. Cette couche protectrice est cependant rapidement éjectée du contact permettant l'apparition du grippage.

Si le scénario d'endommagement des interfaces a pu être décrit, la raison du fonctionnement des deux configurations restent en suspens. Il est certains que les particules solides jouent un rôle dans la formation des tribofilms et leur durée de vie. Une analyse plus poussée serait nécessaire pour comprendre exactement leur contribution. Aussi, le rôle des épaississants des deux graisses (savon de lithium pour API et complexe de calcium pour YEL) reste à déterminer. Etant responsables de la structure des graisses, il est fort probable que les épaississants aient

un grand rôle dans la durée de vie des configurations. Des analyses supplémentaires seraient nécessaires sur leur structure tout au long de l'essai, notamment dans le cas de l'API où la présence ou non des savons de lithium n'a pu être déterminée pas les analyses faites lors de ces travaux.

Enfin, ces résultats ont questionné la représentativité du protocole expérimental utilisé initialement. En effet, le test standard consiste en une application de graisse initiale puis l'application de cycles alternatifs de glissement continu jusqu'au grippage. Les distances de glissement avant apparition du grippage sont très longues comparées aux distances de glissement mesurées sur les connexions industrielles. La question de l'influence de l'ouverture du contact et de la ré-application de graisse entre chaque vissage de connexion sur les cinétiques et les mécanismes d'usure est à considérer de façon à proposer une analyse tribologique plus représentative. Aussi, les analyses n'ont été produites que pour un unique ensemble de conditions expérimentales. Comme montré dans le chapitre 3, la pression de contact et la vitesse de glissement peuvent aussi faire varier le comportement tribologique significativement. L'effet de ces différents paramètres sera exploré dans le chapitre 5.

Chapitre 5 : Durée de vie de l'interface graissée en fonction des conditions de chargement

Le premier objectif de ce chapitre est d'étudier l'influence des conditions expérimentales sur les mécanismes d'usure et la durée de vie de l'interface dans le cas de la graisse YEL. Le deuxième objectif de ce chapitre est d'explorer un aspect encore très peu étudié associé au processus de regraissage des interfaces frottées en étudiant comment l'ajout de graisse « neuve » peut modifier le comportement tribologique d'une interface graissée. Cette analyse des effets de regraissage est par ailleurs représentative de l'application industrielle qui implique des regraissages intermittents durant le processus de vissage-dévisage. Les résultats de séries d'essais faisant varier la pression de contact, la vitesse de glissement et l'amplitude de glissement sont présentés dans la première partie de ce chapitre. L'impact de l'application périodique de graisse fraîche sur les mécanismes d'usure et la durée de vie est étudié en deuxième partie de ce chapitre dans les cas des graisses YEL et API. A la fin de cette deuxième partie, l'amélioration de l'approche expérimentale consistant à évaluer la résistance face au grippage d'une interface est discutée.

1. INFLUENCE DES CONDITIONS EXPERIMENTALES DANS LE CAS DE LA GRAISSE YEL	109
1.1. Pression de contact	109
1.2. Vitesse de glissement	115
1.3. Amplitude de glissement	121
1.4. Développement d'une approche « p_v »	125
2. SIMULATION EXPERIMENTALE DES PROCESSUS DE VISSAGE ET DEVISSAGE : ANALYSE DE L'INFLUENCE DES SEQUENCES DE REGRAISSAGE DE L'INTERFACE	129
2.1. Cas de la graisse YEL	129
2.1.1. Effet du regraissage	129
2.1.2. Effet des différentes étapes de regraissage	133
2.1.3. Influence de la distance de glissement entre chaque regraissage	136
2.2. Cas de la graisse API	138
2.3. Synthèse	140
3. CONCLUSION	141

1. Influence des conditions expérimentales dans le cas de la graisse YEL

L'influence des conditions de chargement telles que la pression de contact, la vitesse de glissement et l'amplitude de glissement est explorée ici. Les résultats des essais sont analysés de deux manières. D'abord, l'endurance de l'interface sur le test de grippage sera analysée grâce à l'application des critères de grippage (associés au niveau de frottement ou aux fluctuations de celui-ci). Ensuite, les critères sur le frottement et l'usure à 700 mm sont appliqués pour analyser les performances de l'interface dans un état représentatif de l'application industrielle. Cette analyse paramétrique sera par la suite approfondie à l'aide d'une approche dite « pv » pour décrire l'influence des conditions expérimentales sur la durée de vie face au grippage de l'interface. Les essais sont conduits sur le banc RGT avec la géométrie plan/plan et la graisse YEL.

1.1. Pression de contact

Une campagne d'essai a été menée en faisant des tests à différents niveaux de pression suivant la matrice d'essai présentée Tableau 5-1. Ces essais ont été réalisés selon les mêmes conditions (hors pression de contact) que le test « standard » présenté dans le chapitre 4. La pression de contact moyenne minimale testée est de 400 MPa et la pression de contact moyenne maximale de 900 MPa. Comme analysé dans le chapitre 3, les pressions de contact sont susceptibles de varier durant l'essai en conséquence de l'extension de l'aire de contact liée à l'usure. La configuration de contact étudiée étant plan/plan, l'extension de l'aire de contact est limitée. L'évolution de la pression de contact est considérée comme négligeable ici et les essais sont nommés d'après la pression de contact initiale évaluée par calcul géométrique.

Tableau 5-1 Matrice d'essais pour l'étude de l'influence de la pression de contact (YEL – RGT – plan/plan)

Essai	Pression de contact	Vitesse de	Amplitude de	Critère d'arrêt	
	moyenne	glissement	glissement	grippage	700 mm
	MPa	mm/s	mm		
400 MPa	400			✓	✓
525 MPa	525				✓
650 MPa	650	11,9	7,4	✓	✓
775 MPa	775	(0,4 Hz)			✓
900 MPa	900			✓	✓

La Figure 5-1 présente les courbes de frottement obtenues pour les essais ayant grippé (400 MPa, 650 MPa, 900 MPa). La Figure 5-2 présente les critères de grippage appliqués à ces courbes et l'évolution du coefficient de frottement moyen en fonction de la pression de contact.

La forme de la courbe de frottement reste similaire quelle que soit la charge appliquée. Dans tous les cas, le coefficient de frottement augmente en début d'essai puis diminue après environ 1000 mm de distance de glissement. Le coefficient de frottement augmente drastiquement à la fin de la courbe témoin de l'apparition du grippage. Le niveau de frottement moyen diminue avec l'augmentation de la pression de contact (Figure 5-2), le coefficient de frottement maximum atteint en début d'essai également (environ 0,16 pour 400 MPa, 0,13 pour 650 MPa et 0,11 pour 900 MPa). La durée de vie est également impactée,

elle diminue avec l'augmentation de la pression avec des distances de glissement avant grippage de 15 000 mm, 12 000 mm et 9000 mm respectivement pour les essais à 400 MPa, 650 MPa et 900 MPa.

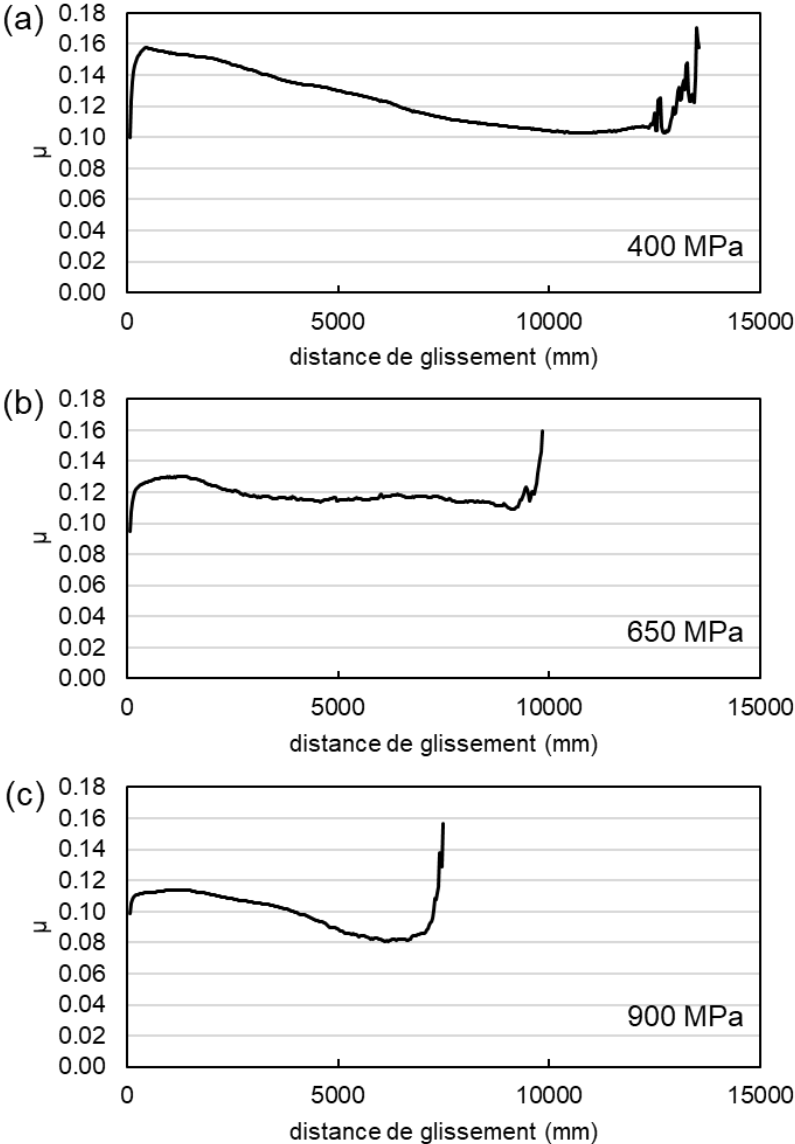


Figure 5-1 Courbes de frottement du contact avec la graisse YEL pour différentes pressions de contact (a) 400 MPa, (b) 650 MPa et (c) 900 MPa (YEL – RGT – plan/plan – 11,9 mm/s, ± 7,4 mm)

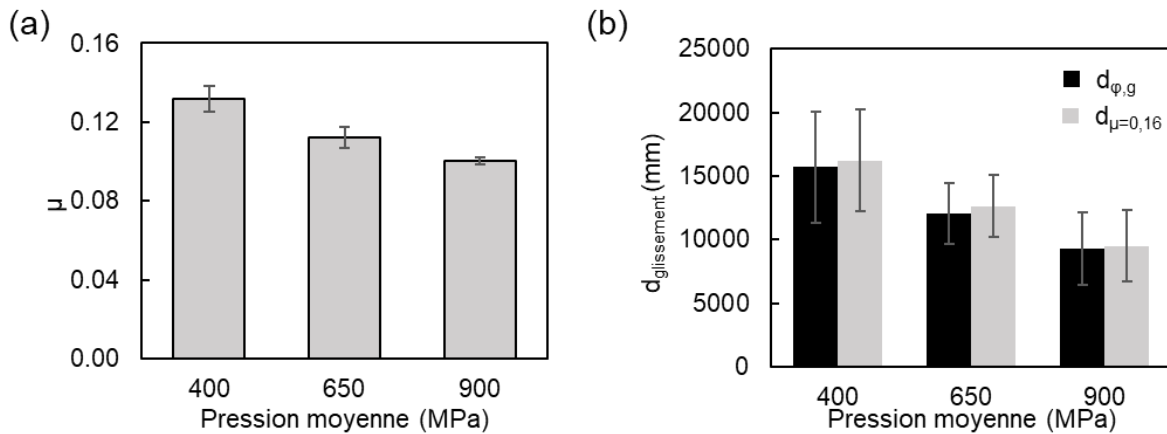


Figure 5-2 (a) Coefficient de frottement moyen avant grippage et (b) distance de glissement avant grippage en fonction de la pression de contact (YEL – RGT – plan/plan - 11,9 mm/s, $\pm 7,4$ mm)

La Figure 5-3 présente l'évolution du coefficient de frottement moyen et du volume d'usure à 700 mm de distance de glissement. L'évolution du coefficient de frottement à 700 mm confirme les observations précédentes, μ diminue avec l'augmentation de la pression de contact dès le début de l'essai. Le volume d'usure, quant à lui, reste relativement stable jusqu'à 650 MPa puis augmente assez fortement. A 900 MPa, il est multiplié par 6 par rapport au volume d'usure aux plus faibles pressions testées. On peut alors définir un seuil de pression de contact $p_{th} = 650$ MPa associé à la transition entre usure faible et constante et l'augmentation forte du volume d'usure.

Lors de ces travaux de thèse, la majorité des essais a été faite en utilisant une pression de contact de 650 MPa, définie alors comme la pression « standard ». Cette étude paramétrique a été menée tardivement et montre que la pression de 650 MPa est une pression « seuil ». Ainsi, a posteriori, le choix de cette pression comme standard est à revoir, la reproductibilité a potentiellement été impactée par ce seuil d'usure.

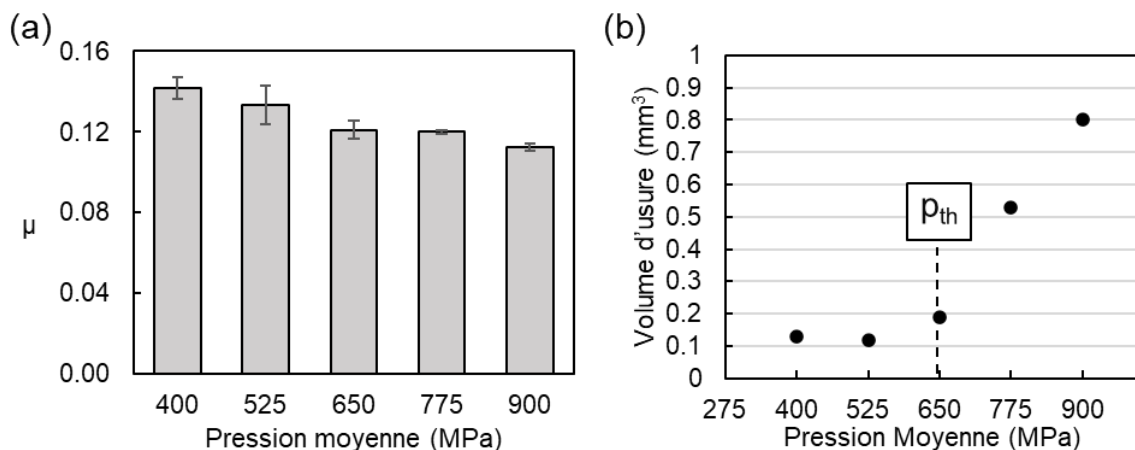


Figure 5-3 (a) Coefficient de frottement moyen et (b) volume d'usure en fonction de la pression de contact pour une distance de glissement de 700 mm (YEL - RGT – plan/plan - 11,9 mm/s, $\pm 7,4$ mm)

La Figure 5-4 présente des observations MEB et analyses EDX des essais interrompus à 700 mm pour les pressions de contact 400 MPa, 650 MPa et 900 MPa. La largeur de la trace d'usure est légèrement plus élevée à 900 MPa que pour les pressions plus faibles. Cela est cohérent avec les mesures de volume d'usure présentées Figure 5-3. En effet, l'échantillon du

haut étant évasé, la surface de trace d'usure augmente en conséquence de l'enlèvement de matière. Sur les cartographies EDX du fer, pour les échantillons du haut, la proportion de surface où le fer est détecté augmente avec l'augmentation de la pression. Cela indique que la couche de Mn-P est plus fine, voire inexistante, dans ces zones et qu'elle s'use donc plus rapidement avec l'augmentation de la charge. Les cartographies du phosphore et du calcium témoignent de la formation d'un tribofilme sur les deux surfaces par la présence de calcium dans les traces de frottement en haut et en bas et le transfert du phosphore sur la surface du bas.

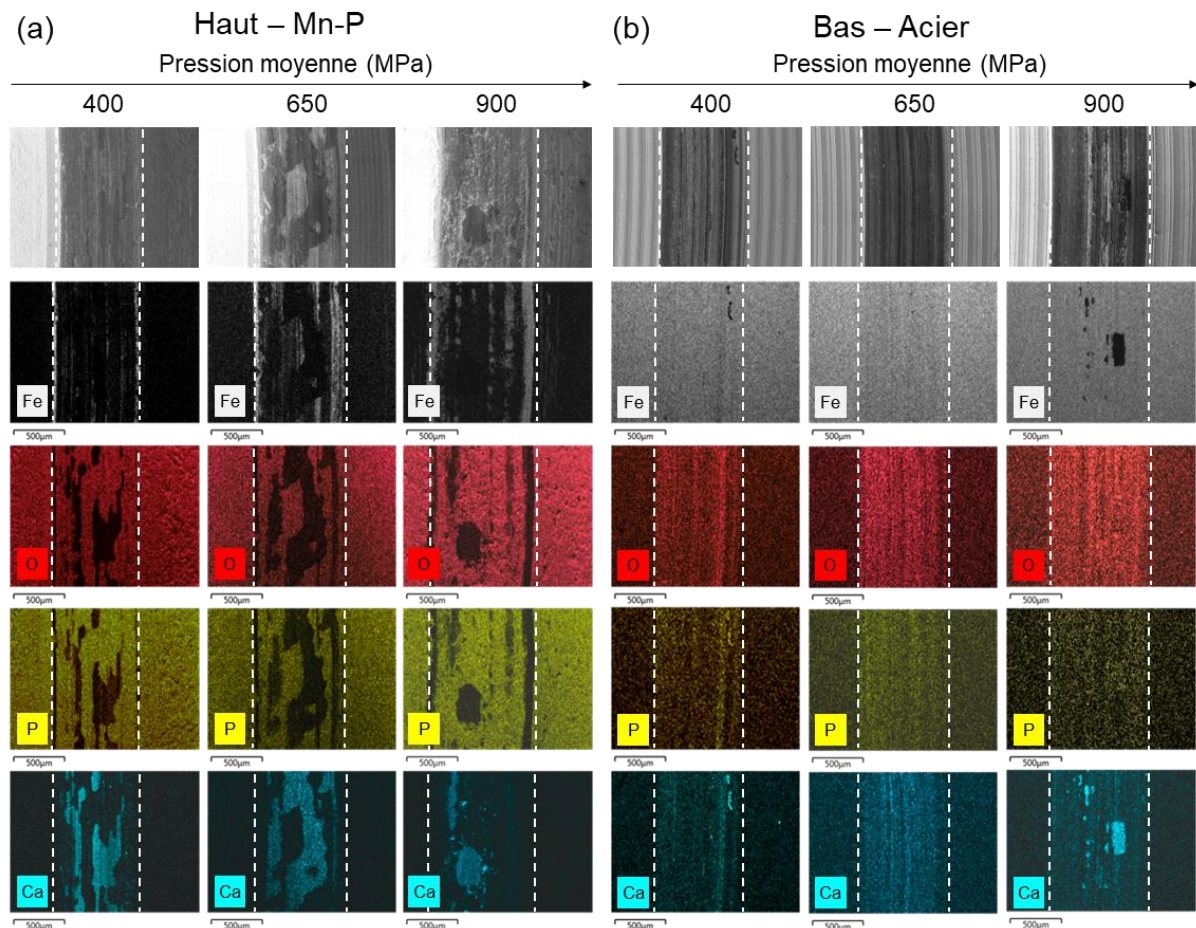


Figure 5-4 Observations MEB et analyses EDX des échantillons (a) haut (Mn-P) et (b) bas (acier) des essais arrêtés à 700 mm pour les pressions de contact 400 MPa, 650 MPa et 900 MPa (YEL - RGT – plan/plan - 11,9 mm/s, $\pm 7,4$ mm)

Des analyses XPS ont également été réalisées sur les mêmes échantillons. La Figure 5-5 présente les spectres dans la trace des échantillons haut et bas, la proportion relative des différents éléments détectés et les spectres de haute résolution du calcium et du phosphore pour l'échantillon du haut. Les six spectres détectent globalement les mêmes éléments dont le carbone et l'oxygène en majorité. Le carbone peut provenir de la graisse (particule de graphite et huile), de l'acier et de la couche de contamination liée au stockage des éléments à l'air. Le fer provient de l'acier, le phosphore et le manganèse de la couche de Mn-P, le calcium, le magnésium et le silicium proviennent de la graisse (fibres, talc). Le fer est détecté en plus grande proportion relative sur les échantillons du bas et sur l'échantillon du haut à plus haute charge. Cela est cohérent puisque les échantillons du bas ne sont pas revêtus et l'échantillon du haut a montré une usure plus grande de la couche de phosphate dévoilant la

présence d'acier. La proportion de phosphore et de manganèse est plus élevée pour les échantillons du haut par rapport à ceux du bas. Cela est également cohérent puisque ce sont les échantillons revêtus. L'attribution des pics des spectres de haute résolution des transitions Ca 2p et P 2p est présentée Tableau 5-2. Le calcium présente un doublet de pics caractéristiques des transitions Ca 2p_{1/2} et Ca 2p_{3/2}. Ce doublet est présent pour les analyses des trois pressions de contact. Le pic de phosphore P 2p est à la position autour de 133 eV pour les trois niveaux de pression correspondant à une configuration « phosphate ».

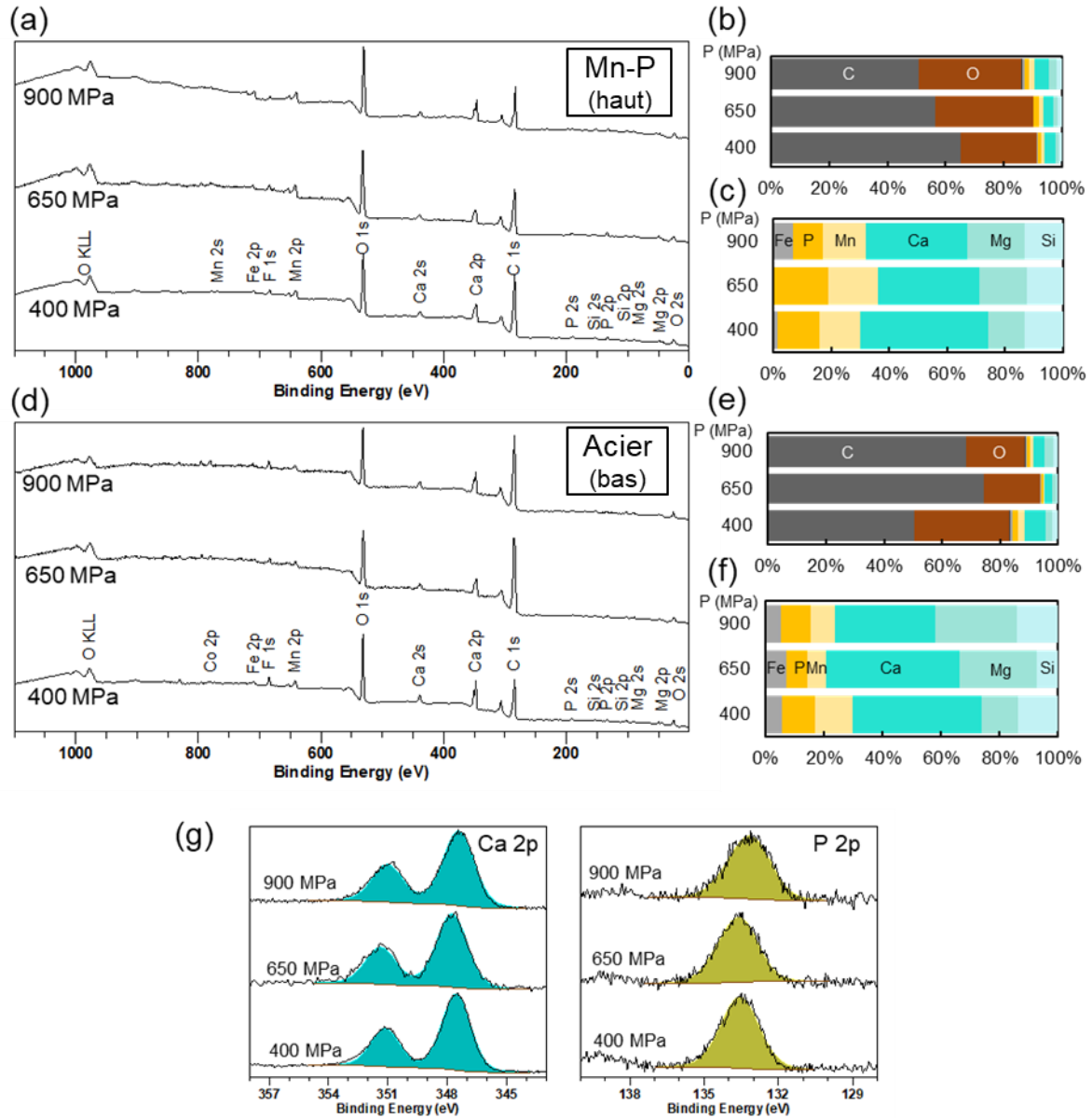


Figure 5-5 Analyses XPS dans les traces d'usure en fonction de la pression de contact : (a) spectre et (b) proportions relatives des éléments pour les échantillons du haut (Mn-P), (c) spectre et (d) proportions relatives des éléments pour les échantillons du bas (acier), (e) spectre de haute résolution des transitions Ca 2p et P 2p sur les échantillons du haut (YEL – RGT – plan/plan - 11,9 mm/s, ± 7,4 mm)

Tableau 5-2 Assignation des pics sur les spectres de haute résolution de la Figure 5-5 (YEL – RGT – 11,9 mm/s, $\pm 7,4$ mm)

p_{moy} (MPa)	Nom	Position	FWHM	At%	Espèce	Ref.
400	Ca 2p3/2	347,6	1,72	75		
	P 2p	133,5	1,84	25	Phosphate	[90]
650	Ca 2p3/2	347,8	1,85	65		
	P 2p	133,4	1,61	35	Phosphate	[90]
900	Ca 2p3/2	347,4	1,87	71		
	P 2p	132,9	1,51	23	Phosphate	[90]

Les analyses XPS confirment les observations faites sur les analyses EDX. La forme et la position des pics sur les spectres à haute résolution sont similaires pour les trois niveaux de pression, cela indique que la couche de phosphate n'a pas été modifiée chimiquement dans l'interface quel que soit le niveau de pression. Ainsi, le mécanisme de formation des tribofilms n'est pas influencé par la pression de contact, le scénario d'endommagement suit celui illustré au chapitre 4 dans le cas YEL dans l'intervalle de pressions testé. La pression de contact influence cependant le taux d'usure global, ainsi plus la pression de contact est élevée, plus le taux d'usure est grand. L'augmentation du taux d'usure mène à une consommation plus rapide de la couche de phosphate de manganèse au fur et à mesure des cycles. En conséquence, la distance de glissement avant apparition de grippage diminue avec l'augmentation de la pression de contact. Ces résultats sont en adéquation avec les précédents travaux des références suivantes [66,70,103]. Nevosad *et al.* [70] et Perry et Eyre [66] observent des volumes d'usure plus grands et/ou une usure plus sévère lors des essais à plus hautes charges. Les travaux de Bishop et Ettles [103] montrent que l'interface grippe seulement à partir d'une charge seuil.

Une expression formalisée liant la durée de vie avant grippage à la pression de contact est extrapolée à l'aide d'une régression linéaire et illustrée Figure 5-6. Son expression est la suivante :

$$d_g(p_{moy}) = k_p \cdot p_{moy} + d_{g,p0} \quad (5-1)$$

Avec $d_{g,p0} = 20\,662$ mm la durée de vie face au grippage lorsque la pression devient nulle et $k_p = -12,81$ un coefficient qui caractérise la diminution de la durée de vie avec l'augmentation de la pression. Cette expression prévoit une durée de vie nulle lorsque la pression de contact moyenne atteint 1 600 MPa. Il est souvent montré que le grippage intervient seulement à partir d'une charge seuil [27,103], ainsi la projection linéaire de la tendance au grippage vers les plus faibles pressions est vraisemblablement éloignée de la réalité. Il serait attendu d'observer une augmentation très forte de la durée de vie lorsque la pression devient très faible. De même, il est peu probable que la durée de vie devienne nulle avec l'augmentation de la pression de contact, l'éjection des éléments de la graisse, l'usure des tribofilms et de la couche de Mn-P nécessitent un nombre minimal de cycles de glissement. Il est alors très probable que l'interface atteigne une durée de vie minimale malgré

l'augmentation de la pression de contact. Ainsi, la prédiction de la durée de vie par cette régression linéaire n'est valable que sur un intervalle restreint. Cet intervalle est défini de 400 MPa à 1 200 MPa pour correspondre à l'intervalle des pressions de contact réelles rencontré en connexion (voir chapitre 3).

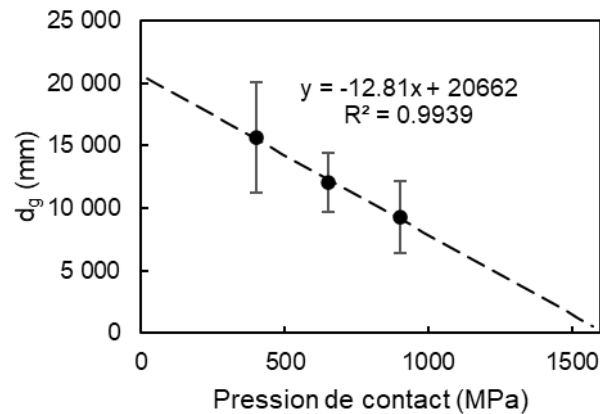


Figure 5-6 Régression linéaire sur les points de la distance de glissement avant grippage de la graisse YEL en fonction de la pression de contact (YEL – RGT – Plan/plan - 11,9 mm/s, \pm 7,4 mm)

1.2. Vitesse de glissement

Pour étudier l'influence de la vitesse de glissement, une campagne d'essais a été menée suivant la matrice d'essai présentée Tableau 5-3. Exceptée la vitesse de glissement modifiée en faisant varier la fréquence, ces essais ont les mêmes conditions que le test « standard » soient $p = 650$ MPa et $\delta = 7,4$ mm. Les vitesses testées se situent entre 11,9 mm/s et 50,5 mm/s. La matrice d'essai initialement prévue comportait des tests à plus hautes vitesses de glissement (donc plus hautes fréquences). Cela a introduit une fluctuation de l'amplitude de glissement suite à un mauvais asservissement PID. Les résultats présentés dans cette partie sont donc ceux dont l'amplitude de glissement est restée à 7,4 mm.

Tableau 5-3 Matrice d'essais pour l'étude de l'influence de la vitesse de glissement (YEL – RGT – plan/plan)

Essai	Pression de contact moyenne	Vitesse de glissement	Fréquence	Amplitude de glissement	Critère d'arrêt	
	MPa	mm/s	Hz	mm	grippage	700 mm
11,9 mm/s	650	11,9	0,4	7,4	✓	✓
29,7 mm/s		29,7	1		✓	✓
50,5 mm/s		50,5	1,7		✓	✓

La Figure 5-7 présente les courbes de frottement obtenues pour les essais ayant grippé. La Figure 5-8 présente les critères de grippage appliqués à ces courbes et l'évolution du coefficient de frottement moyen en fonction de la vitesse de glissement.

La courbe à 11,9 mm/s est celle de l'essai standard. Les courbes à 29,7 mm/s et 50,5 mm/s sont assez similaires, le début des courbes se présente légèrement différemment. Le coefficient de frottement est assez stable autour de la valeur 0,12 sur les 1 000 premiers

millimètres du début d'essai. Il commence ensuite à diminuer au fur et à mesure, le début de ces courbes ne présente alors pas la « bosse » habituellement observée. La suite des courbes est similaire à l'essai standard avec la diminution du coefficient de frottement jusqu'à sa brusque augmentation au moment du grippage. Le coefficient de frottement moyen diminue lorsque la vitesse de glissement augmente (0,11 à 11,9 mm/s et 0,10 à 50,5 mm/s). La durée de vie est drastiquement diminuée avec l'augmentation de la vitesse de glissement, une diminution de près de la moitié est observée (12 000 mm à 11,9 mm/s et 7 000 mm à 29,7 mm/s et 50,5 mm/s).

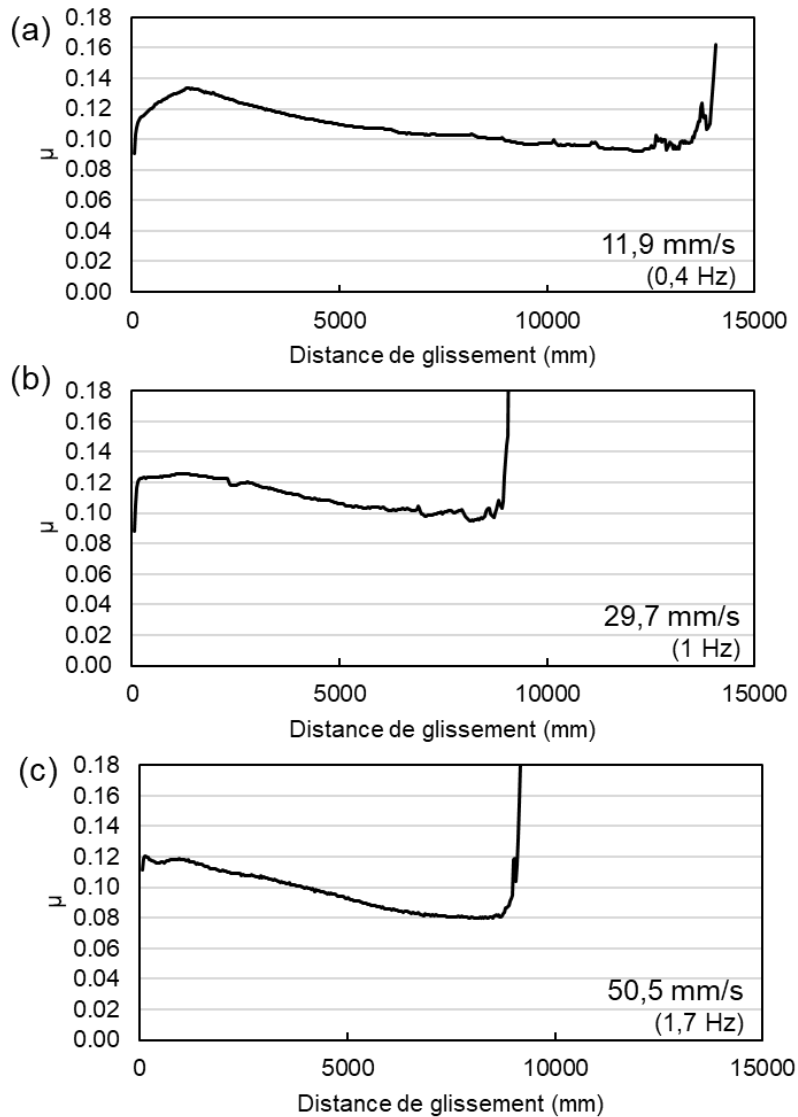


Figure 5-7 Courbes de frottement du contact YEL pour différentes vitesses de glissement (a) 11,9 mm et (b) 29,7 mm/s et (c) 50,5 mm/s (YEL – RGT – plan/plan - 650 MPa, ± 7,4 mm)

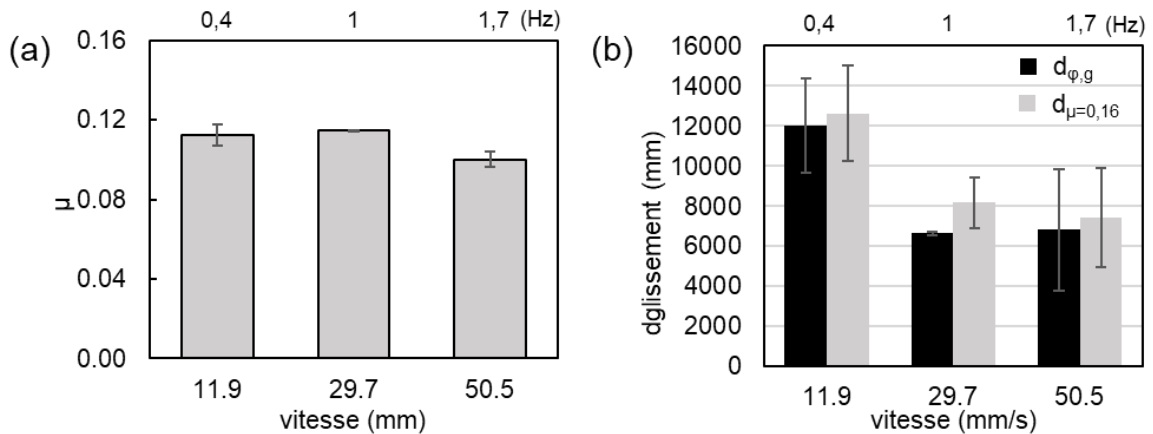


Figure 5-8 (a) Coefficient de frottement moyen avant grippage et (b) distance de glissement avant grippage en fonction de la vitesse de glissement (YEL – RGT – plan/plan – 650 MPa, $\pm 7,4$ mm)

La Figure 5-9 présente l'évolution du coefficient de frottement moyen et du volume d'usure à 700 mm de distance de glissement. Le coefficient de frottement moyen à 700 mm ne varie pas significativement avec l'augmentation de la vitesse de glissement, toutes les valeurs se trouvent entre 0,12 et 0,13. Il en est de même avec le volume d'usure, les valeurs mesurées à 700 mm pour les vitesses de glissement 11,9 mm/s, 29,7 mm/s et 50,5 mm/s sont toutes proches de 0,2 mm³.

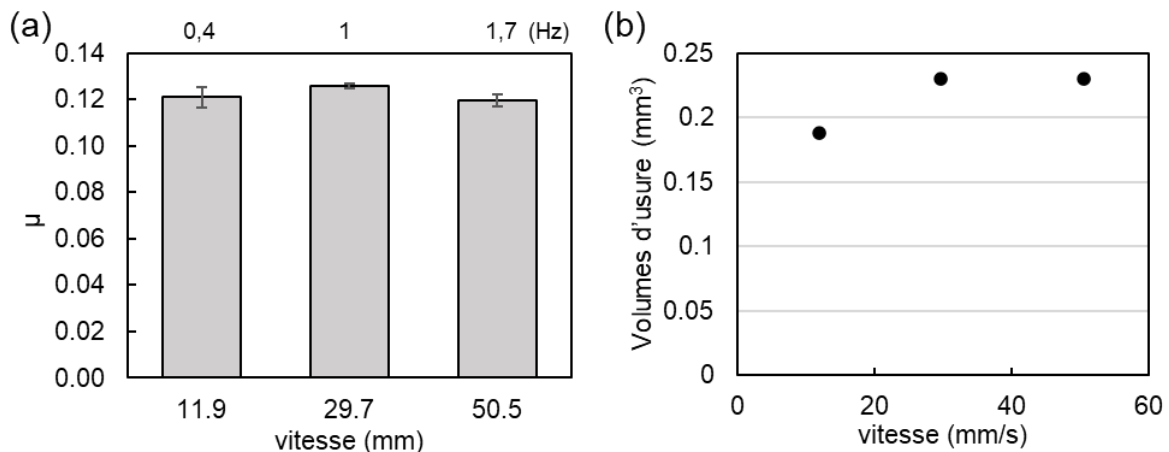


Figure 5-9 (a) Coefficient de frottement moyen et (b) volume d'usure en fonction de la vitesse de glissement pour les essais arrêtés à une distance de glissement de 700 mm (YEL – RGT – plan/plan – 650 MPa, $\pm 7,4$ mm)

La Figure 5-10 présente les observations MEB et analyses EDX faites sur les surfaces des essais interrompus à 700 mm pour les vitesses 11,9 mm/s et 50,5 mm/s. Les faciès et la taille des traces d'usure sont assez similaires. La couche protectrice composée d'éléments de la graisse et de débris de Mn-P a adhéré à l'échantillon du haut lors de l'essai standard (11,9 mm/s) et, à l'inverse, sur l'échantillon du bas à plus haute vitesse lors de la séparation des surfaces. Cela s'observe sur les faciès d'usure et ressort très clairement sur les cartographies du calcium. Les interfaces apparaissent cependant assez similaires avec une couche de Mn-P encore présente en quantité, le tribofilm sur l'échantillon du bas et la couche interfaciale protectrice.

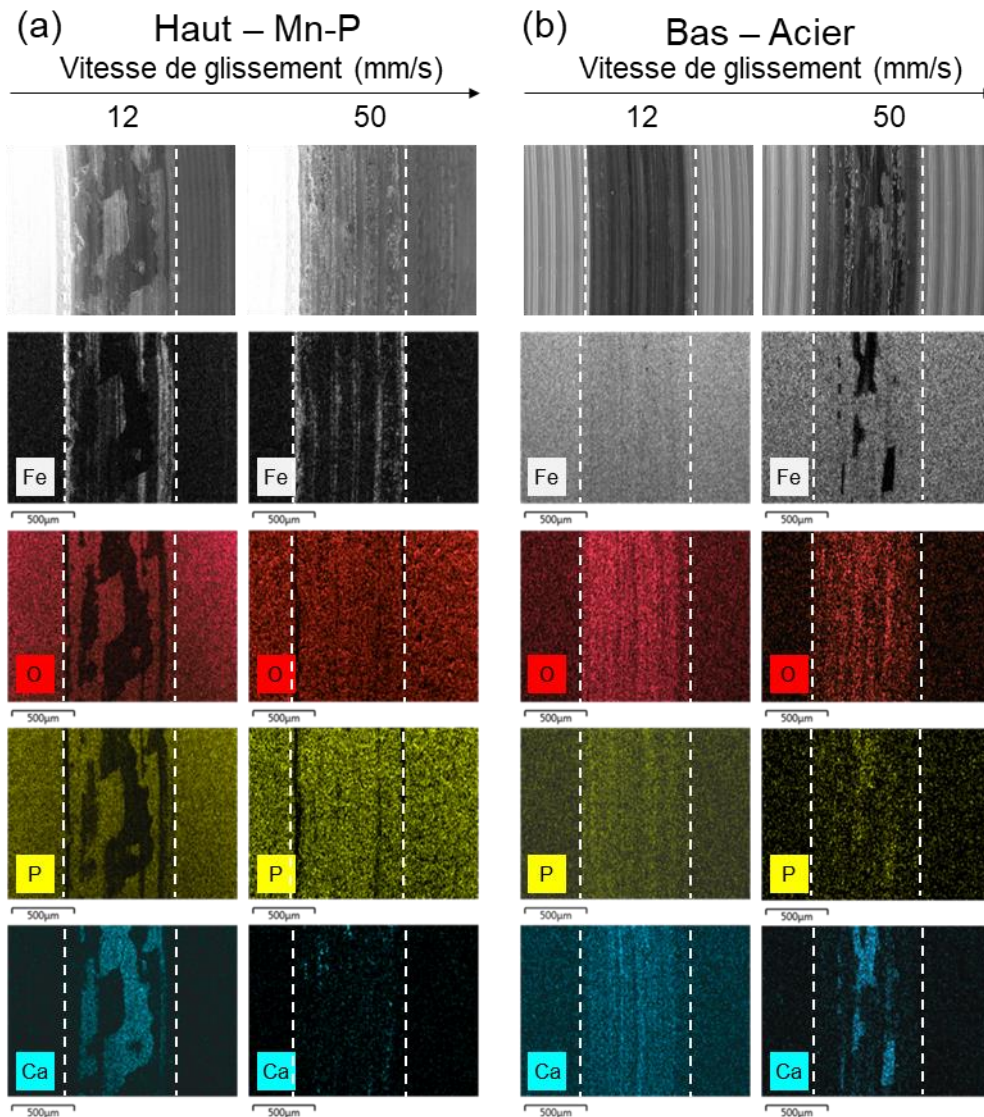


Figure 5-10 Observations MEB et analyses EDX des échantillons (a) du haut (Mn-P) et (b) du bas (acier) pour les vitesses de 11,9 mm/s et 50,5 mm/s pour une distance de glissement de 700 mm (YEL – RGT – plan/plan - 650 MPa, $\pm 7,4$ mm)

Les analyses XPS présentées Figure 5-11 ont été faites dans les traces d'usure des échantillons haut et bas pour les deux vitesses de glissement testées 11,9 mm/s et 50,5 mm/s. Les spectres généraux à faible et haute vitesses montrent une composition qui varie très peu avec la vitesse. Le carbone et l'oxygène sont les éléments retrouvés en majorité pour toutes les analyses. Les éléments de la couche de phosphate de manganèse sont détectés sur les échantillons du haut et du bas, dans une plus grande proportion sur les échantillons du haut. Ceci est cohérent compte tenu du fait que l'échantillon du haut est l'échantillon revêtu initialement. Sur l'échantillon du bas, la proportion de manganèse et de phosphore est plus grande à la plus haute vitesse, cela est cohérent avec les analyses EDX où une plus grande épaisseur de couche interfaciale a adhéré sur l'échantillon à 50,5 mm/s.

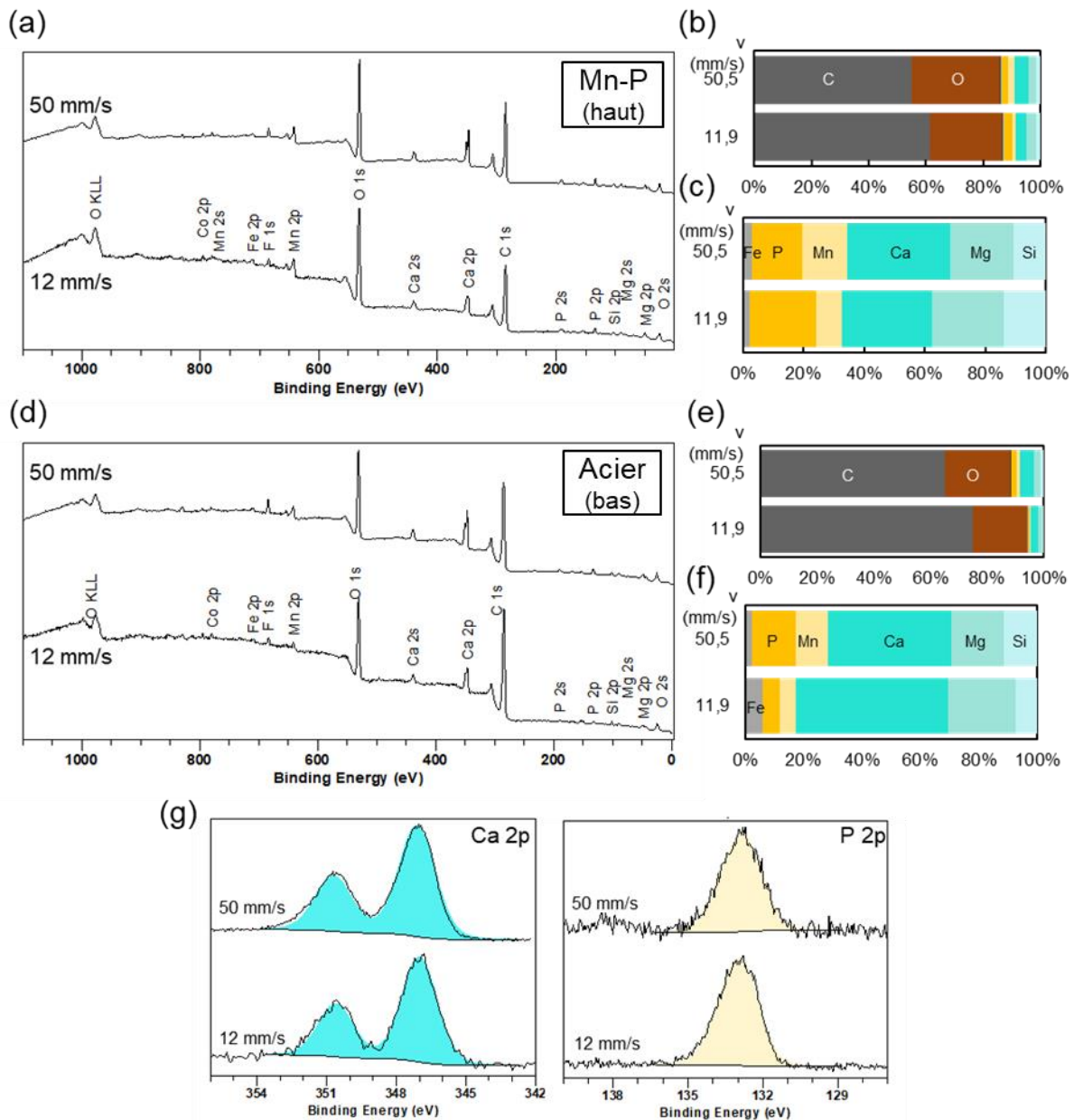


Figure 5-11 Analyses XPS dans les traces d'usure en fonction de la vitesse de glissement : (a) spectre et proportions relatives (b) de tous les éléments et (c) des éléments en plus faible quantité pour les échantillons du haut (Mn-P), (d) spectre et proportions relatives (e) de tous les éléments et (f) des éléments en plus faible quantité pour les échantillons du bas (acier), (g) spectre de hautes résolutions des transitions Ca 2p et P 2p sur les échantillons du haut (YEL – RGT – plan/plan - 650 MPa, \pm 7,4 mm)

Les spectres des transitions Ca 2p et P 2p des analyses XPS de l'échantillon du haut sont présentés Figure 5-11g, le Tableau 5-4 présente l'attribution des pics observés. Le phosphore détecté est sous forme de phosphate pour les deux vitesses de glissement. Un doublet de pics caractéristiques des transitions Ca 2p_{1/2} et Ca 2p_{3/2} du calcium est observé pour les deux analyses aux mêmes positions. Les analyses XPS confirment les analyses EDX et suggèrent qu'aucune transformation chimique n'a lieu en conséquence d'une augmentation de la vitesse de glissement.

Tableau 5-4 Assignation des pics sur les spectres de haute résolution de la Figure 5-11 (YEL – RGT – 650 MPa, ± 7,4 mm)

v_{gliss} (MPa)	Nom	Position	FWHM	At%	Espèce	Ref.
11,9	Ca 2p _{3/2}	347,0	1,79	58		
	P 2p	132,6	1,67	42	Phosphate	[90]
50	Ca 2p _{3/2}	347,1	1,87	67		
	P 2p	132,7	1,55	33	Phosphate	[90]

Les résultats montrent que l'augmentation de la vitesse conduit à une diminution de la durée de vie de l'interface jusqu'à 29,7 mm/s, ensuite la durée de vie semble se stabiliser ou diminuer plus lentement. La vitesse de glissement n'a cependant pas d'impact sur le scénario d'endommagement de l'interface comme le montrent les analyses EDX et XPS des surfaces. La diminution de la durée de vie peut être expliquée par une augmentation du taux d'usure des tribofilms, ce phénomène a déjà été observé par Ernens *et al.* [74]. De même, Bishop et Ettles [103] montrent qu'il existe une valeur seuil de vitesse de glissement pour que le grippage ait lieu. Ainsi, l'augmentation de la vitesse sévère les conditions de glissement. L'augmentation du taux d'usure ne semble pas intervenir lors de la phase de rodage, le volume d'usure restant stable sur les essais interrompus à 700 mm. On peut alors faire l'hypothèse que le taux d'usure est plus grand dans la phase d'équilibre entre formation et destruction des tribofilms à plus haute vitesse.

Une expression formalisée liant la durée de vie avant grippage à la vitesse de glissement est donnée sous forme de loi « puissance » et illustrée Figure 5-12. Son expression est la suivante :

$$d_g(v_{gliss.}) = k_v \cdot v_{gliss}^{n_v} \quad (5-2)$$

Avec $k_v = 3,22 \cdot 10^4$ un coefficient et $n_v = -4,21 \cdot 10^{-1}$ une puissance qui caractérisent la diminution de la durée de vie avec l'augmentation de la vitesse de glissement. Cette expression prévoit une durée de vie qui diminue lentement avec l'augmentation de la vitesse pour des vitesses supérieures à celles de l'intervalle testé. Cette expression prévoit également que la durée de vie devient infinie lorsque la vitesse devient très faible. En réalité, il est possible qu'il existe une distance de glissement maximale atteignable ou un seuil de vitesse à dépasser pour que le grippage apparaisse. Ainsi pour les vitesses très faibles, cette expression ne peut être utilisée.

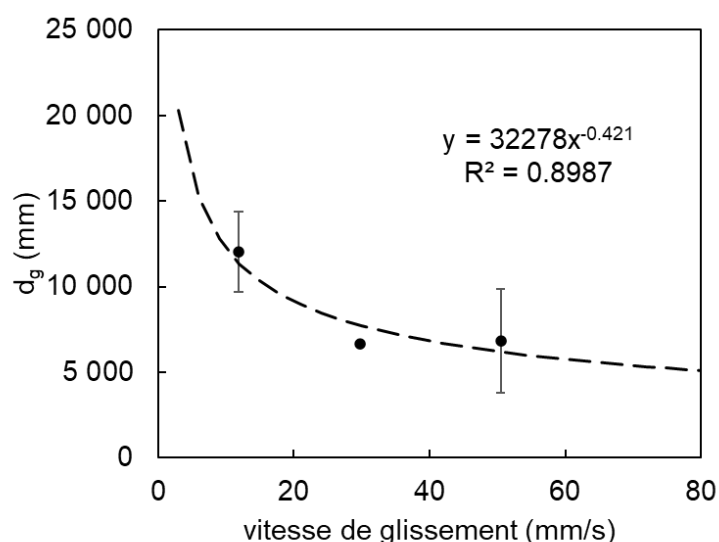


Figure 5-12 Régression linéaire sur les points de la distance de glissement avant grippage en fonction de la vitesse de glissement (YEL – RGT – plan/plan - 650 MPa, $\pm 7,4$ mm)

1.3. Amplitude de glissement

Pour étudier l'influence de l'amplitude de glissement, une campagne d'essais a été menée suivant la matrice d'essai présentée Tableau 5-5. Les amplitudes de glissement testées varient de 3,4 mm à 7,4 mm, la fréquence a été modifiée en fonction de l'amplitude pour maintenir une vitesse de glissement constante. La pression de contact appliquée lors de chaque essai est de 650 MPa et la vitesse de glissement est de 52 ± 2 mm/s.

Tableau 5-5 Matrice d'essai pour l'étude de l'influence de l'amplitude de glissement (YEL – RGT – plan/plan)

Essai	Pression de contact moyenne	Vitesse de glissement	Fréquence	Amplitude de glissement	Critère d'arrêt	
	MPa	mm/s	Hz	mm	grippage	700 mm
$\pm 3,4$ mm	650	52 ± 2	4	3,4	✓	
$\pm 4,6$ mm			3	4,6	✓	✓
$\pm 5,6$ mm			2,4	5,6		✓
$\pm 7,4$ mm			1,7	7,4	✓	✓

La Figure 5-13 présente les courbes de frottement obtenues pour les essais ayant grippé. La Figure 5-14 présente les critères de grippage appliqués à ces courbes et l'évolution du coefficient de frottement moyen en fonction de la vitesse de glissement.

Les courbes de frottement des essais menés avec différentes amplitudes de glissement sont très similaires. La durée de vie moyenne et le coefficient de frottement moyen avant grippage sont constants malgré la variation de l'amplitude de glissement.

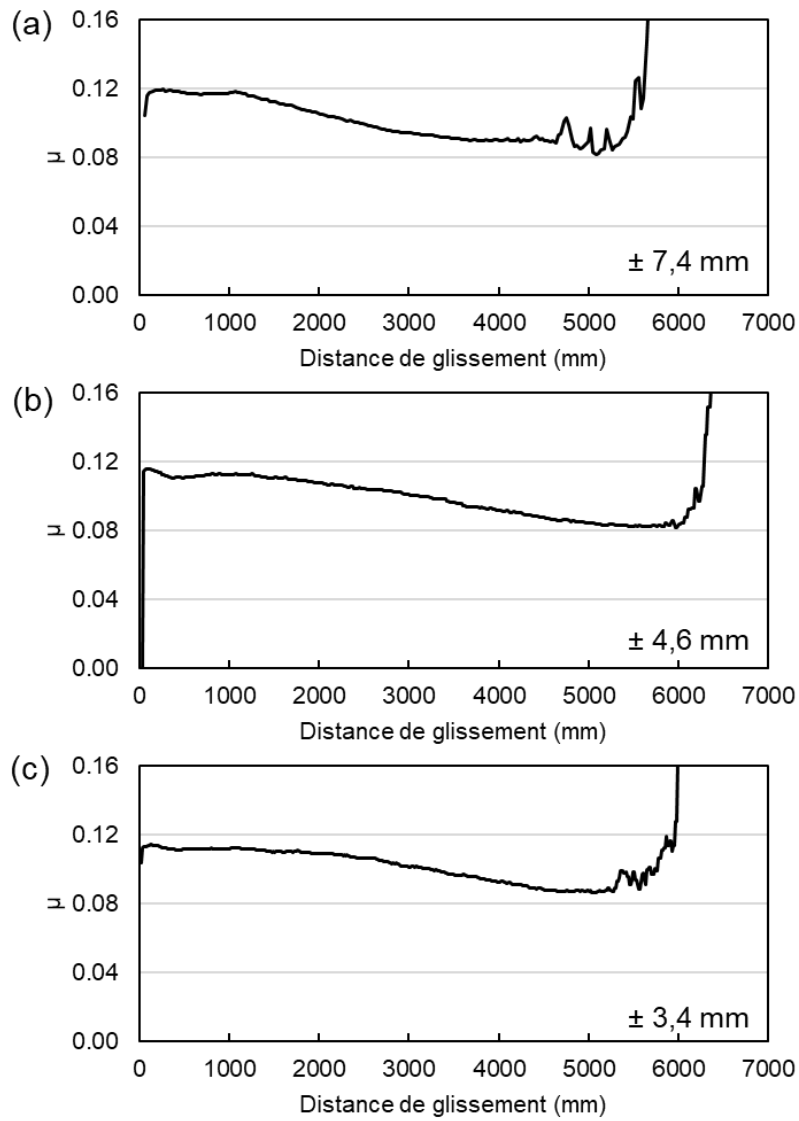


Figure 5-13 Courbes de frottement des essais avec les amplitudes de glissement de (a) 7,4 mm, (b) 4,6 mm et (c) 3,4 mm (YEL – RGT – plan/plan – 650 MPa, 52 ± 2 mm/s)

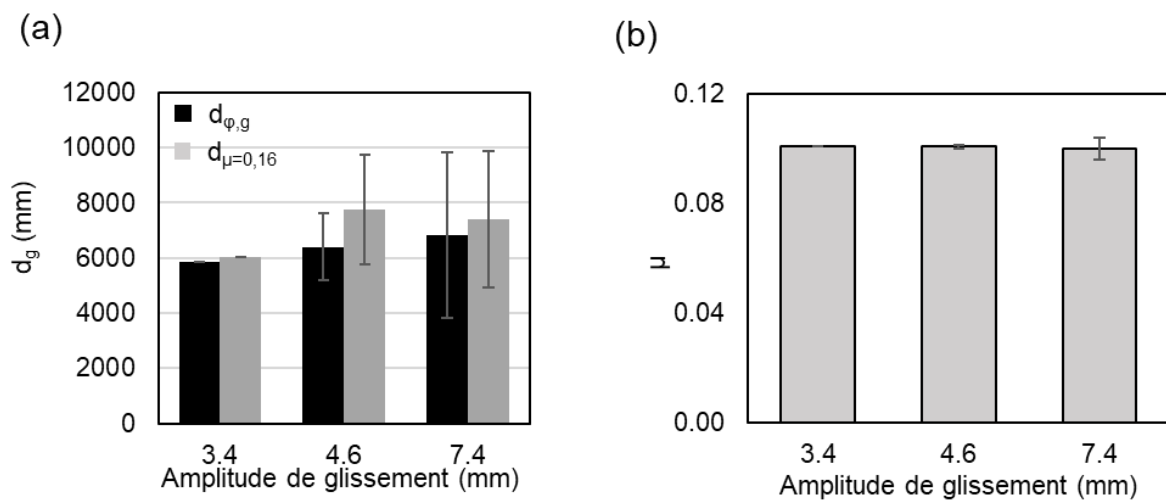


Figure 5-14 (a) Distance de glissement et (b) coefficient de frottement moyen avant grippage en fonction de l'amplitude de glissement (YEL – RGT – plan/plan – 650 MPa, 52 ± 2 mm/s)

La Figure 5-15 présente l'évolution du coefficient de frottement moyen et du volume d'usure à 700 mm de distance de glissement. Les valeurs de frottement en début d'essai sont assez similaires pour tous les essais entre 0,11 et 0,12. Le volume d'usure mesuré à 700 mm se situe autour de 0,25 mm³ quelle que soit l'amplitude de glissement. L'amplitude de glissement n'a pas d'influence marquée sur le volume d'usure et le niveau de frottement en début d'essai dans l'intervalle des amplitudes de glissement testé.

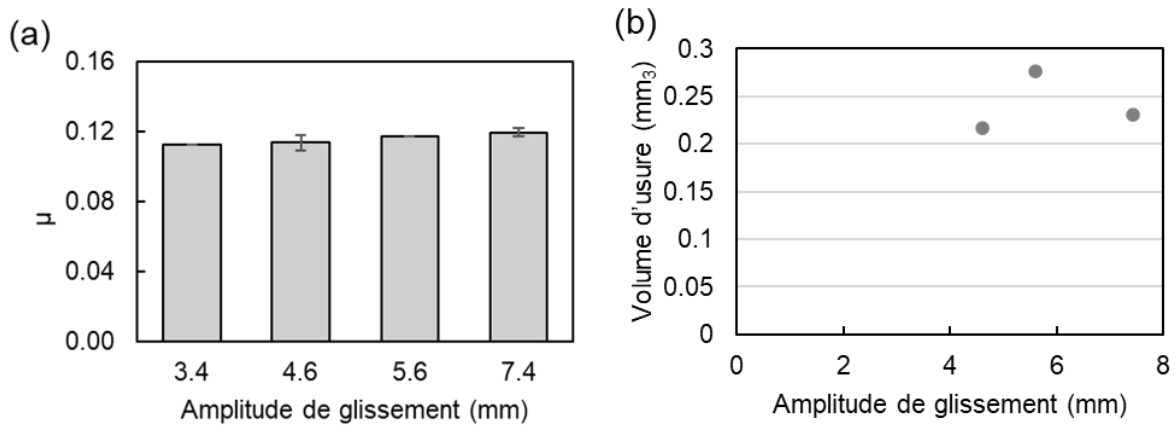


Figure 5-15 (a) Coefficient de frottement moyen à 700 mm et (b) volume d'usure à 700 mm en fonction de l'amplitude de glissement (YEL – RGT – plan/plan – 650 MPa, 52 ± 2 mm/s)

La Figure 5-16 présente les observations MEB et EDX sur deux essais arrêtés à 700 mm pour les amplitudes de glissement 4,6 mm et 7,4 mm. Les faciès et la taille des traces d'usure sont assez similaires. Les cartographies du phosphore et du fer indiquent que la couche de phosphate de manganèse est présente en quantité sur les deux échantillons analysés. L'échantillon du haut au plus faible glissement montre des zones contenant du calcium témoin de la présence d'une couche protectrice au niveau de ces zones. Sur les échantillons du bas, un tribofilm homogène s'est formé à partir des éléments de la graisse et des débris d'usure pour les deux échantillons observés. On observe une couche de matériau interfacial supplémentaire sur quelques zones de l'échantillon à plus grand glissement. Cette couche est habituellement observée sur l'échantillon du haut, sur cet essai la matière a préférentiellement adhéré à l'échantillon du bas. Les analyses EDX montrent que les interfaces obtenues après ces deux essais sont très similaires, cela suggère que l'augmentation de l'amplitude de glissement ne modifie pas les mécanismes d'usure et de formation de tribofilm dans l'interface.

Les résultats de la série d'essai faisant varier l'amplitude de glissement montrent que cette dernière n'a d'influence ni sur le scénario d'endommagement ni sur la durée de vie de l'interface. Cela est rassurant quant à la représentativité de l'essai par rapport à l'application industrielle. En effet, la sollicitation industrielle implique un glissement unidirectionnel durant le vissage qui est simulé expérimentalement par plusieurs cycles alternés via l'essai RGT. Il semble que les alternances de glissement (c'est-à-dire l'effet de l'amplitude de glissement) n'influent pas sur la durée de vie (distance totale parcourue). On peut aussi conclure qu'il n'y a pas d'effet « fatigue » des alternances de glissement. Ainsi, nous pouvons conclure que l'essai RGT est représentatif du comportement tribologique associé au vissage.

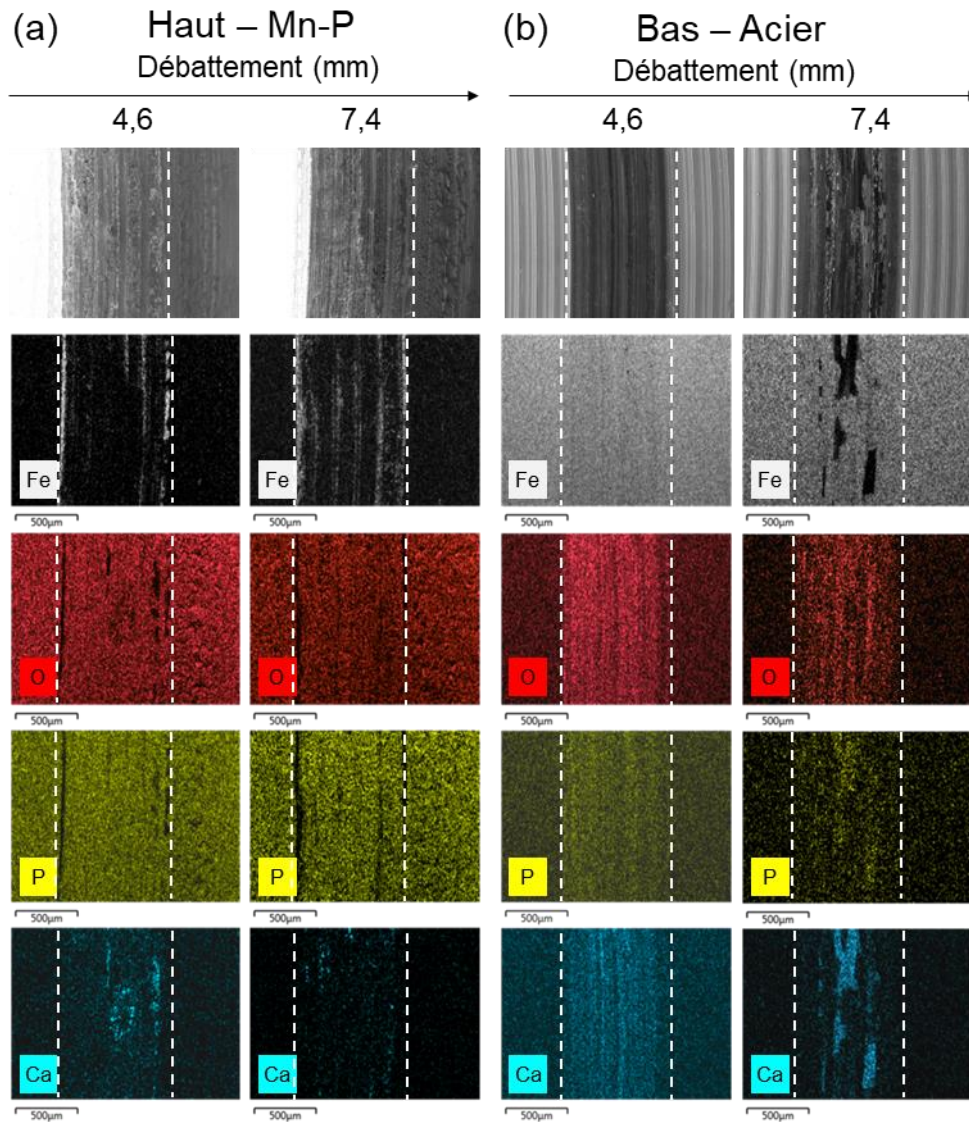


Figure 5-16 Observations MEB et analyses EDX des échantillons (a) du haut (Mn-P) et (b) du bas (acier) sur les essais arrêtés à 700 mm pour la série d'essai sur (YEL – RGT – plan/plan – 650 MPa, 52 ± 2 mm/s)

1.4. Développement d'une approche « $p v$ »

La Figure 5-17 résume les différentes conditions d'essai testées durant la thèse. Les séries d'essais faisant varier la pression de contact, la vitesse de glissement et l'amplitude de glissement ont montré que seules la pression de contact et la vitesse de glissement ont une influence sur la durée de vie.

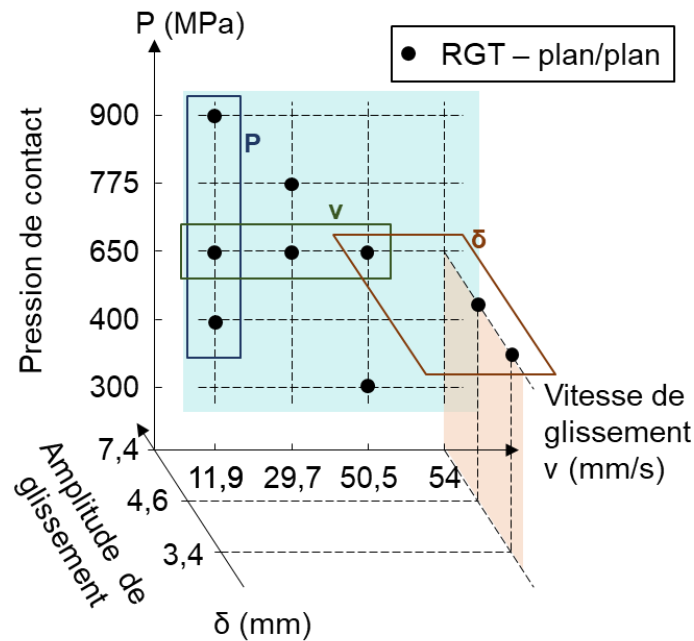


Figure 5-17 Récapitulatif des essais avec la graisse YEL menés durant la thèse

Il est commun de lier l'usure à l'énergie dissipée dans le contact [104,105]. Dans le cas d'un glissement alterné, la densité d'énergie dissipée dans le contact (ω) est calculée à partir des cycles de glissement et peut être approchée par la relation suivante :

$$\omega = 4\mu\delta p \quad (5-3)$$

Dans le cas d'une étude sur la durée de vie de différents dépôts soumis à une sollicitation de fretting-usure, Fouvry *et al.* [106] relie la durée de vie des dépôts à la quantité d'usure abrasive. En connaissant la relation entre la quantité d'usure générée et l'énergie dissipée dans le contact, Fouvry *et al.* [106] trouvent une relation entre la durée de vie des dépôts et la densité d'énergie dissipée moyenne (illustrée Figure 5-18a). La durée de vie N_c (en nombre de cycles) suit alors une loi asymptotique de la forme suivante :

$$N_c = \frac{\chi}{\omega} \quad (5-4)$$

Avec χ une constante dépendant de la nature du dépôt appelée la capacité énergétique du dépôt.

Une démarche similaire est appliquée sur les résultats du test de grippage, la Figure 5-18b présente la durée de vie (en nombre de cycles) de l'interface à la graisse YEL en fonction de la densité d'énergie dissipée moyenne. Ici, aucune relation n'apparaît entre la durée de vie de l'interface et l'énergie dissipée dans le contact.

Ce résultat n'est pas étonnant. En effet, l'approche « énergie dissipée » est adaptée à des cas d'usure abrasive. Si le phénomène d'usure abrasive existe dans le contact étudié dans ces travaux de thèse, la durée de vie de l'interface est pilotée par le phénomène de grippage. De plus, l'analyse paramétrique a montré une forte dépendance de la durée de vie à la vitesse de glissement. Ce paramètre n'apparaît pas dans le calcul de l'énergie dissipée.

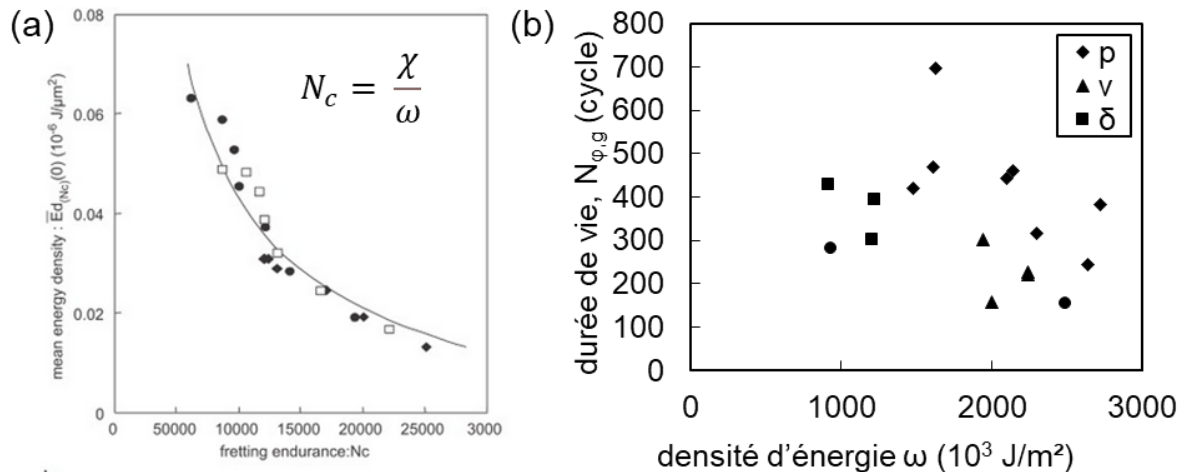


Figure 5-18 (a) Durée de vie en fonction de la densité d'énergie dissipée moyenne pour un dépôt soumis à une sollicitation de fretting-usure [106], (b) durée de vie en fonction de la densité d'énergie dissipée pour l'interface avec la graisse YEL

Lors d'une étude sur le grippage dans les paliers hydrodynamique, Bishop et Ettles [103] concluent qu'il existe un produit $p\nu$ seuil (produit de la pression de contact et de la vitesse de glissement) au-dessous duquel le grippage n'apparaît pas. Il est souvent observé une relation entre le comportement tribologique (notamment la sévérité de l'usure) et le produit $p\nu$ [107–109] dans les cas d'usure adhésive et de grippage. La Figure 5-19 présente l'évolution de la durée de vie en fonction du produit de la pression de contact et de la vitesse de glissement $p\nu$. La durée de vie utilisée est celle correspondant à la distance de glissement parcourue avant grippage. En effet, en prenant la durée de vie en nombre de cycles, l'influence de la vitesse de glissement ne peut pas être prise en compte car cela implique des variations soit de la fréquence, soit de l'amplitude de débattement.

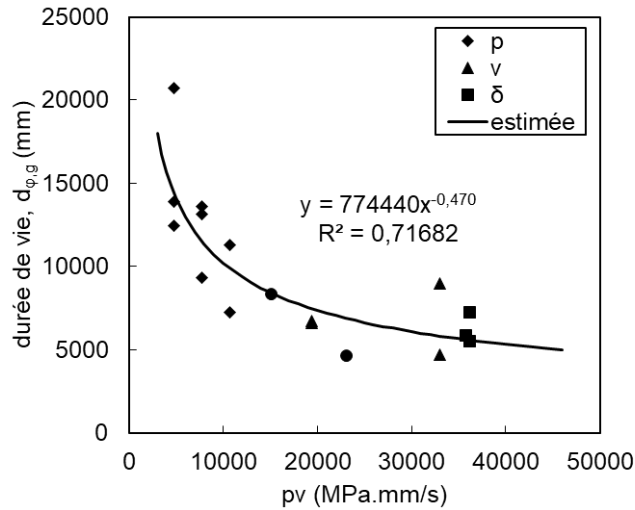


Figure 5-19 Evolution de la durée de vie du contact à la graisse YEL en fonction du produit pv (loi « puissance »)

La relation entre la durée de vie est formalisée avec une loi « puissance » (Figure 5-19) dont l'expression est la suivante :

$$d_g(pv) = k_I \cdot (pv)^{-n_I} \quad (5-5)$$

avec $k_I = 7,74 \cdot 10^5$ un coefficient et $n_I = 4,70 \cdot 10^{-1}$ qui caractérisent la diminution continue de la durée de vie avec l'augmentation du produit pv .

En introduisant un seuil de durée de vie minimale dans la loi « puissance », on trouve une meilleure corrélation entre les valeurs mesurées et les valeurs estimées par la loi.

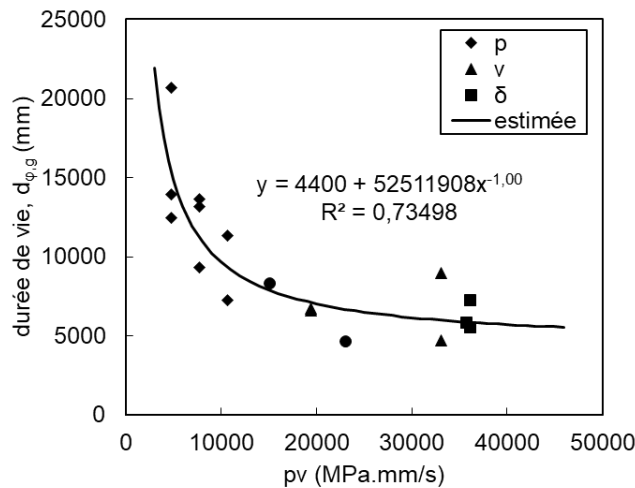


Figure 5-20 Evolution de la durée de vie en fonction du produit pv (loi « seuil »)

L'expression de la loi « à seuil » illustrée Figure 5-20 est la suivante :

$$d_g(pv) = d_{g,\infty} + \frac{k_{II}}{pv} \quad (5-6)$$

avec $k_{II} = 5,25 \cdot 10^7$ un coefficient et $d_{g,\infty} = 4400 \text{ mm}$ le seuil de durée de vie lorsque le produit pv devient grand. Selon cette loi, l'interface présente une certaine durée de vie malgré des conditions sévères (i.e. un grand pv). Cela peut être expliqué par le fait que la phase de

destruction des couches protectrices (tribofilms et Mn-P) nécessite une certaine distance de glissement incompressible malgré la sévérité des conditions. L'apparition et la propagation du grippage dans l'interface apparaissent ensuite, plus ou moins tôt selon le produit $p\nu$.

L'approche $p\nu$ classiquement utilisée pour formaliser le risque de grippage est ici confirmée. Cependant son interprétation physique n'est pas aisée. Le produit $p\nu$ correspond à une densité de puissance apportée dans le contact qui pourrait être assimilée à une « contrainte tribologique ». La dépendance de la durée de vie vis-à-vis de la vitesse de glissement suggère que l'apparition du grippage pourrait être en partie due à un effet thermique. Cela est en accord avec les travaux présents dans la littérature indiquant que le grippage apparaît lorsque la température atteint une valeur critique (voir chapitre 1). Cependant, l'analyse $p\nu$ demande encore à être approfondie. En effet, il est compliqué par cette approche de décrire l'effet de chargements variables. L'approche classique « densité d'énergie dissipée » lie l'usure directement au cumul d'énergie dissipée. Il est donc aisé d'étudier un chargement variable en cumulant l'effet de petits et de grands glissements. Dans le cas de l'approche $p\nu$, qui est ici la plus adaptée pour prédire la durée de vie de l'interface, l'étude de sollicitations variables n'est pas immédiate. En effet, dans le cas d'un essai où le produit $p\nu$ varie au cours du temps, doit-on considérer un $p\nu$ moyen ou la valeur maximale du $p\nu$ imposé durant la sollicitation ? Cet aspect apparaît comme un enjeu scientifique à développer dans le cadre d'une extension de ces recherches.

L'approche $p\nu$ permet néanmoins de mettre en place une méthode rapide pour tester l'endurance face au grippage d'un traitement de surface et/ou d'une graisse. Ainsi, en choisissant un nombre restreint de conditions p , f et δ permettant de couvrir la gamme des $p\nu$ étudiés, il apparaît possible de décrire très rapidement la courbe d'endurance recherchée $d_g = f(p\nu)$.

2. Simulation expérimentale des processus de vissage et dévissage : analyse de l'influence des séquences de regraissage de l'interface

La fin du chapitre 4 présentait une discussion de la représentativité de l'essai « standard » (i.e. avec une seule application de graisse initiale) par rapport au protocole de vissage/dévissage des connexions qui impose un nettoyage et une application de graisse fraîche entre chaque vissage. Ainsi, cette partie s'intéresse à cette problématique. L'idée est de développer un protocole de regraissage pour les essais laboratoires et d'analyser son impact sur le scénario d'endommagement des interfaces. Cette analyse « technologique » aborde aussi un aspect scientifique très peu étudié qui concerne l'application d'un regraissage dans les processus tribologiques, en particulier vis-à-vis du grippage. Les essais sont réalisés sur le banc RGT avec la géométrie plan/plan.

Un protocole de regraissage périodique a été mis au point sur l'essai RGT en se calquant sur la procédure de vissage-dévissage des connexions OCTG. Le Tableau 5-6 récapitule les étapes du protocole utilisé lors des essais RGT. La distance de glissement parcourue entre chaque regraissage a été fixée à 700 mm afin qu'elle soit cohérente avec la distance de glissement maximale atteinte en connexion pour un vissage/dévissage. Les essais ont été conduits en utilisant les graisses YEL et API. Le critère d'arrêt pour les essais avec regraissage doit remplir les deux conditions suivantes : le coefficient de frottement a atteint 0,16 et l'inspection visuelle de l'interface au moment de l'ouverture du contact détecte des traces de grippage.

Tableau 5-6 Protocole de regraissage (REG) pour les essais laboratoire appliqué tous les 700 mm de distance de glissement (selon la procédure Vallourec)

	Action	Produit
1	Arrêt de la rotation et ouverture du contact	-
2	Nettoyage des surfaces	Lingette jetable en papier, détergent à base d'hydrocarbure
3	Inspection visuelle des surfaces	-
4	Application de graisse fraîche	YEL ou API
5	Fermeture du contact, application de la charge et relance des cycles de glissement	-

2.1. Cas de la graisse YEL

2.1.1. Effet du regraissage

La Figure 5-21 présente les courbes de frottement de l'essai « standard » STD et de l'essai avec regraissage périodique REG ainsi que le coefficient de frottement moyen avant grippage pour ces deux essais et leur durée de vie selon les critères de grippage.

La courbe de coefficient de frottement de l'essai avec regraissage périodique a une forme complètement différente de celle sans regraissage. Au fur et à mesure des regraissages, le coefficient de frottement augmente jusqu'à ce que l'apparition de grippage soit détectée contrairement à la lente diminution habituellement observée sur la courbe standard (unique graissage au début du test). La durée de vie est très diminuée avec la ré-application régulière de la graisse : la distance de glissement avant grippage pour l'essai REG se situe entre 3 000 mm et 4 000 mm contre 12 000 mm avec l'essai standard. De plus, le coefficient de frottement moyen avant grippage est plus élevé en cas de regraissage. La courbe atteint des

niveaux de frottement assez élevés pour ce tribosystème (autour de 0,15) sans apparition de grippage dans l'interface. Cela se remarque aussi sur le critère $d_{\mu=0,16}$ qui indique l'apparition de grippage plus tôt que le critère $d_{\varphi,g}$. Ainsi le critère $d_{\mu=0,16}$ tend à sous-estimer la durée de vie du contact en condition de regraissage. Ainsi, dans la suite de cette partie, le critère de grippage utilisant l'instabilité du frottement $d_{\varphi,g}$ sera privilégié pour discuter de la durée de vie des interfaces, le critère sur le niveau de frottement $d_{\mu=0,16}$ reste à titre indicatif.

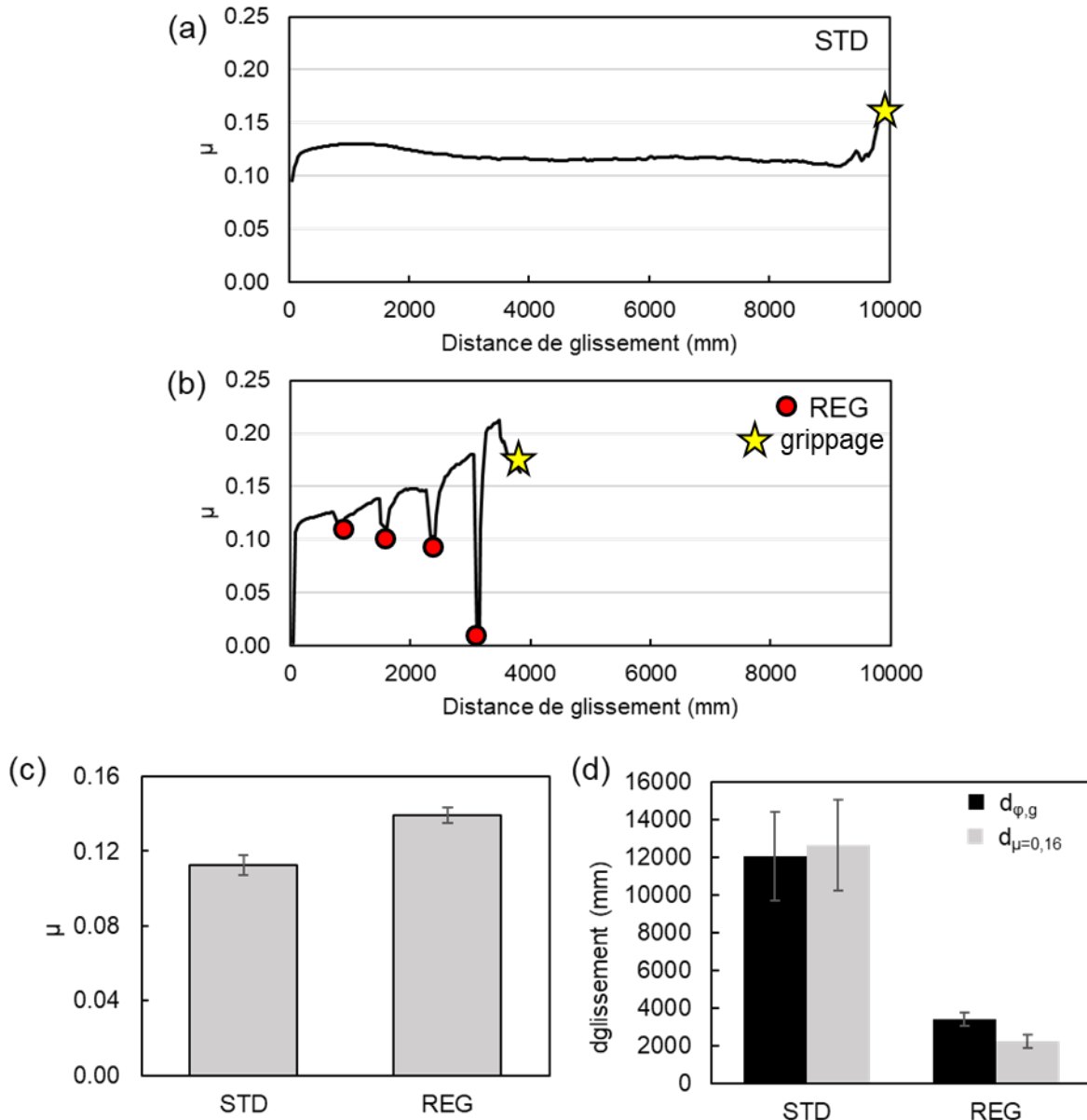


Figure 5-21 Courbes de frottement des essais (a) standard et (b) avec application du protocole de regraissage, comparaison (c) du coefficient de frottement et (d) de la distance de glissement avant grippage sur ces essais (YEL – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, 7,4 mm, critère d'arrêt : présence de grippage à l'inspection visuelle)

La Figure 5-22a présente l'évolution du volume d'usure mesuré en fonction de la distance de glissement pour l'essai standard STD et l'essai de regraissage REG. Comme discuté au chapitre 4, le volume d'usure en condition standard connaît une forte augmentation en début d'essai, pendant la période de rodage, puis une augmentation très lente sur le reste de l'essai avant

grippage. Les points mesurés entre les regraisages suivent la même tendance jusqu'au troisième regraisage minimum (3 x 700 mm). Ensuite, le volume d'usure augmente drastiquement ce qui est cohérent avec l'apparition de grippage observé au même moment. La phase où le volume d'usure connaît une augmentation douce lié à l'équilibre entre formation et destruction des tribofilms est très courte en cas de regraisage périodique.

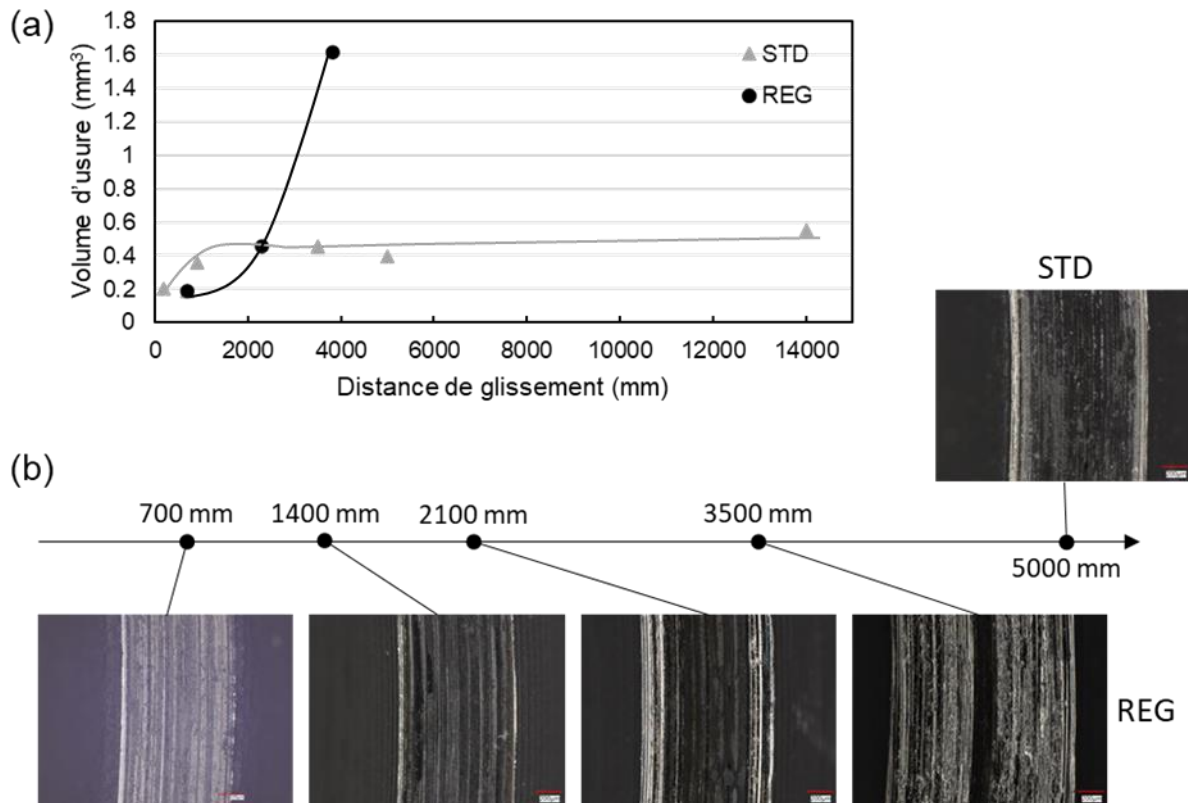


Figure 5-22 (a) Evolution du volume d'usure en fonction de la distance de glissement pour les essais STD et REG, (b) évolution de la trace d'usure de l'échantillon du haut (Mn-P) en fonction de la distance de glissement pour l'essai REG (YEL – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, 7,4 mm)

La Figure 5-22b présente l'évolution de l'état de surface de l'échantillon du haut au fur et à mesure des regraisages à travers des observations au microscope numérique. La partie la plus sombre au milieu des traces de frottement correspond à la présence de Mn-P et les parties gris clair brillantes en bord de contact correspondent à l'acier nu. La zone où la partie Mn-P est encore présente se rétrécit rapidement au fur et à mesure des regraisages. L'observation de l'état de surface de l'échantillon du haut en condition standard pour un essai interrompu à 5 000 mm est aussi présentée Figure 5-22b. Sur cette image, on peut observer que la taille de la zone étant encore revêtue avec la Mn-P est majoritaire. En condition de regraisage, cet endommagement intervient plus tôt, entre 1 400 mm et 2 100 mm. A 3 500 mm, après cinq applications de graisse, la zone revêtue restante est très mince et le grippage apparaît dans l'interface.

La Figure 5-23 présente les observations MEB et analyses EDX faites sur les échantillons du haut et du bas après une, deux et trois applications de graisse correspondant aux distances de glissement 700 mm, 1 400 mm et 2 100 mm. L'évolution des états de surfaces est assez similaire à l'évolution des états de surface de l'essai standard présenté au chapitre 4. Au fur et à mesure des cycles, les tribofilms se forment sur les échantillons du haut et du bas à partir

des additifs de la graisse et des débris de la couche de phosphate. Le tribofilm est très vite homogène sur l'échantillon du bas (dès 700 mm). Son homogénéisation sur l'échantillon du haut nécessite quelques cycles supplémentaires. Les observations précédemment faites au microscope numérique sur l'usure de la couche de Mn-P sont validées par les cartographies EDX du fer et du phosphore. Les bandes noires due à l'absence de phosphore en bord de trace apparaissent dès le deuxième regraissage et s'élargissent ensuite. A l'inverse, les cartographies du fer montrent que les zones où le fer est détecté par l'analyse EDX sont de plus en plus étendue dans la trace d'usure avec l'augmentation de la distance de glissement (notamment avec l'élargissement de la bande usée en bord de contact).

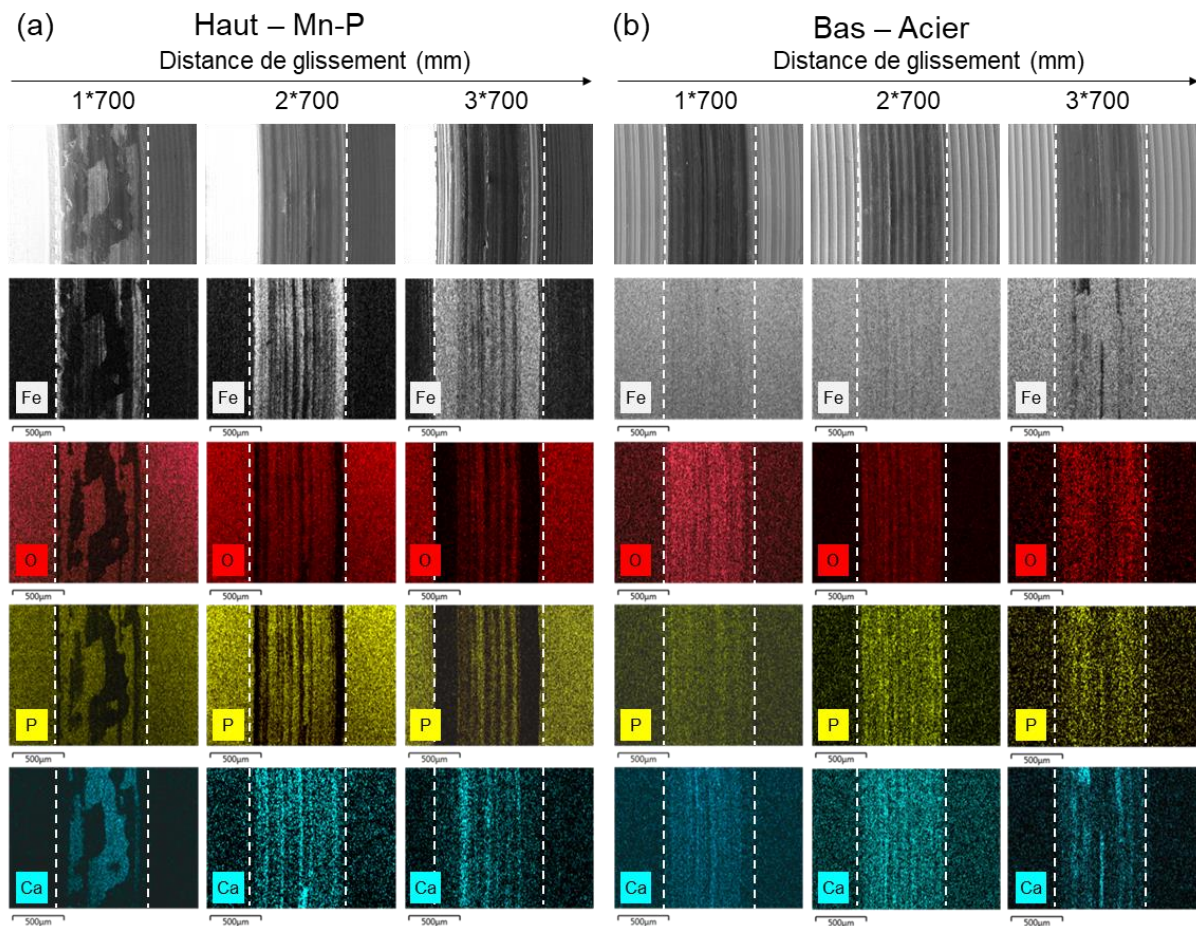


Figure 5-23 Observations MEB et analyses EDX des échantillons (a) du haut (Mn-P) et (b) du bas (acier) en fonction de la distance de glissement suite à des séquences de regraissage tous les 700 mm (essais REG, YEL – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, 7,4 mm)

Ces résultats montrent que l'application périodique de graisse fraîche dans le contact diminue drastiquement la résistance face au grippage de l'interface. Les regraissages accélèrent l'usure de la couche de phosphate de manganèse, rendant la reformation des tribofilms impossible plus tôt comparé à un essai standard. Plusieurs hypothèses sont formulées pour expliquer l'accélération de l'usure des tribofilms et de la couche de phosphate de manganèse :

- (1) Hypothèse « oxydation » : Pendant l'application du protocole de regraissage, le contact est ouvert, cela signifie que les surfaces sont exposées à l'air ambiant. Cette exposition pourrait résulter en une oxydation des couches protectrices, modifiant

éventuellement leurs propriétés mécaniques et donc leur tenue sous les conditions de glissement.

- (2) Hypothèse « enlèvement graisse vieillie » : il a été établi dans l'étude du scénario d'endommagement que les additifs de la graisse et les débris d'usure sont mélangés mécaniquement dans le contact pour former les tribofilms. Ainsi, lors de l'ouverture du contact, de telles particules « prêtes » à former les tribofilms sont présentes sur les surfaces. L'étape de nettoyage enlève ces particules du contact. Lorsque le contact est refermé et les échantillons à nouveau soumis aux cycles de glissement, l'usure des tribofilms se poursuit mais la reformation de ceux-ci est mise en difficulté. En effet, les particules issues du mélange mécanique entre graisse et Mn-P ont été enlevées lors du nettoyage. Les tribofilms s'usent alors prématurément, une grande quantité de débris de Mn-P doit être générée pour alimenter la reformation des tribofilms protecteurs à l'image de la phase de rodage dans les essais standards. Ainsi la couche de phosphate de manganèse est consommée plus rapidement lorsque des regraissages périodiques sont appliqués.
- (3) Hypothèse « surplus de graisse » : L'ajout de graisse dans le contact amène une grande quantité d'additifs solides qui sont piégés entre les deux surfaces après re-fermeture du contact. L'interface étant en condition sévère de lubrification, ces particules peuvent prendre une place trop grande par rapport à l'espace disponible entre les deux surfaces. Ainsi, les particules peuvent être la cause de surpression locale endommageant les tribofilms ou agir comme un troisième corps et générer de grand volume d'usure par abrasion. En conséquence, avant que ces particules soient mélangées mécaniquement au débris d'usure ou éjectées du contact, elles peuvent être la cause d'une grande usure menant à la consommation plus rapide de la couche de Mn-P.

Afin de tester ces hypothèses et comprendre le phénomène menant au raccourcissement de la durée de vie lors des regraissages, une série de tests a été faite pour séparer l'influence des différentes étapes du protocole de regraissage.

2.1.2. Effet des différentes étapes de regraissage

Le Tableau 5-7 présente la série de tests effectués pour comprendre l'influence des différentes étapes du protocole de regraissage sur la durée de vie de l'interface. Deux types d'essais intermédiaires à l'essai standard et l'essai de regraissage complet sont réalisés. Le premier implique simplement l'ouverture du contact tous les 700 mm sans action sur les surfaces. Le deuxième consiste à appliquer de la graisse fraîche sans réaliser l'étape de nettoyage des surfaces au préalable.

Tableau 5-7 Matrice d'essais pour l'étude de l'impact des étapes de regraissage (YEL – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, ± 7,4 mm, regraissage tous les 700 mm)

	1	2	3	4	5
	Ouverture contact	Nettoyage	Inspection visuelle	Regraissage	Fermeture contact
STD					
OUV	✓		✓		✓
OUV + REG	✓		✓	✓	✓
OUV + NET + REG	✓	✓	✓	✓	✓

La Figure 5-24 présente les courbes de frottement obtenues lors de cette série d'essai. La Figure 5-25 présente les critères de grippage et le coefficient de frottement moyen avant grippage associés.

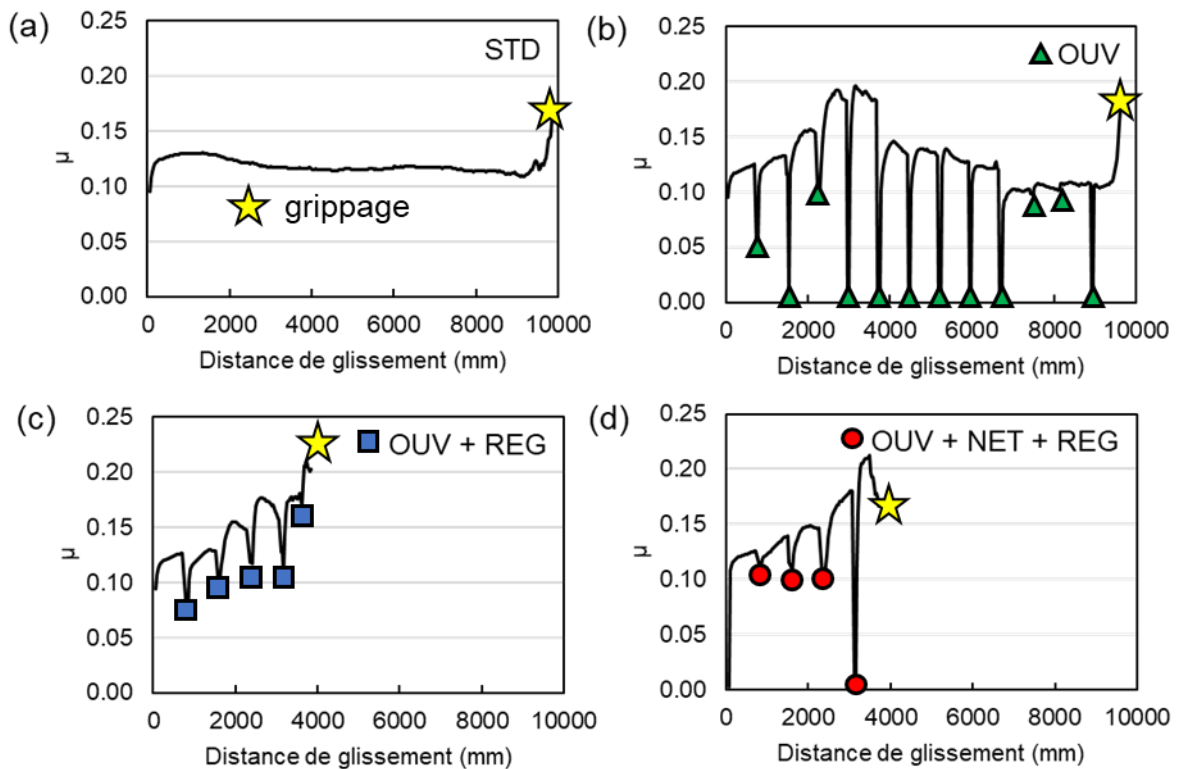


Figure 5-24 Courbes de frottement des essais (a) STD, (b) OUV, (c) OUV + REG et (d) OUV + NET + REG (YEL – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, 7,4 mm)

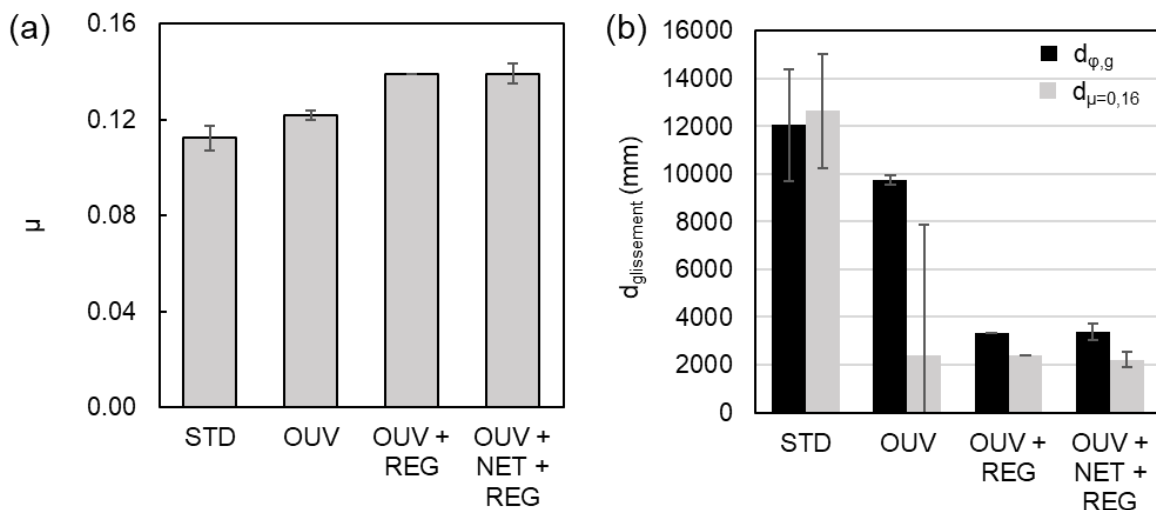


Figure 5-25 (a) Coefficient de frottement moyen et (b) distance de glissement avant grippage pour les essais de la série sur l'influence des étapes du protocole de regrainage (YEL – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, 7,4 mm)

La courbe de frottement « OUV », où seule l'étape d'ouverture périodique du contact a été appliquée, a une forme assez particulière. Le coefficient de frottement varie beaucoup. Le début de la courbe ressemble à celui d'un essai avec protocole de regrainage complet

« OUV + NET + REG » : le coefficient de frottement augmente assez rapidement et atteint des valeurs assez élevées (0,15 - 0,20) pour le tribosystème étudié. Le coefficient de frottement diminue ensuite, le dernier tiers de la courbe est très similaire à celui de la courbe lors d'un essai standard « STD ». La courbe de frottement « OUV + REG » suit la même évolution que celle de l'essai avec protocole de regraisage complet « OUV + NET + REG ». Le coefficient de frottement augmente continuellement et le grippage apparaît vers la quatrième application de graisse.

Le coefficient de frottement moyen avant grippage est plus élevé pour toutes les configurations impliquant au moins l'ouverture périodique du contact. Les configurations ayant le coefficient de frottement moyen le plus élevé (autour de 0,14) sont celles impliquant l'application périodique de nouvelle graisse. La durée de vie moyenne est diminuée pour tous les essais impliquant au moins l'ouverture du contact. Dans le cas où la seule étape du protocole de regraisage appliquée est l'ouverture du contact, la durée de vie est peu diminuée, autour de 10 000 mm contre 12 000 mm pour un essai standard. Les deux configurations impliquant l'application périodique de graisse (« OUV + REG » et « OUV + NET + REG ») ont des durées de vie similaires autour de 3 400 mm, sensiblement plus faibles que celle de l'essai standard. Comme discuté précédemment, le critère $d_{\mu=0,16}$ ne peut être utilisé comme critère de grippage pour ces essais particuliers avec ouverture du contact et/ou regraisage. En effet, le frottement connaît des variations d'amplitude durant ces essais et sa valeur dépasse 0,16 ou plus avant que le grippage n'apparaisse.

Ces résultats montrent que l'ouverture du contact et l'application de nouvelle graisse exercent une influence sur le comportement de l'interface et la durée de vie. Le nettoyage de l'interface avant application de la graisse neuve influence peu le comportement tribologique. L'ouverture périodique du contact seule induit des fluctuations sur le coefficient de frottement et une légère diminution de la durée de vie. C'est l'étape d'application de la graisse qui exerce la plus grande influence, en témoigne l'augmentation continue du coefficient de frottement et une durée de vie diminuée de 70% par rapport à un essai standard (sans ouverture de contact ni regraisage ou nettoyage).

La légère diminution de la durée de vie et l'augmentation du niveau de frottement avant grippage dans le cas de l'ouverture seule du contact peuvent être expliquées par l'hypothèse « oxydation ». L'ouverture du contact induit une oxygénation du tribofilm qui aurait pour conséquence de réduire la tenue du tribofilm et d'induire une montée significative du coefficient de frottement. Il peut s'agir d'une oxydation de la graisse vieillie (potentiellement rendue plus réactive par l'action mécanique) et/ou d'une oxydation des débris d'usure. La présence de l'étape de nettoyage avant l'application de graisse fraîche n'a pas d'influence remarquable, cependant l'hypothèse « enlèvement graisse vieillie » est toujours possible. En effet, dans un protocole de regraisage sans l'étape de nettoyage mais avec l'application de graisse fraîche, la proportion de graisse « vieillie » sur les surfaces devient très faible avec l'apport de la nouvelle graisse. Ainsi, lorsque le contact est refermé et la charge appliquée, le surplus de graisse fraîche éjecté du contact entraîne avec lui une partie de la graisse vieillie. Ainsi, il reste dans le contact une majorité de graisse neuve et la présence de graisse vieillie devient anecdotique. Plusieurs cycles de glissement sont alors nécessaires aux mélanges mécaniques des particules de la graisse et des débris d'usure pour réenclencher la reformation des tribofilms. La couche de phosphate de manganèse est épuisée plus rapidement par rapport à un essai standard permettant une apparition prématurée du grippage. L'hypothèse « surplus de graisse », selon laquelle la présence d'une trop grande quantité d'additifs solides

de la graisse conduit à des surpressions locales et/ou une usure à trois corps des surfaces, reste toujours plausible. Cependant, pour la confirmer totalement et connaître l'étendue de son impact, il serait nécessaire de faire une étude plus approfondie sur les éléments dans le contact. Celle-ci impliquerait de mesurer l'espace disponible dans le contact, la taille, la quantité et la distribution des particules de graisse ainsi que les propriétés mécaniques des différents éléments impliqués pour vérifier l'existence d'un tel scénario.

En conclusion, l'hypothèse de l'élimination du tribofilm soit par nettoyage soit par ajout de graisse neuve qui, lors de la fermeture du contact chasse la « bonne » graisse « vieillie » de l'interface, semble être la plus plausible pour expliquer le caractère « néfaste » des processus de regraissage. Il faut cependant relativiser ce résultat en considérant la durée du palier de glissement choisie (700 mm). On peut faire l'hypothèse que pour l'application de paliers plus longs, il existe de nouveau un intérêt à regraisser la surface dans la mesure où la quantité de graisse vieillie peut être totalement éliminée de l'interface. Pour éclairer ce point, on propose d'étudier l'influence de paliers de glissement plus longs.

2.1.3. Influence de la distance de glissement entre chaque regraissage

Etant donné que le protocole de regraissage diminue la durée de vie de l'interface, on peut faire l'hypothèse que la fréquence des regraissages a également un impact sur la durée de vie. En augmentant la distance de glissement entre chaque regraissage, il est alors attendu que la durée de vie augmente. D'une part, on espère pour bénéficier du meilleur comportement d'une graisse vieillie et, d'autre part, permettre la réintégration de graisse neuve dans la mesure où la graisse vieillie finit par être éliminée. Cette hypothèse est testée en faisant un essai dont le regraissage périodique est appliqué tous les 3 500 millimètres de distance de glissement. Les regraissages appliqués dans le cadre de ce test suivent le protocole de regraissage complet.

Les courbes de frottement des essais standards, avec un regraissage tous les 700 mm et tous les 3 500 mm de distance de glissement sont présentées Figure 5-26. La Figure 5-27 présente les critères de grippage appliqués à ces courbes et le coefficient de frottement moyen avant grippage en fonction de la fréquence de regraissage.

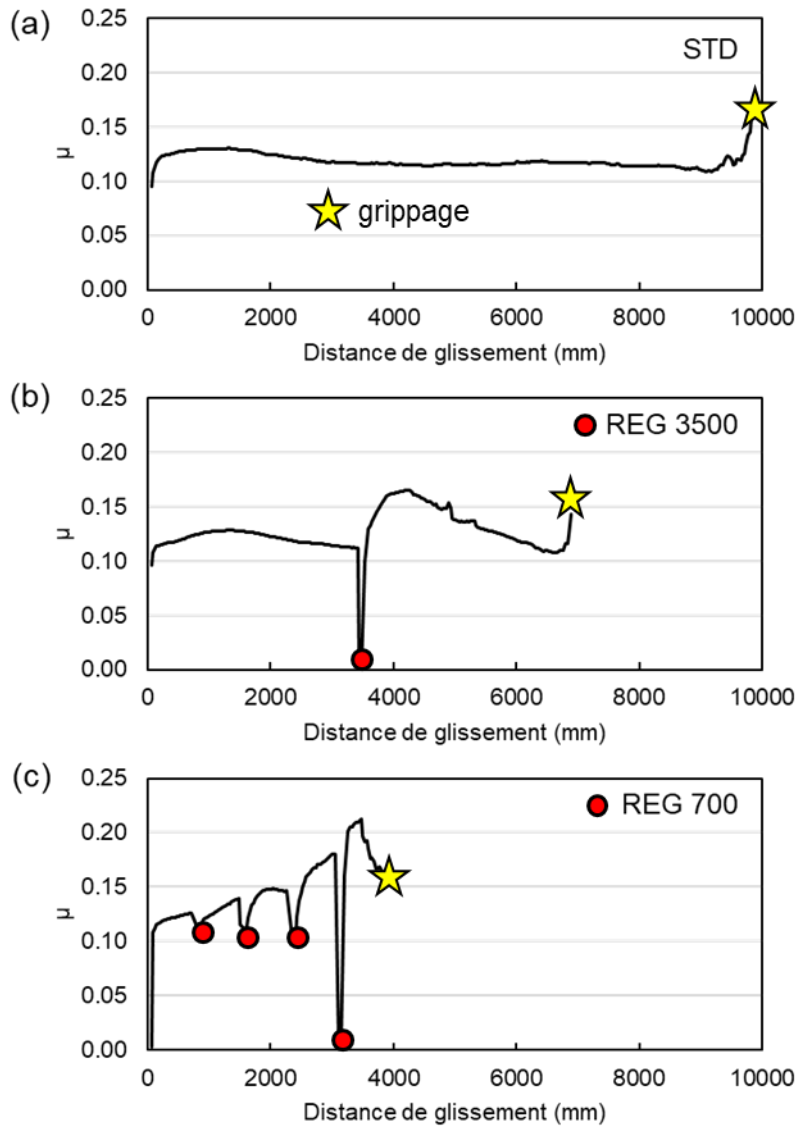


Figure 5-26 Courbes de frottement des essais (a) standard, (b) regraissage tous les 3 500 mm et (c) 700 mm (YEL – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, 7,4 mm)

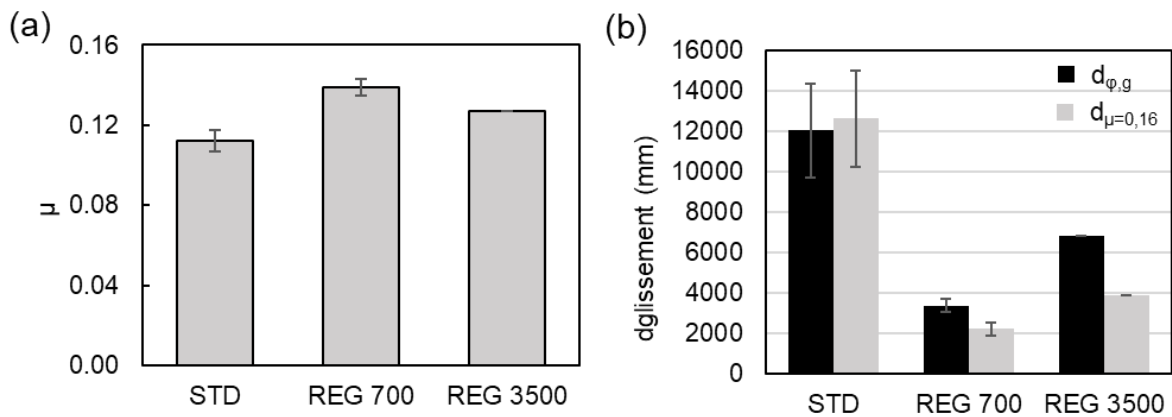


Figure 5-27 (a) Coefficient de frottement moyen et (b) distance de glissement avant grippage des essais STD, REG 700 et REG 3 500 (YEL – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, 7,4 mm)

La courbe de frottement « REG 3500 » présente un début similaire à la courbe de l'essai standard, ce qui est cohérent étant donné que sur cette partie de l'essai, l'interface connaît exactement les mêmes conditions de glissement. Après le regraisage à 3 500 mm, le coefficient de frottement augmente fortement et atteint des valeurs assez élevées (au-delà de 0,15). Le coefficient de frottement diminue ensuite lentement avant son augmentation brusque liée au grippage à une distance de glissement d'environ 7 000 mm. La forme de la courbe après ce regraisage suggère que l'interface passe à nouveau par une phase de rodage. Durant cette phase, le taux d'usure est d'abord très élevé, détruisant les tribofilms et consommant la couche de phosphate de manganèse. Les tribofilms se reforment ensuite à l'aide des débris d'usure et des éléments de la graisse apportés par le regraisage, réduisant le coefficient de frottement et le taux d'usure. La durée de vie de l'essai « REG 3500 » est intermédiaire entre celles des essais standards et avec regraisage périodique tous les 700 mm. Le coefficient de frottement moyen avant grippage se situe également entre ceux des essais STD et REG 700. Les résultats sont conformes à l'hypothèse suggérant que la durée de vie de l'interface augmente avec la diminution de la fréquence des regraisages. Plus la distance de glissement entre chaque regraisage est grande, plus l'interface peut bénéficier de l'action protectrice de la « bonne » graisse vieillie et de tribofilms stabilisés.

2.2. Cas de la graisse API

La Figure 5-28 présente les courbes de frottement de l'essai « standard » et de l'essai avec regraisage périodique en configuration API ainsi que le coefficient de frottement moyen avant grippage pour ces deux essais et leur durée de vie selon les critères de grippage.

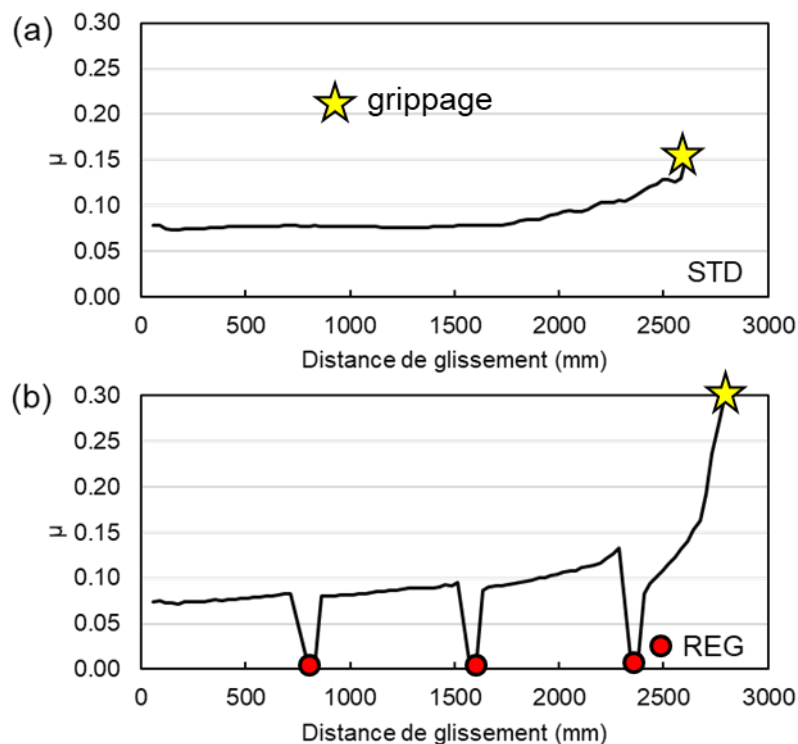


Figure 5-28 Courbe de frottement des essais (a) standard et (b) avec regraisage tous les 700 mm (API – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, 7,4 mm)

Les courbes de frottement des essais avec et sans regraisage sont assez similaires. La courbe de frottement de l'essai avec regraisage montre une augmentation plus marquée du

coefficient de frottement tout au long de l'essai. Les durées de vie des deux essais sont très similaires autour de 2 000 mm de distance de glissement. Le coefficient de frottement avant grippage est légèrement plus élevé lorsqu'il y a un graissage périodique.

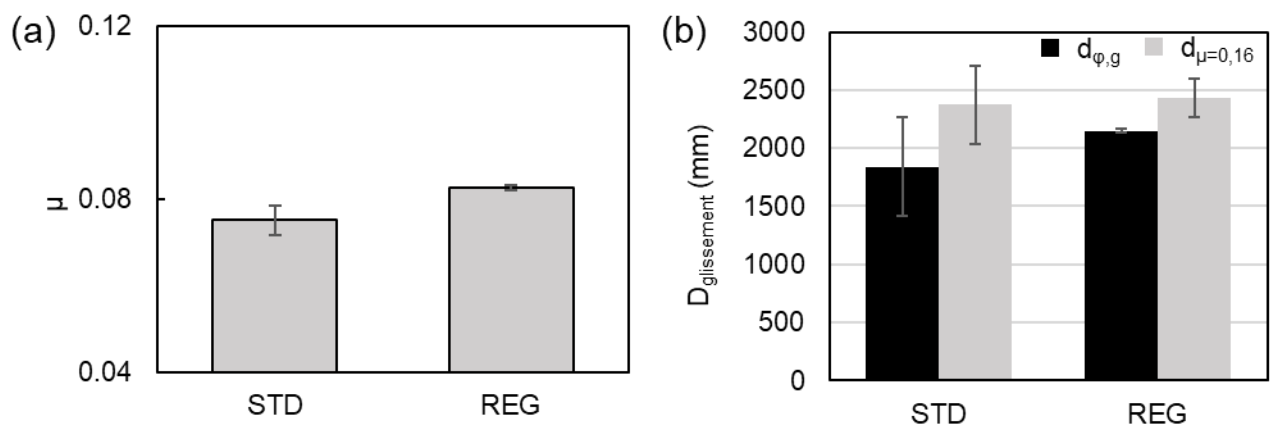


Figure 5-29 (a) Coefficient de frottement moyen et (b) distance de glissement avant grippage des essais STD et REG (API – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, 7,4 mm)

La Figure 5-30 montre l'évolution du volume d'usure en fonction de la distance de glissement pour les essais standard et avec graissage. L'évolution est assez semblable entre les deux essais, le volume d'usure augmente assez doucement. Le volume d'usure semble augmenter légèrement plus rapidement dans le cas avec graissage, cela reste à valider compte tenu de la dispersion expérimentale. Le dernier point dans le cas de la série avec graissage a été mesuré alors que le grippage a déjà eu lieu d'où un volume d'usure très élevé.

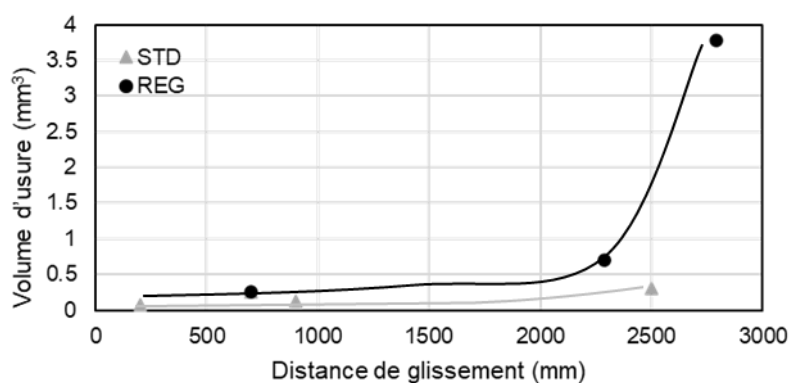


Figure 5-30 Evolution du volume d'usure pour les essais STD et REG en fonction de la distance de glissement (API – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, 7,4 mm)

La Figure 5-31 présente les observations MEB et analyses EDX de deux essais arrêtés à 2 100 mm de distance de glissement, le premier est un essai avec graissage et le deuxième est standard. Les faciès d'usure sont assez semblables. A une telle distance de glissement, la quasi-totalité de la couche de phosphate de manganèse a été usée dans chaque cas. La présence de tribofilm sur l'échantillon du bas est également très réduite. Les images MEB révèlent des surfaces avec des endommagements caractéristiques du grippage.

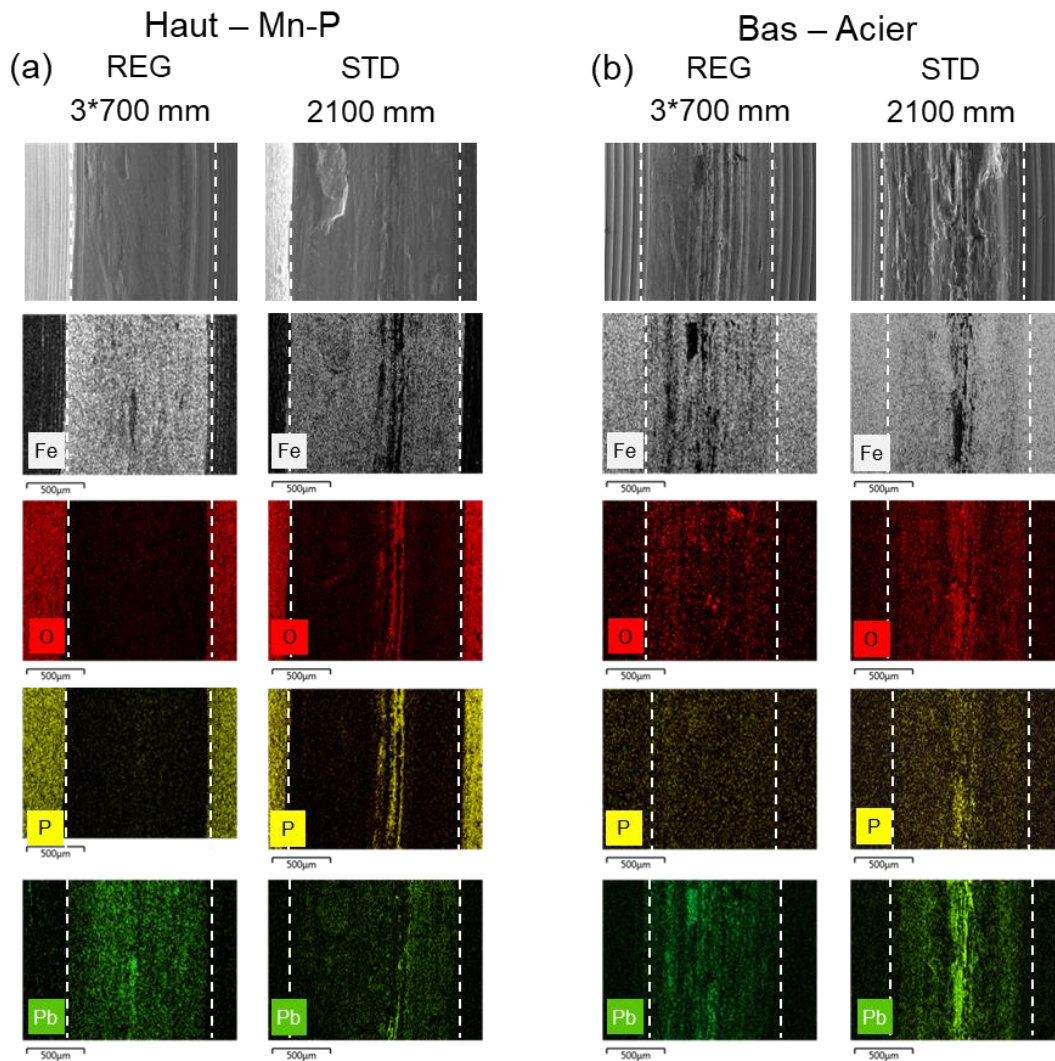


Figure 5-31 Observations MEB et analyses EDX des échantillons (a) du haut (Mn-P) et (b) du bas (acier) pour les échantillons des essais STD et REG (API – RGT – plan/plan – 650 MPa, 11,9 mm/s, 7,4 mm)

Les résultats obtenus dans le cas des essais standard et des essais avec regraisages périodiques montrent que dans le cas de l'API, le regraisage a une influence très faible sur la durée de vie de l'interface et les mécanismes d'usure. Si les débris d'usure de la couche de phosphate de manganèse permettent la formation de tribofilm dès les premiers cycles de glissement, le scénario d'endommagement introduit au chapitre 4 montre que sa présence dans le reste de l'essai n'est pas critique pour prévenir l'apparition du grippage. La couche de phosphate de manganèse est rapidement usée dans le scénario en condition standard sans apparition de grippage. L'épaisseur des tribofilms formés permet de subvenir à la perte de la couche de Mn-P. Ainsi, la durée de vie de l'interface dépend de la durée de vie des couches protectrices au plomb formées initialement. L'ouverture du contact, le nettoyage et le regraisage n'influent pas sur la dynamique d'usure de ces couches. Ainsi, la durée de vie du contact est la même pour des essais avec et sans regraisage périodique.

2.3. Synthèse

L'étude de l'impact de l'application périodique de graisse fraîche dans le contact a montré des résultats très différents selon la graisse utilisée. En effet, le regraisage a un impact très négatif

sur la durée de vie dans le cas de la graisse YEL alors que dans le cas de la graisse API, aucun impact n'est observé. L'impact de l'ajout de graisse est directement lié au scénario d'endommagement de l'interface. Dans le cas de la graisse YEL, la formation des tribofilms protecteurs (responsables de la durée de vie de l'interface) est dépendante de la présence des débris de phosphate de manganèse et des additifs solides dans le contact. L'ajout de graisse dans le contact vient alors perturber la formation des tribofilms en chassant les éléments usés du contact. Dans le cas de la graisse API, la formation des tribofilms impliquant des transferts de plomb est très rapide et leur tenue ne dépend pas de la présence de débris usés dans le contact, ainsi l'ajout de graisse a très peu d'impact.

Ces résultats montrent qu'il est nécessaire d'intégrer le processus de regraissage dans le protocole expérimental standard. La partie 2.1 de ce chapitre a montré que la fréquence de regraissage (ou distance de glissement entre chaque regraissage) a un fort impact potentiel sur la durée de vie de l'interface. Ainsi, après une étude plus approfondie de son influence, ce paramètre doit être inclus dans l'analyse pv représentant la sévérité de l'essai.

3. Conclusion

Les objectifs de ce chapitre étaient d'étudier l'influence des conditions expérimentales sur le scénario d'endommagement des interfaces puis d'étudier l'impact de l'application périodique de graisse fraîche sur les surfaces en vue d'une amélioration de la représentativité du protocole expérimental pour les essais de laboratoire.

La première partie de ce chapitre (étude sur le cas YEL) a montré que l'augmentation de la pression de contact et l'augmentation de la vitesse de glissement induisent une diminution de la durée de vie. Après l'analyse des surfaces d'essais interrompus, il a été conclu que cette diminution de la distance de glissement avant grippage est liée à l'augmentation de taux d'usure des tribofilms, impliquant une consommation plus rapide de la couche de phosphate de manganèse. L'augmentation de la pression de contact et de la vitesse de glissement rendent donc les conditions plus sévères.

L'influence de ces paramètres sur la durée de vie de l'interface avec la graisse YEL a pu être décrite grâce à une loi à seuil fonction du produit pv soit $d_g = d_{g,\infty} + \frac{k_{II}}{Pv}$. L'approche pv reste cependant à approfondir pour notamment pouvoir intégrer des chargements variables. Cette étude serait également bénéfique d'un point de vue industriel. En effet, dans le chapitre 3, il a été mentionné que la pression de contact varie durant un vissage – dévissage.

Un protocole de regraissage a été mis au point et appliqué dans le cas d'essais avec la YEL et l'API. L'application périodique de graisse fraîche a une grande influence dans le cas YEL, la durée de vie est très réduite. Cela a été expliqué par le fait qu'après un regraissage, l'interface se trouve en phase de rodage comme au tout début des essais « standard ». Cette phase est très consommatrice du « réservoir » de phosphate de manganèse, ce qui mène à son épuisement prématuré par rapport à un essai sans regraissage. Dans le cas de l'API, les regraissages ont très peu d'impact. Cela s'explique par le fait qu'une fois les tribofilms formés lors des premiers cycles de glissement, la tenue de l'interface ne dépend que peu des particules d'usure dans le contact ou de la présence Mn-P. Ainsi, l'application de graisse fraîche ne modifie que très peu les cinétiques d'usure et, par extension, le scénario d'endommagement. En approfondissant l'étude de l'influence du regraissage, il serait intéressant d'intégrer ce paramètre dans l'approche pv comme une contrainte tribologique supplémentaire.

Conclusion générale

Ces travaux de thèse ont développé une recherche sur l'étude du phénomène de grippage au niveau des portées des connexions OCTG, notamment dans le cas d'une interface acier – acier revêtu d'une couche de phosphate de manganèse (Mn-P) et en présence de graisse.

Le premier objectif de ces travaux était de mettre en place une démarche expérimentale permettant d'étudier l'apparition du grippage dans une interface dans des conditions représentatives du cas industriel.

Deux bancs d'essai, TGT (Tubular Galling Tester) et RGT (Reduced Galling Tester), ainsi que les procédures expérimentales associées présentées au chapitre 3 ont été mis au point. Ces bancs permettent d'appliquer des chargements et conditions de glissement similaires à ceux subis par les portées sur des surfaces dont la géométrie et la taille correspondent à l'échelle réelle des contacts industriels. De plus, le banc RGT permettant l'utilisation de plus petits échantillons a rendu possible la mise en place d'un protocole de caractérisation des surfaces frottées. Ainsi, il a été possible d'analyser finement la morphologie et la composition physico-chimique des surfaces des échantillons. La procédure de test retenue concernant l'essai tribologique est composée d'une étape initiale d'application de graisse puis de cycles de glissement sous un chargement constant.

Afin de détecter le phénomène de grippage durant un essai, le critère de grippage $d_{\phi,g}$ a été mis au point (Figure 2). Il est basé sur le suivi quantitatif des fluctuations de la force de frottement au sein des cycles de glissement. Ce critère a été appliqué sur des essais incluant différents traitements de surface, différentes graisses, différentes géométries de contact et différents protocoles expérimentaux. Les résultats ont, à chaque fois, été probants. On montre ainsi que le critère $d_{\phi,g}$ est plus fiable que le simple suivi de l'évolution du coefficient de frottement moyen pour détecter les phénomènes de grippage.

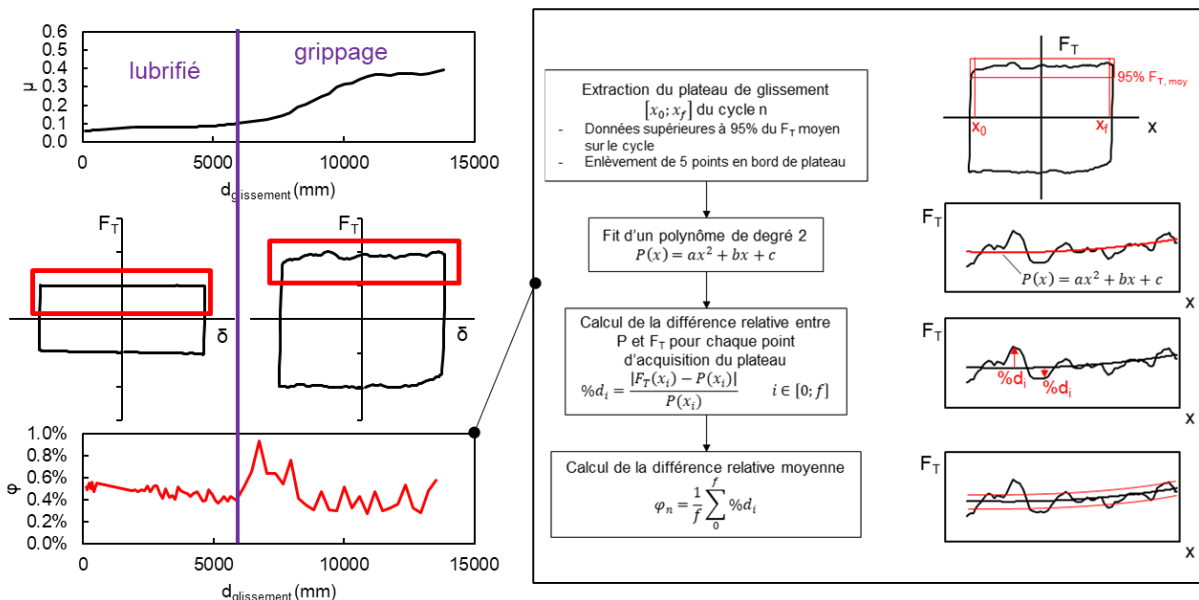


Figure 2 Détection du grippage à partir de la quantification des fluctuations de la force de frottement

En effet, un critère basé sur l'évolution du coefficient de frottement a aussi été utilisé mais a montré des limites. En effet, le coefficient de frottement peut varier pour d'autres raisons que

l'apparition de grippage. S'il reste un indicateur important, le coefficient de frottement ne constitue pas un critère fiable pour détecter le grippage. Le critère $d_{\phi,g}$, nécessitant seulement le suivi de la force de frottement, constitue alors un apport direct pour la détection de l'apparition du grippage en particulier dans le cas d'un essai de glissement alterné. La mise en place de ce nouveau critère a permis notamment de s'affranchir de l'observation via des essais interrompus de l'évolution des traces d'usure qui est une procédure assez longue et coûteuse en échantillons.

Le second objectif de la thèse était d'analyser le comportement face au grippage d'un contact acier – Mn-P graissé. Cela a été possible grâce à des observations et à des analyses physico-chimiques des traces d'usure lors d'essais interrompus tout au long du test de grippage. Les deux graisses étudiées, la graisse YEL et l'API modified ont montré des comportements très différents lors du test de grippage.

Dans le cas de la graisse YEL, les débris d'usure de la couche de phosphate de manganèse et les additifs solides de la graisse sont mélangés sous l'action mécanique du frottement pour former des tribofilms protecteurs sur les surfaces (Figure 3a). La formation des tribofilms est possible tant que la couche de phosphate de manganèse n'est pas totalement usée. Ainsi, une longue phase d'équilibre entre usure et formation des tribofilms est observée avant l'apparition du grippage.

Dans le cas de l'API modified, les débris d'usure et les particules de plomb et de graphite contenues dans la graisse s'agglomèrent en quelques cycles pour former des tribofilms épais sur les surfaces (Figure 3b). Une fois les tribofilms formés, l'interface est peu sensible à la présence de phosphate de manganèse et elle présente de bonnes caractéristiques tribologiques (faibles usure et frottement) mais une durée de vie assez courte comparée à l'interface avec la graisse « jaune ».

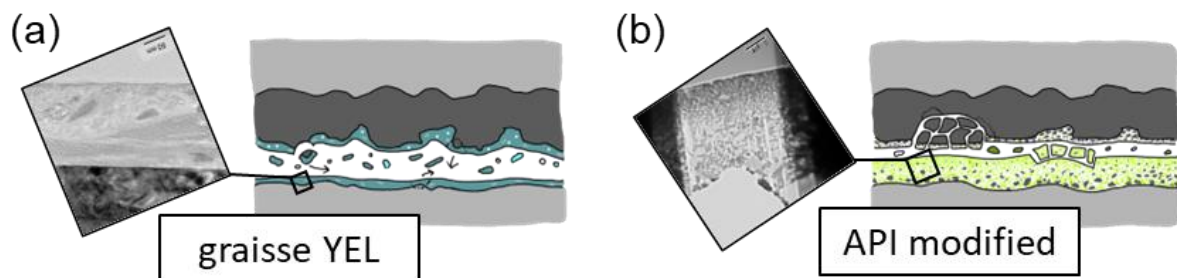


Figure 3 Tribofilms formés dans le cas de (a) la graisse YEL et (b) API modified

Ainsi, la procédure expérimentale appliquée à l'interface acier/Mn-P avec graisse et l'analyse des traces d'usure a permis d'améliorer la compréhension du comportement tribologique de l'interface dans des conditions de grippage pour les deux graisses étudiées.

Afin de prédire la durée de vie du système étudié, l'interface incluant la graisse YEL a été soumise à différentes séries de tests faisant varier les conditions expérimentales. Il a alors été observé une diminution de la durée de vie avec l'augmentation de la pression de contact et de la vitesse de glissement. La durée de vie de l'interface en fonction de la pression de contact et de la vitesse de glissement a été formalisée à travers une approche $p\nu$. La durée de vie diminue avec l'augmentation du produit $p\nu$ selon une loi puissance jusqu'à un seuil de durée de vie minimale (Figure 4). L'approche $p\nu$ reste encore à approfondir pour pouvoir

notamment intégrer des chargements variables, aspect intéressant tant sur le plan scientifique que sur le plan industriel.

La relation entre la durée de vie et le produit $p\nu$ laisse transparaître que la durée de vie de l'interface est gouvernée par un effet thermique. Il serait alors intéressant d'intégrer un suivi de la température de l'interface dans les essais. Également, des essais en température pourrait apporter un éclairage sur l'effet thermique. Le comportement des graisses en fonction de la température peut être une piste d'explication de la différence de durée de vie observée en YEL et API. Ainsi, il serait utile de tester la rhéologie des graisses en fonction de la température et leur stabilité à plus haute température.

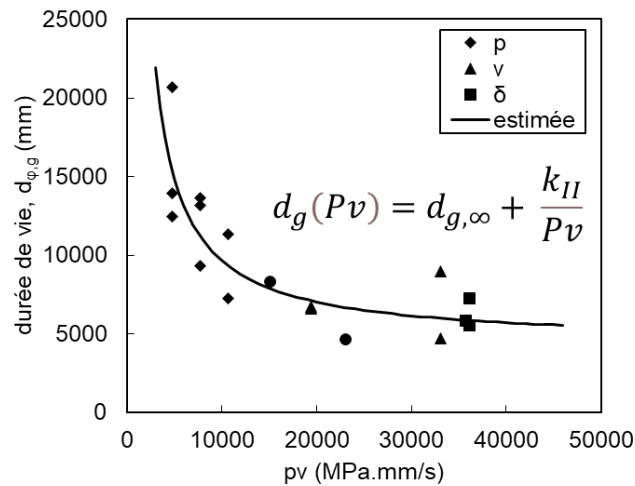


Figure 4 Formalisation de la durée de vie en fonction du produit $p\nu$

Enfin, l'influence de l'application périodique de graisse fraîche dans le contact a été explorée. Pour l'interface avec la graisse YEL, lorsque de la graisse fraîche est appliquée périodiquement, cette dernière chasse les débris de phosphate de manganèse et la graisse vieillie par l'action mécanique, accélérant la consommation de phosphate de manganèse et réduisant par conséquent la durée de vie de l'interface (Figure 5a). Dans le cas de la graisse API, l'interface dépendant très peu de la présence de phosphate de manganèse et des débris d'usure, les regraissages ont très peu d'influence (Figure 5b).

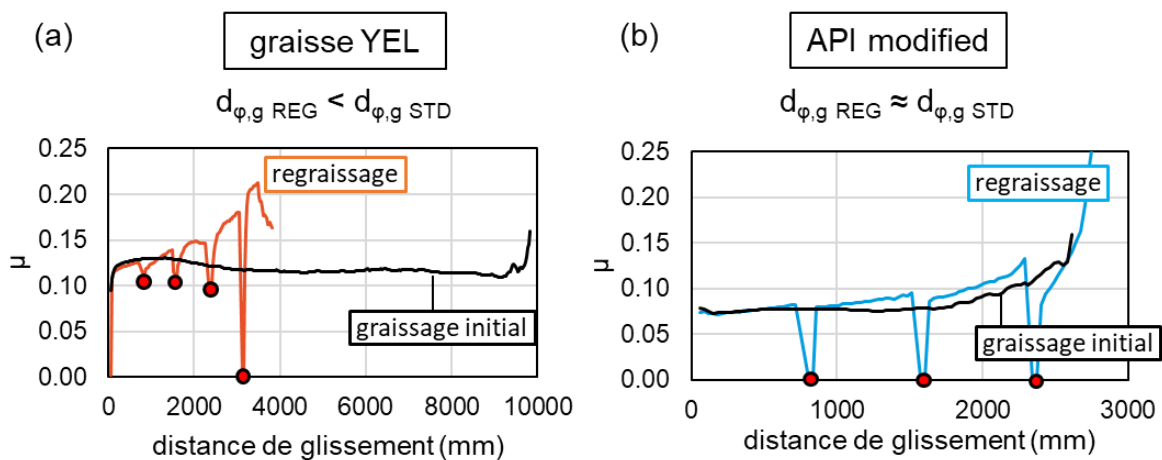


Figure 5 Influence de l'application périodique de graisse fraîche dans le cas de (a) la graisse YEL et (b) l'API modified

Il serait intéressant d'approfondir l'analyse de l'influence de l'application périodique de graisse fraîche. En effet, l'influence de la fréquence de regraissage n'a pu être faite que sur deux points et pour la graisse YEL uniquement. La formalisation de la durée de vie en fonction des conditions expérimentales p et v pourrait être étendue pour inclure la variable « fréquence de regraissage ». De même, il serait intéressant d'appliquer la démarche expérimentale à différentes configurations de traitement de surface et de graisse pour tester la stabilité de l'approche pv .

D'un point de vue industriel, il peut être intéressant de complexifier la géométrie du contact pour correspondre à un design de connexion particulier et de tester d'autres matériaux (acier plus dur, inoxydable par exemple).

Ce travail ouvre de nouvelles perspectives de recherche. Par exemple, l'utilisation des bancs expérimentaux TGT et RGT et du critère de grippage $d_{\phi,g}$ permettrait d'étudier rapidement de nouvelles solutions technologiques pour réduire encore le risque de grippage. On peut citer, par exemple, le développement de nouveaux traitements de phosphatation voire l'optimisation des graisses utilisées. Nous avons suggéré, par exemple, de faire un mélange entre les deux graisses YEL et API pour bénéficier des avantages de ces deux lubrifiants. Malheureusement, cette idée n'a pas pu être testée par manque de temps. Une autre alternative serait d'optimiser la rugosité des surfaces voire d'introduire une texturation de surface pour mieux maintenir le lubrifiant dans l'interface. Outre ces aspects technologiques, ces travaux permettent aussi d'explorer de nouveaux champs de recherche. Nous avons abordé l'effet de regraissage, il apparaît également intéressant d'étudier l'effet de sollicitations variables. Par exemple, en étudiant l'effet de fluctuation de la vitesse de glissement ainsi que de la pression de contact. En effet, ces deux paramètres évoluent durant le processus de vissage (en particulier la pression de contact). Aussi, une recherche menée dans cette direction permettrait une meilleure connaissance du comportement de ces interfaces. Enfin, d'autres aspects environnementaux tels que l'humidité relative, la présence d'eau liquide et surtout des fluctuations de la température – aspects que nous n'avons pas pu aborder dans le cadre de ce travail – seraient très intéressants à explorer.

Références bibliographiques

- [1] Well Engineering, Nova Technologies Oil & Gas Engineering Counsalty (n.d.). <https://novaogc.com/our-systems-and-solutions/well-engineering/> (accessed November 20, 2023).
- [2] B. RAPHET, États de surface Caractérisation, Techniques de l'ingénieur Surfaces base documentaire : TIB463DUO. (2008). <https://doi.org/10.51257/a-v2-r1230>.
- [3] M. Cartier, Guide d'emploi des traitements de surfaces appliqués aux problèmes de frottement, Éd. Tec & doc, Paris Londres New York, 2000.
- [4] K.L. Johnson, Contact Mechanics, Cambridge University Press, 1987.
- [5] K.C.L. Ajayi Layo, Friction, Wear, Lubrication: A Textbook in Tribology, Second Edition, 2nd ed., CRC Press, Boca Raton, 2018. <https://doi.org/10.1201/9780429444715>.
- [6] H.R. Seyyed Hosseinzadeh, A. Eajazi, A. Sina, The Bearing Surfaces in Total Hip Arthroplasty – Options, Material Characteristics and Selection, in: S. Fokter (Ed.), Recent Advances in Arthroplasty, InTech, 2012. <https://doi.org/10.5772/26362>.
- [7] R. Gohar, H. Rahnejat, Fundamentals of Tribology, 2nd ed., IMPERIAL COLLEGE PRESS, 2012. <https://doi.org/10.1142/p836>.
- [8] C.A. (1736-1806) A. du texte Coulomb, Théorie des machines simples (Nouv. éd.) / , en ayant égard au frottement de leurs parties et à la roideur des cordages, par C.-A. Coulomb,... Nouvelle édition..., 1821. <https://gallica.bnf.fr/ark:/12148/bpt6k1095299> (accessed October 1, 2023).
- [9] J. Blouet, Usure, Fonctions et composants mécaniques (1978). <https://doi.org/10.51257/a-v1-b585>.
- [10] G.W. Stachowiak, A.W. Batchelor, Engineering tribology, 4. ed, BH, Butterworth-Heinemann/Elsevier, Amsterdam, 2014.
- [11] E. Rabinowicz, Wear, Materials Science and Engineering 25 (1976) 23–28. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(76\)90047-1](https://doi.org/10.1016/0025-5416(76)90047-1).
- [12] J.T. Burwell, Survey of possible wear mechanisms, Wear 1 (1957) 119–141. [https://doi.org/10.1016/0043-1648\(57\)90005-4](https://doi.org/10.1016/0043-1648(57)90005-4).
- [13] D. Tabor, FRICTION, LUBRICATION, AND WEAR, (2006) 26.
- [14] H.C. Meng, K.C. Ludema, Wear models and predictive equations: their form and content, Wear 181–183 (1995) 443–457. [https://doi.org/10.1016/0043-1648\(95\)90158-2](https://doi.org/10.1016/0043-1648(95)90158-2).
- [15] M. Hanson, On adhesion and galling in metal forming, Acta Universitatis Upsaliensis, 2008.
- [16] J.F. Archard, Contact and Rubbing of Flat Surfaces, Journal of Applied Physics 24 (1953) 981–988. <https://doi.org/10.1063/1.1721448>.
- [17] R. Stribeck, Kugellager für beliebige Belastungen, Springer, 1901.
- [18] M.D. Hersey, The laws of lubrication of horizontal journal bearings, Journal of the Washington Academy of Sciences 4 (1914). <https://www.jstor.org/stable/24520857> (accessed July 20, 2023).
- [19] S. Krishnan, H.-Y. Hsu, S.-H. Lee, K. Gopinath, Lubrication systems for spacecraft attitude control elements, Systems Design: Developments, Analysis and Applications (2012) 149–175.
- [20] E. Rabinowicz, Friction seizure and galling seizure, Wear 25 (1973) 357–363. [https://doi.org/10.1016/0043-1648\(73\)90006-9](https://doi.org/10.1016/0043-1648(73)90006-9).
- [21] W.F. Bowman, G.W. Stachowiak, A review of scuffing models, (1996) 19.

- [22] G02 Committee, Terminology Relating to Wear and Erosion, ASTM International, n.d. <https://doi.org/10.1520/G0040-22A>.
- [23] K.G. Budinski, S.T. Budinski, Interpretation of galling tests, *Wear* 332–333 (2015) 1185–1192. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2015.01.022>.
- [24] T. Lesage, S. Bouvier, A. Oudriss, Y. Chen, M. Risbet, P.-E. Mazeran, Galling categories investigations in stainless steels, *Wear* 460–461 (2020) 203413. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2020.203413>.
- [25] L.K. Ives, M.B. Peterson, E.P. Whinton, The mechanism, measurement, and influence of properties on the galling of metals, 1989. <https://doi.org/10.2172/5098049>.
- [26] G02 Committee, Test Method for Galling Resistance of Materials, ASTM International, 2009. <https://doi.org/10.1520/G0098-02R09>.
- [27] G02 Committee, Test Method for Galling Resistance of Material Couples, ASTM International, 2021. <https://doi.org/10.1520/G0196-08R21>.
- [28] D02 Committee, Test Method for Measurement of Extreme-Pressure Properties of Lubricating Grease (Four-Ball Method), ASTM International, n.d. <https://doi.org/10.1520/D2596-20>.
- [29] S. Ekwaro-Osire, F. Karpat, Experimental Studies on Galling Onset in OCTG Connections: A Review, *Journal of Energy Resources Technology* 130 (2008) 014502. <https://doi.org/10.1115/1.2835616>.
- [30] B.M. Voss, M.P. Pereira, B.F. Rolfe, M.C. Doolan, A new methodology for measuring galling wear severity in high strength steels, *Wear* 390–391 (2017) 334–345. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2017.09.002>.
- [31] H. Blok, General Discussion on Lubrication and Lubricants: 13th-15th October 1937, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers* 2 (1937) 222–235. https://doi.org/10.1243/PIME_PROC_1937_136_010_02.
- [32] J. A. Greenwood, J.B.P. Williamson, Contact of nominally flat surfaces, *Proc. R. Soc. Lond. A* 295 (1966) 300–319. <https://doi.org/10.1098/rspa.1966.0242>.
- [33] Whitehouse, J.F. Archard, The properties of random surfaces of significance in their contact, *Proc. R. Soc. Lond. A* 316 (1970) 97–121. <https://doi.org/10.1098/rspa.1970.0068>.
- [34] T.E. Tallian, J.I. McCool, L.B. Sibley, Paper 14: Partial Elastohydrodynamic Lubrication in Rolling Contact, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Conference Proceedings* 180 (1965) 169–186. https://doi.org/10.1243/PIME_CONF_1965_180_077_02.
- [35] Y. Lee, K.C. Ludema, The Effects of Surface Roughening and Protective Film Formation on Scuff Initiation in Boundary Lubrication, *Journal of Tribology* 113 (1991) 295–302. <https://doi.org/10.1115/1.2920619>.
- [36] H. Blok, The flash temperature concept, *Wear* 6 (1963) 483–494. [https://doi.org/10.1016/0043-1648\(63\)90283-7](https://doi.org/10.1016/0043-1648(63)90283-7).
- [37] F.F. Ling, On Temperature Transients at Sliding Interface, *Journal of Lubrication Technology* 91 (1969) 397–405. <https://doi.org/10.1115/1.3554950>.
- [38] H. Aramaki, H.S. Cheng, Y.-W. Chung, The Contact Between Rough Surfaces With Longitudinal Texture—Part I: Average Contact Pressure and Real Contact Area, *Journal of Tribology* 115 (1993) 419–424. <https://doi.org/10.1115/1.2921653>.
- [39] S.C. Lee, H.S. Cheng, Correlation of Scuffing Experiments With EHL Analysis of Rough Surfaces, *Journal of Tribology* 113 (1991) 318–326. <https://doi.org/10.1115/1.2920623>.

- [40] S.M. Hsu, M.C. Shen, E.E. Klaus, H.S. Cheng, P.I. Lacey, Mechano-chemical model: Reaction temperatures in a concentrated contact, *Wear* 175 (1994) 209–218. [https://doi.org/10.1016/0043-1648\(94\)90184-8](https://doi.org/10.1016/0043-1648(94)90184-8).
- [41] O.O. Ajayi, C. Lorenzo-Martin, R.A. Erck, G.R. Fenske, Analytical predictive modeling of scuffing initiation in metallic materials in sliding contact, *Wear* 301 (2013) 57–61. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2012.12.054>.
- [42] O.O. Ajayi, C. Lorenzo-Martin, R.A. Erck, G.R. Fenske, Scuffing mechanism of near-surface material during lubricated severe sliding contact, *Wear* 271 (2011) 1750–1753. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2010.12.086>.
- [43] B. Podgornik, S. Hogmark, J. Pezdinik, Comparison between different test methods for evaluation of galling properties of surface engineered tool surfaces, *Wear* 257 (2004) 843–851. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2004.05.005>.
- [44] A. Gård, Influence of tool microstructure on galling resistance, *Tribology International* 57 (2013) 251–256. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2012.08.022>.
- [45] P. Faura, S. Fouvry, P. Ronfard, N. Marouf, T. Mathon, An experimental investigation of galling phenomenon generated in an alternated sliding ring-on-ring interface: Application to a full-scale solid lubricant interface, *Wear* 508–509 (2022) 204457. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2022.204457>.
- [46] V.V. Shanbhag, B.F. Rolfe, J.M. Griffin, N. Arunachalam, M.P. Pereira, Understanding galling wear initiation and progression using force and acoustic emissions sensors, *Wear* 436–437 (2019) 202991. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2019.202991>.
- [47] F.W. Lindvall, Development of a test method for measuring galling resistance, (n.d.).
- [48] F. Saeidi, S.A. Shevchik, K. Wasmer, Automatic detection of scuffing using acoustic emission, *Tribology International* 94 (2016) 112–117. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2015.08.021>.
- [49] S.A. Shevchik, S. Zanoli, F. Saeidi, B. Meylan, G. Flück, K. Wasmer, Monitoring of friction-related failures using diffusion maps of acoustic time series, *Mechanical Systems and Signal Processing* 148 (2021) 107172. <https://doi.org/10.1016/j.ymsp.2020.107172>.
- [50] J.E. Booth, T.J. Harvey, R.J.K. Wood, H.E.G. Powrie, Scuffing detection of TU3 cam–follower contacts by electrostatic charge condition monitoring, *Tribology International* 43 (2010) 113–128. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2009.05.004>.
- [51] Vallourec Smart Tubular Solutions, (n.d.). <https://www.vallourec.com/fr> (accessed December 17, 2021).
- [52] API Specification 5CT, Casing and tubing, API, 2021. <https://www.api.org/>.
- [53] Nippon Steel Tubular Products, (n.d.). <http://www.tubular.nipponsteel.com/product-services/octg/connection/list/vam-21> (accessed December 17, 2021).
- [54] E.I. Ghali, R.J.A. Potvin, The mechanism of phosphating of steel, *Corrosion Science* 12 (1972) 583–594. [https://doi.org/10.1016/S0010-938X\(72\)90118-7](https://doi.org/10.1016/S0010-938X(72)90118-7).
- [55] P. Hivart, B. Hauw, J.P. Bricout, J. Oudin, Seizure behaviour of manganese phosphate coatings according to the process conditions, *Tribology International* 30 (1997) 561–570. [https://doi.org/10.1016/S0301-679X\(97\)00019-4](https://doi.org/10.1016/S0301-679X(97)00019-4).
- [56] D.. Ernens, E.J. Riet, M.B. de Rooij, H.R. Pasaribu, W.M. van Haaften, D.J. Schipper, The Role of Phosphate Conversion Coatings in Make-Up of Casing Connections, in: Day 1 Tue, March 14, 2017, SPE, The Hague, The Netherlands, 2017: p. D011S005R001. <https://doi.org/10.2118/184690-MS>.
- [57] E. Scavo, Design of an Environmentally Benign Thread Compound for Oil Well Joints, (2018) 110.

- [58] A.G. Papay, Antiwear and extreme-pressure additives in lubricants, *Lubrication Science* 10 (1998) 209–224. <https://doi.org/10.1002/lc.3010100304>.
- [59] API Specification 5CT, Recommended Practice on Thread Compounds for Casing, Tubing, Line Pipe, and Drill Stem Elements, API, 2009. <https://www.api.org/>.
- [60] NLGI Grade, (n.d.). <https://www.nlgi.org/grease-glossary/nlgi-grade/> (accessed June 20, 2023).
- [61] HDD Tech Talk: The Importance of Thread Compound, *Trenchless Technology* (2018). <https://trenchlesstechnology.com/importance-thread-compound-hdd/> (accessed December 16, 2021).
- [62] Offshore Chemical Notification Scheme (OCNS) - Cefas (Centre for Environment, Fisheries and Aquaculture Science), (n.d.). <https://www.cefas.co.uk/data-and-publications/ocns/> (accessed October 24, 2023).
- [63] A. Ertas, H.J. Carper, O. Cuvalci, S. Ekwaro-Osire, W.R. Blackstone, Experimental Investigation of Galling Resistance in OCTG Connections, *Journal of Engineering for Industry* 114 (1992) 100–104. <https://doi.org/10.1115/1.2899745>.
- [64] H.J. Carper, A. Ertas, J. Issa, O. Cuvalci, Effect of Some Material, Manufacturing, and Operating Variables on the Friction Coefficient in OCTG Connections, *Journal of Tribology* 114 (1992) 698–705. <https://doi.org/10.1115/1.2920938>.
- [65] O. Cuvalci, H. Sofuoglu, A. Ertas, Effect of surface coating and tin plating on friction characteristics of P-110 tubing for different thread compounds, *Tribology International* 36 (2003) 757–764. [https://doi.org/10.1016/S0301-679X\(03\)00057-4](https://doi.org/10.1016/S0301-679X(03)00057-4).
- [66] J. Perry, T.S. Eyre, The effect of phosphating on the friction and wear properties of grey cast iron, *Wear* 43 (1977) 185–197. [https://doi.org/10.1016/0043-1648\(77\)90113-2](https://doi.org/10.1016/0043-1648(77)90113-2).
- [67] S. Ilaiyavel, The Wear behaviour of Manganese Phosphate Coatings applied to AISI D2Steel Subject to Different Heat Treatment Processes, *Procedia Engineering* (2012) 9.
- [68] J. Zhang, H. Li, Influence of manganese phosphating on wear resistance of steel piston material under boundary lubrication condition, *Surface and Coatings Technology* 304 (2016) 530–536. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.07.065>.
- [69] S. Azhaarudeen, A.A.M. Faruck, A. Nevsad, Tribological behaviour and wear mechanisms of manganese phosphate coatings under dry reciprocating sliding contact conditions, *Tribology International* 122 (2018) 189–199. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2018.02.043>.
- [70] A. Nevsad, Tribological Interaction of Manganese Phosphate Coatings with Grease and Solid Lubricant Particles, *Tribology Letters* (2020) 10.
- [71] B. Podgornik, F. Kafexhiu, A. Nevsad, E. Badisch, Influence of surface roughness and phosphate coating on galling resistance of medium-grade carbon steel, *Wear* 446–447 (2020) 203180. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2019.203180>.
- [72] L. Zang, Y. Chen, Y. Wu, Y. Zheng, H. Chen, D. You, L. Li, J. Li, Comparative tribological and friction behaviors of oil-lubricated manganese phosphate conversion coatings with different crystal sizes on AISI 52100 steel, *Wear* 458–459 (2020) 203427. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2020.203427>.
- [73] A. Nevsad, S. Azhaarudeen, N. Doerr, H. Zacharias, J. Klarner, E. Badisch, Initial Damage Mechanism and Running-In Behaviour of Phosphate Conversion Coatings, *KEM* 721 (2016) 356–361. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.721.356>.
- [74] D. Ernens, G. Langedijk, P. Smit, M.B. de Rooij, H.R. Pasaribu, D.J. Schipper, Characterization of the Adsorption Mechanism of Manganese Phosphate Conversion

- Coating Derived Tribofilms, *Tribol Lett* 66 (2018) 131. <https://doi.org/10.1007/s11249-018-1082-2>.
- [75] Y. Li, D. Parfitt, P.E.J. Flewitt, X. Hou, J. Quinta de Fonseca, B. Chen, Microstructural considerations of enhanced tensile strength and mechanical constraint in a copper/stainless steel brazed joint, *Materials Science and Engineering: A* 796 (2020) 139992. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139992>.
- [76] KEYENCE FRANCE SAS, (n.d.). <https://www.keyence.fr/> (accessed October 1, 2023).
- [77] Wyko Veeco History, (n.d.). <https://www.bruker.com/en/products-and-solutions/test-and-measurement/3d-optical-profilers/wyko-veeco-history.html> (accessed October 1, 2023).
- [78] S.- <https://www.smartly.cz/>, SEM, FIB-SEM and micro-CT solutions for science, TESCAN (n.d.). <https://www.tescan.com/> (accessed October 1, 2023).
- [79] MEB - Microscopie électronique et analytique, <https://mea.edu.umontpellier.fr/> (n.d.). <https://mea.edu.umontpellier.fr/meb/> (accessed November 20, 2023).
- [80] Leading provider of high technology products and services for research and industry, Oxford Instruments (n.d.). <https://www.oxinst.com/> (accessed October 1, 2023).
- [81] G. Hollinger, *Spectroscopies de photoélectrons: XPS ou ESCA et UPS, Techniques d'analyse* (1986). <https://doi.org/10.51257/a-v1-p2625>.
- [82] PHI VersaProbe 4(XPS) Surface Analysis Instrument, (n.d.). <https://www.phi.com/surface-analysis-equipment/versaprobe.html> (accessed October 1, 2023).
- [83] C.D. Wagner, L.E. Davis, M.V. Zeller, J.A. Taylor, R.H. Raymond, L.H. Gale, Empirical atomic sensitivity factors for quantitative analysis by electron spectroscopy for chemical analysis, *Surface and Interface Analysis* 3 (1981) 211–225. <https://doi.org/10.1002/sia.740030506>.
- [84] C. Cushman, S. Chatterjee, G. Major, N. Smith, A. Roberts, M. Linford, Trends in Advanced XPS Instrumentation. 1. Overview of the Technique, Automation, High Sensitivity, Imaging, Snapshot Spectroscopy, Gas Cluster Ion Beams, and Multiple Analytical Techniques on the Instrument., *Vacuum Technology & Coating* (2016).
- [85] Microscopes électroniques en transmission – JEOL, (n.d.). <https://www.jeol.fr/microscopes-electroniques-en-transmission/> (accessed October 1, 2023).
- [86] M. de L. Miranda-Medina, C. Tomastik, T. Truglas, H. Groiss, M. Jech, Effect of engine oil additives reduction on the tribofilm structure of a cylinder liner model surface, *Industrial Lubrication and Tribology* 72 (2019) 515–523. <https://doi.org/10.1108/ILT-05-2019-0193>.
- [87] T. GUÉGUEN, Phosphatation, Ref: TIP553WEB - “Traitements des métaux” (2005). <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/traitements-de-surface-des-metaux-en-milieu-aqueux-42359210/phosphatation-m1575/> (accessed April 19, 2021).
- [88] K. Chiba, R. Ohmori, H. Tanigawa, T. Yoneoka, S. Tanaka, H₂O trapping on various materials studied by AFM and XPS, *Fusion Engineering and Design* 49–50 (2000) 791–797. [https://doi.org/10.1016/S0920-3796\(00\)00187-3](https://doi.org/10.1016/S0920-3796(00)00187-3).
- [89] X. Cai, L. Shi, W. Sun, H. Zhao, H. Li, H. He, M. Lan, A facile way to fabricate manganese phosphate self-assembled carbon networks as efficient electrochemical catalysts for real-time monitoring of superoxide anions released from HepG2 cells, *Biosensors and Bioelectronics* 102 (2018) 171–178. <https://doi.org/10.1016/j.bios.2017.11.020>.

- [90] L. Guo, Q. Huang, C. Zhang, J. Wang, G. Shen, C. Ban, L. Guo, Study on the formation of Mn-P coatings with significant corrosion resistance on Q235 carbon steels by adjusting the ratio of phosphorus to manganese, *Corrosion Science* 178 (2021) 108960. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2020.108960>.
- [91] API RP 5A3 : Recommended Practice on Thread Compounds for Casing, Tubing, Line Pipe, and Drill Stem Elements, (n.d.). https://global.ihc.com/doc_detail.cfm?&input_search_filter=API&item_s_key=00237622&item_key_date=781131&input_doc_number=5A3&input_doc_title=&org_code=API (accessed December 17, 2021).
- [92] D02 Committee, Test Methods for Cone Penetration of Lubricating Grease, ASTM International, n.d. <https://doi.org/10.1520/D0217-21A>.
- [93] D02 Committee, Test Method for Dropping Point of Lubricating Grease Over Wide Temperature Range, ASTM International, n.d. <https://doi.org/10.1520/D2265-22>.
- [94] VAM® Services, (n.d.). <https://www.vamservices.com/products/vamguide/general-information> (accessed July 3, 2023).
- [95] K.L. Johnson, K.L. Johnson, *Contact Mechanics*, Cambridge University Press, 1987.
- [96] A. Gård, Influence of tool microstructure on galling resistance, *Tribology International* 57 (2013) 251–256. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2012.08.022>.
- [97] V.V. Shanbhag, Understanding galling wear initiation and progression using force and acoustic emissions sensors, (2019) 17.
- [98] V.V. Shanbhag, B.F. Rolfe, N. Arunachalam, M.P. Pereira, Investigating galling wear behaviour in sheet metal stamping using acoustic emissions, *Wear* 414–415 (2018) 31–42. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2018.07.003>.
- [99] D. Briggs, *Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy* C. D. Wanger, W. M. Riggs, L. E. Davis, J. F. Moulder and G. E. Muilenberg Perkin-Elmer Corp., Physical Electronics Division, Eden Prairie, Minnesota, USA, 1979. 190 pp. \$195, *Surface and Interface Analysis* 3 (1981) v–v. <https://doi.org/10.1002/sia.740030412>.
- [100] P.W. Wang, L. Zhang, Structural role of lead in lead silicate glasses derived from XPS spectra, *Journal of Non-Crystalline Solids* 194 (1996) 129–134. [https://doi.org/10.1016/0022-3093\(95\)00471-8](https://doi.org/10.1016/0022-3093(95)00471-8).
- [101] C. Powell, *X-ray Photoelectron Spectroscopy Database XPS, Version 4.1*, NIST Standard Reference Database 20, (1989). <https://doi.org/10.18434/T4T88K>.
- [102] G.W. Stachowiak, A.W. Batchelor, *Solid lubrication and surface treatments*, in: *Engineering Tribology*, Butterworth-Heinemann, 2013.
- [103] J.L. Bishop, C.M. McC. Ettles, The seizure of journal bearings by thermoelastic mechanisms, *Wear* 79 (1982) 37–52. [https://doi.org/10.1016/0043-1648\(82\)90202-2](https://doi.org/10.1016/0043-1648(82)90202-2).
- [104] M.Z. Huq, J.-P. Celis, Expressing wear rate in sliding contacts based on dissipated energy, *Wear* 252 (2002) 375–383. [https://doi.org/10.1016/S0043-1648\(01\)00867-5](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(01)00867-5).
- [105] A.B. Aghdam, M.M. Khonsari, Prediction of Wear in Reciprocating Dry Sliding via Dissipated Energy and Temperature Rise, *Tribol Lett* 50 (2013) 365–378. <https://doi.org/10.1007/s11249-013-0133-y>.
- [106] S. Fouvry, C. Paulin, T. Liskiewicz, Application of an energy wear approach to quantify fretting contact durability: Introduction of a wear energy capacity concept, *Tribology International* 40 (2007) 1428–1440. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2007.02.011>.
- [107] A.A. El-Sayed, M.G. El-Sherbiny, A.S. Abo-El-Ezz, G.A. Aggag, Friction and wear properties of polymeric composite materials for bearing applications, *Wear* 184 (1995) 45–53. [https://doi.org/10.1016/0043-1648\(94\)06546-2](https://doi.org/10.1016/0043-1648(94)06546-2).

- [108] L. Chang, Z. Zhang, H. Zhang, A.K. Schlarb, On the sliding wear of nanoparticle filled polyamide 66 composites, *Composites Science and Technology* 66 (2006) 3188–3198. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2005.02.021>.
- [109] H. Zhongliang, C. Zhenhua, X. Jintong, D. Guoyun, Effect of PV factor on the wear of carbon brushes for micromotors, *Wear* 265 (2008) 336–340. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2007.11.003>.