

THÈSE

**Influence des additifs de lubrification sur la formation de tribofilms,
le coefficient de frottement et la durée de vie en fatigue des roulements**

Présentée devant
l'Ecole Centrale de Lyon

pour obtenir
le GRADE DE DOCTEUR

École doctorale :
Matériaux de Lyon

Spécialité :
MATERIAUX

par
Mathilde Meheux
Ingénieur I.N.S.A de Lyon

Thèse soutenue le 4 février 2009 devant la Commission d'examen

Jury

ROSSI	A.	LSST, SFIT Zürich	Présidente
LIEURADE	H. P.	CETIM, Senlis	
LUBRECHT	A. A.	LaMCoS, INSA Lyon	
MARTIN	J. M.	LTDS, EC Lyon	
MINFRAY	C.	LTDS, EC Lyon	
MONTMITONNET	P.	CEMEF, ENSM Paris	Rapporteur
OLVER	A.	DME, Imperial College London	Rapporteur
VILLE	F.	LaMCoS, INSA Lyon	

Cette thèse a été préparée dans les laboratoires suivants :
Laboratoire de Tribologie et de Dynamique des Systèmes de l'E. C. de Lyon
Laboratoire de Mécanique des Contacts et des Structures de l'I. N. S. A. de Lyon

Remerciements

Ce travail est le fruit d'une collaboration CIFRE entre le CETIM de Senlis, le Laboratoire de Tribologie et de Dynamique des Systèmes (LTDS) de l'Ecole Centrale de Lyon et le Laboratoire de Mécanique des Contacts et des Solides (LaMCoS) de l'INSA de Lyon. Je remercie le CETIM, et, en particulier, Henri-Paul Lieurade, Guillaume Thoquenne, Catherine Peyrac et Estelle Castille d'avoir suivi mes travaux dans le cadre d'un groupe de travail roulements. Ce GT a regroupé :

- les clients roulementiers du CETIM que sont Rollix Desfontaine, SKF, SNR et TIMKEN, demandeurs de l'étude ;
- Lubrizol et Total ;
- l'Ecole Centrale de Lyon, l'INSA de Lyon ainsi que l'Ecole Polytechnique.

Je suis très reconnaissante de l'intérêt qu'ont porté ces établissements à ce projet, en particulier : Pascal Deloeil, Daniel Girodin, Aurélien Arnaudon, Luc Houpert Andrew Gelder, Gérard Monnin, Bernard Constans, Habibou Maitournam et Kee Dang Van en participant activement aux réunions bi-annuelles du groupe de travail. Ils ont contribué à ma formation en matière de lubrifiants et d'additifs et ont su partager leurs connaissances sur la compréhension des phénomènes de fatigue. Un grand merci pour leur implication dans ce projet.

J'ai été accueillie fin 2005 au LTDS et tiens à en remercier Philippe Kapsa et Denis Mazuyer, directeurs successifs de ce laboratoire. Dans le même temps, je remercie Alain Combescure de m'avoir donné l'occasion de poursuivre au LaMCoS une thématique abordée au cours de mon Master Recherche. J'ai pu partager librement mon emploi du temps entre ces deux laboratoires de tribologie, grâce à la confiance et au soutien accordé par mes directeurs de thèse, Jean-Michel Martin et Ton Lubrecht et au suivi quotidien assuré par Clotilde Minfray et Fabrice Ville (milles excuses pour les moments de stress). Mes plus vifs remerciements pour m'avoir fait bénéficier du rayonnement de ces laboratoires de tribologie et m'avoir laisser évoluer en électron libre pendant ces trois années.

Je remercie Antonella Rossi d'avoir présidé mon jury de thèse le 4 février dernier, ainsi que Pierre Montmitonnet et Andrew Olver d'avoir accepté d'être rapporteurs et de prendre sur leur temps de vacances pour lire mon manuscrit.

Merci à tous ceux et celles qui ont assisté à ma thèse, le 4 février dernier.

Comme vous le lirez, beaucoup d'expériences et d'analyses de surface constituent la base de ce mémoire. J'ai bénéficié d'appuis techniques experts et multiples pour parvenir à ces résultats et tiens à leur exprimer toute ma gratitude pour le temps qu'ils m'ont accordé : Thierry Le Mogne (analyses Auger et XPS notamment), Vincent Baudin (essais de fatigue bi-disque), la société PCS Instruments (pour l'assistance à distance sur les essais MTM), Gérard Meille (images et analyses MEB), Christelle Guerret (AFM), Béatrice Vacher (TEM).

En terme d'assistance, je ne saurais oublier les soutiens techniques (Georges, Pierre), informatiques (Alain, Anne, Christelle, Jean-Michel, Mathieu et Thierry) et les secrétaires (Anne-Marie, Marinella, Suzanne, Sylvie) qui ont largement contribué au bon déroulement de ma thèse.

Viens le moment de penser à tous ceux de mon entourage au cours de ces trois ans . . . Cédric, Fabrice, Marion, Maxime, Mélanie, collègues organisateurs de l'arbre de Noël 2005 du LTDS ; Guillaume, Nans et Pierre qui ont également cheminé en même temps que moi. Atanas, Benoit, Bertrand, Christine, David, Delphine, Etienne, Fabienne, Jonny, Julia, Lucie, Lucile, Ludovic, Manue, Michel, Nicolas, Nahiene, Pierre, Pierre-Henri, Rym, Vincent, Viviane, Yasser . . . thésards qui m'ont ouvert la voie et souvent encouragé. Et puis les plus jeunes entrés en thèse : Alexandra, Caroline, Eric, Ewen, François, Fipi, Gaetan, Gilles, Jean, Jessica, Kény, Lamya, Leslie, Magda, Maxime, Mathieu, Nadège, Najib, Paule, Rémi, Romain, Samuel, Stéphane, Stéphanie, Vanessa, Zélie, . . . Je n'oublierai pas les grandes tablées au RU de Centrale, ni les parties de foot, les tournois de coinche, les fêtes de Noël et les barbecues qui rythment une année dans un laboratoire et en assurent la cohésion. Merci à Marie-Christine, binôme dans l'organisation de l'école d'été du Leeds-Lyon 2007. Jean-Baptiste, Marjolaine, Vincent, Philip et Denis m'ont appris à connaître l'Ecole Centrale et la vie des élèves sur le campus d'Ecully.

Enfin, il y a mes amis (certains déjà cités précédemment) et ma famille, personnes indispensables à la réussite d'une telle entreprise.

Table des matières

Table des matières	i
Notations	1
Introduction	5
1 Contexte général	9
1.1 Contact lubrifié et endommagements	10
1.1.1 Généralités	10
1.1.2 Avaries de fatigue	17
1.2 Etude de l'interaction d'une huile avec une surface métallique	23
1.2.1 Surface métallique et lubrifiants : généralités	23
1.2.2 Interaction des additifs avec la surface	29
1.3 Influence du lubrifiant formulé sur la fatigue de contact	35
1.3.1 Etat des lieux	35
1.3.2 Rôle d'une variation d'épaisseur de film d'huile	35
1.3.3 Rôle du fluide présent dans les fissures	36
1.3.4 Rôle de l'hydrogène	38
1.3.5 Rôle des additifs dans le développement de l'endommagement de fatigue	38
1.4 Problématique	40
2 Méthodologie et Outils Expérimentaux	43
2.1 Méthodologie	44
2.2 Lubrifiants étudiés	45
2.2.1 L'huile de base	46
2.2.2 Additifs	46
2.3 Essais de fatigue et analyses de surface associées	48
2.3.1 Détails méthodologie	48
2.3.2 Essais de fatigue à l'aide de la MBDF	48
2.3.3 Caractérisation des endommagements	52
2.4 Essais tribologiques et analyses de surface associées	54
2.4.1 Principe de l'étude tribologique	54
2.4.2 Essais tribologiques à l'aide de la MTM	55
2.4.3 Analyses de surface multitechniques	58
2.4.4 Validation des essais	60
2.5 Synthèse méthodologique	61

3	Elements de compréhension de la formation des tribofilms entre les surfaces 100Cr6 et les lubrifiants	63
3.1	Tribofilms issus d'essais de fatigue et tribofilms modèles : comparaison	64
3.1.1	Premières observations	64
3.1.2	Caractérisation par profils AES	67
3.1.3	Pour résumer...	73
3.1.4	Discussion	74
3.2	Caractérisation tribologique	77
3.2.1	Influence des additifs	77
3.2.2	Influence de la croissance d'un tribofilm	79
3.2.3	Influence de la rugosité du tribofilm	80
3.2.4	Influence de couches adsorbées à la surface du tribofilm	81
3.2.5	Influence de la présence de détergent dans l'huile	83
3.3	Conclusions	84
4	Fatigue de contact et présence d'éléments chimiques des additifs	87
4.1	Essais de fatigue en glissement	88
4.1.1	Durées de vie et facies d'endommagement	88
4.1.2	Analyses EDX des zones de contact	89
4.2	Analyses complémentaires	93
4.2.1	Observations au niveau des écaillages	93
4.2.2	Observations dans une fissure	97
4.3	Essais de fatigue en roulement	100
4.4	Bilan - Discussion	101
	Conclusions et perspectives	105
	Annexe A : Essais et analyses complémentaires	107
	Annexe B : procédure de réalisation des indents artificiels	109
	Annexe C : profils Auger	111
	Annexe D : Spécifications des machines utilisées	119
	Bibliographie	121
	Table des figures	137
	Liste des tableaux	143

Notations

a	demi-largeur de la zone de contact	[m]
cf	coefficient de frottement	[.]
E	module d'Young	[Pa]
E'	module d'Young équivalent, $2/E' = (1 - \nu_1^2)/E_1 + (1 - \nu_2^2)/E_2$	[Pa]
G	paramètre adimensionné de matériau, $G = \alpha E'$	[.]
h_c	épaisseur centrale réelle du film de lubrifiant	[m]
H_{cen}	épaisseur centrale réelle adimensionnée du film de lubrifiant $H_{cen} = h_{cen}/\delta$	[.]
l	longueur de base	[m]
L	paramètre adimensionné de charge (Moes), $L = G(2U)^{1/4}$	[.]
$M2$	paramètre adimensionné de charge (Moes), $M = W(2U)^{-3/4}$	[.]
p	pression	[Pa]
p_H	pression maximale de Hertz, $p_H = (3w)/(2\pi a^2)$	[Pa]
R_a	écart moyen arithmétique du profil de rugosité $R_a = \frac{1}{l} \int_0^l Z(x) dx$	[m]
RMS	<i>root mean square</i> , écart moyen quadratique du profil de rugosité (voir R_q)	[m]
R_q	écart moyen quadratique du profil de rugosité $R_q = \sqrt{\frac{1}{l} \int_0^l Z(x) ^2 dx}$	[m]
R	rayon	[m]
R_x	rayon de courbure réduit dans la direction x , $1/R_x = (1/R_{x1} + 1/R_{x2})$	[m]
S	paramètre de Sommerfeld $S = (\bar{u} \cdot \eta)/(p_H \cdot R)$	[.]
SRR	taux de glissement $SRR = (U_2 - U_1)/\bar{u}$	[.]
U	paramètre adimensionné de vitesse, $U = (\mu_0 \cdot \bar{u})/(E' \cdot R_x)$	[.]
\bar{u}	vitesse moyenne $\bar{u} = (u_1 + u_2)/2$	[m/s]
w	force normale appliquée au contact (charge)	[N]
W	paramètre adimensionné de charge, $W = w/(E' \cdot R_x^2)$	[.]
x	direction de roulement	
$Z(x)$	valeur des hauteurs d'un profil de rugosité	[m]

Symboles grecs

α	piezo-viscosité	[Pa ⁻¹]
δ	approche hertzienne $\delta = a^2/R_x$	[m]
η	viscosité dynamique à la pression de contact	[Pa.s]
λ	rapport de l'épaisseur de film et de la rugosité composite des surfaces, $\lambda = h_c/\sigma_S$	[.]
μ	coefficient de frottement	
ν	coefficient de Poisson	[.]
σ_S	amplitude moyenne composée des surfaces, $\sigma_S = \sqrt{RMS_1^2 + RMS_2^2}$	[m]
τ	contrainte de cisaillement	[Pa]

Abbréviations et acronymes

AE	acétate d'éthyle
AES	<i>Auger electron spectroscopy</i> , spectroscopie d'électrons Auger
AFM	<i>atomic force microscope</i> , microscopie à force atomique (MFA)
AM	additif anti-mousse, <i>anti foam (AF)</i>
API	<i>american petroleum institute</i> , institut américain du pétrole
AW	<i>antiwear</i> , additif anti-usure
BSE	<i>back scattering electron</i> , électrons rétrodiffusés
Det	additif détergent
Disp	additif dispersant
EDX	<i>energy dispersive X-ray spectrometer</i> , spectromètre sélectif en énergie de rayons X
EHD	elastohydrodynamique
EP	additif extrême-pression, <i>extreme pressure</i>
FEG	<i>field emission gun</i> , canon à émission de champ
FIB	<i>focused ion beam</i> , faisceau d'ion focalisé
Haw	huile formulée avec HB, AM et AW
HB	huile de Base
Hdaw	huile formulée avec HB, AM, Det et AW
Hdep	huile formulée avec HB, AM, Det et EP
Hdet	huile formulée avec HB, AM et Det
Hep	huile formulée avec HB, AM et EP
Htot	huile formulée avec HB, AM, EP, AW, Det, Disp
IC	inhibiteur de corrosion, <i>corrosion inhibitor (CI)</i>
M	cation métallique
Mc	millions de cycles
MEB	microscope électronique à balayage, <i>secondary electron microscope (SEM)</i>
MELR	mécanique élastique linéaire de la rupture
MET	microscope électronique à transmission, <i>transmission electronic microscope</i>
MTM	<i>mini traction machine</i>
PAO	polyalphaoléfine
PIBSI	polyisobutène-succinimide
R	longue chaîne hydrocarbonnée
SAE	<i>society of automotive engineering</i>
SE	<i>secondary electron</i> , électrons secondaires
SLIM	<i>spacer layer imaging system</i>
SRR	<i>slide to roll ratio</i> , taux de glissement
STM	<i>scanning tunnelling microscope</i> , microscope à effet tunnel
SuCaBS	sulfonate de calcium surbasé, <i>overbased calcium sulfonate</i>
TBN	<i>total base number</i> , indice de base
VI	<i>viscosity index</i> , indice de viscosité
XPS	<i>X ray photoelectron spectroscopy</i> , spectroscopie de photoelectrons
ZnDTP	<i>zinc dithiophosphate</i> , dithiophosphate de zinc

Indices

- 0 à la pression ambiante
- 1 sur le solide 1
- 2 sur le solide 2

Introduction

La boîte de vitesses est l'un des organes clés qui entrent dans la conception d'une voiture. Elle assure l'adaptation et la transmission du couple moteur aux roues. Nous nous intéressons ici aux boîtes de vitesses à commande manuelle. Elles sont constituées d'arbres montés sur des paliers à roulement, de couples d'engrenages et de synchroniseurs. La lubrification de ces éléments de machine est assurée par le barbotage des engrenages dans un bain d'huile. A l'heure actuelle, les constructeurs souhaitent atteindre une durée de vie des boîtes de vitesses égale à celle du véhicule sans période de rodage ni vidange.

Dans ce contexte, les critères imposés à une boîte de vitesses sont la facilité et la précision du passage des vitesses, une transmission silencieuse, la minimisation des pertes afin d'économiser du carburant et enfin l'allongement des intervalles de vidange. Ceci signifie que l'on impose à l'huile un certain nombre d'exigences qui sont parfois contradictoires et dépendent des éléments mécaniques qui la composent :

- présenter un bon rapport viscosité-température (passage des vitesses facile et précis) ;
- présenter une grande stabilité au cisaillement ;
- assurer une protection élevée contre l'usure (durée de vie des éléments mécaniques) ;
- présenter des propriétés de réduction du frottement (limitation des pertes) ;
- présenter une grande stabilité à l'oxydation et au vieillissement (durée de vie du lubrifiant) ;
- assurer une lubrification de longue durée ;
- présenter une faible tendance au moussage ;
- présenter une faible tendance à la formation d'une émulsion ;
- présenter des propriétés d'amortissement du bruit ;
- être neutre par rapport aux joints d'étanchéité . . .

Cette longue liste non exhaustive permet de comprendre qu'il n'est pas simple de satisfaire ces recommandations parfois en contradiction avec l'emploi d'un **unique lubrifiant**.

Malgré les progrès continuels du raffinage du pétrole et de la pétrochimie, les huiles de base minérales ou synthétiques pures ne possèdent pratiquement jamais toutes les propriétés requises pour leurs principales applications. C'est pourquoi il est nécessaire de leur ajouter des additifs afin de renforcer certaines propriétés, d'en apporter qu'elles ne possèdent pas, voire de neutraliser les défauts apportés par d'autres additifs. Le package d'additifs représente en moyenne pour les transmissions manuelles 10% du volume total de lubrifiant. La formulation des lubrifiants consiste donc à sélectionner l'huile de base et les additifs appropriés à un résultat optimal. **Dans le cas des boîtes de vitesses, le lubrifiant est sélectionné par rapport à ces performances sur les engrenages.** De plus, le choix d'un additif s'effectue selon sa compatibilité avec les autres additifs du package, mais également selon les contraintes environnementales (nature chimique, concentrations, . . .).

Avant sa commercialisation, le lubrifiant subit des tests normalisés nécessaires à sa validation

technique et environnementale, puis une validation sur un banc complet (boîte de vitesses) : procédure empirique longue et coûteuse. La compréhension progressive des mécanismes d'action et d'interaction des additifs permet d'aider les formulateurs dans leurs choix. Pour cela ils disposent d'un grand nombre de tests de laboratoire destinés à l'évaluation des performances. Lorsque ces tests sont couplés à des techniques d'analyses de surface, les espèces chimiques à l'origine des performances observées peuvent être identifiées et des mécanismes d'action proposés. Ces démarches sont cependant encore marginales, mais leur nombre et leur fréquence augmentent avec la sévérité des normes environnementales.

L'étude présentée dans ce mémoire concerne les **paliers à roulements**. Ils permettent la rotation d'un élément par rapport à un autre tout en limitant les forces de frottement. Dans ce type de composant, le lubrifiant est indispensable.

Il y a une trentaine d'années, les défaillances dans les roulements étaient principalement dues aux impuretés présentes dans les aciers. Les endommagements s'initiaient en profondeur, à partir d'inclusions et de défauts présents dans la matrice du matériau. Ces défauts accélèrent l'amorçage et la propagation de fissures et d'écailles, réduisant ainsi la durée de vie des mécanismes par fatigue de contact. Depuis, la fabrication des aciers s'est fortement améliorée et ils présentent une meilleure propreté inclusionnaire. Les défaillances liées à des inclusions ou des défauts de matière sont de plus en plus rares, si bien que **les endommagements des composants proviennent le plus souvent sur des défauts de surface**. La fatigue de contact est un phénomène qui intéresse aussi bien les mécaniciens des solides et des fluides que les métallurgistes et les physico-chimistes. Les principales causes de ces défaillances sont liées à la pression et au frottement ainsi qu'à la micro-géométrie des surfaces (défauts d'usinage, rugosités, indents...) et au lubrifiant (composition chimique, viscosité, ...). L'épaisseur de film devient un paramètre important dans la détermination de la durée de vie d'un mécanisme et il convient de la déterminer correctement. De plus, les lubrifiants utilisés ne doivent pas être nocifs pour l'environnement, ce qui limite l'utilisation d'additifs chimiques pour protéger les surfaces en contact.

En effet, l'action de certains additifs (les additifs extrême pression et anti-usure notamment) consiste à réagir avec les surfaces métalliques dans les contacts glissants et sous de fortes charges. En résulte une couche supplémentaire d'épaisseur pouvant atteindre plusieurs centaines de nanomètres sur le substrat appelée tribofilm qui, d'après les connaissances actuelles, est usée et reconstituée dans le contact tant que la concentration de l'élément actif dans l'huile est suffisante, contribuant ainsi à la protection des surfaces. Les détergents ont également cette faculté, bien qu'il ne s'agisse pas de leur fonction primaire.

Des études ont montré que, selon le lubrifiant utilisé, en particulier certains lubrifiants optimisés pour la lubrification des engrenages, la durée de vie des roulements pouvait varier de façon significative. Des réductions importantes ont ainsi été observées.

Le présent travail s'inscrit dans cette démarche pour comprendre les mécanismes d'action du lubrifiant (huile de base et additifs) sur le développement des endommagements par fatigue de contact dans les roulements de boîtes de vitesses. Le raisonnement proposé s'appuie sur une étude expérimentale couplant des essais simulateurs (essais de fatigue sur machine bidisque d'une part et tribologiques à l'aide d'une machine bille-plan d'autre part) et des analyses de surfaces. Le contexte général de la lubrification des contacts fortement chargés et de leur endommagement par fatigue de contact est introduit dans le chapitre 1 pour l'énoncé de la problématique. Le chapitre 2 détaille la méthodologie ainsi que les lubrifiants formulés pour cette étude, les essais

et les analyses de surface mis en oeuvre.

Dans le chapitre 3, une comparaison originale est proposée : les zones de contact des deux types d'essais réalisés sont mises en parallèle. Leur composition est obtenue à l'aide d'analyses Auger. Le coefficient de frottement mesuré dans le contact bille-plan sert, dans la seconde partie de ce chapitre, d'outil à la détermination de la présence et de la structure des tribofilms « modèles » formés dont la composition est également analysée.

Les essais de fatigue sont exposés dans le chapitre 4. Des analyses de surface réalisées dans les zones endommagées apportent des informations sur l'activité des additifs au cours du développement des endommagements.

Chapitre 1

Contexte général

Engrenages et roulements sont des mécanismes qui mettent en jeu des contacts ElastoHydroDynamiques (EHD). Ils font l'objet de nombreuses études visant à mieux comprendre les phénomènes qui conduisent à leur endommagement. Ce dernier s'effectue le plus souvent par fatigue de contact et, plus rarement, par abrasion, usure adhésive ou corrosive.

Composants « clé » des transmissions automobiles, ils y sont lubrifiés par une huile qui n'est que très rarement vidangée. Celle-ci doit donc être adaptée aux deux mécanismes pour en allonger la durée de vie malgré les différentes conditions de fonctionnement qui les animent. En effet, la pression que peut subir un roulement atteint 3 à 4 GPa alors qu'elle se limite à 1,5 GPa pour les engrenages. Ces derniers sont sujets au glissement entre les dents en contact, au contraire des roulements pour lesquels la différence de vitesse entre les corps roulants et les bagues sont proches de zéro.

Ce chapitre est fondé sur un bilan succinct des connaissances en EHD et des processus d'endommagements des avaries de fatigue. Les notions liées à l'étude des surfaces et des lubrifiants sont introduites dans la seconde partie, avant de résumer les hypothèses émises à l'heure actuelle quant à l'influence du lubrifiant sur le développement des avaries de fatigue.

1.1 Contact lubrifié et endommagements

Un contact lubrifié se compose de deux surfaces séparées par un film de fluide. Ce fluide, également appelé lubrifiant permet l'accommodation des vitesses des surfaces en regard, mais également l'évacuation des calories produites dans le contact et des particules d'usure pouvant endommager les surfaces au cours de leur traversée du contact.

Dans un premier temps, les bases de la compréhension des contacts EHD sont posées, en particulier les phénomènes liés à l'établissement d'un film lubrifiant et du champ de pression entre les surfaces. La représentation des conditions de contact par un unique paramètre λ (rapport de l'épaisseur de film à l'amplitude composite des rugosités) y est notamment discutée. La seconde partie se focalise sur les endommagements de fatigue, leur genèse et les modèles analytiques prédisant la durée de vie des mécanismes.

1.1.1 Généralités

1.1.1.1 Régimes de lubrification

Description

Selon le degré d'interaction entre les aspérités de surface (rugosité), le contact est plus ou moins sévère. Trois régimes de lubrification peuvent être définis en considérant l'épaisseur du film d'huile qui sépare les surfaces en contact (FIG.1.1).

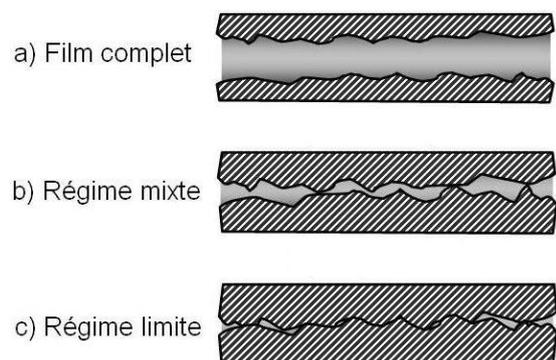


FIGURE 1.1: les régimes de lubrification

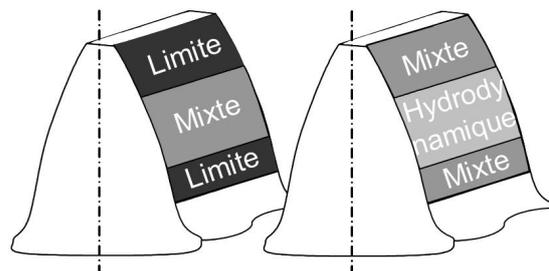


FIGURE 1.2: les régimes de lubrification au cours de l'engrènement

Par ordre d'épaisseur de film décroissante, le premier domaine concerne les contacts lubrifiés par un film **complet**. Le lubrifiant supporte la totalité de la charge à lui tout seul. Il maintient les surfaces séparées. Dans la littérature, ce fonctionnement correspond souvent au régime hydrodynamique. Les aspérités, les défauts d'ondulation et de forme ont des dimensions bien inférieures à l'épaisseur du film. Si la charge est transmise à la fois par le film lubrifiant et par le contact direct entre les aspérités de surface, le régime est dit **mixte**. Enfin, lorsque la charge est intégralement transmise par contact direct entre les aspérités, le terme de lubrification **limite** est employé. Il s'agit du contact le plus sévère pouvant se produire entre deux pièces. Il entraîne de manière quasi-systématique l'endommagement des surfaces. Les additifs de lubrification ayant les fonctions anti-usure et extrême pression (par la suite désignés respectivement par AW et EP) sont particulièrement destinés à ces conditions de fonctionnement et permettent de retarder l'apparition d'avaries de surface. Les régimes de lubrification subis par la denture d'un engrenage sont représentés sur la figure 1.2. Plus la vitesse de rotation des roues et des pignons est faible, plus les conditions de contact sont sévères au cours de l'engrènement, et particulièrement en tête et en pied de dent.

Courbe de Stribeck

L'augmentation de la vitesse moyenne dans le contact permet de passer successivement d'un régime limite à un régime mixte puis à la lubrification hydrodynamique. Le passage d'un régime à l'autre s'accompagne de variations du coefficient de frottement. Lorsque la vitesse des surfaces est faible, le contact direct entre les aspérités est à l'origine du frottement élevé en régime limite. Le passage à la lubrification mixte se traduit par une séparation progressive des surfaces par un film d'huile et la réduction du coefficient de frottement μ (rapport de l'effort tangentiel à l'effort normal). Ce dernier atteint un minimum avant de s'accroître lors du passage en hydrodynamique où il a une origine visqueuse (due au cisaillement du fluide).

Cette évolution est traditionnellement représentée sur la courbe de Stribeck [STR 02] sur laquelle le coefficient de frottement μ varie selon S défini par la formule $S = \frac{\text{vitesse} \times \text{viscosité}}{\text{pression}}$ (FIG.1.3). Il est possible de représenter par une courbe similaire la variation de μ selon l'épaisseur de film ou λ .

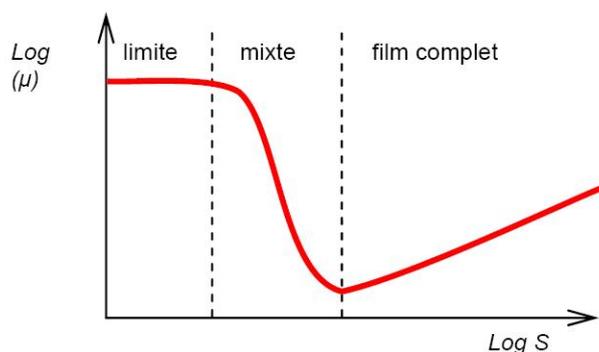


FIGURE 1.3: la courbe de Stribeck [STR 02]

1.1.1.2 Elastohydrodynamique

La lubrification EHD fait référence à la lubrification en film mince au cours de laquelle les déformations élastiques des surfaces en contact et les effets piézo-visqueux du lubrifiant jouent un rôle essentiel.

Dans les contacts EHD, des pressions élevées sont générées au sein du lubrifiant. Elles sont à l'origine des déformations élastiques importantes des surfaces en regard et du champ de contraintes dans le matériau. Les déformations peuvent être supérieures à l'épaisseur de film qui sépare les surfaces. L'épaisseur de film lubrifiant est très faible comparée aux dimensions du contact. Par ailleurs, le lubrifiant subit des variations importantes de viscosité sous l'effet des fluctuations de pression et de ses caractéristiques piézo-visqueuses (variation de la viscosité sous l'effet de la pression).

Tout contact EHD peut être modélisé par l'une des trois configurations suivantes : cylindre plan, ellipse plan ou sphère plan. La figure 1.4 représente d'une manière générale le contact EHD. Trois zones s'y distinguent : le convergent, la zone centrale et le divergent.

À l'entrée du contact, la géométrie des deux surfaces en regard fait apparaître un convergent. La cinématique aidant, le phénomène de coin d'huile prend place. Il est à l'origine de l'élévation de pression qui entraîne la séparation des surfaces par un film de lubrifiant. L'épaisseur de film dans le contact dépend entièrement des conditions d'alimentation en lubrifiant du convergent.

Dans la zone centrale, la forme du champ de pression est proche de celle rencontrée dans les contacts secs. Lorsque le lubrifiant pénètre dans cette région de hautes pressions, sa viscosité a

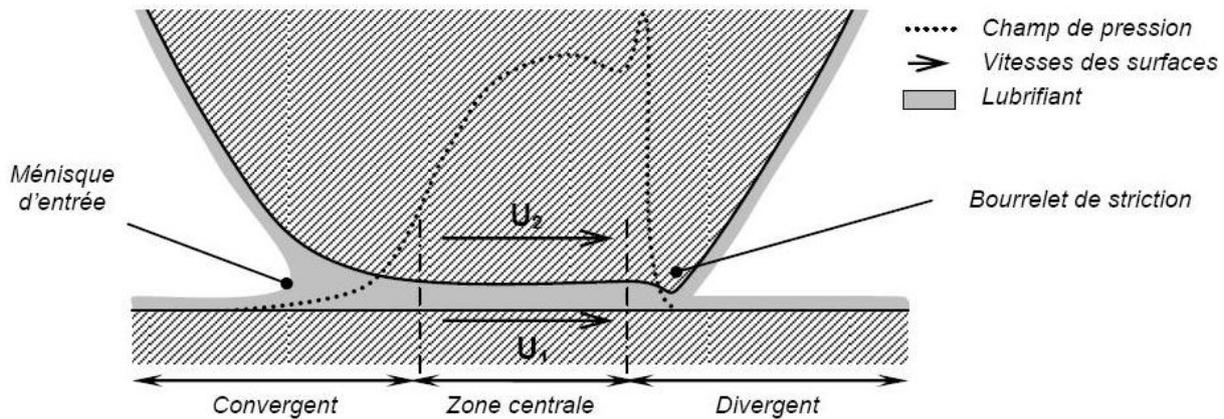


FIGURE 1.4: le contact EHD [DOW 99]

considérablement augmenté (propriété de piézo-viscosité), entraînant une déformation des surfaces. C'est ainsi que la géométrie des pièces en regard dans la zone centrale d'un contact EHD présente un plateau et que l'épaisseur de film est considérée quasiment constante. Cette région supporte la quasi-totalité de la charge.

A la sortie du contact, appelée également divergent, le lubrifiant retourne dans une zone de pression ambiante. Du fait de l'importance de la dépression, le lubrifiant se trouve violemment expulsé hors de la zone centrale. Un bourrelet de matière se forme alors : il permet de conserver un débit constant de lubrifiant. Associé à cette striction de sortie, un pic de pression peut être observé. C'est le pic de Petrusevitch [PET 51]. Le divergent, tout comme le convergent du contact, est donc caractérisé par des effets hydrodynamiques.

Nous avons, jusqu'à présent exposé des principes généraux. Deux notions clé apparaissent : la génération du champ de pression et l'établissement d'un film de lubrifiant suffisant à séparer les surfaces. Nous nous attarderons donc par la suite sur l'évolution des recherches menées à propos de ces deux notions ainsi que plus particulièrement sur les différents facteurs ayant été identifiés comme influant sur la pression et l'épaisseur du film lubrifiant dans un contact EHD.

1.1.1.3 Evolution historique

La résolution du problème EHD total est complexe. En effet, elle nécessite la prise en compte simultanée de l'écoulement du fluide dans le contact, de la déformation élastique des massifs ainsi que du caractère piézo-visqueux du lubrifiant.

La pression dans un contact lubrifié dit lisse, c'est-à-dire sans prendre en compte les défauts de surface, peut être approximée d'après la théorie de Hertz [HER 81] des contacts secs, et ceci d'autant plus que la sévérité du contact augmente (lors d'une augmentation de la charge et/ou une diminution de la vitesse des surfaces). Cette théorie reste à l'heure actuelle un moyen simple et rapide d'évaluer le champ de pression présent dans un contact lubrifié. Il fallut attendre les années 1940 pour voir la première tentative de résolution du problème EHD aboutir. Suite aux travaux de Reynolds (1886) concernant l'écoulement des fluides [REY 86] et de Barus portant sur une relation liant la pression et la viscosité du fluide (1893) [BAR 93], Ertel et Grubin proposèrent la première solution au problème EHD tenant compte des effets élastiques (déformations conformes à la théorie de Hertz) et piézo-visqueux dans une solution hydrodynamique [ERT 39, GRU 49].

Petrusevitch (1951) [PET 51] puis Dowson et Higginson [DOW 66] intégrèrent la déformation élastique complète à la solution proposée par Ertel et Grubin pour le contact linéique. Des

solutions similaires furent ensuite développées par Hamrock et Dowson [HAM 76b, HAM 76a, HAM 77] pour les contacts circulaire et elliptique. Ces derniers modèles tiennent compte de quatre variables adimensionnées : charge, vitesse, matériau et ellipticité qui peuvent être réduits à deux, $M2$ et L , appelés paramètres de Moes [MOE 69, MOE 71]. La représentation graphique des domaines de lubrification est ainsi rendue possible (FIG.1.5) sur un graphe où l'épaisseur de film au centre du contact H_{cen} est représentée en fonction de $M2$.

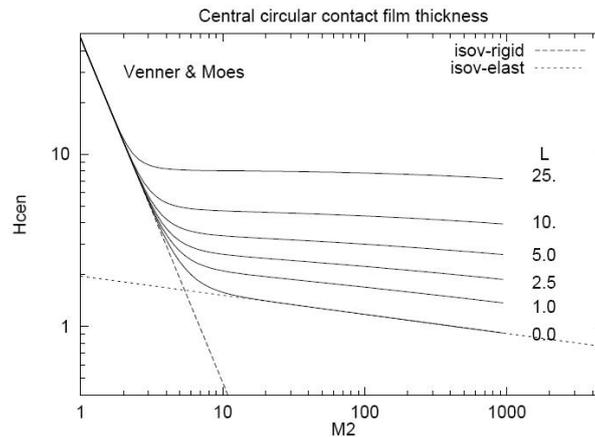


FIGURE 1.5: prédiction de l'épaisseur de film lubrifiant selon Moes-Venner [LUB 08]

TABLE 1.1: développement des techniques expérimentales dans le domaine EHD [SPI 06]

1960	Mesures capacitives [CRO 61] et interférométrie optique [FOO 68]
1970	Machines bi disques [CRO 63]
1980	Cartographie par émission thermique infra rouge [AUS 76]
	Micro capteurs [SAF 82]
1990	Raman [GAR 83] et spectrométrie infra rouge [CAN 91]
2000	Interférométrie pour film ultra mince [JOH 91]
	Mesures par ultrasons [DWY 03]

En parallèle de ces progrès théoriques dans la résolution analytique du problème EHD, de nombreuses techniques expérimentales ont vu le jour [SPI 99]. Les principales sont citées dans le tableau 1.1. Parmi elles, l'interférométrie optique a permis assez rapidement une mesure fiable d'épaisseur de film dans un contact EHD entre deux surfaces relativement lisses [FOO 68]. Par la suite, son développement a autorisé l'observation de la sous-alimentation [STR 02], de la lubrification EHD dans un contact rugueux [CHO 03, JAC 76] et, plus récemment, des conditions transitoires [GLO 01]. A l'heure actuelle, des épaisseurs de films nanométriques peut être évaluée grâce à cette technique [JOH 91]. La comparaison des mesures et des résultats numériques a contribué pour une large part à la validation des modèles actuels.

Les premières approches numériques prenaient en considération des massifs homogènes parfaitement élastiques dont les surfaces lisses sont lubrifiées par un fluide newtonien (c'est-à-dire dont la contrainte de cisaillement est directement liée au taux de cisaillement).

La réalité est bien plus complexe :

- les surfaces sont rugueuses ;
- les massifs peuvent avoir des propriétés anisotropes ou, par exemple, être revêtus de matériaux ayant des propriétés mécaniques différentes de celles du massif ;
- les effets thermiques dus au fonctionnement et la rhéologie particulière du lubrifiant lui confèrent des propriétés non newtoniennes.

Pour un approfondissement de cet historique, le lecteur pourra se référer à différentes bibliographies et reviews [HIR 94, SPI 06].

1.1.1.4 Contact EHD : paramètres influents

L'établissement d'un champ de pression et d'un film dans un contact EHD résultent de l'interaction de nombreux facteurs. Les progrès considérables effectués dans le domaine expérimental ont permis la mise en évidence des principaux (charge, vitesses, caractéristiques géométriques et propriétés des matériaux) pouvant agir à la fois sur la pression générée dans le contact et sur l'épaisseur de film de lubrifiant. Ces deux paramètres sont particulièrement importants puisqu'ils conditionnent le champ de contraintes subi par les pièces.

Une surface industrielle présente toujours des irrégularités par rapport à la surface idéale : stries d'usinage, sillons, rayure [RAP 05]. . . La connaissance de l'état de surface d'une pièce passe par la détermination de sa géométrie microscopique, voire nanométrique, c'est-à-dire la caractérisation de sa rugosité (défauts de courte période spatiale) et de son ondulation (période spatiale de quelques micromètres à quelques millimètres) [BER 05, BOU 99], comme représenté sur la figure 1.6.

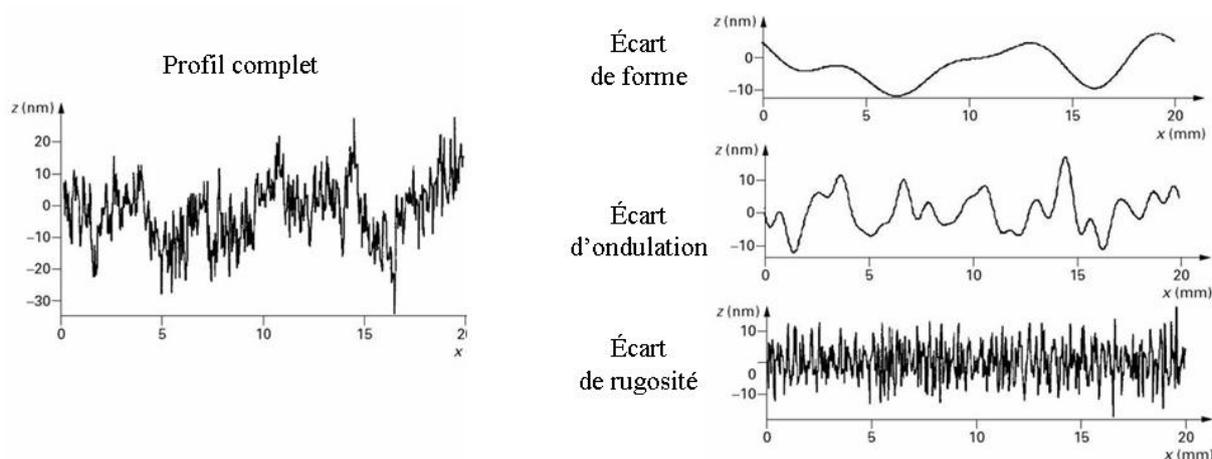


FIGURE 1.6: profil complet, écarts de forme, ondulation et rugosité d'une surface [BOU 99]

Dans le contact rugueux, chaque aspérité induit une surpression locale par rapport au cas lisse (FIG.1.7). La topographie de la surface est ainsi reproduite relativement fidèlement [KAN 80] par les oscillations du champ de pression (FIG.1.8) qui furent modélisées dans un premier temps par l'ondulation [KAN 80, KAN 92, VEN 96]. Ce phénomène est facilement mis en évidence lorsqu'un obstacle de taille plus importante (indent [CUS 82, VEN 91, WED 78], sillon [VEN 94a]) circule dans le contact. Etant donné l'échelle de ces défauts, il est plus simple de suivre leur évolution au cours de leur traversée dans le contact. C'est ainsi que le cheminement de la perturbation selon la vitesse moyenne des surfaces a pu être observé [KAN 97]. Deux phénomènes agissent donc conjointement dans un contact rugueux : le passage des rugosités à la vitesse de chacune des

surfaces ainsi que celui du film d'huile perturbé qui lui, circule à la vitesse moyenne des surfaces [VEN 94b].

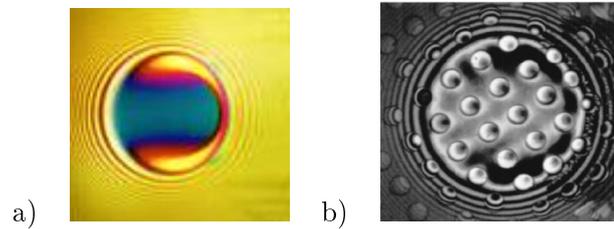


FIGURE 1.7: images interférométriques d'un contact circulaire (convergent à gauche, en roulement pur) : a) surfaces lisses b) l'une des surfaces a été recouverte d'un réseau de bosses [CHO 03]

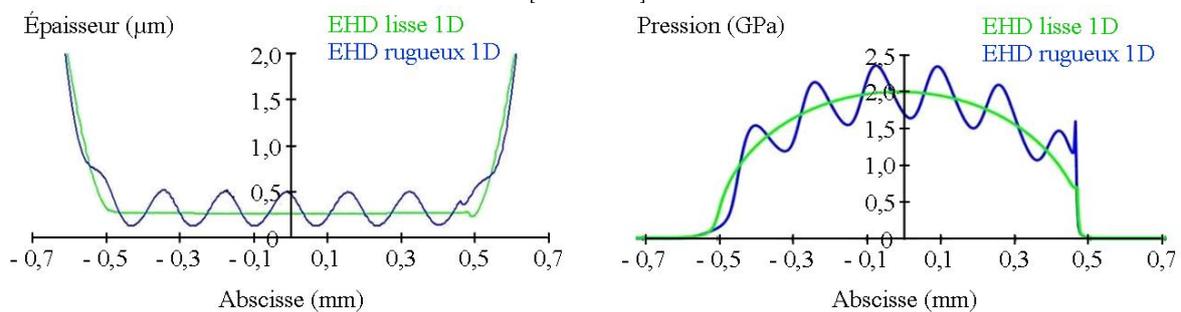


FIGURE 1.8: influence de la rugosité sur la pression et la hauteur de film dans un contact EHD cylindre/plan [COU 96]

Sous l'effet de la pression, le micro relief se déforme élastiquement. Lors de leur passage dans le contact, l'amplitude des rugosités est atténuée [LUB 97b]. Lorsque la pente des aspérités est faible, les rugosités sont quasiment aplaties au cours de leur traversée [HOO 00, JAC 96, LUB 99, VEN 99].

Par ailleurs, un accroissement du taux de glissement aura pour effet d'augmenter le cisaillement du film de lubrifiant. Les pertes énergétiques par frottement seront alors plus importantes et, pour des glissements très élevés, l'épaisseur de film pourra être fortement réduite au regard des prédictions obtenues par le modèle d'écoulement d'un fluide newtonien. Ce comportement rhéologique suppose l'existence d'un coefficient de proportionnalité (la viscosité dynamique) entre la contrainte de cisaillement τ et le gradient de vitesse dU/dy . Il s'agit du cas le plus simple. La description des propriétés non newtoniennes des lubrifiants est bien plus complexe. Depuis les années 1960 [PLI 68], il est admis qu'un film lubrifiant possède une contrainte de cisaillement seuil maximale, mais les avis divergent quand à la mise en équation correspondante.

Par ailleurs, les épaisseurs de film calculées à l'aide des formules de Hamrock et Dowson [HAM 76b, HAM 76a, HAM 77] supposent la suralimentation en lubrifiant à l'entrée du contact. Par définition, cet état suppose l'invariance de l'épaisseur de film dans le contact quel que soit le volume de lubrifiant à l'entrée de celui-ci. Or, de nombreux mécanismes sont sous-alimentés. Les applications à haute vitesse, basse température ou de grandes dimensions y sont sujettes par exemple. Dans ces contacts, l'épaisseur de film est fortement réduite et le champ de pression tend vers celui des contacts secs (dits « hertziens »).

Le dernier point important dans la lubrification EHD concerne l'environnement dans lequel se trouve le contact étudié. En effet, les variations de température ou la pollution du lubrifiant participent à la modification des conditions de contact. Une augmentation de température aura

pour effet de réduire la viscosité du lubrifiant, accentuant la sévérité du contact. La présence de particules d'usure dans le lubrifiant induit, si elles traversent le contact, l'indentation des surfaces. Les indents ainsi formés perturbent à la fois la formation du film et la pression [KAN 00, VIL 98] venant dramatiquement réduire la durée de vie des mécanismes [FIT 79, LOE 79, SAY 88].

1.1.1.5 Caractérisation

Au cours du siècle passé, le besoin de caractériser les régimes de lubrification par un paramètre unique s'est fait ressentir, notamment pour prédire les performances des mécanismes. Le paramètre λ , rapport de l'épaisseur minimale de film à la rugosité (« specific film thickness » ou « λ ratio » en anglais) a ainsi été proposé [SKU 70]. Le paramètre de rugosité employé dans le calcul de λ est l'amplitude moyenne composée des surfaces, σ_S , définie par la formule 1.1. λ est encore actuellement couramment employé pour décrire la sévérité du contact (probabilité d'interaction entre aspérités), malgré les divergences exprimées quant à sa pertinence.

$$\sigma_S = \sqrt{RMS_1^2 + RMS_2^2} \quad (1.1)$$

Jusque dans les années 1990 l'utilisation de conditions de fonctionnement pour lesquelles la relation $\lambda > 1$ était assurée, était supposée garantir une bonne lubrification. Nul n'avait pu montrer pourquoi les plus hautes aspérités ne venaient pas rompre le film lubrifiant, bien qu'elles soient d'altitude supérieure à l'épaisseur de film. La démonstration expérimentale et théorique de la déformabilité des rugosités dans le contact [LUB 97a], résolut une part des questions en suspens.

A l'heure actuelle, l'épaisseur de film nécessaire à la séparation des surfaces des roulements est bien inférieure à leur rugosité composite ($\lambda < 1$). L'état de surface étant plus ou moins déformé élastiquement par les variations de pression dans le film, la rhéologie et les contraintes de cisaillement du lubrifiant détermineraient le comportement des aspérités et par la même occasion l'efficacité de la lubrification [CHA 06].

Les additifs, inclus aux formulations des lubrifiants depuis de nombreuses années pour en améliorer les performances, peuvent également modifier la lubrification. Faisant l'objet du présent travail, leurs fonctions et principes de fonctionnement sont détaillés dans la partie 1.2. Selon leur nature, ils peuvent agir sur les propriétés rhéologiques de l'huile de base comme les modificateurs de viscosité (Viscosity Improvers en anglais) ou encore former des tribofilms sur les surfaces métalliques situées dans les zones de contact tels les modificateurs de frottement ou les anti usure par exemple. Les tribofilms résultent des interactions entre surfaces métalliques et additifs sous l'effet du glissement, de la pression et de la température. Leurs épaisseurs peuvent atteindre plusieurs dizaines de nanomètres sur chacune des surfaces en regard dépassant parfois de loin les épaisseurs de film d'huile qui circulent dans le contact. Aucun modèle ne prédisant pour le moment l'effet des additifs sur l'épaisseur de film EHD théorique, les prévisions évaluées par les modèles plus classiques peuvent apparaître insuffisantes dans les cas où ces additifs sont les plus actifs.

Pour connaître plus précisément la qualité de la lubrification avec les moyens disponibles aujourd'hui, il semble intéressant de prendre en compte non seulement l'épaisseur de film et l'amplitude des rugosités, mais également leur capacité à se déformer dans le contact. Le modèle complet pouvant à terme inclure le glissement, le comportement non newtonien du lubrifiant ainsi que les variations thermiques [LUB 97a].

1.1.2 Avaries de fatigue

Les sollicitations de contact entre des pièces en mouvement relatif induisent des champs de contraintes et de températures en peau comme en profondeur de ces éléments. Ceux-ci, comparés aux limites admissibles pour les matériaux, peuvent être à l'origine d'avaries. Les endommagements qui se produisent suite à la répétition cyclique de ce type de sollicitations inférieures au seuil de rupture théorique des matériaux sont dus au phénomène de fatigue de contact.

Ce mécanisme d'endommagement se manifeste par le détachement d'écaillés de la surface des roulements suite au développement de fissures dans la matière. Elles peuvent être associées à des défauts situés dans le volume du matériau (telles les inclusions non métalliques) ou à sa surface (comme des indents, des sillons, des rayures) et sont de dimensions variables. La durée de vie en fatigue (nombre de cycles effectués à la rupture) des pièces mécaniques sujettes à ce type d'avaries tels les engrenages et les roulements dépend donc des conditions d'amorçage et de propagation de ces fissures, intimement liées à la distribution des contraintes dans le matériau.

1.1.2.1 Distribution du champ de contraintes dans les massifs

Selon les propriétés des matériaux utilisés (caractéristiques mécaniques, présence d'inclusions, de défauts), celles de la micro et macro géométrie des pièces, les conditions de fonctionnement ainsi que la capacité du lubrifiant à générer un film de lubrifiant entre les surfaces, la distribution du champ de contraintes dans un contact EHD varie. L'intensité et la localisation des contraintes maximales de cisaillement (les plus néfastes pour la durée de vie d'un mécanisme) sont directement liées au champ de pression (voir partie 1.1.1.4).

Dans le cas d'un contact lisse, les contraintes maximales sont concentrées dans une zone située dans le volume du matériau appelée zone hertzienne. Leur intensité et leur profondeur peuvent être évaluées simplement par la mécanique des solides à partir de la valeur de la pression de Hertz.

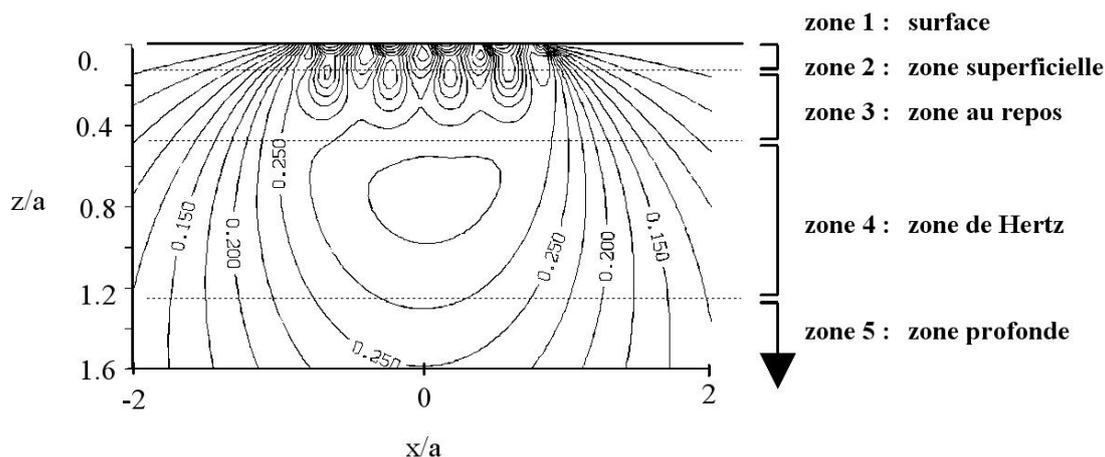


FIGURE 1.9: isovaleurs des contraintes de cisaillement de Von Mises pour un contact rugueux cylindre/ plan [DUM 97]

Suivant le formalisme établi par Tallian [TAL 84], cinq zones de sollicitations bien distinctes peuvent être définies entre la surface des pièces et le volume sous-jacent. Le cas d'un contact rugueux est représenté sur la figure 1.9 (a est la demi largeur de contact).

La surface constitue la première zone. La présence d'aspérités conduit à la discrétisation de l'aire de contact par rapport au cas lisse idéal. Les microcontacts ainsi générés sont à l'origine des surpressions locales et donc des contraintes importantes exercées dans la zone 2 également appelée zone superficielle. C'est à la surface que se produisent les phénomènes chimiques, physico- et tribo- chimiques liés à la présence d'additifs dans les lubrifiants. Ils seront détaillés dans les parties 1.2 et 1.3 de cette bibliographie.

La zone superficielle (zone 2) s'étend depuis la surface sur quelques microns d'épaisseur. D'importantes contraintes s'y concentrent. En effet, les surpressions induites par les aspérités de surface provoquent des maxima secondaires des contraintes de cisaillement en peau des massifs à des profondeurs bien inférieures à la localisation de la zone de Hertz (zone 4). Ces maxima secondaires dépendent non plus de la demi largeur du contact global, mais de la demi largeur du pic des surpressions, c'est-à-dire que le contact considéré est à l'échelle de l'aspérité. Lorsque les surfaces sont rugueuses, le champ de contraintes peut donc se séparer en deux composantes : la composante macroscopique induite par la forme générale des pièces dans la zone de Hertz, et la composante microscopique induite par chaque aspérité dans la zone superficielle.

La zone au repos (zone 3) correspond à une transition entre les contraintes surfaciques et les contraintes de Hertz. Les premières n'y sont plus significatives tandis que les secondes restent modérées. La présence de glissement en surface fait remonter la zone de Hertz vers la surface et contribue à réduire l'étendue de la zone de repos voire à la faire disparaître.

La zone de Hertz (zone 4) voit donc les contraintes liées au champ de pression macroscopique correspondant à celles calculées dans le cas lisse.

Quant à **la zone profonde** (zone 5), les contraintes de Hertz n'y ont plus une intensité significative. Les contraintes qui y sont relevées sont issues de sollicitations autres que celles du contact (montage, sollicitations extérieures).

En roulement pur, la fatigue est amorcée après un grand nombre de cycles ($>10^8$). La répétition cyclique des contraintes de Hertz (zone 4) entraîne une accumulation de micro contraintes et de micro déformations plastiques favorisées par la présence d'inclusions dans le massif. Les dislocations qui en découlent peuvent être à l'origine de l'amorçage de fissures qui, se propageant, donnent lieu à l'écaillage de la surface. Les améliorations apportées au processus de fabrication des aciers depuis plusieurs dizaines d'années ont réduit considérablement le risque d'endommagement des pièces mécaniques par de tels écaillages amorcés en sous-couche. A l'heure actuelle, la fatigue de contact se traduit beaucoup plus par des avaries initiées en surface.

1.1.2.2 Genèse des endommagements

Le mécanisme de développement des avaries de fatigue est scindé en deux étapes [CHE 94b] :

- l'amorçage de microfissures dues à l'accumulation locale de dislocations dans les massifs en contact. Ce premier stade est dû à une concentration de contraintes de cisaillement élevées et aux microdéformations plastiques associées autour de micro hétérogénéités ou défauts du matériau.
- La propagation des macro fissures se produit sous la répétition des charges. La vitesse de propagation dépend du type de comportement du matériau, de la charge appliquée et de la taille des microfissures amorcées. L'extension de la fissure peut provoquer un écaillage ou un micro-écaillage de la zone de contact et aller jusqu'à la rupture totale de la pièce.

L'amorçage des fissures a lieu dans les zones concentrant les sollicitations les plus importantes, c'est-à-dire dans la zone de Hertz (contrainte globale) ou dans la peau du matériau (contrainte locales dues aux surpressions des aspérités ou aux défauts de surface). Leur propagation peut s'effectuer de la sous-couche vers la surface, de la peau vers la surface ou encore de la surface

vers la sous-couche. Le développement des fissures est conditionné par les propriétés du matériau (pureté, propreté, homogénéité), le chargement, la micro géométrie, le glissement, la température et la lubrification (capacité à former un film, caractéristiques chimiques du lubrifiant, présence d'effets hydrodynamiques).

Des transformations structurales peuvent précéder ou suivre l'apparition de fissures sous la forme :

- d'une zone sombre (« dark etching area ») située en peau ou en sous-couche. Elle correspond à la première décomposition de la structure martensitique de l'acier [CLA 85] ;
- de bandes de phase blanche (« white etching area ») situées elles aussi soit en peau, soit en sous-couche du massif. Elles correspondent à l'apparition d'écoulements plastiques dans le matériau [TAL 92] ;
- de papillons de phase blanche, voisins du type de transformation précédente et précurseurs de la fatigue amorcée en profondeur [SAN 93].

1.1.2.3 Caractérisation des avaries de surface

Avaries de fatigue

L'endommagement typique issu du processus de fatigue de contact est l'apparition d'écailles de tailles et de formes variables à la surface des pièces. Dans la littérature, deux termes sont employés selon les pièces endommagées. Ainsi, « spalling » concerne les roulements et « pitting » les engrenages. De nombreuses publications font cependant état de manifestation de « pitting » dans les roulements.

Comme cela a été précisé dans les parties précédentes, deux échelles se distinguent dans un contact. Leur complémentarité se retrouve dans les endommagements observés en surface puisqu'ils sont initiés dans la peau ou en sous-couche des massifs.

L'**écaillage amorcé en sous-couche** est souvent précédé par l'apparition de papillons de fatigue (FIG.1.10). Il est lié à la présence d'inclusions ou de défauts dans le matériau. Les écailles ont la forme d'une ellipse (FIG.1.11) ; leurs dimensions sont de l'ordre de grandeur du contact. En profondeur, elles atteignent quelques dixièmes de millimètre, correspondant à une profondeur critique voisine de celle de Hertz.

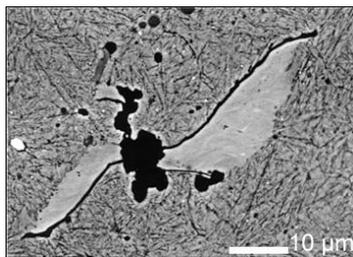


FIGURE 1.10: image MEB d'un papillon de fatigue observé à 3,5 GPa dans l'acier M50 [LAM 96]

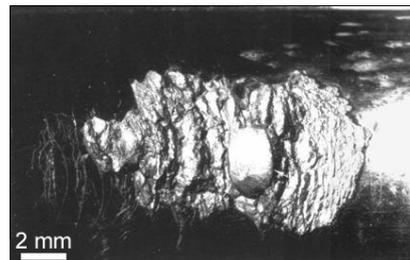


FIGURE 1.11: image optique d'un écaillage amorcé sur inclusion [DUM 97]

Ce type d'endommagement est généralement attribué au passage répété d'un champ de contraintes de Hertz sur un contact dans les conditions cinématiques proches du roulement pur et pour des contraintes de tension à l'interface du contact faibles. Il est fonction du chargement et du nombre de cycles.

L'**écaillage peut être amorcé en surface** notamment lorsque les contraintes de cisaillement sont élevées en surface, dans les régimes de lubrification mixte à limite [CHE 94b]. Contrai-

rement aux écailles décrites précédemment, celles-ci ont une forme de vè (FIG.1.12 et FIG.1.13). Elles se développent généralement sur la surface la plus lente d'un contact soumis à du roulement et du glissement, suite à la propagation vers la surface de branches secondaires issues de la fissure principale [PLU 86]. La présence de défauts en surface (indents, rayures, . . .), d'efforts de frottement en surface ou de micro écailles favorise le développement de ce type d'avarie.

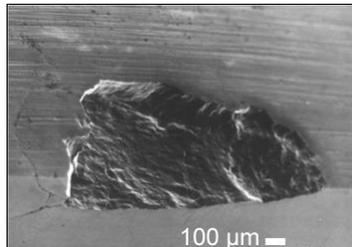


FIGURE 1.12: image MEB d'un écaillage initié en surface à 3,5 GPa sur de l'acier M50 [NEL 98]

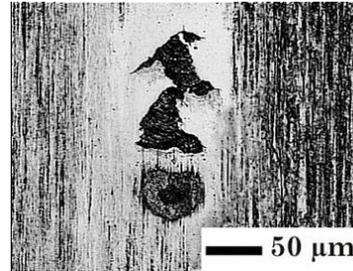


FIGURE 1.13: image optique d'un écaillage initié à partir d'un indent [VIL 98]

Les micro écailles ont des dimensions dix à vingt fois plus faibles que la largeur du contact, soit quelques dixièmes de millimètre d'envergure (voire plus) et quelques centièmes de millimètre de profondeur (échelle des aspérités de surface). Elles surviennent même dans les contacts peu chargés et sont dues à la répétition cyclique des contraintes de cisaillement présentes dans la peau des massifs, et notamment aux sollicitations provoquées par les aspérités de surface auxquelles elles sont directement associées. Leur période d'incubation est plus courte que pour les écailles, de l'ordre de quelques millions de cycles. Elles sont dangereuses puisqu'elles détruisent la géométrie des surfaces, accélèrent la formation d'écailles et peuvent être à l'origine de fissuration en volume (voir FIG.1.14 et FIG.1.15).

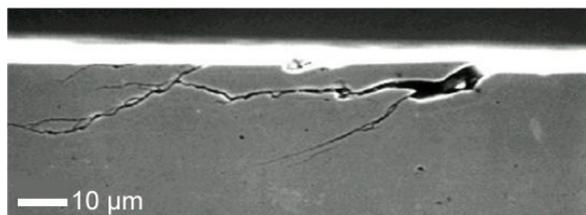


FIGURE 1.14: image MEB de micro-écaillage de roulement plus glissement observé à 3,5 GPa sur de l'acier M50 [NEL 98]



FIGURE 1.15: micro-écaillage et fissure longitudinale observée à 3,5 GPa sur de l'acier M50 [NEL 98]

Autres avaries de surface

Les avaries de fatigue sont essentiellement dues au passage de la charge, à ses effets locaux que sont les surpressions induites par les aspérités de surface ainsi qu'à la durée de ces sollicitations (nombre de cycles). L'addition d'effets tangentiels induits par la cinématique relative des surfaces peut entraîner d'autres avaries d'usure et de corrosion de contact. Enfin, le grippage intervient lorsque des effets thermiques s'ajoutent à leur tour suite à la dissipation d'énergie dans le contact.

Ainsi, dans le cas où le lubrifiant ne protège plus le contact entre les aspérités, un contact adhésif est créé entre les solides. Il conduit au phénomène de grippage (FIG.1.16) et fait suite

à un enlèvement ou à un déplacement brutal de matière provoqué par la rupture de jonctions locales entre les peaux des massifs, soudées par les effets thermiques.

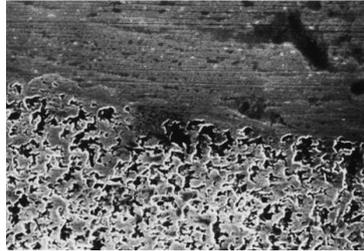


FIGURE 1.16: micro grippage - la surface endommagée a l'aspect d'une peau d'orange [NEL 97]

L'usure, quand à elle n'est pas toujours un phénomène continu, mais le résultat d'un processus discret, pouvant être issu de nombreux mécanismes : rayures abrasives, réactions chimique. . . Lorsqu'elle est modérée, l'usure n'affecte pas brutalement la performance du contact. Toutefois, une augmentation du taux d'usure est un signe de défaillance.

Le processus d'enlèvement de matière le moins coûteux en énergie est l'abrasion [GEO 00]. Il correspond à la formation de rayures et parfois de copeaux. L'usure abrasive est due au contact entre une particule et la surface d'un solide. Lors de son passage dans le contact, cette particule plus dure que la surface peut enlever de la matière selon quatre mécanismes. Elle peut :

- couper si elle est suffisamment aiguisée,
- repousser la matière en surface,
- provoquer une fracture,
- enlever les grains si le matériau est insuffisamment homogène.

Par ailleurs si, durant le mouvement relatif des pièces en contact, un produit de réaction (chimique ou électrochimique) est retiré mécaniquement (abrasion, adhésion, fatigue), le terme d'usure corrosive est employé. Les espèces corrosives présentes dans un système lubrifié sont l'oxygène, l'eau, le dioxyde de carbone, les composés soufrés naturels, les produits de combustion acides, les produits acides d'oxydation de l'huile ainsi que les additifs anti usure et extrême pression.

L'ensemble des avaries décrites précédemment pouvant entraîner la rupture des pièces et l'endommagement du mécanisme complet, il est important de pouvoir évaluer ces risques lors de la phase de conception.

1.1.2.4 Simulation numérique de la fatigue de contact et calcul de durée de vie

Deux approches contribuent à une meilleure prise en compte de la fatigue de contact dans les systèmes roulants : les modèles statistiques de durée de vie qualifiés de « modèles pour l'ingénieur » et les modèles de la physique des matériaux également appelés « modèles pour la recherche ». Les premiers visent à prédire la durée de vie (nombre de cycles à la rupture) des pièces mécaniques alors que les seconds sont destinés à la simulation de toutes les phases de développement des fissures, de l'amorçage à la rupture.

La prédiction de la durée de vie en fatigue de contact (modèle de l'ingénieur) est basée sur les travaux de Lundberg et Palmgren [LUN 47]. Elle repose sur une analyse statistique de type Weibull effectuée à partir d'une base de donnée importante de résultats expérimentaux. La probabilité de survie d'un contact (en nombre de cycles) y est définie en fonction du matériau, de la contrainte statique de cisaillement maximale, du volume à risque et de la profondeur à laquelle s'exercent les contraintes.

Suite aux progrès réalisés depuis 1950 en matière de fabrication des aciers et de modélisation du contact EHD rugueux, Ioannides et Harris [IOA 85] améliorèrent l'expression analytique (intégrale du volume contraint) et apportèrent la notion de contrainte seuil. En dessous de cette valeur, les pièces ont une durée de vie infinie.

La théorie initialement développée par Lundberg et Palmgren a été améliorée grâce aux techniques numériques et analytiques du calcul des contraintes dans les massifs développées depuis les années 1950. L'intégration des surfaces rugueuses au calcul répond dans une certaine mesure aux problèmes contemporains de l'amorçage des avaries en surface, mais les effets des contraintes résiduelles et surtout du lubrifiant étant encore à l'étude, l'évaluation de la durée de vie peut apparaître parfois incomplète.

Les modèles pour la recherche permettent une compréhension plus fine des mécanismes d'amorçage et de propagation des fissures par le couplage de la mécanique élastique linéaire de la rupture (MELR, [ENG 90]) ainsi que de la théorie des dislocations [CHA 88, ROC 94, SAN 93]. Ils nécessitent cependant la connaissance de nombreux paramètres qu'il est possible de déterminer progressivement avec les progrès réalisés dans le domaine de la simulation expérimentale.

1.1.2.5 Simulation expérimentale de la fatigue de contact

Il existe un grand nombre d'essais couramment employés dans l'évaluation de la durée de vie en fatigue de contact. Selon le mécanisme considéré (engrenage, roulement, ...), les machines suivantes sont mises à contribution [VIL 01] :

- machine FZG ;
- test « least of four » ;
- machines bi disques ;
- machine 4 billes « fatigue » [MIR 78, TUS 06a, TUS 06c] ;
- machine trois billes-cône [MIR 78] ;
- machine 5 billes NASA ref 8 de [MIR 78] ;
- machine à galets (Berthe et Godet cités dans [MIR 78], [VIL 01]).

Le mécanisme de fatigue de contact est relativement complexe et soumis à l'influence de nombreux paramètres que l'on peut classer en 4 familles : mécanique, physique, métallurgiques et chimiques.

- Les paramètres mécaniques représentent d'une part les conditions cinématiques telles que les vitesses de roulement des deux surfaces ainsi que leur vitesse relative de glissement, et, d'autre part le champ de contraintes définis par la distribution de pression en dynamique, la forme des contacts, les propriétés élastiques des matériaux et l'existence éventuelle de précontraintes.
- Les paramètres physiques concernent essentiellement l'état de surface des éléments roulants, les caractéristiques rhéologiques du lubrifiant et les propriétés de diffusivité thermique des surfaces et du lubrifiant.
- Les paramètres métallurgiques sont relatifs à la composition et à la structure des matériaux en contact ainsi qu'à leur propriété inclusionnaire.
- Les paramètres chimiques, enfin, dépendent de l'environnement et en particulier de la formulation du lubrifiant (base et surtout additifs et de la présence d'impuretés corrosives et notamment l'eau). La réactivité du milieu lubrifiant engendre des mécanismes plus complexes au niveau des surfaces métalliques, qui font l'objet des parties suivantes.

1.2 Etude de l'interaction d'une huile avec une surface métallique

Comme précisé dans la partie 1, l'endommagement par fatigue de roulement dans les contacts lubrifiés s'initie à présent de manière préférentielle en surface. Les phénomènes qui en sont à l'origine sont complexes. Ils sont entre autres le résultat des interactions tant physique que chimique, voire physico-chimique entre le lubrifiant et l'acier (substrat) sous des sollicitations mécaniques.

Nous décrivons dans un premier temps le système étudié : la surface d'une part et le lubrifiant d'autre part. Nous nous attarderons ensuite sur les mécanismes d'action pouvant se produire à l'interface lubrifiant/surface métallique. Une attention particulière (nature et formation) sera portée à l'étude de films formés au cours du frottement entre les surfaces appelés tribofilms dont l'influence sur la fatigue de contact n'est encore pas claire.

1.2.1 Surface métallique et lubrifiants : généralités

1.2.1.1 Surface et interface

Une surface peut être caractérisée par ses propriétés mécaniques, physico-chimiques, topographiques ou structurales. L'ensemble de ces caractéristiques définit l'état de surface [TAK 07, GEO 00]. Il est indispensable de connaître et maîtriser ces propriétés pour mieux comprendre les phénomènes mis en jeu dans les contacts lubrifiés.

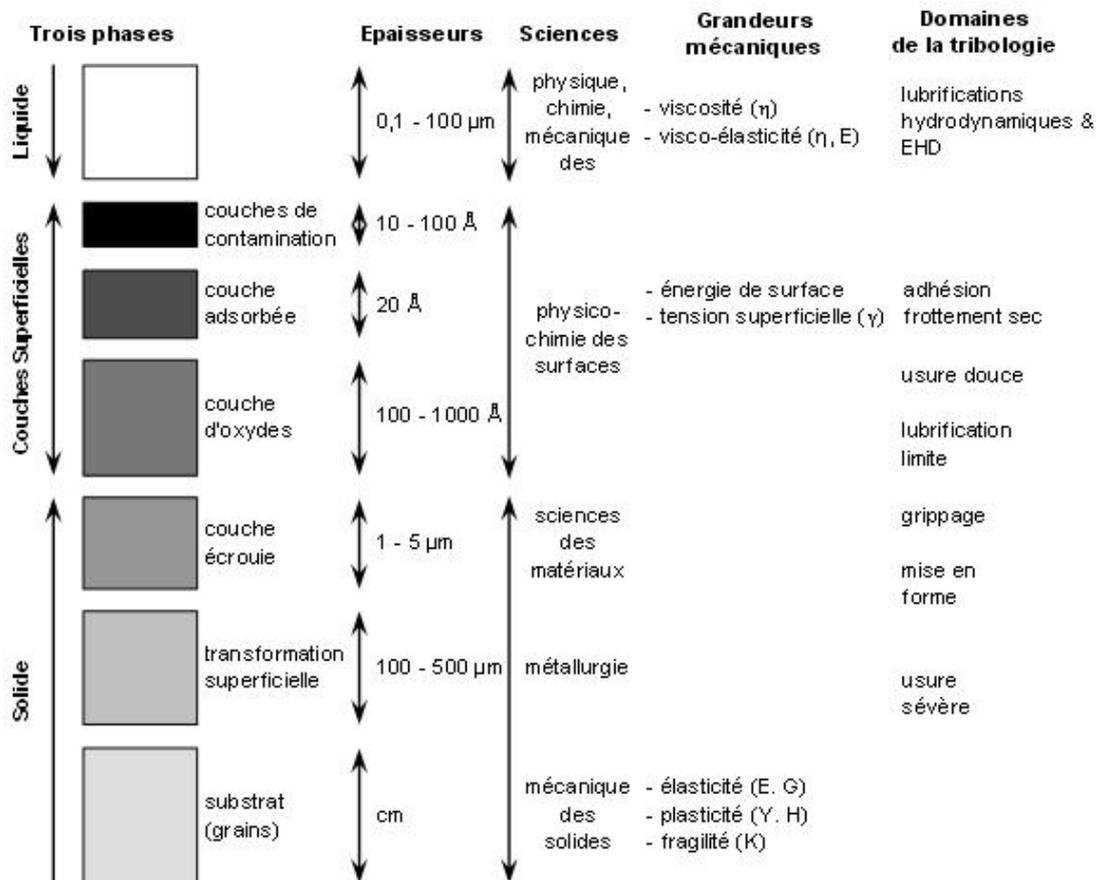


FIGURE 1.17: les trois phases d'une surface technologique [GEO 00]

Structure de la surface

À la différence de la notion mathématique de surface correspondant à un espace strictement bidimensionnel, la description physique de la surface d'un matériau s'intéresse à une zone de transition à la frontière entre le coeur du matériau et le vide [GAY 96, BER 05, TAK 07], une atmosphère gazeuse ou un autre matériau dense, solide ou liquide auquel cas l'on parlera plutôt d'interface entre les deux milieux. Au cours des opérations d'usinage ou de mise en forme, la surface subit, au contact de l'outil qui la transforme, de fortes contraintes mécaniques et thermiques qui modifient considérablement la structure initialement cristalline des couches superficielles. La figure 1.17 montre les différentes couches présentes à la surface d'un matériau.

Les propriétés physiques, chimiques, structurales et électroniques des surfaces diffèrent notablement de celles du matériau brut cristallin : elles évoluent plus ou moins rapidement vers celles du volume, lorsqu'on s'éloigne de la surface vers l'intérieur du matériau.

Dans le cas présent d'une pièce métallique en contact avec un lubrifiant, la zone étudiée s'étend des couches de contaminations à la couche de transformation superficielle.

Lorsque le lubrifiant entre au contact d'une surface métallique, les molécules qui le composent peuvent « s'attacher » à la surface métallique. L'équilibre du champ de forces auquel sont soumis les atomes de surface est ainsi rétabli. Ceux-ci possèdent un plus faible nombre de proches voisins (appelé nombre de coordination) que celui des atomes situés à l'intérieur du solide. Le mécanisme de « fixation » des molécules du lubrifiant à celles de la surface varie selon l'environnement dans lequel se trouve le matériau, mais également de l'orientation cristallographique des atomes de surface. Chaque grain de la surface a donc une réactivité spécifique, des propriétés physico-chimiques et mécaniques différentes.

Morphologie de la surface

La microgéométrie de la surface intervient souvent de façon déterminante dans son aptitude à satisfaire la fonction attendue. Par exemple au niveau des interfaces entre les pièces d'un assemblage avec mouvement relatif, les divers phénomènes de contraintes et de frottements évoluent continuellement jusqu'à la perte de performance qui va entraîner la déficience du mécanisme. La maîtrise de l'état de surface par le choix d'un ou plusieurs paramètres adaptés [RAP 05] permettra de garantir la qualité du fonctionnement tout au long de la durée de vie du produit. De même, en connaissant la topographie des pièces avant et après fonctionnement, il est possible de déterminer s'il y a eu usure ou pas et de quel type il s'agit (voir paragraphe 1.1.2.3).

Il faut distinguer l'état topographique de la surface à l'échelle atomique de son état géométrique à l'échelle du micromètre.

A l'échelle atomique, la surface se présente comme une succession de marches et de plans atomiques comportant de nombreux défauts ponctuels. **La Microscopie Electronique à Transmission (désignée par l'acronyme MET en français, TEM en anglais)** est un instrument de choix pour l'observation de la structure atomique des couches superficielles d'un matériau très mince. Un faisceau d'électrons traverse l'échantillon. Ils sont alors diffusés. L'imagerie haute résolution permet, via l'interférence entre plusieurs faisceaux transmis, de produire des images permettant de mettre en évidence les rangées atomiques de l'objet dans le cas d'un matériau cristallin. Les lames minces sont usinées à l'aide d'un faisceau d'ions dans l'échantillon étudié par FIB (*Focused Ion Beam*). Cette technique permet d'obtenir des lames d'épaisseur de l'ordre de 100 nm (FIG.1.18).

Les irrégularités morphologiques de l'ordre du micromètre sont issues des modes de fabrication et de finition des surfaces. Ils induisent la forme, l'ondulation et la rugosité de la surface (FIG.1.6). Les techniques expérimentales de mesure du microrelief des surfaces appartiennent à trois fa-

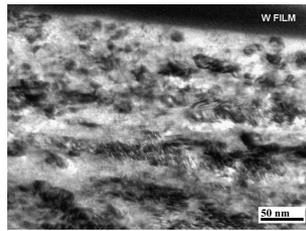


FIGURE 1.18: image MET d'une lame FIB prélevée à la surface d'un roulement neuf [EVA 06]

milles distinctes [BOU 99] :

-**les rugosimètres tactiles** relèvent la microgéométrie par un palpeur mécanique (rayon de courbure entre 1 et 2 μm) en contact avec la surface [RAP 06].

-**les systèmes optiques sans contact** : microscope confocal et microscope interférométrique. Ils permettent une mesure sans contact avec la surface par un faisceau laser ou un faisceau de lumière blanche qui balaye la surface [GAS 95, CHE 00, MAR 05].

-**les microscopes à sonde locale** : microscope à effet tunnel (STM) et microscope à force atomique (AFM)[RIV 05]. Ils sont nettement plus performants que les deux techniques citées précédemment. Leur résolution se situe généralement entre le micromètre et une fraction de nanomètre. Ils utilisent l'interaction à faible portée entre une pointe (rayon de courbure de quelques nanomètres) et l'objet à examiner.

Les images en électrons secondaires et rétrodiffusés (voir paragraphe 1.2.1.1) obtenues à l'aide d'un Microscope Electronique à Balayage (MEB, [PAQ 06b, PAQ 06a]), visualisent le microrelief d'un échantillon. En revanche, il est impossible de mesurer les altitudes en utilisant cette technique.

Analyse chimique de la surface

Il est possible d'accéder à la composition élémentaire, l'état chimique ainsi que la structure moléculaire de la surface grâce à la mise en oeuvre de différentes techniques d'analyse par spectroscopie dont le principe de base est toujours le même (FIG.1.19). Pour cela, une sonde électronique, photonique ou ionique est utilisée. Un faisceau de particules primaires vient frapper la surface à analyser et provoque l'émission de particules secondaires ou rétrodiffusées (photons, électrons, ions). Lorsque le faisceau de particules incidentes pénètre dans un échantillon solide, il subit un certain nombre de chocs élastiques (particules secondaires) et inélastiques (particules rétrodiffusées). Ces derniers sont à l'origine de la déviation des particules incidentes dans la matière et de leur perte d'énergie au cours du parcours qu'elles y effectuent. Sur leur trajectoire, elles peuvent ioniser des atomes ou en perturber l'environnement électronique, conduisant à des émissions de type électronique, X ou électromagnétique appelées particules rétrodiffusées.

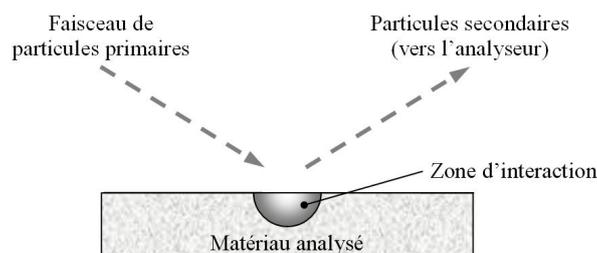


FIGURE 1.19: schéma de principe de l'analyse par spectroscopie de surface [TAK 07]

La caractérisation des particules secondaires (masse des ions, vitesse des électrons, longueur d'onde des photons) permet d'identifier l'atome émetteur et de remonter ainsi aux éléments présents dans la zone bombardée. A ces techniques s'ajoutent les techniques spectroscopiques vibrationnelles qui utilisent un faisceau de photons pour irradier la surface et permettre, à partir de l'analyse des vibrations des groupements moléculaires, de déterminer la composition du solide (spectroscopies infrarouge et Raman).

1.2.1.2 Composition d'un lubrifiant liquide

Les principaux produits utilisés pour la lubrification automobile sont des lubrifiants liquides, des graisses et certains lubrifiants solides. Les boîtes de vitesses à commandes manuelles sont essentiellement lubrifiées par barbotage avec des huiles sur lesquelles nous allons concentrer notre attention. Ces dernières sont formulées à l'aide d'une huile de base et d'un cocktail d'additifs « extrême pression ».

Les huiles de base Si les huiles de base d'une manière générale peuvent être d'origine végétale, animale, minérale ou synthétique, les lubrifiants automobiles sont majoritairement formulés à partir de bases minérale, synthétique ou semi-synthétique.

Les huiles de base d'origine minérale sont obtenues à partir des coupes pétrolières provenant de la distillation des pétroles bruts. Ces coupes subissent des opérations de raffinage dont la complexité varie avec la nature du produit recherché, mais aussi la nature du produit brut utilisé. Elles sont des mélanges d'un grand nombre d'hydrocarbures et d'une petite quantité d'impuretés résiduelles constituées de composés oxygénés, azotés et soufrés. Il existe trois grandes familles d'hydrocarbures dans les pétroles bruts [AYE 92, AYE 97, GEO 00] : **les paraffines et isoparaffines** C_nH_{2n+2} (hydrocarbures saturés linéaires ou ramifiés), **les naphthènes** C_nH_{2n} (hydrocarbures saturés cycliques, souvent ramifiés) et **les aromatiques** (produits insaturés cycliques). Les propriétés des hydrocarbures citées dans le tableau 1.2 justifient la nécessité d'éliminer au moins partiellement par raffinage les aromatiques ainsi que certains polynaphthènes pour obtenir des huiles de bonne qualité. Toutes les bases minérales utilisées dans l'industrie contiennent un mélange des trois composés cités précédemment, mais l'un est majoritaire sur les autres. Par exemple, une base à tendance paraffinique contient une majorité de paraffines (en moyenne 70% de leurs atomes de carbone), une moindre mesure de naphthènes et une faible quantité d'aromatiques.

Sous la pression de facteurs technologiques, écologiques et économiques, les bases minérales à tendance naphthénique ont été progressivement remplacées depuis les années 1970 par des bases à tendance paraffinique [AYE 97, AYE 92].

Les transmissions manuelles sont lubrifiées avec des huiles multigrades. Le plus souvent ces bases sont d'origine minérale, mais la tendance actuelle est l'utilisation accrue de bases semi-synthétiques à synthétiques plus avantageuses par rapport à la suppression des vidanges (meilleures stabilité thermique et résistance à l'oxydation notamment).

Les huiles de base d'origine synthétique ont été initialement développées pour palier le manque temporaire d'huile minérale naturelle sur les marchés internationaux [GEO 00]. Elles sont employées dans les situations où les bases minérales ne présentent pas de performances suffisantes du fait de leurs limitations intrinsèques.

Il existe de nombreuses familles d'huiles de synthèse [AYE 92, AYE 97]. Elles sont obtenues

TABLE 1.2: propriétés comparées des familles d'huiles minérales et de la PAO [AYE 98]

Huiles	paraffiniques	naphténiqnes	aromatiques	PAO
Point d'écoulement	Mauvais (-9/-18°C)	Très bas (-20/-45°C)	Variable	très bas (-73/-20°C)
VI	élevé $\simeq 100$	faible $0 < VI < 60$	très faible (< 0)	très élevé (≥ 120)
Résistance à l'oxydation	Bonne	Moins bonne	Faible	Bonne
Pouvoir solvant	Moyen à faible	Assez élevé	Très élevé	Très faible
Compatibilité avec les élastomères	Bonne	Moins bonne	Mauvaise	Très bonne

L'indice de viscosité (VI) mesure de la diminution de la viscosité lorsque la température passe de 40 à 100 °C. Un faible VI caractérise une huile très visqueuse à basse température et très fluide à haute température.

par différents processus de synthèse chimique de courtes chaînes (polymérisation, estérification, etc...) ainsi rassemblées en longue molécules. L'huile n'est pas exempte de tous les produits indésirables mais il est possible de délimiter étroitement ses propriétés. Les bases synthétiques les plus utilisées dans les domaines de l'automobile et des transmissions en particulier sont les **hydrocarbures de synthèse** (en grande majorité des polyalphaoléphines ou PAO), **les esters** et **les polyglycols**.

Les PAO sont utilisées pour les mêmes applications que les huiles minérales. Elles constituent la plus importante famille d'hydrocarbures de synthèse. Ce sont des produits entièrement isoparaffiniques ne contenant ni impuretés, ni composés aromatiques. Le terme PAO est suivi d'un chiffre indiquant leur viscosité cinématique en mm^2/s à 100 °C (PAO 8, PAO 100). Leur caractère très apolaire leur confère un très faible pouvoir solvant constituant un handicap pour la solubilité des additifs (l'adjonction d'une certaine quantité d'ester (3 à 15 %) y remédie), mais en contrepartie leurs excellentes propriétés (Tab. 1.2) font de ces bases un choix de tout premier ordre.

La nature de l'huile de base (composition chimique, pureté, degré de raffinage) influence les propriétés intrinsèques du lubrifiant (Tab. 1.3), l'action des additifs [ROU 75a] et donc les performances mécaniques du lubrifiant (voir partie 1.3). Par exemple, l'efficacité des additifs antiusure et extrême pression (additifs à action de surface) est bien moins importante lorsque la base possède une forte aromaticité [AYE 96]. Au contraire, ils seront plus actifs car plus mobiles dans une huile de base fluide que dans une huile de base visqueuse. Le choix des additifs est donc intimement lié à la base à laquelle ils sont mélangés.

Les additifs sont des produits chimiques (organiques, minéraux ou organométalliques) venant compléter les propriétés de la base. Ils lui confèrent des propriétés qu'elle ne possède pas naturellement (colonne de droite du tableau 1.3), viennent renforcer celles qu'elle a intrinsèquement (colonne au centre du tableau 1.3) ou encore annihilent les effets indésirables issus de certains additifs ou de la base elle-même. Ils peuvent atteindre 20% du volume du mélange final pour les lubrifiants fortement additivés (moteurs) [AYE 98]. Ils sont soit commercialisés sous forme d'additifs élémentaires (composant de base), soit, et surtout, sous forme de mélanges : les « packages » d'additifs. Ce cocktail d'additifs, ajouté à la base, peut contenir jusqu'à vingt additifs

TABLE 1.3: influence de la base et des additifs sur les propriétés du lubrifiant [STE 92]

Effet dominé par le choix de la base	Effet commun à la base et aux additifs	Effet dominé par les additifs
Densité Taux d'évaporation Flash- and fire-point Compressibilité Chaleur spécifique Conductivité thermique Conductivité électrique Résistance aux radiations	Viscosité Pour-point Rhéologie Résistance au moussage Stabilité thermique Stabilité à l'oxydation Résidus de carbonisation Miscibilité et pouvoir solvant Couleur Effets physiologiques Odeur	Effets détergents, dispersants Emulsivité et désemulsivité Réponse au frottement Propriétés anti-usure Propriétés anti-corrosive et anti-rouille Adhésion sur les surfaces métalliques Alcalinité Contenu en cendres

différents selon les applications auxquelles il est destiné. Les cocktails destinés aux boîtes de vitesses manuelles représentent en moyenne 10% du volume total[LEC 99, AYE 01].

Un additif peut agir chimiquement ou physiquement à trois niveaux pour accomplir sa fonction : à l'interface solide-liquide, dans la masse du lubrifiant ou encore à l'interface liquide-gaz. Les additifs les plus communs employés dans la formulation des huiles de boîtes de vitesses sont [LEC 99, AYE 01, AYE 02] :

les extrême-pression (EP) protègent les surfaces contre l'usure adhésive sévère dans les conditions tribologiques très sévères (action chimique au niveau des surfaces). Les molécules EP sont des *composés organosoufrés, organochlorés ou boratés* qui réagissent très rapidement avec les surfaces métalliques fraîchement mises à nu. Ils sont employés dans des teneurs de *quelques pour cent*.

les anti-usure (AW) luttent contre l'usure adhésive et le grippage (action chimique au niveau des surfaces). Les composés actifs sont *phosphorés ou phosphosoufrés*. Ils agissent plus lentement que les EP sur les surfaces métalliques. Leur concentration peut aller de *0,5 à 2 %*.

les inhibiteurs de corrosion (IC) combattent la corrosion acide ou la corrosion par le soufre des métaux non ferreux et notamment des alliages cuivreux (action chimique au niveau des surfaces). Ils appartiennent aux familles des *triazoles et thiadiazoles* et sont employés dans des teneurs *inférieurs à 1%*.

les dispersants (Disp) limitent la formation de dépôts sur les surfaces froides en maintenant en fines suspensions les impuretés issues de la pollution ou de la dégradation du lubrifiant (action physique aux interfaces liquides-solides). Les trois principaux dispersants sans cendres employés actuellement sont *les succinimides, les esters succiniques et les alkylphénolamines* - Leur concentration est de *quelque pour cent*.

les détergents (Det) empêchent l'adhésion des dépôts et vernis sur les surfaces chaudes (action physique aux interfaces liquides-solides) et neutralisent les polluants acides (action chimique dans la masse du lubrifiant). Les détergents les plus fréquents sont des *organosels de calcium ou de magnésium*. Comme pour les dispersant, leur concentration est de *quelque pour cent*.

les anti-mousse (AM) corrigent la tendance au moussage du lubrifiant (action physique aux

interfaces liquide-liquide ou liquide-gaz), liée notamment à la présence de quantités notables d'additifs tensioactifs (Det, Disp, ...). Ils sont utilisés dans des taux de 10 à 500 ppm.

les améliorants de VI sont des *polymères* qui épaississent notablement l'huile de base à haute température (action physique dans la masse).

Il existe des molécules d'additifs capables d'accomplir uniquement l'une de ces fonctions, d'autres sont multifonctionnelles. C'est le cas par exemple du dithiophosphate de zinc (ZnDTP) qui est à la fois antioxydant, antiusure et extrême pression ou des détergents organométalliques qui, plus ou moins basiques (indice de base de qq mg à plus de 500 mg KOH/g d'additif), assurent la détergence, les propriétés « antirouille » et « antiacide ». Quels qu'ils soient, l'action des additifs dépend de quatre facteurs : leur nature chimique (degré de pureté et concentration dans l'huile de base), les interactions avec les autres additifs présents dans la formule, la nature des huiles de base, les conditions tribologiques de fonctionnement du mécanisme à lubrifier conditionnant le régime de lubrification.

Parmi les additifs cités précédemment, cinq sont conçues pour réagir aux interfaces liquides solides, soit physiquement, soit chimiquement. Il existe donc une véritable compétition aux surfaces métalliques entre ces composés chimiques. Sachant le nombre de formules qu'il existe pour réaliser chaque fonction, la prédiction de toutes les réactions envisageables devient très difficile. C'est pourquoi il est nécessaire de valider chaque nouveau cocktail par de nombreux essais qui représentent à l'heure actuelle la meilleure assurance des performances d'une formulation avant sa commercialisation.

1.2.2 Interaction des additifs avec la surface

La plupart des additifs cités précédemment s'adsorbent à la surface chimiquement, physiquement ou tribochimiquement pour créer des couches plus ou moins épaisses et plus ou moins résistantes. L'adsorption [44] est le phénomène qui consiste en l'accumulation d'une substance à la surface ou l'interface (selon le cas considéré), entre deux phases (gaz-solide, gaz-liquide, liquide-solide, liquide-liquide, solide-solide). Elle a son origine dans les forces d'attraction intermoléculaires, de nature et d'intensité variées. Il s'agit d'un processus exothermique.

L'adsorption physique ou physisorption se produit entre des molécules polaires et les surfaces métalliques [AYE 01]. La liaison est faible, due par exemple à des forces d'attraction de Van der Waals. Phénomène réversible, elle n'implique aucune énergie d'activation. Elle est moins forte que la chimisorption. Plusieurs couches d'atomes peuvent se superposer lors de la physisorption.

L'adsorption chimique ou chimisorption se produit lorsque l'additif réagit chimiquement avec le métal pour former un film dit chimisorbé [AYE 01]. Elle implique des liaisons fortes. Ce procédé nécessite parfois une énergie d'activation minimale. Elle n'est ni instantanée ni réversible et dépend beaucoup de la métallurgie des surfaces frottantes. Son épaisseur dépasse rarement une à deux couches d'atomes ou de molécules. La chimisorption dissocie les molécules d'un gaz diatomique, tel que l'hydrogène ou l'oxygène, et les transforme ainsi en atomes adsorbés [GEO 00].

La réaction tribochimique est activée par l'énergie produite au cours du frottement entre les surfaces. Le film résultant est appelé tribofilm. Tout comme pour la chimisorption, sa formation nécessite une énergie d'activation minimale. Son épaisseur peut atteindre plusieurs centaines de nanomètres. Les mécanismes menant à la formation de tribofilms ne sont pas connus à l'heure actuelle. Selon les auteurs, l'expression « tribofilm » désigne

l'ensemble des couches résultant d'interactions entre la surface et les additifs présents dans le lubrifiant, résistantes ou pas à un nettoyage au solvant organique aux ultrasons. Bec et al. [BEC 99] ont montré, dans le cas du ZnDTP qu'une partie des couches formées au cours d'un essai tribologique était enlevé par un tel nettoyage (FIG.1.20). De tels couches peuvent avoir plusieurs objectifs et dénominations (Tab. 1.4), ce qui peut prêter à confusion. Nous appellerons donc par la suite tribofilm toute couche résultant d'action tribochimique sur un substrat qui résiste à un nettoyage au solvant et couches adsorbées celles qui sont retirées.

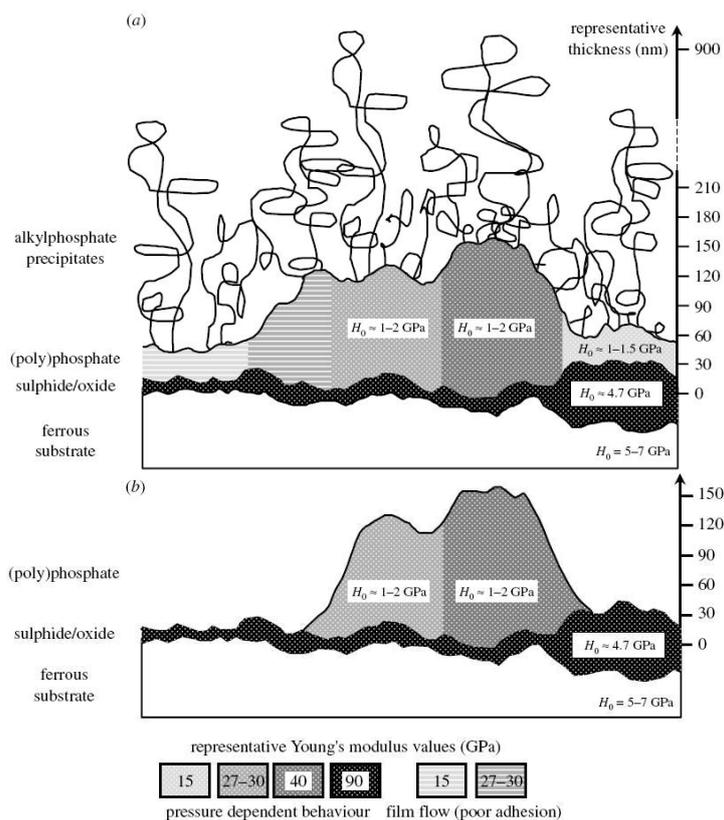


FIGURE 1.20: représentation schématique de deux états du « tribofilm » de ZDDP : a) entier, b) nettoyé au solvant [BEC 99]

TABLE 1.4: les domaines de la lubrification limite [GEO 00]

Buts recherchés	Dénomination des films	Nature des films
Le contrôle et la réduction du frottement	- onctueux - colloïdaux	- monocouches épilames - colloïdes compactés
La réduction de l'usure	tribochimiques AU	réactions chimiques multimoléculaires
Les conditions extrêmes de contact	EP extrême température	réactions minérales O, S, Cl, P

Cette partie est consacrée à l'étude des interactions entre les additifs et les surfaces métalliques, particulièrement en acier. Elle apporte les notions de base des techniques expérimentales

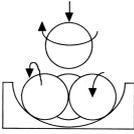
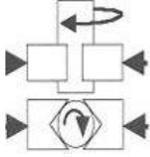
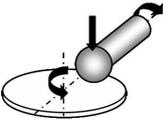
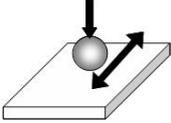
les plus communément utilisées pour caractériser les couches adsorbées et les tribofilms. Ensuite, nous nous attarderons sur les mécanismes de réaction (et leurs interactions communes) des EP soufrés, AW phosphorés et phosphosoufrés, Disp sans cendre et Det calcique qui sont l'objet de cette thèse.

1.2.2.1 Evaluation des performances des additifs réagissant à la surface

Les machines d'essai utilisées pour l'étude des performances des lubrifiants sont pour la plupart appelées **tribomètres** (littéralement, appareils de mesure du frottement). Ils permettent la simulation d'un grand nombre de contacts mécaniques (engrenages, bague/corps roulants, piston/chemise, ...). Ce sont des dispositifs expérimentaux pouvant avoir des mouvements :

- **alternatifs** : pion-plan, cylindre-plan, bille-plan, plan-plan tel le tribomètre Cameron Plint TE77 [MIN 04, NIC 03] par exemple.
- **rotatifs** : 4 billes, bille-plan (Timken), cylindre-plan (Falex), patin-cylindre, bidisque (SAE), bille-disque, telle la Mini Traction Machine (MTM) [FUJ 05a, FUJ 05b, FUJ 06, FUJ 04, TAY 03a, TAY 03b, TAY 00, TOP 07b] ou le tribomètre EHD par exemple.

TABLE 1.5: quelques tribomètres employés dans les laboratoires [COR 78, GEO 00]

Principe	4 billes	Cylindre/plan	Bille/disque	Bille/plan
				
		Falex	MTM, EHD	Plint, HFRR
G et/ou R	G ou RG	G seul	R, RG	G seul
V_G (m/s)	0,23 à 0,69	0,1	0,02 à 5	0,0002 à 2,1
Charge (N)	150 à 8000	1000 à 25000	0 à 75	1-10, 20-450
T (°C)	Contrôlée	Contrôlée	Amb à 150	Amb à 600
Matériaux	acier 100C6	variables	variables	variables

G= Glissement,

R= Roulement, V_G =vitesse de glissement, T= Température, Amb= Ambiante

Le tableau 1.5 présente les caractéristiques de quelques unes de ces machines. Les échantillons sont la plupart du temps en acier à l'exception du tribomètre EHD [WES 68] pour lequel le disque est en verre ou en saphir revêtu d'un film de chrome ou de silicium lorsque l'on souhaite suivre la croissance du tribofilm et des couches adsorbées en temps réel (*in situ*). Selon l'appareil utilisé, toutes ou quelques conditions de fonctionnement (vitesses, température, charge) sont contrôlables en cours d'essai. Les paramètres suivis *in situ* sont l'évolution du *coefficient de frottement* et l'*épaisseur de film* (EHD, adsorbé et/ou triboformé) séparant les surfaces. Cette dernière est effectuée principalement soit par une méthode électrique, soit par interférométrie optique [CAN 96] à l'aide d'une cale optique, en anglais « spacer layer ». La mesure de la résistance électrique du film de lubrifiant [GEO 79] fonctionne tant que les couches dont on souhaite mesurer l'épaisseur sont isolantes. Cela suppose également qu'aucun débris d'usure conducteur ne traverse le contact. C'est donc un indicateur de contact plus qu'une méthode de mesure d'épaisseur. En revanche, la mesure de la capacité électrique du contact permet une bonne estimation de l'épaisseur moyenne du film d'huile. Elle suppose connues les propriétés diélectriques du lubrifiant [LEV 02]. La méthode interférométrique autorise à la fois l'observation de la morphologie et

la détermination de l'épaisseur [LEV 02] de films transparents épais de 2 nm au moins avec une précision de ± 1 nm [SME 96, JOH 91]. La figure 1.21 montre la différence entre un dispositif interférométrique classique [CAM 66, FOO 68] et celui à cale optique permettant des mesures de films bien plus minces.

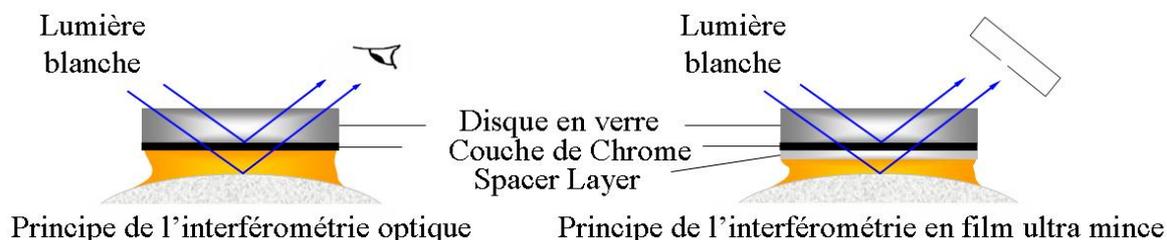


FIGURE 1.21: mesures d'épaisseur par interférométrie optique en contact : classique (à gauche) et en film ultra mince (à droite) [SPI 99]

Les **tribomètres** présentés rapidement au cours de ce paragraphe sont utilisés tant pour **connaître les performances en frottement (in situ)**, mais également pour **évaluer l'usure induite par les interactions lubrifiant/surface** et **générer des tribofilms dans des conditions précises**. La caractérisation de l'usure ne peut s'effectuer que post mortem et *ex situ* tout comme celle des propriétés structurales des tribofilms. La caractérisation morphologique des surfaces une fois que des couches y sont liées s'effectue à l'aide de quelques techniques présentées dans la partie 1.2.1.1. Parmi elles, les sondes locales et le MEB sont les plus appropriées. L'*AFM* apporte des informations quantitatives quant à la profilométrie de la surface (FIG.1.22). Le *MEB* permet en revanche une approche qualitative. L'interférométrie optique sans contact est en revanche peu employée pour évaluer l'épaisseur de couches dont l'indice de réfraction (la nature du matériau) est inconnu. Les relevés sans contact sont en effet faussés par l'apparition de pics ou de creux incohérents par rapport à la topographie macroscopique de l'échantillon.

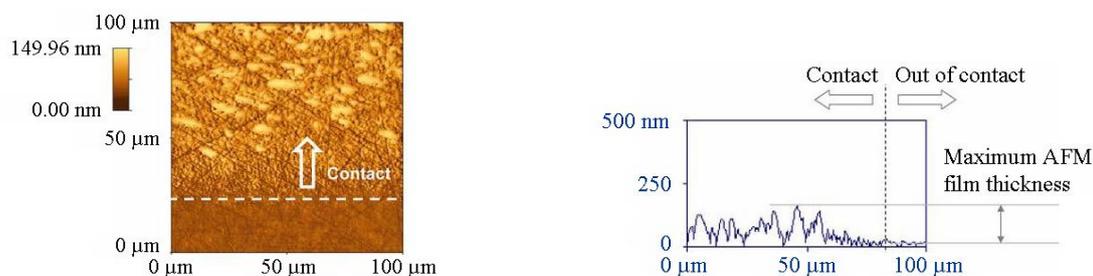


FIGURE 1.22: topographie AFM d'un tribofilm [TOP 07b]

La nanoindentation réalisée à l'aide d'une machine à force (par indenteur Berkovitch [BEC 99] ou à l'aide d'une sphère [TON 99, BEC 99]), d'un nanoindenteur [DEM 06] et l'*AFM* utilisé en mode tapping donnent accès aux propriétés mécaniques des tribofilms. Les caractéristiques physico chimiques, c'est-à-dire la composition et l'état chimiques ainsi que la structure moléculaire des tribofilms sont obtenues par les techniques spectroscopiques dont le principe de base est expliqué par la figure 1.19. A priori, seules les spectroscopie infrarouge et Raman autorisent le suivi in situ de l'évolution de l'information chimique de couches en cours de formation [SPI 99]. Le couplage de tribomètres et de dispositifs analytiques permet la non contamination des espèces adsorbées ou triboformées par l'air ambiant. Le tribomètre ultraviolet de l'Ecole Centrale de Lyon, par exemple, réunit un tribomètre pion/plan ainsi que les techniques d'analyse par Spectroscopie

pies des Electrons Auger (AES) et des Photoelectrons dues aux rayons X (XPS)[MAR 97]. Les informations chimiques élémentaires et statutaires du tribofilm sont ainsi garanties.

Le dispositif SLIM (*Spacer Layer Imaging Method*) juxtaposé à la MTM [CAN 96, FUJ 04] permet le suivi de la formation du tribofilm au cours de sa génération grâce à l'interférométrie optique. Il existe une différence entre les épaisseurs obtenues par cette technique et l'évaluation qui en est faite par combinaison de l'abrasion ionique et d'analyse Auger. La mesure SLIM est effectuée sur l'échantillon baignant dans le lubrifiant testé. Elle tient donc compte des couches d'additifs simplement adsorbées sur le tribofilm. En revanche, la mesure obtenue en ultravide ne peut être réalisée que sur un échantillon nettoyé.

Les tribomètres dont les fonctionnements ont été cités précédemment permettent de tester les performances des lubrifiants dans des conditions de fonctionnement variées et ainsi de connaître les couples (formulation/ conditions de fonctionnement) les plus propices au développement de tribofilms.

Conditions de fonctionnement propices à l'adsorption et/ou à la formation de tribofilms

Comme l'indiquent les définitions établies au début de cette partie, les tribofilms se forment uniquement dans les zones de contact. Certains additifs s'adsorbent chimiquement au cours d'essais tribologiques en dehors des zones de contact et résistent à un nettoyage classique (immersion aux ultrasons dans un bécher de solvant pendant une dizaine de minutes). L'épaisseur et les propriétés de ces deux types de couches dépendent évidemment de la nature des additifs considérés, mais également des conditions de fonctionnement (configurations de contact, température, pression, présence de glissement, rugosité, ...) et des techniques de mesure employées. Nous donnerons ici les tendances générales qui semblent se détacher des nombreuses études reportées dans la littérature.

Sous l'effet de la température, des additifs s'adsorbent chimiquement sur les surfaces. Le simple fait de plonger des pièces métalliques dans un bain d'huile régulé en température provoque la décomposition des additifs et leur réaction avec la surface. Ainsi, Kubo et al. [KUB 06] ont relevé des couches adsorbées issues d'un détergent (Sulfonate de Calcium SurBasé ou SuCaSB) d'une vingtaine de nanomètres (après nettoyage) après une immersion de 120 min dans un récipient à 150 °C. Dans les mêmes conditions, Fujita et Spikes [FUJ 04] avaient reporté des épaisseurs identiques pour un film thermique de ZnDTP cette fois, mesurées à l'aide du dispositif SLIM (voir FIG.1.23 à gauche). Il semble donc qu'une température seuil soit nécessaire pour activer l'adsorption thermique des additifs sur un substrat métallique (voir FIG.1.23 à droite pour le cas du ZnDTP). La formation de tels films passe par la décomposition de la molécule active en espèces plus réactives qui s'adsorbent ensuite chimiquement sur les surfaces.

Dans les contacts glissants, les interactions entre additifs et surfaces en acier peuvent avoir lieu dès l'ambiante. Wang et al. [WAN 07] montrent qu'un tribofilm de TCP (TriCrésylPhosphate) se forme dès que le glissement commence dans un contact bille (M50, Ra= 0.01 μm)/ disque (M50NiL, Ra= 0,110 μm) en glissement pur à 3 m/s pour des pressions moyenne comprises entre 1,13 et 2.05 GPa entre 20 et 40°C. L'apport d'énergie supplémentaire (pression, glissement) au système accélère les réactions : les tribofilms obtenus ont des compositions chimiques similaires, sont plus épais et plus résistants que les films thermiques (ZDDP, [BAN 97, FUL 97, SUO 98]). Pour les tribofilms issus de détergent (SuCaSB), les épaisseurs mesurées peuvent varier d'une dizaine de nanomètres [MIN 05, COS 07] à un micron [GIA 95]. Les tribofilms de ZnDTP, eux, se stabilisent dans la gamme 50-160 nm sur les surfaces en acier [MIN 04, FUJ 05b].

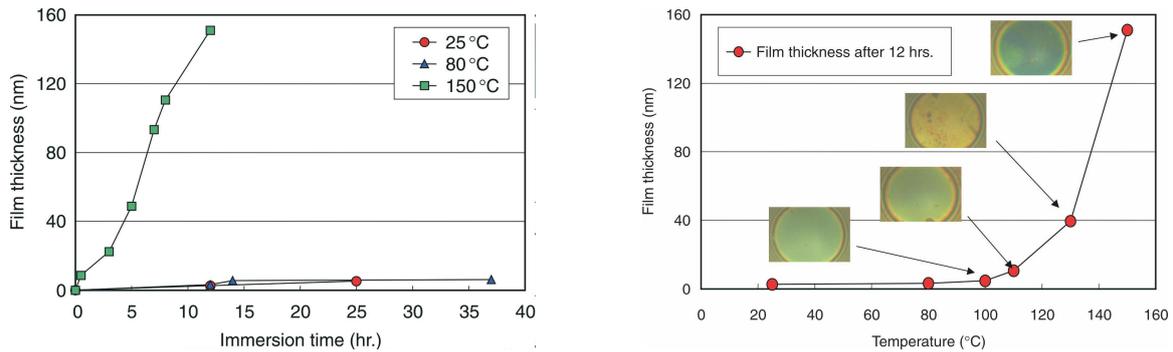


FIGURE 1.23: influence de la température sur la création d'un film thermique de ZnDTP [FUJ 04]

Les tribofilms de ZnDTP sont, à priori, uniquement formés en contact glissant [SPI 04]. Ils ne se développent pas en roulement pur et sont à la fois plus minces et plus long à croître sur les substrat lorsque le paramètre λ est augmenté [FUJ 04]. Les études menées sur des contacts soumis à du roulement glissement avec des solutions de ZnDTP et de SuCaSB [FUJ 05a, FUJ 05b, FUJ 06, FUJ 04, TAY 03a, TAY 03b, TAY 00, TOP 07b, TOP 07a] s'accordent sur les points suivants :

- la croissance du tribofilm est d'autant plus rapide que le taux de glissement augmente ;
- pour des taux de glissement de 50%, à 100 °C, des tribofilms de 80 à 160 nm d'épais sont mesurés sur des surfaces relativement lisses ($R_q = 11$ nm) dès 30 min de fonctionnement ;
- une augmentation de la température d'essai accélère la formation du tribofilm ;

Dans un contact glissant, une variation de pression a à priori peu d'influence dès lors qu'elle reste faible. Récemment, Gauvin et al. [GAU 07] ont montré à l'aide d'une enclume diamant équipée d'un spectromètre Raman que les transitions de l'orthophosphate avaient lieu à partir de 3 GPa (pression hydrostatique). En revanche, aucune modification du pyrophosphate n'a été observée jusqu'à 20 GPa. Ces deux produits simulent les verres de phosphates constituant les tribofilms de ZnDTP.

Glissement, température et additifs réactifs avec les surfaces sont donc les ingrédients principaux de formation des tribofilms dans les zones de contacts. Seule la température, suffisamment élevée, est nécessaire à l'adsorption de molécules sur les surfaces.

Les additifs utilisés dans les transmissions sont la plupart conçus pour agir sur les surfaces. Dès lors, une compétition s'engage. Les contacts entre dents d'engrenages ou corps roulants et cages de roulement sont soumis à un taux de glissement variable, favorable à la création d'un tribofilm de propriétés et épaisseur variables selon les additifs présents dans le lubrifiant. Dans le même temps, dès que la température est suffisante, le phénomène d'adsorption peut intervenir sur l'ensemble des surfaces métalliques. Il est supposé précurseur à la formation d'un tribofilm. L'endommagement par fatigue de contact est un processus plus long que ne le sont l'adsorption et la tribosorption de molécules d'additifs sur les surfaces.

Est-ce que ces phénomènes jouent un rôle dans l'accélération ou le ralentissement de la fatigue de contact ?

Quelle est la phase (amorçage, propagation) qui est concernée ?

Telles sont les principales interrogations qui se posent alors que de nombreux essais montrent que le lubrifiant a un réel impact sur ce type d'endommagement. Nous verrons dans la partie suivante

les arguments proposés depuis plusieurs dizaines d'années pour expliquer ceci.

1.3 Influence du lubrifiant formulé sur la fatigue de contact

1.3.1 Etat des lieux

De nombreux travaux publiés depuis les années 1930 [WAY 35] attestent d'une influence des lubrifiants (base et/ou additifs) sur le développement des avaries de fatigue de contact dans les roulements et les engrenages [LIT 68, BIS 64, BAR 75, POP 77]. Il est cependant difficile de synthétiser l'ensemble des informations de cette littérature compte tenu de la variété des essais réalisés (machines et conditions de fonctionnement) et de la multiplicité des formulations testées (nature de l'huile de base, présence d'un ou plusieurs additif, nature du/des additifs), comme constaté par Scott dès 1957 [SCO 57].

Etudier l'impact que peut avoir le lubrifiant sur des pièces métalliques dans le processus d'endommagement par fatigue de contact touche plusieurs échelles. Une compréhension complète passe par la mise en relation de données à la fois temporelles (durée de vie en heures le plus souvent ; cinétique de réaction des composés chimiques mis en jeu variant de moins d'une seconde à quelques minutes) et métriques (taille des molécules, dimension des fissures, micro-écailles et écailles). Une analyse optimale suppose par conséquent la mise en œuvre d'essais mécaniques de durées variables couplés à des observations et à des analyses chimiques des surfaces. Si cette méthodologie est préconisée depuis longtemps [LIT 76], elle n'est jusqu'à l'heure que peu mise en œuvre.

Au cours d'une étude regroupant quelques 430 essais de fatigue Littmann et al. [BHA 76, HOW 76, LIT 76] ont en particulier mis à jour une possible influence de l'introduction de glissement dans un contact EHD. Le passage d'un taux de glissement de 3,3 à 30% a entraîné (d'après cette étude) une réduction de la durée de vie d'un facteur 40. Bien que les causes de cet écart soient restées inexplicées, il semble que l'introduction de glissement dans un contact EHD réduise de manière significative la durée de vie en fatigue. Des études plus récentes suivent les mêmes tendances [MAW 00, NAK 95].

D'après la partie 1.1.2.3, la fatigue de contact se traduit par l'apparition d'écailles de tailles variables à la surface. Elles font suite à l'amorçage et à la propagation de fissures. Le problème à résoudre se situe donc au niveau de l'action du lubrifiant (huile de base et/ou additifs) dans le processus d'amorçage et/ ou de propagation des fissures. La première hypothèse met en cause la variation de l'épaisseur de film EHD séparant les surfaces due à des modifications de la viscosité du lubrifiant. La seconde est liée à l'éventuelle présence de lubrifiant dans une fissure. La troisième concerne la présence d'atomes d'hydrogène au voisinage de la pointe des fissures. Enfin, la dernière fait l'objet de nombreuses études qui tentent de relier la présence de tribofilms sur les surfaces au développement d'avaries de fatigue.

1.3.2 Rôle d'une variation d'épaisseur de film d'huile

Quatre variables affectent la viscosité : le taux de cisaillement, la température, la pression, et la durée du cisaillement [GEO 00]. D'après la théorie E.H.D. [HAM 76a, HAM 76b, HAM 77] et des essais [CHE 94a], le lubrifiant le plus visqueux devrait permettre d'atteindre des durées de fonctionnement plus longues avant apparition de micro-écaillage [BIS 64]. L'accroissement de viscosité augmente en théorie la séparation des surfaces réduisant le développement des endommagements.

Sachant que la nature (minérale paraffinique ou naphthénique, synthétique, ...) de l'huile de

base détermine, entre autres, sa viscosité [ROU 75a], la variation de celle-ci avec la température [AYE 92, KOV 66] et avec la pression [AYE 92, CAR 58, CUL 76] ainsi que sa tenue à l'oxydation [KOV 66], elle conditionne la réponse en fatigue. A noter que certaines de ces études reportent des classements performance/ nature de l'huile inverses selon les propriétés étudiées [CUL 76, KOV 66, POP 77, ROU 75a].

Il apparaît de plus que selon la composition du lubrifiant (nature de l'huile de base [NAK 95] ou des additifs [CAR 99, ERR 02, HOE 99, O'C 98, O'C 03, SCH 84]), l'augmentation de la viscosité ne permet pas systématiquement la réduction de l'endommagement par fatigue. Ainsi, Michau [MIC 74] a montré que les huiles agissent de manière différente sur la propagation en profondeur des fissures amorcées en surface suivant leur viscosité. Il ne conclut rien concernant les effets finaux sur la propagation.

1.3.3 Rôle du fluide présent dans les fissures

Dès 1935, Way [WAY 35] proposa une théorie de propagation de fissures débouchantes dans lesquelles se serait infiltré du lubrifiant. Avant le passage de la charge, de l'huile entre dans la fissure. Elle s'y trouve piégée et fortement comprimée lorsque les lèvres se referment au cours du contact. Cette compression sous pression hydraulique serait à l'origine de la propagation de la fissure.

Les simulations numériques proposées par Kaneta et Murakami [KAN 87] ainsi que Bower [BOW 88] s'appuient sur la mécanique linéaire de la rupture. Celle-ci propose trois modes de propagation (FIG.1.24) pouvant être combinés au cours du fonctionnement pour entraîner la propagation : le mode ouverture-fermeture (mode I), le mode plan (mode II), le mode mixte (mode III). Le calcul du facteur d'intensité de contraintes à la pointe de la fissure, qui dépend des contraintes environnantes, de la longueur de la fissure et de son inclinaison par rapport à la surface, permet de statuer sur l'arrêt ou la propagation de l'élongation de la fissure.

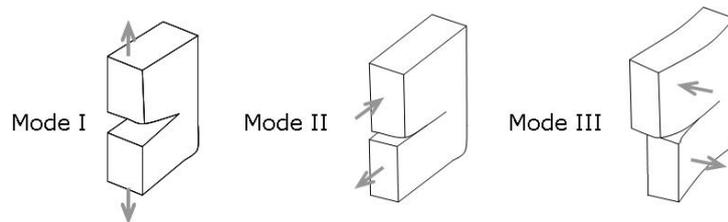


FIGURE 1.24: modes de propagation de fissures

L'influence du lubrifiant sur la propagation des fissures suppose que celui-ci y est entré. A partir de simulations numériques, Kaneta et al. [KAN 87] déterminèrent la configuration de fonctionnement (orientations de la fissure, du déplacement de la charge (\Rightarrow), et du glissement (\rightarrow) dans laquelle les fissures avaient le plus de chance de se propager (FIG.1.25). Les fissures inclinées d'un angle aigu par rapport à la surface se propagent plus facilement. Kaneta et Murakami montrèrent expérimentalement et numériquement que la configuration la plus favorable à la propagation correspond aux fissures initiées sur la surface menée (dans les contacts roulant glissant) dans laquelle la force de frottement s'oppose au passage de la charge [KAN 87]. De plus, la dimension de l'ouverture doit être optimale pour à la fois autoriser l'entrée et éviter le reflux.

Le fluide peut agir de trois façons différentes [BOW 88] dans les fissures (FIG.1.26) :

- il lubrifie les faces de la fissure sans y exercer de pression ;

- il est forcé à pénétrer dans la fissure, il transmet la pression exercée par le passage de la charge aux faces de la fissure ;
- il est piégé dans la fissure lorsque les lèvres de la fissure se referment. Le fluide emprisonné empêche dans ce dernier cas la fermeture de la fissure et est poussé vers la pointe de la fissure.

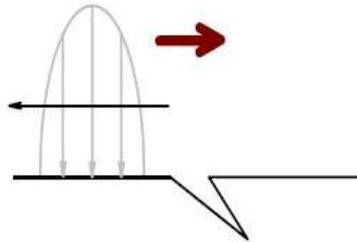


FIGURE 1.25: configuration du contact autorisant la propagation des fissures [KAN 87]

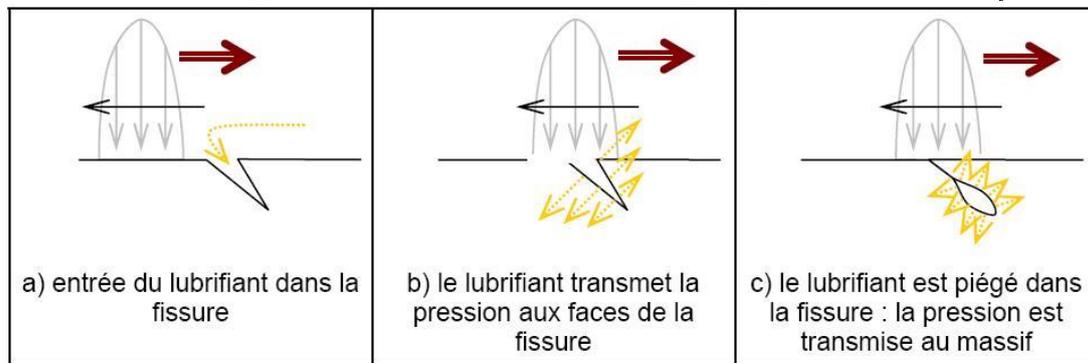


FIGURE 1.26: deux types d'effets du lubrifiant sur la propagation de fissure

Les simulations numériques et expérimentales citées précédemment mettent en jeu des fissures dont l'ouverture varie d'un à deux cent microns et la longueur allant jusqu'au millimètre [KAN 87], correspondant à un stade avancé de celles rencontrées classiquement dans les roulements et engrenages. La validité des hypothèses émises dépend à la fois de la taille des molécules du lubrifiant ainsi que de leur mobilité sur la surface.

Une étude menée par Evans et al. [EVA 04] apporte quelques éléments de réponses quant aux dimensions des fissures (observées grâce à des coupes TEM de la surface de roulements à rouleaux coniques) et à leur contenu post essai. Ils reportent des fissures nanométriques (ouverture en dizaine de nanomètres, longueur en centaines de nanomètres). Une analyse EDX du contenu de ces fissures montre la présence de fer, de manganèse, de chrome, ainsi que d'importantes quantités d'oxygène et de carbone qui pourraient provenir de l'introduction de lubrifiant dans la fissure.

Les travaux de Boussouar, ont permis la mise au point d'un modèle de calcul de la pression exercée par le lubrifiant sur les fissures débouchantes, validés par des essais [BOR 98b, BOR 98a]. L'application de ce modèle au cas d'une fissure réelle, sollicitée par le passage d'un contact en roulement-glisement a permis de montrer que le glissement n'est pas nécessaire pour que le lubrifiant pénètre dans la fissure et que le lubrifiant provoque une augmentation de la sollicitation en cisaillement de la fissure.

Le passage d'une micro-écaille de fatigue dans le contact [OLV 04b] montre que dans la configuration de la figure 1.25, en sortie du contact, du lubrifiant est expulsé du défaut, validant la pénétration de lubrifiant dans des conditions réelles.

1.3.4 Rôle de l'hydrogène

Le rôle néfaste de l'hydrogène [IMR 06, KIN 03, KOH 06] fut identifié avant la fin du XIX^e siècle [PHI 98]. La fragilisation de l'acier par l'hydrogène conduit irrémédiablement à l'endommagement des pièces touchées et à une réduction significative de la durée de vie en fatigue. Elle se traduit par une propagation sous-critique des fissures (facteur d'intensité de contrainte inférieur à la valeur critique).

Le mécanisme fragilisant lui-même n'a pas encore été identifié. Cependant, il est supposé que l'atome d'hydrogène, très mobile et de taille bien inférieure aux molécules constitutives de l'huile, vient s'adsorber sur les surfaces fraîchement mises à nu par le frottement ou aux pointes de fissures en cours de propagation avant de diffuser dans le matériau.

L'hydrogène atomique est généré notamment lorsque des molécules d'eau (dues à l'humidité ambiante [CAN 77, ROW 82]) ou des hydrocarbures se dissocient [KOH 06]. Il peut également provenir de l'élaboration du métal (humidité des atmosphères d'élaboration).

Cantley [CAN 77] a montré que la capacité d'absorption en eau des huiles varie selon la composition chimique des lubrifiants. Ce sont les bases synthétiques qui y sont les plus sensibles. Ce paramètre doit faire l'objet d'études complémentaires avant toute conclusion concernant un impact éventuel sur les performances en fatigue.

Les solutions identifiées jusqu'alors pour remédier à ce type d'endommagement consistent à éviter que l'hydrogène ne soit présent, à éviter les concentrations de contraintes ou encore à piéger l'hydrogène en utilisant par exemple des additifs [ROW 82] qui :

- Neutralisent les protons issus de la décomposition des molécules à la surface ;
- Forment des films hydrophobes à la surface ;
- Maintiennent les molécules d'eau en suspension dans le lubrifiant.

1.3.5 Rôle des additifs dans le développement de l'endommagement de fatigue

1.3.5.1 En surface : rôle des tribofilms

Depuis les années 1970, de nombreuses études ont été menées pour mieux comprendre comment les additifs protègent les surfaces des roulements [BAR 76, FOW 81, LAC 86a, LAC 86b] ou tout du moins quel est leur rôle dans les performances de ces mécanismes. L'usage d'additifs n'est, en effet, pas toujours bénéfique. Il est à présent admis que les mécanismes d'action incluent la formation de tribofilms d'épaisseur allant jusqu'à plusieurs centaines de nanomètres liés à la surface suite à des réactions chimiques entre les additifs et le métal. La plupart du temps, ces films protègent les surfaces de l'usure. Leur présence permet sous certaines conditions, l'allongement de la durée de vie de ces mécanismes. Quelques hypothèses quant à leur action précise sur le développement des fissures ont été émises et font l'objet des paragraphes suivants.

Ces tribofilms sur les surfaces contribuent à augmenter la séparation des surfaces en contact [FOW 81, LAC 86a, PAR 71, SAS 85, TRA 74]. L'épaisseur du tribofilm formé s'ajoute à l'épaisseur de film EHD, réduisant la sévérité des conditions de contact entre les aspérités de surface. Au contraire, selon Taylor [TAY 03a, TAY 03b], la rugosité du tribofilm de ZnDTP empêcherait l'entraînement du lubrifiant entre les surfaces, réduisant ainsi l'épaisseur de film EHD.

Des essais reproduisant les conditions de fonctionnement rencontrées dans les engrenages ont montré un effet négatif des additifs anti usure et extrême pression sur le développement du micro écaillage [OLV 04a, TOR 96]. Ces additifs semblent être à l'origine de la formation d'un tribofilm qui empêche ou retarde le rodage des surfaces. En l'absence d'additifs, au cours de leur mouvement relatif en début de fonctionnement, les surfaces neuves sont soumises à un rodage

puis à de l'usure qui conduit à une géométrie plus conforme des surfaces. La pression exercée au point de contact diminue ainsi, autorisant l'allongement de la durée de vie du mécanisme par rapport à la configuration initiale du contact. La présence d'additifs anti-usure vise à réduire les phénomènes d'usure. Leur ajout à un lubrifiant empêcherait le rodage des surfaces. Les sur-contraintes (induites par la pression de contact) ne diminuant pas au cours du fonctionnement, l'endommagement par fatigue serait favorisé.

Il est également possible que l'usure des surfaces provoque, l'élimination des microfissures amorcées en surface en même temps qu'elle rend les surfaces plus conformes. La durée de vie du mécanisme pourrait être allongée de la sorte.

Les deux dernières hypothèses peuvent être validées si des chercheurs parviennent à relier la présence du tribofilm et le développement ou non d'un réseau de fissures de fatigue.

L'observation de l'extrême surface des échantillons a été améliorée avec les progrès en matière de technique de préparation d'échantillon en coupe (la technique FIB en particulier) pour la microscopie électronique en transmission. En particulier, l'utilisation de la technologie FIB permet de s'assurer que la présence des fissures en surface n'est pas liée à la coupe. Récemment, l'usinage de lames FIB dans des roulements à rouleaux coniques testés en fatigue de contact de roulement [EVA 04, EVA 05] et dans des plans issus d'essais réalisés en glissement pur [MIN 04] ont été publiés.

Evans et al. [EVA 04, EVA 05] ont ainsi pu observer pour les conditions les plus sévères testées ($\lambda = 0,3$; $p_H = 2,2$ GPa) les fissures présentes pour l'essai avec huile minérale seule (voir figure 1.27) n'apparaissent pas lorsque l'on y ajoute des additifs au soufre et au phosphore (destinés à la lubrification des engrenages).

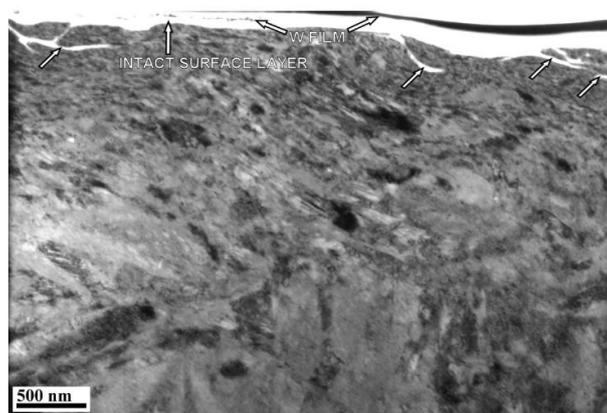


FIGURE 1.27: coupe TEM d'un rouleau testé à $\lambda = 3$. La couche de tungstène a été déposée juste après l'essai portège les couches de surface. Les flèches blanches libres désignent des fissures [EVA 04]

Suite à ce travail, les auteurs supposent que la fissuration pourrait être due à une réaction chimique ou que l'ajout des additifs S-P aurait remédié à l'amorçage de ces fissures [EVA 05]. Cette étude ne permet cependant pas d'expliquer le processus par lequel les additifs S-P réduisent la durée de vie [NIX 95b, O'C 05, TOR 88, TOR 96, WAN 92].

Ces mêmes techniques d'observation ont permis à C. Minfray [MIN 04] de mettre en évidence l'obstruction de fissures (en blanc sur la figure 1.28) par un tribofilm de ZnDTP. Celui-ci a été généré par un contact en glissement pur entre un cylindre et un plan en acier 100Cr6 lubrifié par un mélange à 1% de ZnDTP sous une pression de 850 MPa. Le tribofilm n'est pas déchiré lors de la coupe, il apparaît solide et cohérent.



FIGURE 1.28: image TEM d'une coupe transversale de tribofilm de ZnDTP[MIN 04]

C. Minfray a par ailleurs constaté une transformation du matériau occupant les 500 nm immédiatement sous le tribofilm. Ce dernier serait modifié par écrouissage du matériau. Evans et al. [EVA 04, EVA 05] reportent également des déformations du matériau de l'extrême surface qu'ils attribuent aux conditions limites de l'essai à $\lambda = 0,3$ effectué avec un glissement faible. Ces conditions extrêmes entraîneraient une déformation sous tension de la surface [BOW 89, CHO 02, TOR 88].

Les tribofilms observés à plusieurs reprises sur les surfaces au cours ou à la fin d'essais de fatigue de roulement et d'engrenages [EVA 04, EVA 05, PHI 78] semblent donc jouer un rôle dans le développement des avaries qui y sont liées. De nombreuses études ont été menées pour mieux comprendre les mécanismes menant à leur formation et la nature des éléments qui les composent. Elles font l'objet de la partie suivante.

1.3.5.2 Dans les fissures

Les travaux de Olver [OLV 04b] montrent respectivement la pénétration du lubrifiant dans les fissures de fatigue. Les simulations effectuées par Boussouar indiquent que dans les fissures, le lubrifiant provoque une augmentation de la sollicitation selon le mode II de la fissure. Il est alors envisageable que les mécanismes de génération des tribofilms observés à la surface des pièces métallique aient lieu entre les lèvres des fissures. Ceci n'a pas été prouvé à l'heure actuelle.

1.4 Problématique

Les endommagements de fatigue sont aujourd'hui principalement initiés à la surface des contacts EHD, suite à l'amorçage et la propagation de fissures. L'influence du lubrifiant sur le développement de ces avaries n'est pas clairement établie. Plusieurs paramètres peuvent entrer en jeu. Dans un premier temps, ses caractéristiques visqueuses et piezo visqueuses jouent sur l'épaisseur de film EHD. L'hydrogène issu des hydrocarbures est lui aussi un facteur reconnu dans la fragilisation des aciers. En revanche, la pénétration de fluide dans les fissures n'a pas été prouvée. Dès lors, seules des hypothèses peuvent être formulées quant à son piégeage dans les fissures et les mécanismes à l'origine de leur propagation qui pourraient en découler. Ceux-ci comprennent à la fois le rôle de l'huile de base et d'autre part celui des additifs, s'il est possible de les découpler. L'influence des additifs dans l'accélération ou le ralentissement du processus d'endommagement n'est pas particulièrement claire. Si leur présence est liée à la formation d'un tribofilm dans les zones de contact, le rôle de ce dernier dans l'amorçage et la propagation des fissures de fatigue n'est pas élucidé.

Roulements et engrenages fonctionnent notamment dans des conditions de glissement très différentes. La résistance variable de chacun au développement des endommagements de fatigue pourrait en être issue. Quel est alors le rôle :

- du glissement dans les interactions lubrifiant/surface métallique ?
- des additifs adsorbés, mais également des tribofilms résultants de ces interactions dans chacune des étapes du processus de fatigue ?

Quelques éléments de réponses pourraient être apportés à propos de ces deux interrogations grâce à des études pluridisciplinaires combinant des tribomètres, des machines de fatigue et des outils d'observation et d'analyse complémentaires, comme proposé dans ce travail de thèse. Elle propose d'une part la simulation des endommagements de fatigue sur machine bidisque et d'autre part la formation de tribofilms à l'aide d'une machine bille/disque. Les observations microscopiques et les analyses physico chimiques appropriées à chaque type d'essai ont été réalisées. Au cours de ce travail, des lubrifiants mono et multi additifs ont été testés pour permettre de mieux comprendre le rôle de chaque composé dans une formulation plus globale de boîte de vitesses manuelle. Le prochain chapitre présente donc la méthodologie mise en oeuvre pour mener à bien ce projet.

Chapitre 2

Méthodologie et Outils Expérimentaux

Ce chapitre présente les procédures expérimentales ainsi que les moyens mis en oeuvre pour mieux comprendre l'influence des additifs sur le développement des avaries de fatigue dans les roulements.

Pour cette étude :

- des essais tribologiques ont été effectués à l'aide d'un tribomètre bille-disque ;*
- des essais de fatigue ont été réalisés sur une machine bidisque.*

La majorité de ces essais a été complétée par des analyses de surface :

- les spectroscopies Auger (AES) et de photoélectrons (XPS) ont été effectuées sur les billes MTM et la surface de deux écailles de fatigue ;*
- la spectrométrie des rayons X (EDX) a permis l'analyse*
 - des zones de contact en surface des galets de fatigue ;*
 - des faces des fissures ouvertes suite à l'arrachement des écailles sur les galets et les écailles ;*
 - des faces d'une fissure mise à jour suite à la réalisation d'une coupe FIB transversale à une fissure ouverte.*

La méthodologie adoptée au cours de ce travail de thèse est exposée dans un premier temps, avant de préciser les matériaux puis les protocoles expérimentaux employés.

2.1 Méthodologie

Cette étude a pour objectif d'apporter des éléments de compréhension à l'influence des additifs de lubrification sur l'endommagement par fatigue de contact dans les roulements. D'une manière générale (voir chapitre 1, partie 1.2.2.1), il a été montré que l'action des additifs consiste à s'adsorber sur les surfaces ou à former des tribofilms.

En supposant que les additifs jouent un rôle dans le développement de l'endommagement lié à la fatigue de contact des aciers à roulement, l'action des additifs (formation de tribofilms et/ou adsorption) serait donc localisée au niveau de l'amorçage des fissures et/ou de leur propagation. Il faut donc déterminer :

- si les additifs s'adsorbent sur les surfaces et/ou s'ils contribuent à la formation d'un tribofilm ;
- où ces réactions entre additifs et surface métallique ont lieu : sur les surfaces ou sur les faces des fissures naissantes.

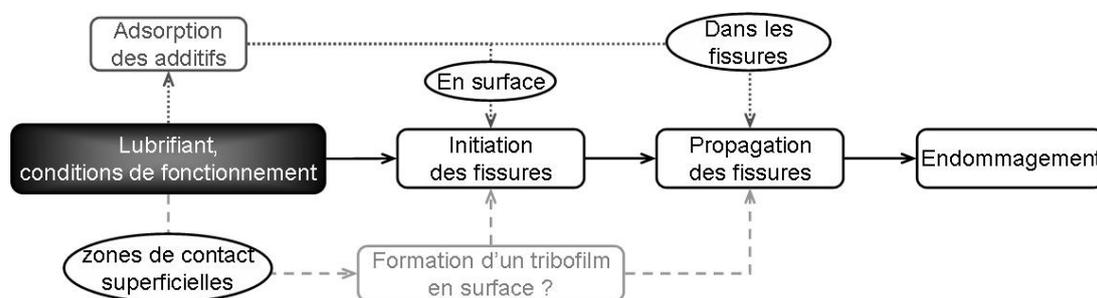


FIGURE 2.1: influence potentielle des additifs sur la fatigue de contact

Le schéma FIG.2.1 présente le raisonnement suivi : les flèches en traits interrompus représentent les hypothèses à vérifier. Pour déterminer les principaux mécanismes d'actions et les localiser, des essais en conditions de glissement variable couplés à des observations et des analyses des surfaces (comme proposé par Littmann et al. dès 1976 [LIT 76]) ont été menés. Ces dernières permettent de localiser, qualifier, voire quantifier les éléments chimiques présents sur les surfaces. Des essais de fatigue et des essais tribologiques en conditions de roulement glissement variable ont donc été effectués avec divers lubrifiants.

L'ensemble des essais est basé sur :

- la sélection de quelques additifs de fonctions différentes présents dans les boîtes de vitesses,
- la sélection d'une molécule active pour chaque fonction sélectionnée,
- l'utilisation d'une seule huile de base pour formuler les lubrifiants tests : une base minérale,
- l'utilisation d'un seul acier : acier 100Cr6 (AISI 52100).

Quatre additifs de fonctions différentes ont ainsi été choisis selon les résultats disponibles dans la littérature et les tendances de formulations actuelles (voir partie 2.2.2). Seules cinq combinaisons entre ces additifs seront présentées dans la suite de ce mémoire, en plus de l'huile de base seule et de l'huile contenant tous les additifs.

Les essais de fatigue permettent d'obtenir des durées de vie en roulement glissement réduit. Les faciès d'endommagement ((micro-) écaillage) ont été observés post mortem à l'aide d'un microscope optique et d'un microscope électronique à balayage. Des analyses physico chimiques (techniques spectroscopiques détaillées plus tard dans ce chapitre) ont ensuite été effectuées :

- dans la zone de contact permettant de détecter d'éventuels tribofilms, de les localiser et de les caractériser ;

- sur les faces des fissures ouvertes autorisant la détection des éléments chimiques, leur localisation et leur caractérisation ;
- sur les faces des fissures mises à jour par des coupes transversales.

Ces essais de fatigue, longs (au plus une semaine), n'ont été effectués *que pour quelques lubrifiants*. Ainsi, il a été possible de statuer pour chaque lubrifiant testé quant à la présence d'un tribofilm ou de couches adsorbées dans la zone de contact, près des fissures ouvertes à la surface et dans ces fissures. De plus, le contenu élémentaire et l'épaisseur des couches éventuellement détectées auront été caractérisés par les analyses effectuées.

Les essais tribologiques sont moins coûteux et plus rapide que des essais de fatigue. Tous les lubrifiants sélectionnés les ont subis. Ils donnent une mesure du coefficient de frottement entre les surfaces et permettent d'étudier l'influence des conditions de fonctionnement sur la formation des tribofilms en roulement glissement. Combinés à des analyses de surfaces, les essais tribologiques donnent accès à la compréhension des mécanismes de réaction des additifs avec les surfaces métalliques pour diverses conditions de fonctionnement. Dans cette étude, les *paramètres variables* d'un essai à l'autre ont été :

- *la durée* : initialement équivalente à la durée des essais de fatigue (une quinzaine d'heures), elle a été réduite pour étudier la cinétique de formation des tribofilms.
- *le taux de glissement (SRR)* : de quelques pourcents (voir définition dans la partie suivante) pour reproduire les conditions rencontrées dans les roulements à plusieurs dizaines de pourcents pour tendre vers celles rencontrées dans les engrenages.

Ces deux types d'essais ont été comparés. Des analyses ont été effectuées dans les zones de contact de chacun selon le schéma FIG.2.2.

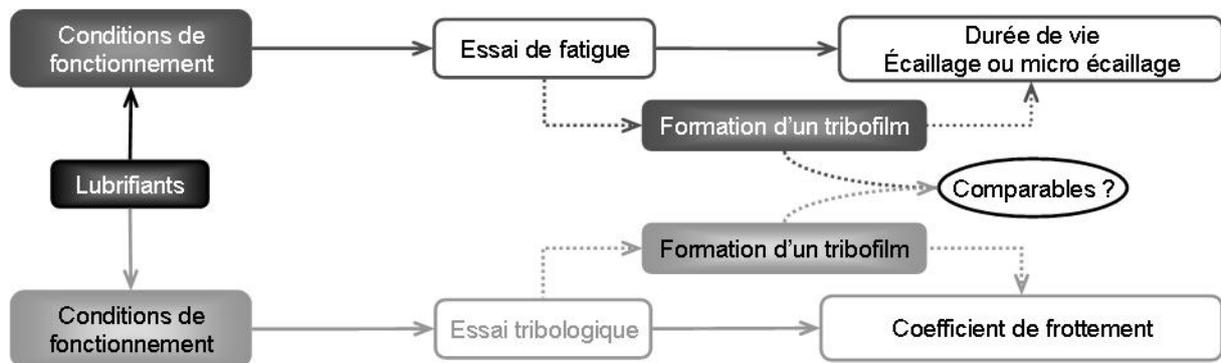


FIGURE 2.2: comparaison des tribofilms formés au cours des essais de fatigue et des essais tribologiques

2.2 Lubrifiants étudiés

Les lubrifiants considérés dans ce travail ont été formulés selon les tendances actuelles du marché et les normes environnementales en cours. Une huile de base minérale et quatre additifs ont ainsi été sélectionnés. La nature exacte des additifs étant confidentielle, seule la famille à laquelle ils appartiennent est précisée.

2.2.1 L'huile de base

L'huile de base (HB) utilisée pour l'ensemble de ce travail est minérale. Elle appartient au groupe III (selon la classification API [AYE 03]). Les caractéristiques de cette huile de base minérale sont rassemblées dans le tableau 2.1.

TABLE 2.1: caractéristiques de l'huile de base

Viscosité à 80°C	12,6 cSt
Coefficient viscosité-pression à 80°C	20 GPa ⁻¹
Masse volumique à 80°C	0,8066 g/cm ³

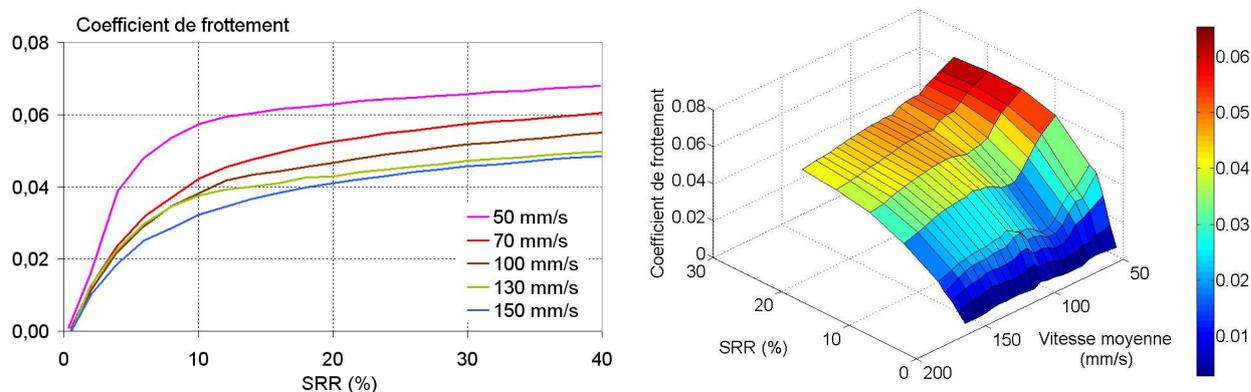


FIGURE 2.3: courbes de traction (à gauche) et de Stribeck (à droite) de l'huile de base mesurées à l'aide de la MTM (100Cr6, 80°C, 890 MPa)

2.2.2 Additifs

D'après la première partie de ce mémoire, des lubrifiants formulés avec des additifs AW et EP sont connus pour favoriser les endommagements de fatigue. De plus, dans les conditions de fonctionnement testées, ils forment des tribofilms sur les surfaces métalliques.

Les additifs sélectionnés pour l'étude sont :

- un détergent (Det) de type sulfonate de calcium surbasé (TBN 300),
- un dispersant (Disp) de type succinimide PIBSI,
- un extrême pression (EP) organo-soufré,
- un anti usure (AW) de type organothiophosphate
- un anti mousse (AM) est ajouté pour palier aux risques de moussage induits par la présence des additifs tensioactifs que sont le détergent et le dispersant.

La structure générale des molécules est présentée dans le tableau 2.2

Préliminairement à ce travail, des essais MTM furent menés avec l'huile de base, d'une part et l'huile totalement additivée (formulée avec les 5 additifs) d'autre part. Les éléments chimiques détectés dans les zones de contact étaient du calcium, du phosphore, de l'oxygène et du fer. Le soufre et l'azote, pourtant présents dans le lubrifiant testé n'ont pas été détectés. L'un des objectifs de cette thèse consiste à apporter des éléments de réponse quant à ces observations. Le tableau 2.3 donne les formulations retenues.

TABLE 2.2: molécules constituant les additifs

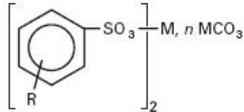
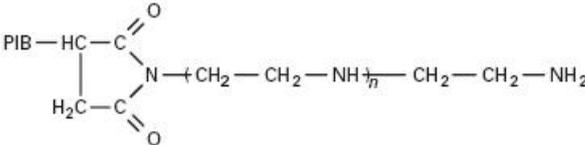
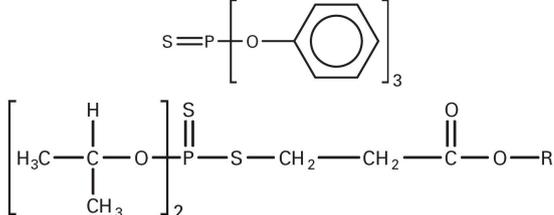
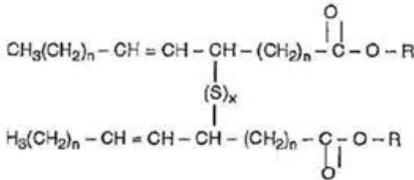
Détergent :	<p>sulfonate de calcium surbasé</p>  <p>R=C18 à C24 et M= Ca</p>
Dispersant :	<p>succinimide, ci-dessous en exemple un monosuccinimide</p> 
Anti-usure :	<p>organothiophosphate</p>  <p>Trinonylphényl- phosphorothionate, ici R= C9H19 Esters organo- thiophosphorés, ici R= C2H5</p>
Extrême pression :	<p>soufré</p>  <p>R - S - S - R R - Sx - R</p> <p>Ester sulfurisé Disulfure Polysulfure</p>

TABLE 2.3: formulations des lubrifiants testés

Référence lubrifiant	Htot	Hdet	Hep	Haw	Hdetep	Hdaw	Hepaw
AF	x	x	x	x	x	x	x
Det.	x	x	o	o	x	x	o
Disp.	x	o	o	o	o	o	o
AW	x	o	o	x	o	x	x
EP	x	o	x	o	x	o	x
x : additif présent				o : additif absent			

Les quatre additifs principaux (AU, EP, Det, Disp) sont connus pour réagir avec les surfaces métalliques pour accomplir leurs fonctions. Une compétition va donc avoir lieu à la surface entre les additifs, donnant lieu à :

- des synergies (interactions améliorant l'action des additifs),
- des antagonismes (interactions réduisant la fonction d'un ou plusieurs additifs)

– ou des neutralisations.

Les protocoles d'essais sont précisés dans les paragraphes suivants.

2.3 Essais de fatigue et analyses de surface associées

2.3.1 Détails méthodologie

La tenue en fatigue d'un couple de galets a été testée avec HB, Htot (désignée par « huile complète » et « huile totalement additivée »), Hdet et Haw à l'aide de la Machine BiDisque de Fatigue (MBDF) pour deux taux de glissement simulant les conditions dans les roulements : roulement quasi pur et glissement faible (quelques pourcents). Les résultats obtenus illustrent donc à la fois l'influence de la formulation du lubrifiant et celle d'une variation du glissement. Comme présenté dans la première partie de ce chapitre, toutes les analyses et observations ont été effectuées une fois les essais terminés. Le schéma FIG.2.4 précise la démarche expérimentale.

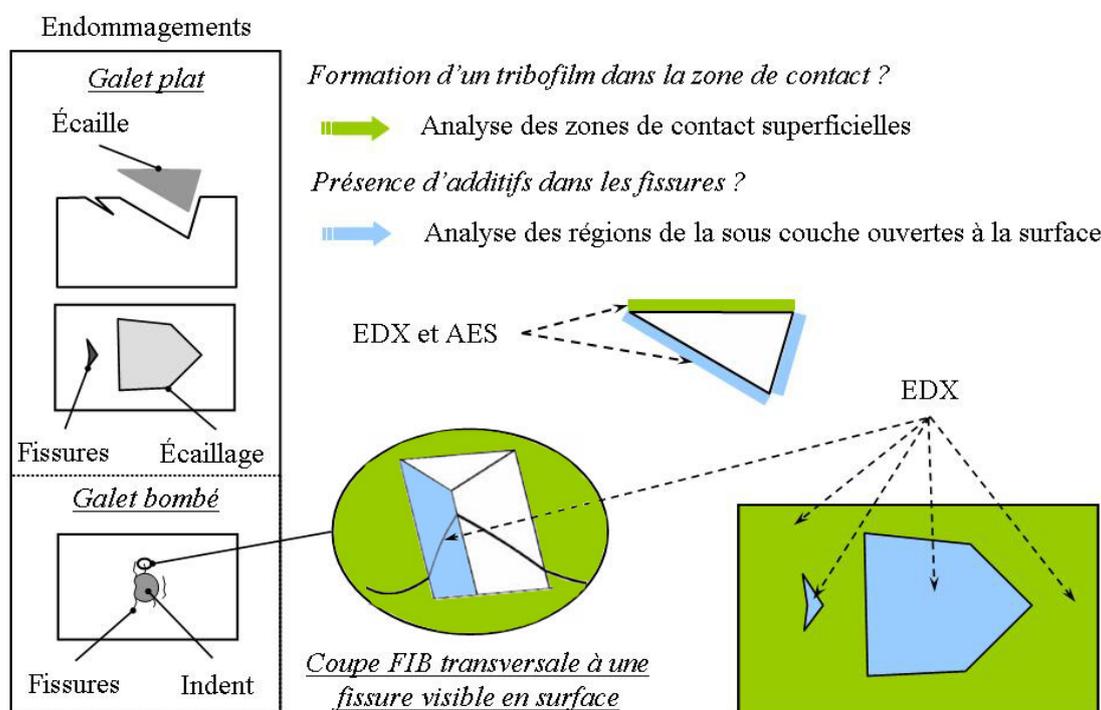


FIGURE 2.4: endommagements de fatigue et analyses de surface associées

Le fonctionnement de la MBDF ainsi que le protocole expérimental suivi sont détaillés dans cette partie.

2.3.2 Essais de fatigue à l'aide de la MBDF

La MBDF (disponible au LaMCoS) est un banc d'essai conçu pour simuler des contacts élastohydrodynamiques, tels que ceux existant entre les dents d'un engrenage ou entre les bagues et les éléments roulants d'un palier à roulement (FIG.2.5). Elle permet d'atteindre des conditions de fonctionnement plus sévères et plus proches d'un mécanisme réel que celles proposées par la MTM (voir Tab. 2.4). Le contact est formé par deux disques (cylindrique en haut et sphérique en bas) en acier 100Cr6 chargés l'un contre l'autre.

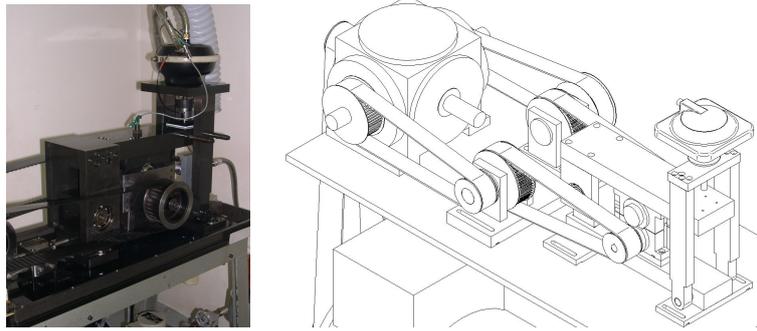


FIGURE 2.5: photo (à gauche) et schéma (à droite) de la MBDF

TABLE 2.4: comparaison des conditions de fonctionnement rencontrées dans un roulement, les maxima autorisés par la MTM en configuration bille-plan et les maxima autorisés par la MBDF

Paramètre maximal	élément roulant-bague	Contact	
		bille-plan MTM	bidisque MBDF
Pression de Hertz maximale	3 à 4 GPa	1,69 GPa	5,5 GPa
Vitesse moyenne	10 m/s	5 m/s	14 m/s

La géométrie des éprouvettes (rayons de courbures) peut être choisie afin d'obtenir l'aire de contact et la pression de Hertz voulues. La charge est appliquée par un vérin pneumatique et contrôlée par un manomètre. Les disques sont entraînés par un moteur unique dont la vitesse est variable. C'est une boîte de renvoi d'angle, associée à un ensemble de courroies et poulies, qui permet de réaliser des essais avec un taux de glissement constant de $\pm 6,6\%$ ou en roulement pur. La lubrification est assurée en sortie de contact grâce à un jet apportant de l'huile en grande quantité et à la température demandée. Deux capteurs de proximité sont utilisés pour détecter les modifications de la surface des disques (développement de fissures ou d'écaillures). L'essai est automatiquement arrêté au moment où les capteurs détectent un endommagement (variation de pente suffisante) ou bien lorsque le nombre maximal de cycles a été atteint.

Cette machine a été conçue de manière suffisamment robuste pour fonctionner pendant plusieurs centaines d'heures. En revanche, elle n'est pas instrumentée pour réaliser des mesures de frottement au cours de l'essai. Le but est de réaliser des essais d'endurance, pour connaître la durée de vie d'un contact avec un jeu de conditions de fonctionnement donné.

2.3.2.1 Accélération des essais par indentation artificielle

Lorsqu'un contact fonctionne dans des conditions adaptées (surfaces relativement lisses et suralimentation en lubrifiant), sa durée de vie peut être très longue, voire infinie [IOA 85]. De plus, cette durée de vie présente une forte variation statistique. En effet, dans des conditions de fonctionnement idéales, les endommagements vont se développer à partir de défauts du matériau ou des surfaces. L'existence et la répartition de ces défauts étant aléatoires, la durée de vie du contact présente des variations importantes.

Pour réaliser une étude expérimentale de la durée de vie des contacts, il est nécessaire de réduire cette dispersion expérimentale. De plus, il faut que les durées de vie soient suffisamment courtes, afin de limiter la durée de la campagne d'essais. Pour que les endommagements se développent toujours de la même façon, des défauts de surface précisément contrôlés sont utilisés : les indents. En fonctionnement, la présence de ces défauts introduit des surcontraintes dans la surface des massifs et des endommagements se développent sous la forme de fissures ou écailles. Les défauts étant contrôlés, il est possible de réduire la durée des essais et d'obtenir des endommagements toujours du même type.

Les indents « artificiels » sont des empreintes marquant la surface des massifs réalisées à l'aide d'une machine de dureté de type Rockwell. Leur géométrie est parfaitement connue et contrôlée (voir annexe B). Des travaux précédents [COU 01, COU 02, COU 05] ont montré l'intérêt de l'utilisation des indents dans les essais de durée de vie pour réduire la durée d'essai et limiter la dispersion des résultats. Au cours d'études précédentes, un écart type de l'ordre de 10% a été observé. Selon le sens du glissement dans le contact, les endommagements se développent autour des indents ou bien en vis-à-vis des indents, sur la surface lisse. Ces travaux ont montré qu'il est possible de connaître l'influence de la géométrie des indents et des conditions de fonctionnement sur la durée de vie des contacts. Un abaque permettant de prédire le risque d'endommagement a été développé [COU 01, COU 02]. Ces résultats ont été utilisés pour déterminer les conditions de fonctionnement et la géométrie des indents les mieux adaptés à l'étude présentée ici.

De plus, dans des applications industrielles comme les boîtes de vitesses, les mécanismes doivent fonctionner dans des milieux pollués et sont sujets à une indentation dite « naturelle » des surfaces de contact. L'utilisation de surfaces indentées est donc représentative du fonctionnement d'un mécanisme réel. Pour plus d'informations, le lecteur se reportera à la bibliographie disponible sur l'indentation des surfaces des roulements [FIT 79, LOE 79, SAY 88, HAM 89, DWY 92, NIX 95a, GIR 01, VIL 98].

Par conséquent, les essais de fatigue sont réalisés avec un disque sphérique dont la surface est marquée par 4 indents équidistants réalisés avec une masse de 50 kg par un indenteur Rockwell. Les indents mesurent 250 μm de diamètre et ont une profondeur de 30 μm (FIG.2.6). Ces essais sont des essais d'endurance, les endommagements recherchés sont donc des phénomènes de fatigue de contact, avec l'apparition de fissures et écailles [DIA 03] et non des phénomènes rapides tels que le grippage.

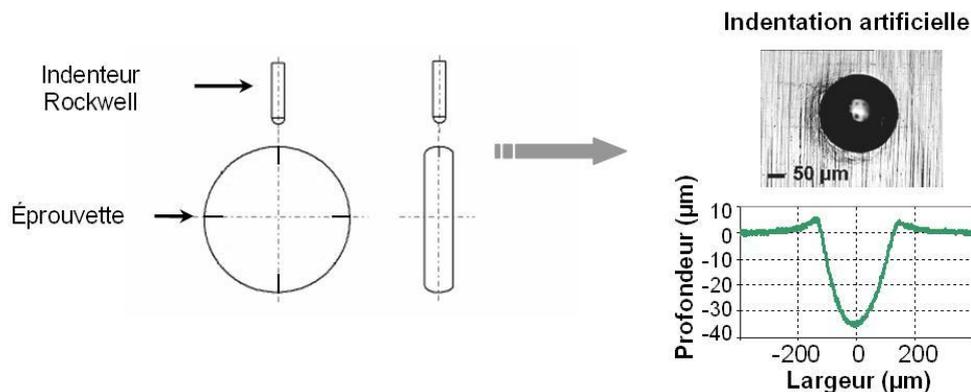


FIGURE 2.6: indentation des galets [COU 01]

2.3.2.2 Caractéristiques des éprouvettes

Matériaux, dimensions, micro-géométrie Les galets sont issus d'un même lot d'acier 100Cr6 (AISI 52100) trempé revenu, dont la composition est précisée dans le tableau 2.5. Le diamètre des galets est 70 mm, leur épaisseur 10 mm. La courbure du galet sphérique a un rayon de 17,5 mm permettant d'avoir une aire de contact circulaire. Ces dimensions ne permettent pas leur introduction (sans prélèvement préalable d'un échantillon par découpe) dans la chambre à ultravide pour effectuer des analyses de surface de type Auger ou XPS. Les surfaces sont relativement lisse : $R_{ms} = 0,05 \mu m$.

TABLE 2.5: composition de l'acier 100Cr6 des galets MBDF

Elément	Fe		Cr	C	Mn	Si	Ni
% en masse	96,6		1,476	1,023	0,342	0,212	0,082
Elément	Mo	Cu	Al	P	S	M	O_2
% en masse	0,027	0,175	0,025	0,013	0,013	0,002	0,0004

Nettoyage des surfaces

Lors de leur réception, les galets sont enrobés dans une résine. Ils ont par ailleurs subi des opérations de rectifications au cours desquelles une émulsion (pour la rectification), une huile (pour le stockage inter-opération) et un solvant (pour le nettoyage de cette huile) ont été utilisés. La procédure de nettoyage retenue pour retirer les contaminants possibles est un simple rinçage à l'acétate d'éthyle (AE).

2.3.2.3 Conditions de fonctionnement

TABLE 2.6: conditions de fonctionnement des essais MBDF

Température ($^{\circ}C$)	80
Charge (N)	5120
Vitesse (m/s)	11
Durée maximale(h)	111,1
Taux de glissement (%)	0 ou 6,6

Les conditions de fonctionnement précisées dans le tableau 2.6 ainsi que les caractéristiques de l'huile de base permettent le calcul des paramètres de Hertz [HER 81] et des épaisseurs de film d'après les formules de Dowson et Higginson [DOW 66] :

- **pression maximale de Hertz** : 3,2 GPa
- **rayon de l'aire de contact** : 835 μm
- **déformation élastique** : 40 μm
- **épaisseur EHD au centre du contact** : 470 nm
- **épaisseur minimale** : 270 nm

Comme précisé dans le paragraphe précédent, la durée des essais varie selon la détection des endommagements. Elle est limitée à 20 Millions de cycles (Mc).

A la fin de chaque essai, les galets endommagés sont rincés à l'AE. Des images optiques

des zones de contacts sont prises avant que les échantillons ne soient stockés dans du papier aluminium. Certains galets sont ensuite observés au Microscope Electronique à Balayage (MEB) et analysés en utilisant la spectroscopie des Energies Dispersives des rayons X (EDX).

Lorsque les essais de fatigue sont arrêtés suite à la détection d'un endommagement, les débris issus de cet endommagement sont drainés dans le lubrifiant. La plupart du temps, leurs dimensions sont très petites et ne permettent pas d'être prélevées. Une écaille macroscopique a cependant été récupérée, issue d'un essai effectué en conditions de glissement pour le lubrifiant Htot. Elle mesure environ 4 mm², dimensions parfaitement adaptées aux techniques AES et XPS en chambre ultravide. Cet échantillon présente un intérêt supplémentaire : il peut être analysé côté zone de contact et côté fissure propagée.

Enfin, les techniques d'usinage ionique (FIB) permettent depuis quelques années de réaliser des coupes micrométriques des échantillons. Appliquée à une fissure ouverte à la surface, une analyse EDX permet de connaître le contenu chimique de la fissure.

Les méthodes d'observation et d'analyses chimiques appliquées aux galets endommagés sont présentées dans le paragraphe suivant.

2.3.3 Caractérisation des endommagements

2.3.3.1 Observation des faciès d'endommagement

Par microscopie optique L'identification des types d'endommagement est validée par des observations effectuées à l'aide d'un microscope optique.

Par Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

La Microscopie Electronique à Balayage (MEB ou SEM en anglais) est basée elle aussi sur les interactions électrons/matière. Bombardée par un faisceau incident d'électrons, la surface réémet des électrons secondaires (SE), des électrons rétrodiffusés (BSE), des électrons Auger et des rayons X [PAQ 06b]. En analysant ces particules, des informations topographiques et chimiques peuvent être récoltées. Les SE ne sont émis que de la zone superficielle de la surface : ils fournissent une information sur le relief des endommagements. Les BSE dont l'intensité dépend essentiellement de la nature des atomes constituant la surface de l'échantillon, donnent des images avec un contraste topographique et un contraste de numéro atomique [PAQ 06a]. Les rayons X permettent de déterminer la nature chimique des éléments constituant la surface dès lors que le MEB est équipé d'une microsonde EDX (abordé dans le paragraphe suivant).

Le MEB utilisé est un *Tescan Vega 5136XM* à filament de tungstène doté de détecteurs SE et BSE (disponible au LTDS). La plupart des images MEB ont été réalisées pour une tension de 20 kV pour un vide de 8.10⁻³ Pa. La dimension de la chambre autorise l'introduction des galets entiers. Cette technique est couramment utilisé par Tuszynski pour localiser les additifs après des essais 4 billes [TUS 06c, TUS 06b, TUS 08].

2.3.3.2 Techniques de caractérisation physico-chimique

Spectroscopie des Energies Dispersives des Rayons X (EDX)

L'émission X provoquée par le bombardement électronique est analysée grâce à une microsonde EDX. Le rayonnement X recueilli provient de tout le volume couvert par la sonde. Des électrons de 20 keV d'énergie produisent par exemple dans le fer une émission X qui couvre 2,4 μm³. Cette étendue est réduite à 1,3 μm³ pour des électrons de 15 keV. La taille de la mi-

crosonde est donc rarement inférieure à $1 \mu\text{m}$. Les analyses EDX ont été effectuées à l'aide du logiciel *Rontex Quantax QX1*.

Spectroscopie Auger

Les zones de contact des écailles récupérées dans le système de drainage du lubrifiant ont toutes deux été analysées par spectroscopie Auger (AES). De plus amples détails sont donnés sur cette technique d'analyse de surface dans la section 2.4.3.1.

Les profils AES en profondeur ont été réalisées ponctuellement, selon une ligne (line scan), ou en moyennant l'information provenant de surfaces d'approximativement $18000 \mu\text{m}^2$. Le line scan consiste en une succession d'analyses ponctuelles selon une ligne.

Réalisation d'une coupe FIB

La technique FIB permet la réalisation de coupes transversales d'échantillons à l'échelle micro-métrique. Un faisceau d'ions gallium Ga^+ permet d'effectuer ceci. Les ions sont accélérés puis focalisés sur l'échantillon à usiner. Au préalable, la surface d'intérêt est protégée par une couche de résine. L'usinage est effectué en escalier devant la zone à observer qui est ensuite nettoyée par un balayage plus fin.

La zone idéale ainsi que les dimensions ont été sélectionnées sur un galet endommagé ayant fonctionné avec H_{tot} en prédisant une inclinaison de 30° par rapport à la surface (FIG.2.7). L'usinage a été effectué sur une longueur de $65 \mu\text{m}$ et une profondeur de $30 \mu\text{m}$. La fissure mise à jour est représentée FIG.2.8.

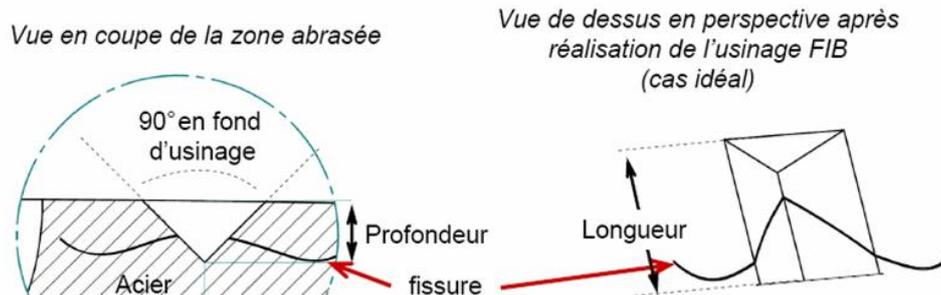


FIGURE 2.7: méthodologie de réalisation de la coupe FIB transversale à une fissure ouverte en surface

Les essais de fatigue sont menés sur des galets de 70 mm de diamètre. Caractériser systématiquement cette zone passe par la découpe du galet pour prélever un échantillon adapté aux analyses AES. Cette opération peut être effectuée en utilisant une scie à lame diamantée à sec, en lubrifiant à l'eau distillée ou à l'aide d'une émulsion. Ces techniques nécessitent la protection préalable de la zone de contact à l'aide de résines ou de tungstène ne réagissant pas avec les éléments constitutifs des tribofilms. Il est donc nécessaire de décaper ensuite cette couche protectrice pour accéder au tribofilm, ce que l'abrasion ionique rend possible à condition de maîtriser les vitesses d'abrasion et de connaître l'épaisseur de la couche déposée. En bref, la caractérisation systématique serait longue et délicate à mettre en oeuvre.

Une alternative possible à cette caractérisation sur galet consiste donc à simuler le contact entre galets par un essai de laboratoire (court, simple de mise en oeuvre, reproductible et répétitif) dont les échantillons ont des dimensions adaptées aux analyses en chambre ultravide. C'est le cas des billes MTM de 12.7mm de diamètre.

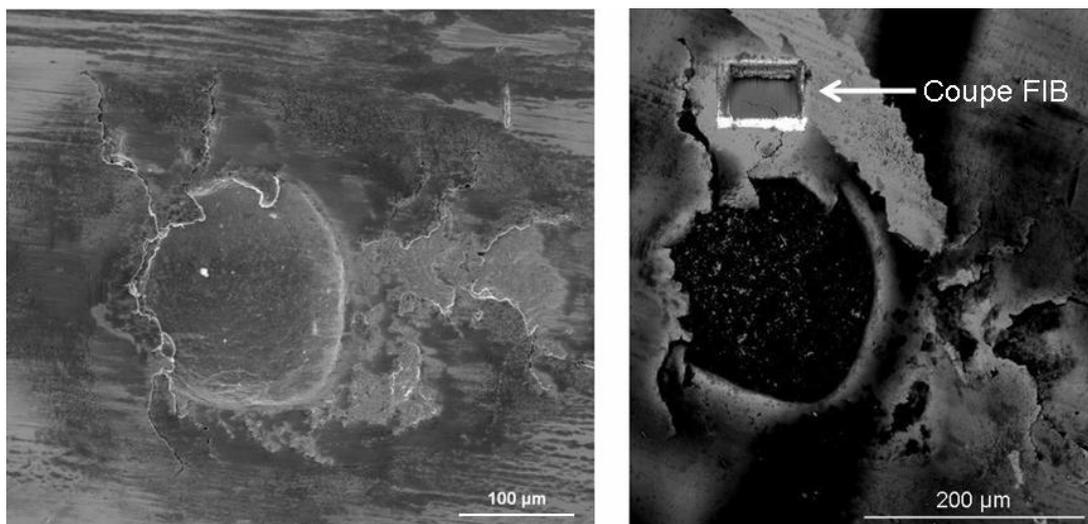


FIGURE 2.8: image en électrons secondaires avant réalisation de la coupe FIB (à droite) et image en électrons rétrodiffusés une fois la coupe réalisée (à gauche)

2.4 Essais tribologiques et analyses de surface associées

Ces essais ont pour objectif l'étude de la formation des tribofilms sur de l'acier 100Cr6 dans les contacts roulants glissants. Les premiers essais et analyses réalisés avec l'huile Htot ont en effet prouvé la formation de tribofilms quelles que soient les conditions de glissement considérées [MEH 08].

2.4.1 Principe de l'étude tribologique

Chaque lubrifiant a fait l'objet de tests tribologiques effectués à l'aide de la Mini Traction Machine (MTM, disponible au LaMCoS) afin de déterminer leur capacité à former des tribofilms et d'obtenir une mesure du coefficient de frottement. L'huile Htot a été le support de plusieurs études concernant :

- l'influence de la durée des essais,
- la cinétique de formation des tribofilms,
- l'influence du taux de glissement.

Les résultats obtenus avec l'ensemble des lubrifiants pour deux taux de glissement donnent des indications quant à la réactivité des additifs dans le contact.

Les essais MTM et les analyses effectuées sur les échantillons sont synthétisés dans l'organigramme FIG.2.9.

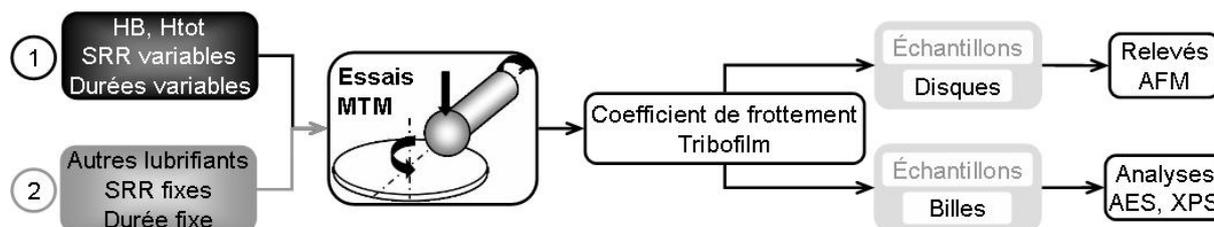


FIGURE 2.9: essais MTM et analyses associées

2.4.2 Essais tribologiques à l'aide de la MTM

2.4.2.1 Principe de fonctionnement

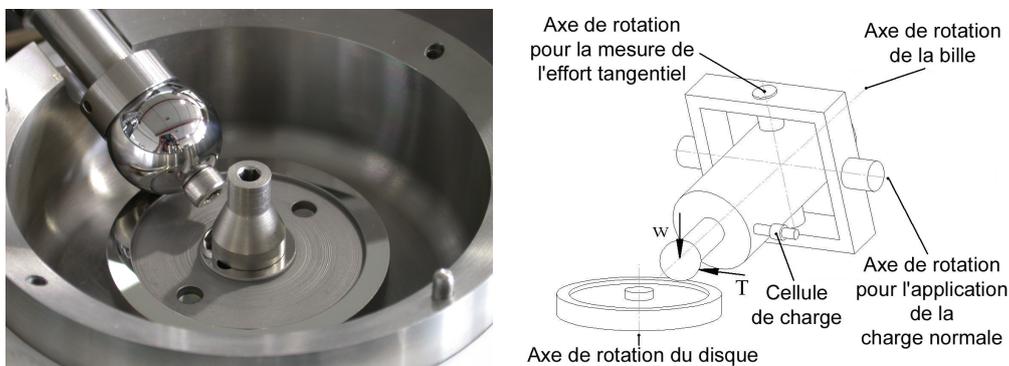


FIGURE 2.10: photo (à gauche) et schéma (à droite) de la MTM

La *MTM* est un tribomètre utilisé pour la caractérisation des lubrifiants dans l'industrie. Elle est développée et commercialisée par la société *PCS Instruments* et a été initialement conçue pour caractériser les lubrifiants par des courbes de frottement et de Stribeck.

Les essais présentés dans ce mémoire ont été réalisés dans la configuration bille-plan (FIG.2.10). Les vitesses de la bille et du disque, la température et la charge appliquée peuvent varier dans une gamme précisée dans l'annexe D. Les spécimens sont solidaires d'arbres motorisés indépendamment, offrant la possibilité d'étudier les contacts roulant-glissant.

Les conditions de fonctionnement sont faibles en terme de charge et de vitesse par rapport à celles rencontrées dans les roulements (voir tableau 2.4). Cependant, Baly et al. [BAL 05] ont montré que, pour des graisses, le frottement et les épaisseurs de film sur une machine de laboratoire (même type que la *MTM*) donnaient les mêmes tendances que sur un roulement complet. La *MTM* est, par ailleurs, souvent utilisée avec des huiles de formulations variées pour comprendre la formation des tribofilms. C'est précisément l'objectif ici.

La bille et le disque sont entraînés par deux moteurs indépendants, ce qui permet de réaliser des essais avec un taux de roulement/glisement variable allant de 0 à 200% selon la norme anglo-saxonne (le taux de glissement γ est égal au quotient de la différence des vitesses par la moyenne des vitesses) :

$$SRR = \frac{\Delta U}{U_{moy}}$$

L'axe de rotation de la bille coïncide avec le centre de la surface supérieure du disque, afin de limiter les effets de pivotement dans le contact. Le schéma figure 2.11 illustre le contact.

Dans la configuration standard de la *MTM*, le disque est monté directement sur l'arbre vertical dans le récipient principal. Pour réduire au minimum la quantité de lubrifiant testé (réduction de 35 mL à 4 mL), la configuration mini-pot a été utilisée pour les essais présentés dans ce travail (FIG.2.11). Le disque est alors monté sur l'arbre après le mini-pot. L'ensemble mini-pot/disque est solidaire.

La température du lubrifiant (maximum 150 ° C) est contrôlée par deux thermocouples : l'un est situé sous le récipient, l'autre dans le bac. Dans la configuration mini-pot, un bain-marie (huile de base) assure la continuité de la température entre le récipient, le mini-pot et le disque.

Les paramètres imposés et mesurés sont précisés dans le tableau 2.7.

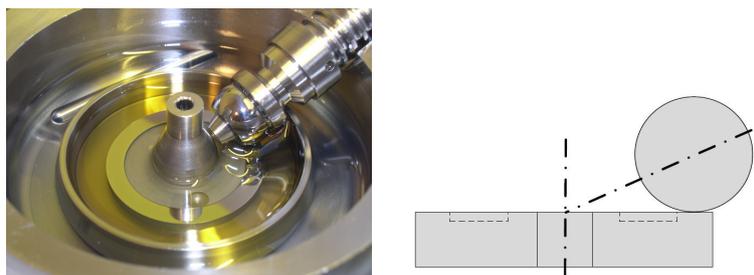


FIGURE 2.11: photo du montage utilisé (à gauche) et configuration du contact MTM étudié (à droite)

TABLE 2.7: paramètres imposés et mesurés avec la MTM

Paramètre	Capteur	Précision
Effort normal	Capteur de force	+/- 1 N
Effort tangentiel	Cellule de charge	+/- 0.2 N
Température	Thermocouples dans le réservoir et le lubrifiant	+/- 0.5 °C
Vitesse	Moteur à courant continu contrôlé par un tachymètre en boucle fermée	+/- 2 mm/s en-dessous de 100 mm/s +/- 2 % au-dessus de 100 mm/s

2.4.2.2 Caractéristiques des éprouvettes

Matériaux, dimensions, micro-géométrie

La bille et le disque sont en acier à roulement 100Cr6. La composition de l'acier est précisée dans le tableau 2.8. La dureté des échantillons est 760 HV. Le diamètre de la bille est 12,7 mm. Celui du disque est 32 mm, son épaisseur est 4 mm. Ces dimensions permettent l'introduction de la bille dans une chambre à ultravide pour y effectuer des analyses de surface (voir section 2.4.3). Les surfaces sont poli miroir. Leurs microgéométries ont été évaluées à l'aide d'un interféromètre optique *Fogale*. Les paramètres sont regroupés dans le tableau 2.9.

Etat physico chimique initial de la surface

Comme nous l'avons vu dans le premier chapitre de ce mémoire, lorsqu'un lubrifiant entre au contact d'une surface, il peut y avoir adsorption de certaines de ces molécules sur la surface. L'étude de l'interaction d'une huile avec une surface métallique nécessite notamment l'analyse chimique des couches superficielles pour comprendre les mécanismes de réaction. Avant essai, la surface doit donc être vierge de tout élément chimique, et particulièrement ceux caractéristiques du lubrifiant testé (Ca, P, S, N). Les contaminants possibles présents avant essai peuvent être :

- les particules solides dont l'origine peut être liée à la fabrication de la pièce ;
- des couches liquides épaisses telles que les graisses, les huiles, ... liées à la fabrication auxquelles il faut ajouter celles provenant du stockage ;

TABLE 2.8: composition de l'acier 100Cr6 des billes et disques MTM

Elément	C	Cr	Fe	Mn	P	S	Si
% en masse	0,98 - 1,1	1,45	97	0,35	< 0,025	< 0,025	0,23

TABLE 2.9: paramètres de rugosité mesurés à l'aide d'un interféromètre Fogale

Echantillon	Interféromètre	
	Sa	Sq
Bille	$4,3 \pm 0,2$ nm	$5,75 \pm 0,2$ nm
Disque	$4,70 \pm 0,2$ nm	$6,3 \pm 0,3$ nm

- des films de molécules adsorbées physiquement ou chimiquement telles que des hydrocarbures, de l'oxygène de l'air, . . .

Nous choisissons un nettoyage à l'heptane. Après un premier rinçage à l'heptane, les pièces du montage en contact avec le lubrifiant (sauf échantillons) sont par deux fois immergées dans des bains d'heptane passé au bain à ultrasons pendant 10 min. Entre les deux bains, chaque pièce est rincée individuellement avec de l'heptane propre. A la fin, elles sont disposées sur un papier absorbant pour laisser évaporer le solvant résiduel.

La même procédure de nettoyage est appliquée aux échantillons, mais avec du n-heptane.

2.4.2.3 Mode opératoire

Avant chaque essai, les échantillons sont sélectionnés d'après leur état de surface.

TABLE 2.10: conditions de fonctionnement des essais MTM

Température (°C)	80
Charge (N)	11
Vitesse (mm/s)	100
Durée (h)	5 ou 15,5
Taux de glissement (%)	< 1, 1, 5, 25 ou 50

Les conditions de fonctionnement précisées dans le tableau 2.10 ainsi que les caractéristiques de l'huile de base permettent le calcul des paramètres de Hertz [HER 81] et des épaisseurs de film d'après les formules de Dowson et Higginson [DOW 66] :

- **pression maximale de Hertz** : 890 MPa
- **rayon de l'aire de contact** : 77 μm
- **déformation élastique** : 0,9 μm
- **épaisseur EHD au centre du contact** : 20 nm
- **épaisseur minimale** : 11 nm

A la fin de chaque test, les paramètres mesurés sont dépouillés et les zones de contact analysées à l'aide de plusieurs techniques précisées dans le paragraphe suivant.

2.4.3 Analyses de surface multitechniques

Les tribofilms générés dans le contact bille-plan MTM décrit précédemment ont été caractérisés chimiquement et topographiquement pour :

- déterminer leur épaisseur et les éléments chimiques présents de façon systématique,
- connaître plus précisément les molécules constituantes des tribofilms,
- mesurer la rugosité des tribofilms formés.

2.4.3.1 Caractérisation systématique

La Spectroscopie des Electrons Auger a été utilisée pour déterminer à la fois l'épaisseur et identifier les éléments (sauf H et He) présents dans les zones de contact après essai.

Principe de la spectroscopie Auger (AES)

Cette technique est basée sur le mécanisme de l'effet Auger [CAZ 07b]. Ce dernier concerne tous les corps quelque soit leur état, solide, liquide ou gazeux (sauf H et He), et il peut être provoqué par n'importe quel type de particule incidente (ion, électron, positron ou photon X) dès lors que l'énergie de la particule est suffisante pour arracher un électron atomique.

Pour la technique AES, un électron incident (émis par le canon) vient percuter un électron d'une couche de coeur. L'éjection de cet électron entraîne une perte d'énergie compensée par une transition d'un électron de la couche supérieure vers la couche de coeur impactée. On a alors une émission d'un rayonnement qui entraîne le départ d'un électron Auger. S'en suit une réorganisation des cortèges électroniques réduisant l'énergie cinétique de l'électron Auger qui peut s'échapper de son atome initial. L'émission d'un électron Auger ne met pas fin au phénomène et celui-ci se perpétue jusqu'au retour de l'atome à l'équilibre énergétique. Pour un élément donné, on observe plusieurs raies ou plusieurs émissions Auger. Chaque électron Auger émis est le résultat de transitions définies et répertoriés. La collecte des électrons Auger émis par la surface suite au bombardement électronique et leur tri selon leur niveau d'énergie cinétique caractéristique permet d'identifier les éléments constitutifs des toutes premières couches atomiques (quelques nanomètres) de la surface. La Spectroscopie Auger permet également d'accéder à la nature des atomes voisins de l'élément détecté par la mesure du glissement chimique. Ce phénomène consiste en un décalage des raies caractéristiques d'un élément en fonction des atomes qui l'entourent. Par exemple, Grossiord et al. [GRO 99] ont montré un déplacement chimique du pic d'oxygène dans les tribofilms formés en présence de dithiophosphates métalliques : sous forme phosphate, la raie la plus intense est localisée à 507 eV tandis que la forme oxyde est à 512 eV.

La spectroscopie AES a été mise en oeuvre à l'aide d'un canon à effet de champs *FEG1000-VG* fonctionnant à 2 keV (disponible au LTDS). La taille du spot était 0,5 μm et la profondeur d'analyse ≈ 5 nm. Le processus Auger est alors induit par un faisceau finement focalisé d'électrons incidents dans une enceinte ultravide ($\approx 10^{-8}$) équipée d'un analyseur d'électrons *VG ESCALAB 220i*. Le spectromètre était calibré selon le pic Au4f7/2 localisé à 84.0 eV +/- 0.2 eV.

Mesures d'épaisseur par spectroscopie Auger

L'épaisseur des couches adsorbées ou triboformées sur une surface est accessible par réalisation d'un profil en profondeur [CAZ 07a]. Après avoir acquis un spectre Auger de la surface, le profil en profondeur s'obtient en suivant l'évolution de l'intensité des raies Auger correspondantes aux éléments détectés au cours de l'érosion ionique de la surface.

Pour cela, un canon à ions *EXO5 (VG)* (≈ 2 kV) accélère des ions Ar^+ qui abrasent la surface.

Les couches initialement enterrées deviennent ainsi superficielles et accessibles à l'analyse Auger. Il est ainsi possible d'abraser localement (zones de 1 à 4 mm²) la totalité des couches adsorbées et d'atteindre le substrat (acier). L'image SEM figure 2.12 montre une bille MTM après réalisation d'un profil en profondeur. La région abrasée et l'interruption de la zone de contact dans cette zone sont inscrits dans le cercle blanc.

Pour estimer l'épaisseur de la couche triboformée, il faut réaliser simultanément des analyses dans la zone de contact et en dehors de celle-ci. En dehors de la zone de contact, l'acier est couvert d'une couche d'oxyde dont l'épaisseur est évaluée à 4 nm environ. En supposant que la vitesse d'abrasion de la couche d'oxyde est similaire à celle du tribofilm :

$$h_{tribofilm} = \frac{t_{abrasion}(tribofilm)}{t_{abrasion}(couche_d'oxyde)} h_{couche_d'oxyde}$$

Cette technique d'évaluation de l'épaisseur des tribofilms avait été employée et validée par C. Minfray dans ses travaux de thèse [MIN 04]. La validation fut effectuée en mesurant l'épaisseur d'un tribofilm de ZDDP directement sur une coupe FIB (FIG.2.13) puis comparée à la valeur obtenue par abrasion AES : les deux étaient identiques.

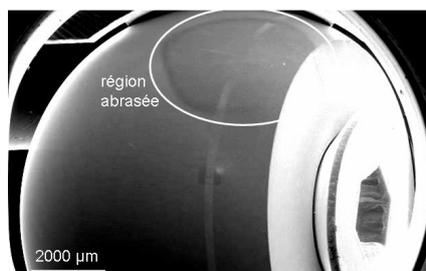


FIGURE 2.12: image SEM d'une bille MTM après réalisation d'un profil en profondeur

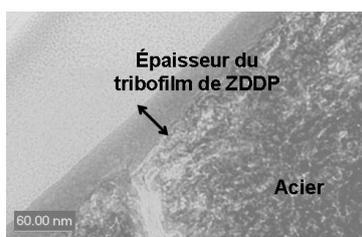


FIGURE 2.13: image TEM d'une coupe FIB d'un tribofilm de ZDDP [MIN 04]

Ici, elle a été validée en mesurant l'épaisseur d'un tribofilm formé dans les conditions du tableau 2.10 à 25 % de glissement (5h, huile Htot) par profilométrie AFM. La technique est décrite dans le paragraphe suivant. L'image et le profil sont illustrés figure 2.14. L'écart entre les lignes moyennes indique une épaisseur avoisinant les 34 nm, équivalente à l'évaluation obtenue par profil AES.

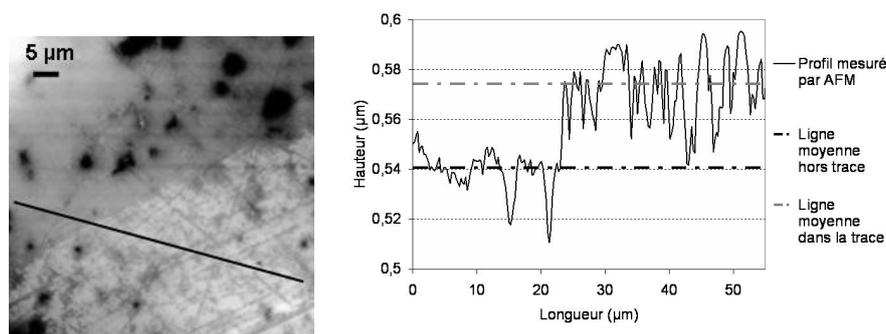


FIGURE 2.14: image et profil AFM validant la mesure par profil AES de l'épaisseur des tribofilms

2.4.3.2 Caractérisation occasionnelle

Par spectroscopie des photoélectrons (XPS)

Certains tribofilms ont été caractérisés plus précisément par XPS (aussi appelée ESCA pour Electron Spectroscopy for Chemical Analysis)[DUC 98a, DUC 98b]. Cette technique spectroscopique permet une caractérisation élémentaire de l'extrême surface, mais également la détermination de l'environnement chimique de ces éléments et une semi-quantification.

L'ESCA est basée sur la mesure de l'énergie cinétique des photoélectrons éjectés de l'échantillon sous l'impact de rayons X d'énergie $h\nu$ connue et de l'ordre du keV. Le spectre en énergie des photoélectrons comporte des raies dont l'interprétation permet une analyse chimique de l'échantillon. Les pics Auger des éléments sont aussi visibles sur un spectre XPS. La sensibilité de la technique aux toutes premières couches de la surface est marquée par la présence d'un fond d'électrons secondaires important provenant des chocs inélastiques des photoélectrons avec les atomes de l'échantillon. La mesure de l'énergie et de l'aire de ces pics permet d'effectuer l'analyse élémentaire et chimique semi-quantitative de la surface des solides.

Cette étude a été réalisée sur un système VG220I utilisant une source monochromatique $AlK\alpha$ 1486.6 eV sur une zone de $200 \times 200 \mu m^2$. Le traitement des spectres a été effectué à l'aide du logiciel *Avantage* (Thermo).

Par Microscopie à Force Atomique (AFM)

Pour l'étude de la cinétique de formation des tribofilms dans le contact MTM, les analyses AES ont été complétées par des relevés topographiques effectués par AFM en mode contact. Une review de l'utilisation de l'AFM en tribologie est proposée dans [TOP 05].

Une pointe très fine (rayon de courbure de 2 à 50 nm) est fixée sous l'extrémité d'un ressort-lame, également appelé « cantilever » [RIV 05]. L'ensemble balaye la surface de façon analogue à un relevé profilométrique avec un palpeur mécanique. Les forces d'interactions modifient la déflexion. Ces déformations sont mesurées grâce à la déviation d'un faisceau lumineux (laser) réfléchi par l'extrémité du stylet.

L'appareil utilisé était un *VEECO CPII*, avec des pointes MPP-31. Les relevés ont été effectués en appliquant une force normale de 150 nN pour une fréquence de 0,2 à 1 Hz.

2.4.4 Validation des essais

Le protocole d'essai a été validé avec l'huile de base et l'huile complète (Htot) par de nombreux tests de répétitivité. La reproductibilité a été validée lors du projet de fin d'étude de M.

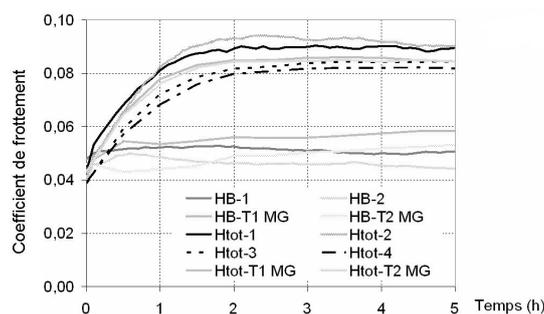


FIGURE 2.15: répétitivité et reproductibilité de la procédure d'essais MTM standards effectués à $SRR=25\%$ avec l'huile de base et l'huile complète (Htot)

Guillemant (initiales MG), début 2008 [GUI 08]. La figure 2.15 regroupe les résultats de ces essais effectués 25% de glissement.

Des profils XPS ont été réalisés sur un couple bille/disque afin de statuer sur l'épaisseur et la composition des tribofilms formés sur chacune des surfaces. Les résultats sont détaillés dans l'annexe A et montrent que les tribofilms ont les mêmes compositions élémentaires et des épaisseurs identiques.

2.5 Synthèse méthodologique

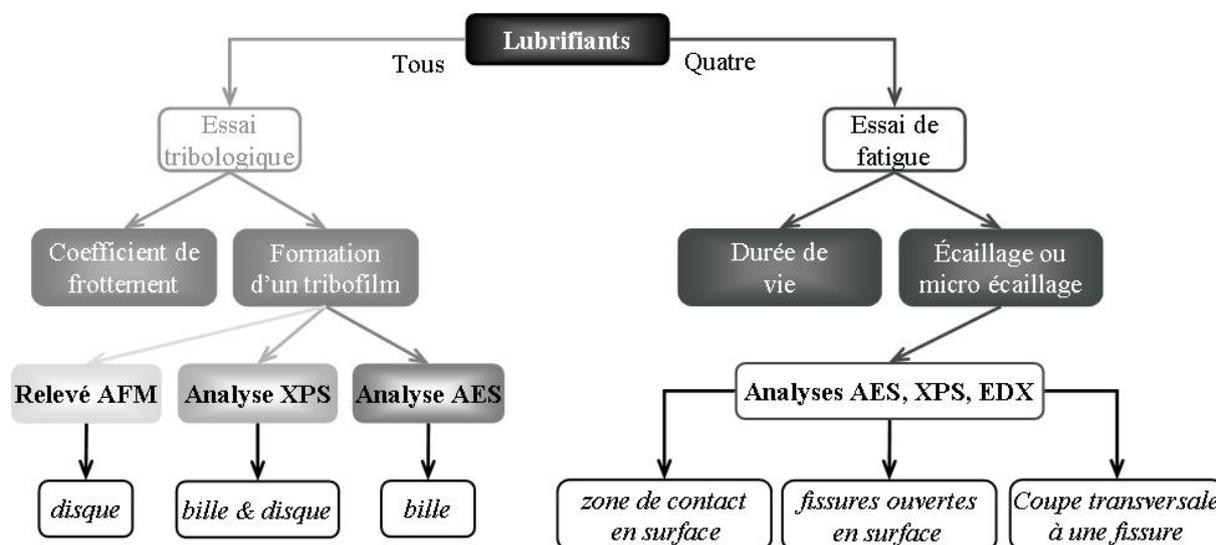


FIGURE 2.16: résumé des lubrifiants testés, essais effectués et paramètres étudiés

La figure 2.16 résume la méthodologie mise en oeuvre. Tous les lubrifiants (voir Tab. 2.3) sont testés à l'aide de la MTM. Au cours de ces **essais tribologiques** les variations du coefficient de frottement dans le temps sont mesurées. La formation d'un tribofilm à la surface des échantillons est étudiée en fin d'essai à l'aide de relevés AFM et d'analyses spectroscopiques (AES, XPS). Les **essais de fatigue** sont réalisés à l'aide de la MBDF pour quatre lubrifiants. La durée des essais (durée de vie) est relevée. Les endommagements de la surface des galets sont observés.

La surface, les fissures ouvertes en surface et les zones écaillées sont analysées (EDX, AES). Ces essais, réalisés avec un type d'acier et une température nous permettrons de préciser l'influence du lubrifiant sur le développement des endommagements de fatigue.

Plus précisément, les informations obtenues suite à ces essais concernent :

- l'influence d'une variation de SRR sur la formation de tribofilms et la durée de vie en fatigue ;
- la présence de tribofilms en surface suite à des essais de fatigue ;
- la présence d'additifs dans les fissures de fatigue ;
- la cinétique de formation des tribofilms (MTM) ;
- la structure et la composition chimique élémentaire des tribofilms.

Chapitre 3

Elements de compréhension de la formation des tribofilms entre les surfaces 100Cr6 et les lubrifiants

La bibliographie (chapitre 1) suggère que le lubrifiant, et en particulier les additifs qu'il contient (extrême pression, anti usure, détergent surbasé, ...), réagit avec les surfaces ferreuses pour former des tribofilms. En roulement-glissement, des essais ont déjà montré la formation de tribofilms dans la zone de contact entre une bille et un disque. A la fin d'essais de fatigue, la coloration des zones de contact suggère la présence de ces couches.

Ce chapitre propose la vérification de l'activité des additifs sélectionnés pour la présente étude sur les surfaces de 100Cr6 tant au niveau des essais de fatigue que des tests tribologiques : est-ce que les conditions de fonctionnement et les lubrifiants sélectionnés permettent la formation de tribofilms sur les surfaces métalliques dans chaque type d'essai ?

Les essais tribologiques sont un moyen simple et rapide de former des tribofilms : quels sont leurs points communs et différences par rapport aux couches générées en fatigue ? Une comparaison basée sur une méthodologie multi-technique (détaillée dans le chapitre 2) est proposée dans la première partie de ce chapitre.

Dans la seconde partie, la formation des tribofilms dans le contact bille-disque (MTM) est étudiée au regard des variations qu'elle induit sur le coefficient de frottement. L'influence des additifs sélectionnés pour cette étude sur la formation de tribofilms dans les conditions tribologiques est discutée.

3.1 Tribofilms issus d'essais de fatigue et tribofilms modèles : comparaison

Les zones de contact d'un essai de fatigue (réalisé à l'aide de la MBDF à 6.6% de glissement) d'une part et d'essais tribologiques (réalisés à l'aide de la MTM à 5% de glissement) d'autre part sont mises en parallèle. L'essai de fatigue considéré a duré 16h40. Les essais tribologiques ont duré 15h30 ou 5h. La première durée est comparable à celle de l'essai de fatigue. La seconde, bien inférieure, est plus réaliste pour des essais « de laboratoire ».

3.1.1 Premières observations

Zone de contact des essais de fatigue

L'image optique de gauche de la figure 3.1 illustre la zone de contact sur le galet lisse après l'arrachement d'une écaille. Au centre de l'image, une bande de 310 μm de large présente un contraste optique différent. C'est la zone soumise au passage des indents. L'écaille (image de droite de FIG.3.1) présente la même bande centrale. Sa largeur n'excède pas celle du contact entre les galets (près de 1,6 mm). La bande observée sur l'écaille a donc été formée avant l'arrachement de celle-ci. La réalisation d'analyses Auger sur la partie supérieure de l'écaille donnera donc des informations concernant la zone de contact de fatigue (MBDF).

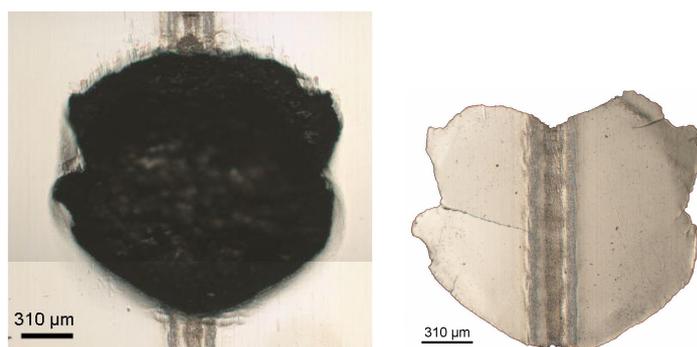


FIGURE 3.1: écaillage observé sur le galet plat (à gauche) et écaille (à droite) correspondante retrouvée dans le lubrifiant

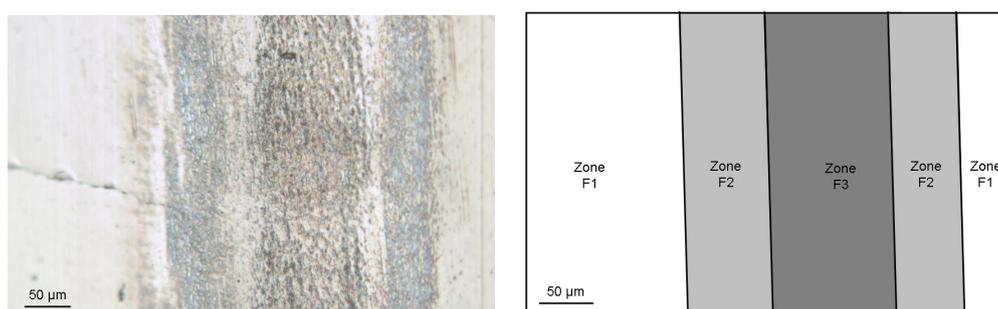


FIGURE 3.2: image optique (à gauche) et schéma (à droite) de la zone centrale du contact MBDF (écaille FIG.3.1). Trois zones sont définies dans la zone de contact : F1, F2 et F3.

Un agrandissement de la zone centrale est illustré par l'image de gauche de la figure 3.2. Il est possible de discriminer trois zones d'après la coloration optique de chacune schématisées sur

l'image de droite de la figure 3.2, appelées respectivement F1, F2 et F3. La zone F1 est la plus claire, elle correspond à la zone de contact non soumise au passage des indents. Les deux autres sont situées au regard des indents. La zone F2 est marron clair avec des taches bleues. La zone F3, la plus au centre du contact entre les galets, est plus foncée et marquée de quelques filots bleus dont la densité est moins importante que pour la zone F2. La répartition de ces régions est symétrique par rapport à la zone F3. Les couleurs marron et bleu observées dans les zones F2 et F3 traduisent souvent la présence de films tribochimiques sur les surfaces.

La figure 3.3 montre, à la même échelle, un indent avant et après essai ainsi que la bande marquée sur l'écaïlle. Les diamètres de l'indent avant et après essais y sont indiqués respectivement par les cercles rouge et bleu. La zone F3 s'étend sur un peu moins de $200\ \mu\text{m}$, correspondant quasiment au diamètre apparent des indents endommagés. L'épaule avant (en haut de l'image centrale FIG.3.3) est en effet, dans cette configuration de contact (glissement négatif), légèrement écrasé dans l'indent [DIA 03]. Les zones F2, localisées de part et d'autre de la zone F3, correspondent aux épaulements latéraux.

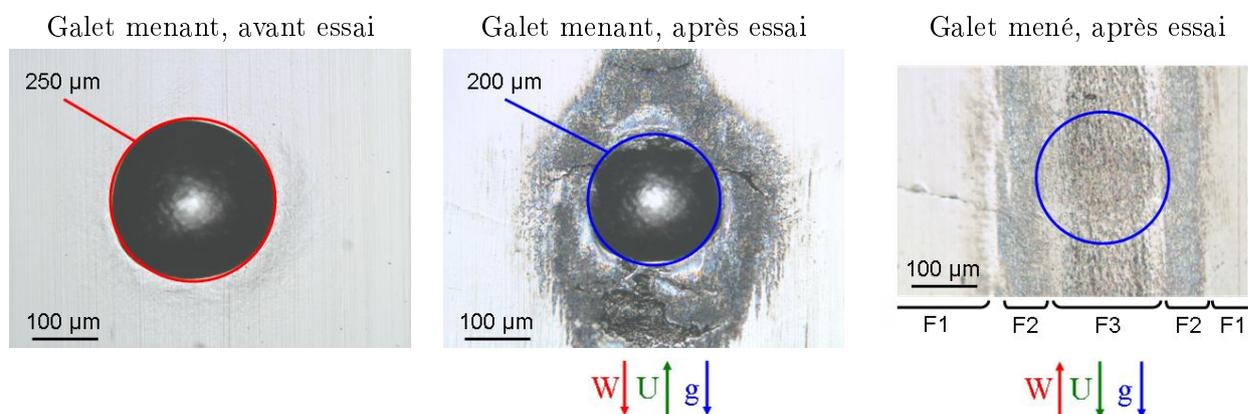


FIGURE 3.3: images optiques d'un indent sur le galet menant avant (à g.), après essai (au c.) et de la bande marquée sur le galet mené située au regard des indents.

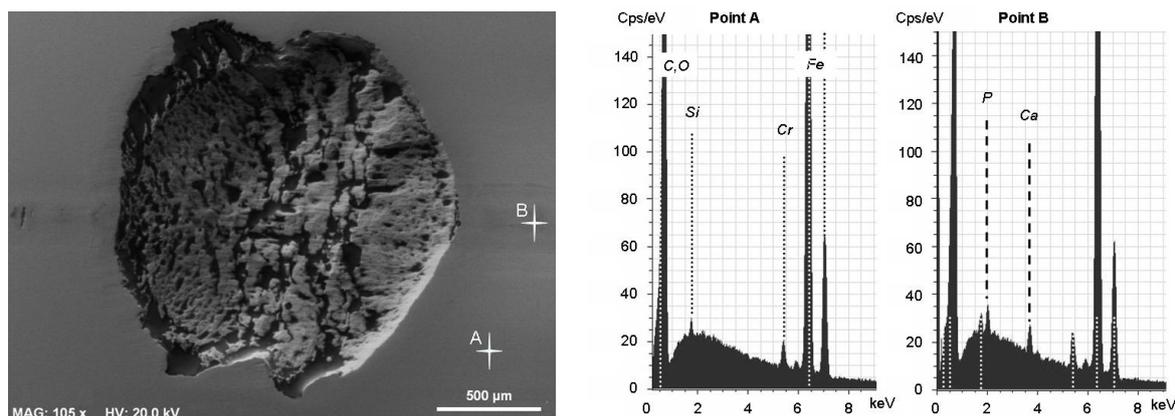


FIGURE 3.4: à gauche - image MEB de l'écaillage sur le galet plat correspondant à l'image gauche de la figure 3.1 après rotation de 90° ; à droite - spectres EDX réalisés aux points A (zone F1 définie FIG.3.2) et B (zone F3).

Les analyses EDX de l'écaillage (FIG.3.4) révèlent la présence de phosphore (raie X caractéris-

tique à 2 keV) et de calcium (3,7 keV) dans la zone F3 (spectre réalisé au point B). Ces éléments disparaissent dès que l'on quitte la zone en regard de l'indent pour la zone F1 (FIG.3.4, spectre réalisé au point A). Seuls les éléments constitutifs de l'acier sont alors détectés : le carbone (0,28 keV), l'oxygène (0,52 keV), le silicium (1,79 keV), le chrome (5,4 keV) et le fer (6,4 keV). Les cartographies EDX du galet écaillé (correspondant à l'image en électrons secondaires de FIG.3.4) selon l'oxygène, le phosphore et le calcium confirment les analyses ponctuelles (FIG.3.5) : **oxygène, calcium et phosphore sont détectés dans la zone soumise aux indents**. Leur concentration est maximale dans la zone F3. *Ces analyses apportent la preuve de la présence d'un tribofilm relativement épais dans la région soumise aux indents.*

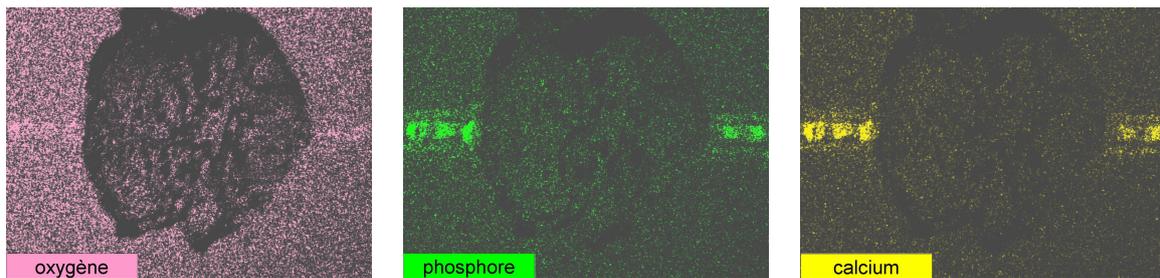


FIGURE 3.5: de gauche à droite - cartographies EDX selon l'oxygène, le phosphore et le calcium de l'écaillage sur le galet (correspondant à l'image g. de FIG.3.1). La zone de contact soumise au passage des indents, au centre des images, apparaît nettement pour les élément sondé.

Zone de contact des essais tribologiques

Les zones de contact des trois essais MTM considérés (un de 15h30 et deux de 5h) sont illustrées sur la figure 3.6. Elles s'étendent sur moins de 160 μm de large et sont couvertes de façon homogène dans leur largeur par un tribofilm [MEH 08]. Pour l'essai de 15h30, cette couche est constituée d'une succession de bandes minces (quelques microns de large), orientées dans la direction du contact. Leur couleur est marron foncé, ponctuée d'îlots bleus pour l'essai le plus long. Les bandes colorées sont séparées par des bandes de couleur identique à l'extérieur de la zone de contact. Ces remarques sont également valable pour l'essai de 5h illustré par l'image de droite de figure 3.6. En revanche, l'essai de 5h illustré par l'image du centre montre une zone de contact ponctuée d'îlots de couleur marron clair, montrant ainsi la difficulté de reproduire exactement le même essai, malgré les nombreuses précautions prises.

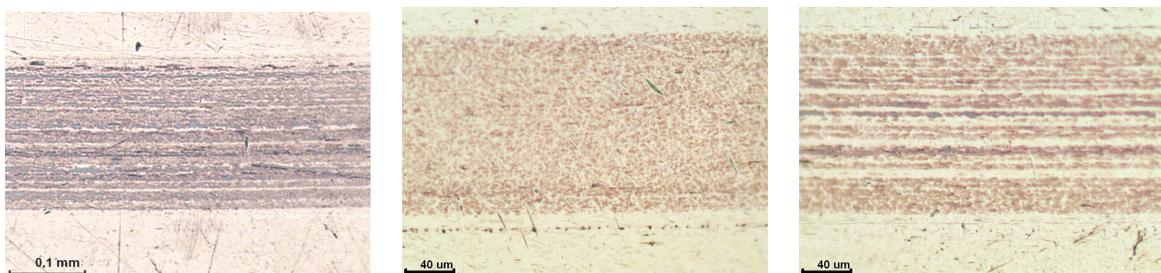


FIGURE 3.6: images optiques des zones de contact de billes MTM ayant fonctionné 15h30 (à gauche) et 5h (au centre et à droite).

3.1.2 Caractérisation par profils AES

3.1.2.1 Zone de contact MBDF

Les spectres Auger caractéristiques des zones définies dans le paragraphe précédent sont illustrés par la première ligne de la figure 3.7. Ils sont issus d'un profil de line scan (12 points d'analyse). De bas en haut entre chaque spectre la surface subit 5 nm d'abrasion.

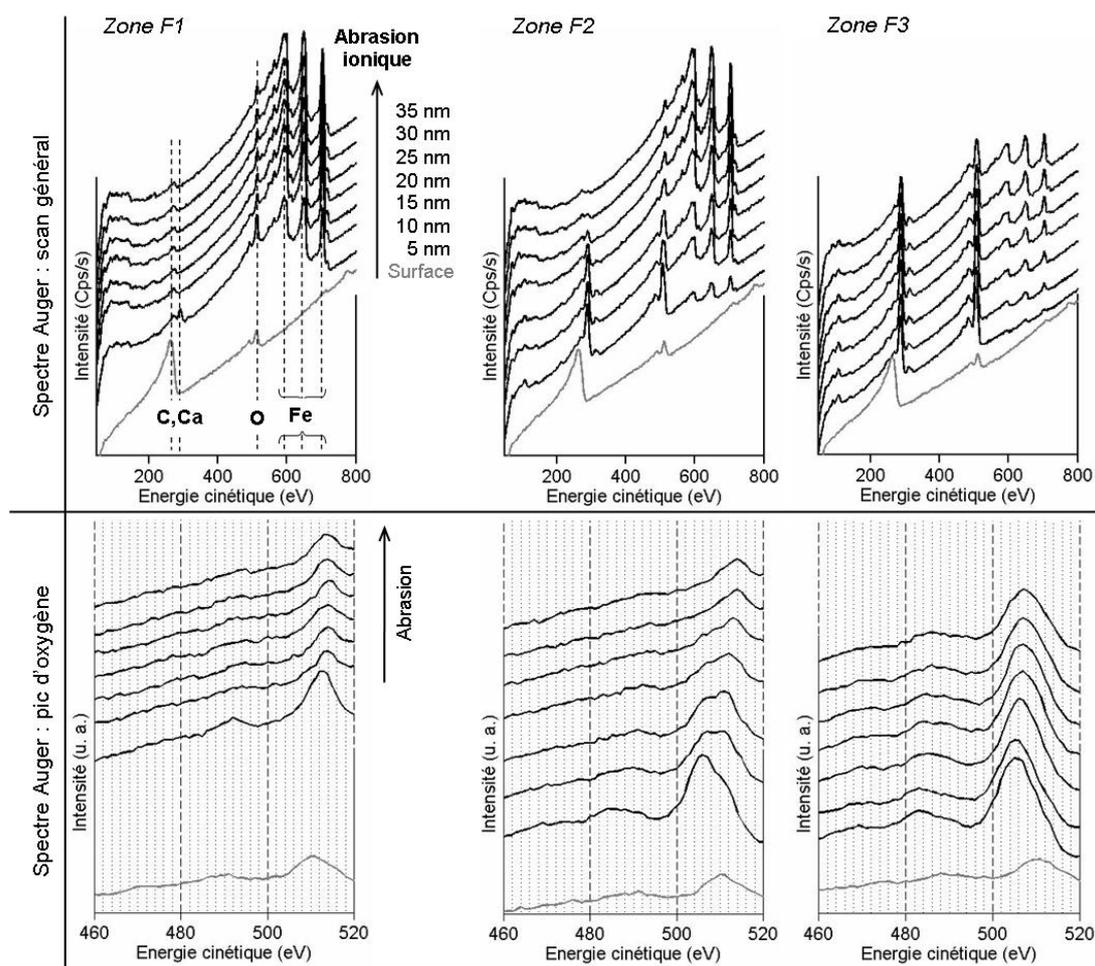


FIGURE 3.7: en haut - spectres AES pour chacune des zones de l'écaille au cours du profil Auger. En bas- agrandissement des pics AES d'oxygène. La lecture de chaque graphique s'effectue de bas en haut. Le spectre inférieur, en gris, est réalisé à la surface. Une épaisseur de 5 nm environ a été enlevée par abrasion ionique entre chaque spectre. Les spectres noirs donnent la composition dans l'épaisseur des tribofilms, le spectre supérieur étant issu de l'analyse la plus profonde.

En surface, les compositions élémentaires des trois zones sont similaires. Elles sont constituées de carbone (pic caractéristique à 262 eV) et d'oxygène (pic caractéristique à 510 eV) sous une forme oxyde. Leur présence en surface est attribuée à la contamination par l'air ambiant et le solvant utilisé pour le nettoyage précédant l'analyse. **Après 5 nm d'abrasion**, le carbone a disparu et la position du pic d'oxygène a changé. Les compositions élémentaires y sont similaires : calcium (287 eV), oxygène (508 eV), fer (647 eV). Les teneurs (indiquées par l'intensité

des pics) et la nature de l'oxygène (indiquée par la position du pic) varient en revanche d'une zone à l'autre.

La zone de contact non soumise au passage des indents (zone F1 de FIG.3.2) est nettement moins riche en calcium et oxygène que les deux autres zones. *Ces analyses AES ne montrent pas clairement la présence de phosphore.* Une fois la contamination organique retirée par abrasion, un pic apparaît autour de 110 eV, normalement caractéristique du phosphore. Il reste cependant présent sur l'ensemble des spectres suivants, y compris une fois le substrat atteint.

Les trois pics du fer (autour de 647 eV) sont nettement visibles dès 5 nm de profondeur, alors qu'ils le sont moins pour les zones du contact soumises au passage des indents (zones F2 et F3) : la couche recouvrant la zone F1 est donc peu épaisse. Au cours des abrasions successives, les spectres de la zone F1 voient l'intensité des pics de calcium et d'oxygène se réduire, tandis que ceux du fer augmentent. A partir de 10 nm d'abrasion le spectre n'évolue plus : l'acier est atteint. Un tribofilm mesurant moins de 10 nm d'épaisseur a donc été formé. D'après des analyses réalisées en d'autres points de cette zone, *l'épaisseur du tribofilm varie ponctuellement de 4 à 10 nm.*

Le détail du pic d'oxygène (donné par la ligne inférieure de FIG.3.7) indique une variation de sa position entre 510 eV en surface et 514 eV après 10 nm d'abrasion où il se stabilise. Ces positions caractérisent des formes oxydes : il pourrait s'agir d'oxyde de fer et/ou d'oxyde de calcium d'après les autres éléments détectés.

Les zones F2 et F3, localisées en regard des indents, sont couvertes par des tribofilms d'épaisseur variant entre 30 et 40 nm pour la première et supérieure pour la seconde (évaluations à partir de profils ponctuels). L'absence de carbone indique leur nature a priori minérale. Le pic de phosphore à 110 eV se détache dans ces deux zones après retrait de la contamination. Pour F2, il persiste au delà de l'abrasion du tribofilm, comme observé dans la zone F1. Il est bien plus net sur les profils de F3. *Il est donc difficile de conclure sur la présence de phosphore dans les trois régions de la zone de contact à l'aide des analyses AES.*

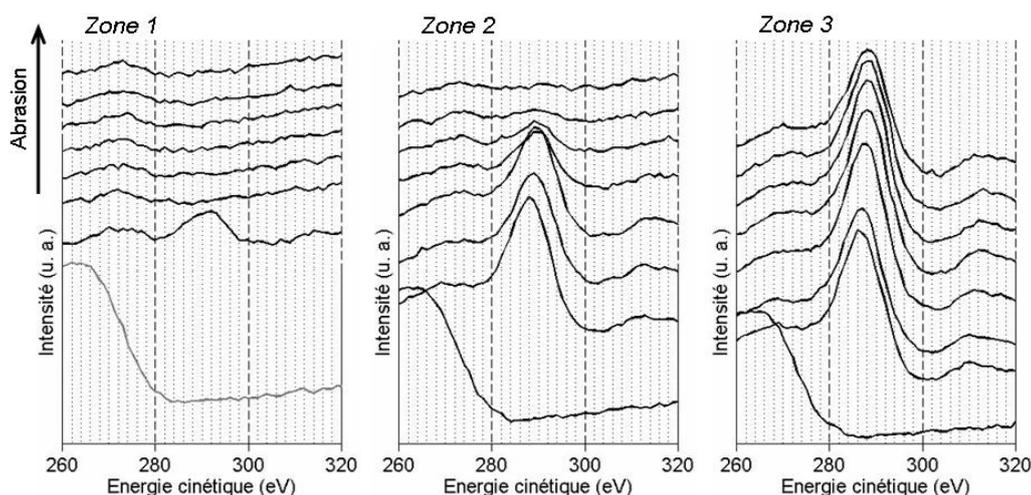


FIGURE 3.8: Agrandissement des pics AES de calcium pour chacune des zones de l'écaille au cours du profil Auger

Les spectres relatifs à la zone F2 (au centre de FIG.3.7) montrent des pics d'oxygène larges, parfois à deux sommets : des composantes à 505.5 et 510 eV sont clairement détectées une fois la

contamination abrasée. La composante la plus faible est la plus intense après 5 nm d'abrasion. La hauteur de ce pic s'amenuise entre 5 et 20 nm. Cette réduction s'accompagne d'une augmentation de l'énergie cinétique du pic de calcium (de 288 à 290 eV, voir FIG.3.8). Ce phénomène a été reporté dans la littérature [EIS 99] pour le carbonate de calcium, dont le pic d'oxygène était situé à 503 eV : le pic à 505.5 eV pourrait donc traduire la présence de carbonate dans le tribofilm. L'intensité de la composante à 510 eV diminue plus lentement que celle à 505.5 eV. Sa position varie jusqu'à atteindre 514 eV (après 30 nm d'abrasion), variation similaire à celle décrite précédemment pour la zone F1. Une troisième composante est nécessaire à la déconvolution convenable du pic d'oxygène. Elle se situe à 507 eV. Elle pourrait traduire la présence de la forme phosphate reportée à 508 eV dans les verres de phosphate [MIN 04], renforçant l'hypothèse de la présence de phosphore dans la composition du tribofilm.

Le pic d'oxygène de la zone F3 est large mais possède un seul sommet. Son énergie cinétique augmente au cours de l'abrasion de 505 eV à 507 eV. Il y a donc toujours une composante qui domine. Les énergies caractéristiques sont similaires à celles décrites dans la zone F2 : il pourrait s'agir des formes carbonate et phosphate.

La présence de carbonate ($CaCO_3$) est remise en cause par l'absence de carbone dans ces tribofilms. Il a été montré [CIZ 03] par des analyses XPS que l'abrasion ionique pouvait réduire le carbonate en oxyde. Une partie de l'oxyde détecté ne serait alors que le résultat de cette réaction. Ainsi, pour les zones F2 et F3, une déconvolution en deux ou trois composantes d'oxygène est envisagée. L'annexe C regroupe les profils Auger (courbes représentant l'intensité des pics en fonction de la profondeur d'abrasion). Elle aide à visualiser les évolutions décrites d'après les spectres de la figure 3.7 et propose la décomposition du pic d'oxygène en deux composantes situées à 507 et 512 eV ainsi que la décomposition en trois composantes incluant aux deux précédentes le carbonate à 505 eV.

3.1.2.2 Zones de contact MTM

Les endommagements présentés précédemment sont issus d'un essai de fatigue qui a duré 16h40 avec l'huile complète. Des essais tribologiques ont été effectués avec la MTM afin de mieux comprendre la formation de ces tribofilms dans les conditions de fatigue. Un essai de 15h30 (durée la plus longue possible) a été effectué dans un premier temps. L'analyse de sa zone de contact fait l'objet de la première partie de ce paragraphe. Par la suite, une étude [MEH 08] a montré que 5h suffisaient à la formation des tribofilms dans les conditions MTM pour les taux de glissement les plus faibles (SRR de 5%) avec l'huile complète. Les tribofilms générés au cours de ces essais à durée réduite sont étudiés dans la seconde partie de ce paragraphe.

Essai de 15h30 Des analyses AES ponctuelles ont été effectuées à l'intérieur et à l'extérieur de la zone d'un contact MTM ayant fonctionné 15h30 à 5% de glissement. Les régions analysées ont été sélectionnées selon le contraste clair (T2) ou plus sombre (T3) de l'image SEM présentée figure 3.9. Les spectres AES acquis au cours du profil Auger en chacun de ces points sont illustrés sur la figure 3.10. La représentation adoptée est la même que pour les profils précédemment décrits. Le pic d'oxygène a été également agrandi pour suivre plus précisément sa position au cours du profil pour chacune des régions analysées (voir FIG.3.10).

La comparaison des spectres Auger des 3 régions (FIG.3.10 valide la présence d'un tribofilm dans la zone de contact une fois la couche de contamination enlevée (spectres inférieurs en gris pour chaque zone). Il est composé de calcium (287 eV), d'oxygène (environ 508 eV) et de fer (trois pics dont le pic central est à 647 eV) sans carbone. La présence de phosphore est à nouveau difficile à valider. *Cette composition élémentaire est très proche de celle du tribofilm détecté dans*

la zone du contact *MBDF* qui a fait l'objet du paragraphe précédent.

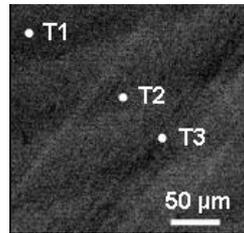


FIGURE 3.9: Image SEM du tribofilm généré dans le contact MTM (5%, 15h30)

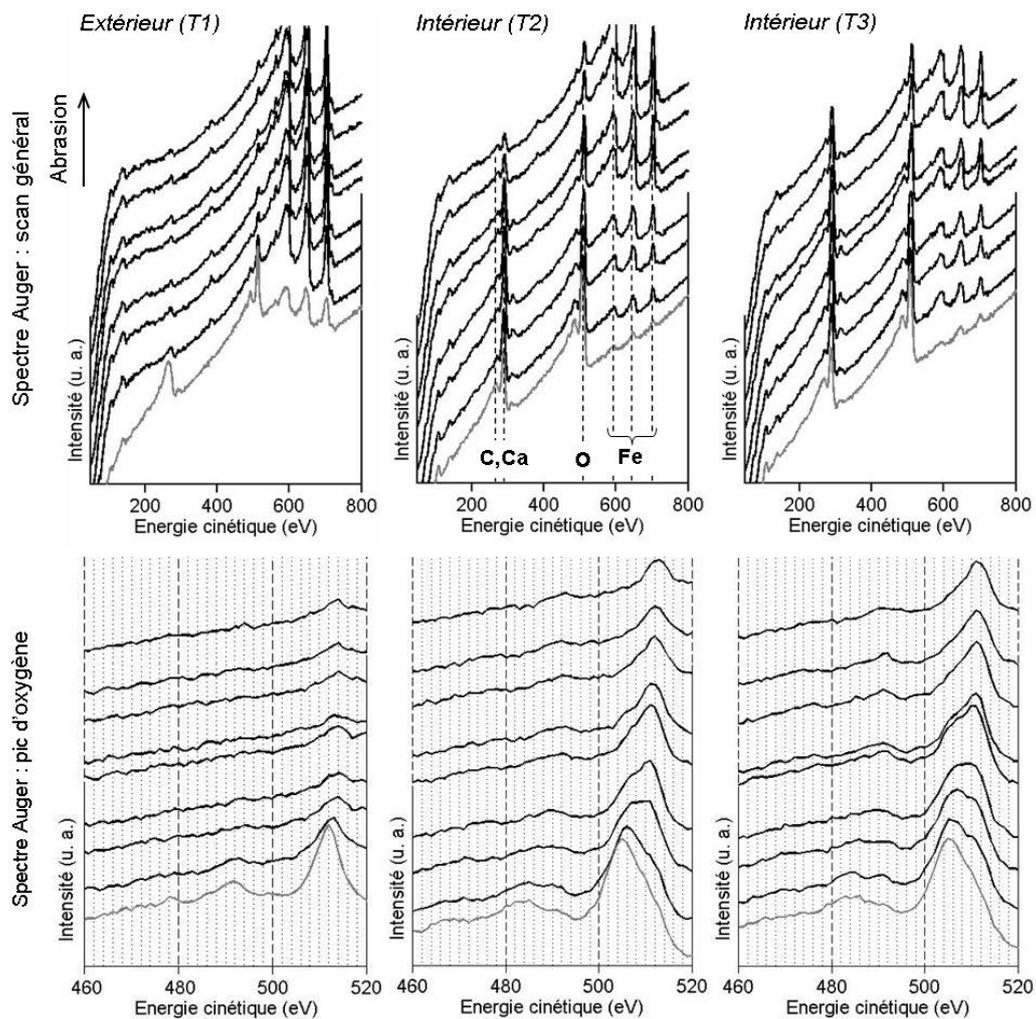


FIGURE 3.10: essai MTM effectué à 5% de glissement pendant 15h30 - analyses AES à l'extérieur (point T1) et à l'intérieur (points T2 et T3) de la zone de contact : scan général, agrandissements des pics d'oxygène.

L'épaisseur du tribofilm varie entre 50 nm pour la zone claire et 80 nm pour la zone foncée (voir annexe C). Il est donc réparti de manière hétérogène dans la zone de contact, comme le laissaient présager les observations optiques.

Dès la surface, les pics d'oxygène des points situés à l'intérieur de la zone de contact (T2 et T3) ont leur maximum à 505 eV ainsi qu'une base large (FIG.3.10). Ceci est différent des analyses du tribofilm au regard des indents pour lesquelles le pic d'oxygène était à 510 eV, de forme identique quelle que soit la zone concernée. A l'extérieur du contact (point T1), le pic d'oxygène est à 512 eV en surface. Sa position augmente rapidement jusqu'à 514 eV au cours du profil. Il est alors sous sa forme oxyde et caractérise la couche d'oxydes de 4 à 5 nm présente sur les surfaces métalliques exposées à l'air ambiant.

La position du pic d'oxygène en surface du tribofilm pourrait traduire la présence de carbonate, d'autant plus qu'elle s'accompagne d'un pic de calcium à 288 eV. Lorsque l'intensité du pic à 505 eV diminue, la position du calcium augmente, corroborant l'hypothèse de la présence de carbonates en surface. Le seul élément manquant à l'identification formelle de $CaCO_3$ est le carbone, qui, comme dans le tribofilm de fatigue est absent des spectres Auger. Après 10 nm d'abrasion, la position du pic d'oxygène s'étend de 507 à 511 eV, traduisant probablement la présence de phosphate et d'oxydes à ce niveau. La forme oxyde devient prépondérante par rapport au phosphate après 25 nm d'abrasion. Ces évolutions sont plus évidentes à discerner à l'aide des profils issus de ces spectres, présentés dans l'annexe C.

Essais de 5h Des analyses moyennées sur une surface carrée de 50 μm de côté ont été effectuées pour les essais de 5h. Les spectres obtenus à l'extérieur et à l'intérieur du contact sont illustrés figure 3.11 pour le tribofilm au centre de la figure 3.6. Le pic d'oxygène est agrandi (graphique au centre de FIG.3.11).

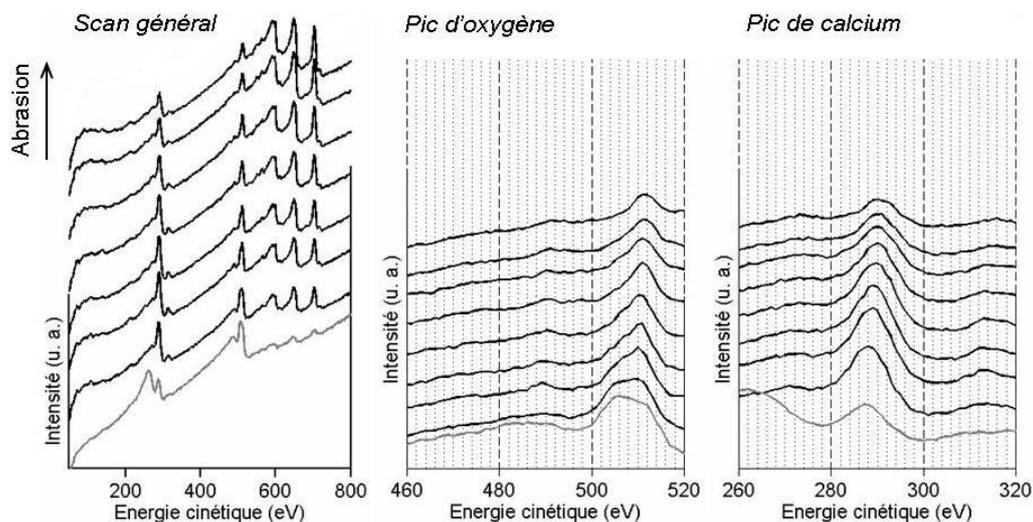


FIGURE 3.11: Essai MTM effectué à 5% de glissement pendant 5h - analyses AES dans la zone de contact : scan général, agrandissements des pics d'oxygène et de calcium

Les spectres montrent une grande similitude avec ceux de l'essai MTM de 15h30 analysé précédemment :

- le carbone n'est présent qu'en surface : le tribofilm serait donc minéral ;
- calcium, oxygène et fer constituent les éléments principaux du tribofilm ;
- l'oxygène peut se décomposer en différentes composantes caractéristiques des « carbonates » (composante de faible énergie cinétique), des « phosphates » (énergie cinétique intermédiaire) et des oxydes ;

– la composante la plus faible, attribuée aux « carbonates » est prépondérante à la surface.

La décomposition du pic d'oxygène semble inclure une composante attribuable aux « phosphates », mais le pic de phosphore a tendance à se confondre avec le fond sur les spectres de la figure 3.11. Une étude préliminaire [MEH 08] a montré que des tribofilms de composition chimique élémentaire similaire sont formés au cours d'essais dont le taux de glissement varie de 5 à 50% d'un essai à l'autre, toutes autres conditions de fonctionnement égales. Le scan général XPS d'un tribofilm généré au cours d'un essai MTM de 5h à 25% de glissement montre les raies caractéristiques du phosphore (FIG.3.12). La présence de phosphore dans le tribofilm est donc confirmée. Cependant, la discrimination n'étant pas évidente entre le tribofilm et le substrat dans les profils AES, la contribution du phosphore n'apparaît pas dans les profils issus des spectres, présentés dans l'annexe C. La composante d'oxygène à 507 eV est alors attribuée aux liaisons P-O dans les *phosphates*. Il pourrait s'agir de phosphates de calcium.

L'agrandissement du pic de carbone de l'analyse XPS (FIG.3.12) montre la présence d'une composante haute en énergie (>288 eV), qui pourrait être attribuable aux liaisons C–O dans CO_2 . Le spectre a été réalisé en surface, sans abrasion préalable. Il y a donc du carbonate en surface.

En surface, le pic d'oxygène s'étend de 505 à 511 eV, montrant la présence simultanée d'au moins deux composantes énoncées précédemment : des carbonates (505 eV) pourraient être mêlés aux oxydes de contamination (511 eV) présents couramment en surface. L'essai MTM plus long montrait la présence prépondérante de carbonate au même niveau.

Les épaisseurs des tribofilms générés au cours des essais MTM de 5h sont évaluées respectivement à 40 (centre de FIG.3.6) et 60 nm (droite de FIG.3.6). Les profils correspondants à ces analyses sont présentés dans l'annexe C.

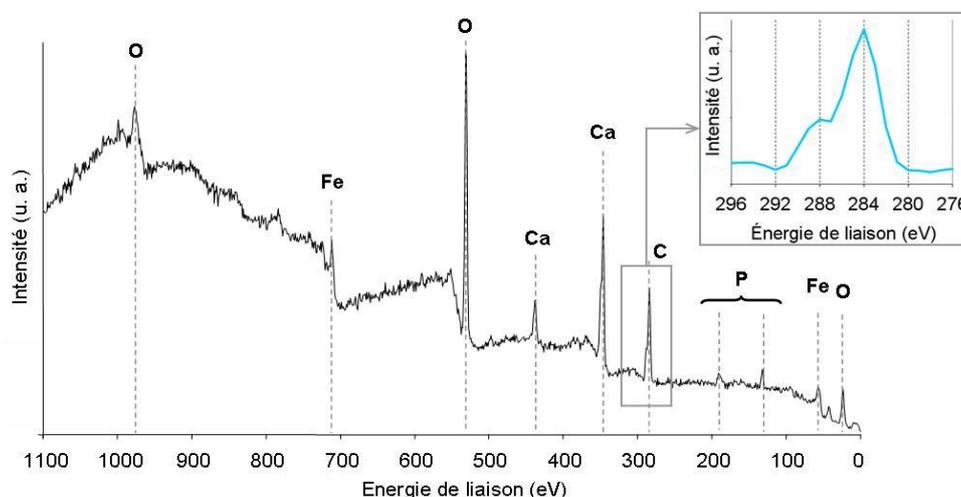


FIGURE 3.12: essai MTM (25%, 5h) - spectre XPS dans la zone de contact.

3.1.3 Pour résumer...

Tribofilms générés dans le contact des essais de fatigue :

Les analyses AES effectuées dans les trois zones de l'écaille de fatigue ont confirmé la présence de tribofilms pour chacune d'entre elles.

Composition élémentaire *Dans chaque région de la zone du contact MBDF définie figure 3.2, les tribofilms sont composés de calcium, d'oxygène et de fer. Un pic d'oxygène à 507 eV laisse supposer la présence de phosphore (phosphate) dans la zone de contact soumise au passage des indents. La dégradation du tribofilm sous le faisceau d'ions, et en particulier celle de la calcite, pourrait expliquer l'absence de carbone et les positions à faibles énergies du calcium et de l'oxygène.*

Épaisseur *Les analyses ponctuelles réalisées au cours du profil de ligne scan en 12 points permettent de discriminer deux régions par leurs épaisseurs. La zone non soumise au passage de l'indent (zone 1) est couverte par une couche inférieure à 10 nm composée de calcium, d'oxygène et d'une majorité de fer. Un tribofilm bien plus épais s'est formé dans la zone soumise à l'indent (zones 2 et 3). Son épaisseur est globalement supérieure à 30 nm, et maximale au centre de la zone de contact.*

Répartition des éléments en profondeur *Les zones analysées sont couvertes, en extrême surface d'une couche de contamination. Sous celle-ci se trouve un tribofilm riche en calcium dont la composition exacte n'est pas claire. La proportion d'oxydes s'accroît quand on se rapproche du substrat. Dans la zone soumise au passage des indents, la partie supérieure du tribofilm serait constituée de carbonates tandis qu'en dessous, phosphates et oxydes se mêlent.*

Tribofilms générés dans le contact des essais réalisés à l'aide de la Mini Traction Machine :

Quelle que soit la durée de l'essai supérieure à 5h, la MTM permet la formation d'un tribofilm dès 5% de glissement dans la zone de contact exclusivement.

Composition élémentaire *Le tribofilm est minéral, composé de calcium, oxygène et fer. La présence de phosphore est supposée grâce à la position d'un pic Auger d'oxygène à 507 eV (forme phosphate). Des analyses XPS ont confirmé la présence de cet élément dans ces tribofilms. C'est un point commun aux deux durées testées.*

Épaisseur *En moyenne, pour les tribofilms générés en 5h, elle est de 50 nm. Les analyses ponctuelles réalisées pour l'essai de 15h30 donnent 50 et 80 nm, montrant l'hétérogénéité du tribofilm réparti en îlots dans la zone de contact.*

Répartition des éléments en profondeur *La description parcourt une section transversale depuis l'extérieur vers le substrat. Les tribofilms analysés montrent la présence d'une couche de carbonates en surface, plus ou moins mêlée à la contamination « classique » (carbone et oxygène). La quantité de carbonates diminue ensuite au profit des phosphates et des oxydes. Les tribofilms contiennent du fer dans toute leur épaisseur.*

3.1.4 Discussion

La partie précédente a démontré la présence d'un tribofilm épais dans la zone de contact de l'essai de fatigue (réalisés à l'aide de la machine bi disques de fatigue) au regard des indents (zones F2 et F3 définies FIG.3.2). En dehors de cette région (cependant toujours dans la zone de contact), une couche triboformée bien plus mince est détectée. Le contact « modèle » (mini traction machine), en revanche, génère dans toute sa largeur un tribofilm.

Dans cette partie, la composition chimique élémentaire de ces deux « types » de tribofilms est discutée dans un premier temps d'une façon générale. Ensuite, la zone F1 des galets et la zone de contact des billes seront confrontées. Et pour finir, les zones F2, F3 et le contact MTM sont mis en parallèle.

3.1.4.1 Composition chimique élémentaire des tribofilms

Les essais de fatigue et tribologiques ont permis la formation de tribofilms dans les zones de contact. Les compositions chimiques élémentaires sont proches.

Les analyses AES ont révélé la présence de *calcium*, d'*oxygène* et de *fer*. Elles laissent des doutes quant à la présence de *phosphore* et l'absence de carbone qui peuvent être levés en croisant les résultats d'analyses EDX et XPS complémentaires.

Si la spectroscopie Auger est peu sensible au phosphore, cet élément est clairement associé au calcium et, dans une moindre mesure, à l'oxygène sur les cartographies EDX de la figure 3.5 dans les zones du contact soumises au passage des indents. Une analyse XPS, plus sensible à la détection du phosphore que la spectroscopie Auger, vient confirmer cette association. Le pic AES détecté à 110 eV dans le tribofilm est donc effectivement dû à la présence de phosphore et la composante d'oxygène à 507 eV attribuée aux *phosphates*.

L'élément *carbone*, en revanche, est absent de tous les spectres Auger dans l'épaisseur des tribofilms. Calcium et oxygène sont eux trouvés à des positions basses en énergie (respectivement 288 et 505 eV) une fois la couche de contamination abrasée. Ces énergies, reportées à 283 et 503 eV par Eisenlohr et al. [EIS 99], caractérisent le carbonate de calcium. Ce dernier est détecté par XPS dans la zone de contact d'un essai MTM (FIG.3.12) réalisé à 25% de glissement avec l'huile complète. Par ailleurs, Cizaire et al. [CIZ 03, CIZ 04] ont montré que les ions (lors de l'abrasion) et les électrons (au cours des analyses AES) réduisent le carbonate de calcium ($CaCO_3$) en oxyde de calcium (CaO) et dioxyde de carbone (CO_2). Le dioxyde de carbone, volatil, s'évapore du tribofilm entraînant l'enrichissement de la surface en oxyde de calcium.

Les additifs anti-usure (AW), extrême-pression, détergent et dispersant entrent dans la formulation du lubrifiant. Parmi ces additifs, les trois premiers cités sont connus pour former des tribofilms et les deux derniers pour être à l'origine d'interactions avec les deux premiers (pour des informations plus détaillées sur les interactions ZnDTP-détergents ou ZnDTP-dispersants, le lecteur peut se procurer les références suivantes [SPI 04, NIC 05]). Ici, il semble que seuls le détergent et l'anti-usure réagissent puisque les éléments détectés proviennent de leurs molécules caractéristiques. Les détergents surbasés ne peuvent pas être associés sans précautions avec un autre agent formateur de films tribochimiques diminuant l'usure. En effet, par leur action détergente, ils ont tendance à :

- nettoyer la surface de toute autre espèce chimique provoquant la destruction des films AW [CIZ 03], réduisant ainsi l'efficacité de ces films déjà formés [WAN 02] ;
- retarder la formation des films AW ;

car ils forment des tribofilms de phosphates de calcium homogènes dans leur épaisseur par un effet antagoniste sur les additifs anti-usure (le plus fréquemment testé est celui issu de la lubrification

au ZDDP). Ceci se traduit le plus souvent par un accroissement de l'usure des pièces [ROU 75b, KAP 81, ROU 89, TAY 03a, NIC 04]. De plus, le tribofilm formé à partir de détergent surbasé empêche toute nouvelle espèce de s'absorber sur lui [GEO 78]. L'optimisation des performances anti-usure semble cependant possible, elle vient de la maîtrise des concentrations des additifs entrant dans la formulation [ROU 78].

3.1.4.2 Comparaison des zones de contact hors zone indentée

D'un type d'essai à l'autre, les conditions de fonctionnement sont différentes. En particulier lorsque l'on fait abstraction des indents pour les essais de fatigue et que l'on compare la zone restante (zone F1 définie FIG.3.2) au contact MTM. Les épaisseurs de film EHD évaluées en fatigue sont près de 24 fois celles des essais tribologiques évaluées à 11 (épaisseur minimale) et 20 nm (épaisseur au centre) respectivement. Le paramètre lambda calculé pour chacun de ces essais est de 3,7 en fatigue contre 0,9 dans les conditions MTM. *Les essais de fatigue seraient donc, indent exclu, bien moins sévères (lubrification par un film complet) que les essais MTM (lubrification mixte)*. L'une des conditions de formation de tribofilms épais est la présence de contacts directs entre aspérités. A ce titre, il semble justifié que le tribofilm de la zone de contact MBDF hors indent (zone F1) soit très mince devant celui formé dans le contact MTM (synthèse dans Tab. 3.1).

MBDF	Zone F1	Zone F2	Zone F3
Epaisseur	1 à 10 nm	30 à 40 nm	> 40 nm
MTM 15h30	Zone SEM claire (T2)		Zone SEM foncée (T3)
Epaisseur	50 nm		80 nm
MTM 5h	Relevés moyennés		
Epaisseur	40 à 60 nm		

TABLE 3.1: épaisseurs des tribofilms évaluées par des profils Auger ponctuels dans les zones de contact d'un essai MBDF (régions définies FIG.3.2) et moyennés dans les zones de contacts MTM (définies FIG.3.9).

3.1.4.3 Comparaison de la zone soumise à l'indent et de la zone de contact MTM

Dans le contact de fatigue, un tribofilm épais est généré dans la zone située en regard des indents. Le tribofilm MTM couvre, en revanche, l'ensemble de la zone de contact de manière uniforme.

Des tribofilms aux couleurs bleue et marron sont observés dans les zones F2 et F3 du contact MBDF comme dans toute la largeur des contacts MTM. Le détergent surbasé au sulfonate de calcium est connu pour former simultanément ces deux types de tribofilms [KAP 81, CIZ 03]. Le tableau 3.1 reprend les épaisseurs des tribofilms et des couches adsorbées décrites dans la partie précédente. Rappelons que les analyses sur l'écaïlle et le tribofilm issu de l'essai MTM long ont été effectuées ponctuellement tandis que pour l'essai MTM de 5h les épaisseurs sont moyennées. Toutes sont supérieures à 30 nm.

Considérons la bande soumise à la pression de l'indent (zones F2 et F3 de FIG.3.2). Cette région évolue dans des conditions bien plus sévères que la zone F1, mais peu évidentes à évaluer [BIB 08]. Les conditions de fonctionnement de l'essai (paramètres de Moes $M2= 3566$ et $L= 12,6$) ne permettent pas de simuler le passage d'un indent dans le contact à l'aide des solveurs EHD classiques. En approximant à un contact sec élastique et en utilisant la géométrie résiduelle

des indents [COU 01, COU 04], les surpressions induites par les bourelets des indents sont évaluées à 7 GPa. Soit plus de 10 GPa de pression maximale. Dans cette région limitée, les conditions sont extrêmement sévères. Il est possible que les variations de pression importantes contribuent à la formation du tribofilm.

Les observations et analyses effectuées sur l'écaille et le galet montrent qu'un tribofilm s'est formé au cours des essais de fatigue. Il est localisé dans la zone de contact, principalement dans la région soumise au passage des indents. Deux zones peuvent être différenciées en terme d'épaisseur : la première, au regard des épaulements latéraux ; la seconde en vis-à-vis des épaulements avant et arrière. Les indents sont notamment à l'origine de surpressions très importantes qui pourraient expliquer la formation du tribofilm, d'autant plus que l'essai est effectué avec glissement.

Analyses Auger et abrasion ionique dégradent le tribofilm. Elles rendent difficile sa caractérisation chimique élémentaire précise mais donnent accès à son épaisseur. Pour plus de précision sur ses constituants, la mise en oeuvre de techniques d'analyses différentes est nécessaire. Les éléments constitutifs du tribofilm proviennent uniquement des additifs anti-usure et détergent. Est-ce parce que l'extrême-pression est inactif ? ou son action est-elle « effacée » par le détergent ?

La comparaison de ces tribofilms avec ceux formés au cours d'un essai MTM dans des conditions de fonctionnement différentes révèle des similitudes tant en terme d'épaisseur qu'en terme de composition élémentaire. Ces résultats sont surprenant et, à l'heure actuelle, peu compris. Cependant, en première approche, la MTM semble être un outil simple et efficace pour mieux comprendre la formation des tribofilms observés sur des éprouvettes de fatigue.

3.2 Caractérisation tribologique

D'après Meheux et al. [MEH 08], 5h suffisent à former des tribofilms dans les conditions MTM pour les taux de glissement les plus faibles (SRR de 5%) avec l'huile complètement formulée (Htot). **Cette section propose donc des essais MTM dont une majorité a duré 5h.** Dans cette publication, les auteurs montrent également qu'à 25% de glissement le tribofilm se forme plus rapidement, donc **les essais présentés dans cette section ont tous été effectués à 25% de glissement.**

3.2.1 Influence des additifs

Au cours d'un essai standard (5h, 25%) lubrifié avec l'huile de base (essai HB), le coefficient de frottement mesuré reste constant (en gris sur le graphe de FIG.3.13). L'essai lubrifié avec l'huile complète (essai Htot) montre en revanche une augmentation du coefficient de frottement au cours du temps (en noir sur le graphe de FIG.3.13). Initialement égal à celui de l'huile de base dans les mêmes conditions de fonctionnement, le frottement augmente progressivement jusqu'à avoir atteint un palier. Au début de l'expérience ($t=0$ s), les additifs n'ont probablement pas encore réagi : le coefficient de frottement mesuré correspond alors à celui de l'huile de base. En revanche, dès les premières secondes de l'essai, les additifs réagissent dans le contact. Cette réaction peut être à l'origine d'un accroissement du coefficient de frottement lorsqu'elle s'accompagne de la formation d'un tribofilm. Taylor et al. [TAY 00, TAY 03a] ont reporté la même corrélation pour des lubrifiants contenant du ZnDTP. Optiquement, la différenciation des deux lubrifiants n'est pas évidente (FIG.3.13). Les zones de contact sont également marquées. La présence de rayures en bordure de la zone de contact pourrait indiquer un niveau de protection tribologique inférieur, mais seules les mesures de coefficient de frottement et des analyses de surface permettent la discrimination.

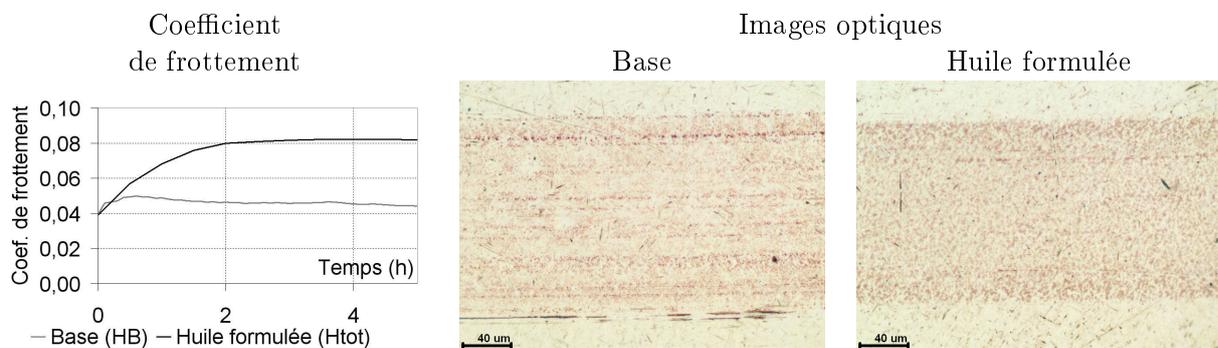


FIGURE 3.13: essais standards (5h, 25%) lubrifiés avec l'huile de base et l'huile complète - comparaison des coefficients de frottement et des images optiques des zones de contact.

Les analyses AES réalisées dans la zone de contact de l'essai HB (FIG.3.14) révèlent un tribofilm composé majoritairement de carbone, d'oxygène et de fer. La zone de contact de l'essai Htot est en revanche couverte d'un tribofilm composé de calcium, d'oxygène et de fer (FIG.3.15). Les spectres acquis au cours des profils Auger de chaque échantillon sont comparés à gauche des figures 3.14 et 3.15. La représentation est identique à celle utilisée dans la partie précédente : le spectre inférieur en gris est issu de l'extrême surface, puis chaque spectre est séparé par 5 nm d'abrasion environ. Le tribofilm de l'essai HB est composé essentiellement d'oxygène et de fer,

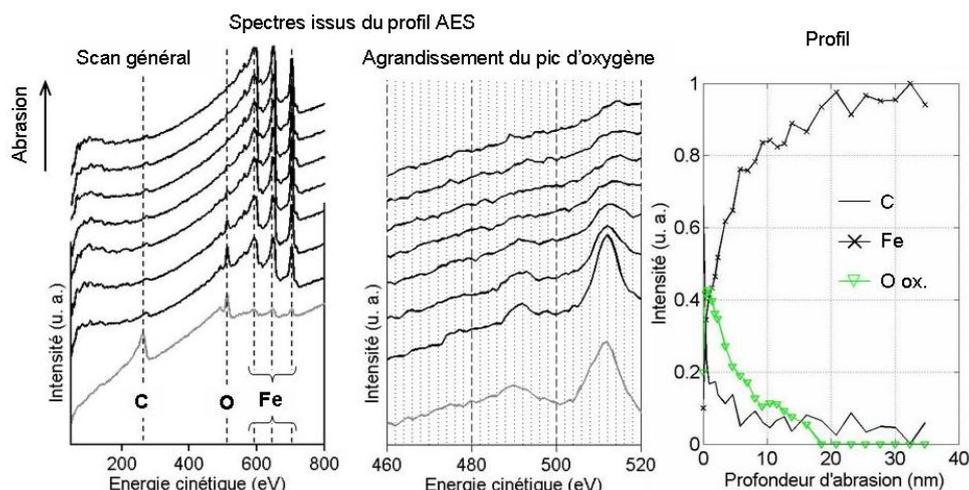


FIGURE 3.14: essai standard lubrifié avec l'huile de base - profil Auger dans la zone de contact - scan général, agrandissement du pic d'oxygène et profil.

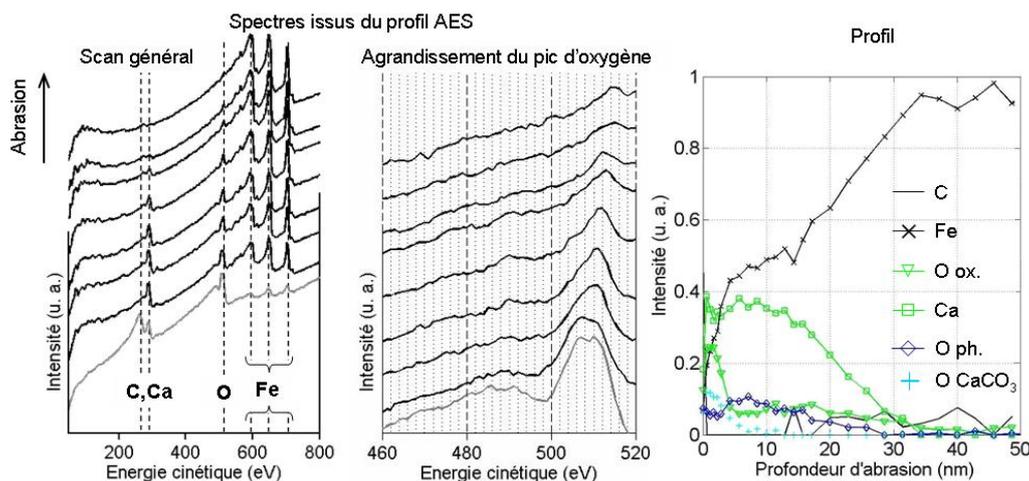


FIGURE 3.15: essai standard lubrifié avec l'huile complète - profil Auger dans la zone de contact - scan général, agrandissement du pic d'oxygène et profil.

avec une légère présence de carbone. L'oxygène, dont le pic est agrandi au centre de la figure 3.14 est présent sous forme oxyde exclusivement (pic à 512 eV). La zone de contact de l'essai Htot est, elle, couverte d'un tribofilm composé de calcium, d'oxygène et de fer, comme celui formé au cours de l'essai à 5% (décrit dans la partie 3.1). Le pic d'oxygène peut, dans ce cas, être décomposé en trois contributions en surface qui se réduisent à une seule en fin d'abrasion :

- du carbonate à 505 eV, désigné par « O CaCO₃ » sur le profil à droite de la figure 3.15 ;
- du phosphate à 507 eV, désigné par « O ph. » sur le profil ;
- de l'oxyde situé au delà de 510 eV, désigné par « O ox. » sur le profil (c'est la seule composante persistant une fois le substrat atteint).

Le tribofilm généré dans la zone de contact de l'essai Htot est quasiment deux fois plus épais que celui de l'essai HB : 35 nm pour le premier contre 19 nm pour le second. Les profils issus des spectres Augers (à droite FIG.3.14 et FIG.3.15) permettent une meilleure visualisation des

contributions élémentaires au cours de l'abrasion.

Les analyses AES attestent de la présence de tribofilms dans les zone de contact étudiées de composition élémentaire et d'épaisseur différentes. Celui détecté dans la zone de contact d'un essai lubrifié avec l'huile de base est très proche en composition de la couche d'oxyde détectée en dehors de la zone de contact. Il ne modifie pas le coefficient de frottement par rapport à celui mesuré en début d'essai. Le test de l'huile complète dans les conditions standard montre, en revanche, *une augmentation du coefficient de frottement qui est attribuée à la génération d'un tribofilm suite à la réaction des additifs dans le contact tribologique.*

3.2.2 Influence de la croissance d'un tribofilm

Un essai de 30 minutes a été réalisé avec H_{tot} afin de vérifier si l'augmentation du coefficient observée dans le paragraphe précédent pouvait être attribuée à la croissance du tribofilm sur la surface métallique.

Le coefficient mesuré au cours de cet essai a été tracé sur la figure 3.13 (diamants noirs). Il montre que le phénomène a bien été reproduit et interrompu, comme souhaité.

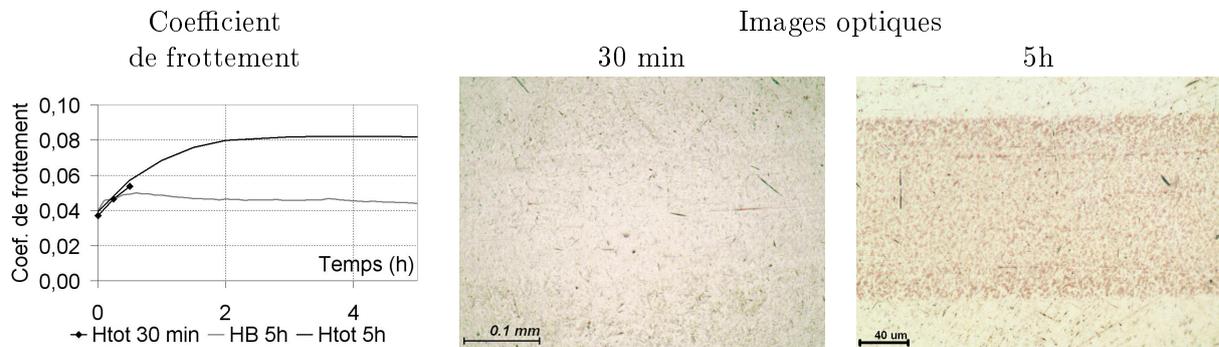


FIGURE 3.16: essais court (30 min) et standard lubrifiés avec l'huile complète - comparaison des coefficients de frottement et des images optiques des zones de contact

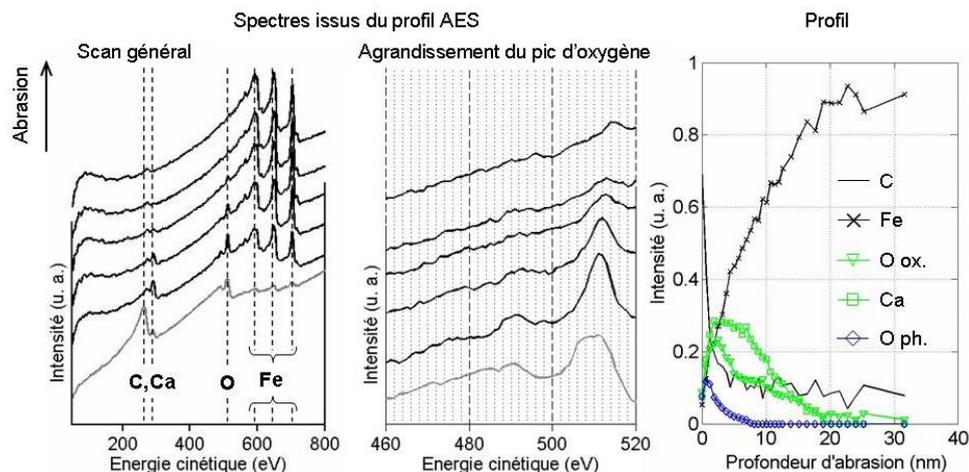


FIGURE 3.17: essai MTM (30 min) lubrifié avec H_{tot} - profil Auger dans la zone de contact - scan général, agrandissement du pic d'oxygène et profil.

Les images optiques sont regroupées en figure 3.13. La zone de contact de l'essai court (au

centre) est peu visible, contrairement à celle obtenue en testant la même huile dans les conditions standard (5h, à droite de FIG.3.13). En contraste SEM, la zone de contact du test de 30 min se voit, autorisant facilement les analyses AES. Le profil Auger réalisé dans la zone de contact de l'essai court (FIG.3.17) atteste de la présence d'un tribofilm de composition élémentaire similaire à celle du tribofilm généré pendant 5h. Son épaisseur est estimée à une vingtaine de nanomètres. La comparaison entre un essai de 30 min et un essai de 5h valide donc que le coefficient de frottement croît au cours des premières heures et que de 30 min à 5h, il s'épaissit d'une vingtaine à une trentaine de nanomètres. *L'augmentation du coefficient observée au cours des essais lubrifiés avec Htot peut donc être attribuée à la croissance d'un tribofilm dans la zone de contact.*

3.2.3 Influence de la rugosité du tribofilm

Un tel accroissement du coefficient de frottement lors de la formation d'un tribofilm a été observé pour la lubrification avec le ZnDTP dans le contact MTM. Les hypothèses envisagées pour expliquer ce phénomène sont [SPI 04] :

- le tribofilm entraîne une augmentation de la rugosité dans la zone de contact ;
- le tribofilm réduit/ inhibe l'entraînement du lubrifiant dans le contact.

La première a été écartée lorsque des tribofilms de ZnDTP lisses ont produit le même effet [TAY 03a], laissant supposer que l'augmentation du coefficient de frottement (d'un facteur > 2 dans [TAY 03a]) n'était pas uniquement dû à un accroissement de rugosité dans le contact. Des essais mesurant l'épaisseur EHD de film ont alors mis en évidence une épaisseur EHD inférieure à la prédiction théorique de Hamrock-Dowson (réduction constante de 60 nm de l'épaisseur réelle par rapport à la théorie), entraînant la seconde hypothèse [TAY 03b].

Vérifions dans un premier temps la rugosité des tribofilms obtenus avec Htot (qui ne contient pas de ZnDTP).

Des relevés AFM ont été effectués à la fois dans la zone de contact et en dehors. Ils montrent que le tribofilm se forme sur la surface, déplaçant la rugosité initiale (amplitude et longueur d'onde) à une altitude plus importante (translation de la ligne moyenne). Le suivi d'une rayure de polissage depuis l'extérieur de la zone de contact jusqu'à l'intérieur montre que le tribofilm remplit cette rayure, décalant ainsi son altitude de l'épaisseur du tribofilm (FIG.3.18). L'augmentation significative du coefficient de frottement observée au cours des deux premières heures des essais n'est donc pas, a priori, due à une modification de la rugosité de la surface.

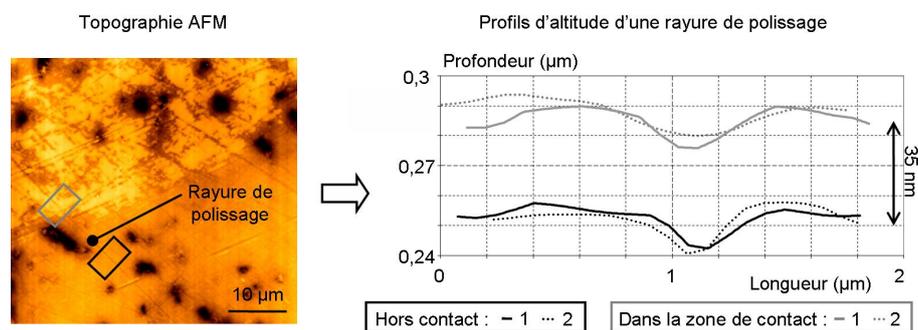


FIGURE 3.18: Essai standard lubrifié avec Htot - Relevés AFM effectués sur le disque pour suivre l'altitude d'une rayure de polissage dans la zone de contact (en gris) et en dehors (en noir).

Au cours de la traversée du contact, le tribofilm pourrait également dissiper inélastiquement une partie de l'énergie disponible.

Comme l'avaient statué Taylor et Spikes à propos des tribofilms de ZDDP, *un accroissement de rugosité dans la zone de contact n'est pas suffisant à expliquer seule l'augmentation du coefficient de frottement.*

3.2.4 Influence de couches adsorbées à la surface du tribofilm

Jusqu'à présent, la présence du tribofilm analysé a été directement corrélée à la croissance coefficient de frottement mesuré. Or, l'échantillon introduit dans la chambre ultravide a subi un nettoyage au n-heptane et aux ultrasons. Bec et al. [BEC 99] ont montré qu'un nettoyage à l'aide d'un alcane retirait la couche supérieure d'un tribofilm de ZDDP « complet » (constituée de précipités issus de la dégradation du ZDDP), formé dans le contact. Il est donc intéressant de comparer le coefficient de frottement d'un tribofilm « complet » à celui d'un tribofilm venant d'être nettoyé.

Pour cela, des tests en quatre étapes ont été effectués :

1. réalisation d'un premier essai standard de 5h à 25% de glissement utilisant des échantillons neufs - lubrification avec l'huile complète (Htot) ;
2. nettoyage classique (voir chapitre 2, section 2.4.2.2) ;
3. réalisation d'un second essai standard de 5h à 25% de glissement utilisant la bille et le disque nettoyés au cours de l'étape 2 - lubrification avec l'huile complète ou l'huile de base (HB) ;
4. nettoyage classique.

Trois tests ont été effectués selon ce protocole. Le premier a consisté à utiliser l'huile formulée avec tous les additifs pour les étapes 1 et 3 (désigné par test Htot/Htot). Pour les deux autres, en revanche, le premier essai fut effectuée avec Htot, le second avec la base (par la suite, test Htot/HB).

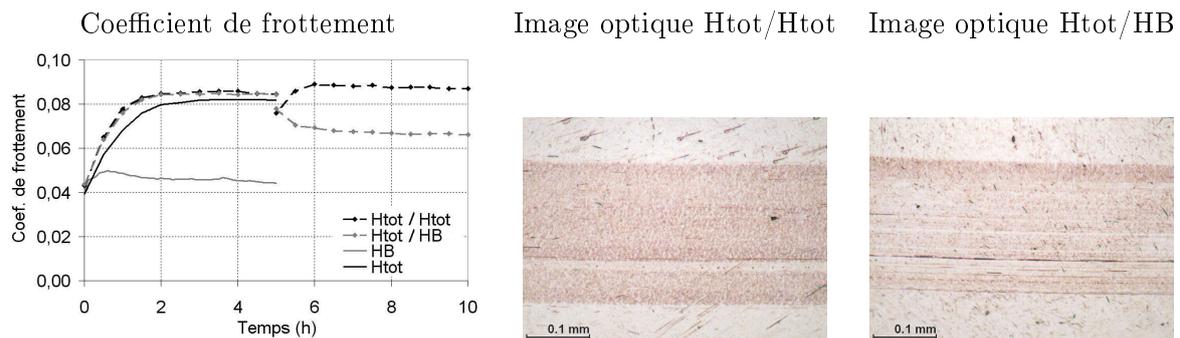


FIGURE 3.19: Essais MTM combinés Htot/Htot et Htot/HB. A droite, mesure du coefficient de frottement et comparaison avec les essais Htot et HB standards (FIG.3.13). A gauche, images optiques en fin des essais combinés.

L'évolution du coefficient de frottement au cours de ces essais est montrée figure 3.19. Les essais présentés dans la partie 3.2.1 ont été reportés pour montrer la validité de la première étape. Au début du second essai ($t = 5h$), une chute du coefficient de frottement par rapport à la valeur finale est observée pour tous les essais. Du début à la fin du premier essai, le coefficient de frottement

3. Elements de compréhension de la formation des tribofilms entre les surfaces 100Cr6 et les lubrifiants

est doublé. La chute mise en évidence représente plus d'un cinquième de cet accroissement, elle est attribuée au retrait par le nettoyage d'une couche adsorbée sur le tribofilm. Ce dernier, dont l'épaisseur et la composition élémentaire ont été décrites précédemment (partie 3.2.1), n'est donc pas le seul à participer à la valeur du coefficient de frottement mesurée par la MTM comme laissé supposer dans les trois premières sections de l'étude tribologique (3.2). Les analyses AES menées jusqu'alors sont effectuées sur un tribofilm contribuant à priori à une grande partie du coefficient de frottement.

La seconde partie des courbes de frottement (FIG.3.19 de 5h à 10h) suggère :

- la régénération de cette couche (test Htot/Htot) ;
- l'usure progressive du tribofilm résiduel (test Htot/HB).

Les images optiques correspondant à ces essais corroborent ces suggestions (FIG.3.19). La coloration de la zone de contact Htot/Htot est similaire à celle d'un essai standard lubrifié avec l'huile formulée (FIG.3.13). Les profils Auger (FIG.3.20 et FIG.3.21), les précisent tout en soulevant de nombreuses questions.

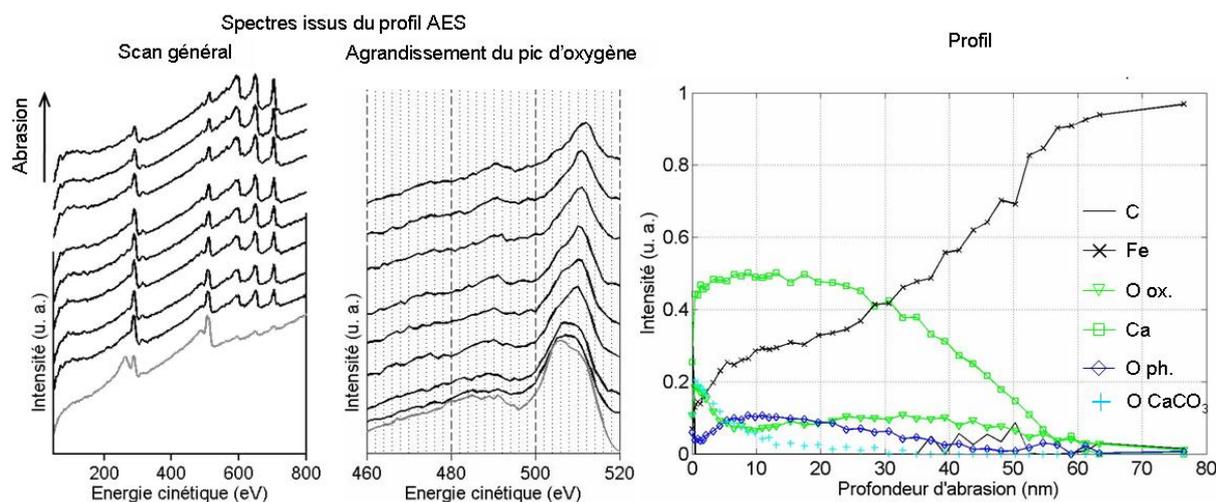


FIGURE 3.20: Essai MTM combiné Htot/Htot : profil Auger dans la zone de contact

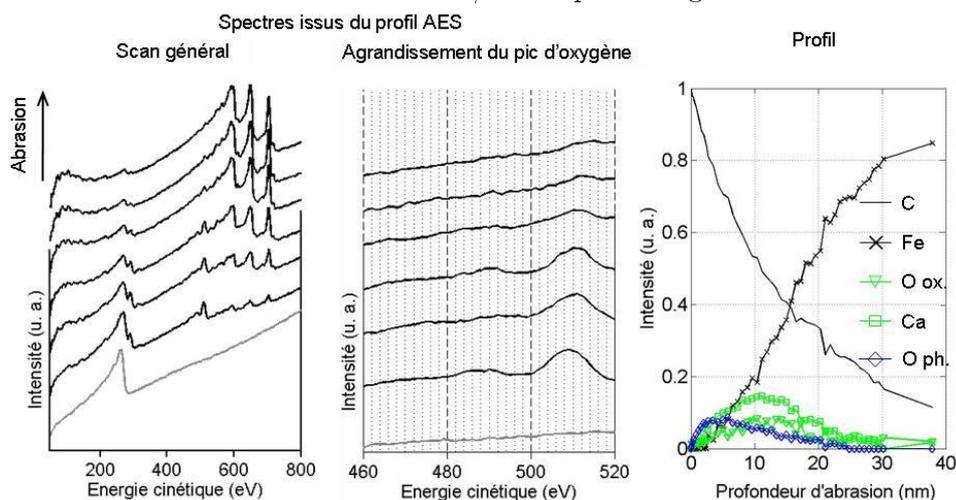


FIGURE 3.21: Essai MTM combiné Htot/HB : profil Auger dans la zone de contact

D'une part, le tribofilm Htot/Htot est près de 1,7 fois plus épais que celui analysé suite à un essai Htot (FIG.3.15). Les mêmes éléments les constituent. Pourtant, cet accroissement d'épaisseur du tribofilm ne s'accompagne pas d'une élévation du coefficient de frottement par rapport au niveau atteint au bout de 5h. D'autre part, l'épaisseur en fin d'un essai Htot/Htot équivalait à celle d'un essai Htot de 15h30.

L'épaisseur du tribofilm Htot/HB s'élève à 25 nm. Par rapport à l'essai Htot standard, le tribofilm s'est considérablement enrichi en carbone, appauvri en calcium et son épaisseur a diminué. Ces changements s'accompagnent d'une baisse du coefficient de frottement.

Il est clair que la valeur du coefficient de frottement dépend essentiellement du lubrifiant utilisé dans l'étape 3 du protocole défini en début de section. L'épaisseur du tribofilm formé dans la zone de contact semble n'avoir qu'un second rôle sur la valeur du coefficient de frottement mesuré. Un tel comportement correspond à la lubrification en régime limite. Les additifs présents dans ce lubrifiant contribuent à la formation d'un tribofilm qui agit comme ceux issus du ZnDTP [TAY 03a, SPI 04].

Les tests MTM combinés présentés dans ce paragraphe relancent le débat sur l'existence d'une couche adsorbée sur les tribofilms. Initialement formulée par Bell et al. [BEL 90, BEL 93] à la suite d'essais cryogéniques, elle a été reprise par Bec et al. [BEC 99]. Il s'agissait alors de tribofilms issus de la lubrification au ZnDTP. Les résultats d'aujourd'hui montrent que cette hypothèse pourrait s'appliquer à d'autres tribofilms. La nature de cette couche, dans le cas présent, ne peut être définie précisément : les analyses AES mises en oeuvre sont effectuées post nettoyage.

Par ailleurs, il semble que :

- l'épaisseur du tribofilm seul ait peu d'influence sur la valeur du coefficient de frottement dans la seconde partie de l'essai
- l'alimentation en additifs soit nécessaire à la restauration de la valeur de coefficient de frottement obtenue après la première séquence d'essai.

3.2.5 Influence de la présence de détergent dans l'huile

Suite aux essais réalisés avec l'huile complète qui ont été présentés dans les sections précédentes, pour expliquer les phénomènes observés, des lubrifiants plus simplement additivés ont subi l'essai standard.

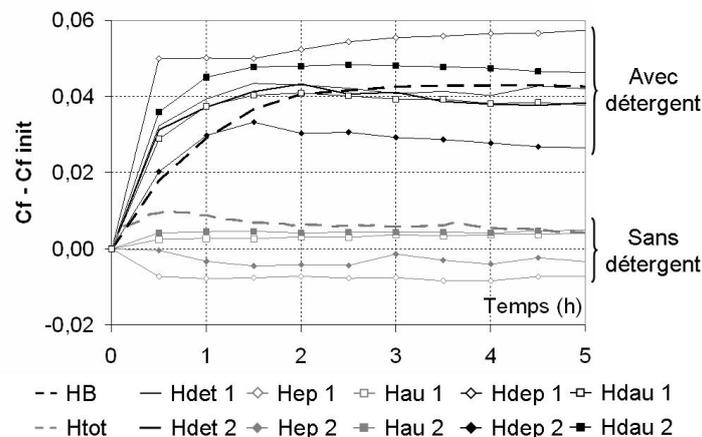


FIGURE 3.22: Comparaison des niveaux relatifs des coefficients de frottement relevés au cours d'essais standards effectués avec différents lubrifiants

Les variations par rapport à la valeur à $t=0$ des coefficients de frottement mesurés au cours de ces tests ont été tracées sur le même graphe (FIG.3.22). Deux comportements apparaissent dans un premier temps : l'un similaire à celui de l'huile de base, l'autre similaire à celui de l'huile complète. En s'attachant à la formulation des lubrifiants appartenant à chacun de ces groupes, ce classement peut être interprété de la façon suivante :

- les lubrifiants ne contenant pas de détergent ont un coefficient de frottement variant peu au cours du temps, comportement similaire à celui de l'huile de base ;
- les huiles formulées avec le détergent entraînent une augmentation puis une stabilisation du coefficient de frottement comme décrit pour l'huile complète.

Les essais réalisés avec des lubrifiants sans détergent, c'est-à-dire ceux formulés avec l'EP seul et l'AW seul (et l'huile de base), présentent également des similarités en terme de faible distinction de la zone de contact (au microscope optique) et de faible épaisseur de tribofilm formé (voir annexe C). Notons que des traces de calcium sont détectées lors des analyses de ces deux essais, sans doute issu de la contamination par l'essai précédent. Ceci est lié à l'adhésion tenace des nanoparticules de détergent sur les surfaces. Malgré cela, les tribofilms EP et AW sont bien plus minces que les tribofilms obtenus avec le détergent seul. Les zones de contact des essais effectués avec les huiles au détergent sont en revanche bien marquées optiquement (voir annexe C). Elles sont couvertes de tribofilms dont l'épaisseur varie d'une trentaine de nanomètres (huile complète) à plus de 60 nm (détergent seul).

3.3 Conclusions

La récupération d'une écaille entière issue d'un essai de fatigue (lubrifié avec l'huile complète) a permis l'analyse Auger de la zone de contact présente sur les galets. Sa comparaison avec celle de différents essais MTM a montré que les tribofilms formés dans le contact bille-disque sont proches en épaisseur et en composition élémentaire de ceux formés dans la zone de contact soumise au passage des indents (essais de fatigue), malgré les différentes pressions et vitesses de glissement sélectionnés. Les suppressions liées aux épaulements des indents pourraient être à l'origine de cette localisation particulière. C'est dans cette zone que s'initient les fissures de fatigue pouvant donner naissance aux endommagements (voir FIG.4.2).

L'ensemble des essais MTM présentés dans ce chapitre montre que la présence du détergent a un rôle déterminant sur la valeur du coefficient de frottement mesurée et l'épaisseur du tribofilm qui y est généré. Lorsque le détergent est présent, le coefficient de frottement croît puis se stabilise au bout d'une à deux heures selon les lubrifiants testés. S'il est absent (base seule et lubrifiants formulés uniquement avec l'anti usure ou l'extrême pression), le coefficient de frottement évolue peu ou diminue.

L'huile contenant tous les additifs inclut le détergent. Pour ce lubrifiant, la croissance peut être clairement attribuée à la fois à la couverture progressive de la zone de contact par un tribofilm et à la présence au sommet de ce tribofilm d'une couche adsorbée. L'extension de ces résultats à l'ensemble des formulations testées contenant le détergent est délicate. Il semble par ailleurs que la valeur du palier atteint ne soit pas seulement liée à l'épaisseur du tribofilm, mais à sa structure constituée de la couche triboformée sur le substrat au dessus de laquelle se trouve la couche adsorbée.

Relier le frottement aux propriétés des couches triboformées et/ou simplement adsorbées est un défi relevé depuis plusieurs dizaines d'années au moins [ROU 64]. Nous confirmons dans cette partie que certaines propriétés observées jusqu'alors pour les tribofilms de ZnDTP sont aussi valables pour ceux de détergents surbasés : capacité à former rapidement des tribofilms épais en

roulement-glissement, accroissement du coefficient de frottement, ...

Des expériences supplémentaires indiqueraient dans quelle mesure les observations basées sur les essais MTM sont transposables à l'étude de la génération des tribofilms de fatigue (structure, cinétique, ...). La présence d'une telle couche pourrait retarder l'ouverture des fissures de fatigue au lubrifiant (voir 4.1.2) dès lors que la génération du tribofilm précède l'ouverture des fissures.

Chapitre 4

Fatigue de contact et présence d'éléments chimiques des additifs

Les performances en fatigue de l'huile de base et de l'huile complète (Htot) ont été testées dans un premier temps à l'aide de la Machine BiDisque de Fatigue. Les analyses menées sur une écaille (présentée dans le chapitre précédent) ont montré la présence d'un tribofilm épais dans la zone de contact soumise à l'indent pour les essais réalisés avec l'huile complète. Cette couche triboformée est essentiellement composée de calcium et de phosphore, provenant du détergent et de l'anti-usure. Le soufre issu de l'extrême-pression n'y apparaît pas malgré les très hautes pressions engendrées par les épaulements des indents. Deux huiles supplémentaires ont alors été testées : l'une ne contenant que le détergent (et l'anti-mousse), l'autre formulée avec l'extrême-pression (et l'anti-mousse).

Chaque lubrifiant a été testé trois fois dans chaque configuration (glissement de 6,6% et roulement pur) de manière à étudier leur influence respective sur le processus d'endommagement par fatigue de contact. Les durées de vies obtenues en glissement seront présentées dans un premier temps. Pour ces essais, la présence de tribofilms et d'additifs dans et au voisinage des endommagements sera discutée à l'aide d'analyses Auger (AES). Les durées de vie obtenues en roulement pur seront données et discutées en fin de chapitre.

4.1 Essais de fatigue en glissement

4.1.1 Durées de vie et faciès d'endommagement

Les résultats de fatigue obtenus sont présentés sur le graphe à gauche de la figure 4.1. Les durées de vie moyennes ne permettent pas de discriminer l'influence d'un lubrifiant par rapport à un autre. Toutes sont incluses dans l'intervalle défini par la performance moyenne de l'huile de base et l'écart type associé.

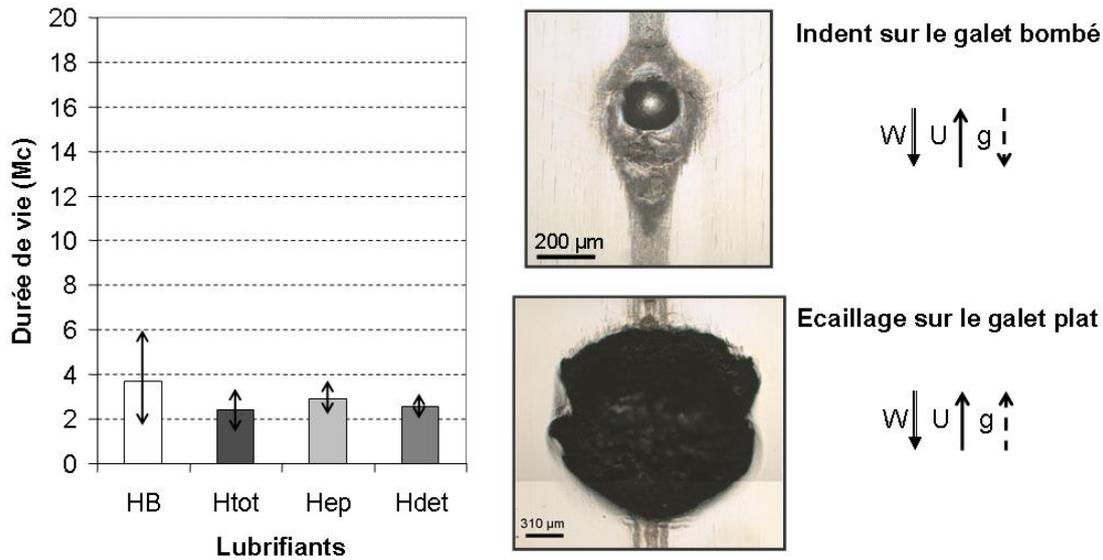


FIGURE 4.1: Durées de vie des essais de fatigue réalisés avec 6,6% de glissement et faciès des endommagements avec l'huile complète (Rappel - HB : huile de base - Htot : huile complète - Hep : HB+EP - Hdet : HB+Det).

Les faciès d'endommagement des galets sont conformes aux observations reportées dans la littérature [DIA 03] pour les essais de fatigue sévères par des indents artificiels, la surface indentée étant la surface rapide (FIG.4.1). Les galets sphériques indentés présentent peu de fissures qui propagent rarement. Au contraire, un écaillage et de nombreuses fissures sont relevées sur le périmètre des galets cylindriques. La majorité des fissures se concentre dans la zone de contact située au regard des indents. Leurs stades de propagations varient. A titre indicatif, un comptage des fissures optiquement visibles sur la totalité du galet a été effectué pour l'un des essais lubrifiés avec l'huile additivée au détergent (Hdet) : plus de 140 ont été recensées (FIG.4.2). L'écaillage et les fissures obtenues sur le galet lent sont caractéristiques de fatigue de contact amorcée en surface (voir chapitre 1, 1.1.2.3) : l'amorçage a lieu dans la direction perpendiculaire à la direction de roulement, parfois en forme de « V » très ouvert dont la pointe est dirigée dans le sens inverse du glissement [PLU 86]. La propagation a lieu dans le sens de la charge.

Par ailleurs, ces fissures sont parfois précédées dans le sens du passage de la charge (en haut par rapport aux images) de zones bleutées orientées dans la direction du glissement, probablement des tribofilms plus épais que ceux présents dans la zone marron. Leur composition sera analysée dans le paragraphe suivant.

Comme cela a été expliqué dans le chapitre 2 (2.3.2), l'arrêt de la machine est déclenché par la détection d'une variation de pente suffisante, suite à l'arrachement d'écailles le plus souvent. Lorsque les fissures de fatigue se propagent sans provoquer d'arrachement, les essais se pour-

suivent. L'écart type évalué d'après les trois essais est entaché de cette imprécision de mesure. Deux essais effectués avec le lubrifiant formulé avec l'EP seul illustrent parfaitement ces propos (voir FIG.4.3). L'écart type obtenu résulte donc à la fois du processus de fissuration et de la détection.

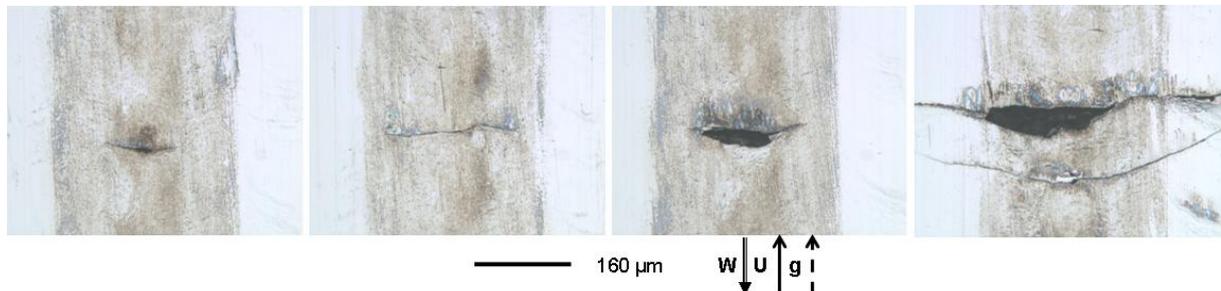


FIGURE 4.2: fissures débouchantes à différents stades de propagation observées pour un essai de fatigue en présence de détergent seul (durée de l'essai : 2,9 Mc).

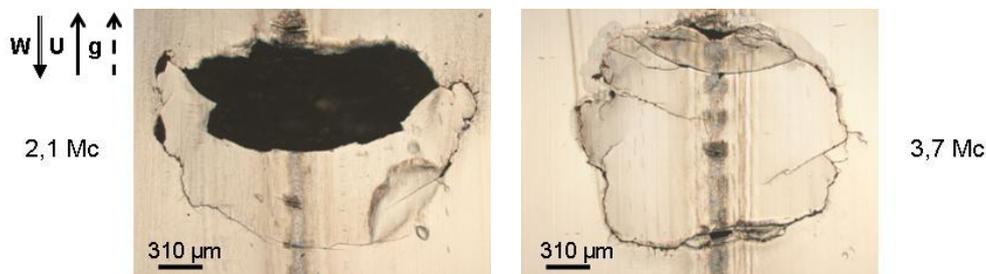


FIGURE 4.3: durée de vie et faciès d'endommagement sur le galet cylindrique après des essais lubrifiés en présence de l'additif EP seul.

Malgré le peu de différence dans les durées de vie obtenues, ces essais donnent des informations à propos de l'action des additifs au voisinage des fissures débouchantes ainsi que dans les zones de contact.

La présence d'un tribofilm dans la zone de contact, essentiellement dans la région située au regard des indents, a été détaillée dans le chapitre précédent (3.1) pour l'huile complète à l'aide d'analyses EDX et Auger. Un travail similaire basé sur des analyses EDX permettra de statuer quant à la présence et la composition de tribofilms pour les trois autres lubrifiants.

4.1.2 Analyses EDX des zones de contact

Les figures 4.2 et 4.3 montrent, comme cela a été observé pour l'huile complète (Htot), des contrastes optiques différents entre la zone en regard de l'indent et le reste de la zone de contact. Cette différence optique a été attribuée à la présence d'un tribofilm pour Htot, composé essentiellement de calcium, phosphore et oxygène, sans trace de soufre. Pourtant, le détergent, l'anti-usure et l'extrême-pression présents dans la formulation de l'huile complète en contiennent.

Des cartographies EDX du phosphore, du calcium et de l'oxygène sont présentées figure 4.4 pour les empreintes laissées par l'arrachement d'écailles au cours d'essais réalisés avec l'huile de base et l'huile à l'extrême pression (Hep) ainsi que sur une écaille issue d'un essai testant le détergent seul (Hdet). Elles sont à comparer avec celles de l'essai avec l'huile complète figure 3.5. Des cartographies selon le soufre seront présentées dans la seconde partie de ce chapitre. Les

images en électrons secondaires de chaque région analysée sont regroupées dans la première ligne de la figure 4.4.

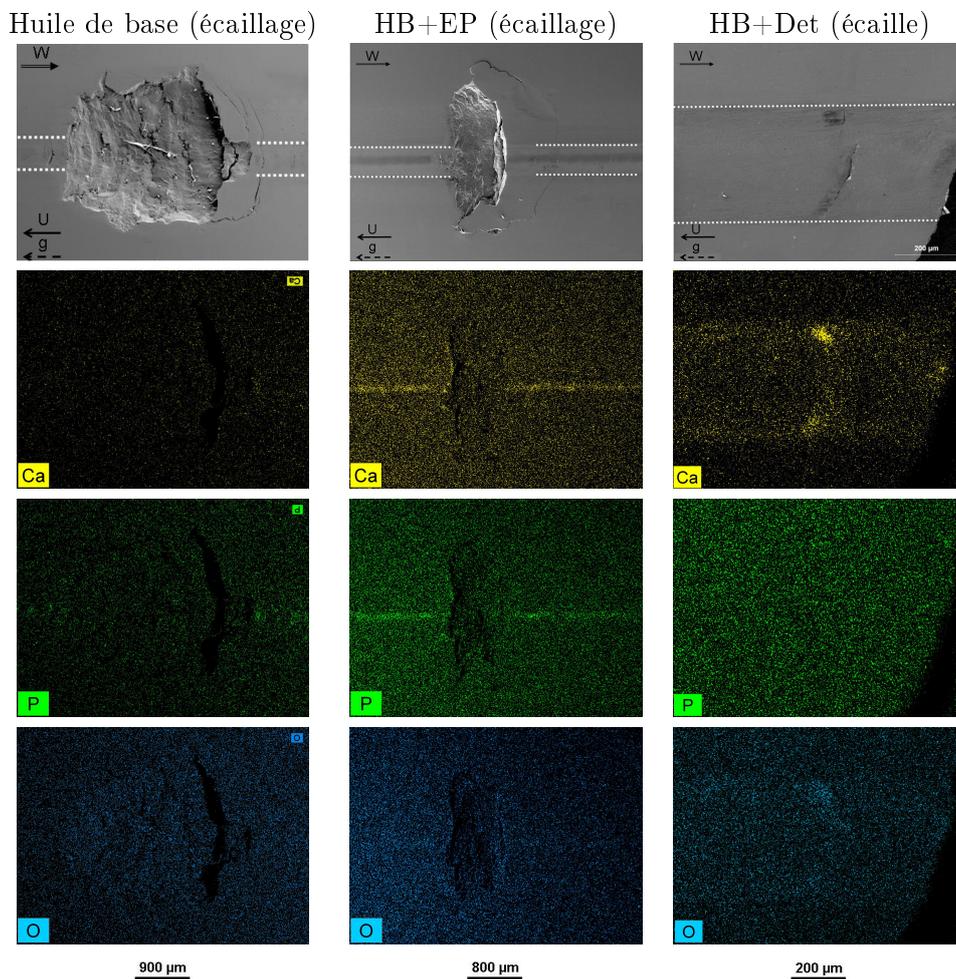


FIGURE 4.4: Images SEM et cartographies EDX des éléments calcium, phosphore et oxygène réalisées sur des galets lisses au niveau des écaillages (huile de base (HB) et HB+EP) et sur une écaille (HB+Det)

Les analyses relatives à l'essai avec l'huile de base ont des couleurs réparties uniformément pour tous les éléments. L'intensité est faible, indiquant le niveau de bruit. Ce sera la référence montrant l'absence des éléments sondés sur la région analysée. Au contraire, l'extrême pression et le détergent laissent des contrastes variables pour plusieurs des éléments dans la zone de contact soumise au passage des indents. Calcium et phosphore sont associés dans la zone F3 du contact lubrifié par l'EP seul. Ces essais ont été réalisés à la suite des essais avec l'huile complète. Comme les cartographies présentées ici concernent le premier essai, il est probable que ces éléments soient issus d'une contamination par l'essai précédent. L'oxygène ne ressort pas. La zone de contact soumise au passage des indents est marquée au niveau de l'oxygène et du calcium. Ces éléments sont particulièrement visibles au voisinage de la fissure présente au centre de la région sondée. Le détergent seul permet donc la formation d'un tribofilm principalement dans la zone de contact située en vis-à-vis des indents. En complément à ces observations, il est intéressant de noter que

le soufre n'est pas détecté à la surface des cartographies selon le soufre quelque soit le lubrifiant testé.

Ces cartographies montrent à nouveau que le centre de la zone de contact (zones F2 et F3 définies FIG.3.2) est le lieu privilégié pour la formation de tribofilms, comme observé avec l'huile complète. Exceptée la contamination observée lors du test de l'extrême pression en fatigue, les lubrifiants semblent répondre de la même façon en fatigue dans la zone soumise au passage des indents qu'au cours des essais MTM standards présentés dans le chapitre précédent (3.2.5) et dans l'annexe C :

- aucun tribofilm composé majoritairement de soufre n'est détecté pour l'extrême pression ;
- le détergent seul permet la formation d'un tribofilm.

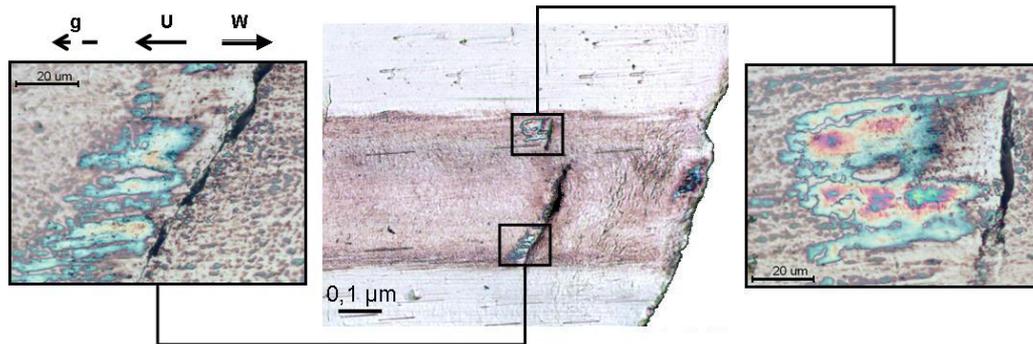


FIGURE 4.5: Fissures débouchantes observées sur une écaille de fatigue d'un essai lubrifié avec le détergent

La figure 4.5 montre optiquement la région analysée pour le cas du détergent seul. Les zones situées en aval (dans le sens du roulement) des fissures sont agrandies de part et d'autres. Elles sont couvertes d'îlots :

- de couleur bleue à rose,
- de forme allongée dans le sens du glissement,
- de longueur (à l'horizontal) pouvant atteindre plusieurs dizaines de microns,
- de largeur (à la verticale) allant jusqu'à une vingtaine de microns,
- parfois connectés entre eux pour atteindre la largeur de la fissure.

Ces régions se distinguent sur les cartographies EDX du calcium et de l'oxygène. L'ensemble de ces observations et analyses confirment qu'il s'agit de tribofilms épais. Notons par ailleurs que les agrandissements montrent la structure en îlots beaucoup plus petits du tribofilm identifié dans la zone soumise aux indents.

Des conditions de fonctionnement mixte à limite et notamment des pressions importantes et du glissement favorisent la formation de tribofilms. Dans le cas présent, deux hypothèses sont envisageables pour expliquer la présence de ces « surplus » de tribofilms situés en aval des fissures dans le sens du roulement :

1. les fissures jouent le même rôle que des indents peu profonds dans le contact. En présence de glissement relatif, elles peuvent ainsi donner naissance au phénomène d'indent induit [WED 79, KAN 97, VIL 98]. Au cours de son entrée dans le contact, le lubrifiant est fortement comprimé. La « colonne » de fluide ainsi formée traverse le contact à la vitesse moyenne des surfaces. De plus, cet indent induit s'éloigne de l'indent réel à la vitesse $\Delta U \div 2$. La présence de glissement relatif entre les surfaces accroît donc les perturbations locales du champ de pression au voisinage de l'indent (en amont ou en aval de celui-ci selon le signe du glissement). Elle accentue également la dissymétrie de part et d'autre de

l'indent (FIG.4.6). Il est reconnu que ces deux phénomènes sont liés à la fois à l'amplitude du taux de glissement et à la direction de ce dernier. Ici, la surface fissurée est la surface lente. La surpression sera donc située en aval de l'indent dans le sens du roulement, soit à l'endroit où se trouve le « surplus » de tribofilm.

2. les fissures sont profondes (bien supérieures à l'épaisseur locale de film EHD). Dans ce cas, Olver et al. [OLV 04b] ont montré une réduction significative de l'épaisseur de film précédant une micro écaille de fatigue située sur la surface lente au cours de sa traversée du contact (FIG.4.7). Les auteurs apparentent ce phénomène à de la sous alimentation, ou plus précisément à une réduction d'alimentation en lubrifiant, occasionnée par l'entrée du lubrifiant dans la fissure. L'expulsion de ce dernier a lieu une fois le défaut sorti du contact (image de droite de FIG.4.7). La réduction d'épaisseur entraîne une sévèrisation des conditions de contact qui favorise, a priori, la génération de tribofilms.

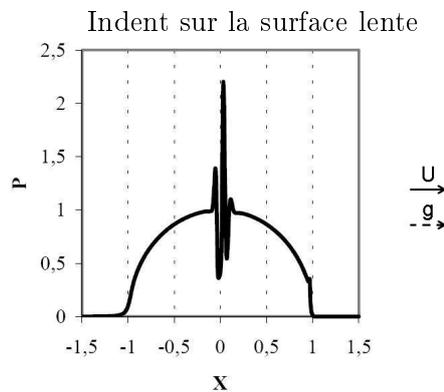


FIGURE 4.6: Influence du glissement sur le champ de pression d'après Ville [VIL 98] avec le phénomène d'indent induit lorsque l'indent se trouve sur la surface lente

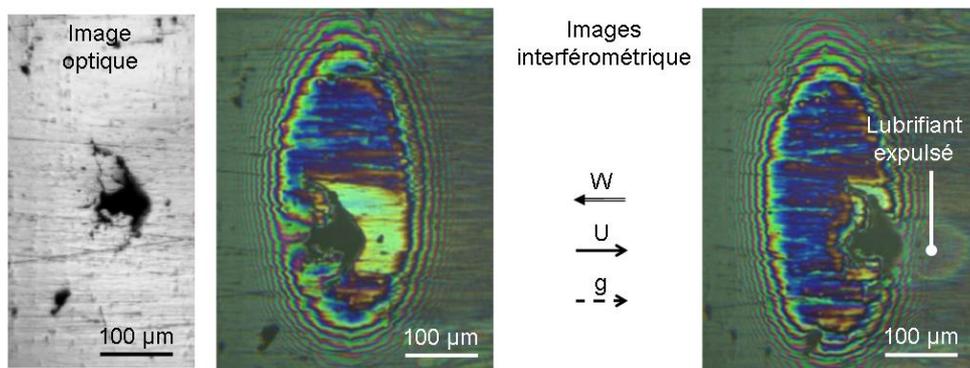


FIGURE 4.7: à gauche - image optique de la micro écaille utilisée dans l'étude ; images interférométriques de la micro écaille passant dans le contact lorsqu'elle se situe sur la surface lente : au centre, une réduction de l'épaisseur de film EHD précède la micro écaille ; à droite, du lubrifiant est expulsé de l'endommagement [OLV 04b].

Replaçons les évènements dans leur ordre chronologique. La fissure est initiée dans un premier temps soit en surface, soit en sous couche avant de s'ouvrir à la surface. Dans un second temps, sous l'effet des surpressions, un tribofilm épais se forme en amont de l'ouverture de ses lèvres. Ce tribofilm épais sur le galet plat est une conséquence de l'apparition de la fissure en surface.

Il ne peut donc avoir une influence sur l'amorçage des fissures de fatigue.

En revanche, si le tribofilm plus mince formé dans toute la zone au contact des indents est formé avant l'apparition de ces fissures en surface, il est probable qu'il puisse affecter leur ouverture. En observant une lame FIB, Minfray [MIN 04] a constaté la ductilité du tribofilm et son amincissement au niveau de l'ouverture d'une fissure (FIG.4.8) certainement provoquée par le relâchement des contraintes dans le matériau après l'usinage ionique. Les propriétés mécaniques du tribofilm pourraient retarder l'ouverture de la fissure au milieu ambiant.

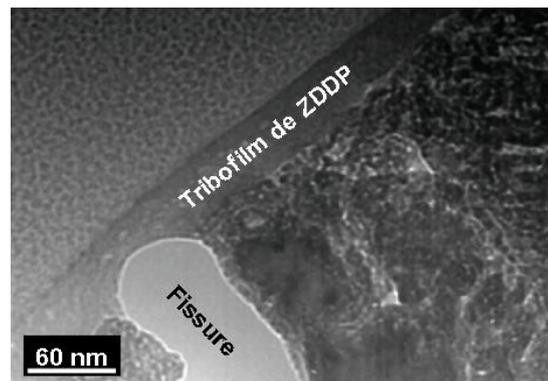


FIGURE 4.8: Lame FIB issue d'un tribofilm de ZDDP [MIN 04] - le tribofilm occulte la fissure.

4.2 Analyses complémentaires

Les cartographies EDX du calcium, du phosphore et de l'oxygène effectuées à la surface des galets après les essais de fatigue confirment la présence de tribofilms dans la zone de contact soumise aux passages des indents pour les lubrifiants additivés. Malheureusement, le tribofilm composé de calcium et de phosphore détecté pour l'essai effectué en présence de l'additif EP seul provient d'une contamination suite à un nettoyage insuffisant de la machine. Ces contaminations ont déjà été reportées par le passé et sont attribuées à l'adhésion tenace des nanoparticules de détergent sur les surfaces.

Dans cette section, des analyses complémentaires menées dans les écaillages, au dos d'une écaille et dans une fissure sont proposées. Les écaillages résultent de l'arrachement d'une écaille suite à la propagation de fissures. Avec précautions, ces analyses peuvent donner des informations sur la pénétration du lubrifiant dans les fissures.

4.2.1 Observations au niveau des écaillages

Les cartographies selon le calcium, l'oxygène et le phosphore des figures 3.5 et 4.4 permettent la discrimination des écaillages des essais avec l'huile complète et celle à l'extrême-pression par les zones d'ombre engendrées par le relief des écaillages, non par une variation d'intensité de couleur.

La figure 4.9 montre, à droite, la cartographie du soufre pour l'écaillage obtenu avec l'huile complète. La couleur blanche est plus prononcée dans l'écaillage qu'en dehors. Elle semble concentrée dans la partie gauche, surface « ouverte » lors de l'arrachement de l'écaille. Des analyses ponctuelles confirment ce résultat. Quelques unes sont présentées figure 4.10. Elles sont localisées dans l'écaillage (image MEB) par des croix et des numéros. Le spectre de la n°4 montre les pics

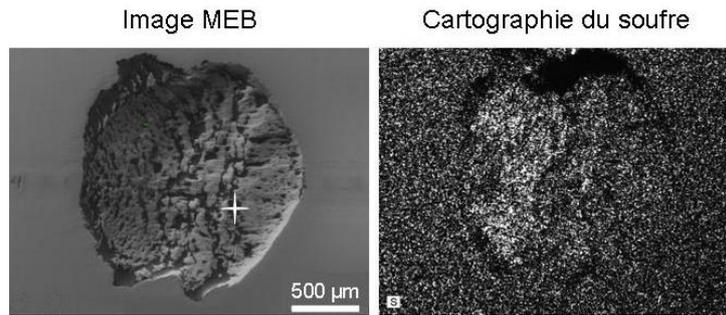


FIGURE 4.9: écaillage avec l'huile complète : image en électrons secondaires et cartographie du soufre. Le soufre est détecté dans l'écaillage, en particulier sur la partie gauche, correspondant à la surface découverte en dernier lors de l'arrachement de l'écaille.

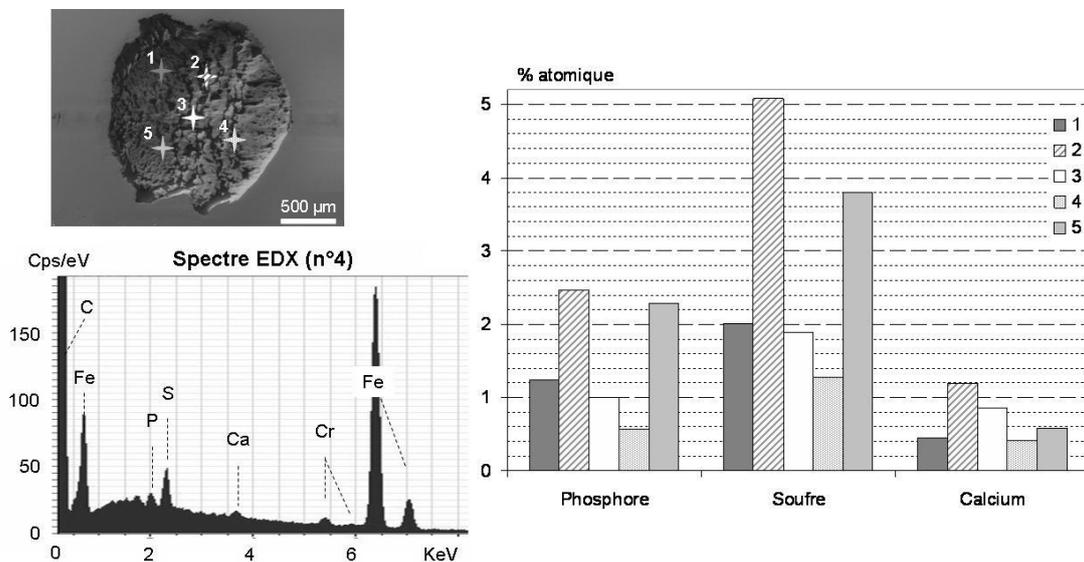


FIGURE 4.10: écaillage pour l'huile complète - quantifications en phosphore, soufre et calcium pour les spectres EDX réalisés aux cinq points identifiés sur l'image MEB. Les éléments d'additifs varient proportionnellement d'un point à l'autre.

du soufre et du phosphore bien visibles, tandis que l'on devine celui du calcium. Pour chaque région, une quantification (en % atomique) des éléments :

- fer, chrome, silicium, magnésium (constitutifs de l'acier) ;
- aluminium (emballage des échantillons) ;
- oxygène (lubrifiant et contamination de l'air ambiant) ;
- calcium, phosphore, soufre (additifs du lubrifiant) ;

a été effectuée. Fer et oxygène constituent plus de 80 % des zones analysées. Le graphe présenté à droite de la figure 4.10 montre uniquement les contributions du phosphore, du soufre (élément prédominant) et du calcium. Toutes varient de la même façon : la concentration en soufre est approximativement deux fois celle du phosphore, celle du calcium est globalement la plus faible. Des analyses AES ont été menées au dos de l'écaille, partie complémentaire de l'écaillage. Les spectres de la figure 4.11 montrent clairement la présence de soufre et de traces de calcium.

L'ensemble de ces résultats montre la présence des additifs, et notamment du soufre, dans

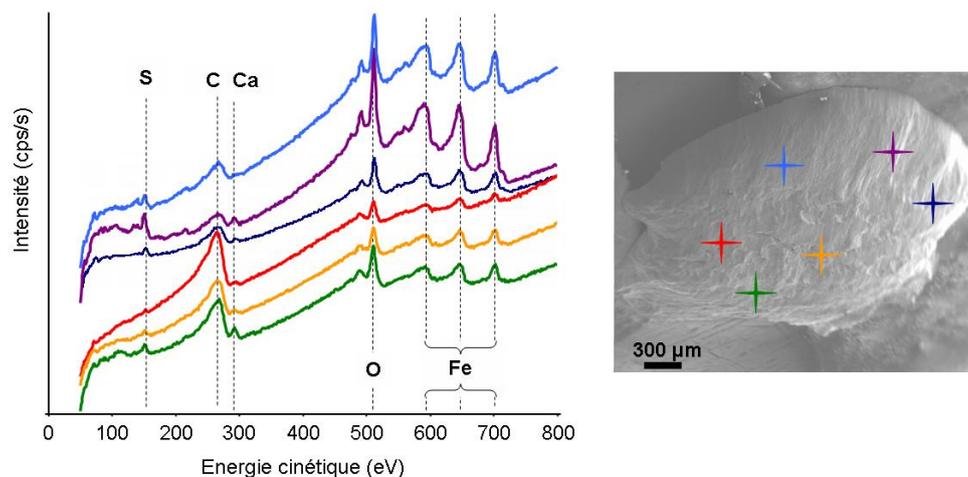


FIGURE 4.11: spectres AES des zones ponctuelles analysées au dos d'une écaille d'un essai avec l'huile complète. L'analyse de la surface de cette écaille a été détaillée dans le chapitre 3 (3.1).

l'écaillage avec l'huile complète. Deux hypothèses sont envisagées pour expliquer la présence de soufre à cet endroit. La première est **sa réaction au cours de la propagation des fissures ayant mené à l'écaillage**. En effet, le soufre est connu pour réagir quasi-immédiatement avec les surfaces fraîches. Le processus serait le suivant :

1. la fissure s'ouvre en surface, exposant ainsi ses lèvres au milieu ambiant (le lubrifiant) ;
2. le soufre contenu dans le lubrifiant réagit alors sur les lèvres, puis les faces des fissures fraîchement mises à nu.

Plusieurs questions se posent alors :

- de quel(s) additif(s) provient le soufre : l'anti-usure, l'extrême-pression, le détergent ?
- a-t'il pénétré dans la fissure sous forme gazeuse ou liquide ?

Cependant, il ne faut pas oublier que toutes les zones analysées ont été exposées au lubrifiant avant l'arrêt de l'essai. Un comptage des empreintes laissées par l'écaillage du galet plat sur le galet bombé permet d'estimer qu'entre la détection et la décharge, les galets effectuent une soixantaine de révolutions. **Les additifs pourraient avoir réagi après l'écaillage, une fois la zone ouverte au lubrifiant** (seconde hypothèse).

Le soufre réagit spontanément avec les surfaces métalliques fraîches, même en dehors du contact. Les autres éléments d'additifs ont des réactions plus lentes et n'ont lieu que dans le contact sous l'effet de la pression et du glissement. Si les additifs avaient réagi après arrachement de l'écaille, le soufre serait le seul élément détecté. La présence de phosphore et de calcium dans l'écaillage et au dos de l'écaille étaye la première hypothèse.

Le spectre et la cartographie du soufre effectués dans un écaillage en présence de l'EP seul (FIG.4.12, même essai que FIG.4.4) montre également la prépondérance de soufre. Les analyses détaillées dans le paragraphe précédent ont montré une contamination de l'essai. Il est donc difficile d'attribuer le soufre qui a réagi à l'extrême pression, même s'il s'agit de l'additif « majoritaire » testé. On note la présence de soufre au niveau de fissures dans la zone de contact (voir agrandissement des zones encadrées en gris figure 4.12).

Aucune trace de soufre n'a été détectée dans l'écaillage obtenu en présence de détergent seul. En revanche, il se trouve, comme pour le test de l'extrême pression, au niveau des fissures débouchantes situées dans la zone de contact d'une manière générale. Ceci est illustré par l'image

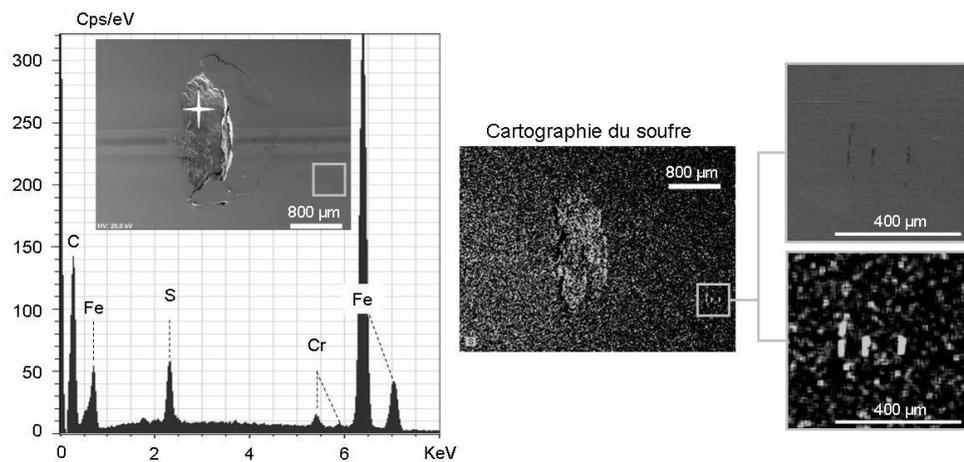


FIGURE 4.12: écaillage en présence de l'EP seul- de gauche à droite : spectre EDX réalisé à l'endroit marqué d'une croix ; cartographie du soufre ; agrandissements d'une zone fissurée en image MEB (en haut) et cartographie du soufre (en bas). Le soufre est détecté dans l'écaillage et au niveau de fissures ouvertes en surface.

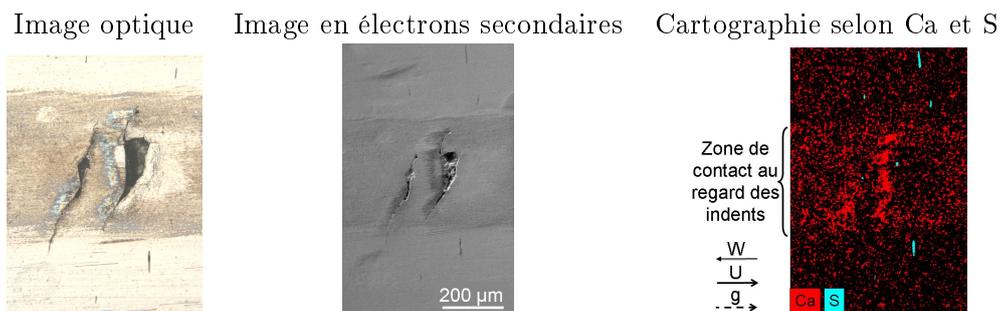


FIGURE 4.13: images optique, MEB et cartographie associant le calcium et le soufre au niveau de la zone soumise au passage des indents du galet plat (essai en présence du détergent seul correspondant à l'écaille de FIG.4.4).

de droite de la figure 4.13 : une cartographie de la combinaison calcium - soufre centrée sur la zone de contact soumise à la pression de l'indent du galet plat de l'essai en présence de détergent seul (dont est issu l'écaille présentée FIG.4.4). Le calcium, en rouge, y est principalement localisé dans la zone de contact soumise au passage des indents et en aval des fissures ouvertes dans cette même région tandis que le soufre, en bleu, souligne les petites fissures débouchant à la surface. Ce résultat corrobore l'analyse effectuée à la surface de l'écaille retrouvée dans l'huile formulée avec le détergent seul, présentée dans la partie précédente (FIG.4.4) :

- le tribofilm est composé majoritairement de calcium et aucune trace de phosphore n'est détectée.
- un tribofilm plus épais se forme en amont des fissures dans le sens du roulement.

On déduit de ces analyses que la réaction du soufre n'est pas liée au passage de l'indent. De plus, le soufre peut probablement être attribué au détergent sulfonate.

4.2.2 Observations dans une fissure

Le paragraphe précédent montre que des éléments d'additifs (calcium, phosphore, soufre) sont détectés dans des écaillages et au dos d'une écaille. Le soufre est particulièrement localisé au niveau des lèvres des fissures débouchantes. Le calcium est largement présent à la surface dans les tribofilms (où il est associé au phosphore), mais ce sont les premières régions dans lesquelles l'on trouve du soufre. Sa présence est le résultat de sa réaction avec les surfaces fraîchement mises à nu :

- soit une fois l'écaille arrachée, les surfaces exposées au lubrifiant. C'est une réaction quasi-immédiate.
- soit en cours de propagation suite à sa pénétration dans la fissure.

Les résultats discutés dans le paragraphe précédent ne permet pas de privilégier l'une de ces hypothèses par rapport à l'autre. Seule l'analyse d'une fissure dont les faces ne sont pas entièrement exposées au lubrifiant peut apporter des éléments supplémentaires. L'usinage par abrasion ionique, technique développée sous le nom « FIB » (pour *Focused Ion Beam*), permet de réaliser l'échantillon adéquat.

La coupe transversale d'une fissure localisée au voisinage d'un indente (essai avec l'huile complète) a ainsi été obtenue. Les images en électrons secondaires et rétrodiffusés sont illustrées par la figure 4.14. Elle mesure approximativement 40 μm de longueur de la surface à la pointe de la branche la plus basse.

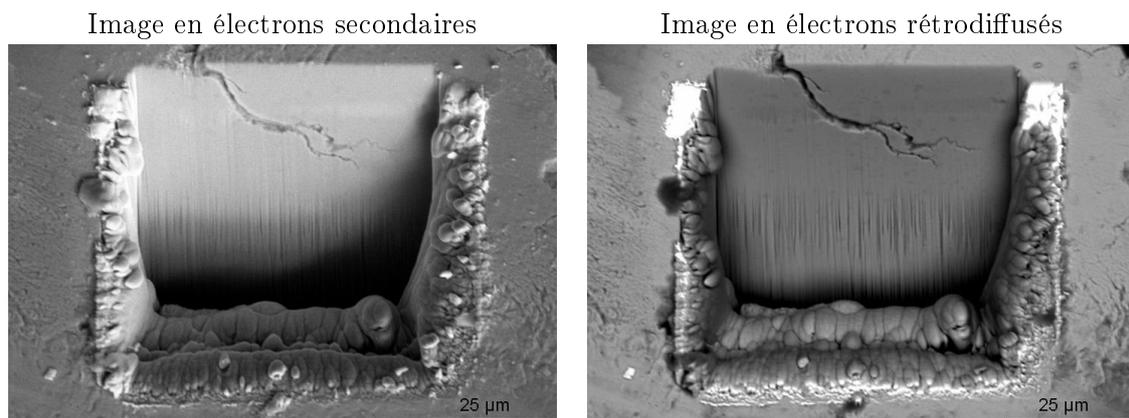


FIGURE 4.14: vues générales de la coupe transversale d'une fissure obtenue par usinage ionique (FIB). Elle est située à proximité d'un indente endommagé suite à un essai lubrifié avec l'huile complète.

De nombreuses analyses EDX ponctuelles ont été réalisées, tout au long de cet endommagement ainsi que dans l'acier usiné (en dehors de la fissure). Quelques spectres sont regroupés figure 4.15. Le premier (en haut à gauche) montre qu'entre les deux branches de la fissures se trouve de l'acier (caractérisé par les éléments fer, chrome, silicium), du gallium et de l'aluminium. Le gallium est l'ion ayant servi à usiner l'échantillon, l'aluminium constitue l'emballage de l'échantillon. Les cinq autres spectres, issus de différentes profondeurs dans la fissure, montrent la présence de soufre, phosphore et calcium.

Chaque spectre relevé a fait l'objet d'une quantification (en % atomique) des éléments :

- fer, chrome, silicium ;
- aluminium, gallium ;
- oxygène ;
- calcium, phosphore, soufre.

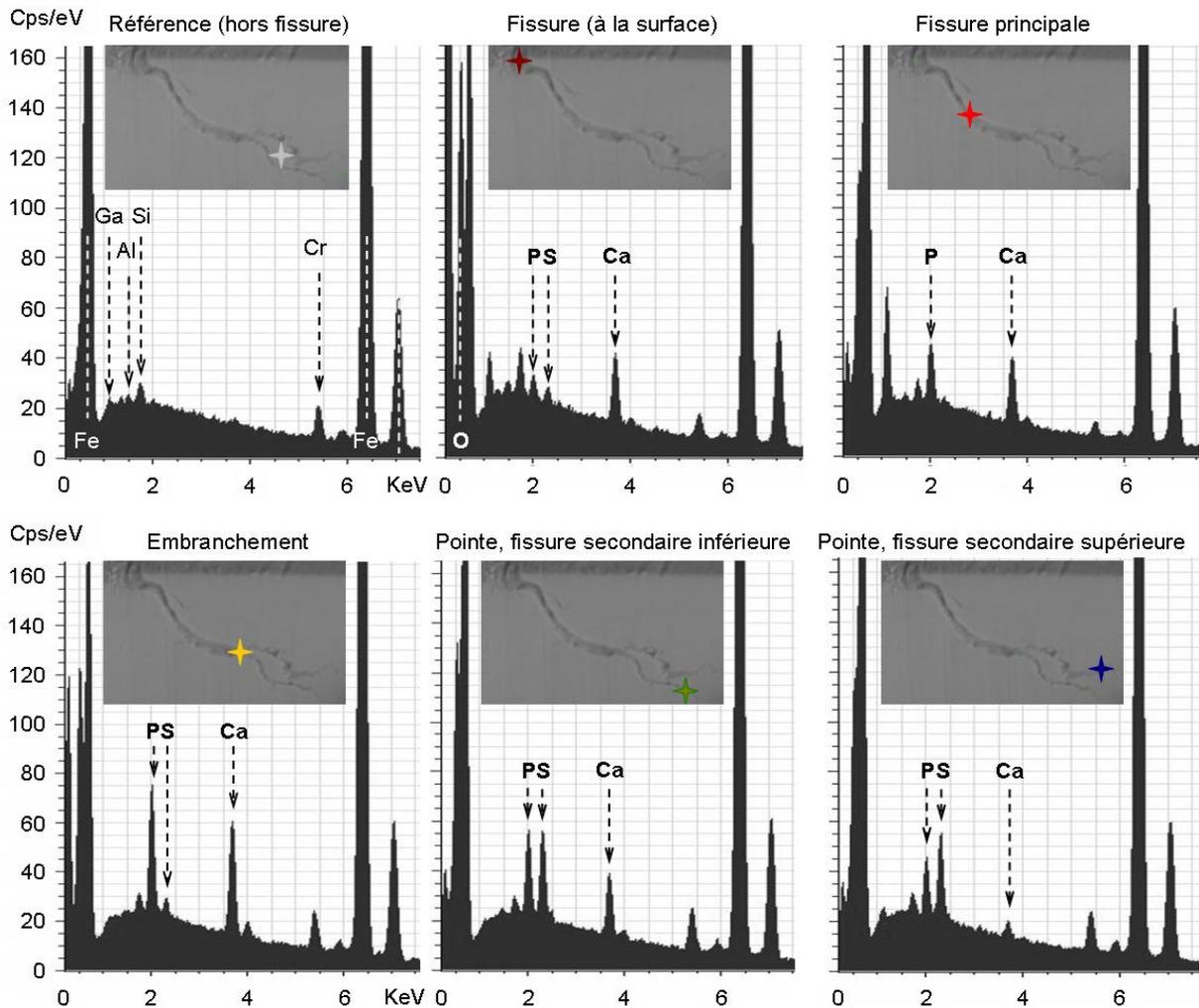


FIGURE 4.15: spectres EDX réalisés dans l'acier et en différents points de la fissure. Des éléments d'additifs (calcium, phosphore et soufre) sont détectés le long des faces de la fissure.

La composition s'élève, en moyenne à 71% de constitutifs de l'acier, 21% d'oxygène, 2% de résidus d'usinage et d'emballage et 7% d'éléments caractéristiques des additifs entrant dans la formulation de l'huile complète : le calcium (provenant du détergent), le phosphore (issu de l'anti-usure) et le soufre (entre dans la formulation des additifs extrême pression, détergent et anti-usure notamment). La figure 4.16 montre le bilan des quantifications en calcium, phosphore et soufre pour quelques zones repérées par des croix colorées sur l'image MEB. Les conclusions suivantes peuvent être formulées :

- les trois éléments sont présents conjointement dans la fissure, en quantités supérieures aux traces détectées dans l'acier (voir les zones analysées en dehors de la fissure en noir, gris et

blanc) ;

- le calcium et le phosphore varient de la même façon, comme dans les tribofilms étudiés à la surface des galets, suggérant la présence de phosphate de calcium au milieu de la fissure ;
- la quantité de soufre augmente vers la pointe de la fissure, contrairement aux autres espèces.

Cette étude d'une coupe transversale de fissure de fatigue montre que les additifs, et en particulier le soufre, pénètrent dans la fissure. Sa concentration augmente même vers la pointe de la fissure. Lors de leur introduction, ils peuvent être à l'état gazeux ou liquide. Cette question n'est pas résolue.

Les éléments légers (C, H) présents dans la fissure n'ont pas été identifiés. Ni les liaisons entre éléments, ni les mécanismes de réaction chimique mis en oeuvre ne sont encore connus, mais **l'on peut supposer que le soufre serait le premier à réagir lors de la création de surfaces neuves par propagation de la fissure. Cette réaction empêcherait alors les faces de fissures de se refermer par soudure, contribuant ainsi à la poursuite de la propagation. De plus, la présence d'un film EP sur les faces vers la pointe de la fissure réduit le frottement entre les lèvres, facilitant la propagation selon le mode II.** Le phosphate de calcium pourrait être généré dans le contact entre les lèvres de la fissure.

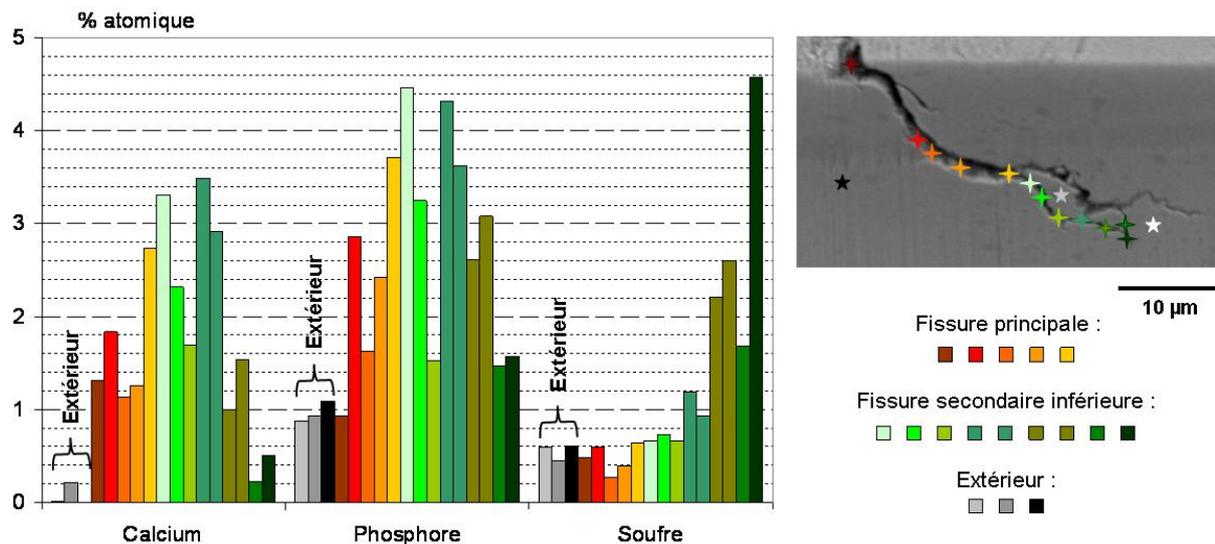


FIGURE 4.16: bilan des analyses EDX effectuées dans la fissure pour les éléments calcium, phosphore et soufre. Le calcium et le phosphore sont associés, suggérant la présence de phosphate de calcium. La quantité de soufre augmente à la pointe de la fissure, contrairement aux autres éléments.

Le soufre détecté dans la fissure laisse supposer que celui localisé dans l'écaillage précédait l'arrachement de l'écaille. Les analyses AES de la fissures montrent que du calcium et du phosphore sont également présents. **Cette partie démontre pour la première fois que les additifs du lubrifiant pénètrent dans les fissures de fatigue. Il est alors probable qu'ils puissent agir sur leur propagation.** Le couplage des techniques FIB - analyses EDX apparaît comme une méthode très intéressante pour connaître le contenu chimique des fissures.

4.3 Essais de fatigue en roulement

Les résultats des essais de fatigue réalisés en roulement sont présentés figure 4.17. La présence de détergent seul réduit considérablement la durée de vie par rapport aux trois autres lubrifiants testés. Le facteur de réduction est estimé à 2,7.

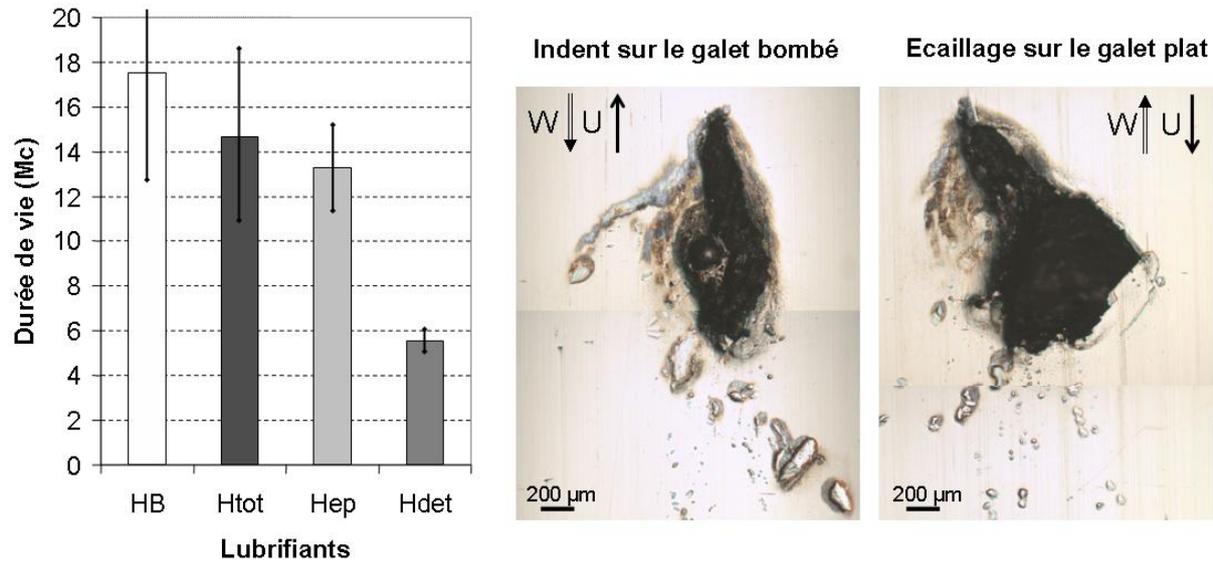


FIGURE 4.17: Durées de vie des essais de fatigue réalisés en roulement pur et faciès des endommagements pour un essai avec l'huile complète (Rappel - HB : huile de base - Htot : huile complète - Hep : HB+EP - Hdet : HB+Det).

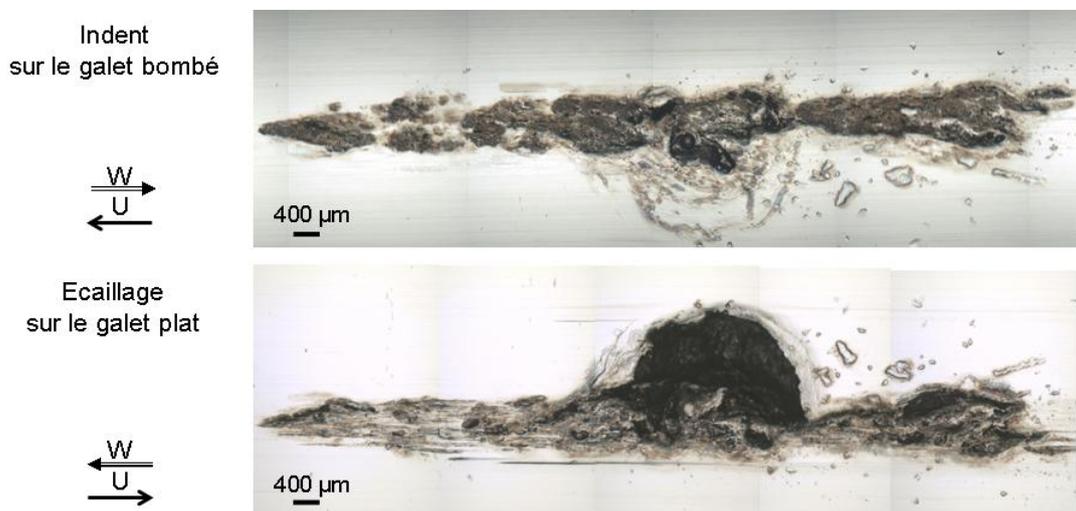


FIGURE 4.18: faciès des endommagements obtenus en présence de détergent seul.

Dans le cas de l'huile complète et de l'extrême pression seul, les faciès d'endommagement typiques sont illustrés par les figures 4.17. Dans chaque cas, conformément aux conditions de fonctionnement, les endommagements restent localisés autour des indents sur le galet bombé indenté et en vis-à-vis sur le galet plat. Il y a donc 4 endommagements sur chaque galet. Ceux observés pour la base, l'huile complète et celle formulée avec l'extrême-pression seul sont simi-

lares. Pour chaque essai effectué avec le détergent seul (faciès illustré en FIG.4.18), au moins l'un des couples d'endommagements est bien plus étendu et peu profond à une écaille près (qui a dû déclencher l'arrêt) de l'essai.

Il semble que le processus d'endommagement soit identique et conforme à la littérature [DIA 03] au voisinage de l'indent pour tous les essais. L'amorçage a lieu dans le sens du roulement et la propagation perpendiculairement à cette direction. Les fissures sont faiblement inclinées par rapport à la surface et ont tendance à devenir parallèles à celle-ci.

Les essais en roulement pur pour le lubrifiant au détergent seul ont été les derniers effectués. Par manque de temps, aucune analyse EDX n'a été réalisée pour les endommagements observés en roulement pur.

En passant du roulement pur au glissement, la durée de vie de chaque lubrifiant est réduite. En moyenne, sauf pour le détergent seul, le facteur de réduction est proche de 5. Comme précisé dans le premier chapitre de ce mémoire, le mécanisme d'amorçage et de propagation est en relation avec la distribution des contraintes de contact. Le glissement joue un rôle prépondérant dans ce mécanisme dans la mesure où il favorise l'amorçage près de la surface où précisément les imperfections sont déjà des sites d'amorçage [PLU 86]. Le glissement génère en outre des contraintes de traction nécessaires à l'ouverture pour la propagation des fissures.

4.4 Bilan - Discussion

Les essais de fatigue en glissement n'ont pas montré, en moyenne, d'influence du lubrifiant sur la durée de vie. En revanche, lors des essais en roulement, la présence du détergent seul a montré une réduction de la durée de vie par rapport aux trois autres lubrifiants testés.

Suite aux essais en glissement, des analyses EDX ont été effectuées. Les investigations ont concerné la zone de contact, l'écaillage, le dos d'une écaille et une fissure. Elles ont :

1. confirmé les observations détaillées dans le chapitre 3 : un tribofilm optiquement visible et détectable par des cartographies EDX se forme dans la zone de contact soumise au passage des indents pour les lubrifiants contenant le détergent.
2. confirmé la composition chimique majoritaire en calcium de ce tribofilm ;
3. montré la présence d'un tribofilm, de même composition chimique élémentaire, plus épais en aval (dans la direction du roulement) des fissures ouvertes à la surface ;
4. permis de « trouver » le soufre, présent dans le lubrifiant (base et additifs) et jusque là absent des tribofilms, dans les écaillages, au dos d'une écaille et dans une fissure ;
5. montré la présence de calcium, phosphore et soufre dans une fissure, des lèvres à sa pointe.

L'endommagement de fatigue se développe suite à l'amorçage et la propagation des fissures. Les résultats énoncés ci-dessus apporte des éléments par rapport à l'influence du lubrifiant et en particulier des additifs sur ce mécanisme d'endommagement :

- la présence du tribofilm mince dans la zone de contact soumise au passage des indents peut contribuer, par ses propriétés mécaniques (en particulier une certaine ductilité), à retarder l'ouverture des fissures au milieu ambiant (lubrifiant). Pour cela, la couche triboformée doit précéder l'apparition des fissures à la surface.
- lorsque les fissures ont atteint la surface et qu'aucun tribofilm n'entrave leur ouverture au lubrifiant, les additifs réagissent rapidement avec les surfaces d'acier fraîchement mises à nu et ainsi empêcher leur fermeture.

Les essais de fatigue menés en glissement n'ont pas permis de discriminer l'une ou l'autre des formulations testées par rapport à leur aptitude à modifier la tenue en fatigue des galet. Soit il n'y a véritablement pas d'influence, soit elle a été masquée par un autre paramètre. Dans ce dernier cas, plusieurs facteurs sont envisagés :

- l'huile de base - la durée de vie en glissement obtenue avec ce lubrifiant est trop faible (et l'écart type très important) pour qu'un processus d'accélération de la propagation soit clairement identifié.
- l'additif anti-mousse - il est présent dans toutes les formulations, à l'exception de la base. A t'il un effet synergétique ou antagoniste vis-à-vis de l'un ou l'autre des additifs ?

Conclusions et perspectives

De nos jours, les endommagements par fatigue de contact des roulements sont principalement initiés par des défauts de surface. L'amorçage et la propagation de fissures conduit à l'arrachement d'écailles de taille variable. Des essais montrent depuis plusieurs dizaines d'années que le lubrifiant est l'un des paramètres pouvant accélérer ou retarder le développement de ces avaries. Les additifs extrême pression, anti usure et détergent qui entrent dans la formulation d'une huile génèrent des tribofilms dans les contacts soumis à du glissement et de fortes charges. Leur épaisseur peut atteindre plusieurs centaines de nanomètres sur chacune des surfaces, dépassant parfois l'épaisseur du film d'huile qui sépare les surfaces en contact.

Récemment, une étude expérimentale a mis en évidence l'accélération des mécanismes de développement du micro-écaillage par retrait de la phase de rodage des surfaces pour des lubrifiants formulés avec du ZnDTP [OLV 04a]. Cet additif est à l'origine de la formation de tribofilms épais, il est donc légitime de **s'interroger sur l'influence de ces couches formées en surface sur le processus de fatigue.**

Des simulations numériques supposent depuis de nombreuses années la pénétration du lubrifiant dans les fissures. Le passage d'une micro écaille dans un contact EHD a montré l'expulsion d'huile du réseau de fissures en sortie du contact lorsque l'endommagement se situait sur la surface lente du contact [OLV 04b]. **Si l'huile pénètre dans les fissures, les additifs qu'elle contient devraient en faire de même. Quelle est alors leur action sur les lèvres des fissures ?**

L'étude proposée dans ce mémoire est basée sur la combinaison d'essais et d'analyses de surface. Des essais de fatigue sévères ont été réalisés à l'aide d'une machine bidisque de fatigue en roulement ainsi qu'en roulement-glissement : l'un des galets était indenté. En parallèle, des essais tribologiques ont été menés sur une machine bille-plan. Des zones de contact de chacun de ces essais ont été analysées majoritairement en utilisant la spectroscopie Auger et la spectrométrie dispersive en énergie.

Dans le chapitre 3, une étude originale a été proposée avec l'huile complète : une comparaison de la zone de contact d'un essai de fatigue à celle d'un essai tribologique basée sur des observations optiques, MEB ainsi que des analyses Auger. La récupération d'une écaille de fatigue entière dans le lubrifiant en est à l'origine. Les analyses de la surface de ce débris montre la formation d'un tribofilm épais dans la zone de contact soumise au passage des indents. Ce tribofilm s'avère être similaire à celui formé dans la zone de contact de l'essai bille-plan en terme d'épaisseur et de composition chimique élémentaire. La génération d'un tel tribofilm « modèle » est effective en moins de 5h. L'essai de fatigue ayant duré presque 17 heures, dans ces conditions, le tribofilm serait généré rapidement.

La formation du tribofilm dans la zone de contact de l'essai bille-plan a été étudiée conjointement aux variations du coefficient de frottement à l'aide de l'huile complète. Au cours de ces essais, le

coefficient de frottement augmente puis se stabilise à un niveau deux fois supérieur à celui obtenu pour l'huile de base. Une couche adsorbée, retirée par un nettoyage au solvant alcalin au bain à ultrasons, a été mise en évidence à la surface de ce tribofilm. Elle serait, au moins partiellement, à l'origine de l'accroissement du coefficient de frottement. Cette dernière n'intervient que lorsque le détergent au sulfonate de calcium est présent dans la formulation testée.

Les résultats des essais de fatigue sont indiqués dans le chapitre 4. Dans les conditions de glissement, les durées de vie obtenues étaient faibles et similaires pour chaque lubrifiant testé (huile de base, huile complète, huile à l'extrême pression seul et huile au détergent seul). En roulement pur, l'huile formulée avec le détergent seul a donné une durée de vie considérablement inférieure à celle obtenue pour les trois autres lubrifiants. Seuls les essais de fatigue en glissement ont fait l'objet d'analyses de surface. En supposant qu'une différence aurait dû être observée dans les conditions de glissement, la nature de l'huile de base utilisée est remise en cause. La durée de vie obtenue pour celle-ci étant faible avec un écart type important, elle « masquerait » l'effet des additifs.

Les essais de fatigue en glissement ont donné lieu à des analyses de surface. Des éléments caractéristiques des additifs (calcium, phosphore et soufre selon les formulations testées) ont été détectés dans les écaillages (huile complète, huile à l'extrême-pression seul et au détergent seul), au dos de l'écaille et dans les fissures ouvertes à la surface, y compris le soufre absent des tribofilms analysés sur les surfaces des galets. La réalisation d'une coupe transversale d'une fissure par usinage ionique et l'analyse de ses faces ont démontré pour la première fois la présence des mêmes éléments d'additifs tout au long de ses lèvres. Là encore, le soufre est présent, et ce d'autant plus que l'on s'approche de la pointe de la fissure. Par sa réaction spontanée avec les surfaces ferreuses, il empêcherait la cicatrisation des fissures. Les aptitudes à réduire le frottement de ce film EP formé à la pointe de la fissure faciliteraient même la propagation des fissures. Les analyses montrent également l'association du calcium avec le phosphore, comme dans les tribofilms analysés en surface.

L'étude bibliographique a mis en avant plusieurs paramètres liés au lubrifiant qui peuvent avoir un effet sur l'amorçage et la propagation des avaries de fatigue. Ce mémoire apporte des éléments de réponses plus précis sur l'influence des additifs de lubrification sur la propagation des fissures de fatigue et propose également des pistes de réflexions quant à leur impact sur leur ouverture à la surface.

Les questions suggérées par ce travail concernent principalement :

- le rôle de la couche adsorbée en surface des tribofilms « modèles ».
- la possibilité de transposer les résultats obtenus dans les simulations bille-disque aux essais de fatigue au niveau de la surface.
 - Est-ce que la génération du tribofilm dans le contact de fatigue précède ou succède à l'ouverture en surface des fissures ?
 - Est-ce que le tribofilm détecté dans la zone de contact joue un rôle dans le retardement de l'ouverture des fissures en surface ?
 - Observe-t-on le même accroissement de coefficient de frottement à la surface des galets dans les premières heures des essais ?
 - Est-ce que le tribofilm de fatigue est constitué d'une couche résistante et d'une autre s'en allant suite à un nettoyage aux ultrasons ?
- l'influence de l'huile de base sur la durée de vie obtenue.

Quelques unes de ces pistes sont accessibles par des essais du même type que ceux employés dans ce travail.

Annexe A : Essais et analyses complémentaires

Analyses XPS d'un couple bille/ disque MTM

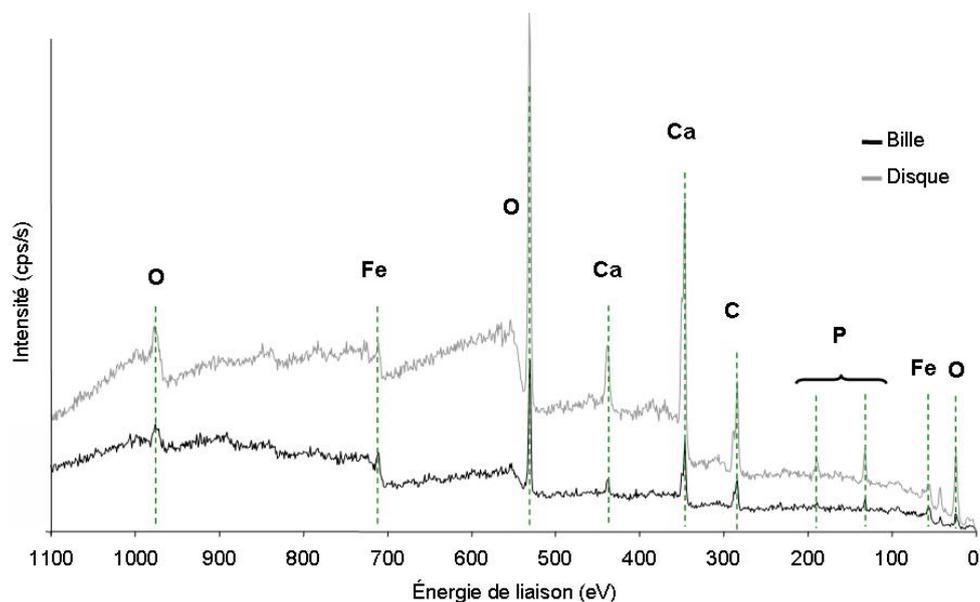


FIGURE 4.20: Analyses XPS d'un couple bille-disque MTM (essai standard avec l'huile complète : 5h, 25% de glissement). Scans généraux réalisés dans les zones de contacts de la bille et du disque.

Les compositions chimiques élémentaires des zones de contact de la bille et du disque sont similaires (voir FIG.4.20). Le tribofilms qui s'y est formé est constitué d'oxygène, de calcium, de carbone, de phosphore et de fer. Ces scans généraux montrent clairement la présence de phosphore à la surface des tribofilms.

Ces analyses XPS ont été réalisées à la limite de détection du dispositif du LTDS. Il n'est donc pas représentatif de discriminer les composantes contribuant à la forme et l'intensité de chaque pic.

Annexe B : procédure de réalisation des indents artificiels

Les indents sont réalisés sur un indenteur de type Rockwell (FIG.4.21)



FIGURE 4.21: Indenteur Rockwell

1. Nettoyer le galet bombé à l'acétate d'éthyle.
2. Indiquer, sur une tranche des galets, la position des indents au feutre.
3. Déterminer le centre de la piste sur la galet à indenter : avec un feutre, colorier la piste du galet au niveau du premier indent. A plat, faire « rouler » le galet plat contre le galet bombé pour marquer la piste dans le feutre.
4. Positionner le galet bombé sur son support.
5. Régler la hauteur de la table de l'indenteur : la zone à indenter (au centre de la piste) doit apparaître nette dans le hublot de visualisation.
6. Régler la position selon x du support du galet (FIG.4.22(a)) : la piste doit être centrée sous l'indenteur.

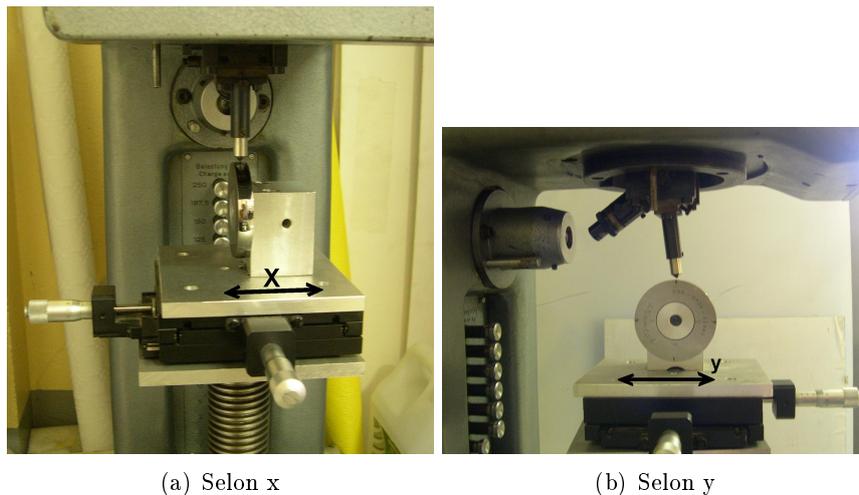


FIGURE 4.22: Mise en position du galet sous l'indenteur

7. Régler la position selon y du support du galet : le sommet du galet doit être placé à l'aplomb de la pointe de l'indenteur en regardant la tranche (FIG.4.22(b)). Ce réglage est à faire avec la pointe de l'indenteur en position basse pour plus de précision.
8. Sélectionner la charge d'indentation désirée.
9. Aligner la marque correspondant au premier indent avec l'indenteur.
10. Procéder à l'indentation : enfoncer la manette de droite de l'indenteur, FIG.4.23). Cela prend quelques secondes.
11. Décharger : abaisser la manette de gauche, FIG.4.23).

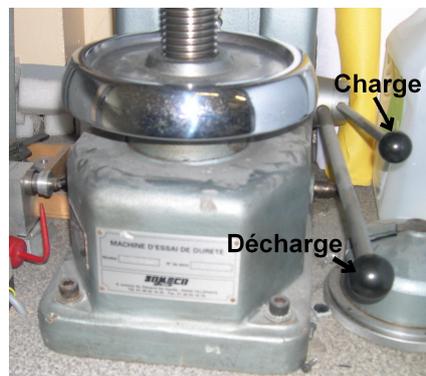


FIGURE 4.23: Commandes de l'indenteur

12. Effectuer les indents suivants en recommençant à partir de l'étape 9. Ne pas modifier la position (x, y) du support.
13. Lorsque tous les indents sont terminés, marquer leur position au stylo électrique.
14. Si les galets ne sont pas utilisés tout de suite, les ranger en les protégeant de l'oxydation.

Remarque générale : tout au long de l'opération, ne jamais toucher la tranche des galets. Les manipuler en les tenant uniquement par les flancs.

Annexe C : profils Auger

Les profils présentés dans cette section complètent les spectres présentés dans le chapitre 3. Le tableau 4.1 décrit plus précisément les essais et les régions analysées pour chacun ainsi qu'une référence à la section du chapitre 3 concernée.

Essais			Région(s) analysée(s)	Références
Dispositif	Lubrifiant	SRR (%) - durée (h)		
MBDF	Htot	6,6 - 16h40	zone de contact F1 : hors du passage des indents F2, F3 : en regard des indents	3.1.2.1
MTM	Htot	5 - 15h30	zone de contact : T2 et T3	3.1.2.2
	Htot	5 - 5h	zone de contact	3.1.2.2
MTM	Hdet	25 - 5h	zone de contact	3.2.5
	Hau			
	Hep			
MTM	Hdau	25 - 5h	zone de contact	3.2.5
	Hdep			

TABLE 4.1: Bilan des essais dont les profils sont présentés dans l'annexe C.

Principe

L'érosion ionique de l'échantillon est combinée à l'analyse Auger simultanée de couches initialement enterrées qui, en devenant superficielles, deviennent accessibles à l'analyse. Cette démarche permet d'obtenir la composition élémentaire en profondeur des couches formées sur une surface. Dans cette étude, ce sont les ions Ar^+ qui ont été utilisées pour l'érosion.

Une fois l'analyse terminée, le quotient des durées d'abrasion à l'intérieur de la zone de contact (tribofilm) et à l'extérieur de cette dernière (couche d'oxydes) multiplié par l'épaisseur de la couche d'oxydes (4 nm) donne une bonne approximation de l'épaisseur du tribofilm.

Les profils présentés dans cette annexe montrent que le tribofilm est majoritairement constitué de calcium. C'est la disparition de cet élément ainsi que la constance du fer à une intensité élevée qui permet la détermination de l'épaisseur du tribofilm.

Tribofilm issu d'un essai de fatigue

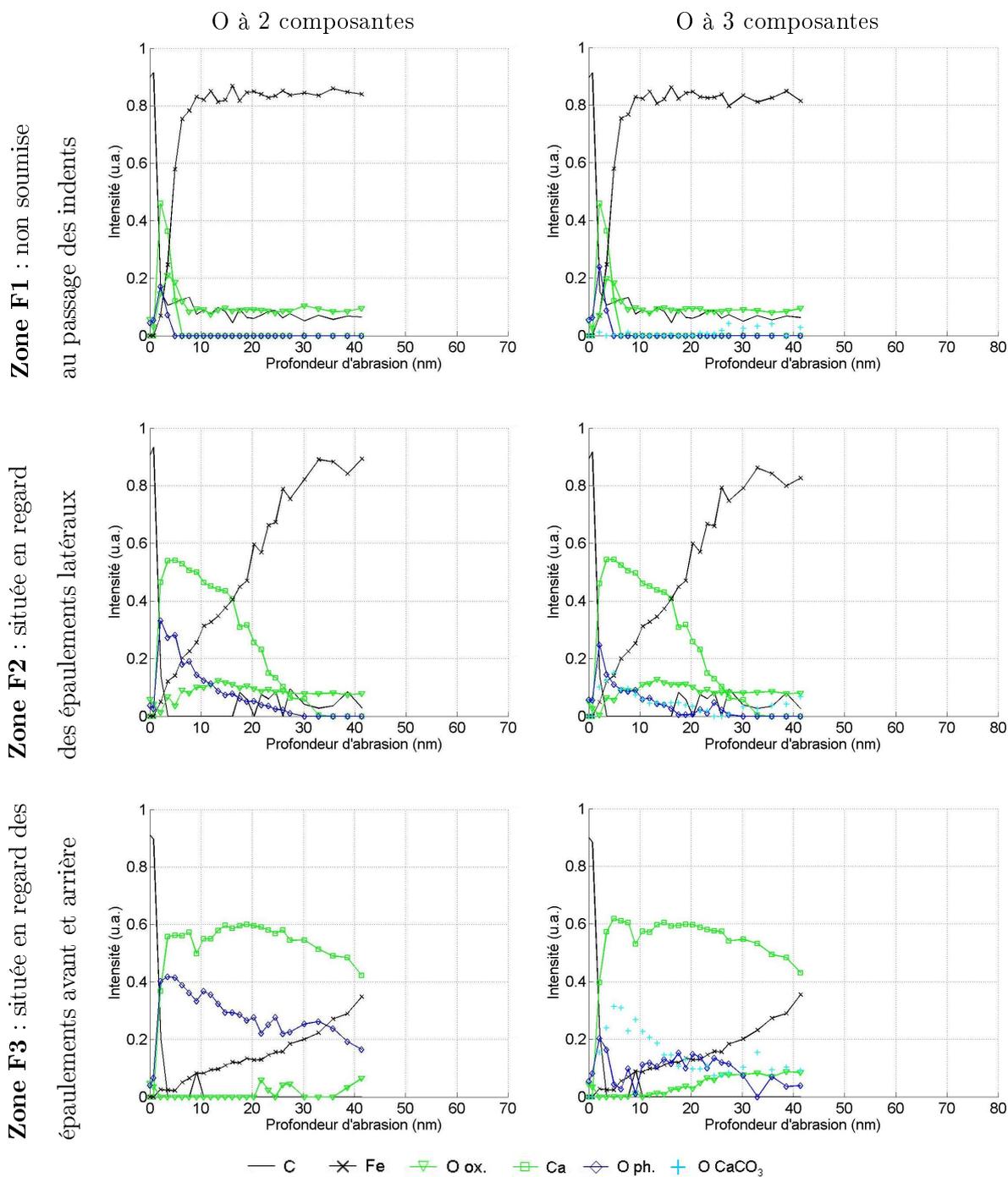


FIGURE 4.24: Profils Auger des trois zones (identifiées du tribofilm généré dans le contact de fatigue (6.6%, 16h40) au cours du profil Auger. Propositions de décomposition à deux composantes d'oxygène.

Les profils présentés dans la figure 4.24 proviennent d'analyses ponctuelles effectuées à la

surface d'une écaille de fatigue retrouvée dans le lubrifiant. L'essai de fatigue concerné a été effectué avec l'huile totalement additivée (désignée par Htot ou huile complète).

Tribofilms modèles : essais MTM effectués avec l'huile complète à 5% de glissement

Essai MTM de 15h30

Les profils illustrés en figure 4.25 sont issus d'analyses ponctuelles. Les régions sondées ont été sélectionnées d'après le contraste visuel obtenu sur une image MEB.

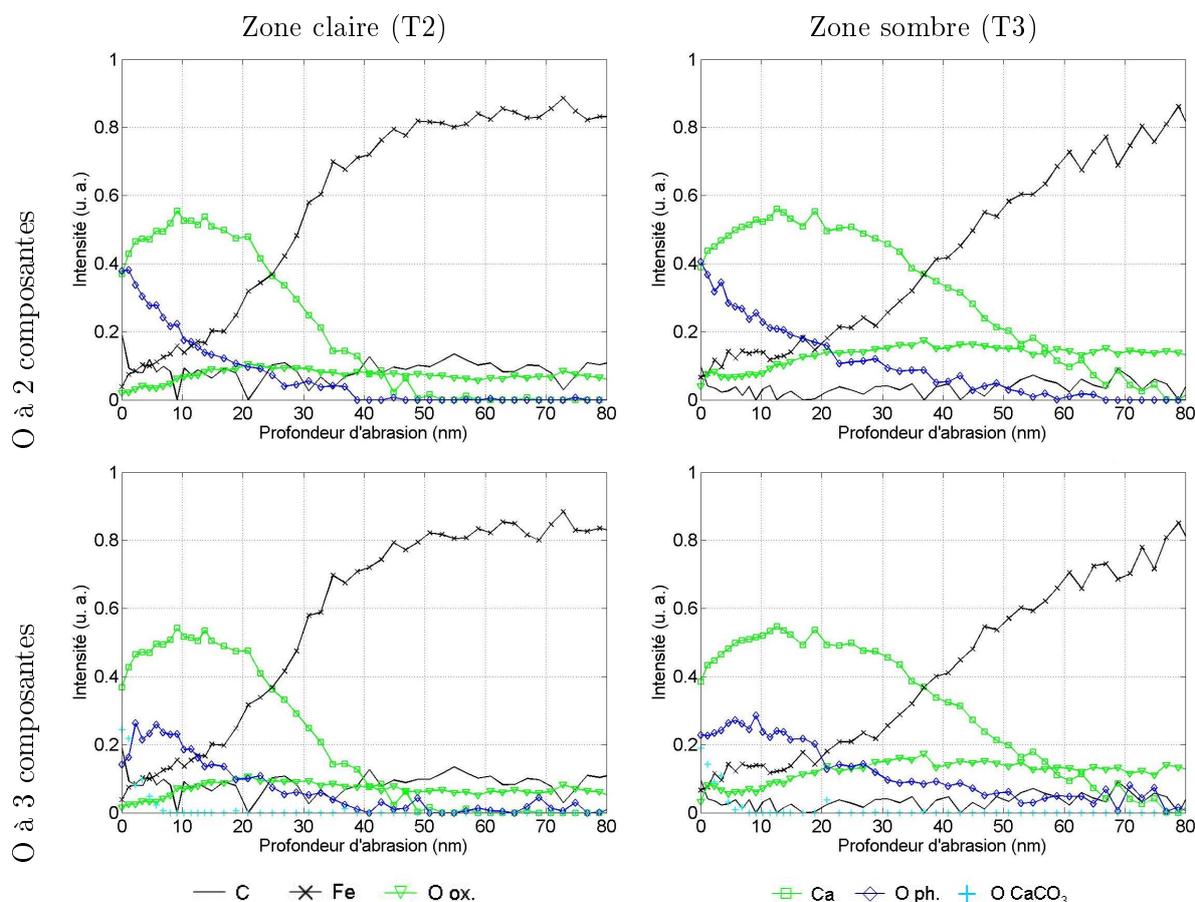


FIGURE 4.25: essai MTM de 15h30 à 5% de glissement - profils AES dans la zone de contact en deux points présentant un contraste différent sur l'image SEM

Les profils proposés sont similaires pour chaque déconvolution proposée (comparaison par lignes). La seule variation observée concerne l'épaisseur locale du tribofilm : 40 à 50 nm pour la zone claire contre 70 à 80 nm pour la zone foncée.

Essais MTM de 5h

Les profils illustrés en figure 4.26 sont issus d'analyses ponctuelles. Les régions sondées ont été sélectionnées d'après le contraste visuel obtenu sur une image MEB.

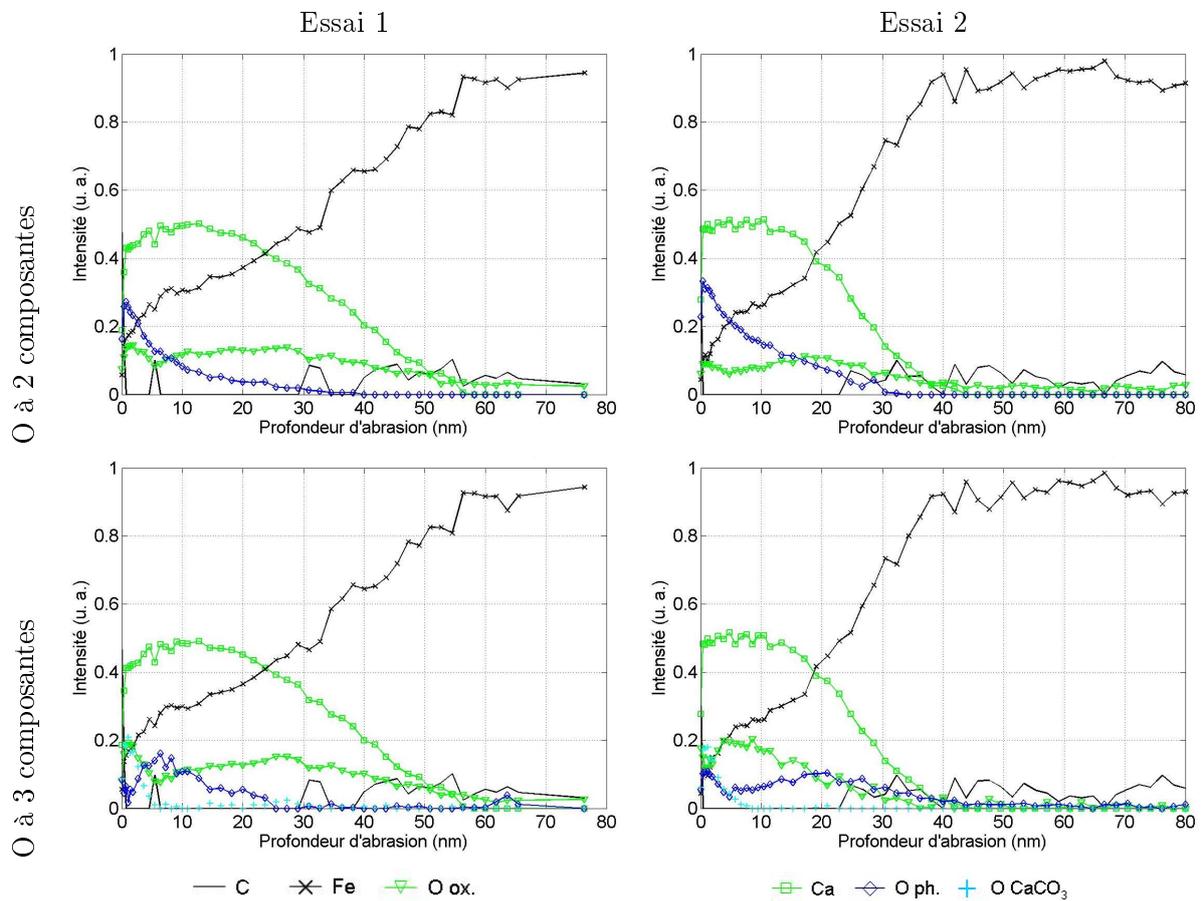


FIGURE 4.26: essais MTM réalisés à 5% de glissement pendant 5h - profils AES dans la zone de contact - signal moyenné sur une surface

Influence de la présence de détergent dans l'huile : essais MTM standards (SRR= 25%, durée de 5h)

Lubrifiants formulés avec un additif (et l'anti-mousse)

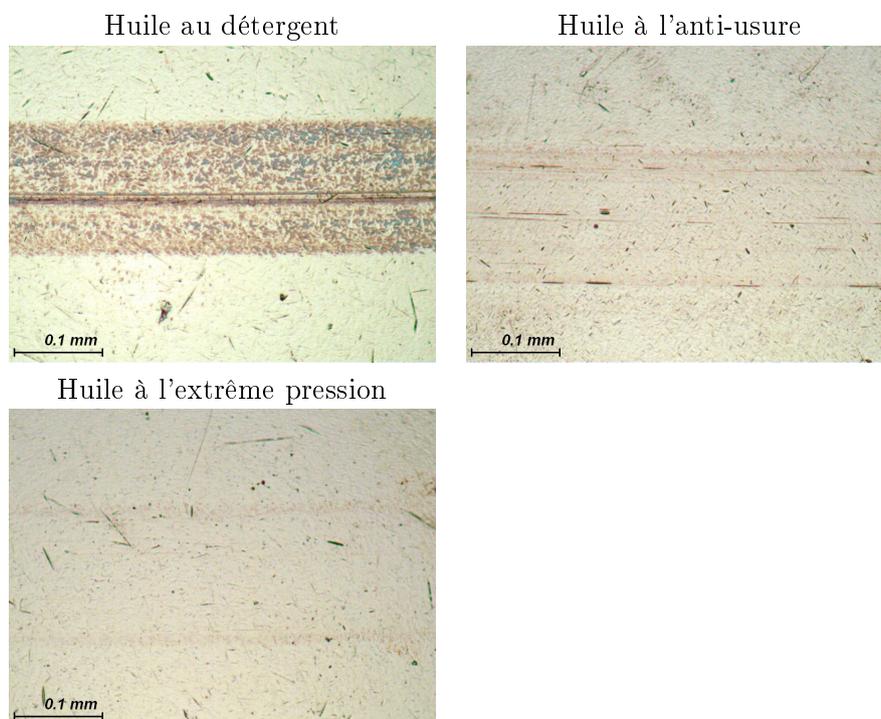


FIGURE 4.27: Images optiques des zones de contact des essais lubrifiés avec respectivement le détergent, l'anti-usure et l'extrême pression (et l'anti-mousse).

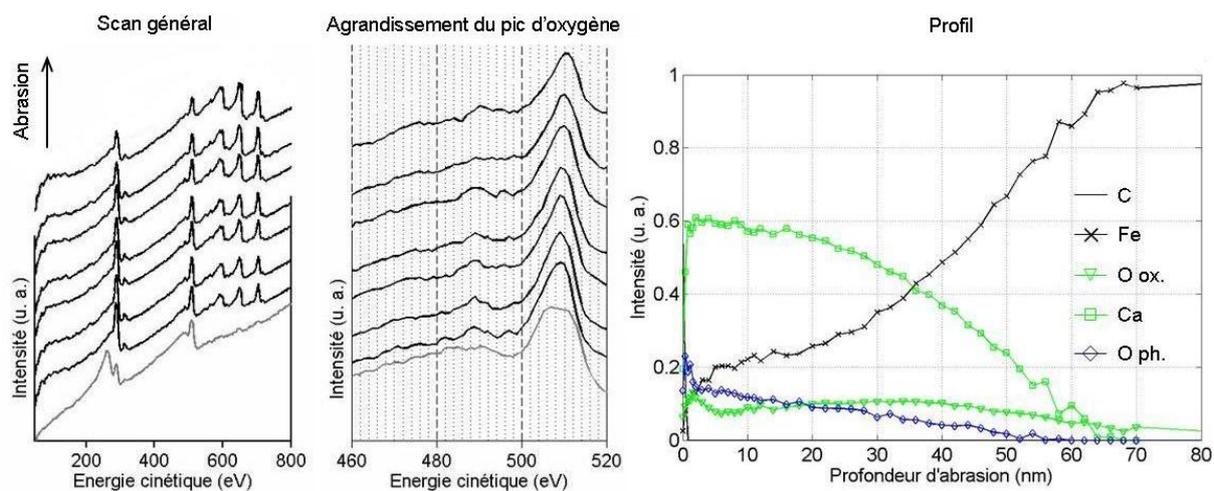


FIGURE 4.28: essai standard lubrifié avec l'huile contenant uniquement le détergent (et l'anti-mousse). Epaisseur du tribofilm estimée à 60 nm.

Lorsqu'un seul additif (hormis l'anti-mousse) est présent dans la formulation, il s'exprime.

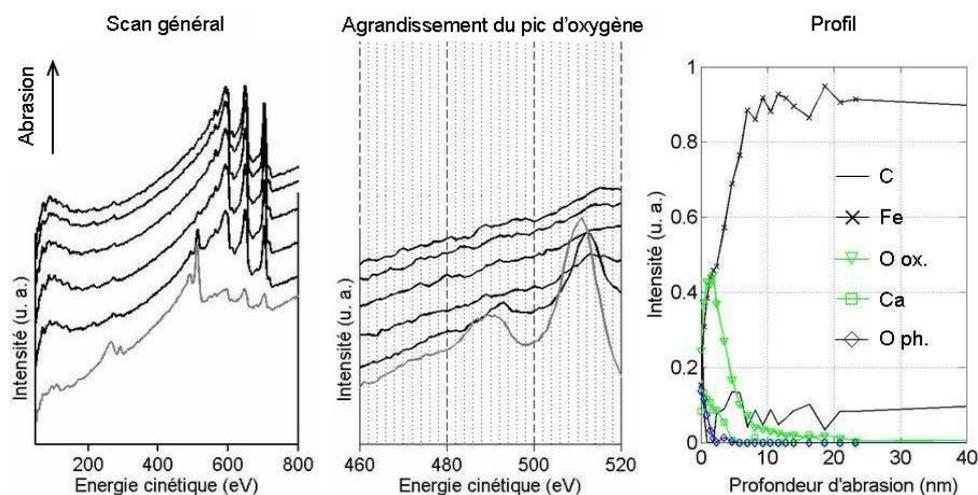


FIGURE 4.29: essai standard lubrifié avec l'huile contenant uniquement l'anti-usure (et l'anti-mousse). Epaisseur du tribofilm inférieure à 10 nm.

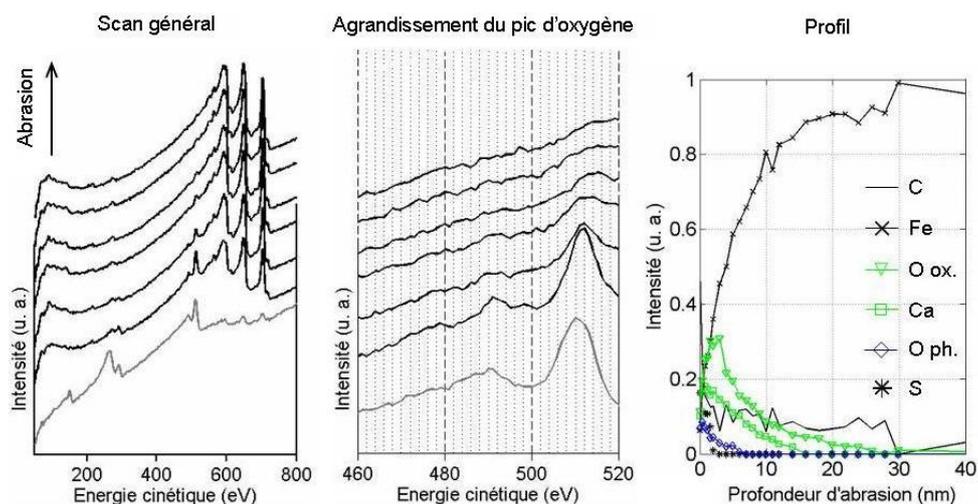


FIGURE 4.30: essai standard lubrifié avec l'huile contenant uniquement l'extrême-pression (et l'anti-mousse). Epaisseur du tribofilm estimée à 15 nm.

Ainsi, le soufre caractéristique de l'extrême pression est détecté à la surface du tribofilm dans l'essai correspondant. La présence de phosphore est, en revanche, encore peu évidente. Enfin, seul et en 5h, le détergent est à l'origine d'un tribofilm dont l'épaisseur avoisine celle de l'essai combiné Htot/Htot (voir FIG.3.20) qui a duré 10h. La comparaison des agrandissements des pics d'oxygène montre que la composante à faible énergie n'est présente qu'en surface pour Hdet tandis qu'elle perdure dans le cas Htot/Htot.

Les épaisseurs relevées correspondent aux observations optiques de la figure 4.27 : les tribofilms minces sont peu visibles et réciproquement.

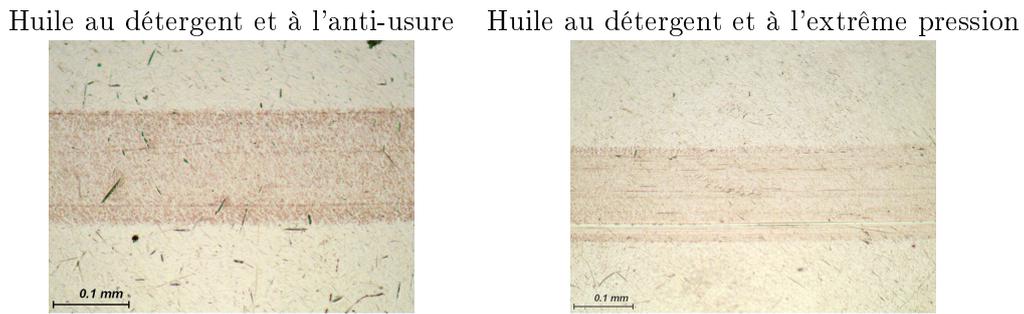


FIGURE 4.31: Images optiques des zones de contact des essais lubrifiés avec respectivement le détergent et l'anti-usure ainsi que le détergent et l'extrême pression (et l'anti-mousse).

Lubrifiants formulés avec deux additifs

La présence du détergent dans la formulation garanti la formation d'un tribofilm relativement épais dans la zone de contact, quel que soit l'additif ajouté (AW ou EP). Dans les deux cas, les zones de contact sont visibles.

L'agrandissement du pic d'oxygène pour la formulation détergent/anti-usure montre en surface un pic clairement constitué de deux composantes.

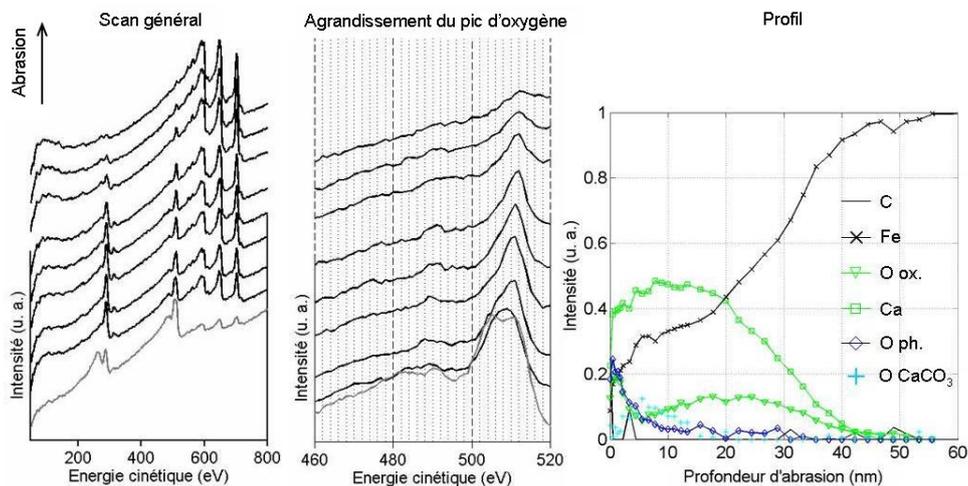


FIGURE 4.32: essai standard lubrifié avec l'huile formulée avec le détergent et l'anti-usure (et l'anti-mousse). Epaisseur du tribofilme estimée à 40 nm.

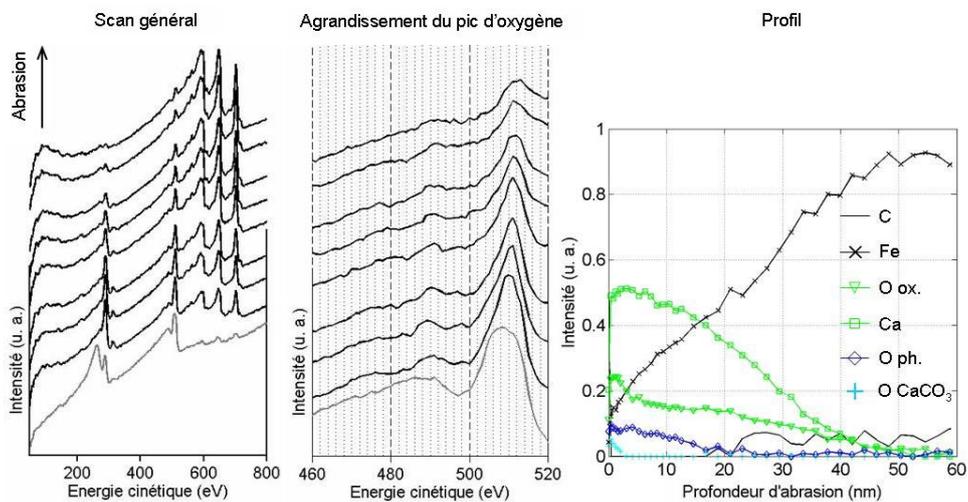


FIGURE 4.33: essai standard lubrifié avec l'huile formulée avec le détergent et l'extrême-pression (et l'anti-mousse). Epaisseur du tribofilme estimée à 40 nm.

Annexe D : Spécifications des machines utilisées

Plage de variation des paramètres pour la Mini Traction Machine

Paramètres	Gamme	
Charge	0 à 75	N
Pression	0 à 1,25	GPa
Vitesses	0 à 5	m/s
Glissement	0 à 200	%
Température	ambient à 150	°C

TABLE 4.2: Gamme de variation des paramètres MTM

Plage de variation des paramètres pour la machine bidisque de fatigue

Paramètres du contact		Gamme	
Rayons	Rx1, Rx2	25 à 45 (entraxe de 70)	mm
Rayons de courbure des pistes	Rz1, Rz2	10 à l'infini	mm
Largeur des pistes		8 à 10	mm
Vitesse de rotation	ω_1, ω_2	100 à 3000	tr/min
Vitesse de surface	U_1, U_2	7,85 à 14,14	m/s
Glissement	$\frac{\Delta U}{\sum U}$	0 à 15	%
Charge normale	W	500 à 20000	N
Pression maximale de Hertz	P_{hmax}	1 à 6	GPa
Température du lubrifiant	T	40 à 120	°C

TABLE 4.3: Gamme de variation des paramètres MBDF

Bibliographie

- [AUS 76] AUSERMANN V. K., NAGARAJ H. S., SANBORN D. M., WINER W. O.
Infrared temperature mapping in elastohydrodynamic lubrication. *ASME J. of Lubr. Tech.*, vol. 98, 1976, p. 236-243.
- [AYE 92] AYL J., GANIER M.
Possibilités des huiles à base minérale et des fluides de synthèse. *Cetim*, vol. avril, 1992, p. 1-34.
- [AYE 96] AYL J.
Lubrifiants - Propriétés et caractéristiques. *Tech. de l'Ing.*, vol. BM5340, 1996, p. 1-45.
- [AYE 97] AYL J.
Lubrifiants - Constitution. *Tech. de l'Ing.*, vol. 5341, 1997, p. 1-37.
- [AYE 98] AYL J., BORN M., GERMAIN F., MARTIN-DEMEZIL J., RIO D.
Lubrifiants et fluides pour l'automobile. 1998.
- [AYE 01] AYL J.
Lubrifiants - Additifs à action chimique. *Tech. de l'Ing.*, vol. BM5343, 2001, p. 1-18.
- [AYE 02] AYL J.
Lubrifiants - Additifs à action physique ou physiologique. *Tech. de l'Ing.*, vol. BM5344, 2002, p. 1-18.
- [AYE 03] AYL J.
Lubrifiants pour moteurs thermiques. Normes générales. *Tech. de l'Ing.*, vol. BM2750, 2003, p. 1-16.
- [BAL 05] BALY H., POLL G., CANN P. M. E., LUBRECHT A. A.
Correlation between Model Test Devices and Full Bearing Tests under Grease Lubricated Conditions. *Proceedings of the IUTAM Symposium held in Cardiff, UK, 1-3 September 2004*, 2005.
- [BAN 97] BANCROFT G., KASRAI M., FULLER M., YIN Z.
Mechanisms of tribochemical film formation : stability of tribo- and thermally-generated ZDDP films. *Trib. Lett.*, vol. 3, 1997, p. 47-51.
- [BAR 93] BARUS C.
Isothermals, Isopiestic and Isometrics relative to Viscosity. *Am. J. of Sc.*, vol. 45, 1893, p. 87-96.
- [BAR 75] BARTZ W. J., KRÜGER V.
Influence of lubricants on the pitting fatigue of gears. *Wear*, vol. 35, n° 2, 1975, p. 315-329.
- [BAR 76] BARBER R. I.
The Preparation of Some Phosphorus Compounds and Their Comparison as Load-Carrying Additives by the Four-Ball Machine. *ASLE Trans.*, vol. 19, n° 4, 1976, p. 319-328.

- [BEC 99] BEC S., TONCK A., GEORGES J. M., COY R. C., BELL J. C., ROPER G. W.
Relationship between mechanical properties and structures of zinc dithiophosphate anti-wear films. *Proc. R. Soc. Lond. A*, vol. 455, 1999, p. 4181-4203.
- [BEL 90] BELL J. C., COY R., SPIKES H. A.
Cryogenic studies of zinc dialkyl dithiophosphate anti-wear films. OF TRIB. J. S., Ed., *Proc. Jap. Int. Trib. Conf., Nagoya (Jap)*, 1990, p. 505-510.
- [BEL 93] BELL J., DELARGY K. M.
The composition and structure of model zinc dialkyldithiophosphate anti-wear films. KOZMA M., Ed., *Eurotrib, Budapest (Hun)*, vol. 2, 1993, p. 328-332.
- [BER 05] BERANGER G., MAZILLE H.
Approche scientifique des surfaces. Caractérisation et propriétés. *Tech. de l'Ing.*, vol. M1425, 2005, p. 1-21.
- [BHA 76] BHATTACHARYYA S., BOCK F. C., HOWES M. A., PARIKH N. M.
Chemical Effects of Lubrication in Contact Fatigue. Part II : The Statistical Analysis, Summary, and Conclusions. *ASME J. of Lubr. Tech.*, vol. 98 Ser F, n° 2, 1976, p. 299-307.
- [BIB 08] BIBOULET N.
Influence of indentations on rolling bearing life. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 2008.
- [BIS 64] BISSON E. E., ANDERSON W. J.
Advanced Bearing Technology. rapport n° SP-38, 1964, NASA, Washington D.C. (USA).
- [BOR 98a] BORDI-BOUSSOUAR V., DORIER C., VILLECHAISE B.
A Finite Element Analysis of Crack Initiation and Propagation in a Notched Disk Submitted to Rolling Contact Fatigue. *ASME J. of Trib.*, vol. 120, 1998, p. 436-441.
- [BOR 98b] BORDI-BOUSSOUAR V., VILLECHAISE B., RIBES F., DORIER C.
Etude expérimentale et numérique de la propagation de fissures débouchantes en surface par fatigue de contact de roulement. *17e Journées de Printemps, Senlis (Fr)* SF2M, mai 1998, p. 14 (1)-14 (12).
- [BOU 99] BOUCHAREINE P.
Métrologie des surfaces. *Tech. de l'Ing.*, vol. R1390, 1999, p. 1-15.
- [BOW 88] BOWER A. F.
The Influence of Crack Face Friction and Trapped Fluid on Surface Initiated Rolling Contact Fatigue Cracks. *ASME J. of Trib.*, vol. 110, 1988, p. 706-711.
- [BOW 89] BOWER A. F., JOHNSON K. L.
The influence of Strain Hardening on Cumulative Plastic Deformation in Rolling and Sliding Line contact. *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 37, n° 4, 1989, p. 471-493.
- [CAM 66] CAMERON A., GOHAR R.
Theoretical and experimental studies of the oil film in lubricated point contact. *Proc. R. Soc. Lond.*, vol. A291, 1966, p. 520-536.
- [CAN 77] CANTLEY R. E.
The Effect of Water in Lubricating Oil on Bearing Fatigue Life. *ASLE Trans.*, vol. 20, n° 3, 1977, p. 244-248.
- [CAN 91] CANN P. M., SPIKES H. A.
In lubri studies of lubricants in EHD contacts using FTIR adsorption spectroscopy. *STLE Trib. Trans.*, vol. 34, 1991, p. 248-256.

-
- [CAN 96] CANN P. M., SPIKES H. A., HUTCHINSON J.
The Development of a Spacer Layer Imaging Method (SLIM) for Mapping Elastohydrodynamic Contacts. *Trib. Trans.*, vol. 39, n° 4, 1996, p. 915-921.
- [CAR 58] CARTER T. L.
Effect of Lubricant Base Stock on Rolling Contact Fatigue. Technical Note n° 4161, 1958, National Advisory Committee for Aeronautics (NACA) - Flight Propulsion Laboratory, Cleveland (Ohio, USA).
- [CAR 99] CARDIS A., WEBSTER M. N.
Gear Oil Micropitting Evaluation. Technical Paper n° 99FTM4, October 1999, American Gear Manufacturers Association.
- [CAZ 07a] CAZAUD J.
Spectroscopie Auger. Imagerie et profil en z. Applications. *Tech. de l'Ing.*, vol. p2621v2, 2007, p. 1-13.
- [CAZ 07b] CAZAUD J.
Spectroscopie Auger. Principes et performances en sonde fixe. *Tech. de l'Ing.*, vol. P2620v2, 2007, p. 1-19.
- [CHA 88] CHAMPAUD P.
Contribution à l'étude de la fatigue d'un alliage Fe-C-Cr (100Cr6) soumis à un champ de contraintes de Hertz. Proposition d'un critère d'amorçage. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 1988.
- [CHA 06] CHAPKOV A. D., BAIR S., CANN P., LUBRECHT T.
Film Thickness in Point Contacts under Generalized Newtonian EHL Conditions : Numerical and Experimental Analysis. *Proceedings of the 33rd Leeds-Lyon Symposium on Tribology, Sept.* Elsevier, 2006.
- [CHE 94a] CHENG W., CHENG H. S., KEER L. M.
Longitudinal Crack Initiation Under Pure Rolling Contact Fatigue. *STLE Trib. Trans.*, vol. 37, n° 1, 1994, p. 51-58.
- [CHE 94b] CHENG W., CHENG H. S., KEER L.
Experimental Investigation on Rolling/ Sliding Contact Fatigue Crack Initiation with Artificial Defects. *STLE Trib. Trans.*, vol. 37, n° 1, 1994, p. 1-12.
- [CHE 00] CHEN F., BROWN G. M., SONG M.
Overview of three dimensional shape measurement using optical method. *Optical Engineering*, vol. 39, n° 1, 2000, p. 10-22.
- [CHO 02] CHOU C. C., LIN J. F.
A New Approach to the Effect of EP Additive and Surface Roughness on the Pitting Fatigue of a Line-Contact System. *ASME J. of Trib.*, vol. 124, n° 2, 2002, p. 245-258.
- [CHO 03] CHOO J. W., GLOVNEA R. P., OLVER A. V., SPIKES H. A.
The Effects of Three-Dimensional Model Surface Roughness Features on Lubricant Film Thickness in EHL Contacts. *ASME J. of Trib.*, vol. 125, 2003, p. 533-542.
- [CIZ 03] CIZAIRE L.
Lubrification limite par les nanoparticules. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Lyon, Ecully, France, 2003.
- [CIZ 04] CIZAIRE L., MARTIN J. M., GRESSER E., TRUONG DINGH N., HEAU C.
Tribochemistry of overbased calcium detergent studied by ToF-SIMS and other surface analyses. *Trib. Lett.*, vol. 17, n° 4, 2004, p. 715-721.
-

- [CLA 85] CLARKE T. R., MILLER G. R., KEER L. M., CHENG H. S.
The Role of Near-Surface Inclusions on the Pitting of Gears. *ASLE Trans.*, vol. 28, 1985, p. 111-116.
- [COR 78] CORVAISIER A., DU PARQUET J.
Bases et additifs pour lubrifiants. *Frottement, usure et lubrification dans l'industrie - les Journées d'Ecully (Fr)*, Sept., 1978.
- [COS 07] COSTELLO M. T., URREGO R. A.
Study of surface films of the ZDDP and the MoDTC with crystalline and amorphous overbased calcium sulfonates by XPS. *Trib. Trans.*, vol. 50, n° 2, 2007, p. 217-226.
- [COU 96] COUHIER F.
Influence des rugosités de surface sur les mécanismes de lubrification du contact élastohydrodynamique cylindre-plan. Thèse de doctorat, INSA Lyon, 1996.
- [COU 01] COULON S.
Prédiction de la durée de vie des contacts ponctuels lubrifiés en présence d'indentation. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 2001.
- [COU 02] COULON S., VILLE F., LUBRECHT A. A.
An Abacus for Predicting the Rolling Contact Fatigue Life Prediction du to Debris Dents. ET AL. D. D., Ed., *Proc. of the 28th Leeds-Lyon Symposium on Tribology, Sept. 2001, Vienna (Aust.)*, n° 40 Tribology Series Elsevier, 2002, p. 283-293.
- [COU 04] COULON S., JUBAULT I., LUBRECHT A. A., VILLE F., VERGNE P.
Pressure profiles measured within lubricated contacts in presence of dented surfaces. Comparison with numerical models. *Trib. Int.*, vol. 37, 2004, p. 111-117.
- [COU 05] COULON S., VILLE F., LUBRECHT T.
Experimental investigations of Rolling Contact Fatigue of dented surfaces using artificial defects. ET AL. D. D., Ed., *Proc. of the 31st Leeds-Lyon Symposium on Tribology, Sept. 2004, Leeds (UK)*, n° 48 Tribology and Interface Engineering Series Elsevier, 2005, p. 691-702.
- [CRO 61] CROOK A. W.
The lubrication of roller, II - Film thickness with relation to viscosity and speed. *Phil. Trans. Roy. Soc.*, vol. A2454, 1961, p. 223-236.
- [CRO 63] CROOK A. W.
The lubrication of roller, IV - Measurements of friction and effective viscosity. *Phil. Trans. Roy. Soc.*, vol. A255, 1963, p. 281-312.
- [CUL 76] CULP D. V., STOVER J.
Bearing Fatigue Life Tests in a Synthetic Traction Lubricant. *ASLE Trans.*, vol. 19, n° 3, 1976, p. 250-256.
- [CUS 82] CUSANO C., WEDEVEN L. D.
The Effects of Artificially-Produced Defects on the Film Thickness Distribution in Sliding EHD Point Contacts. *ASME J. of Lubr. Tech.*, vol. 104, 1982, p. 365-375.
- [DEM 06] DEMMOU K., BEC S., LOUBET J. L., MARTIN J. M.
Temperature effects on mechanical properties of zinc dithiophosphate tribofilms. *Trib. Int.*, vol. 39, 2006, p. 1558-1563.
- [DIA 03] DIAB Y., COULON S., VILLE F., FLAMAND L.
Experimental investigations on Rolling Contact Fatigue of dented surfaces using artificial defects : subsurface analyses. ET AL. D. D., Ed., *Proc. of the 29th Leeds-Lyon Symposium on Tribology, Sept. 2002, Leeds (UK)*, n° 41 Tribology Series Elsevier, 2003, p. 359-366.

-
- [DOW 66] DOWSON D., HIGGINSON G.
Elasto-Hydrodynamic Lubrication. Oxford : Pergamon Press Ltd, 1966.
- [DOW 99] DOWSON D., EHRET P.
Past, present and future studies in elasto-hydrodynamics. *Proc. Instn. Mech. Engrs., Part J : J. of Eng. Trib.*, vol. 213, 1999, p. 317-333.
- [DUC 98a] DUC T. M.
Analyse de surface par ESCA. Analyse élémentaire et applications. *Tech. de l'Ing.*, vol. P2626, 1998, page 30.
- [DUC 98b] DUC T. M.
Analyse de surface par ESCA. Principe et instrumentation. *Tech. de l'Ing.*, vol. P 2 625, 1998, page 33.
- [DUM 97] DUMONT M.-L.
Etude des endommagements de surface induits par fatigue de roulement dans les contacts elasto-hydrodynamiques pour des aciers M50 et 100Cr6. Thèse de doctorat, INSA Lyon, 1997.
- [DWY 92] DWYER-JOYCE R.
The Effects of Lubricant Contamination on Rolling Bearing Performance. Thèse de doctorat, University of London, London (England), 1992.
- [DWY 03] DWYER-JOYCE R. S., DRINKWATER B. W., DONOHOE C. J.
The measurement of lubricant film thickness using ultrasound. *Proc. Roy. Soc. Lond.*, vol. A459, 2003, p. 957-996.
- [EIS 99] EISENLOHR L., METEVA K., GABROVSEK F., DREYBRODT W.
The inhibiting action of intrinsic impurities in natural calcium carbonate minerals to their dissolution kinetics in aqueous H₂O-CO₂ solutions. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, vol. 63, n° 7/8, 199, p. 989-1002.
- [ENG 90] ENGERAND J. L.
Mécanique de la rupture. *Tech. de l'Ing.*, vol. B5060, 1990.
- [ERR 02] ERRICHELLO R.
Selecting and Applying Lubricants to Avoid Micropitting of Gear Teeth. *Machinery Lubrication*, vol. Nov-Dec, 2002, p. 30-36.
- [ERT 39] ERTEL A. M.
Hydrodynamic Lubrication based on New Principles. *Akad. Nauk SSSR Mathematica i Mehanika*, vol. 3, n° 2, 1939, p. 41-52.
- [EVA 04] EVANS R. D., MORE K., DARRAGH C. V., NIXON H. P.
Transmission Electron Microscopy of Boundary-Lubricated Bearing Surfaces. Part I : Mineral Oil Lubricant. *Trib. Trans.*, vol. 47, 2004, p. 430-439.
- [EVA 05] EVANS R. D., MORE K., DARRAGH C. V., NIXON H. P.
Transmission Electron Microscopy of Boundary-Lubricated Bearing Surfaces. Part II : Mineral Oil Lubricant with Sulfur- and Phosphorus-Containing Gear Oil Additives. *Trib. Trans.*, vol. 48, 2005, p. 299-307.
- [EVA 06] EVANS R. D.
Tribological thin films on steel rolling element bearing surfaces. Thèse de doctorat, Case Western University, 2006.
- [FIT 79] FITZSIMMONS B., CLEVINGER H. D.
Contaminated Lubricants and Tapered Roller Bearing Wear. *ASLE Trans.*, vol. 20, n° 2, 1979, p. 97-107.
-

- [FOO 68] FOORD C. A., HAMMANN W. C., CAMERON A.
Evaluation of Lubricants Using Optical Elastohydrodynamics. *ASLE Trans.*, vol. 11, 1968, p. 31-43.
- [FOW 81] FOWLES P., JACKSON A., MURPHY W. R.
Lubricant Chemistry in Rolling Contact Fatigue - The Performance and Mechanism of One Antifatigue Additive. *ASLE Trans.*, vol. 24, n° 1, 1981, p. 107-118.
- [FUJ 04] FUJITA H., SPIKES H.
The formation of Zinc Dithiophosphate antiwear films. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J : Journal of Engineering Tribology*, vol. 218, n° 4, 2004, p. 265-277.
- [FUJ 05a] FUJITA H., GLOVNEA R. P., SPIKES H. A.
Study of Zinc Dialkyldithiophosphate Antiwear Film Formation and Removal Processes, Part I : Experimental. *Trib. Trans.*, vol. 48, n° 4, 2005, p. 558-566.
- [FUJ 05b] FUJITA H., SPIKES H. A.
Study of Zinc Dialkyldithiophosphate Antiwear Film Formation and Removal Processes, Part II : Kinetic Model. *Trib. Trans.*, vol. 48, n° 4, 2005, p. 567-575.
- [FUJ 06] FUJITA H., SPIKES H. A.
The study of antiwear film formation kinetics. *Proc. of the 15th Int. Coll. on Trib., Esslingen (Ger)*, January 2006, p. 1-17.
- [FUL 97] FULLER M., KASRAI M., BANCROFT G. M., YAMAGUCHI E., RYASON P., WILLERMET P., TAN K.
Chemical characterization of tribochemical and thermal films generated from neutral and basic ZDDPs using X-Ray absorption spectroscopy. *Trib. Int.*, vol. 30, n° 4, 1997, p. 305-315.
- [GAR 83] GARDINER D. J., BAIRD E. M., GORVIN A. C., MARSHALL W. E., DARE-EDWARDS M. P.
Raman spectra of lubricants in elastohydrodynamic entrainments. *Wear*, vol. 91, 1983, p. 111-114.
- [GAS 95] GASVIK K. J.
Optical metrology. John Wiley and Sons, New York, 2e édition, 1995.
- [GAU 07] GAUVIN M., DASSENOY F., MINFRAY C., MARTIN J. M., MONTAGNAC G., REYNARD B.
Zinc phosphate chain length study under high hydrostatic pressure by Raman spectroscopy. *Journal of Applied Physics*, vol. 101, n° 63505, 2007.
- [GAY 96] GAY J. M.
Structure de surface des solides. *Tech. de l'Ing.*, vol. A1365, 1996.
- [GEO 78] GEORGES J. M., MARTIN J. M., KAPSA P., MEILLE G.
Lubrification limite : mécanisme d'action des additifs anti-usure. *Frottement, usure et lubrification dans l'industrie - les Journées d'Ecully (Fr)*, Septembre 1978, p. C45-C59.
- [GEO 79] GEORGES J. M., MARTIN J. M., MATHIA T., KAPSA P., MEILLE G., MONTES H.
Mechanism of boundary lubrication with zinc dithiophosphate. *Wear*, vol. 53, 1979, p. 9-34.
- [GEO 00] GEORGES J. M.
Frottement, usure et lubrification. La tribologie ou science des surfaces. 2000.
- [GIA 95] GIASSON S.
Study of microstructural transformation of overbased calcium sulphonates during friction. *ASLE Lubr. Eng.*, vol. 5, 1995, p. 91-111.

-
- [GIR 01] GIRODIN D., VILLE F., GUERS R., DUDRAGNE G.
Rolling Contact Fatigue Tests to Investigate Surface Initiated Damage Using Surface Dents. ET AL. G. D., Ed., *Proc. of the 27th Leeds Lyon Symposium on Tribology, Sept. 2000, Lyon (France)*, n° 39 Tribology Series Elsevier, 2001, p. 449-458.
- [GLO 01] GLOVNEA R. P., SPIKES H. A.
Elastohydrodynamic film formation at the start-up of the motion. *Proc. Instn. Mech. Engrs., Part J : J. of Eng. Trib.*, vol. 215, 2001, p. 125-138.
- [GRO 99] GROSSIORD C., MARTIN J. M., LE MOGNE T., PALERMO T.
UHV friction of tribofilms derived from metaldithiophosphates. *Trib. Lett.*, vol. 6, 1999, p. 171-179.
- [GRU 49] GRUBIN A. N.
Fundamentals of the Hydrodynamic Theory of Lubrication of Heavily Loaded Cylindrical Surfaces. *Central Scientific Research Institute for Technology and Mechanical engineering*, vol. Book no 30, Moscow, DSIR translations, 1949, p. 115-166.
- [GUI 08] GUILLEMANT M.
Fatigue de contacts et additifs. rapport, 2008, INSA de Lyon.
- [HAM 76a] HAMROCK B. J., DOWSON D.
Isothermal Elastohydrodynamic Lubrication of Point Contacts. Part I : Theoretical Formulation. *ASME J. of Lubr. Tech.*, vol. 98, n° 2, 1976, p. 223-229.
- [HAM 76b] HAMROCK B. J., DOWSON D.
Isothermal Elastohydrodynamic Lubrication of Point Contacts. Part II : Ellipticity Parameter Results. *ASME J. of Lubr. Tech.*, vol. 98, n° 3, 1976, p. 375-383.
- [HAM 77] HAMROCK B. J., DOWSON D.
Isothermal Elastohydrodynamic Lubrication of Point Contacts. Part III : Fully Flooded Results. *ASME J. of Lubr. Tech.*, vol. 99, n° 2, 1977, p. 264-276.
- [HAM 89] HAMER F. C., LUBRECHT A. A., IOANNIDES E., SAYLES R. S.
Surface damage on rolling elements and its subsequent effects on performance and life. *Proc. of the 15th Leeds-Lyon Symposium on Tribology, Sept. 1988, Lyon (Fr)*, 1989, p. 189-197.
- [HER 81] HERTZ H.
Über die Berührung fester elastischer Körper. *J. reine und angew. Math.*, vol. 92, 1881, p. 156-171.
- [HIR 94] HIRANO F.
Characteristics of Tribofailure in Rolling Contact and Historical Survey of Research. *Jap. J. of Trib.*, vol. 39, n° 8, 1994, p. 873-885.
- [HOE 99] HOEPRICH M.
Analysis of Micropitting on Prototype Surface Fatigue Test Gears. Technical Paper n° 99FTM5, October 1999, American Gear Manufacturers Association.
- [HOO 00] HOOKE C. J., VENNER C. H.
Surface roughness attenuation in line and point contacts. *Proc. Instn. Mech. Engrs., Part J : J. of Eng. Trib.*, vol. 214, 2000, p. 439-444.
- [HOW 76] HOWES M. A. H., BHATTACHARYYA S., BOCK F. C., PARIKH N. M.
Chemical Effects of Lubrication in Contact Fatigue. Part I : The Test Program, Data, and Metallurgical Observations. *ASME J. of Lubr. Tech.*, vol. 98 Ser F, n° 2, 1976, p. 286-298.
-

- [IMR 06] IMRAN T., JACOBSON B., SHARIFF A.
Quantifying diffused hydrogen in AISI-52100 bearing steel and in silver steel under tribo-mechanical action : Pure rotating bending, sliding-rotating bending, rolling-rotating bending and uni-axial tensile loading. *Wear*, vol. 261, 2006, p. 86-95.
- [IOA 85] IOANNIDES E., HARRIS T. A.
A New Fatigue Life Model for Rolling Bearings. *ASME J. of Trib.*, vol. 107, 1985, p. 367-378.
- [JAC 76] JACKSON A., CAMERON A.
An Interferometric Study of the EHL of Rough Surfaces. *ASLE Trans.*, vol. 19, n° 1, 1976, p. 50-60.
- [JAC 96] JACOBSON B.
How Lubricants Behave in EHL Contacts. ET AL. (EDITORS) D. D., Ed., *Proceedings of the 22nd Leeds-Lyon Symposium on Tribology, Sept. 1995, Lyon (Fr)*, n° 31 Tribology Series Elsevier, 1996, p. 555-561.
- [JOH 91] JOHNSTON G. J., WAYTE R., SPIKES H. A.
The measurement and study of very thin lubricant films in concentrated contacts. *STLE Trib. Trans.*, vol. 34, n° 2, 1991, p. 187-194.
- [KAN 80] KANETA M., CAMERON A.
Effects of Asperities in Elastohydrodynamic Lubrication. *ASME J. of Lubr. Tech.*, vol. 102, 1980, p. 374-379.
- [KAN 87] KANETA M., MURAKAMI Y.
Effects of oil hydraulic pressure on surface crack growth in rolling/sliding contact. *Trib. Int.*, vol. 20, n° 4, 1987, p. 210-217.
- [KAN 92] KANETA M., SAKAI T., NISHIKAWA H.
Optical Interferometric Observations of the Effects of a Bump on Point Contact EHL. *ASME J. of Trib.*, vol. 114, 1992, p. 779-784.
- [KAN 97] KANETA M., KANADA T., NISHIKAWA H.
Optical Interferometric Observations of the Effects of a Moving Dent on Point Contact EHL. ET AL. D. D., Ed., *Proc. of the 23rd Leeds-Lyon Symposium on Tribology, Sept. 1996, Leeds (UK)*, n° 32 Tribology Series Elsevier, 1997, p. 69-79.
- [KAN 00] KANG Y. S., SADEGHI F., AI X.
Debris Effects on EHL Contact. *ASME J. of Trib.*, vol. 122, 2000, p. 711-720.
- [KAP 81] KAPSA P., MARTIN J., BLANC C., GEORGES J.
Antiwear Mechanism of ZDDP in the Presence of Calcium Sulfonate Detergent. *ASME J. of Lubr. Tech.*, vol. 103, 1981, p. 486-496.
- [KIN 03] KINO N., OTANI K.
The influence of hydrogen on rolling contact fatigue life and its improvements. *JSAE Review*, vol. 24, 2003, p. 289-294.
- [KOH 06] KOHARA M., KAWAMURA T., EGAMI M.
Study on Mechanism of Hydrogen Generation from Lubricants. *Trib. Trans.*, vol. 49, 2006, p. 53-60.
- [KOV 66] KOVED I.
Effect of Three Mineral Base Oils on Roller Bearing Fatigue Life. *ASLE Trans.*, vol. 9, 1966, p. 222-228.
- [KUB 06] KUBO T., FUJIWARA S., NANAHO H., MINAMI I., MORI S.
TOF-SIMS analysis of boundary films derived from calcium sulfonates. *Trib. Lett.*, vol. 23, n° 2, 2006, p. 171-176.

-
- [LAC 86a] LACEY I., KELSALL G., SPIKES H.
Thick Antiwear Films in Elastohydrodynamic Contacts. Part I : Film Growth in Rolling/
Sliding EHD Contacts. *ASLE Trans.*, vol. 29, n° 3, 1986, p. 299-305.
- [LAC 86b] LACEY I., KELSALL G., SPIKES H.
Thick Antiwear Films in Elastohydrodynamic Contacts. Part II : Chemical Nature of the
Deposited Films. *ASLE Trans.*, vol. 29, n° 3, 1986, p. 306-311.
- [LAM 96] LAMAGNERE P.
Etude et modélisation de l'amorçage des fissures de fatigue de roulement au voisinage des
microhétérogénéités dans l'acier M50 (80MoCrV411). Thèse de doctorat, INSA de Lyon,
1996.
- [LEC 99] LECHNER G., NAUNHEIMER H.
Automotive Transmissions : Fundamentals, Selection, Design and Application. 1999.
- [LEV 02] LEVY R.
Contrôle d'épaisseur. *Tech. de l'Ing.*, vol. R1370, 2002.
- [LIT 68] LITTMANN W. E., WIDNER R. L., WOLFE J. O., STOVER J. D.
The Role of Lubrication in propagation of Contact Fatigue Cracks. *ASME J. of Lubr. Tech.*,
vol. 90 ser F, n° 1, 1968, p. 89-100.
- [LIT 76] LITTMANN W., KELLEY B., ANDERSON W., FEIN R., KLAUS E., SIBLEY L., WINER
W.
Chemical Effects of Lubrication in Contact Fatigue ; Part III : Load-Life Exponent, Life Scatter,
and Overall Analysis. *ASME J. of Lubr. Tech.*, vol. 98 ser F, n° 2, 1976, p. 308-318.
- [LOE 79] LOEWENTHAL S. H., MOYER D. W.
Filtration Effects on Ball Bearing Life and Condition in a Contaminated Lubricant. *ASME J.
of Lubr. Tech.*, vol. 101, 1979, p. 171-179.
- [LUB 97a] LUBRECHT A. A.
Influence of Local and Global Features in EHL Contacts. ET AL. D. D., Ed., *Proc. of the
23rd Leeds-Lyon Symposium on Tribology, Sept. 1996, Leeds (UK)*, n° 32 Tribology Series
Elsevier, 1997, p. 17-25.
- [LUB 97b] LUBRECHT A., GRAILLE D., VENNER C. H., GREENWOOD J.
Waviness deformation in EHL Line Contacts, under Rolling/Sliding. *ASME J. of Trib.*,
vol. 120, 1997, p. 705-709.
- [LUB 99] LUBRECHT A. A., VENNER C. H.
Elastohydrodynamic Lubrication of Rough Surfaces. *Proc. Instn. Mech. Engrs., Part J : J. of
Eng. Trib.*, vol. 213, 1999, p. 397-404.
- [LUB 08] LUBRECHT A. A.
An introduction to Elastohydrodynamic Lubrication, 2008.
- [LUN 47] LUNDBERG G., PALMGREN A.
Dynamic Capacity of Rolling Bearings. *Generalstabens Pitografiska anstalts Porlag Stockholm*,
, 1947.
- [MAR 97] MARTIN J. M., LE MOGNE T., GROSSIORD C., PALERMO T.
Adsorption and friction in the UHV tribometer. *Trib. Lett.*, vol. 3, 1997, p. 87-94.
- [MAR 05] MARIOGE J. P.
Surfaces optiques : modélisation des défauts et contrôle. *Tech. de l'Ing.*, vol. E4050, 2005.
-

- [MAW 00] MAWATARI T., NAKAJIMA A.
Rolling contact fatigue of bearing steel rollers lubricated with traction oil - Effect of slip ratio and oil temperature. OF TRIB. J. S., Ed., *Proc. of the Int. Trib. Conf., Oct-Nov, Nagasaki (Jap)*, vol. 3, 2000, p. 1737-1742.
- [MEH 08] MEHEUX M., MINFRAY C., VILLE F., LE MOGNE T., LUBRECHT T., MARTIN J. M., LIEURADE H. P.
Influence of slide-to-roll ratio on tribofilm generation. *Proc. Instn. Mech. Engrs., Part J : J. of Eng. Trib.*, vol. 222, 2008, p. 325-334.
- [MIC 74] MICHAU B.
Effet du champ de contraintes sur la fatigue des surfaces dans les contacts hertziens rugueux. Thèse de doctorat, Université Claude Bernard de Lyon, 1974.
- [MIN 04] MINFRAY C.
Réactions tribochimiques avec le dithiophosphate de zinc. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Lyon, 2004.
- [MIN 05] MINAMI I., ICHIBASCHI T., KUBO T., NANA O. H., MORI S.
Tribochemical approach toward mechanism for synergism of lubricant additives on antiwear and friction reducing properties. ET AL. D. D., Ed., *Proc. of the 31st Leeds-Lyon Symposium on Tribology, Sept. 2005, Leeds (UK)*, n° 48 Tribology and Interface Engineering Series Elsevier, 2005, p. 259-269.
- [MIR 78] MIRAILLE J. P., LE DOUARON A., CHAMOIX P., DE LAPRADE M.
Influence du lubrifiant sur la fatigue de surface - viscosité - additifs. *Frottement, usure et lubrification dans l'industrie - les Journées d'Ecully (Fr)*, Septembre 1978, p. C63-C74.
- [MOE 69] MOES H.
Discussion on a contribution by K. Jacobsen and H. Christensen, tribology convention, Gothenburg. *Proc. Instn. Mech. Engrs.*, vol. 183, 1969, p. 205-206.
- [MOE 71] MOES H., BOSMA R.
Design charts for optimum bearing configuration : 1 the full journal bearing. *ASME, J. of Lubr. Tech.*, vol. 93 ser F, n° 2, 1971, p. 302-306.
- [NAK 95] NAKAJIMA A., MAWATARI T.
Effect of kind of lubricating oil on rolling contact fatigue of bearing steel rollers. OF TRIB. J. S., Ed., *Proc. of the Int. Trib. Conf., Yokohama (Jap)*, vol. 3, 1995, p. 1405-1410.
- [NEL 97] NELIAS D.
Etude expérimentale et théorique du microgrippage dans les contacts élastohydrodynamiques. *Revue générale de thermique*, vol. 36, 1997, p. 26-39.
- [NEL 98] NELIAS D., DUMONT M.-L., CHAMPIOT F., GIRODIN D., LORMAND G., VINCENT A., FOUGERES R., FLAMAND L.
Influence des inclusions, de l'état de surface et des conditions de fonctionnement sur la fatigue des aciers M50 et 100Cr6 dans les contacts ponctuels lubrifiés. *17e Journées de Printemps, Senlis (Fr) SF2M*, Mai 1998.
- [NIC 03] NICHOLLS A., DO T., NORTON P. R., BANCROFT G. M., KASRAI M., CAPEHART T. W., CHENG T. T., PERRY T.
Chemical and mechanical properties of ZDDP antiwear films on steel and thermal spray coatings studied by XANES spectroscopy and nanoindentation techniques. *Trib. Lett.*, vol. 15, n° 3, 2003, p. 241-248.

-
- [NIC 04] NICHOLLS M. A., BANCROFT G. M., NORTON P. R., KASRAI M., DE STASIO G., FRAZER B. H., WIESE L. M.
Chemomechanical Properties of Antiwear Films Using X-ray Absorption Microscopy and Nanoindentation Techniques. *Trib. Lett.*, vol. 17, n° 2, 2004, p. 245-259.
- [NIC 05] NICHOLLS M., DO T., NORTON P., KASRAI M., BANCROFT M.
Review of the lubrication of metallic surfaces by zinc dialkyl-dithiophosphates. *Trib. Int.*, vol. 38, 2005, p. 15-39.
- [NIX 95a] NIXON H., ZANTOPULOS H., COGDELL J. D.
Debris Resistance of rolling element Bearing. *Automotive Engineering*, , 1995, p. 35-40.
- [NIX 95b] NIXON H. P., ZANTOPULOS H.
Lubricant Additives, Friend or Foe, What the Equipment Design Engineer needs to know. *ASLE Lubr. Eng.*, , 1995, p. 815-822.
- [O'C 98] O'CONNOR B. M., GREEFIELD P. S.
Investigation of Lubricants Effects on Surface Fatigue Using an FZG Test Rig. *Proc. of the 11th International Colloquium, Esslingen (Ger)*, January 1998, p. 419-424.
- [O'C 03] O'CONNOR B.
The Influence of Additive Chemistry on Micropitting. *Proc. of the ASME Design Engineering Technical Conference*, vol. 4, 2003, p. 1035-1049.
- [O'C 05] O'CONNOR B.
The Influence of Additive Chemistry on Micropitting. *Gear Technology*, vol. 22, n° 3, 2005, p. 34-41.
- [OLV 04a] OLVER A. V., BENYAJATI C.
The Effect of Oil Additives on Micropitting. ET AL. G. D., Ed., *Proc. of the 30th Leeds-Lyon Symposium on Tribology, Sept. 2003, Lyon (Fr)*, n° 43 Tribology Series Elsevier, 2004, p. 601-610.
- [OLV 04b] OLVER A. V., TIEW L. K., MEDINA S., CHOO J. W.
Direct Observations of a micropit in an elastohydrodynamic contact. *Wear*, vol. 256, 2004, p. 168-175.
- [PAQ 06a] PAQUETON H., RUSTE J.
Microscopie électronique à balayage - Images, applications et développements. *Tech. de l'Ing.*, vol. P866, 2006, p. 1-15.
- [PAQ 06b] PAQUETON H., RUSTE J.
Microscopie électronique à balayage - Principe et équipement. *Tech. de l'Ing.*, vol. P865, 2006, p. 1-16.
- [PAR 71] PARKER R. J., KANNEL J. W.
Elastohydrodynamic Film Thickness Between Rolling Disks with a Synthetic Paraffinic Oil to 589 K (600 degree F). Technical Note n° D-6411, 1971, NASA.
- [PET 51] PETRUSEVICH A. I.
Fundamental conclusions from the contact - hydrodynamic theory of lubrication. *Izv. Akad. Nauk. S. S. S. R. (OTN)*, vol. 2, 1951, p. 209-233.
- [PHI 78] PHILLIPS M. R., QUINN T. F. J.
The effect of surface roughness and lubricant film thickness on the contact fatigue life of steel surfaces lubricated with a sulphur-phosphorus type of extreme pressure additive. *Wear*, vol. 51, n° 1, 1978, p. 11-24.
-

- [PHI 98] PHILIBERT J., VIGNES A., BRECHET Y.
Métallurgie : du minerai au matériau. 1998.
- [PLI 68] PLINT M. A.
Traction in elastohydrodynamic contacts. *Proc. Instn. Mech. Eng.*, vol. 182, 1967-68, p. 300-306.
- [PLU 86] PLUVINAGE G., AYEL J., HIEBEL D., DELEBECQ J., LOUAH M.
Fissuration en fatigue de contact. *2e Congrès mondial des engrenages - Paris (Fr)*, vol. 1, Mars 1986, p. 537-547.
- [POP 77] POPINCEANU N. G., GAFITANU M. D., CRETU S. S., DIACONESCU E. N., HOSTIUC L. T.
Rolling Bearing Fatigue Life and EHL Theory. *Wear*, vol. 45, n° 1, 1977, p. 17-32.
- [RAP 05] RAPHET B.
Etats de surface. Caractérisation. *Tech. de l'Ing.*, vol. R1230, 2005.
- [RAP 06] RAPHET B.
Etats de surface. Mesure. *Tech. de l'Ing.*, vol. R1231, 2006.
- [REY 86] REYNOLDS O.
On the theory of Lubrication and its Application to Mr. Beauchamps Tower's Experiments, including an Experimental Determination of the Viscosity of Olive Oil. *Phil. Trans.*, vol. 177, 1886, p. 157-234.
- [RIV 05] RIVOAL J. C., FRETIGNY C.
Microscopie à force atomique (AFM). *Tech. de l'Ing.*, vol. R1394, 2005.
- [ROC 94] ROCHER S.
Contribution à l'analyse et à la modélisation de la propagation des fissures courtes dans l'acier 100Cr6 soumis à la fatigue de roulement. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 1994.
- [ROU 64] ROUNDS F. G.
Effects of Additives on the Friction of Steel on Steel I. Surface Topography and Film Composition Studies. *ASLE Trans.*, vol. 7, 1964, p. 11-23.
- [ROU 75a] ROUNDS F. G.
Base Oil Effects on Fatigue Life for Additive Blends as Measured on a 4-Ball Fatigue Machine. *ASLE Trans.*, vol. 20, n° 2, 1975, p. 115-125.
- [ROU 75b] ROUNDS F. G.
Some factors affecting the decomposition of three commercial zinc organodithiophosphates. *ASLE Trans.*, vol. 18, n° 2, 1975, p. 79-89.
- [ROU 78] ROUNDS F. G.
Additive interactions and their effect on the performance of a zinc dialkyl dithiophosphate. *ASLE Trans.*, vol. 21, 1978, p. 91-101.
- [ROU 89] ROUNDS F. G.
Effect of detergents on ZDP antiwear performance as measured in four-ball wear tests. *ASLE Lubr. Eng.*, vol. 5, n° 12, 1989, p. 761-9.
- [ROW 82] ROWE C. N., ARMSTRONG E. L.
Lubricant Effects in Rolling-Contact Fatigue. *ASLE Lubr. Eng.*, vol. 37, n° 1, 1982, p. 39-40.
- [SAF 82] SAFA M. M. A.
Elastohydrodynamic studies using thin film transducers. Thèse de doctorat, Imperial College, University of London, 1982.

-
- [SAN 93] SANCHETTE L.
Contribution à l'analyse et à la modélisation de l'amorçage des fissures dans l'acier 100Cr6 soumis à la fatigue de roulement. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 1993.
- [SAS 85] SASTRY V. R. F., SETHURAMIAH A., SINGH D. V.
A Study of Wear Under Partial EHL Conditions. ET AL. D. D., Ed., *Proc. of the 11th Leeds-Lyon Symposium on Tribology, Sept. 1984, Leeds (UK)* Butterworths, 1985, p. 279-284.
- [SAY 88] SAYLES R. S., IOANNIDES E.
Debris Damage in Rolling Bearings and Its Effects on Fatigue Life. *ASME J. of Trib.*, vol. 110, 1988, p. 26-31.
- [SCH 84] SCHOENNENBECK G.
Einfluss der Schmierstoff auf die Zahnflankenermuedung (Grauffleckigkeit und Gruebchenbildung) Hauptsaechlich im Umfangsgeschwindigkeitsbereich 1 zu 9 m/s. Thèse de doctorat, Technische Universität Muenchen, 1984.
- [SCO 57] SCOTT D.
Study of the effect of lubricant on pitting failure of balls. *Proceedings of the Conference on Lubrication and Wear - London (UK)* IMechE, October 1957, p. 453-458.
- [SKU 70] SKURKA J. C.
Elastohydrodynamic Lubrication of Roller Bearings. *ASME J. of Lubr. Tech.*, vol. 92, n° 2, 1970, p. 281-291.
- [SME 96] SMEETH M., GUNSEL S., SPIKES H. A.
The formation of viscous surface films by polymer solutions : boundary or elastohydrodynamic lubrication. *Trib. Trans.*, vol. 39, 1996, p. 720-725.
- [SPI 99] SPIKES H. A.
Thin films elastohydrodynamic lubrication : the contribution of experiment. *Proc. Instn. Mech. Engrs., Part J : J. of Eng. Trib.*, vol. 213, 1999, p. 335-352.
- [SPI 04] SPIKES H. A.
The History and Mechanisms of ZDDP. *Trib. Lett.*, vol. 17, n° 3, 2004, p. 469-489.
- [SPI 06] SPIKES H. A.
Sixty years of EHL. *Lubr. Sc.*, vol. 18, 2006, p. 265-291.
- [STE 92] STEPINA V., V. V.
Lubricants and special fluids, vol. 23 de *Tribology Series*. Elsevier, 1992.
- [STR 02] STRIBECK R.
Die wesentlichen Eigenschaften der Gleit- und Rollenlager. *VDI-Zeitschrift*, vol. 46, 1902, p. 1341-1348, 1432-1438, 1463-1470.
- [SUO 98] SUOMINEN FULLER M. L., KASRAI M., BANCROFT G. M., FYFE K., TAN K. H.
Solution decomposition of zinc dialkyl dithiophosphate and its effect on antiwear and thermal film formation studied by X-ray absorption spectroscopy. *Trib. Int.*, vol. 31, n° 10, 1998, p. 627-644.
- [TAK 07] TAKADOUM J.
Matériaux et surfaces en tribologie. Hermes Sciences, 2007.
- [TAL 84] TALLIAN T. E.
Fatigue par contact roulant. *La revue des roulements*, vol. 217, 1984, p. 5-13.
- [TAL 92] TALLIAN T. E.
Failure Atlas for Hertz Contact Machine Element. 1992.
-

- [TAY 00] TAYLOR L., DRATVA A., SPIKES H.
Friction and wear behaviour of Zinc Dialkyldithiophosphate Additive. *Trib. Trans.*, vol. 43, n° 3, 2000, p. 469-479.
- [TAY 03a] TAYLOR L. J., SPIKES H. A.
Friction-Enhancing Properties of ZDDP Antiwear Additive : Part I : Friction and Morphology of ZDDP Reaction Films. *Trib. Trans.*, vol. 46, n° 3, 2003, p. 303-309.
- [TAY 03b] TAYLOR L. J., SPIKES H. A.
Friction-Enhancing Properties of ZDDP Antiwear Additive : Part II : Influence of ZDDP Reaction Films on EHD Lubrication. *Trib. Trans.*, vol. 46, n° 3, 2003, p. 310-314.
- [TON 99] TONCK A., BEC S., MAZUYER D., GEORGES J.-M., LUBRECHT A.
The Ecole Centrale de Lyon surface force apparatus : an application overview. *Proc. Instn. Mech. Engrs., Part J : J. of Eng. Trib.*, vol. 213, 1999, p. 353-361.
- [TOP 05] TOPOLOVEC-MIKLOZIC K., SPIKES H.
Application of Atomic Force Microscopy to the Study of Lubricant Additive Films. *ASME J. of Trib.*, vol. 127, 2005, p. 405-415.
- [TOP 07a] TOPOLOVEC-MIKLOZIC K., FORBUS T. R., SPIKES H. A.
Film Forming and Friction Properties of Overbased Calcium Sulfonate Detergents. *Trib. Lett.*, vol. online, 2007.
- [TOP 07b] TOPOLOVEC-MIKLOZIC K., FORBUS T. R., SPIKES H. A.
Film Thickness and roughness of ZDDP antiwear films. *Trib. Lett.*, vol. 26, n° 2, 2007, p. 161-171.
- [TOR 88] TORRANCE A. A.
Chemical and microstructural changes induced in bearing steel by rolling contact. *Wear*, vol. 122, n° 3, 1988, p. 363-376.
- [TOR 96] TORRANCE A. A., MORGAN J. E., WAN G. T. Y.
An additive's influence on the pitting and wear of ball bearing steel. *Wear*, vol. 192, n° 1-2, 1996, p. 66-73.
- [TRA 74] TRACHNMAN E. G., CHENG H. S.
Traction in Elastohydrodynamic Line Contacts for Two synthesized Hydrocarbon Fluids. *ASLE Trans.*, vol. 17, 1974, p. 271-286.
- [TUS 06a] TUSZYNSKI W.
Chemomechanical Approach to Phenomena in a Rolling Contact of Steel Specimens Lubricated with AW and EP Additives. *Proc. of the 15th Int. Coll. on Trib., Esslingen (Ger)*, January 2006.
- [TUS 06b] TUSZYNSKI W.
An effect of lubricating additives on tribochemical phenomena in a rolling steel four-ball contact. *Trib. Lett.*, vol. 24, n° 3, 2006, p. 207-215.
- [TUS 06c] TUSZYNSKI W., PIETOSZEWSKI W.
Effect of the type and concentration of lubricating additives on the antiwear and extreme pressure properties and rolling fatigue life of a four-ball tribosystem. *Lubr. Sc.*, vol. 18, n° 4, 2006, p. 309-328.
- [TUS 08] TUSZYNSKI W., MICHALCZEWSKI R., PIEKOSZEWSKI W., SZCZEREK M.
Effect of ageing automotive gear oils on scuffing and pitting. *Trib. Int.*, vol. 41, 2008, p. 875-888.

-
- [VEN 91] VENNER C. H., LUBRECHT A. A., TEN NAPEL W. E.
Numerical Simulation of the Overrolling of a surface Feature in an EHL Line Contact. *ASME J. of Trib.*, vol. 113, 1991, p. 777-783.
- [VEN 94a] VENNER C. H., LUBRECHT A. A.
Numerical Simulation of a Transverse Ridge in Circular EHL Contact under Rolling/ Sliding. *ASME J. of Trib.*, vol. 116, 1994, p. 751-761.
- [VEN 94b] VENNER C. H., LUBRECHT A. A.
Transient Analysis of Surface Features in an EHL Line Contact in the Case of Sliding. *ASME J. of Trib.*, vol. 116, 1994, p. 186-193.
- [VEN 96] VENNER C. H., LUBRECHT A. A.
Numerical Analysis of the Influence of Waviness on the Film Thickness of a Circular EHL Contact. *ASME J. of Trib.*, vol. 118, 1996, p. 153-161.
- [VEN 99] VENNER C. H., LUBRECHT A. A.
Amplitude reduction of non-isotropic patterns in circular EHL contacts under pure rolling. *Proceedings of the 28th Leeds-Lyon Symposium on Tribology, Boundary and Mixed Lubrication*, 1999.
- [VIL 98] VILLE F.
Pollution solide des lubrifiants. Thèse de doctorat, INSA Lyon, 1998.
- [VIL 01] VILLE F., NELIAS D., TOURNOLIAS G., FLAMAND L., SAINOT P.
On The Two-Disc Machine : A Polyvalent and Powerful Tool to Study Fundamental and Industrial Problems Related to Elastohydrodynamic Lubrication. ET AL. G. D., Ed., *Proc. of the 27th Leeds-Lyon Symposium on Tribology, Sept. 2000, Lyon (Fr)*, n° 39 Tribology Series Elsevier, 2001.
- [WAN 92] WAN G. T. T., AMERONGEN E. V., LANKAMP H.
Effect of Extreme-Pressure Additives on Fatigue Life of Rolling Bearings. *J. Phys. D : Appl. Phys.*, vol. 25, 1992, p. A147-A153.
- [WAN 02] WAN Y., SUOMINEN FULLER M. L., KASRAI M., BANCROFT G. M., FYFE K., TORKELESON J. R., HU Y. F., TAN K. H.
Effects of detergent on the chemistry of tribofilms from ZDDP : studied by X-ray absorption spectroscopy and XPS. ET AL. D. D., Ed., *Proc. of the 28th Leeds-Lyon Symposium on Tribology, Sept. 2001, Leeds (UK)*, n° 40 Tribology Series Elsevier, 2002, p. 155-167.
- [WAN 07] WANG L., WOOD R. J. K.
The influence of contact conditions on surface reaction layers formed between steel surfaces lubricated by an aviation oil. *Trib. Int.*, vol. 40, 2007, p. 1655-1666.
- [WAY 35] WAY S.
Pitting due to rolling contact. *Trans Am. Soc. Mech. Eng., J. Appl. Mech.*, vol. 2, 1935, p. A49-A58.
- [WED 78] WEDEVEN L. D.
Influence of Debris Dent on EHD Lubrication. *ASLE Trans.*, vol. 21, n° 1, 1978, p. 41-52.
- [WED 79] WEDEVEN L. D., CUSANO C.
Elastohydrodynamic Film Thickness Measurements of Artificially Produced Surface Dents and Grooves. *ASLE Trans.*, vol. 22, n° 4, 1979, p. 369-381.
- [WES 68] WESTLAKE F. J., CAMERON A.
A study of ultra-thin lubricants films using an optical technique. *Proc. Instn. Mech. Engrs.*, vol. 182Pt3G, 1967-68, p. 75-78.
-

Table des figures

1.1	les régimes de lubrification	10
1.2	les régimes de lubrification au cours de l'engrènement	10
1.3	la courbe de Stribeck [STR 02]	11
1.4	le contact EHD [DOW 99]	12
1.5	prédiction de l'épaisseur de film lubrifiant selon Moes-Venner [LUB 08]	13
1.6	profil complet, écarts de forme, ondulation et rugosité d'une surface [BOU 99] . .	14
1.7	images interférométriques d'un contact circulaire (convergent à gauche, en roulement pur) : a) surfaces lisses b) l'une des surfaces a été recouverte d'un réseau de bosses [CHO 03]	15
1.8	influence de la rugosité sur la pression et la hauteur de film dans un contact EHD cylindre/plan [COU 96]	15
1.9	isovaleurs des contraintes de cisaillement de Von Mises pour un contact rugueux cylindre/ plan [DUM 97]	17
1.10	image MEB d'un papillon de fatigue observé à 3,5 GPa dans l'acier M50 [LAM 96]	19
1.11	image optique d'un écaillage amorcé sur inclusion [DUM 97]	19
1.12	image MEB d'un écaillage initié en surface à 3,5 GPa sur de l'acier M50 [NEL 98]	20
1.13	image optique d'un écaillage initié à partir d'un indenteur [VIL 98]	20
1.14	image MEB de micro-écaillage de roulement plus glissement observé à 3,5 GPa sur de l'acier M50 [NEL 98]	20
1.15	micro-écaillage et fissure longitudinale observée à 3,5 GPa sur de l'acier M50 [NEL 98]	20
1.16	micro grippage - la surface endommagée a l'aspect d'une peau d'orange [NEL 97]	21
1.17	les trois phases d'une surface technologique [GEO 00]	23
1.18	image MET d'une lame FIB prélevée à la surface d'un roulement neuf [EVA 06] .	25
1.19	schéma de principe de l'analyse par spectroscopie de surface [TAK 07]	25
1.20	représentation schématique de deux états du « tribofilm » de ZDDP : a) entier, b) nettoyé au solvant [BEC 99]	30
1.21	mesures d'épaisseur par interférométrie optique en contact : classique (à gauche) et en film ultra mince (à droite) [SPI 99]	32
1.22	topographie AFM d'un tribofilm [TOP 07b]	32
1.23	influence de la température sur la création d'un film thermique de ZnDTP [FUJ 04]	34
1.24	modes de propagation de fissures	36
1.25	configuration du contact autorisant la propagation des fissures [KAN 87]	37
1.26	deux types d'effets du lubrifiant sur la propagation de fissure	37
1.27	coupe TEM d'un rouleau testé à $\lambda = 3$. La couche de tungstène a été déposée juste après l'essai portège les couches de surface. Les flèches blanches libres désignent des fissures [EVA 04]	39

1.28	image TEM d'une coupe transversale de tribofilm de ZnDTP[MIN 04]	40
2.1	influence potentielle des additifs sur la fatigue de contact	44
2.2	comparaison des tribofilms formés au cours des essais de fatigue et des essais tribologiques	45
2.3	courbes de traction (à gauche) et de Stribeck (à droite) de l'huile de base mesurées à l'aide de la MTM (100Cr6, 80°C, 890 MPa)	46
2.4	endommagements de fatigue et analyses de surface associées	48
2.5	photo (à gauche) et schéma (à droite) de la MBDF	49
2.6	indentation des galets [COU 01]	50
2.7	méthodologie de réalisation de la coupe FIB transversale à une fissure ouverte en surface	53
2.8	image en électrons secondaires avant réalisation de la coupe FIB (à droite) et image en électrons rétrodiffusés une fois la coupe réalisée (à gauche)	54
2.9	essais MTM et analyses associées	54
2.10	photo (à gauche) et schéma (à droite) de la MTM	55
2.11	photo du montage utilisé (à gauche) et configuration du contact MTM étudié (à droite)	56
2.12	image SEM d'une bille MTM après réalisation d'un profil en profondeur	59
2.13	image TEM d'une coupe FIB d'un tribofilm de ZDDP [MIN 04]	59
2.14	image et profil AFM validant la mesure par profil AES de l'épaisseur des tribofilms	60
2.15	répétitivité et reproductibilité de la procédure d'essais MTM standards effectués à SRR= 25% avec l'huile de base et l'huile complète (Htot)	61
2.16	résumé des lubrifiants testés, essais effectués et paramètres étudiés	61
3.1	écaillage observé sur le galet plat (à gauche) et écaille (à droite) correspondante retrouvée dans le lubrifiant	64
3.2	image optique (à gauche) et schéma (à droite) de la zone centrale du contact MBDF (écaille FIG.3.1). Trois zones sont définies dans la zone de contact : F1, F2 et F3.	64
3.3	images optiques d'un indenteur sur le galet menant avant (à g.), après essai (au c.) et de la bande marquée sur le galet mené située au regard des indents.	65
3.4	à gauche - image MEB de l'écaillage sur le galet plat correspondant à l'image gauche de la figure 3.1 après rotation de 90° ; à droite - spectres EDX réalisés aux points A (zone F1 définie FIG.3.2) et B (zone F3).	65
3.5	de gauche à droite - cartographies EDX selon l'oxygène, le phosphore et le calcium de l'écaillage sur le galet (correspondant à l'image g. de FIG.3.1). La zone de contact soumise au passage des indents, au centre des images, apparaît nettement pour les éléments sondés.	66
3.6	images optiques des zones de contact de billes MTM ayant fonctionné 15h30 (à gauche) et 5h (au centre et à droite).	66
3.7	en haut - spectres AES pour chacune des zones de l'écaille au cours du profil Auger. <i>En bas</i> - agrandissement des pics AES d'oxygène. La lecture de chaque graphique s'effectue de bas en haut. Le spectre inférieur, en gris, est réalisé à la surface. Une épaisseur de 5 nm environ a été enlevée par abrasion ionique entre chaque spectre. Les spectres noirs donnent la composition dans l'épaisseur des tribofilms, le spectre supérieur étant issu de l'analyse la plus profonde.	67

3.8	Agrandissement des pics AES de calcium pour chacune des zones de l'écaille au cours du profil Auger	68
3.9	Image SEM du tribofilm généré dans le contact MTM (5%, 15h30)	70
3.10	essai MTM effectué à 5% de glissement pendant 15h30 - analyses AES à l'extérieur (point T1) et à l'intérieur (points T2 et T3) de la zone de contact : scan général, agrandissements des pics d'oxygène.	70
3.11	Essai MTM effectué à 5% de glissement pendant 5h - analyses AES dans la zone de contact : scan général, agrandissements des pics d'oxygène et de calcium	71
3.12	essai MTM (25%, 5h) - spectre XPS dans la zone de contact.	72
3.13	essais standards (5h, 25%) lubrifiés avec l'huile de base et l'huile complète - comparaison des coefficients de frottement et des images optiques des zones de contact.	77
3.14	essai standard lubrifié avec l'huile de base - profil Auger dans la zone de contact - scan général, agrandissement du pic d'oxygène et profil.	78
3.15	essai standard lubrifié avec l'huile complète - profil Auger dans la zone de contact - scan général, agrandissement du pic d'oxygène et profil.	78
3.16	essais court (30 min) et standard lubrifiés avec l'huile complète - comparaison des coefficients de frottement et des images optiques des zones de contact	79
3.17	essai MTM (30 min) lubrifié avec Htot - profil Auger dans la zone de contact - scan général, agrandissement du pic d'oxygène et profil.	79
3.18	Essai standard lubrifié avec Htot - Relevés AFM effectués sur le disque pour suivre l'altitude une rayure de polissage dans la zone de contact (en gris) et en dehors (en noir).	80
3.19	Essais MTM combinés Htot/Htot et Htot/HB. A droite, mesure du coefficient de frottement et comparaison avec les essais Htot et HB standards (FIG.3.13). A gauche, images optiques en fin des essais combinés.	81
3.20	Essai MTM combiné Htot/Htot : profil Auger dans la zone de contact	82
3.21	Essai MTM combiné Htot/HB : profil Auger dans la zone de contact	82
3.22	Comparaison des niveaux relatifs des coefficients de frottement relevés au cours d'essais standards effectués avec différents lubrifiants	83
4.1	Durées de vie des essais de fatigue réalisés avec 6,6% de glissement et faciès des endommagements avec l'huile complète (Rappel - HB : huile de base - Htot : huile complète - Hep : HB+EP - Hdet : HB+Det).	88
4.2	fissures débouchantes à différents stades de propagation observées pour un essai de fatigue en présence de détergent seul (durée de l'essai : 2,9 Mc).	89
4.3	durée de vie et faciès d'endommagement sur le galet cylindrique après des essais lubrifiés en présence de l'additif EP seul.	89
4.4	Images SEM et cartographies EDX des éléments calcium, phosphore et oxygène réalisées sur des galets lisses au niveau des écaillages (huile de base (HB) et HB+EP) et sur une écaille (HB+Det)	90
4.5	Fissures débouchantes observées sur une écaille de fatigue d'un essai lubrifié avec le détergent	91
4.6	Influence du glissement sur le champ de pression d'après Ville [VIL 98] avec le phénomène d'indent induit lorsque l'indent se trouve sur la surface lente	92
4.7	à gauche - image optique de la micro écaille utilisée dans l'étude ; images interférométriques de la micro écaille passant dans le contact lorsqu'elle se situe sur la surface lente : <i>au centre</i> , une réduction de l'épaisseur de film EHD précède la micro écaille ; <i>à droite</i> , du lubrifiant est expulsé de l'endommagement [OLV 04b].	92

4.8	Lame FIB issue d'un tribofilm de ZDDP [MIN 04] - le tribofilm occulte la fissure.	93
4.9	écaillage avec l'huile complète : image en électrons secondaires et cartographie du soufre. Le soufre est détecté dans l'écaillage, en particulier sur la partie gauche, correspondant à la surface découverte en dernier lors de l'arrachement de l'écaille.	94
4.10	écaillage pour l'huile complète - quantifications en phosphore, soufre et calcium pour les spectres EDX réalisés aux cinq points identifiées sur l'image MEB. Les éléments d'additifs varient proportionnellement d'un point à l'autre.	94
4.11	spectres AES des zones ponctuelles analysées au dos d'une écaille d'un essai avec l'huile complète. L'analyse de la surface de cette écaille a été détaillée dans le chapitre 3 (3.1).	95
4.12	écaillage en présence de l'EP seul- de gauche à droite : spectre EDX réalisé à l'endroit marqué d'une croix ; cartographie du soufre ; agrandissements d'une zone fissurée en image MEB (en haut) et cartographie du soufre (en bas). Le soufre est détecté dans l'écaillage et au niveau de fissures ouvertes en surface.	96
4.13	images optique, MEB et cartographie associant le calcium et le soufre au niveau de la zone soumise au passage des indents du galet plat (essai en présence du détergent seul correspondant à l'écaille de FIG.4.4).	96
4.14	vues générales de la coupe transversale d'une fissure obtenue par usinage ionique (FIB). Elle est située à proximité d'un indent endommagé suite à un essai lubrifié avec l'huile complète.	97
4.15	spectres EDX réalisés dans l'acier et en différents points de la fissure. Des éléments d'additifs (calcium, phosphore et soufre) sont détectés le long des faces de la fissure.	98
4.16	bilan des analyses EDX effectuées dans la fissure pour les éléments calcium, phosphore et soufre. Le calcium et le phosphore sont associés, suggérant la présence de phosphate de calcium. La quantité de soufre augmente à la pointe de la fissure, contrairement aux autres éléments.	99
4.17	Durées de vie des essais de fatigue réalisés en roulement pur et faciès des endommagements pour un essai avec l'huile complète (Rappel - HB : huile de base - Htot : huile complète - Hep : HB+EP - Hdet : HB+Det).	100
4.18	faciès des endommagements obtenus en présence de détergent seul.	100
4.19	hypothèses concernant l'influence du lubrifiant et des additifs qu'il contient sur le développement de l'endommagement de fatigue suite aux travaux présentés dans ce mémoire.	102
4.20	Analyses XPS d'un couple bille-disque MTM (essai standard avec l'huile complète : 5h, 25% de glissement). Scans généraux réalisés dans les zones de contacts de la bille et du disque.	107
4.21	Indenteur Rockwell	109
4.22	Mise en position du galet sous l'indenteur	110
4.23	Commandes de l'indenteur	110
4.24	Profils Auger des trois zones (identifiées du tribofilm généré dans le contact de fatigue (6.6%, 16h40) au cours du profil Auger. Propositions de décomposition à deux composantes d'oxygène.	112
4.25	essai MTM de 15h30 à 5% de glissement - profils AES dans la zone de contact en deux points présentant un contraste différent sur l'image SEM	113
4.26	essais MTM réalisés à 5% de glissement pendant 5h - profils AES dans la zone de contact - signal moyenné sur une surface	114
4.27	Images optiques des zones de contact des essais lubrifiés avec respectivement le détergent, l'anti-usure et l'extrême pression (et l'anti-mousse).	115

4.28	essai standard lubrifié avec l'huile contenant uniquement le détergent (et l'anti-mousse). Epaisseur du tribofilm estimée à 60 nm.	115
4.29	essai standard lubrifié avec l'huile contenant uniquement l'anti-usure (et l'anti-mousse). Epaisseur du tribofilm inférieure à 10 nm.	116
4.30	essai standard lubrifié avec l'huile contenant uniquement l'extrême-pression (et l'anti-mousse). Epaisseur du tribofilm estimée à 15 nm.	116
4.31	Images optiques des zones de contact des essais lubrifiés avec respectivement le détergent et l'anti-usure ainsi que le détergent et l'extrême pression (et l'anti-mousse).	117
4.32	essai standard lubrifié avec l'huile formulée avec le détergent et l'anti-usure (et l'anti-mousse). Epaisseur du tribofilm estimée à 40 nm.	118
4.33	essai standard lubrifié avec l'huile formulée avec le détergent et l'extrême-pression (et l'anti-mousse). Epaisseur du tribofilm estimée à 40 nm.	118

Liste des tableaux

1.1	développement des techniques expérimentales dans le domaine EHD [SPI 06] . . .	13
1.2	propriétés comparées des familles d'huiles minérales et de la PAO [AYE 98] . . .	27
1.3	influence de la base et des additifs sur les propriétés du lubrifiant [STE 92] . . .	28
1.4	les domaines de la lubrification limite [GEO 00]	30
1.5	quelques tribomètres employés dans les laboratoires [COR 78, GEO 00]	31
2.1	caractéristiques de l'huile de base	46
2.2	molécules constituant les additifs	47
2.3	formulations des lubrifiants testés	47
2.4	comparaison des conditions de fonctionnement rencontrées dans un roulement, les maxima autorisés par la MTM en configuration bille-plan et les maxima autorisés par la MBDF	49
2.5	composition de l'acier 100Cr6 des galets MBDF	51
2.6	conditions de fonctionnement des essais MBDF	51
2.7	paramètres imposés et mesurés avec la MTM	56
2.8	composition de l'acier 100Cr6 des billes et disques MTM	57
2.9	paramètres de rugosité mesurés à l'aide d'un interféromètre Fogale	57
2.10	conditions de fonctionnement des essais MTM	57
3.1	épaisseurs des tribofilms évaluées par des profils Auger ponctuels dans les zones de contact d'un essai MBDF (régions définies FIG.3.2) et moyennés dans les zones de contacts MTM (définies FIG.3.9).	75
4.1	Bilan des essais dont les profils sont présentés dans l'annexe C.	111
4.2	Gamme de variation des paramètres MTM	119
4.3	Gamme de variation des paramètres MBDF	119



ECOLE CENTRALE DE LYON
DIRECTION DE LA RECHERCHE

Liste des personnes Habilitées à Diriger des Recherches en poste à l'Ecole Centrale de Lyon

Nom-Prénom	Corps grade	Laboratoire ou à défaut département ECL	Etablissement
AURIOL Philippe	professeur	AMPERE	ECL
BEROUAL Abderrahmane	professeur	AMPERE	ECL
BURET François	maître de conférences	AMPERE	ECL
JAFFREZIC-RENAULT Nicole	directeur de recherche	AMPERE	CNRS/ECL
KRÄHENBÜHL Laurent	directeur de recherche	AMPERE	CNRS/ECL
MARTELET Claude	professeur	AMPERE	ECL
NICOLAS Alain	professeur	AMPERE	ECL
NICOLAS Laurent	directeur de recherche	AMPERE	CNRS/ECL
SIMONET Pascal	chargé de recherche	AMPERE	CNRS/ECL
THOMAS Gérard	professeur	AMPERE	ECL
VOLLAIRE Christian	maître de conférences	AMPERE	ECL

Nbre Ampère 11

HELLOUIN Yves	maître de conférences	DER EEA	ECL
LE HELLEY Michel	professeur	DER EEA	ECL

Nbre DER EEA 2

GUIRALDENQ Pierre	professeur émérite	DER STMS	ECL
VINCENT Léo	professeur	DER STMS	ECL

Nbre DER STMS 2

LOHEAC Jean-Pierre	maître de conférences	ICJ	ECL
MAITRE Jean-François	professeur émérite	ICJ	ECL
MARION Martine	professeur	ICJ	ECL
MOUSSAOUI Mohand	professeur	ICJ	ECL
MUSY François	maître de conférences	ICJ	ECL
ROUY MIRONESCU Elisabeth	professeur	ICJ	ECL
ZINE Abdel-Malek	maître de conférences	ICJ	ECL

Nbre ICJ 7

DAVID Bertrand	professeur	ICTT	ECL
----------------	------------	------	-----

Nbre ICTT 1

CALLARD Anne-Ségolène	maître de conférences	INL	ECL
CLOAREC Jean-Pierre	maître de conférences	INL	ECL
GAFFIOT Frédéric	professeur	INL	ECL
GAGNAIRE Alain	maître de conférences	INL	ECL
GARRIGUES Michel	directeur de recherche	INL	CNRS/ECL
GENDRY Michel	directeur de recherche	INL	CNRS/ECL
GRENET Geneviève	directeur de recherche	INL	CNRS/ECL
HOLLINGER Guy	directeur de recherche	INL	CNRS/ECL
JOSEPH Jacques	professeur	INL	ECL
KRAWCZYK Stanislas	directeur de recherche	INL	CNRS/ECL
LETARTRE Xavier	chargé de recherche	INL	CNRS/ECL

MARTIN Jean-René	professeur émérite	INL	ECL
O'CONNOR Ian	maître de conférences	INL	ECL
PHANER-GOUTORBE Magali	professeur	INL	ECL
ROBACH Yves	professeur	INL	ECL
SEASSAL Christian	chargé de recherche	INL	CNRS/ECL
SOUTEYRAND Eliane	directeur de recherche	INL	CNRS/ECL
TARDY Jacques	directeur de recherche	INL	CNRS/ECL
VIKTOROVITCH Pierre	directeur de recherche	INL	CNRS/ECL

Nbre INL 19

CHEN Liming	professeur	LIRIS	ECL
-------------	------------	-------	-----

Nbre LIRIS 1

BAILLY Christophe	professeur	LMFA	ECL
BERTOGLIO Jean-Pierre	directeur de recherche	LMFA	CNRS/ECL
BLANC-BENON Philippe	directeur de recherche	LMFA	CNRS/ECL
BOGEY Christophe	chargé de recherche	LMFA	CNRS/ECL
CAMBON Claude	directeur de recherche	LMFA	CNRS/ECL
CARRIERE Philippe	chargé de recherche	LMFA	CNRS/ECL
CHAMPOUSSIN J-Claude	professeur émérite	LMFA	ECL
COMTE-BELLOT genevièvre	professeur émérite	LMFA	ECL
FERRAND Pascal	directeur de recherche	LMFA	CNRS/ECL
GALLAND Marie-Annick	maître de conférences	LMFA	ECL
GODEFERD Fabien	chargé de recherche	LMFA	CNRS/ECL
HENRY Daniel	directeur de recherche	LMFA	CNRS/ECL
JEANDEL Denis	professeur	LMFA	ECL
JUVE Daniel	professeur	LMFA	ECL
LE RIBAULT Catherine	chargée de recherche	LMFA	CNRS/ECL
LEBOEUF Francis	professeur	LMFA	ECL
PERKINS Richard	professeur	LMFA	ECL
ROGER Michel	professeur	LMFA	ECL
SCOTT Julian	professeur	LMFA	ECL
SHAO Liang	chargé de recherche	LMFA	CNRS/ECL
SIMOENS Serge	chargé de recherche	LMFA	CNRS/ECL
TREBINJAC Isabelle	maître de conférences	LMFA	ECL

Nbre LMFA 22

BENAYOUN Stéphane	professeur	LTDS	ECL
CAMBOU Bernard	professeur	LTDS	ECL
COQUILLET Bernard	maître de conférences	LTDS	ECL
DANESCU Alexandre	maître de conférences	LTDS	ECL
FOUVRY Siegrid	chargé de recherche	LTDS	CNRS/ECL
GEORGES Jean-Marie	professeur émérite	LTDS	ECL
GUERRET Chrystelle	chargé de recherche	LTDS	CNRS/ECL
HERTZ Dominique	past	LTDS	ECL
ICHCHOU Mohamed	maître de conférences	LTDS	ECL
JEZEQUEL Louis	professeur	LTDS	ECL
JUVE Denyse	ingénieur de recherche	LTDS	ECL
KAPSA Philippe	directeur de recherche	LTDS	CNRS/ECL
LE BOT Alain	chargé de recherche	LTDS	CNRS/ECL
LOUBET Jean-Luc	directeur de recherche	LTDS	CNRS/ECL
MARTIN Jean-Michel	professeur	LTDS	ECL
MATHIA Thomas	directeur de recherche	LTDS	CNRS/ECL
MAZUYER Denis	professeur	LTDS	ECL
PERRET-LIAUDET Joël	maître de conférences	LTDS	ECL
SALVIA Michelle	maître de conférences	LTDS	ECL
SIDOROFF François	professeur	LTDS	ECL
SINOUE Jean-Jacques	maître de conférences	LTDS	ECL

<i>STREMSDOERFER Guy</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ECL
<i>THOUVEREZ Fabrice</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ECL
<i>TREHEUX Daniel</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ECL
<i>VANNES André-Bernard</i>	<i>professeur émérite</i>	LTDS	ECL

Nbre LTDS 25

<i>Total HdR ECL</i>	90
----------------------	----

SIGLE	ECOLE DOCTORALE	NOM ET COORDONNEES DU RESPONSABLE
CHIMIE	CHIMIE DE LYON http://sakura.cpe.fr/ED206 M. Jean Marc LANCELIN Insa : R. GOURDON	M. Jean Marc LANCELIN Université Claude Bernard Lyon 1 Bât CPE 43 bd du 11 novembre 1918 69622 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72.43 13 95 Fax : lancelin@hlcari.cpe.fr
E.E.A.	ELECTRONIQUE ELECTROTECHNIQUE AUTOMATIQUE http://www.insa-lyon.fr/eea M. Alain NICOLAS Insa : D. BARBIER ede2a@insa-lyon.fr Secrétariat : M. LABOLNE AM. 64.43 – Fax : 64.54	M. Alain NICOLAS Ecole Centrale de Lyon Bâtiment H9 36 avenue Guy de Collongue 69134 ECULLY Tél : 04.72.18 60 97 Fax : 04 72 18 33 83 eea@ec-lyon.fr Secrétariat : M.C. HAVGOU DOUKIAN
E2M2	EVOLUTION, ECOSYSTEME, MICROBIOLOGIE, MODELISATION http://biom.serv.univ-lyon1.fr/E2M2 M. Jean-Pierre FLANDROIS Insa : S. GRENIER	M. Jean-Pierre FLANDROIS CNRS UMR 5556 Université Claude Bernard Lyon 1 Bât G. Mendel 43 bd du 11 novembre 1918 69622 VILLEURBANNE Cédex Tél : 04.26 23 59 50 Fax 04 26 23 59 49 06 07 53 89 13 e2m2@biom.serv.univ-lyon1.fr
EDIIS	INFORMATIQUE ET INFORMATION POUR LA SOCIETE http://edii.univ-lyon1.fr M. Alain MILLE Secrétariat : I. BUISSON	M. Alain MILLE Université Claude Bernard Lyon 1 LIRIS - EDIIS Bâtiment Nautibus 43 bd du 11 novembre 1918 69622 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72.42 44 82 94 Fax 04 72 44 80 53 edii@liris.cnrs.fr - alain.mille@liris.cnrs.fr
EDISS	INTERDISCIPLINAIRE SCIENCES- SANTÉ M. Didier REVEL Insa : M. LAGARDE	M. Didier REVEL Hôpital Cardiologique de Lyon Bâtiment Central 26 Avenue Doyen Lépine 69500 ERON Tél : 04.72.35 72 32 Fax : Didier.revel@creatis.uni-lyon1.fr
	MATERIAUX DE LYON M. Jean Marc PELLETIER Secrétariat : C. BERNAVON 83.85	M. Jean Marc PELLETIER INSA de Lyon MATEIS Bâtiment Blaise Pascal 7 avenue Jean Capelle 69621 VILLEURBANNE Cédex Tél : 04.72.43 83 18 Fax 04 72 43 85 28 Jean-marc.Pelletier@insa-lyon.fr
Math. II	MATHEMATIQUES ET INFORMATIQUE FONDAMENTALE M. Pascal KOIRAN Insa : G. BAYADA	M. Pascal KOIRAN Ecole Normale Supérieure de Lyon 46 allée d'Italie 69364 LYON Cédex 07 Tél : 04.72.72 84 81 Fax : 04 72 72 89 69 Pascalkoiran@ens-lyon.fr Secrétariat : Fatine Latif - latif@math.univ-lyon1.fr
MEGA	MECANIQUE, ENERGETIQUE, GENIE CIVIL, ACOUSTIQUE M. Jean Louis GUYADER Secrétariat : M. LABOLNE PM: 71.80 – Fax : 87.12	M. Jean Louis GUYADER INSA de Lyon Laboratoire de Vibrations et Acoustique Bâtiment Antoine de Saint Exupéry 25 bis avenue Jean Capelle 69621 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72.18.62.71.70 Fax : 04 72 18 87 12 mega@lva.insa-lyon.fr
SSED	SCIENCES DES SOCIETES, DE L'ENVIRONNEMENT ET DU DROIT Mme Claude-Isabelle BRELOT Insa : J. Y. TOUSSAINT	Mme Claude-Isabelle BRELOT Université Lyon 2 86 rue Pasteur 69365 LYON Cedex 07 Tél : 04.78.69.72.76 Fax : 04.37.28.04.48 Claude-isabelle.brebot@univ-lyon2.fr

dernière page de la thèse

AUTORISATION DE SOUTENANCE

Vu les dispositions de l'arrêté du 7 août 2006,

Vu la demande du Directeur de Thèse

Monsieur J-M. MARTIN

et les rapports de

Monsieur P. MONTMITONNET
Professeur - Ecole des Mines de Paris - CEMEF - UMR CNRS 7635 - BP 207 - 06904 SOPHIA-
ANTIPOLIS cedex

et de

Monsieur A. OLVER
Docteur - Tribology Section - Department of Mechanical Engineering - Imperial College - Exhibition Road -
London SW7 2AZ - ROYAUME-UNI

Mademoiselle MEHEUX Mathilde

est autorisé à soutenir une thèse pour l'obtention du grade de **DOCTEUR**

Ecole doctorale MATERIAUX

Fait à Ecully, le 22 janvier 2009

P/Le Directeur de l'E.C.L.
La Directrice des Etudes



Résumé

Dans les boîtes de vitesses manuelles, engrenages, roulements et synchroniseurs sont lubrifiées par une unique huile sélectionnée d'après les spécifications engrenages. Des endommagements de fatigue de contact relatifs à l'utilisation de lubrifiants ont été rapportés. Plusieurs explications peuvent être considérées, mais nous nous attarderons sur les effets liés à l'emploi des additifs de lubrification.

Comme cela a été expliqué dans la bibliographie, le lubrifiant (huile de base et additifs) peut réagir à la surface des pièces comme sur les faces des fissures débouchant. La fragilisation par hydrogène est un phénomène connu, mais il n'a pas été clairement établi si la présence de tribofilms et/ou l'adsorption d'additifs pouvaient contribuer à l'initiation et/ou à la propagation des fissures de fatigue.

L'influence de la formulation du lubrifiant a été évaluée à l'aide d'essais de fatigue accélérés (réalisés à l'aide d'une machine bidisque) effectués en conditions de roulement pur et de glissement. En roulement pur, le lubrifiant formulé à l'aide du détergent génère une réduction de la durée de vie par rapport aux autres lubrifiants testés.

Le tribofilm formé à la surface des galets a été étudié à l'aide de techniques d'analyse de surface (EDX, AES). Des similitudes en terme de composition élémentaire et d'épaisseurs ont été constatées entre ces tribofilms et des tribofilms modèles générés dans un contact bille disque (Mini Traction Machine). Ce dernier fut employé pour l'étude de la formulation du lubrifiant sur la formation de tribofilms. Le détergent semble être un additif-clé nécessaire à la génération d'un tribofilm épais.

Enfin, le contenu chimique d'une fissure a été analysé. La coupe transversale réalisée par usinage ionique (FIB) a autorisé l'analyse EDX de ses faces de la surface à la pointe. Des éléments d'additifs ont été détectés. Si la durée de vie en glissement n'a pas beaucoup varié d'une formulation à l'autre, la présence d'additifs dans la fissure permet de formuler l'hypothèse suivante : le contenu chimique d'un lubrifiant peut influencer la propagation des fissures.

MOTS CLÉS: Additifs, Frottement, Durée de vie, Tribofilm, Roulements, AES

Abstract

Gears, rolling bearings and synchronizers are lubricated with a single oil, selected according to gear specifications in manual transmissions. Lubricant related Rolling Contact Fatigue (RCF) damage has been reported in bearings. Several explanations can be considered, but this work focuses on the effect of lubricant additives.

As explained in the literature, the lubricant (base oil and additives) can react at the surface of the test pieces and/or on the fatigue crack faces open to the oil. Some effects like hydrogen embrittlement are known, but it has not been clearly established yet whether the presence of tribofilms and the adsorption of additives contribute to the initiation and/or propagation of fatigue cracks.

The influence of lubricant formulation on fatigue life has been evaluated using accelerated fatigue tests (on a twin disc machine) performed under pure rolling and sliding conditions. Under pure rolling, the detergent containing oil generates a reduction of fatigue life compared with the other oils tested.

The tribofilm formed at the surface of the discs was studied using surface analysis techniques (EDX, AES). It shows similarity in terms of elemental composition and thickness with model tribofilms generated in a ball on disc tribometer (Mini Traction Machine). The latter was used to evaluate the influence of lubricant formulation on tribofilm formation. The detergent seems to be a key additive generating a thick surface tribofilm. Finally, the chemical content of a crack was analysed. A FIB cross section allowed EDX analysis of the faces. Additive elements were found.

Fatigue life did not vary much between the formulations tested under sliding conditions, but the presence of additives in the crack allows the following hypothesis : the chemical content of a lubricant can influence crack propagation.

