



**HAL**  
open science

## Influence des additifs sur la fatigue de contact

Fabrice Ville, Mathilde Meheux, Clotilde Minfray, Jean-Michel Martin, Ton Lubrecht

► **To cite this version:**

Fabrice Ville, Mathilde Meheux, Clotilde Minfray, Jean-Michel Martin, Ton Lubrecht. Influence des additifs sur la fatigue de contact. CFM 2009 - 19ème Congrès Français de Mécanique, Aug 2009, Marseille, France. hal-03391345

**HAL Id: hal-03391345**

**<https://hal.science/hal-03391345v1>**

Submitted on 21 Oct 2021

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

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

# Influence des additifs sur la fatigue de contact

M. MEHEUX<sup>a</sup>, C. MINFRAY<sup>b</sup>, F. VILLE<sup>c</sup>, Th. LE MOGNE<sup>b</sup>,  
A. A. LUBRECHT<sup>c</sup>, J. M. MARTIN<sup>b</sup>, H. P. LIEURADE<sup>a</sup>

a. CETIM, Pôle Fatigue des Composants Mécaniques, 52, avenue Felix Louat, SENLIS Cedex 60304

b. Université de Lyon, Ecole Centrale de Lyon, LTDS, UMR5513, F69134

c. Université de Lyon, INSA-Lyon, LaMCoS, CNRS UMR5259, Villeurbanne F69621

## Résumé :

*La fatigue de contact peut être influencée par le lubrifiant, notamment par les additifs présents. Dans les transmissions, ils sont sélectionnés pour leurs performances sur les engrenages. Ils s'avèrent cependant parfois néfastes sur les roulements.*

*Des essais de fatigue ont été menés sur une machine bi-disques et comparés à des essais tribologiques. Des analyses de surface effectuées permettent de discuter l'influence des additifs sur le développement des endommagements de fatigue.*

## Abstract :

*Contact fatigue can be influenced by lubricant, especially by additives. In gear transmissions, they are selected for their performance on gears. But sometimes they are harmful to bearings.*

*Fatigue tests were conducted on a twin-disc machine and compared to tribological tests. Surface analysis performed can discuss the influence of additives on the fatigue damage development.*

**Mots clefs :** Fatigue de contact, additifs, tribofilm, AES

## 1 Introduction

Engrenages et roulements fonctionnent sous différentes gammes de glissement et de pression de contact. En outre, les surfaces des roues dentées sont beaucoup plus rugueuses que celles des paliers qui sont elles plutôt très lisses. Toutefois, dans les boîtes de vitesses manuelles, par exemple, les deux cohabitent et sont lubrifiés par une même huile, généralement conçue pour optimiser les performances des engrenages. Cette huile est alors additivée avec des éléments choisis pour fournir une fonction spécifique: anti-usure, extrême pression, limiteur de frottement, anti corrosion, détergent... [1]. Nixon et Zantopoulos [2] ont montré que ces huiles peuvent avoir des effets néfastes sur les roulements en provoquant du micro-écaillage, mais le mécanisme d'endommagement n'est pas clairement établi. Depuis le travail de Way [3], de nombreux auteurs font également état d'une influence (bénéfique ou néfaste) des lubrifiants sur le développement d'endommagements de fatigue de contact dans ces mécanismes [4, 5, 6, 7] mais une synthèse de toutes ces informations est complexe du fait de la grande diversité des tests (machines et conditions de fonctionnement) et des formulations de lubrifiants (huiles de base et d'additifs) utilisés.

Quoiqu'il en soit, l'étude de l'influence du lubrifiant sur les surfaces métalliques est un problème multi échelle. Une compréhension globale des phénomènes nécessite la compréhension de résultats sur des échelles différentes de temps (durée de vie en fatigue en jours, cinétique chimique, réactions physico-chimiques et tribochimiques en secondes voire moins) et de dimension (taille des molécules, des fissures, des micro et macro - écaillages). Par conséquent, il est nécessaire d'effectuer les essais mécaniques et tribologiques de diverses durées et d'analyser chimiquement les surfaces, tel que proposé par Littmann et al. [8].

Dans ce travail, nous proposons une comparaison de trois tribofilms formés dans différentes conditions de contact mais avec un taux de glissement similaire et un seul lubrifiant formulé contenant cinq additifs. Le premier tribofilm est réalisé sur machine bi-disques de fatigue, les deux autres sont générés sur machine tribologique. Les tribofilms ainsi formés sont ensuite analysés par spectroscopie d'électrons Auger (AES).

## 2 Détails expérimentaux

Deux machines, disponibles au LaMCoS, ont été utilisées pour générer les tribofilms.

### 2.1 Machine bi-disques de Fatigue (MBDF)

Cette machine permet de reproduire les conditions de contact qu'il y a dans les engrenages ou les roulements. Pour cette étude, les conditions de fonctionnement retenues sont présentées dans le tableau 1.

Les éprouvettes sont des disques avec un rayon de courbure équivalent de 35 mm dans les deux directions (d'où un contact circulaire) réalisées en acier 100Cr6 (dureté de 58-61 HRC) avec une rugosité de surface de 0.05  $\mu\text{m}$  en terme de Rms. Pour les essais de fatigue, le disque lent est indenté artificiellement avec 4 indents Rockwell selon la procédure développée dans [9]. Les conditions de contact sont présentées au tableau 2. L'essai s'arrête automatiquement dès l'apparition d'un écaillage soit 16.6h dans le cas étudié.

### 2.2 Mini Traction Machine (MTM)

Une machine MTM standard a été utilisée comme machine tribologique pour analyser la formation des tribofilms. La procédure d'essais est décrite dans [10] et les conditions de fonctionnement sont données dans le tableau 1. Les tests ont été effectués avec des billes de 1/2" et des disques de 34 mm de diamètre. Les éprouvettes sont lisses (Bille : Rms= 0.01  $\mu\text{m}$  ; Disque : Rms= 0.005  $\mu\text{m}$ ) et réalisées en acier 100Cr6 (dureté HV 760). Les conditions de contact sont données dans le tableau 2.

	MBDF	MTM
Charge (N)	5120	11
Vitesse moyenne (m/s)	11	0.1
taux de glissement (%)	6.6	5
Température (°C)	80	80
Durée d'essai (h)	16.7	5 & 15.5

Tableau 1 : conditions de fonctionnement sur MBDF et MTM

	MBDF	MTM
Pression max. de Hertz (GPa)	3.5	0.89
rayon de contact ( $\mu\text{m}$ )	835	77
déformation élastique ( $\mu\text{m}$ )	40	0.93
épaisseur minimale de film (nm)	270	11
$\lambda$	2.2	0.95

Tableau 2 : conditions de contact sur MBDF et MTM

### 2.3 Lubrifiant

Tous les tests ont été effectués avec un seul lubrifiant. Il s'agit d'une huile de base minérale de groupe III avec additifs (anti-mousse, dispersant, détergent, anti-usure et extrême pression). Les éléments actifs contenus dans les additifs sont l'azote, le calcium, le phosphore et le soufre. La viscosité à 80°C est de 12.6 cSt, la masse volumique de 807 kg/m<sup>3</sup> et la piezo viscosité de 20 GPa<sup>-1</sup>.

### 2.4 Analyses AES

La Spectroscopie d'Electrons Auger (AES), effectuée au LTDS, a été utilisée pour déterminer à la fois l'épaisseur des tribofilms et identifier les éléments présents dans les zones de contact après essai.

Pour l'essai de fatigue, c'est une écaille récupérée après l'arrêt de la machine qui a été analysée alors que pour l'essai tribologique c'est la bille. Les pièces analysées ont été préalablement nettoyées au n-heptane.

## 3 Essais sur MBDF

La figure 1-a montre l'endommagement à l'origine de l'arrêt machine lors du test de fatigue. L'écaille (voir figure 1-b) qui s'est détachée a été récupérée dans le bac de lubrifiant. Elle fait approximativement 1.9 mm de large ce qui est comparable au diamètre de contact. Sa surface présente une bande centrale sombre de largeur comparable aux indents qui sont sur la contre face (250 $\mu\text{m}$  de diamètre), zone agrandie à la figure 2-a. elle est hétérogène et peut être séparée en 2 zones selon le niveau de coloration. Elles sont constituées d'îlots bleus ou marrons. Les dimensions de l'écaille ont permis une analyse AES au contraire du disque qui de part ses dimensions ne peut rentrer dans l'analyseur sans être coupé.

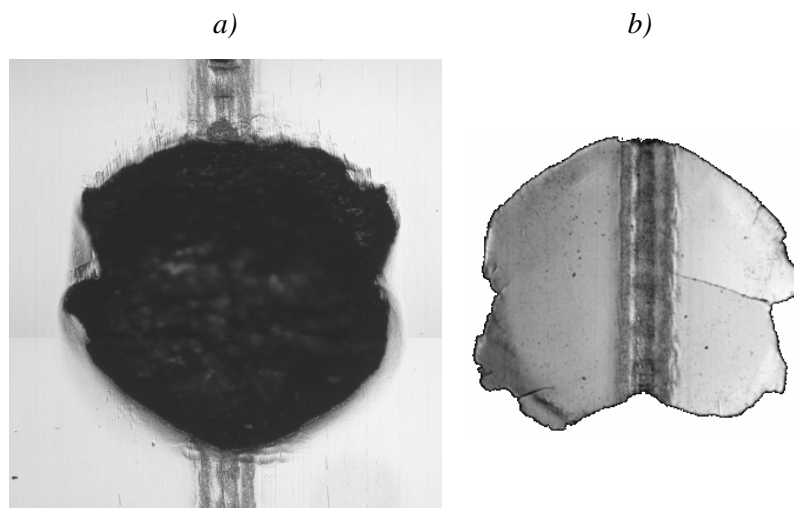


FIG 1 : vue optique (a) du disque lisse écaillé et (b) de l'écaille

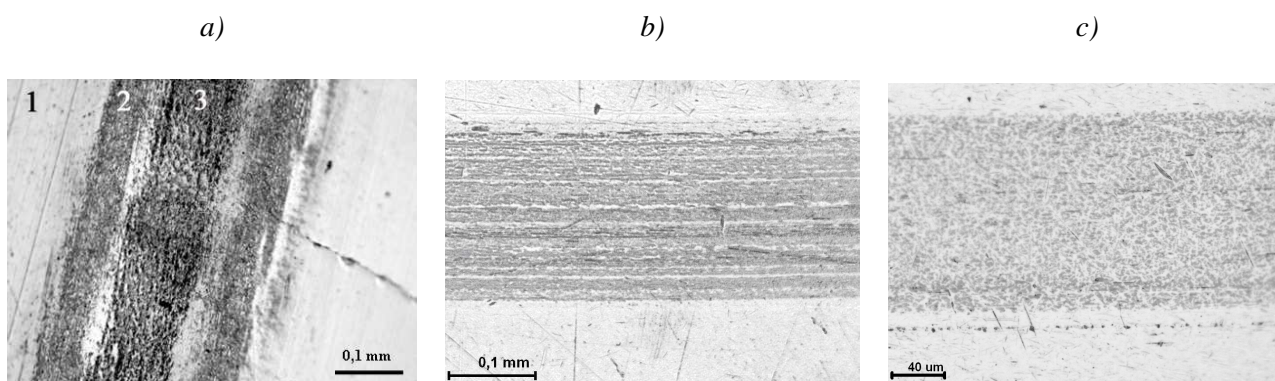


FIG. 2 : Observations optiques des tribofilms générés par (a) MBDF 16,6h, (b) MTM 15,5h et (c) MTM 5h

Des profils AES ont été réalisés simultanément sur plusieurs zones. En surface, les compositions élémentaires des trois zones sont similaires. Elles sont constituées de carbone et d'oxygène 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, oxygène et fer. Les teneurs et la nature de l'oxygène varient en revanche d'une zone à l'autre.

La zone de contact non soumise au passage des indents (zone claire, figure 2-a) est nettement moins riche en calcium et oxygène que les deux autres zones. Ces analyses AES ne montrent pas clairement la présence de phosphore. Les trois pics du fer sont nettement visibles dès 5 nm de profondeur, alors qu'ils le sont moins pour les zones du contact soumises au passage des indents : la couche recouvrant cette zone est donc peu épaisse. Au cours des abrasions successives, les spectres 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. Il en est donc déduit qu'un tribofilm mesurant moins de 10 nm d'épaisseur a 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.

Les zones plus sombres, localisées en regard des indents, sont couvertes par des tribofilms de compositions similaire mais d'épaisseurs variant entre 30 et 40 nm pour la plus claire et bien plus pour la plus sombre. A noter qu'un pic d'oxygène à 507 eV a été détecté et 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.

En ce qui concerne la répartition des éléments en profondeur (figure 3-a), 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 clairement établie. La proportion d'oxydes s'accroît en se rapprochant 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.

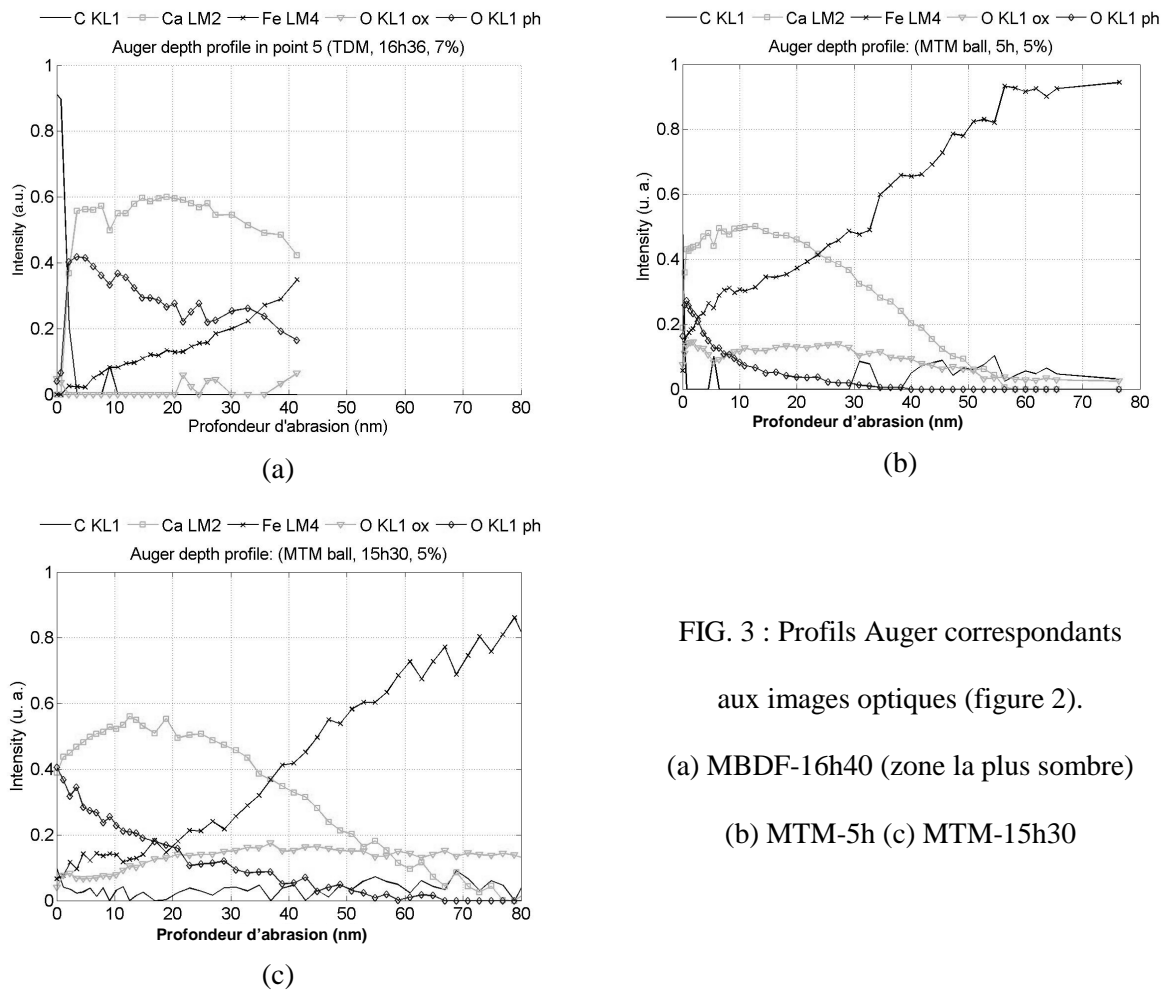


FIG. 3 : Profils Auger correspondants  
aux images optiques (figure 2).

(a) MBDF-16h40 (zone la plus sombre)  
(b) MTM-5h (c) MTM-15h30

#### 4 Essais sur MTM

Les figures 2-b et 2-c illustrent les zones de contact (15.5h et 5h). Dans les deux cas, la bande sombre est d'environ 150  $\mu\text{m}$  de large, soit l'équivalent du diamètre de contact estimé par la théorie de Hertz. Lors de précédents travaux [10] réalisés avec le même lubrifiant dans les mêmes conditions, il a été établi que ces zones sombres correspondent à des tribofilms. Les images optiques traduisent l'hétérogénéité des couches. L'essai le plus long (figure 2-b) montre des îlots (couleur plus foncée) étirés dans le sens de glissement séparés par des zones blanches. Le test de 5h (figure 2-c) montre également un tribofilm inégal, mais l'orientation suivant la direction de glissement n'est pas claire.

Des profils AES ont été effectués sur trois (test de 15.5h) ou deux domaines (test de 5h). Les domaines pour le test de 15.5h ont été sélectionnés comme suit : i) un premier situé à l'extérieur de la zone de contact, ii) un second sur un îlot (zone sombre) et iii) un dernier dans une zone plus claire dans la zone de contact. Pour le test de 5h, un des domaines est à l'intérieur de la zone de contact et l'autre en dehors. En surface le spectre indique la présence de carbone, calcium, oxygène et fer. Là encore, le pic de carbone disparaît après quelques nm d'abrasion traduisant la contamination. En outre, le tribofilm ne contient pas de carbone par la suite. Les autres éléments sont toujours présents après une abrasion de 40 nm pour les deux tribofilms analysés.

Les profils réalisés sont présentés à la figure 3-b et c. En outre, la procédure d'analyse a été répétée pour le test de 5h. Les résultats sont similaires. L'épaisseur de tribofilm dans ce cas est de l'ordre de 40 à 60 nm, il était de 50 à 80 nm pour le cas 15.5h. Les compositions sont par ailleurs identiques.

Les tribofilms générés sur MTM sont hétérogènes dans la zone de contact et ont une distribution inégale. Il semble que l'augmentation de la durée tend à allonger les îlots suivant la direction de glissement. L'épaisseur moyenne de chaque tribofilm est évaluée à 40 nm ou plus. Les compositions chimiques sont identiques pour les deux durées.

## 5 Discussion

Il a été démontré précédemment que la présence d'un tribofilm épais dans la zone de contact de l'essai de fatigue (MBDF) au regard des indents. En dehors de cette région (cependant toujours dans la zone de contact), une couche triboformée bien plus mince est détectée. Le contact "modèle" (MTM), en revanche, génère dans toute sa largeur un tribofilm.

Dans ce qui suit, la composition chimique élémentaire de ces deux types de tribofilms est discutée

### 5.1 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 des cartographies EDX 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, caractéristiques du carbonate 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. 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 : 1) nettoyer la surface de toute autre espèce chimique provoquant la destruction des films AW, réduisant ainsi l'efficacité de ces films déjà formés ; 2) retarder la formation des films AW; car ils forment des tribofilms homogènes dans leur épaisseur de phosphates de calcium par un effet antagoniste sur les additifs anti-usure. Ceci se traduit le plus souvent par un accroissement de l'usure des pièces. De plus, le tribofilm formé à partir de détergent surbasé empêche toute nouvelle espèce de s'absorber sur lui.

### 5.2 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 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 soit très mince devant celui formé dans le contact MTM.

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

Dans l'essai 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 sur les surfaces des essais 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. Toutes les épaisseurs des tribofilms et des couches adsorbées décrites dans la partie précédente montrent qu'elles sont supérieures à 30 nm. Dans la bande soumise à la pression de l'indent les conditions sont bien plus sévères que la zone, mais peu évidentes à évaluer, néanmoins les surpressions induites par les indents peuvent être évaluées à 7 GPa [11]. 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.

## 6 Conclusion

Afin d'analyser le rôle des additifs sur la fatigue de contact, des essais comparatifs ont été conduits sur machine de fatigue et sur machine tribologique.

Il ressort des observations et analyses effectuées sur l'écaillage 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. 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 un peu de 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 surprenants 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 et des études complémentaires sur le cinétique de formation peuvent être conduites [10].

## 7 Remerciements

Les auteurs souhaitent remercier les compagnies suivantes pour leur soutien financier et les nombreuses discussions : CETIM, Lubrizol, SKF, SNR, TIMKEN, TOTAL. Ils remercient également PCS Instruments pour les procédures "maisons" et Vincent Baudin pour les essais de fatigue.

## 8 Références

- [1] O'Connor B., The influence of additive chemistry on micropitting, *Gear Technology*, 22, 34-41, 2005
- [2] Nixon H. P., Zantopoulos H., Lubricant additives, friend or foe, what the equipment design engineer needs to know, *Lubrication Engineering*, 815-822, 1995
- [3] Way S., Pitting due to rolling contact, *Trans Am. Soc. Mech. Eng., J. Appl. Mech.*, 2, A49-A58, 1935
- [4] Popineanu N. G., Gafitanu M. D., Cretu S. S., Diaconescu E. N., Hostiuc L. T., Rolling bearing fatigue life and ehl theory, *Wear*, 45, 17-32, 1977
- [5] Bisson E. E., Anderson W. J., *Advanced bearing technology*, Nasa Sp-38, Published by Nasa, Washington, D.C., 407-412, 1964
- [6] Littmann W. E., Widner R. L., Wolfe J. O., Stover J. D., The role of lubrication in propagation of contact fatigue cracks, *J. Lubr. Technol*, 90, 89-100, 1968
- [7] Bartz W. J., Kruger V., Influence of lubricants on the pitting fatigue of gears, *Wear*, 35, 315-329, 1975
- [8] Littmann W.E., Kelley B.W., Anderson W.J., Fein R.S., Klaus E.E., Sibley L.B., Winer W.O., Chemical effects of lubrication in contact fatigue ; part III: load-life exponent, life scatter, and overall analysis, *J. Lubr. Technol*, 98, 308-318, 1976
- [9] Coulon S., Ville F., Lubrecht T., *Experimental investigations of rolling contact fatigue of dented surfaces using artificial defects*, *Life Cycle Tribology Elsevier*, 691-702, 2005
- [10] Meheux M., Minfray C., Ville F., Le Mogne T., Lubrecht A., Martin J.-M., Lieurade H.-P., Influence of slide-to-roll ratio on tribofilm generation. *Proceedings Of The Institution Of Mechanical Engineers, Part J: Journal Of Engineering Tribology*, 222, 325-334, 2008
- [11] Coulon S., Ville F., Lubrecht A. A., An abacus for predicting the rolling contact fatigue life prediction du to debris dents, *Boundary and Mixed Lubrication : Science and Applications Elsevier*, 283-293, 2002