



HAL
open science

Usinage des aciers prétraités à l'huile entière - effets physico-chimiques des additifs soufrés

Aleksandra Bierla

► **To cite this version:**

Aleksandra Bierla. Usinage des aciers prétraités à l'huile entière - effets physico-chimiques des additifs soufrés. Sciences de l'ingénieur [physics]. Arts et Métiers ParisTech, 2009. Français. NNT : 2009ENAM0022 . pastel-00005599

HAL Id: pastel-00005599

<https://pastel.hal.science/pastel-00005599>

Submitted on 2 Apr 2010

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.



Ecole doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

THÈSE

pour obtenir le grade de

Docteur

de

l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Spécialité "Génie mécanique – procédés de fabrication"

*présentée et soutenue publiquement
par*

Aleksandra BIERLA

le 24 septembre 2009

**USINAGE DES ACIERS PRETRAITES A L'HUILE ENTIÈRE -
EFFETS PHYSICO-CHIMIQUES DES ADDITIFS SOUFRES**

Directeur de thèse : Jean-Michel MARTIN

Co-encadrement de la thèse : Guillaume FROMENTIN

Co-encadrement de la thèse : Clotilde MINFRAY

Jury :

Ivan IORDANOFF, Professeur, LAMEFIP, Arts et Métiers ParisTech Examineur
Leonardo DE CHIFFRE, Professeur, Technical University of Denmark Rapporteur
Pierre MONTMITONNET, Directeur de Recherche, CEMEF, Mines ParisTech Rapporteur
Joël RECH, Maître de Conférences, LTDS, ENISE Rapporteur
Jean-Michel MARTIN, Professeur, LTDS, Ecole Centrale de Lyon Examineur
Guillaume FROMENTIN, Maître de Conférences, LaBoMaP, Arts et Métiers ParisTech ... Examineur
Clotilde MINFRAY, Maître de Conférences, LTDS, Ecole Centrale de Lyon..... Examineur
Arnaud RISS, Docteur, Ingénieur Produits Travail des métaux, TOTAL Lubrifiants Invité

Laboratoire Bourguignon des Matériaux et Procédés
Arts et Métiers ParisTech, centre de Cluny

*Arts et Métiers ParisTech (Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers) est un Grand Etablissement
dépendant du Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche, composé de huit centres :
AIX-EN-PROVENCE ANGERS BORDEAUX CHÂLONS-EN-CHAMPAGNE CLUNY LILLE METZ PARIS*

La plus grande récompense qu'un homme obtienne pour son labeur n'est pas ce qu'il en a retiré, mais en quoi cela l'a transformé.

John Ruskin

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier les rapporteurs de ma thèse pour avoir accepté d'évaluer ce travail et avoir fait des kilomètres pour assister à ma soutenance à Cluny, village caché dans le pays bourguignon.

Je remercie Michel Lambertin, Michel Dessoly et Gérard Poulachon pour leur accueil au sein du Laboratoire Bourguignon des Matériaux et Procédés (LaBoMaP) aux Arts et Métiers ParisTech Cluny, ainsi que Jean-Michel Martin pour son accueil au sein du Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes (LTDS) à l'École Centrale de Lyon.

Plus généralement, je remercie l'ensemble du personnel de l'atelier du Laboratoire Bourguignon des Matériaux et Procédés et du Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes pour la chaleur de leur accueil. Un grand merci pour leur aide inestimable aux usineurs (j'ai tant d'admiration pour ce que vous faites tous les jours), en particulier : aux deux Gilles (allez l'OL ! allez Lisandro !), Romain, Jean-Charles, Serge et Rémy. Un merci particulier à Pierre-Etienne qui a passé des heures pour user mes fraises et me permettre de présenter une panoplie de résultats si vaste ! Merci à Pierre Barbier, Denis Lagadrillère et Denis Bonsembiante pour leur disponibilité lors de mes petites bricoles aux Matériaux !

Merci à tous mes camarades qui ont supporté mes changements d'humeurs, mes folies, mes larmes pendant ces trois ans :). J'espère que vous m'aimez toujours quand même ! Alors merci à mes poissons rouges adorés du bocal à Cluny : Vincent, Cédric, Julien, Dimitri et également à Alex, Chloé, Dominique. Merci à mes collègues du LTDS : David, Vanessa, Fanny, Zélie, Liza, Gaëtan, Marion, Maxime, Romain, Anton, Christine, Johnny, Mathilde, Paule, Samuel, Kény, Caro, François-Pierre... (si j'ai oublié quelqu'un, c'est uniquement parce que vous êtes trop nombreux !)

Merci à toute l'équipe de TOTAL qui a suivi ce projet et participé à toutes mes (longues) réunions d'avancement !

Je remercie particulièrement Thierry Le Mogne et Clotilde Minfray pour leur disponibilité et leurs conseils avisés. J'apprécie énormément votre implication dans cette étude et le temps consacré à nos discussions scientifiques (même si c'était des fois difficile du point de vue logistique). Merci Clotilde pour ta critique constructive de mon rapport de thèse (quel courage de lire tout ça !) et ton aide lors de la préparation de ma présentation de soutenance ! Merci pour ton amabilité !

Je voudrais remercier particulièrement deux hommes extraordinaires sans qui ce travail n'aurait jamais pu aboutir...

Je remercie Guillaume Fromentin, mon mentor, pour son encadrement d'exception et ses conseils sur mon travail au cours de ces trois années de thèse. Merci de m'avoir fait confiance et d'être resté à mon écoute tout au long de ce travail ! Même si j'ai pris du temps pour être sur la même longueur d'onde que toi, j'ai appris énormément en travaillant avec toi et je t'en serai toujours reconnaissante.

Je remercie Raphaël, mon toulonnais chéri (allez RCT ! allez Wilko !), pour m'avoir supportée les 36 derniers mois :). Tu étais toujours à côté de moi pour me motiver et me redonner de l'espoir. Je te remercie d'avoir passé du temps à corriger ce rapport et à me poser des questions pointues (chiantes !) sur son contenu. (Merci à la SNCF de ne pas avoir renoncé au seul trajet Provence-Bourgogne existant : Dijon-Nice ! On a été des clients très fidèles !).

Table des matières

INTRODUCTION GENERALE	7
BIBLIOGRAPHIE ET PROBLEMATIQUE DE L'ETUDE	15
I.1. GENERALITES SUR L'USINAGE	16
I.1.1. Introduction générale	16
I.1.2. Coupe et outils coupants	16
I.2. FLUIDES DE COUPE DANS L'USINAGE	24
I.2.1. Introduction générale	24
I.2.2. Rôle et composition des fluides de coupe	24
I.2.3. Modèles d'action des lubrifiants vus par les mécaniciens	26
I.2.4. Evaluation des fluides de coupe	29
I.2.5. Performances actuelles – besoins du futur	31
I.3. FLUIDES DE COUPE VUS PAR LA TRIBOCHIMIE	34
I.3.1. Introduction générale	34
I.3.2. Régimes de lubrification	34
I.3.3. Additifs anti-usure (AU) et extrême-pression (EP)	35
I.3.4. Additifs soufrés, leurs propriétés et notion du soufre actif	36
I.3.5. Nature chimique des films formés par les additifs soufrés	38
I.3.6. Mécanismes d'action des additifs soufrés	39
I.3.7. Paramètres à prendre en compte	43
I.4. BUTS POURSUIVIS ET STRATEGIE	45
ETUDE MECANIQUE ET TRIBOCHIMIQUE DE LA PERFORMANCE LUBRIFIANTE D'UN POLYSULFURE DANS DIFFERENTES APPLICATIONS D'USINAGE.....	49
II.1. ANALYSES DES SURFACES (XPS, AES) APPLIQUEES A L'USINAGE	50
II.2. EFFET DU LUBRIFIANT EN TOURNAGE (COUPE CONTINUE).....	53
II.2.1. Procédure expérimentale.....	54
II.2.2. Effet du lubrifiant en tournage 3D sur l'effort spécifique de coupe (K_c)	54
II.2.3. Effet du lubrifiant en tournage 3D sur l'usure de l'outil	57
II.2.4. Modélisation des efforts de coupe en coupe orthogonale (tournage 2D)	58
II.2.5. Analyse physico-chimique des copeaux et des plaquettes de tournage	59
II.2.6. Synthèse des résultats obtenus en tournage	66
II.3. EFFET DU LUBRIFIANT EN FRAISAGE (COUPE DISCONTINUE).....	69
II.3.1. Procédure expérimentale.....	69
II.3.2. Effet du lubrifiant en fraisage sur l'énergie spécifique de coupe (W_c)	70
II.3.3. Effet du lubrifiant en fraisage sur la durée de vie de l'outil	72
II.3.4. Analyse physico-chimique des copeaux et des fraises	73
II.3.5. Synthèse des résultats obtenus en fraisage.....	77
II.4. EFFET DU LUBRIFIANT EN TARAUDAGE PAR DEFORMATION	80
II.4.1. Procédure expérimentale.....	80
II.4.2. Effet du lubrifiant sur le couple moyen de taraudage	81
II.4.3. Analyse physico-chimique des filets de taraudage	83
II.4.4. Synthèse des résultats obtenus en taraudage par déformation.....	87
II.5. PARAMETRES DES PERFORMANCES DU LUBRIFIANT SUIVANT LES CONDITIONS D'USINAGE	88
EVALUATION DE LA PERFORMANCE DES ADDITIFS SOUFRES EN FRAISAGE ET TARAUDAGE PAR DEFORMATION.....	91
III.1. INTRODUCTION	92
III.2. DESCRIPTION DES ADDITIFS SOUFRES TESTES.....	92
III.2.1. Données des fabricants sur les additifs testés	93
III.2.2. Préparation et caractéristiques des mélanges testés	94
III.2.3. Performances des mélanges selon les tests sur les tribomètres 4 billes et Reichert.....	95
III.3. COMPARAISON DES PERFORMANCES DE DIFFERENTS ADDITIFS EN FRAISAGE	96
III.3.1. Procédure expérimentale.....	96

III.3.2. Evaluation de l'efficacité du fluide par l'énergie spécifique de coupe (W_c)	97
III.3.3. Evaluation de l'efficacité du fluide par la mesure de l'usure des fraises	100
III.3.4. Analyse physico-chimique des copeaux et des fraises	102
III.3.5. Corrélation des mesures mécaniques avec les résultats de l'analyse des surfaces	113
III.4. COMPARAISON DES PERFORMANCES DE DIFFERENTS ADDITIFS EN TARAUDAGE PAR DEFORMATION	116
III.4.1. Procédure expérimentale.....	116
III.4.2. Evaluation de l'efficacité du fluide par la mesure du couple moyen de taraudage	117
III.4.3. Analyse physico-chimique des filets formés.....	119
III.4.4. Corrélation des mesures mécaniques avec les résultats de l'analyse des surfaces	125
III.5. CONCLUSIONS.....	128
COMPREHENSION DES MECANISMES – ANALYSE DES RESULTATS OBTENUS AVEC LES DIFFERENTS ADDITIFS SOUFRES	131
IV.1. INTRODUCTION : RAPPEL DES PRINCIPAUX RESULTATS	132
IV.2. COMPORTEMENT THERMIQUE DES ADDITIFS SOUFRES	133
IV.2.1. Analyse thermogravimétrique couplée à la spectroscopie infrarouge (ATG/IR) des additifs.....	133
IV.2.2. Analyse calorimétrique différentielle (ACD) des additifs	134
IV.2.3. Résistance des additifs à la dégradation.....	135
IV.3. COMPREHENSION DU MODE D'ACTION DES ADDITIFS SOUFRES.....	137
IV.3.1. Lame mince (lame FIB) d'un copeau obtenu en fraisage.....	137
IV.3.2. Modélisation au tribomètre ultra high vacuum (UHV) à Environment Contrôlé (TEC).....	139
IV.3.3. Nature chimique des films soufrés formés en modélisation au TEC.....	141
IV.3.4. Mécanismes d'action physico-chimique des additifs en fonction des sollicitations mécaniques et thermiques engendrées dans les procédés de fabrication.....	145
CONCLUSIONS FINALES.....	157
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	163
ANNEXES.....	171
ANNEXE I.....	172
ANNEXE II (ASSOCIEE AU CONTENU DU CHAPITRE II)	175
ANNEXE III (ASSOCIEE AU CONTENU DU CHAPITRE III)	190
ANNEXE IV (ASSOCIEE AU CONTENU DU CHAPITRE IV)	199

Introduction générale

MARCHE GLOBAL DES LUBRIFIANTS

Les données statistiques montrent que la consommation de lubrifiants a baissé de 8,8 kg jusqu'à 5,6 kg par an par habitant entre les années 1970 et 2004. La faible augmentation de la demande en lubrifiants de 12,3% n'a pas suivi la hausse de la population mondiale de 72,5% pendant cette période [MAN_07]. Le déclin de la consommation volumique et la stagnation de la croissance générale du marché des lubrifiants (de 0,5 à 2% par an) ne montre pas forcément une image pertinente de la réalité. Les lubrifiants d'aujourd'hui se caractérisent par de meilleures performances qui leur apportent souvent une durée de vie plus longue qu'auparavant. La baisse de la consommation en volume a été ainsi récompensée par des revenus et des marges sur les coûts de fabrication plus importants. Cependant, le besoin d'augmentation de la durée utile du lubrifiant n'a pas forcément pour origine la réduction des coûts de sa production, mais essentiellement la nécessité de diminuer les coûts de maintenance et de recyclage, qui ont une importance primordiale pour l'industrie.

L'utilisation globale de lubrifiants (tout compris : automobile, industrie, fluides dits de process, marine) se situe dans une fourchette estimée entre 37 et 40 millions de tonnes par an (en 2004 - 37,4 millions de tonnes) [MAN_07]. La **Figure 1** montre la distribution de la consommation mondiale de différents types de lubrifiants en pourcentages en 2004 et la position des lubrifiants industriels dans cette répartition dont les fluides de coupe font partie. Le marché des lubrifiants est un marché très contrasté et diversifié (automobile/industrie, pays "développés"/"en voie de développement"). Il se caractérise par une croissance globale lente de l'ordre de 0,5 à 2% par an, sachant que la production des lubrifiants (en volumes) est en stagnation ou décroissance dans les marchés "développés", et en croissance dans les marchés émergents. En 2005, la moitié de la consommation mondiale des lubrifiants était centralisée essentiellement sur deux continents : en Amérique du Nord et en Asie-Pacifique, en prenant en compte la quantité consommée (kg par habitant sur la **Figure 1**) multipliée par le nombre d'habitants.

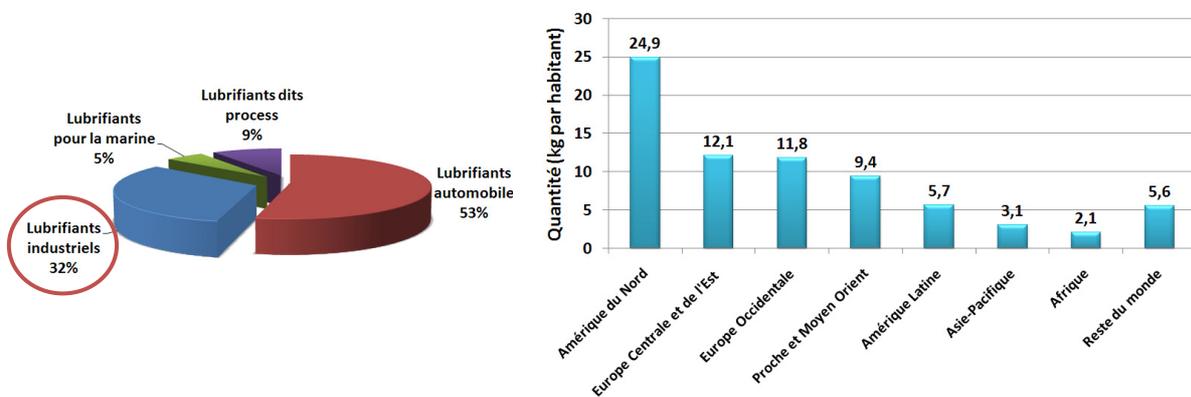


Figure 1 : Consommation mondiale des lubrifiants en 2004 selon le type de lubrifiant et en 2005 selon la zone géographique (tout type de lubrifiants confondu) [MAN_07]

Les lubrifiants pour le travail des métaux (huiles entières de coupe et émulsions) représentent environ 55% des lubrifiants industriels usagés annuellement, soit au total environ 1,1 millions de tonnes par an (650 000 tonnes de fluides solubles, 450 000 tonnes d'huiles entières de coupe). Leur consommation, de la même manière que celle de tous les lubrifiants, se distingue par une croissance nulle ou négative (0,5 – 1% hors crise de 2008) dans les marchés "développés", et faiblement positive (quelques pourcents hors crise de 2008) pour les pays en voie de développement ; la **Figure 2** montre la répartition de la consommation des lubrifiants industriels en 2004, selon les différents types de fluides utilisés.

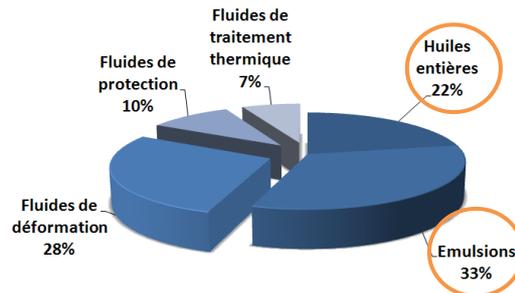


Figure 2 : Consommation mondiale des lubrifiants industriels en 2004 [MAN_07]

USINAGE MODERNE ET PERFORMANCE DES LUBRIFIANTS

L'usinage consiste à enlever de la matière sur une pièce afin de lui donner une forme, des dimensions et un état de surface définis. Ce procédé de fabrication est primordial pour la réalisation de nombreuses pièces destinées à l'industrie automobile, aéronautique, aérospatiale, de l'énergie et récemment à l'industrie biomédicale et microélectronique ou à l'industrie de luxe (montres, bijouterie).

Grâce aux développements dans le domaine des matériaux, principalement pour l'outillage, le travail des métaux par coupe a connu un progrès incontournable au cours de la dernière décennie. L'événement le plus important dans l'historique des procédés de coupe est sans doute l'apparition des outils en carbures métalliques (dans les années 30). A l'époque, cette démarche innovatrice a révolutionné le rendement économique des opérations de coupe. La vitesse de coupe a pu être augmentée de 20 m/min jusqu'à plus de 200 m/min.

L'évolution des matériaux pour les outils coupants et de leur géométrie, entraîne actuellement de manière très importante, comme elle l'a fait par le passé, l'essor technologique d'autres secteurs liés à ce procédé de fabrication. Il s'agit donc : du progrès dans la construction des machines outils (puissance, rigidité, moyens de lubrification), de l'usinage de nouveaux matériaux mais aussi de l'optimisation de l'usinage des matériaux connus (inclusions dans les aciers pour une meilleure usinabilité), de l'amélioration de fluides de coupe (baisse de toxicité et des coûts liés à la maintenance et au traitement des fluides de coupe usagés, formulation chimique) ou de la réduction de temps d'usinage par automatisation et informatisation du travail.

Concernant les fluides de coupe, leurs formulations doivent évoluer. D'une part, les réglementations européennes s'orientent vers l'éco-élimination (suppression des composés chlorés ou à base de plomb) ou limitent l'utilisation de certaines molécules pour des raisons écologiques (composés phosphorés ou soufrés). D'autre part, les formulations doivent être adaptées au mieux à la demande d'un marché industriel exigeant, tant en terme de performances qu'en terme de coûts.

Même si les fonctions chimiques d'une huile de coupe d'aujourd'hui sont les mêmes que celles d'il y a 50 ans – comme par exemple celles des différents composés soufrés (polysulfures d'alkyles, acides gras soufrés etc.) pour le travail des métaux – l'optimisation des formulations se fait habituellement par l'ajustement du nombre d'additifs et de leurs concentrations ou par le remplacement d'anciens additifs par des molécules "améliorées". Les processus de synthèse de ces molécules dites "améliorées" sont souvent mieux maîtrisés ; il en résulte la fabrication d'additifs dont la stabilité, la toxicité et les performances physico-chimiques ou mécaniques sont davantage connues. Mais le véritable problème repose sur leur niveau de performance dans les applications réelles, souvent inconnu et ce d'autant plus lorsqu'ils sont incorporés dans un mélange contenant "X" additifs chimiquement actifs.

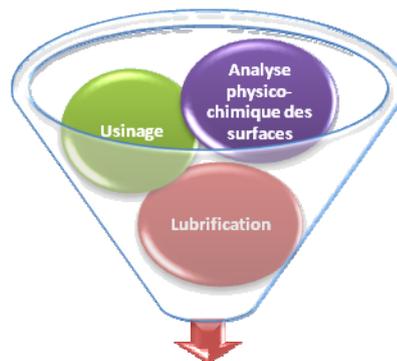
Les huiles de coupe sont issues d'une formulation complexe dans laquelle les rôles individuels des additifs sont difficilement identifiables. Des interactions méconnues entre les additifs peuvent facilement détériorer la performance d'une huile complète. La composition chimique d'une

huile de coupe reste sans doute l'élément clé de sa performance en usinage, mais celle-ci ne peut être étudiée et vérifiée que dans l'application pour laquelle le lubrifiant a été conçu. En outre, l'évolution des techniques d'usinage, appliquées à des matériaux ayant des caractéristiques toujours plus élevées, nécessite d'étudier de manière approfondie les actions des fluides de coupe car elles s'avèrent mal connues dans ces conditions et notamment à grande vitesse de coupe. Il est probable que les lubrifiants comme tous les autres paramètres en usinage possèdent leur domaine de validité et leur point de performance optimale.

COMPLEMENTARITE DES COMPETENCES ET CONTEXTE DE L'ETUDE

Cette thèse s'inscrit dans la thématique de la compréhension du rôle des lubrifiants et de leurs additifs dans les applications d'usinage industriel. L'idée générale de cette étude est d'associer dans un seul projet des compétences très variées et complémentaires. Il s'agit de l'expertise scientifique et des connaissances en matière de (cf. Figure 3) :

- procédé d'usinage, représentées par l'équipe Usinage du Laboratoire Bourguignon des Matériaux et Procédés (LaBoMaP) des Arts et Métiers ParisTech Cluny,
- tribologie et analyse des surfaces, représentées par le Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes (LTDS) de l'Ecole Centrale de Lyon,
- lubrification, représentées par le Centre de Recherche de Solaize de TOTAL.



Compréhension du rôle des lubrifiants et de leurs additifs dans les différentes applications d'usinage industriel

Figure 3 : Démarche globale de l'étude

La configuration d'usinage retenue porte sur l'usinage des aciers prétraités ou ayant des caractéristiques mécaniques élevées en présence des huiles entières. Les outils et les paramètres de coupe choisis, dans le cadre de cette étude, reproduisent les conditions industrielles. La caractéristique clé étudiée est la nature chimique des additifs soufrés ; quatre additifs de familles chimiques différentes, utilisés en formulation des huiles de coupe, ont été isolés dans des mélanges distincts. Ces additifs sont solubilisés dans une huile de base chimiquement inerte ce qui permet de se focaliser uniquement sur les réactions tribochimiques liées à l'activité de ces additifs.

ARCHITECTURE DU RAPPORT

Le présent manuscrit contient quatre chapitres :

La première partie du Chapitre I indique quelques généralités concernant l'usinage et permet de prendre connaissances des notions de base de la coupe. **La deuxième partie de ce chapitre** montre les fluides de coupe selon différents points de vue : le premier est celui des mécaniciens et des usineurs et le second celui des tribologues et des chimistes. La stratégie de cette étude et les objectifs visés sont exposés dans **la partie finale du Chapitre I**.

Le Chapitre II a pour objectif d'étudier la performance lubrifiante d'un polysulfure choisi en tant que molécule soufrée modèle dans différentes applications d'usinage (tournage, fraisage, taraudage par déformation). L'apport de l'analyse des surfaces est mis en évidence pour la compréhension des phénomènes chimiques accompagnant l'utilisation du lubrifiant. Le mécanisme d'action du lubrifiant en usinage est également discuté en s'appuyant sur les résultats de tests mécaniques et de l'analyse de ses produits de réaction sur les surfaces de pièces réelles issues de l'opération de coupe. Finalement, en prenant en compte l'aspect physique et chimique de la lubrification, la réflexion est menée afin de déterminer l'importance de différents paramètres du système usiné sur l'effet du lubrifiant.

Dans **le Chapitre III**, les performances mécaniques des quatre additifs soufrés choisis sont évaluées et comparées en utilisant deux techniques d'usinage qui diffèrent en terme de mode de formation de la surface (coupe et déformation plastique) et de sollicitations générées. Les additifs sont mis en parallèle en fraisage (conditions très sévères de coupe) et en taraudage par déformation (conditions modérées proches de la mise en forme). L'efficacité individuelle de chaque additif est identifiée et comparée à celle estimée au travers de tests tribologiques classiques. Une analyse approfondie de la nature chimique et de la quantité de divers produits de leurs réactions sur les surfaces examinées est réalisée.

Le Chapitre IV est consacré à la discussion des mécanismes d'action et des différences entre les pouvoirs lubrifiants des additifs soufrés testés, en s'appuyant sur les résultats d'analyses complémentaires présentés dans la première partie de ce chapitre et les résultats détaillés du Chapitre III. Un intérêt tout particulier est porté à l'effet de la structure chimique et de la stabilité thermique des molécules étudiées. Les scénarii de la formation des différentes espèces soufrées sur les surfaces analysées et de leur comportement tribologique lors du frottement sont proposés.

Le manuscrit se clôt par une synthèse des conclusions les plus pertinentes ainsi que des perspectives visant à l'optimisation de la formulation des huiles entières de coupe de demain.

NOMENCLATURE UTILISEE

V_c – vitesse de coupe (m/min)
 V_f – vitesse d’avance (mm/min)
 N – vitesse de rotation (tr/min)
 f – avance par tour en tournage (mm/tr)
 f_z – avance par tour et par dent en fraisage (mm/tr/dent)
 Z – nombre de dents de la fraise
 a_p – profondeur de passe (mm) ou engagement axial en fraisage (mm)
 a_e – engagement radial en fraisage (mm)
 V_e – vitesse d’évacuation du copeau (m/min)
 h – épaisseur coupée (mm)
 h_c – épaisseur du copeau (mm)
 ϕ – angle de cisaillement (°)
 γ – angle de coupe (°)
 α – angle de dépouille (°)
 β – angle de taillant (°)
 κ_r – angle de direction d’arête (°)
 λ_s – angle d’inclinaison d’arête (ou hélice) (°)
 r_β – rayon d’arête (mm)
 r_ϵ – rayon bec (mm)
 K_c – effort spécifique de coupe ou pression de coupe (MPa)
 A_D – aire de la section de coupe (mm²)
 W_c – énergie spécifique de coupe (W/cm³/min)
 P_c – puissance de coupe (W)
 Q_c – débit des copeaux (cm³/min)
 F – effort de coupe résultant (N)
 F_c – effort de coupe (ou tangentiel F_t) (N)
 F_f – effort d’avance (ou axial F_a) (N)
 F_p – effort de pénétration (ou radial F_r) (N)
 V_c – usure frontale (mm)
 V_b – usure en dépouille (mm)
 V_n – usure en entaille (mm)
 K_t – usure en cratère (mm)
 T – durée de vie de l’outil (min)
 n et C_v – constantes du modèle de Taylor simplifié
 t_c – temps d’usinage (min)
 F_{dc} (ou FDC) – face de coupe de l’outil
 F_{dd} (ou FDD) – face de dépouille de l’outil
 μ_{Fdc} – coefficient du frottement sur la face de coupe de l’outil
 μ_{Fdd} – coefficient du frottement sur la face de dépouille de l’outil

AES – Spectroscopie d’électrons Auger
 XPS – Spectroscopie de photoélectrons X
 XANES – Spectrométrie d’absorption des rayons X
 EDS – Spectroscopie à Dispersion d’Energie
 MEB – Microscope électronique à balayage
 MET – Microscope électronique en transmission
 FIB – Focus Ion Beam (Faisceau d’ions Focalisés)
 TEC – Tribomètre à Environnement Contrôlé

ATG/IR – Analyse thermogravimétrique couplée à la Spectroscopie Infrarouge
ACD – Analyse calorimétrique différentielle

EP – Extrême-Pression

AU – Anti-usure

HB – Huile de base

HB Yu4 – Huile de base Yubase4

HB S – Huile de base soufrée

ADDS1 – pentasulfure

ADDS2 – triglycéride soufré

ADDS3 – ester méthylique soufré

ADDS4 – dithiocarbamate

CP – Confort Pack (additif anti-oxydant + additif anti-brouillard + corps gras non soufrés)

% wt. – % en masse

Chapitre I

Bibliographie et problématique de l'étude

I.1. GENERALITES SUR L'USINAGE

I.1.1. INTRODUCTION GENERALE

Tournage-décolletage et alésage, fraisage, perçage et forage, taraudage, sciage, brochage, taillage et arasage font partie des techniques conventionnelles d'usinage par enlèvement de copeaux à l'outil coupant. Les techniques dites "non-conventionnelles" telles que l'usinage par ultrasons, par jet d'eau, l'usinage chimique ou électrothermique (laser, plasma, faisceaux d'ions) trouvent leur application, pour l'instant, dans des domaines plus spécialisés que les techniques traditionnelles. Chacune de ces techniques se distingue par des outils ayant des géométries différentes. De plus, pour un matériau donné, elle nécessite le choix de conditions de coupe particulières. Plusieurs techniques, en particulier conventionnelles, peuvent être en concurrence pour une application donnée. Dans ce cas, la sélection de l'une par rapport à l'autre se fait au profit de celle opposant le moins de contraintes dans la mise en œuvre. Ce choix peut être critique si l'opération en question intervient en fin de gamme de fabrication où la valeur ajoutée de la pièce usinée est la plus élevée.

Quelle que soit la technique d'usinage, le cisaillement du copeau et les phénomènes de déformation qui l'accompagnent ainsi que l'influence des paramètres de coupe sur sa formation sont communs. Dans la plupart des cas, les grandeurs fondamentales et leur nomenclature (définition des efforts de coupe, des paramètres de coupe ou de la géométrie de l'arête de coupe) sont pratiquement les mêmes.

I.1.2. COUPE ET OUTILS COUPANTS

Notions de base – zones de contacts

L'outil en coupe est défini par deux faces : **face de coupe (Fdc)** et **face de dépouille (Fdd)**. L'intersection de ces deux faces constitue **l'arête de coupe**. L'attaque de l'outil conduit à la séparation de la matière et à la formation de deux surfaces fraîches : la face usinée de la pièce et la face du copeau au regard de la face de coupe de l'outil (l'aspect lisse de cette face du copeau est dû au frottement sur l'outil).

De façon générale, l'action que subit l'outil porte sur les deux zones de contacts, copeau-face de coupe de l'outil et pièce usinée-face de dépouille de l'outil, pour lesquelles les sollicitations thermiques et mécaniques ne sont pas les mêmes (cf. Figure I-1 (1)). Leur grandeur n'est pas fixe et dépendra de nombreux paramètres dont certains seront évoqués dans la suite de ce chapitre. A titre d'exemple, dans le cas de l'usinage de l'acier avec l'outil en carbure [DaS_99, TRE_00] :

- **à l'interface entre le copeau et la face de coupe de l'outil**, la pression est très intense, supérieure à 1 GPa, et les températures élevées résultant de la chaleur de la déformation et du frottement du copeau dépassent souvent 600 °C et peuvent même aller au-delà de 800 °C selon le type d'acier usiné. La température maximale est atteinte à l'arrière de l'arête de coupe de l'outil à l'interface copeau-face de coupe de l'outil.
- **à l'interface entre la pièce usinée et la face de dépouille de l'outil**, les contraintes (< 100 MPa) et les températures (< 400 °C) sont moins sévères que dans le cas précédent. En revanche, la vitesse sur la face de dépouille est plus importante que celle sur la face de coupe de l'outil (vitesse de coupe > vitesse d'évacuation du copeau).

L'étude de la formation du copeau et de sa modélisation connaît trois grandes étapes : les travaux de Merchant & Ernst dans les années 40 [MER_45], ceux de Lee & Shaffer dans les années 50 [LEE_51] et d'Oxley dans les années 60 [OXL_89]. Ces trois modèles analytiques traitent de la coupe orthogonale (tournage) dans le système de déformations planes. En mettant en place différentes hypothèses (comportement mécanique du matériau, géométrie de l'arête de coupe), ils visent la

modélisation de la formation du copeau et l'établissement de lois de frottement en coupe. Ils étudient la distribution des contraintes et expriment les efforts de coupe en fonction de deux angles fondamentaux dans la zone de contact copeau-face de coupe de l'outil : l'angle de frottement λ (angle entre l'effort résultant et la normale à la face de coupe de l'outil) et l'angle de cisaillement ϕ (angle entre le plan de cisaillement du copeau et la surface de la pièce usinée).

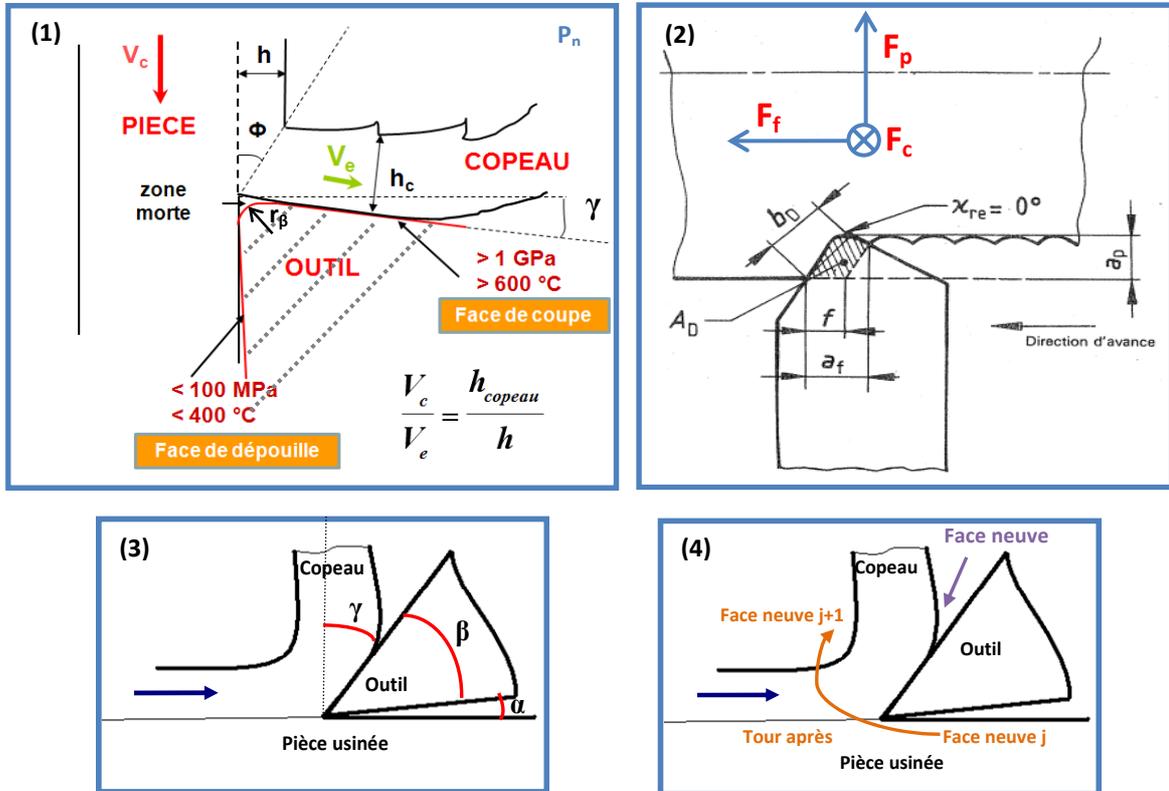


Figure I-1 : (1) Deux zones de contact en coupe – face de coupe et face de dépouille, (2) Principales grandeurs géométriques et efforts de coupe [ISO 3002/3], (3) Angles de coupe (4) Zones de formation des surfaces fraîches à forte réactivité chimique lors de la coupe
 Les grandeurs en usinage : h (épaisseur coupée), h_c (épaisseur du copeau), ϕ (angle de cisaillement), V_c (vitesse de coupe), V_e (vitesse d'évacuation du copeau), a_p (profondeur de passe), f (avance de l'outil), γ (angle de coupe), β (angle de taillant), α (angle de dépouille), r_β (rayon d'arête), F_c (effort de coupe), F_f (effort d'avance), F_p (effort de pénétration).

La face du copeau qui a frotté sur la face de coupe de l'outil est une surface fraîche présentant une forte réactivité chimique, du fait des conditions sévères (température et pression) dans lesquelles elle se forme. Mais c'est également le cas de la face dite "extérieure" du copeau (face $j+1$ sur la Figure I-1 (4)). Créée par le passage de l'outil au tour précédent (face j), le frottement et la chaleur engendrée seront les facteurs provoquant sa réactivité élevée, comme dans le cas de la face du copeau qui frotte sur l'outil. De plus, elle subit un deuxième échauffement au moment du déroulement du copeau sur la face de coupe de l'outil. Selon les conditions d'usinage, la surface de cette face peut être festonnée ce qui s'explique par la présence des bandes de cisaillement adiabatique du matériau (très forte localisation de la déformation plastique et effet de la température).

Formation du copeau – chaleur produite

L'entrée de l'outil avec une certaine avance dans la matière provoque sa compression. Dès que la limite d'élasticité du matériau est dépassée, la matière se déforme plastiquement et forme un copeau par cisaillement. **Cinq différentes zones de déformation** du copeau sont discernées

[POU_06]. La **Figure I-2** présente les deux zones principales de cisaillement correspondant au travail mécanique à fournir pour cisailier et enlever le copeau. La **zone de cisaillement primaire** est la zone de formation du copeau. Elle s'étend de l'arête de coupe jusqu'à la surface libre du copeau. La **zone de cisaillement secondaire** ou la zone d'écroûissage du copeau est située à l'interface de la face de coupe de l'outil et du copeau. La **troisième zone** (zone de compression de la pièce) correspond à la séparation du copeau de la matière usinée. La **quatrième zone** (zone d'écroûissage de la pièce usinée) est la zone de frottement entre la face de dépouille et la surface usinée. La **cinquième zone** est attribuée aux modifications superficielles de la pièce usinée.

L'**angle de cisaillement (ϕ)** est un angle compris entre le plan de cisaillement du copeau et la surface usinée. C'est un paramètre très important dont la valeur permet de déterminer l'importance de la déformation et du frottement lors de la coupe. Plus cet angle est petit, plus le copeau est déformé, les zones de cisaillement sont plus importantes et le coefficient de frottement plus élevé (longueur de la zone du contact plus importante). L'angle de cisaillement dépend non seulement du matériau usiné mais aussi de l'angle de coupe, de l'épaisseur coupée et du matériau de l'outil. Pour estimer sa valeur, le coefficient de compression du copeau est souvent établi. Il se traduit par le rapport entre l'épaisseur du copeau (h_{copeau}) et l'épaisseur coupée (h) (cf. Figure I-1 (1)). Quant aux vitesses de coupe et d'évacuation du copeau, leur rapport est égal au coefficient de compression du copeau. Autrement dit, la face de dépouille voit défilier davantage de matière, pas autant déformée que le copeau, et à vitesse plus élevée que la face de coupe.

La quasi-totalité du travail mécanique (déformation plastique et frottement) réalisé en usinage est converti en chaleur. Ce travail total peut être divisé en trois parties [POU_06] :

- le travail pour cisailier le matériau et former un copeau (80% de l'énergie produite),
- le travail pour déplacer et enlever le copeau (frottement) au-dessus de la face de coupe (17% de l'énergie produite),
- le travail pour déplacer la nouvelle surface de la pièce usinée au-dessus de la face de dépouille (3% de l'énergie produite).

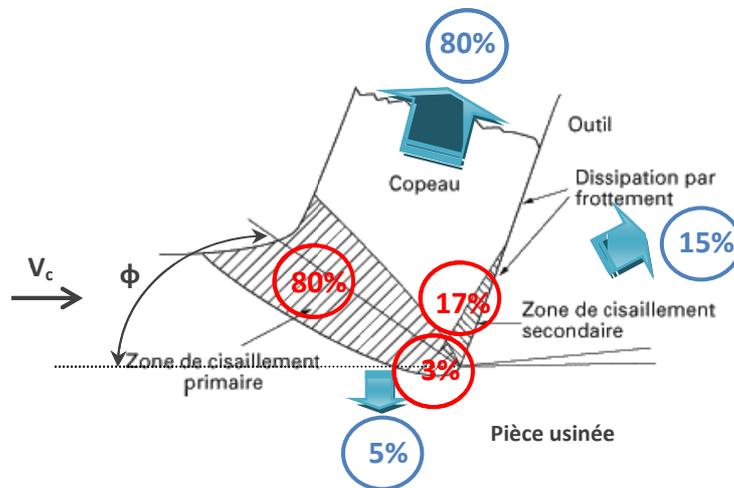


Figure I-2 : Zones de cisaillement du copeau et distribution de l'énergie calorifique produite (rouge) et de l'énergie calorifique évacuée (bleu) (ϕ – angle de cisaillement, V_c – vitesse de coupe)

En ce qui concerne l'énergie calorifique évacuée (cf. Figure I-2), il est généralement admis que environ 80% de l'énergie produite est dispersée par le copeau (encore plus aux vitesses de coupe élevées). Ce nombre peut varier légèrement en fonction de la conductivité thermique des différentes parties du système (celle du matériau usiné et de l'outil).

Le travail fourni pour usiner le copeau dépend principalement du matériau usiné et de ses propriétés mécaniques et thermiques. Le matériau et la géométrie de l'outil ainsi que les paramètres de coupe (vitesse de coupe, avance de l'outil) vont également influencer la génération de la chaleur.

La température a une importance fondamentale dans l'usinage. Elle a un impact crucial sur la durée de vie de l'outil, le frottement entre le copeau et l'outil [BOO_89] ainsi que les dimensions de

la pièce [SHO_82]. Elle est à l'origine de divers phénomènes, que subissent les surfaces de l'outil, de la pièce usinée et celle du copeau, tels que le frottement, l'écroissage et les transformations dans la structure métallurgique, la diffusion et les réactions chimiques, l'apparition de défauts et de contraintes résiduelles.

Les paramètres de coupe et leur influence respective sur les efforts de coupe [ISO 3002/3, ISO 3002/4]

Le mouvement et la trajectoire de l'outil (ou de la pièce) lors de la réalisation d'une opération de coupe sont définis à l'aide des paramètres de coupe suivants :

V_c - vitesse de coupe (m/min) désigne la vitesse de l'outil ou de la pièce (en tournage) dans le mouvement de coupe,

f - avance par tour en tournage (mm/tr) ou **f_z** - avance par tour et par dent en fraisage et en perçage (mm/tr/dent) désigne la valeur du déplacement de l'outil (cf. Figure I-1 (2)),

a_p - profondeur de passe (mm) ou engagement axial en fraisage (mm) désigne l'épaisseur de la matière à enlever (cf. Figure I-1 (2)),

a_e - engagement radial en fraisage (mm),

V_f - vitesse d'avance (mm/min) désigne la vitesse à laquelle la machine déplace l'outil par rapport à la pièce,

N - vitesse de rotation (tr/min) désigne le nombre de tours effectués en 1 minute par la pièce ou l'outil mis en rotation.

Les déformations et les frottements engendrés lors de la formation du copeau à l'interface outil-copeau se traduisent par l'apparition de différentes contraintes de coupe. En prenant le copeau comme référence du système, il exécute une action sur l'outil. Cette action, définie en tant que **l'effort de coupe F**, se décompose en trois forces élémentaires, normales entre elles, selon la nomenclature liée au processus d'usinage (cf. Figure I-1 (2)) :

F_c – **effort de coupe (ou tangentiel F_t)** qui est tangent à la pièce usinée et dirigé dans le sens contraire au mouvement de coupe ; il reflète une partie majeure de la puissance consommée,

F_f – **effort d'avance (ou axial F_a)** qui est tangent à la pièce usinée et dirigé dans le sens contraire à l'avancement de l'outil ; il ne constitue qu'une partie de la puissance consommée parce que le déplacement dans le sens d'avance est relativement faible,

F_p – **effort de pénétration (ou radial F_r)** qui est perpendiculaire au plan de deux autres efforts orienté dans la direction de l'axe de l'outil ; il ne participe à aucun déplacement donc il ne consomme aucune puissance.

L'effort global de coupe **F** peut donc être défini par l'équation suivante :

$$F = \sqrt{F_c^2 + F_f^2 + F_p^2}$$

où F_c, F_p et F_f sont les trois composantes de la force.

Afin d'établir l'énergie consommée lors de l'opération d'usinage, **la puissance de coupe P_c (W)** liée à l'effort de coupe F_c est souvent mesurée. Une autre grandeur courante employée pour quantifier le travail fourni est de calculer **l'effort spécifique de coupe (ou la pression de coupe) en tournage (MPa) ou l'énergie spécifique de coupe en fraisage (W/cm³/min)** [ISO 3002/4]. Ces deux grandeurs peuvent être définies comme l'énergie nécessaire à enlever une certaine quantité de la matière sous forme de copeaux. Elles s'expriment par la relation générale :

- dans le cas du tournage $K_c = \frac{F_c}{A_D}$

où K_c [MPa] – effort spécifique de coupe, A_D [mm²] = $f \times a_p$ – aire de la section de coupe

- dans le cas de fraisage $W_c = \frac{P_c}{Q_c}$

où W_c [W/cm³/min] – énergie spécifique de coupe, P_c [W] – puissance de coupe, Q_c [cm³/min] = $V_f \times a_e \times a_p / 1000$ – débit des copeaux

Le paramètre de coupe dont le choix, pour une application donnée, est le plus critique en terme de génération des efforts de coupe est l'avance de l'outil. La géométrie de l'outil, la distribution des contraintes dans le copeau, et dans une moindre mesure l'effet thermique (résistance au cisaillement du matériau), sont à l'origine d'un effort spécifique de coupe plus faible pour les avances plus importantes (illustré par la Figure II-2 et Figure II-11). C'est au voisinage du copeau minimal (le plus petit copeau possible à usiner) que l'effort spécifique de coupe est le plus élevé (les contraintes sont maximales et l'angle de coupe est localement négatif). Plus le rapport avance de l'outil/profondeur de passe est grand, plus la baisse de l'énergie spécifique de coupe est importante.

L'avance de l'outil est aussi déterminante pour la qualité géométrique de la surface. En fonction de la géométrie de l'arête de coupe, il est plus difficile d'enlever le "copeau minimal" qu'une épaisseur conséquente de matière ; il en résulte des arrachements et rugosités plus importants sur la surface.

D'autre part, l'effort spécifique de coupe diminue sensiblement lorsque la vitesse de coupe augmente, comme l'illustrent la **Figure II-1** et la **Figure II-10**. Puisque l'augmentation de la vitesse de coupe conduit à la hausse des températures aux interfaces copeau-outil-pièce usinée, cette baisse en énergie spécifique de coupe est principalement attribuée à l'adoucissement thermique du matériau usiné (contrainte du matériau plus faible aux températures élevées) et à la diminution du coefficient de frottement. Pour les vitesses de coupe plus élevées, la réduction de la surface de contact entre l'outil et le copeau contribue également à la baisse de l'énergie spécifique de coupe.

Pour un même matériau usiné, les changements de la vitesse de coupe, de l'avance de l'outil et de la profondeur de passe conduisent à la formation de différents types et formes de copeaux (copeau élémentaire, continu ou fragmenté). La formation de copeaux continus a un impact positif sur la stabilité des efforts de coupe et la rugosité des surfaces. A l'inverse, les copeaux fragmentés sont plus faciles à évacuer.

Pour conclure, dans le cadre de l'usinage moderne, le choix des paramètres de coupe, pour la réalisation d'une opération donnée, consiste à faire un compromis entre la durée de vie de l'outil, l'état de surface et la précision des dimensions de la pièce usinée ainsi que le débit de matière.

La géométrie de l'outil et son influence sur les efforts de coupe [ISO 3002/1]

Le matériau de l'outil coupant et les paramètres liés à sa géométrie tels que l'angle de coupe, l'angle de dépouille et le rayon d'arête ont un impact important sur la formation du copeau et indirectement sur les sollicitations mécaniques et thermiques engendrées sur les faces de l'outil lors de la coupe. La géométrie de l'outil compte également pour l'obtention des dimensions et de l'état de surface usinés souhaités.

Les trois angles de faces de l'outil sont (cf. Figure I-1 (3)) :

L'angle de dépouille (α) (entre la face de dépouille et la pièce usinée) : il doit être suffisamment grand pour limiter le frottement de la face de dépouille sur la pièce usinée. Il influence peu les efforts de coupe mais il aura son impact sur l'état de surface usinée et l'usure de la face de dépouille de l'outil.

L'angle de coupe (γ) (entre la face de coupe et plan perpendiculaire à la pièce usinée) : il peut être positif, négatif ou nul. Un angle positif facilite l'écoulement du copeau sur la face de coupe de l'outil contrairement à un angle négatif : les déformations du copeau ainsi que les sollicitations

que subit cette face sont moins importantes dans le cas de l'angle positif. De plus, la longueur de la zone du contact est moins importante dans le cas de coupe positive. Par conséquent, l'effort spécifique de coupe, pour deux outils utilisés dans les mêmes conditions de coupe et qui se différencient entre eux uniquement par l'angle de coupe, sera moins important pour l'outil dont l'angle de coupe est le plus élevé positivement. Cependant, un angle de coupe positif fragilise l'arête de coupe (impossible d'utiliser pour l'usinage de matériaux durs). Un outil présentant un angle de coupe négatif est plus robuste mais sa face de coupe risque d'être endommagée plus rapidement (cratérisation) lors de l'écoulement, plus difficile, du copeau (cf. Figure I-3). La plupart des outils d'aujourd'hui se caractérisent néanmoins par des géométries modifiées de l'arête de coupe (préparation d'arête) dont l'objectif est de pallier les faiblesses de la coupe simplement positive ou négative. La préparation de l'arête peut consister à introduire un renfort à l'extrémité de l'arête afin de lui permettre de gagner en robustesse (outils à coupe positive) (illustré en Annexe II § II.1). Les faces de coupe des outils sont souvent équipées de "brise-copeaux" pour faciliter l'écoulement et le fractionnement des copeaux (outils à coupe négative).

L'angle de taillant (β) est égal à $(\pi/2 - \gamma - \alpha)$. Il caractérise la robustesse de l'outil. L'acuité de l'arête de coupe n'est jamais parfaitement aiguë et est définie par le **rayon d'arête (r_β)** (zone de raccordement entre deux faces de l'outil). La grandeur du rayon d'arête dépend de la technique d'élaboration et du matériau de l'outil (accessoirement du type de traitement superficiel appliqué – revêtements). Plus il est grand, plus l'acuité de l'outil est solide et ce dernier plus résistant à la rupture. Un rayon d'arête plus important dissipe mieux la chaleur mais engendre en contrepartie des efforts de coupe plus importants (travail de la plus grande longueur de l'arête de coupe).

Deux autres angles appelés les angles d'arête : angle de direction (κ_r) et angle d'inclinaison d'arête (ou angle d'hélice) (λ_s) déterminent la position d'attaque de l'outil par rapport à la pièce usinée. Leur variation a un effet négligeable sur l'effort de coupe F_c .

Quant au **rayon bec (r_e)**, il est défini par le point théorique au croisement des tangentes aux deux arêtes de coupe primaire et secondaire. De la même manière que l'avance de l'outil, c'est un paramètre qui conditionne l'état de surface et qui peut avoir un impact sur la formation du "copeau minimal" (rayon bec trop grand).

La géométrie de l'arête peut avoir une influence non négligeable sur les efforts de coupe. Cette action très ponctuelle est toutefois très difficile à discerner et estimer. Les opérations complexes d'affûtage (outils à coupe positive) et de préparation de l'arête, pas toujours entièrement maîtrisables, le dépôt des revêtements (souvent multi-couches), l'utilisation des outils issus de la métallurgie des poudres (principalement les plaquettes), modifient réellement les dimensions d'origine des arêtes de coupe. Sachant qu'il est impossible d'avoir deux outils strictement identiques, les essais en usinage (mesure des efforts de coupe, durée de vie des outils) s'accompagnent toujours d'une variation liée à l'effet de la géométrie de l'outil.

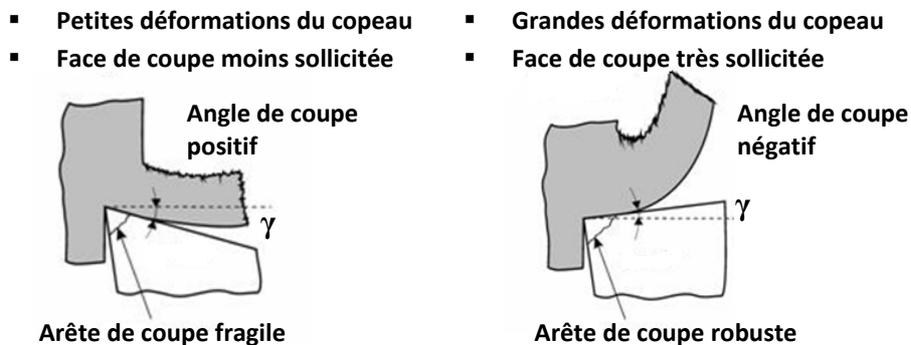


Figure I-3 : Coupe positive et négative [BAL_01]

Usure et durée de vie des outils

Les phénomènes qui régissent l'usure de l'outil coupant sont de natures très différentes : il s'agit de sollicitations mécaniques, thermiques, abrasives et chimiques. Cela implique l'apparition possible de différents types d'endommagements aux interfaces outil-copeau-pièce usinée tels que l'usure adhésive, l'usure abrasive, l'usure par oxydation ou l'usure par diffusion. La **Figure I-4** présente l'effet de la température (et donc indirectement de la vitesse de coupe) sur l'usure de l'outil. Alors que l'outil est touché principalement par les phénomènes d'abrasion et d'adhésion aux basses et moyennes vitesses de coupe, l'effet thermique fait intervenir l'oxydation, la diffusion et le fluage dans la destruction de l'outil aux hautes vitesses de coupe. La dureté et les caractéristiques des matériaux chutent aux hautes températures ce qui conduit à une rupture de l'outil plus rapide. Le choix du matériau coupant pour une opération donnée doit prendre en compte sa résistance aux différents phénomènes d'usure.

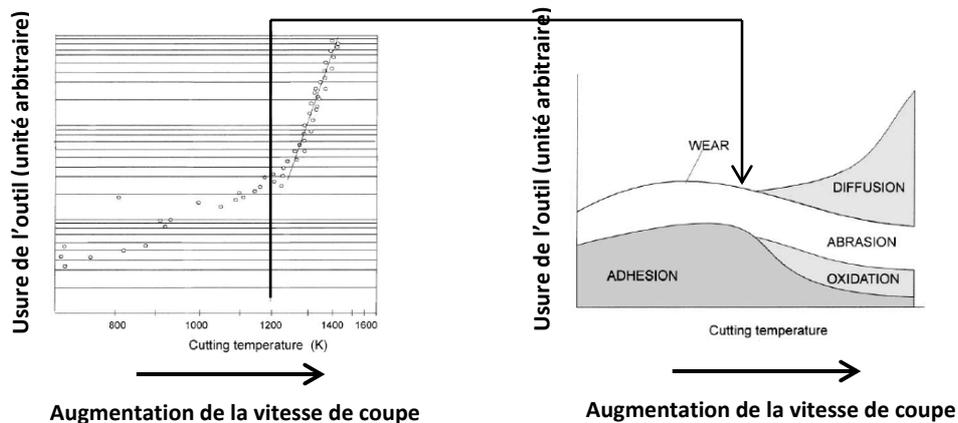


Figure I-4 : Influence de la température (de la vitesse de coupe) sur l'usure de l'outil [KOP_01]

Le critère d'usure de l'outil est une valeur de référence d'usure maximale qui détermine la réforme (changement) de l'outil. Son choix peut se faire en fonction du type d'usure prédominante contribuant à la fin de la durée de vie de l'outil. Les quatre principaux types d'endommagement rencontrés sur les outils de coupe et utilisés comme critères d'usure sont (cf. Figure I-5) [NF E66-505] :

V_b - usure en dépouille (mm) sur la face de dépouille de l'outil ; elle est définie par la largeur moyenne de la bande striée sur la face de dépouille de l'outil ; le frottement de la face de dépouille contre la pièce usinée est à l'origine de cette usure. La pratique industrielle fait de cette usure le critère prédominant pour déterminer la durée de vie de l'outil. La réforme de l'outil a lieu lorsque la largeur de l'usure atteint une valeur indicative de 0,3 mm.

V_c - usure frontale (mm) dans la zone du bec d'outil,

V_n - usure en entaille (mm) sur la face de coupe (ou sur la face de dépouille) de l'outil ; elle est définie par la profondeur d'entaille. Le retour élastique de la matière usinée conduit à la formation d'une entaille située hors de la zone physique du contact copeau-outil ou outil-pièce.

K_t - usure en cratère (mm) sur la face de coupe de l'outil ; elle est définie par la profondeur de cratère, K_M étant la position du centre du cratère ; cette usure est provoquée par le frottement du copeau sur la face de coupe de l'outil. La valeur indicative de **K_t** utilisée est égale à $0,06 + 0,3f$ mm (où f – avance de l'outil).

D'autres types d'usures – l'usure par déformation plastique, l'usure par écaillage, l'usure par fatigue, la fissuration, l'arête rapportée – peuvent constituer pour certaines applications spéciales des critères d'usure de l'outil.

De plus, l'usure des outils se manifeste souvent par d'autres phénomènes tels que la détérioration de l'état de surface, les vibrations ou l'augmentation des efforts de coupe. Ces effets

clairement visibles ou facilement mesurables permettent de veiller constamment sur l'état de l'outil lors de l'opération d'usinage.

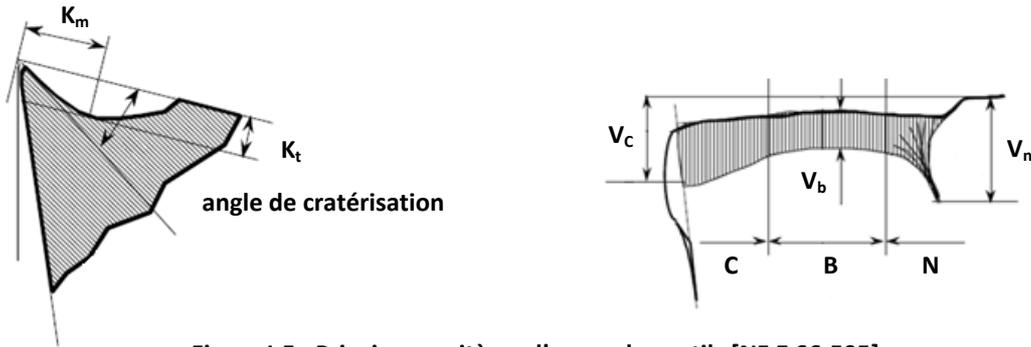


Figure I-5 : Principaux critères d'usure des outils [NF E 66-505]

La **Figure I-6 (1)** présente le tracé de l'usure (V_b ou K_t) en fonction du temps d'usinage où $V_5 > V_4 > \dots > V_1$. Pour les conditions d'usinage définies, l'évolution de l'usure en fonction de la vitesse connaît trois étapes. L'usure initiale (rodage) apparaît et augmente très rapidement. Au bout d'un certain temps d'usinage, le phénomène d'usure se stabilise et l'endommagement devient régulier et progresse de façon quasi-linéaire. Cependant, cette étape ne dure pas constamment. A un certain moment, l'état de l'outil s'aggrave et l'usure accélère. L'outil est réformé quand la valeur de l'usure atteint le critère de l'usure choisi ($V_{b \max}$ ou $K_{t \max}$), ce qui définit la durée de vie (T).

La **Figure I-6 (2)** montre la relation, déterminée par voie expérimentale, entre la durée de vie de l'outil T et la vitesse de coupe V_c . La zone 1 correspond aux techniques d'usinage à basses vitesses de coupe, la zone 2 aux techniques d'usinage à vitesses de coupe moyennes et élevées.

En prenant en compte tous les mécanismes d'usure, la durée de vie de l'outil en usinage suit une loi générale, dans la zone 2, l'établissant comme principalement dépendant de la vitesse de coupe et donc de la température. Cette loi peut être exprimée par le modèle de Taylor simplifié :

$$T = C_v \times V_c^n$$

où n et C_v – constantes du modèle, T – durée de vie d'outil, V_c – vitesse de coupe

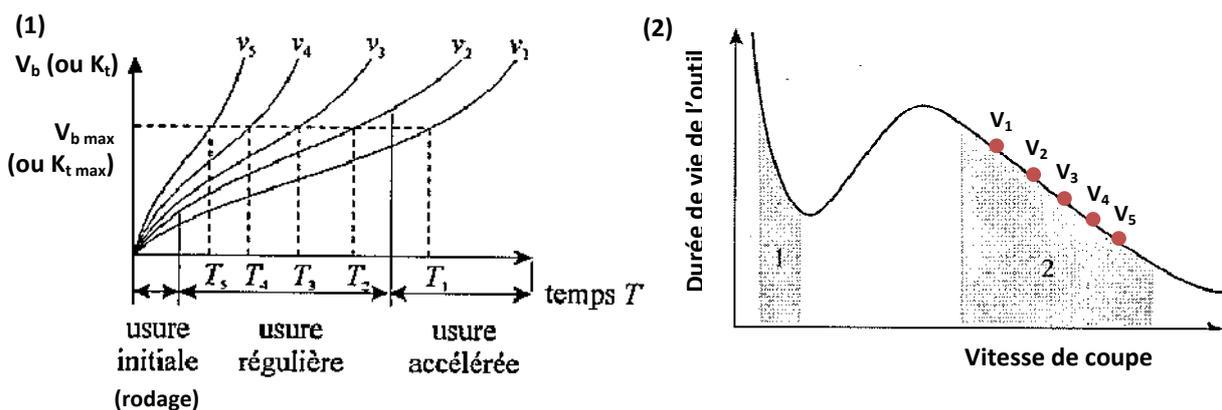


Figure I-6 : (1) Tracé de la courbe de Taylor [BAL_01] et (2) Relation entre la durée de vie de l'outil et la vitesse de coupe

I.2. FLUIDES DE COUPE DANS L'USINAGE

I.2.1. INTRODUCTION GENERALE

La sévérité des sollicitations que subit l'outil pendant la coupe peut être si importante que l'utilisation de lubrifiant conditionne le succès de l'opération. Même si dans certaines applications, on cherche ouvertement à éliminer les fluides de coupe pour des raisons variées telles que la diminution des coûts liés à leur utilisation ou leur traitement, l'aspect environnemental ou la sécurité des opérateurs de machines outils, toujours est-il qu'ils sont indispensables pour certains usages et qu'ils ne peuvent être complètement remplacés ou bannis à l'heure actuelle [KLO_97, WEI_04].

Les tests de performance des fluides de coupe sont utilisés depuis des années pour formuler de nouveaux lubrifiants avec des composants plus performants et mieux adaptés aux applications et ainsi suivre l'évolution technologique en usinage. Toutefois, les normes écologiques pour les lubrifiants deviennent de plus en plus contraignantes. Les règles imposées, concernant surtout la diminution de la teneur en certaines substances chimiques nuisibles, obligent les fabricants d'huiles de coupe à développer de nouvelles formulations toujours moins toxiques.

L'ensemble des paramètres suivants : le matériau usiné, le matériau coupant et la géométrie de l'outil, les paramètres de coupe, la technique d'usinage et donc les sollicitations engendrées sur les deux faces de l'outil, constitue une configuration des facteurs qui ont un effet sur l'action et la performance du fluide de coupe. Les paramètres de coupe, essentiellement la vitesse de coupe et la géométrie de l'arête, semblent jouer un rôle primordial en terme d'accessibilité du lubrifiant aux interfaces dans les deux zones de contacts. Par conséquent, un intérêt particulier est porté dans la littérature à la vitesse de coupe dans les différents modèles d'action des fluides de coupe en usinage.

I.2.2. ROLE ET COMPOSITION DES FLUIDES DE COUPE

Les deux actions principales d'un fluide de coupe en usinage sont **la lubrification** d'une part et **l'évacuation de la chaleur** du copeau, de l'outil, de la pièce usinée et de la machine d'autre part.

La lubrification consiste à réduire la quantité de chaleur produite par la diminution du frottement métal/métal et en facilitant l'écoulement du copeau sur l'outil. Le lubrifiant engendre des réactions physico-chimiques dans la zone de coupe, sur l'outil, sur les copeaux et la pièce usinée. Les produits de ces réactions à l'interface copeau-outil, sous forme d'une couche facilement cisillable par exemple, éviteront la soudure des surfaces, protégeront contre l'usure, diminueront le frottement et par conséquent le travail nécessaire pour enlever la matière et la chaleur générée à cette interface.

Même si les propriétés lubrifiantes du fluide de coupe influencent hypothétiquement 20% du travail mécanique fourni (cf. Figure I-2), en pratique, pour certaines applications, une action lubrifiante réussie peut se traduire par des gains très importants (augmentation de la durée de vie des outils, amélioration de l'état des surfaces, baisse des efforts de coupe) par rapport à l'usinage à sec. En effet, la réduction du frottement sur la face de coupe de l'outil contribue de plus à la formation d'un copeau moins déformé (angle de cisaillement plus grand), à la réduction de la zone de contact et finalement à la baisse de l'énergie produite dans la zone primaire de cisaillement (zone de formation du copeau).

Les raisons pour lesquelles on utilise les fluides de coupe sont multiples, à savoir : augmenter la durée de vie de l'outil, protéger l'outil, la pièce et la machine de la surchauffe et de la dilatation ainsi que de la corrosion, évacuer les copeaux et nettoyer les surfaces, obtenir des dimensions précises pour la pièce réalisée et une bonne qualité de la surface usinée [LEE_90, DeC_02, TRE_00, COR_03]. De plus, ils doivent se caractériser par une faible agressivité et toxicité envers l'homme et l'environnement, par une facilité d'application et de maintenance, une bonne comptabilité avec les lubrifiants et les graisses de machines outils.

On distingue deux grandes familles parmi les fluides de coupe : les huiles de coupe entières et les fluides de coupe à base d'eau (fluides aqueux appelés souvent émulsions). Les huiles de coupe entières sont des produits qui ne contiennent pas d'eau. Elles se composent d'huile de base (minérale, végétale, animale ou synthétique) à laquelle on ajoute différents additifs (antioxydant, antibrouillard, anti-usure (AU), extrême-pression (EP), onctuosité etc.) dans le but d'améliorer ses propriétés naturelles et de lui en conférer de nouvelles. Les bases d'origine minérale sont le plus souvent utilisées pour les huiles entières de coupe traditionnelles. Les bases d'origine végétale, pas encore bien appliquée dans les formulations traditionnelles à cause de leur stabilité thermique inférieure par rapport aux huiles minérales, sont souvent utilisées dans la micro-lubrification (cf. I.2.5. Performances actuelles – besoins de futur). **Les lubrifiants d'aujourd'hui (toutes catégories confondues) sont constitués d'environ 93% d'huile de base et 7% d'additifs en moyenne [MAN_07] (cf. Figure I-7). Ce sont les additifs qui sont la clé de la performance chimique du lubrifiant.**

En ce qui concerne les fluides de coupe à base d'eau, ce sont des produits que l'on obtient par la dispersion d'huile minérale ou synthétique (et d'additifs) dans l'eau stabilisée par des émulsifiants. Il existe aussi des solutions qui sont entièrement à base d'eau, auxquelles on ajoute des agents anti-corrosion, des agents mouillants ainsi que des additifs (biocides, extrême-pression (EP), anti-mousse, etc.).

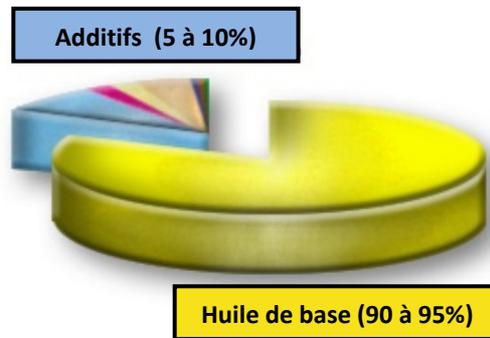


Figure I-7 : Composition générale du lubrifiant

Il est admis qu'un seul lubrifiant polyvalent pour toutes les applications d'usinage n'existe pas. Le choix de l'utilisation des différents fluides se fait par rapport à la fonction du fluide recherchée pour l'application donnée et à la sévérité des sollicitations envisagée. Les fluides de coupe à base d'eau ont un très grand pouvoir de réfrigération car ils contiennent de l'eau (la capacité thermique de l'eau est égale à 4,2 J/gK alors que celle de l'huile est de 1,9 J/gK). Ils sont utilisés par exemple pour les opérations à grandes vitesses de coupe où la fonction de refroidissement est prépondérante. Les huiles entières, fortement concentrées en additifs chimiques, sont utilisées dans les applications où la fonction lubrifiante permettra d'améliorer la qualité de l'usinage. Le **Tableau I-1** compare les propriétés des deux types de fluides de coupe.

En fonction du matériau usiné, de l'outil coupant et des paramètres de coupe, le choix du fluide de coupe adéquat pour une application donnée peut être réalisé entre les huiles entières de coupe ou les fluides aqueux.

	Huiles de coupe entières	Fluides de coupe aqueux
Prix	- - -	+ + +
Coûts d'élimination	+ +	- / 0
Coûts de maintenance	+	- - -
Stabilité	+ + +	- - -
Bio stabilité	+ + +	- - -
Protection contre la corrosion	+ + +	+ +
Capacité de refroidissement	- - -	+ + +
Propriétés EP/AU	+ + +	+
Risque d'inflammabilité	- - -	+ + +
Consommation d'additifs	+ / 0	- -
Consommation d'huile	- - -	- / 0

Tableau I-1 : Comparaison de propriétés de différents types de fluides de coupe (+ effet positif, - effet négatif, 0 effet indifférent)

I.2.3. MODELES D'ACTION DES LUBRIFIANTS VUS PAR LES MECANICIENS

'Lubricants seem to act by lessening the friction between the face of the tool and the shaving and the difficulty is to see how the lubricant gets there'
A. Mallock 'The action of cutting tools' 1881-82

La question de l'accessibilité du lubrifiant à l'interface copeau-outil est une question posée depuis longtemps, en particulier dans le cas de la coupe continue (outil à arête unique engagé dans la matière tout au long de l'opération réalisée ; c'est le cas du tournage et de l'alésage). Dans le cas de la coupe discontinue (cas du fraisage) utilisant des outils à arêtes multiples (plusieurs dents ou plaquettes), le nombre d'arêtes engagées simultanément dans le mouvement de coupe n'est pas constant. Ce type de coupe est considéré moins gênant pour l'action du lubrifiant du fait que les interfaces (copeau-outil, outil-pièce usinée) peuvent être "rechargées" en lubrifiant entre chaque nouvelle entrée d'une des arêtes dans la matière.

Plusieurs modèles ont été développés au cours du dernier siècle pour expliquer l'effet bénéfique apporté par le lubrifiant (fonction lubrifiante) lors de la coupe. Tous ces modèles abordent les phénomènes qui ont lieu sur la face de coupe en usinage et avec un outil à arête unique, et la distinction entre l'action du lubrifiant (huile de base + additifs) et celle des additifs y est rarement faite. Autrement dit, on parle habituellement de l'effet général du lubrifiant même si la lubrification est apportée uniquement par les additifs.

Peu d'intérêt est porté aux mécanismes de lubrification possibles sur les deux faces de l'outil. Pourtant, c'est sur la face de dépouille que les sollicitations mécaniques sont moins importantes (accès plus facile du lubrifiant) et c'est aussi cette face dont on utilise le critère d'usure, dans la plupart des cas, pour déterminer la durée de vie de l'outil. Certaines études expérimentales démontrent que la fixation du jet de lubrifiant du côté de la face de dépouille peut conduire à des résultats significativement différents par rapport à ceux obtenus en le fixant du côté de la face de coupe [ATT_06].

Les hypothèses concernant l'action possible des lubrifiants en coupe prennent trois voies distinctes qui se sont plus au moins succédées dans la littérature :

- le lubrifiant liquide ou sous forme gazeuse pénètre **complètement** à l'interface copeau-outil et forme un film facilement cisillable qui protège contre l'adhésion des surfaces,
- le lubrifiant liquide ou sous forme gazeuse pénètre **partiellement** à l'interface copeau-outil ; il protège donc contre l'adhésion dans ce périmètre et permet de réduire la zone de contact entre les surfaces,

- le lubrifiant liquide ou sous forme gazeuse **ne peut pas pénétrer** à l'interface copeau-outil ; il agit donc seulement par la réduction de la zone de contact dans les endroits moins chargés entre le copeau et l'outil.

Lubrifiant liquide ou sous forme gazeuse pénétrant complètement à l'interface copeau-outil

Les premiers modèles qui supposent la pénétration du lubrifiant sous forme liquide ou vapeur à l'interface copeau-outil en usinage de l'acier ont été proposés par *Merchant* en 1950 [MER_50] et par *Ernst* en 1951 [ERN_51]. Ces modèles présument que le contact entre le copeau et l'outil ne peut pas être parfait ce qui permet au lubrifiant d'y accéder. Un film mince d'huile ayant pénétré se comporte comme n'importe quel lubrifiant dans les conditions de lubrification limite (cf. Figure I-8).

Merchant continue ses travaux et démontre que la pénétration du lubrifiant liquide jusqu'à l'arête de coupe est possible seulement à condition que la vitesse de coupe ne dépasse pas 20 m/min [MER_57]. Certains auteurs trouvent des conditions encore plus restreintes [CHI_73]. Par suite, l'hypothèse est postulée que l'action du lubrifiant évaporé est prépondérante aux vitesses de coupe plus élevées au détriment du lubrifiant liquide.

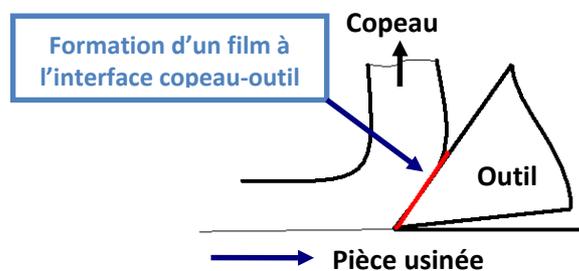


Figure I-8 : Le lubrifiant pénètre à l'interface copeau/outil

Lubrifiant liquide ou sous forme gazeuse pénétrant partiellement à l'interface copeau-outil

Plusieurs expériences ont été réalisées pour confirmer les limites d'efficacité du lubrifiant sous forme liquide et vapeur, avec et sans oxygène. *Rowe* et *Smart* trouvent néanmoins que même si les vapeurs de lubrifiant agissent efficacement, leur performance est de toute façon inférieure à celle du lubrifiant liquide [ROW_64, ROW_66].

Le modèle d'action des lubrifiants plus récent et plus complet est celui de *Williams* qui avance l'hypothèse que le lubrifiant (liquide ou gazeux) pénètre partiellement par un système de microcanaux (très fins capillaires) entre le copeau et la face de coupe de l'outil en réduisant leur adhésion et en formant le film protecteur [WIL_77]. Cette pénétration peut être facilitée par la présence des rugosités de surface dans les zones légèrement chargées. Le schéma ci-dessous illustre de façon idéalisée des "microcanaux" à l'arrière de la zone de contact copeau-outil et la longueur L le long de laquelle le lubrifiant a partiellement pénétré sous forme gazeuse ou liquide (cf. Figure I-9). *Williams* se concentre essentiellement sur le transfert et la diffusion des molécules du lubrifiant dans le réseau de capillaires interfaciaux en supposant que c'est le facteur décisif dans la performance finale du lubrifiant. Il s'intéresse à la viscosité et la mouillabilité dans le cas des lubrifiants liquides et à la pression et la dimension des molécules dans le cas des vapeurs. *Wakabayashi et al.* suggèrent néanmoins que l'activité chimique du lubrifiant est plus importante que le mécanisme de sa diffusion dans le réseau des capillaires [WAK_95]. *Liew* souligne également l'importance des phénomènes chimiques dans le cas de la coupe [LIE_98].

Un modèle d'action du lubrifiant similaire a été récemment suggéré par *Godlevski* qui, en contrepartie, propose l'existence du réseau des capillaires dont la géométrie est différente de celle du modèle de *Williams* [GOD_98].

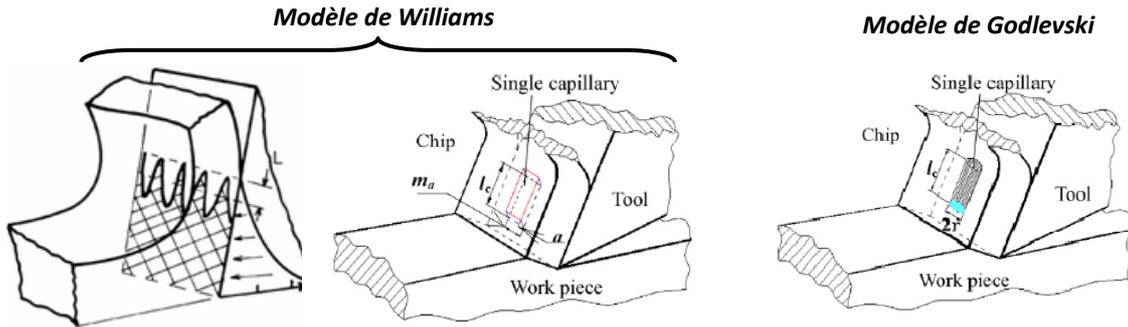


Figure I-9 : Pénétration partielle du lubrifiant à l'interface copeau/outil par "les microcanaux" (capillaires) [dans l'ordre CHI_06, WIL_77, GOD_98]

Liu *et al.* proposent les modèles de pénétration du lubrifiant liquide ou gazeux au travers d'un capillaire [LIU_07]. Dans un cas du lubrifiant liquide, la pénétration se ferait en deux étapes consécutives. Premièrement, les gouttelettes du lubrifiant liquide accèdent partiellement à un capillaire à l'intérieur de laquelle elles commencent à s'évaporer (cf. Figure I-10 (a1)). Deuxièmement, les vapeurs remplissent progressivement le capillaire avec une certaine vitesse V_g (cf. Figure I-10 (a2)). Dans le cas d'un lubrifiant gazeux, la pénétration serait facilitée et directe : les vapeurs se déplaceraient au travers du réseau de capillaires avec une certaine vitesse W_g (cf. Figure I-10 (b)).

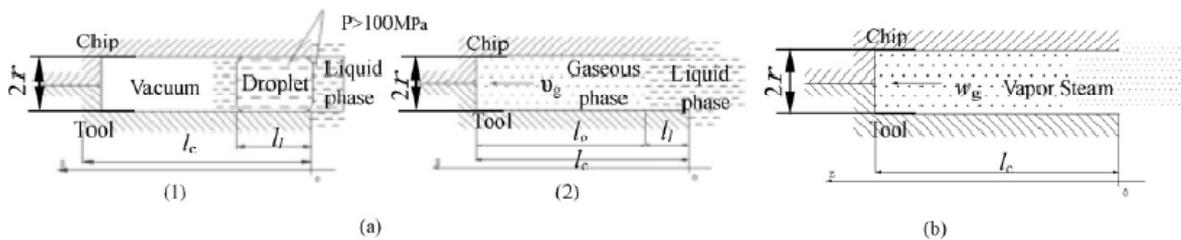


Figure I-10 : Modèles de pénétration du lubrifiant liquide et gazeux dans un capillaire [LIU_07]

L'influence de la vitesse de coupe sur les limites de l'action lubrifiante des fluides de coupe revient régulièrement dans les différents modèles. La plupart des auteurs constatent que l'augmentation de la vitesse de coupe conduit à la réduction de l'effet du lubrifiant. En 2006, Childs rappelle la problématique de l'action lubrifiante en résumant ses travaux en tournage de l'acier suivant trois cas de "lubrification" observés [CHI_06] :

- aux basses vitesses de coupe, les fluides de coupe peuvent réduire le frottement par la pénétration partielle dans la zone de contact copeau-outil (modèle de Williams),
- aux vitesses élevées de coupe, l'adoucissement thermique peut faciliter l'écoulement de la matière dans la zone de contact copeau-outil (auto-lubrification),
- aux vitesses intermédiaires de coupe, les inclusions de lubrifiants solides dans certains matériaux peuvent s'accumuler dans la zone de contact copeau-outil et faciliter le cisaillement de la matière.

Lubrifiant liquide ou sous forme gazeuse ne pénétrant pas à l'interface copeau-outil et agissant par la réduction de la zone de contact à cette interface

Ce modèle propose une solution alternative à un modèle d'action du lubrifiant reposant sur sa pénétration entre le copeau et la face de coupe de l'outil. Le lubrifiant peut agir de façon efficace en réduisant la longueur de la zone de contact copeau-outil [DeC_80]. Il est concevable que le lubrifiant puisse se comporter de cette façon dans les conditions de coupe continue ou lorsque

l'accès à l'interface copeau-outil est très limité (haute vitesse de coupe). Selon *De Chiffre*, il y a trois mécanismes qui contribuent à la réduction du contact entre les surfaces :

- la contamination de la face de coupe de l'outil par le lubrifiant au point A (cf. Figure I-11) ; elle a pour conséquence la réduction de l'adhésion des surfaces éloignées de l'arête de coupe. Cette action provoque d'autres phénomènes qui ont lieu simultanément et qui renforcent le mécanisme en question. Il s'agit notamment de la réduction de la compression du copeau (copeau moins déformé) qui limite encore plus la zone de contact et la pression dans les zones moins chargées [DeC_77],
- le refroidissement du côté extérieur de copeau au point B (cf. Figure I-11) ; il en résulte une courbure plus intense du copeau et donc un accès facilité pour le fluide de coupe en A. Le copeau se détache également plus rapidement et aisément,
- la promotion de la déformation plastique en B par l'action mécano-chimique du lubrifiant (effet Rehinder) ; cette action s'avère cependant être beaucoup moins significative [BAR_67].

La pression et le débit du lubrifiant peuvent faciliter le dégagement du copeau et donc l'aider à accéder à l'interface copeau-outil. Leurs effets ainsi que celui de la fixation des buses de lubrification semblent avoir un impact assez important sur la performance des fluides de coupe surtout dans le cas des opérations où la pénétration du lubrifiant est difficile et incertaine [ATT_06, DIN_07].

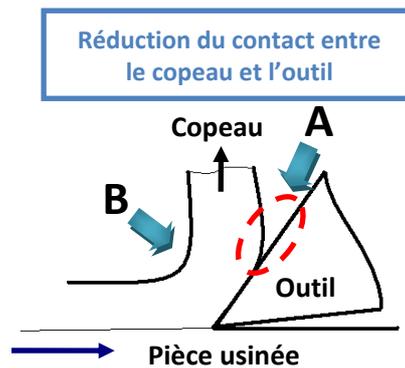


Figure I-11 : Réduction du contact copeau-outil par le lubrifiant

Il est probable que plusieurs phénomènes parmi ceux mentionnés dans les modèles ci-dessus entrent en jeu en même temps. Il est utile de rappeler que de nombreux paramètres tels que **les conditions de coupe, la continuité de la coupe (coupe continue ou discontinue), le matériau, l'outil ou la sévérité des contacts vont déterminer l'accès et l'action possible du lubrifiant**. Sa composition est un autre point important. **La taille des molécules actives, la facilité de leur diffusion et essentiellement leur réactivité sont des facteurs qui comptent énormément pour la performance finale du lubrifiant**. De plus en plus d'études en usinage s'accompagnent de techniques d'analyses des surfaces pour éclaircir les phénomènes physico-chimiques en coupe [BRI_04, WAK_03].

I.2.4. EVALUATION DES FLUIDES DE COUPE

L'évaluation de la performance des lubrifiants se fait typiquement à l'aide d'essais de laboratoire qui sont conduits sur les machines d'usure et de capacité de charge (tribomètres). Les méthodes tribologiques les plus souvent utilisées pour évaluer les performances des fluides de coupe, en particulier les propriétés AU et EP, sont les tribomètres 4 billes extrême-pression ou usure, la machine Falex "Pin and Vee Blocks", la machine Timken, la machine Almen Wieland ou la machine

Reichert. Ces essais sont faciles à mettre en œuvre et n'exigent pas beaucoup de temps. Ils se différencient par plusieurs paramètres [GEO_00] :

- la nature des mouvements relatifs des surfaces (le glissement pur est le plus fréquent),
- le type de contact : ponctuel, linéaire ou surfacique,
- la géométrie des éprouvettes, généralement très simple : bille/bille, bille/plan, cylindre/plan etc.,
- la vitesse de glissement variable de 0,1 m/s à plusieurs dizaines de m/s,
- la charge appliquée,
- la quantité de lubrifiant mise en jeu et sa température,
- le renouvellement ou pas de la surface frottée.

Le contact modélisé et les paramètres utilisés pour les tests tribologiques traditionnels ne permettent pas véritablement de reproduire la zone du contact outil-copeau-pièce en coupe, et notamment pour ce qui concerne les sollicitations sur la face de coupe et sur la face de dépouille de l'outil. Cependant, un progrès important a été réalisé dans la conception et la construction de nouveaux tribomètres afin de s'approcher des conditions sévères de la coupe [OLS_89, HED_91, ZEM_08, BON_08]. Même si ces nouvelles machines sont essentiellement dédiées pour l'instant à l'évaluation des propriétés des revêtements ou des matériaux des outils coupants, il est envisageable de les adopter pour celle des fluides de coupe.

Depuis les années 70, une nouvelle approche pour tester les fluides de coupe dans les conditions d'utilisation a été développée. Les premières tentatives d'évaluation ont en effet démontré que les résultats obtenus par les essais tribologiques peuvent être différents de ceux réalisés dans les vrais essais d'usinage. Plusieurs auteurs confirment que seuls les essais dans les conditions réelles d'usinage permettent d'évaluer les lubrifiants de façon pertinente [HEN_73, WEB_74, BLA_74, RIC_77, DeC_80, LOR_85]. Ces tests ont néanmoins des inconvénients tels que la quantité importante de matériau utilisé, la durée et le coût élevés des essais. En ce qui concerne leur difficulté, il est nécessaire de maîtriser parfaitement de nombreux paramètres pour que l'effet véritable du lubrifiant puisse être étudié (problème de répétabilité des essais).

Les tests d'évaluation des lubrifiants en usinage n'ont pas pour objectif primordial d'étudier les propriétés des lubrifiants mais de déterminer quel type de lubrifiants convient le mieux pour une application donnée et permettre ainsi d'améliorer la qualité d'usinage. Il est admis qu'un lubrifiant universel pour toutes les applications d'usinage n'existe pas. Il est possible cependant de classer les lubrifiants selon les groupes d'opérations d'usinage présentant des sollicitations similaires. La procédure complète d'évaluation des fluides de coupe devrait donc permettre de balayer les différentes combinaisons des opérations d'usinage avec des paramètres de coupe différents [DeC_02(2)]. Un travail remarquable dans le domaine des tests d'usinage pour l'évaluation des lubrifiants a été réalisé par *Belluco et De Chiffre*, consistant à mettre en place des procédures d'essais pour les diverses techniques d'usinage en réalisant différents types de mesures (efforts de coupe, durée de vie des outils, état de surface) [BEL_00].

Trois types de mesures sont couramment utilisés pour l'évaluation de fluides de coupe en usinage [COR_03] :

- la durée de vie des outils de coupe,
- la mesure des efforts de coupe et de la puissance de coupe,
- l'état de surface obtenu sur les pièces de la série d'essais.

La durée de vie des outils de coupe est un critère très important pour les industriels. Les tests de durée de vie des outils sont cependant difficiles à mettre en œuvre du fait de leur longue durée et de leur répétabilité moyenne (effet de l'outil important). En outre, les outils utilisés actuellement sont de plus en plus résistants à l'usure suite à l'évolution des matériaux de coupe et de nouveaux revêtements. Par voie de conséquence, le coût est le facteur qui pénalisera ce type de tests par rapport aux tests de mesure d'efforts de coupe ou de la qualité de surface.

Les mesures des efforts de coupe ou de la puissance consommée permettent d'évaluer les lubrifiants de façon rapide par rapport aux essais de durée de vie des outils. Cette méthode est très avantageuse car moins coûteuse, exigeant moins de matière et se caractérisant par une très bonne répétabilité et sensibilité par rapport au paramètre étudié. Il est donc compréhensible que ce type de test soit actuellement fortement utilisé non seulement pour évaluer les fluides de coupe mais aussi pour réaliser différentes études comparatives en usinage.

La qualité de surface est un moyen de tester les lubrifiants en tournage, alésage, perçage et taraudage. On mesure la rugosité arithmétique (R_a), la rugosité totale (R_t) ou la rugosité du profil. Les résultats obtenus lors des tests de qualité de surface montrent une sensibilité élevée aux lubrifiants mais une incertitude plus élevée que dans le cas des efforts de coupe. Le coût des tests est également souvent assez élevé du fait d'équipements spécialisés pour les analyses de la surface des pièces.

Les indicateurs : répétabilité, incertitude et coût estimés pour les multiples essais en usinage répertoriés dans la littérature montrent différentes tendances selon les trois types d'essais. Les essais de mesure des efforts de coupe s'avèrent avoir une meilleure répétabilité, une très bonne sensibilité aux lubrifiants, une incertitude des résultats assez basse et un coût modéré. Au contraire, les essais de durée de vie se caractérisent par une répétabilité moyenne, une incertitude des résultats et un coût élevé. Quant aux tests de qualité de surface, ils ont une qualité intermédiaire entre les deux autres types d'essais [DeC_00, DeC_02(2)].

Certaines procédures d'essais développés en usinage font l'objet de tests normalisés ; les essais de la durée de vie de l'outil trouvent une application en tournage [ISO 3685, NT MECH 040], fraisage [ISO 8688] ou perçage [NT MECH 038]. Les tests de mesures des efforts de coupe sont utilisés de façon standardisés pour évaluer les lubrifiants en taraudage [NT MECH 039, ASTM D-5619], perçage ou alésage.

La différence importante entre les tests tribologiques et les tests menés en usinage repose donc sur le suivi et l'étendue de l'analyse qui est faite. Sachant que les tests en usinage sont dans la plupart des cas développés par des usineurs et des mécaniciens, leurs travaux comparent les fluides de coupe en fonction de différents paramètres mais aboutissent rarement à la compréhension du mode d'action chimique du lubrifiant. Quant aux tribologues et aux chimistes utilisant les tests tribologiques, ils s'intéressent à l'activité chimique et aux mécanismes réactionnels des additifs en avançant l'hypothèse de travailler dans les conditions sévères de coupe. Quelques études intéressantes visant le couplage de deux domaines de compétences ont été réalisées. *Hong et al.* évaluent les sulfonates surbasés pour les fluides de coupe en faisant appel aux tests de taraudage normalisés pour classer leurs performances et les techniques d'analyses de surfaces pour déterminer les produits de réactions et de décomposition des additifs [HON_92, CAH_93, HON_93, HON_94]. *Haigang et al.* utilisent les mêmes moyens que *Hong* mais s'intéressent plus particulièrement à l'usinage d'alliage de titane avec les différents cations métalliques et les composés organo-cuivreux introduits dans les additifs pour les fluides de coupe aqueux [HAI_01, XUE_01]. *Mould et al.* réalisent les études consacrées à l'activité de différents additifs soufrés, organochlorés et aux interactions entre ces deux types d'additifs par des tests tribologiques classiques, des tests en taraudage et en perçage [MOU_72, MOU_72(2), MOU_73]. Ils effectuent des tests de réactivité chimique des additifs et des calculs thermochimiques pour expliquer les différentes performances des additifs testés.

I.2.5. PERFORMANCES ACTUELLES – BESOINS DU FUTUR

Le développement de différents composés chimiques principalement à base de soufre, mais aussi de phosphore, chlore, bore ou plomb pendant la dernière moitié du vingtième siècle, a permis d'atteindre un niveau d'efficacité de fluides de coupe très élevé. Néanmoins jusqu'à aujourd'hui aucun élément chimique n'est arrivé à surpasser les performances extrême-pression apportées par le soufre, d'où finalement peu de nouveaux composants dans les formulations d'huiles de coupe. Sachant que les composés chimiques soufrés et phosphorés sont toujours irremplaçables dans leurs

formulations, les métaux lourds et les composés chlorés ont été éliminés étant considérés extrêmement nuisibles. L'intérêt majeur dans la formulation d'huiles de coupe et par conséquent dans leurs performances actuelles se porte donc sur leur optimisation et la baisse des coûts liés à leur production, leur traitement et leur entretien. Cependant, les efforts mis en œuvre pour optimiser les performances des fluides de coupe sont rapidement nivelés par les nouvelles réglementations imposant de tendre vers des lubrifiants ayant un taux de biodégradabilité plus élevé et contenant moins de soufre et de phosphore. La difficulté est ainsi de garder la performance de fluides de coupe en diminuant leur teneur en composés toxiques dont certains composés soufrés et phosphorés font partie.

Dans le même temps, plus que jamais, les fluides de coupe sont concurrencés par les nombreuses solutions technologiques, souvent plus écologiques, développées pour l'usage. Néanmoins, les limitations importantes qui accompagnent ces "éco-procédés" ne peuvent que viser l'élimination des fluides de coupe dans certaines applications.

En terme de besoins pour la coupe des métaux dans le futur, deux voies d'évolution se démarquent clairement :

1\ Solutions au niveau de la formulation des huiles de coupe :

Lubrification traditionnelle :

- Optimisation des formulations actuelles – Une meilleure connaissance des mécanismes d'action des additifs et des interactions entre eux rend possible une diminution de leur nombre et un équilibrage de leur concentration dans les huiles de coupe (baisse de toxicité) et indirectement une baisse des coûts des formulations complètes.
- Utilisation des nouveaux additifs – Les processus de synthèse de nouveaux additifs sont souvent mieux maîtrisés donc leur stabilité thermique et leurs performances sont mieux connues et peuvent être, dans une certaine mesure, contrôlées.
- Recherche des synergies entre les additifs existant.

Lubrification pour les "éco-procédés" en usage – adaptation à la demande du marché :

- Développement de formulations biodégradables – L'amélioration de la stabilité thermique des huiles végétales (par exemple par l'ajout de certains additifs) peut permettre d'agrandir leur plage de fonctionnement dans le cas de la micro-lubrification (cf. ci-dessous 2\ Solutions au niveau des procédés).

2\ Solutions au niveau des procédés :

- Usinage à sec (avec air comprimé) – L'optimisation du choix des paramètres de coupe, des d'outils et de la composition du matériau usiné permet dans certains cas d'éliminer l'utilisation des fluides de coupe et de passer ainsi à l'usinage à sec [DIN_02].
- Micro-lubrification (MQL - Minimal Quantity Lubrication) – La micro-lubrification consiste en l'utilisation de petites quantités d'huile, d'émulsion ou d'eau dispersées de façon localisée par jet d'air (ou sans air, avec ou sans eau) par une ou plusieurs buses ; le nombre d'études explorant cette application croît constamment [RAH_02, SUD_02, VAR_02, ITO_06]. La micro-lubrification revêt un grand intérêt puisqu'elle permet de réaliser une économie importante en terme de dépenses pour les lubrifiants (petites quantités utilisées) mais exige l'adaptation de la machine et l'utilisation d'équipements spéciaux. Elle est également considérée plus écologique du fait d'utiliser, dans la plupart de cas, des huiles d'origine végétale ou des esters qui se caractérisent par une très bonne biodégradabilité et une basse toxicité. Les lubrifiants utilisés en micro-lubrification doivent être également résistants à l'oxydation et démontrer des propriétés stables pendant de longues périodes de stockage

(petites quantités utilisées) [WEI_04]. Par ailleurs, les limitations au niveau de leur stabilité thermique restreignent plus amplement l'application de la micro-lubrification [ITO_07].

- Mode d'administration des fluides de coupe – Différentes études ciblent l'amélioration de la performance de la lubrification conventionnelle en jouant sur son mode d'administration, entre autre : l'augmentation de la pression, du débit ou les différentes directions d'application du lubrifiant (fixation de buses de lubrification) [ATT_06, DIN_07], l'utilisation de petites quantités de lubrifiants conventionnels par le jet d'air [MAC_97].
- Lubrification avec des lubrifiants "non-conventionnels" tels que l'azote liquide (lubrification cryogénique) [HON_01, DHA_02], différents gaz (dioxyde de carbone, azote, argon) [STA_07], particules de lubrifiants solides dispersées dans l'air [NAG_08] ou dans l'huile de base [VAM_08, RED_06] – Ces méthodes, pour l'instant expérimentales, sont en voie du développement.

I.3. FLUIDES DE COUPE VUS PAR LA TRIBOCHIMIE

I.3.1. INTRODUCTION GENERALE

La coupe est un procédé de fabrication considéré comme l'un de plus difficile à modéliser. Les phénomènes s'y déroulant sont accumulés dans une petite zone et l'intensité des sollicitations mécaniques et thermiques qui s'y produisent ne peut qu'être donnée approximativement.

Dans le sous-chapitre précédent, l'action du lubrifiant en coupe a été discutée. Plusieurs modèles proposés dans la littérature mettent en évidence la diversité des paramètres qui gèrent l'accessibilité du lubrifiant dans les zones de contact. Parmi eux, on rappellera l'importance, entre autres, des sollicitations mécaniques, de la continuité de la coupe, de la géométrie de l'outil et des paramètres de coupe (principalement la vitesse de coupe). Cependant, l'accès du lubrifiant n'est pas une condition suffisante de sa performance. C'est l'action physico-chimique des additifs qu'il renferme qui détermine son efficacité ultime.

Dans les conditions sévères de coupe, du point de vue de la tribochimie, il est indispensable de s'interroger, en premier lieu, sur :

- l'état de la surface (sa nature chimique) et sa réactivité (par exemple les surfaces fraîches ont une haute réactivité chimique alors que les surfaces oxydées sont moins réactives car stabilisées par la couche d'oxydes et les contaminants),
- les conditions tribologiques qui activent les différents composés chimiques dans le lubrifiant (en fonction des températures, pressions, frottements),
- la structure chimique (réactivité chimique) et le taille des molécules actives (effet sur la diffusion),
- les interactions avec d'autres espèces contenues dans la formulation complète (compétition pour la surface entre des composés polaires agissant par adsorption ou chimisorption chimique),
- la nature chimique de l'huile de base,
- l'environnement et la présence d'oxygène.

Afin de formuler des lubrifiants bien adaptés au travail des métaux, une bonne connaissance des mécanismes d'action et des produits de réactions de certains groupes d'additifs (extrême-pression et anti-usure) utilisés dans toutes les formulations des fluides de coupe est nécessaire. Plusieurs études ont été réalisées afin d'éclaircir le fonctionnement de ces différents additifs. Elles fournissent des données très intéressantes sur les phénomènes tribochimiques. Néanmoins, la difficulté repose sur l'extrapolation de ces résultats aux conditions de coupe car la plupart de ces travaux expérimentaux a été effectuée dans des conditions éloignées de celles de la coupe en terme de pression du contact, de la vitesse et de la température (tests tribologiques classiques).

I.3.2. REGIMES DE LUBRIFICATION

On parle de lubrification lorsque l'on cherche à séparer deux corps solides en contact par un troisième corps, le lubrifiant, qui peut être liquide, solide ou gazeux. La courbe de Stribeck permet de représenter les tendances d'évolution du coefficient de frottement global en fonction de la sévérité des conditions de chargement et de la vitesse au contact. On y distingue trois régimes de lubrification [GEO_00] :

- lubrification hydrodynamique et élastohydrodynamique par un film fluide épais. Le paramètre le plus important est la viscosité du lubrifiant qui définit, avec la vitesse, l'épaisseur du film d'huile (l'usure est inexistante),
- lubrification mixte (limite et hydrodynamique) – les contacts solides sont plus nombreux que dans le cas du régime hydrodynamique,

- **lubrification limite** – l'épaisseur du film d'huile devient négligeable par rapport à la rugosité des surfaces ; **la viscosité de l'huile n'intervient plus, ce sont les additifs présents dans l'huile, en particulier les additifs anti-usure et extrême-pression qui joueront un rôle prépondérant.**

La **Figure I-12** présente la courbe de Stribeck et les quatre régimes de lubrification en fonction de la sévérité du contact. **Les conditions très sévères d'usinage correspondent aux conditions rencontrées en régime de lubrification limite.**

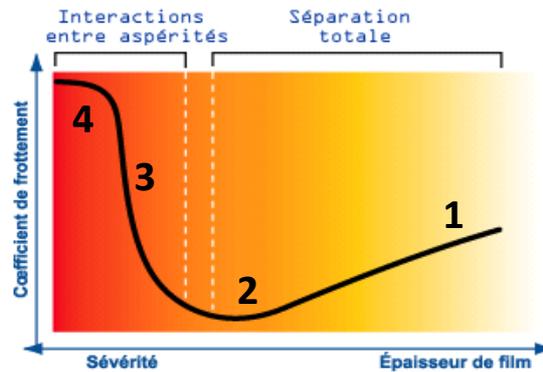


Figure I-12 : Les régimes de lubrification [Source : Tribologie CD-ROM, LTDS – Ecole Centrale de Lyon]
 1 – Régime hydrodynamique, 2 – Régime élastohydrodynamique
 3 – Régime mixte limite/hydrodynamique, 4 – Régime limite

I.3.3. ADDITIFS ANTI-USURE (AU) ET EXTREME-PRESSION (EP)

La plus importante famille d'additifs utilisée pour formuler les fluides de coupe est celle des additifs dits "porteurs de charge" (*load-carrying additives*) c'est-à-dire les additifs anti-usure (AU) et extrême-pression (EP). La diversité chimique des additifs AU et EP repose sur trois éléments chimiques clé : le soufre, le phosphore et le bore. **Le soufre étant l'élément chimique EP par excellence**, le phosphore et le bore les composés chimiques primordiaux des additifs AU ; cela permet de balayer une gamme très large d'applications selon la sévérité des sollicitations.

Les additifs AU et EP sont nécessaires si les charges appliquées sur les surfaces sont si élevées que les contacts ne peuvent pas être séparés par un film d'huile. La couche d'oxyde naturelle commence à être enlevée et les surfaces risquent d'adhérer. Les additifs AU forment une couche sacrificielle pour remplacer la couche manquante d'oxyde et diminuent le taux d'usure de façon considérable. Si les conditions s'aggravent encore plus et que l'usure est inévitable, l'intervention des additifs EP permettra alors d'empêcher la soudure des surfaces.

Les additifs AU et EP agissent de manière très similaire en formant un film protecteur appelé tribofilm sur la surface métallique qui est sollicitée par la température, la pression et le frottement. Les films formés se reforment de façon continue car consommés au cours du frottement. **La distinction entre les additifs AU et les additifs EP se fait essentiellement par la température à laquelle ils réagissent avec la surface.** Cette température va dépendre directement des conditions de charge et de vitesse au contact. Les additifs AU sont réactifs à température ambiante ou moyenne alors que les additifs EP vont réagir à température élevée. De plus, le taux de réaction des additifs EP est plus élevé que celui des additifs AU ; les films formés par les additifs EP sont alors plus épais [PAP_98]. La **Figure I-13** montre le domaine d'action de ces additifs.

Les additifs d'onctuosité forment un groupe d'additifs qui réagissent par adsorption physique ou chimique dans une plage limitée de températures (n'excédant pas 200 °C) mais pouvant supporter des pressions assez importantes. Ils permettent principalement de réduire le frottement par la formation des films adsorbés sur les surfaces chimiquement (réaction chimique avec la surface

pour former le savon métallique facilement cisailable) ou physiquement (adsorption de molécules polaires sur la surface par les forces d'attraction de Van der Waals).

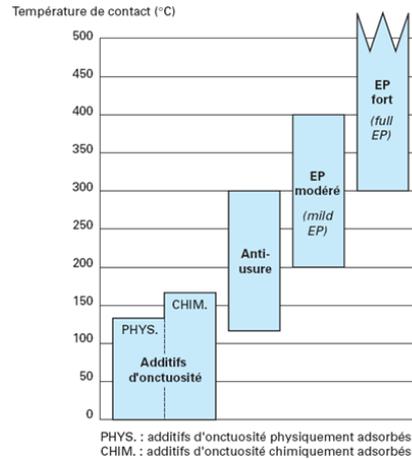


Figure I-13 : Domaine d'action des additifs [AYE_01]

Les additifs AU et EP utilisés pour la formulation des lubrifiants se divisent généralement en deux groupes [PAP_98] :

1. additifs chimiquement actifs – ils fonctionnent par réaction chimique avec les surfaces métalliques en formant des couches de lubrifiants solides :
 - les additifs soufrés (EP)
 - les additifs phosphorés (AU)
 - les esters boriques (AU)
 - les additifs chlorés (pratiquement plus utilisés à cause de leur toxicité et de leur mauvaise influence sur l'environnement (EP))
2. additifs chimiquement inactifs – ils fonctionnent par dépôt des produits de leur décomposition liés aux sollicitations :
 - "passive extreme-pressure" : alkylsulfonates de Ca et Na surbasiques (ou superbaisiques, ou encore surbasés) (EP)
 - les borates (EP)
 - le nitrure de bore hexagonal (EP)
 - (par la formation d'eutectiques sur les surfaces métalliques – les naphthénates de plomb, pratiquement plus utilisés à cause de leur toxicité et de leur mauvaise influence sur l'environnement (EP))

I.3.4. ADDITIFS SOUFRES, LEURS PROPRIETES ET NOTION DU SOUFRE ACTIF

Les additifs soufrés sont des composés polyvalents possédant des propriétés extrême-pression, des propriétés anti-usure et anti-oxydantes (surtout les dithiocarbamates). Toutefois, leur caractère anti-usure est beaucoup moins prononcé que celui des additifs plus polaires (additifs phosphorés), il est généralement admis de leur associer essentiellement des propriétés extrême-pression. La qualité des propriétés EP, AU et anti-oxydantes, apportées par un additif soufré donné sera liée notamment à sa structure chimique.

Les additifs soufrés sont formés généralement par réaction du soufre sur les insaturations des chaînes moléculaires provoquant la polymérisation par le soufre et/ou une saturation des chaînes carbonées. Ces chaînes jouent le rôle de "vecteurs" du soufre en permettant la compatibilisation de l'additif aux bases lubrifiantes tout en conservant une viscosité contrôlée.

Parmi les additifs soufrés utilisés actuellement dans les formulations, on trouve principalement [HIL_81, PAP_98, NAJ_03] :

- les oléfines soufrées (très bons additifs EP), deux types :
 - 1) les oléfines aux courtes chaînes (par exemple l'isobutylène (SIB) – environ 45% wt. de soufre),
 - 2) les oléfines aux longues chaînes (par exemple les sulfures d'alkyles ou les sulfures d'aryles contenant environ 10-20% de soufre) ; la structure générale est la suivante : $R-S_x-R$ avec $x = 3$ ou 5 (optimum),
- les corps gras soufrés et esters d'acides gras soufrés – ils contiennent en général environ 10-12% wt. de soufre et ils sont de très bons additifs AU et EP,
- les dithiocarbamates – ils se caractérisent par de bonnes propriétés AU, EP et anti-oxydantes (par exemple le dithiocarbamate de zinc),
- les thiocarbonates (par exemple le dithiole 1,2-thione3),
- les terpènes soufrés (par exemple le dipentène soufré),
- les xanthates (peu utilisés à cause de leur odeur).

Les propriétés AU et EP des additifs soufrés dépendent de leur structure chimique, en particulier de la fixation de l'atome de soufre. L'activité de l'additif est donc liée aux liaisons S-S, R-S et aux groupes organiques renfermés dans la molécule. La nature chimique de la surface (structure électronique) ainsi que les conditions tribologiques jouent également un rôle décisif dans la réactivité de ces additifs.

En tant qu'additifs AU (conditions tribologiques moyennement sévères), ils sont supposés agir sous forme de films adsorbés de mercaptates métalliques (R-S-M). Les propriétés AU des additifs soufrés dépendront de la nature des groupes organiques attachés à l'atome de soufre (la polarité). *Hiley et al.* suggèrent que les performances AU augmentent avec la longueur de chaîne soufrée pour une série de polysulfures donnée [HIL_81]. *Born et al.* remarquent la même tendance ; ils soulignent néanmoins l'apparition d'une usure corrosive pour les polysulfures de plus haut rang (S_3) [BOR_87]. Quant à la structure chimique des chaînes organiques, les dérivés aromatiques sont plus efficaces que les dérivés cyclaniques et les composés à longue chaîne donnent des films plus résistants que les composés à courte chaîne [FOR_70, AYE_01].

En tant qu'additifs EP, les composés soufrés réagissent par décomposition chimique (rupture de la liaison R-S) avec la surface en formant un film inorganique de sulfure de fer. Cette décomposition se produit suite à l'augmentation de la température de surface due au frottement (collisions entre les aspérités et enlèvement de l'oxyde). Plus la liaison R-S est faible, plus le soufre sera libéré facilement et réagira avec la surface en formant un film protecteur, ce qui implique aussi l'importance des groupes organiques R. Pour les sulfures d'alkyles, les structures organiques les plus ramifiées et les plus courtes donnent les meilleures performances [AYE_01]. Les propriétés EP des additifs soufrés augmentent avec la longueur de la chaîne de soufre [MOU_72, HIL_81, PAP_98]. La liaison S-S est plus facile à rompre que la liaison R-S ; ainsi donc, le disulfure sera plus actif que le monosulfure, le trisulfure plus actif que le disulfure, et ainsi de suite [FOR_70]. Néanmoins, de la même manière que pour les propriétés AU, la grande labilité du soufre dans les polysulfures contenant plus de trois atomes de soufre dans la chaîne soufrée peut conduire à de l'usure corrosive (cf. Figure I-14).

En parlant des propriétés AU et EP des additifs soufrés, on souligne l'importance de la notion de "soufre actif" : c'est-à-dire que les additifs contenant du soufre "actif" sont ceux qui cèdent facilement tout ou partie du soufre qu'ils contiennent. Les additifs soufrés renfermant du soufre dit "soufre combiné" ou "soufre inactif" ne libèrent leur soufre que très difficilement. La norme ASTM D-1662 définit le taux de soufre actif d'un additif à température donnée comme une différence exprimée en pourcentage pondéral de teneur en soufre avant et après réaction d'un échantillon de cet additif avec une quantité donnée de cuivre pendant un temps fixe. Ce type de test permet d'évaluer la disponibilité de la quantité du soufre "libre" en fonction de la température et par conséquent de mieux comprendre le comportement thermique de l'additif et son activité chimique dans une application réelle. L'atome de soufre est attaché dans la molécule différemment suivant la

nature et le degré de polymérisation de sa structure organique (oléfine, ester, polysulfure, thiocarbamate) ; sa manière de libérer le soufre varie donc d'un cas à l'autre. Il est pourtant vrai que la quantité de soufre actif augmente avec le nombre d'atomes de soufre contenu dans une molécule soufrée car la probabilité d'y avoir plus de liaisons S-S faciles à rompre est plus grande. Toutefois, le risque d'usure corrosive s'accroît également. *Hiley et al.* avancent une loi semi-empirique pour prédire les performances EP des additifs soufrés selon laquelle l'activité de la molécule soufrée peut être représentée comme somme des activités des atomes de soufre qu'elle contient [HIL_81]. Le soufre élémentaire S_8 (facilement libéré, même à basse température) est par définition le plus actif mais aussi le plus corrosif. La corrosion vis-à-vis du Cu et du Fe augmente avec la longueur de la chaîne soufrée. Par conséquent la recherche de l'équilibre, tout en gardant la performance maximale, entre l'usure corrosive et l'usure adhésive des surfaces est un défi pour la formulation des lubrifiants contenant les additifs soufrés (cf. Figure I-14).

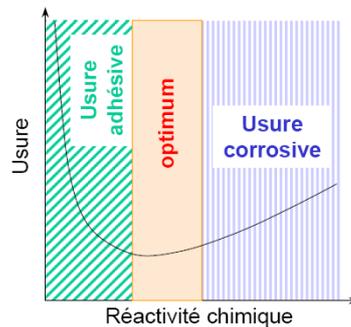


Figure I-14 : Equilibre entre la réactivité chimique de l'additif et le type d'usure [Source : cours Tribologie Denis Mazuyer, LTDS – Ecole Centrale de Lyon]

Les additifs soufrés (surtout les dithiocarbamates) ont également un caractère anti-oxydant. Le soufre décompose les hydroperoxydes en composés plus stables protégeant ainsi contre la formation de radicaux libres et donc empêchant l'oxydation de la base lubrifiante [AYE_01].

I.3.5. NATURE CHIMIQUE DES FILMS FORMES PAR LES ADDITIFS SOUFRES

Même si depuis les années 50, l'action des additifs soufrés est attribuée à la formation de sulfures métalliques [BOW_50], plusieurs études ont été réalisées afin de déterminer la composition chimique exacte des films formés avec les additifs soufrés et expliquer leur performance. Trois techniques d'analyse de surfaces apportent des informations particulièrement riches sur la nature chimique des films formés en lubrification : Spectroscopie de photoélectrons X (XPS), Spectroscopie d'électrons Auger (AES) et Spectrométrie d'absorption des rayons X (XANES). Quelques uns des résultats les plus pertinents de la littérature sont présentés par la suite.

Bird et Galvin sont parmi les premiers à s'intéresser à la nature chimique précise des films formés lors du frottement en présence d'additifs soufrés. En analysant avec la méthode XPS les surfaces frottées, ils détectent deux types de composés soufrés : les sulfures et les sulfates [BIR_76]. Ils ne sont toutefois pas en mesure d'identifier précisément le type de sulfure détecté. Dans le cadre de la même étude, ils analysent les films formés thermiquement par immersion dans des solutions d'additifs chauffées et y trouvent uniquement des sulfates. *Baldwin* analyse également en XPS les surfaces issues du frottement avec les différents additifs soufrés. Dans tous les cas, il détecte des sulfures de fer sur les surfaces frottées [BAL_75]. *Wheeler* réalise des tests de frottement dans les conditions moins (domaine d'utilisation des additifs AU) et plus sévères (domaine d'utilisation des additifs EP) [WHE_78]. L'analyse XPS des surfaces des films formés dans les conditions sévères montre la présence de sulfures de fer et de faibles quantités de sulfates. Les films formés avec les mêmes additifs mais dans les conditions moins sévères contiennent des sulfures et des sulfates mais uniquement sous forme de traces. Après avoir légèrement abrasé la surface des deux types de films

analysés, *Wheeler* observe que les sulfures persistent uniquement sur la surface frottée dans les conditions sévères alors que les sulfates disparaissent dans les deux cas.

De nombreux travaux confirment les résultats obtenus par ces trois précurseurs de l'analyse chimique des films formés par le frottement avec les additifs soufrés. Il est généralement reconnu que ces films sont principalement constitués des sulfures de fer souvent accompagnés de différents composés soufrés oxydés tels que les sulfates ou les sulfones, mais aussi d'oxydes (voir § 1.3.7. Paramètres à prendre en compte – Présence d'oxygène). La présence des sulfures de fer est d'autant plus marquée si les conditions tribologiques sont plus sévères. Le rôle des composés organiques détectés dans certains films fait objet de quelques discussions.

Il faut attendre jusqu'au début du XXI siècle pour témoigner de la performance d'une technique de pointe d'analyse des surfaces – le XANES – dans la tribochimie, en l'occurrence dans l'analyse de tribofilms formés par les différents additifs utilisés dans la lubrification. Cette technique, particulièrement sensible à la différenciation des composés soufrés, met en évidence la formation, jamais constatée auparavant, de différents types de sulfures de fer selon la sévérité des tests de frottement réalisés. *Najman et Kasrai* rapportent des résultats très intéressants [NAJ_03]. Dans les conditions de frottement moyennement sévères, les auteurs détectent en effet sur les films formés des sulfures de fer FeS_2 (possibilité de petites quantités de sulfure de fer FeS) et des sulfates. Dans les conditions plus sévères, ils remarquent essentiellement la présence des sulfures de fer FeS . Ils l'attribuent à la décomposition de FeS_2 ou à la réaction directe du soufre provenant de l'additif décomposé avec le fer métallique. En outre, les surfaces des éprouvettes non frottées immergées dans les huiles contenant différents additifs soufrés chauffées à 100 °C présentent uniquement l'existence des sulfates de fer – FeSO_4 , $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ – ce qui correspond aux résultats obtenus antérieurement dans la littérature. Cela prouve, de nouveau, l'importance des conditions tribologiques (pression, température et frottement) sur l'activité de ces additifs. Récemment, la modélisation de l'action des additifs soufrés par voie gazeuse (la création du tribofilm a lieu en phase gazeuse) permet de distinguer les diverses formes des sulfures de fer formées (FeS et FeS_2) par deux additifs dont les efficacités sont distinctes dans les mêmes conditions testées [TAN_07]. Toutes ces nouvelles données sont d'autant plus importantes que les sulfures de fer FeS et FeS_2 se caractérisent non seulement par une forme chimique différente mais aussi par des propriétés mécaniques différentes [WAT_00, WAN_05]. A l'heure actuelle, l'explication de la présence des différents sulfures, n'est toujours pas établie avec certitude, s'agit-il d'une étape intermédiaire de décomposition des additifs [NAJ_03] ou est-ce plutôt lié à la capacité d'un additif soufré donné à former "un bon sulfure" dans les conditions tribologiques déterminées [TAN_07]. La discussion sur les mécanismes d'action des additifs soufrés semble donc prendre une nouvelle direction. Il est possible que toutes les pistes pour ce qui concerne le comportement tribochimique de ces additifs ne soient pas encore explorées.

1.3.6. MECANISMES D'ACTION DES ADDITIFS SOUFRES

Depuis qu'il est généralement admis que les additifs soufrés réagissent avec la surface métallique par la formation de films de sulfures de fer, plusieurs mécanismes de réaction des additifs soufrés ont été proposés dans la littérature. De multiples travaux ont été réalisés pour comprendre le mode d'action de ces additifs en régime limite. Cependant, leurs mécanismes réactionnels jusqu'à aujourd'hui ne sont pas entièrement élucidés. La difficulté de modéliser les conditions extrêmes dans lesquelles ces additifs deviennent extrêmement performants est une raison majeure de l'ambiguïté persistante autour de leur mode d'action.

La plupart des études réalisées, dont l'objectif est de clarifier les réactions chimiques des additifs soufrés, est effectuée en prenant comme molécule-modèle les différents polysulfures qui se caractérisent par une structure chimique assez simple. Les polysulfures se classent également parmi les additifs soufrés EP les plus efficaces du fait de leur contenu élevé en soufre. Les mécanismes présentés ci-après sont basés sur l'analyse de résultats issus de tests tribologiques (sauf le modèle de

Mori) et constituent les étapes les plus significatives dans la compréhension du mode d'action des additifs soufrés dans la littérature.

Davey *et al.* trouvent que les disulfures sont plus performants que les monosulfures, et que les groupes organiques peuvent avoir un impact sur la performance des additifs. Dans les conditions tribologiques moyennement sévères, ils supposent qu'ils agissent sous forme de films adsorbés de mercaptates métalliques et leur donnent un rôle similaire à celui des savons métalliques. Dans les conditions tribologiques sévères, ces additifs sont par conséquent associés à la capacité des espèces adsorbées à être transformées par décomposition en couche de sulfures métalliques. La **Figure I-15** montre le mécanisme des réactions de mono- et disulfures proposé par Davey *et al.*, qui suit deux étapes consécutives (adsorption et décomposition) [DAV_57].

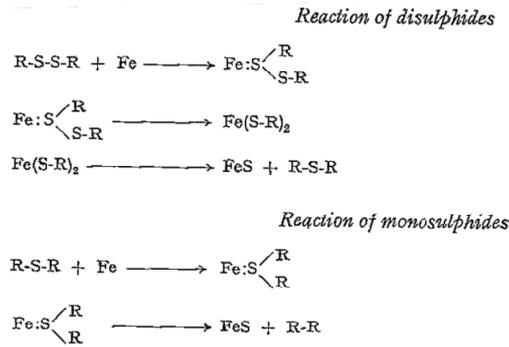


Figure I-15 : Mécanisme des réactions de mono- et disulfures selon Davey *et al.* [DAV_57]

Allum *et Forbes* contribuent à la compréhension du mode de fonctionnement des additifs soufrés en réalisant de nombreuses études [ALL_65, ALL_68, FOR_70, FOR_70(2), FOR_73]. Ils s'intéressent particulièrement à l'influence des groupes organiques sur les performances AU et EP des mono- et disulfures. Selon Forbes, la performance EP des composés soufrés augmente avec la faiblesse de la liaison R-S, contrairement à la performance AU qui dépend de la facilité à rompre la liaison S-S, donc de la formation des films de mercaptates métalliques [FOR_70(2)]. Selon lui, deux facteurs différents gèrent donc les performances AU et EP des additifs soufrés. Le mécanisme de réaction des disulfures proposé par Forbes discrimine l'action AU et EP des additifs soufrés mais, sur le principe, reste très similaire à celui de Davey *et al.* (cf. Figure I-16).

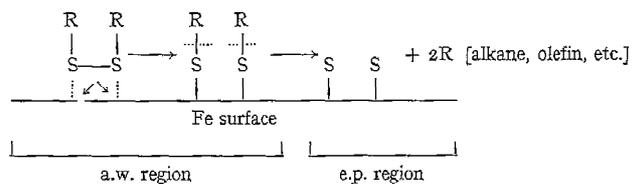


Figure I-16 : Mécanisme de réaction des disulfures selon Forbes [FOR_70(2)]

Après avoir réalisé l'étude de la réactivité chimique des additifs soufrés en présence de poudre de fer, Forbes *et al.* reviennent sur leurs constats concernant les performances AU des additifs soufrés et suggèrent qu'elles soient finalement fonction de groupes organiques attachés à l'atome de soufre [FOR_73]. Ils considèrent que l'homolyse de la liaison S-S mène à la formation des thio radicaux dont la réactivité (dans la solution ou avec la surface métallique) dépendra de la liaison C-S comme dans le cas des performances EP (cf. Figure I-17).

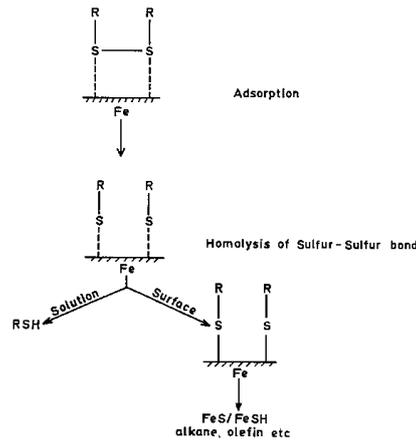


Figure I-17 : Mécanisme de réaction des disulfures selon *Forbes et al.* [FOR_73]

Kajdas propose un mécanisme basé sur les interactions ioniques entre la surface et l'additif soufré [KAJ_85]. Le frottement et les déformations plastiques activent la surface qui émet des particules (exo-électrons) se caractérisant par de faibles énergies (2-4 eV) et une durée de vie limitée. Les aspérités de la surface frottée sont ainsi chargées positivement à cause de leur émission. Les exo-électrons ionisent les molécules soufrées qui, quant à elles, acquièrent une charge négative. D'après *Kajdas*, le mécanisme d'action de l'additif soufré peut être expliqué par la réaction de l'additif soufré chargé négativement sur la surface frottée possédant la charge positive. La cinétique de la réaction dépendra de la facilité d'une molécule soufrée à devenir un ion négatif. La **Figure I-18** montre les étapes consécutives dans la théorie de *Kajdas*.

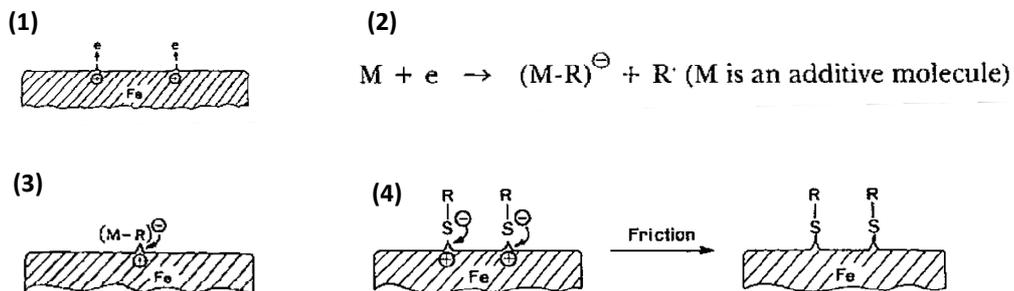


Figure I-18 : Mécanisme ionique d'action des additifs selon *Kajdas* [KAJ_85] :

- (1) Emission d'exo-électrons – les aspérités de la surface deviennent positivement chargées,
- (2) Molécule d'additif transformée en ion (radical) négatif (MR)⁻ près de la surface frottée,
- (3) Réaction de (MR)⁻ avec la surface et formation du film organique et des polymères de friction,
- (4) (MR)⁻ où M=Soufre en tant que film AU (conditions EP – libération des radicaux R)

Mori et al. mettent en évidence l'importance de la nature chimique des surfaces (métaux de transition, métaux simples, alliages) et de leur activité chimique en tant que surfaces fraîches pour le mode d'action des additifs soufrés [MOR_88]. L'expérience de *Mori* consiste à rayer la surface dont l'activité chimique est testée, avec un outil coupant sous vide à température ambiante, en introduisant les molécules-modèles de différents lubrifiants sous forme de gaz. La différence entre la pression du gaz introduit dans l'enceinte et celle du gaz restant au bout d'un certain temps est mesurée avec le spectromètre de masse (analyseur quadripolaire). Le delta de pression ainsi déterminé est attribué à la chimisorption du gaz par la surface testée.

Mori et al. démontrent que les additifs soufrés sont plus actifs sur la surface vierge métallique tandis que les additifs phosphorés sont chimisorbés sur les surfaces oxydées [MOR_88, MOR_95]. La réactivité des surfaces métalliques oxydées est différente de celle des surfaces

métalliques fraîches. Les mesures de la réactivité d'une surface vierge montrent qu'elle est très réactive et effectivement plus particulièrement vis-à-vis du soufre [MOR_83]. Ceci explique la prédominance des composés soufrés dans les conditions EP (les surfaces vierges majoritairement) mais leur infériorité par rapport aux composés phosphorés dans les conditions AU (l'oxyde n'est pas encore enlevée entièrement) (cf. Figure I-19). Le mécanisme de *Mori* établit qu'il existe une affinité chimique entre les composés polaires et la surface oxydée ainsi qu'entre les composés non polaires (par exemple les additifs soufrés) et la surface métallique fraîche.

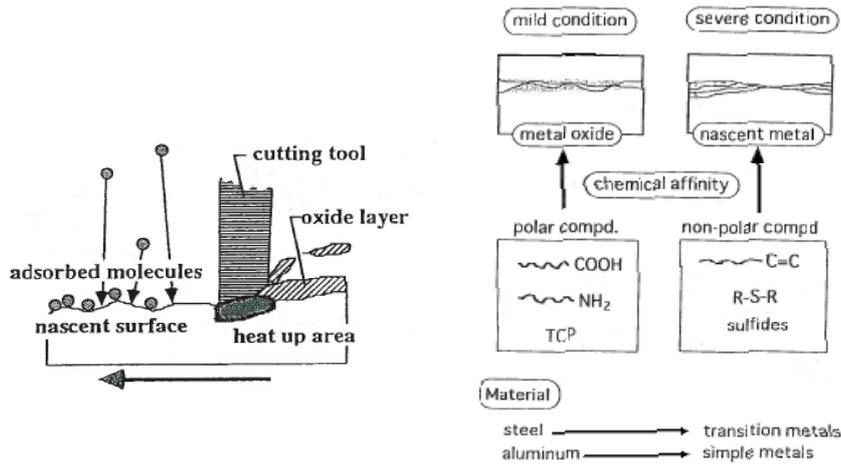


Figure I-19 : Modèle d'adsorption sur la surface fraîche créée par le rayage et schéma de réactions des composés soufrés et phosphorés proposé par *Mori* [MOR_95]

Mori explique ces résultats par le concept de la dureté chimique de *Pearson* (HSAB – Hard and Soft Acids and Bases Principles [PER_96]). D'après cette théorie, les liaisons chimiques entre deux espèces se font par une réaction acido-basique au sens de LEWIS. Les réactions chimiques suivent une simple règle : un acide dur réagit de façon préférentielle avec une base dure et un acide mou avec une base molle (cf. Figure I-20). Le soufre (S^{2-}) est classifié en tant que la base molle et interagit avec l'acide mou tel que le fer métallique (Fe^0), et pas avec un acide dur tel que celui présent sur la surface oxydée (Fe^{3+} , Fe^{2+}).

	Acid	Base
Hard	H^+ , Na^+ , Fe^{3+} , Ca^{2+} , SO_3 , RSO_3^+	H_2O , OH^- , NO_3^- , RO^- , SO_4^{2-}
Borderline	Fe^{2+} , Co^{2+} , Zn^{2+} , Cu^{2+} , SO_2	NO_2^- , N_3^- , N_2 , SO_3^{2-}
Soft	Cu^+ , Fe^0 , Pt^{2+} , Cd^{2+} , metal atoms, bulk metals	R_2S , S^{2-} , RS^- , $S_2O_3^{2-}$

Figure I-20 : Classification de certains acides et bases durs et mous selon *Pearson* [NAJ_03]

Une approche de la dureté chimique de *Pearson* est souvent utilisée pour expliquer les réactions tribochimiques. Récemment, quelques auteurs ont utilisé ce principe pour illustrer la formation préférentielle de différents sulfures métalliques [DeB_03, NAJ_03, TAN_07].

I.3.7. PARAMETRES A PRENDRE EN COMPTE

Huile de base

Même si, dans le cas de la lubrification limite, toute l'importance est attribuée à l'action physico-chimique des additifs et que l'huile de base joue un rôle secondaire, la nature de la base lubrifiante (composition chimique, pureté, degré de raffinage ou viscosité) est décisive pour la stabilité du lubrifiant vis-à-vis de l'oxydation, la bonne solubilité et la mobilité des molécules d'additif et donc, dans une certaine mesure, sa performance finale.

Forbes accentue le fait que le choix de l'huile de base est important lors de la formulation des lubrifiants [FOR_70]. Puisque certaines huiles de base contiennent à l'origine des éléments actifs tels que les résidus soufrés ou phosphorés, le problème de compétition pour la surface peut apparaître entre ces éléments et les additifs incorporés dans le lubrifiant. *Cameron et al.* démontrent que la bonne compatibilité de l'huile de base avec l'additif résulte en la formation de films lubrifiants plus épais et plus résistants aux sollicitations [CAM_77].

Présence d'oxygène

La couche d'oxyde facilement renouvelée est une première barrière de protection des surfaces qui entrent en contact. Quelques travaux réalisés en usinage en présence d'oxygène montrent que son effet est bénéfique pour la coupe (baisse des efforts de coupe) contrairement aux opérations réalisées en présence d'azote ou d'argon [ROW_66, MOU_72]. L'oxygène peut provenir de l'air ambiant, si l'opération est réalisée à sec, ou du lubrifiant (oxygène sous forme dissoute). Néanmoins, sa concentration dans le lubrifiant, dans le cas d'une saturation, est au moins deux fois moins importante que celle de l'additif [MOR_95].

L'importance de l'oxygène pour l'action des additifs soufrés dans la lubrification limite a été soulignée par de nombreuses études. D'après certains auteurs, sa présence est même indispensable pour que les sulfures puissent être formés. D'ailleurs, l'analyse des surfaces de films formés pendant le frottement avec les composés soufrés montre que les sulfures de fer sont toujours accompagnés d'oxydes métalliques.

Godfrey et al. supposent que la présence de l'oxyde de fer est une condition nécessaire pour que les additifs soufrés puissent assurer leurs performances extrême-pression [GOD_62]. *Tomaru et al.* suggèrent que l'oxygène en présence de l'additif soufré peut agir dans les conditions de lubrification mixte et ainsi donc agir avec lui de façon synergique. L'oxygène est également l'un des paramètres chimiques qui contrôlerait la formation du film de sulfure [TOM_77]. Dans le mécanisme d'action des additifs soufrés par ionisation d'après *Kajdas*, la présence de l'oxyde (ou d'autres films inorganiques) est nécessaire pour que la surface émette les exo-électrons qui conditionnent toute la réaction et par conséquent la formation de films de sulfures (cf. Figure I-18). *Sakai et al.* réalisent une étude dans laquelle ils démontrent qu'une insuffisance ou un excès d'oxygène dans le lubrifiant baissent de façon importante la performance des additifs soufrés [SAK_92]. De la même manière que la concentration de l'additif soufré dans le lubrifiant, la concentration de l'oxygène doit être optimisée. Selon certains auteurs, l'oxyde de fer protège aussi contre la sulfuration excessive des surfaces qui sont en contact avec les additifs soufrés [TOM_77(2), WHE_78].

Toutes ces études démontrent l'importance de l'oxygène dans les réactions tribochimiques avec les additifs soufrés. Il semblerait que les concentrations de ces deux éléments dans le lubrifiant déterminent sa performance finale.

Interaction avec d'autres additifs

Les lubrifiants sont constitués d'un mélange d'additifs dont certains réagissent par adsorption ou ont besoin d'être adsorbés pour réagir avec la surface métallique. Ce sont

essentiellement les additifs qui se distinguent par une polarité élevée, tels que certains additifs anti-usure, les détergents ou les additifs d'onctuosité. Il existe donc une compétition entre ces divers additifs à être adsorbés en priorité sur la surface. Cette rivalité est souvent à l'origine des interactions antagonistes entre les éléments chimiquement actifs dans le lubrifiant et peuvent engendrer une baisse de performance.

Même si certains additifs sont considérés comme ayant des domaines de fonctionnement différents et des moments dipolaires plus ou moins élevés tels que les additifs soufrés et phosphorés, il est quasiment impossible de prévoir le genre et l'ordre de grandeur des interférences entre ces différentes espèces au niveau moléculaire. En fonction de différentes associations entre des molécules soufrées et phosphorées, la performance du lubrifiant peut être détériorée (interaction antagoniste) ou améliorée (synergie) [PAP_98]. Autrement dit, un lubrifiant contenant un mélange de ces additifs peut être plus ou moins efficace par rapport au lubrifiant qui contient un seul additif à la fois. Cependant, ce type d'informations ne peut être souvent acquis que par voie expérimentale. Les réactions à la surface, dans ce cas-là, dépendront majoritairement de la structure chimique des additifs, du ratio entre les éléments S/P et des conditions tribologiques.

Certaines combinaisons d'additifs permettent d'élargir le champ d'action du lubrifiant en lui conférant des propriétés adaptées à une gamme plus large de sollicitations. Parmi les synergies connues et utilisées entre les additifs dans les formulations de lubrifiants pour le travail des métaux, on compte les mélanges des additifs soufrés EP avec : les sulfonates surbasés, les corps gras ou les dérivés de corps gras et certains additifs phosphorés (cf. Figure I-21).

Plusieurs auteurs s'intéressent aux mixtures des oléfines soufrées avec les sulfonates qui mènent à une augmentation significative de la performance des lubrifiants lors de tests de taraudage [CLA_89, CAH_93]. Les sulfonates du premier groupe des métaux (Na, K) sont plus efficaces que ceux du deuxième groupe (Ca, Mg) [HON_92, HON_93]. Ils semblent agir par des réactions de nature physique [RIG_92]. Le même type de synergie est attribué aux mélanges contenant des oléfines soufrées (additif EP) et des corps gras. Alors que les agents de surfaces tels que les corps gras ou leurs dérivés et les sulfonates réagissent habituellement dans les conditions pas assez sévères pour que les additifs soufrés EP puissent être actifs, les composés soufrés, quant à eux, prennent le relais dans le cas des sollicitations très sévères où les composés polaires ne peuvent plus fonctionner.

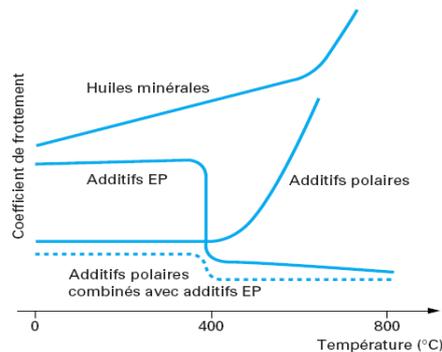


Figure I-21 : Synergies possibles des additifs EP avec les additifs polaires [BRO_05, d'après BOW_50]

I.4. BUTS POURSUIVIS ET STRATEGIE

Buts poursuivis

L'objectif primordial de l'étude est de **sélectionner l'additif soufré le plus efficace pour la coupe des métaux** parmi quatre additifs soufrés représentant les familles distinctes des additifs soufrés utilisés dans la formulation des huiles de coupe. Cette sélection est réalisée par la vérification des performances de l'additif dans les conditions réelles de son application (essais instrumentés en usinage). Cette démarche est essentielle car elle permet de déterminer la pertinence de la formulation des huiles pour la coupe, en explicitant la fonction et l'apport de chaque additif de façon individuelle.

Le deuxième but consiste à **comprendre les mécanismes d'action** de ces différents additifs par l'analyse de leurs produits de réactions (analyse physico-chimique des surfaces) et ainsi expliquer les performances évaluées pendant les tests en usinage.

Le troisième objectif est **d'apporter plus de connaissances sur l'influence des différents paramètres liés à la coupe sur l'action des lubrifiants** dans le cas de l'usinage moderne.

L'objectif à long terme est de **formuler les huiles de coupe entières comportant le minimum d'additifs nécessaires à assurer une performance maximale** pour l'usinage des aciers.

Contexte de l'étude

Huile de coupe :

Ce travail est consacré entièrement à l'étude des huiles entières de coupe utilisées essentiellement pour apporter la lubrification (action physico-chimique). La caractéristique "clé" étudiée est la nature des additifs soufrés. Tous les additifs ont été solubilisés dans une huile de base inerte pour obtenir dans les mélanges une teneur similaire en soufre, en l'occurrence environ 1% en masse. L'effet de la concentration en additif est également testé pour le composé soufré le plus efficace.

Matériaux :

L'étude se focalise sur l'usinage des aciers prétraités ou ayant des caractéristiques mécaniques élevées. Cette application industrielle est la plus courante en usinage pour l'huile entière, et aussi l'une des plus exigeantes en terme de performance d'usinage ; ces aciers sont quant à eux utilisés très fréquemment dans la plupart des industries actuelles.

Outil :

Tous les outils de l'étude sont utilisés en pratique dans l'usinage des aciers. Les conditions industrielles sont ainsi exactement reproduites. Il s'agit principalement des outils en carbure métallique (revêtus ou non revêtus). Certaines expériences sont réalisées avec des outils en acier rapide mais toujours en cohérence avec l'application industrielle.

Dans la première partie de l'étude, les propriétés lubrifiantes d'une molécule-modèle des additifs soufrés dans les différents cas d'usinage sont étudiées. Cette partie de l'étude doit permettre de mieux comprendre les phénomènes de lubrification en coupe et de choisir les conditions optimales pour la partie cruciale de ce projet, à savoir, la sélection de l'additif soufré le plus performant pour l'usinage des métaux.

On se focalise sur trois paramètres liés à la coupe et dont l'influence sur l'action de la lubrification des fluides de coupe dans le cas de l'usinage moderne est actuellement peu connue, à savoir :

- **la vitesse de coupe** – l'effet du lubrifiant, peu connu à moyenne et haute vitesse de coupe, est étudié car la majorité des techniques d'usinage d'aujourd'hui est réalisée dans cette plage des vitesses (par exemple en tournage et en fraisage) au détriment des techniques à basse vitesse de coupe où l'effet du lubrifiant est souvent mieux discernable (tarudage),
- **l'accès du lubrifiant à la zone de coupe** – l'effet du lubrifiant dans le cas de la coupe continue et interrompue est discuté par rapport à son accessibilité plus au moins facilitée aux interfaces copeau-outil-pièce usinée, selon le cas (tournage vs. fraisage),
- **la création des surfaces par coupe et par déformation plastique** – l'influence de la différence des sollicitations sur l'activité du lubrifiant lors de deux procédés de fabrication très éloignés – la coupe et la mise en forme (tournage, fraisage vs. tarudage par déformation) – est également étudiée.

Dans la deuxième partie de l'étude, les performances de quatre additifs soufrés choisis, isolés dans des mélanges distincts, sont déterminées par la mesure de l'énergie spécifique de coupe et de l'usure des outils en fraisage. Compte tenu des résultats de la première partie de l'étude, cette technique d'usinage, plus discriminante que le tournage, est choisie préférentiellement pour l'évaluation des efficacités des différents additifs en coupe.

Les performances des additifs sont également vérifiées en tarudage par déformation. D'une part, dans un objectif de comparaison au regard de la coupe. D'autre part, en vue de disposer d'une méthode d'évaluation des lubrifiants pour les techniques se caractérisant par le même ordre de sollicitations : la bonne répétabilité des résultats et la facilité de mise au point de cette expérience permettent en effet d'envisager le tarudage par déformation comme tel.

Pour l'ensemble des investigations, une démarche d'analyse physico-chimique est conduite afin d'établir à l'échelle microscopique la nature des produits de réaction et les mécanismes d'action des additifs sur les copeaux, les outils ou les pièces usinées. Les deux techniques d'analyse de surfaces utilisées sont essentiellement : la Spectroscopie de photoélectrons X (XPS) et la Spectroscopie d'électrons Auger (AES).

Moyens
mis en
œuvre

Instrumentation :

Pour la partie usinage, les moyens mis en œuvre pour l'étude sont :

- Centre d'usinage grande vitesse, Tour CN,
- Divers capteurs de mesure d'efforts de coupe,
- Scie fil diamant.

Pour la partie analyse, les moyens mis en œuvre pour l'étude sont :

- Spectroscopie de photoélectrons X (XPS), Spectroscopie d'électrons Auger (AES),
- Microscope électronique à balayage (MEB), Microscope électronique en transmission (MET),
- Spectroscopie dispersive en énergie (microsonde EDS),
- Spectroscopie à étincelles, Mesure de dureté.

Chapitre II

Etude mécanique et tribochimique de la performance
lubrifiante d'un polysulfure dans différentes
applications d'usinage

II.1. ANALYSES DES SURFACES (XPS, AES) APPLIQUEES A L'USINAGE

La surface est souvent considérée comme une "carte de visite" du matériau ; sachant que ses caractéristiques mécaniques et physico-chimiques diffèrent de celles du cœur du matériau, une bonne connaissance de sa composition et de ses propriétés tribologiques est donc indispensable pour pouvoir prédire le fonctionnement d'une pièce entière dans une application industrielle et son comportement en matière d'endommagement au cours du temps. Cela se traduit par la mise en œuvre de nombreuses techniques d'analyse de pointe. Ces outils analytiques peuvent être classés en deux familles selon les informations qu'ils apportent au sujet de la surface :

- les techniques s'intéressant à la structure, la texture et aux propriétés mécaniques de la surface telles que le Microscope à Force Atomique (AFM), la Nanoindentation, la Diffraction d'électrons lents (LEED), le Microscope électronique en transmission (MET) etc.
- les techniques fournissant des données sur la composition et la nature chimique de la surface telles que la Spectroscopie d'électrons Auger (AES), la Spectroscopie de photoélectrons X (XPS), la Spectroscopie de masse d'ions secondaires à temps de vol (ToF-SIMS) etc.

Ce chapitre vise à étudier la performance lubrifiante d'un polysulfure (précisément du pentasulfure) dans différentes techniques d'usinage : tournage, fraisage et taraudage par déformation. Les motifs de la sélection de ces trois techniques d'usinage ont été expliqués dans le **Chapitre I** (cf. I.4. Buts poursuivis et stratégie). Pour ce qui concerne le lubrifiant, c'est une solution de 3% wt. de pentasulfure (ADDS1) dans une huile de base d'origine minérale chimiquement inerte (HB Yu4) (hautement raffinée, sans résidus chimiquement actifs). L'utilisation du mélange simplifié contenant un seul additif soufré se caractérisant par une structure chimique simple ($C_{12}S_5$) et une pureté élevée (issu de la synthèse chimique) a pour but de faciliter l'analyse des réactions tribochimiques en se focalisant uniquement sur l'activité d'un unique élément chimique actif – le soufre. La complexité des réactions physico-chimiques augmente avec le nombre d'éléments actifs présents dans le système étudié. La molécule soufrée choisie possède d'excellentes propriétés EP dans les conditions tribologiques très sévères (température, pression et vitesse de glissement relatif des surfaces élevées). De plus, les polysulfures sont les additifs soufrés les plus souvent utilisés dans les formulations d'huiles de coupe et se caractérisent par une très forte activité chimique liée à la quantité importante de soufre contenu dans la molécule.

Les deux techniques d'analyses des surfaces utilisées dans le cadre de cette étude – AES et XPS – sont, par excellence, deux outils puissants permettant d'examiner l'état physico-chimique des surfaces. Elles peuvent être couplées avec l'abrasion ionique pour réaliser des profils d'abrasion c'est-à-dire pour déterminer la composition chimique de la surface analysée en fonction de sa profondeur. Une description plus détaillée de ces techniques est donnée dans la partie **Annexes** (cf. Annexe I § I.1). Le **Tableau II-1** montre leurs principes et caractéristiques générales.

L'intérêt de cette étude repose sur l'analyse de pièces réelles uniquement (copeaux, outils, pièces usinées) issues des opérations d'usinage dans l'objectif d'obtenir le maximum de connaissances sur des cas d'emploi conformes avec la réalité. Cependant, cette démarche nécessite de prendre en compte plusieurs précautions. Les surfaces analysées peuvent être souvent polluées et hétérogènes. Leurs modifications, à l'origine des réactions tribochimiques, sont souvent difficiles à situer dans l'espace et dans le temps. Le fait que les trois parties du "système usiné" (copeaux, outils, pièces usinées) ne subissent pas toutes des sollicitations thermiques et mécaniques identiques, et que leur réactivité chimique envers le lubrifiant ne soit pas la même, est également une contrainte importante qui demande une attention particulière lors de l'analyse des résultats. A titre d'exemple, la surface du copeau, qui adsorbe la majorité de l'énergie calorifique et qui subit de fortes déformations lors de sa formation, n'a pas les mêmes propriétés que la surface de la pièce usinée initiale. En outre, le matériau coupant est différent du matériau coupé donc leurs interactions avec le lubrifiant sont singulières pour chacun d'eux. Il est évident que tous ces impératifs ont un impact fort

sur le pouvoir d'exploitation des résultats et, dans certains cas, ne permettent pas d'éclaircir toutes les ambiguïtés. De plus, une limitation technique supplémentaire est liée à l'analyse XPS du soufre qui est un élément ayant une forte propension à la réduction de son état chimique (la position de son pic peut être modifiée facilement). L'analyse XPS ne sera donc jamais précédée d'abrasion ionique (au sens du nettoyage) car cela signifierait la perte d'information sur la forme chimique du soufre. Par conséquent, puisque la sensibilité de l'analyse XPS diminue avec la profondeur analysée, la semi-quantification des surfaces analysées en XPS montre que celles-ci abondent en composés à base d'oxygène et de carbone correspondant majoritairement à la contamination mais cela ne reflète pas forcément leur composition quantitative en profondeur.

	Spectroscopie de photoélectrons X (XPS)	Spectroscopie d'électrons Auger (AES)	Microscope électronique à balayage couplé avec Spectroscopie à énergie dispersive (MEB/EDS)
Principe	L'irradiation de la matière par des rayons X entraîne l'éjection de photo-électrons. On mesure l'énergie cinétique de ces photo-électrons.	L'excitation de la matière par les électrons conduit à l'émission des électrons Auger. On mesure l'énergie cinétique de ces électrons.	Un faisceau d'électrons primaires frappe la surface de l'échantillon et est à l'origine de différents types de phénomènes (émission des particules, rayonnements).
Analyse quantitative et qualitative	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Détermination des liaisons chimiques entre les différents éléments présents à la surface ▪ Pourcentage atomique de la surface (semi-quantification) 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Détermination des différents éléments présents à la surface 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Différents types d'imagerie suivant le type de particules analysés ▪ Topographie, texture de surface ▪ Analyse élémentaire
Caractéristiques	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Profondeur d'analyse moins de 10 nm ▪ Zone analysée ~200 μm ▪ Tous éléments chimiques sont détectés sauf H, He 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Analyse d'extrême surface – profondeur d'analyse de 1 à 5 nm ▪ Zone analysée ~1 μm ▪ Tous éléments chimiques sont détectés sauf H, He 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Volume analysé de 1 μm^3 ▪ Eléments chimiques détectés plus lourds que Be ou B

Tableau II-1 : Principes et caractéristiques des principales techniques d'analyse de surface utilisées dans l'étude

Selon la facilité de la mise en place de l'analyse, à l'occasion de cette étude, la réflexion sur les réactions tribochimiques est menée essentiellement sur :

- **les copeaux** qui, grâce à leur géométrie simple, sont très pratiques à analyser et apportent souvent une information répétable et riche car provenant de la proximité de la zone de coupe,
- **les outils analysés** (fraises découpées, plaquettes de tournage) qui participent activement dans l'opération de coupe mais dont les surfaces souvent hétérogènes en composition chimique nécessitent de tirer des conclusions uniquement de façon globale ; l'analyse des outils est souvent techniquement limitée à cause de leur géométrie complexe.

Les pièces usinées, à l'exception des filets taraudés, ne sont pas analysées car elles nécessitent une préparation fastidieuse (découpage, tronçonnage) qui modifierait de façon trop importante leur surface (oxydation, pollution avec les autres fluides de coupe). Le découpage de

filets de taraudage, bien maîtrisé (petits échantillons, découpage à sec avec air comprimé), permet de les prendre en compte pour l'analyse des surfaces.

Finalement, deux différents types de tests sont réalisés afin d'évaluer la performance du lubrifiant : la mesure des efforts de coupe ou de l'usure de l'outil. La première méthode est plus facile à mettre en œuvre et souvent plus répétable ; la seconde est plus difficile à maîtriser mais apporte des données plus intéressantes aux usineurs. De plus, les résultats issus de ces deux types d'essais ne mettent pas en valeur les mêmes performances des lubrifiants. Tandis que les mesures des efforts de coupe jugent plutôt la qualité du lubrifiant en tant que bon ou mauvais réducteur de frottement, les essais de l'usure des outils montrent plutôt son caractère protecteur contre l'usure sévère. Toutefois selon les conditions tribologiques et simplement selon la nature chimique de l'additif, celui-ci peut réduire le frottement mais ne pas protéger contre l'usure voire le contraire. Bien sûr, il y a des additifs qui sauront faire les deux. Les avantages et les inconvénients des différents moyens d'évaluation des lubrifiants ont été mentionnés dans le **Chapitre I** (cf. I.2.4. Evaluation des fluides de coupe).

L'effet de l'outil (incertitude liée à l'utilisation de deux outils différents) sur la pertinence et la répétabilité des résultats est un problème majeur auquel il faut faire face lors des essais en usinage. Afin d'être moins dépendant de l'effet de l'outil, une simple procédure pour les mesures des efforts de coupe, en dehors de l'examen visuel et/ou de l'étalonnage préliminaire pour certains outils, est utilisée dans le cadre de cette étude. Un seul outil est employé pour deux séries de mesures dont l'objectif est de comparer l'effet du régime lubrifié (mélange contenant l'additif ADDS1) par rapport au régime à sec ou avec l'huile de base et d'obtenir ainsi le gain relatif réel. Ce type de démarche permet d'éviter le changement de l'outil mais nécessite de faire l'hypothèse d'un endommagement négligeable de l'outil au cours de ces deux séries de mesures. Compte tenu du faible nombre de passes que subissent les outils utilisés selon cette procédure, cette hypothèse semble tout à fait admissible. La représentation des résultats diffère d'une technique à l'autre. En tournage, les mesures (les gains relatifs) sont généralement comparées directement les unes par rapport aux autres car chacune d'elles est réalisée dans les conditions de coupe distinctes et il n'y a pas d'étalonnage. En fraisage et en taraudage par déformation un coefficient de correction pour les outils, issu des dispersions moyennes existantes entre les outils et estimées lors de leur étalonnage, est calculé et appliqué pour les séries de comparaison.

Ces démarches pour rendre les mesures plus pertinentes sont donc prises en compte ainsi que certaines limitations matérielles (quantité de la matière, nombre d'outils provenant du même lot). **Cela a pour effet de privilégier davantage la réalisation de campagnes d'essais dans différentes configurations expérimentales, avec des outils dont l'usure est supposée faible (nombre de passes limité), au détriment d'une multiplicité de mesures dans une campagne d'essai donnée qui fournirait un ordre de grandeur de l'erreur sur la répétabilité des résultats, erreur qui peut être considérablement affectée par l'évolution de l'usure de l'outil dans le temps.** Néanmoins, pour confirmer certains résultats clé (chiffage de gains), les campagnes de répétabilité au sens propre du terme sont réalisées. Les essais de la durée de vie ou de l'usure sont effectués habituellement une seule fois à titre indicatif car ils nécessitent une quantité très importante de matière et sont présumés pénalisés par une incertitude des résultats plus importante.

Selon la technique d'usinage utilisée, la performance de la fonction lubrifiante de polysulfure (mélange HB Yu4+ADDS1) est étudiée soit par rapport à l'usinage à sec (tournage), soit par rapport à l'usinage avec l'huile de base inerte (HB Yu4) (fraisage, taraudage par déformation) ou avec l'huile de base soufrée (HB S) (taraudage par déformation). Ce choix est conditionné principalement par la quantité du lubrifiant disponible et nécessaire (tournage 200 L, fraisage 2 L, taraudage par déformation 50 mL) pour chacun des montages expérimentaux. Le taraudage par déformation étant une technique à part (proche de la mise en forme), il ne peut pas être réalisé à sec.

II.2. EFFET DU LUBRIFIANT EN TOURNAGE (COUPE CONTINUE)

Le tournage est une technique de coupe utilisant des outils à arête unique. Elle est "dite" la plus simple : en effet la géométrie de l'outil n'est pas compliquée en comparaison avec les outils utilisés pour les autres techniques. La mesure des efforts de coupe est plus facile à exploiter et plus précise. Ainsi, le tournage est le plus souvent utilisé pour toute sorte de modélisations en coupe. Les essais en tournage présentés dans ce chapitre ont pour but d'étudier l'effet du lubrifiant, en utilisant la molécule-modèle du lubrifiant (pentasulfure), en coupe continue (procédé monopasse). Ils sont complétés par l'analyse des surfaces des copeaux et des plaquettes de tournage.

En tournage, plusieurs campagnes d'essais ont été réalisées en testant les conditions de coupe (ébauche, finition), le type de matériaux (acier dur, mi-dur, doux) ou les différentes configurations expérimentales (outil en acier rapide, outil en carbure revêtu avec du MoS₂ – bisulfure de molybdène). Toutes les campagnes effectuées sont énumérées dans le **Tableau II-2**. Seuls les résultats de certains essais, indiqués en gras dans le **Tableau II-2**, sont détaillés dans ce chapitre. Le reste des résultats est abordé dans les grandes lignes au fur et à mesure pour compléter l'argumentation des conclusions finales. Trois campagnes d'essais sont donc essentiellement traitées dans ce chapitre, à savoir :

- une étude mécanique globale permettant de déterminer l'influence du lubrifiant sur l'effort spécifique de coupe (K_c) ; afin de déterminer les conditions de coupe, la méthodologie COM (Couple-Outil-Matière) [NF E66-520] est utilisée (Tournage 3D/acier C 45/outil carbure revêtu) (cf. II.2.2. Effet du lubrifiant en tournage 3D sur l'effort spécifique de coupe (K_c)),
- un essai d'usure de l'outil (Tournage 3D/acier C 45 et 25 MnCrMoSiVB 5/outil carbure revêtu) (cf. II.2.3. Effet du lubrifiant en tournage 3D sur l'usure de l'outil),
- une étude mécanique approfondie en coupe orthogonale visant la détermination du coefficient de frottement sur deux faces de l'outil (Tournage 2D/25 MnCrMoSiVB 5/outil carbure non revêtu) (II.2.4. Modélisation des efforts de coupe en coupe orthogonale (tournage 2D)).

Configuration d'essai/Type d'opération/Méthodologie	Acier/Type d'outil	Lubrification
Tournage 3D / Ebauche / Méthodologie COM (Mesure de K_c)	25 MnCrMoSiVB 5 / Outil carbure revêtu	- à sec - HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure)
Tournage 3D / Finition / Méthodologie COM (Mesure de K_c)	25 MnCrMoSiVB 5 / Outil carbure revêtu	
	C 45 / Outil carbure revêtu	
	C 20 / Outil carbure revêtu	
Tournage 3D / Finition / Essai d'usure de l'outil	25 MnCrMoSiVB 5 / Outil carbure revêtu	
	C 45 / Outil carbure revêtu	
Tournage 2D / Finition / Coupe Orthogonale (Mesure de K_c)	25 MnCrMoSiVB 5 / Outil carbure non revêtu	
	25 MnCrMoSiVB 5 / Outil carbure avec le revêtement du MoS ₂	
	25 MnCrMoSiVB 5 / Outil en acier rapide	

Tableau II-2 : Les différentes campagnes d'essais réalisées en tournage

II.2.1. PROCEDURE EXPERIMENTALE

Les moyens mis en œuvre pour les essais de tournage sont détaillés dans la partie **Annexes** (cf. Annexe II § II.1). Le **Tableau II-3** récapitule les principaux paramètres et les conditions de coupe appliqués dans les différentes campagnes en tournage retenues pour ce chapitre.

Opération :	Tournage
Matériaux :	Tournage 3D – Acier au carbone C 45 ($R_m = 800$ MPa, 230 HB) Tournage 2D – Acier faiblement allié 25 MnCrMoSiVB 5 ($R_m = 1000$ MPa, 310 HB)
Outils :	Tournage 3D – plaquette de tournage en carbure revêtue (WC+Co) (revêtement multicouche du type TiN-Al ₂ O ₃ -Ti(C,N)) Sandvik CNMG 120408 PF 4015 (renfort d'arête 0,07, $\gamma = 4^\circ$) Tournage 2D – plaquette de tournage en carbure non revêtue (WC+Co) Arno CCMW 09T308EN AK10 ($\gamma = 0^\circ$)
Formulations utilisées :	Pour toutes les campagnes de tournage : <ul style="list-style-type: none"> ▪ A sec ▪ Huile de base inerte (HB Yu4) + ADDS1 (pentasulfure)
Conditions d'opération :	Effet du lubrifiant en : <ul style="list-style-type: none"> ▪ Tournage 3D sur l'effort spécifique de coupe (K_c) : $V_c = (50-500)$ m/min, $f = (0.1-0.4)$ mm/tr, $a_p = 0.4$ mm ▪ Tournage 3D sur l'usure de l'outil : $V_c = 300$ m/min, $f = 0.2$ mm/tr et $a_p = 0.4$ mm (Acier C 45) $V_c = 160$ m/min, $f = 0.12$ mm/tr et $a_p = 0.45$ mm (Acier 25 MnCrMoSiVB 5) Modélisation des efforts de coupe en coupe orthogonale (tournage 2D) : <ul style="list-style-type: none"> ▪ $V_c = 200$ m/min, $f = (0.05-0.175)$ mm/tr, $a_p = 3$ mm (Acier 25 MnCrMoSiVB 5)
Observations :	Les plaquettes de tournage utilisées dans les différentes campagnes proviennent du même lot et sont nettoyées à l'heptane préalablement. Un examen visuel sous la loupe binoculaire est réalisé afin d'éliminer les plaquettes neuves présentant les défauts éventuels de fabrication.

Tableau II-3 : Paramètres appliqués dans les différentes campagnes en tournage

II.2.2. EFFET DU LUBRIFIANT EN TOURNAGE 3D SUR L'EFFORT SPECIFIQUE DE COUPE (K_c)

L'objectif de cet essai est de mesurer l'influence du lubrifiant (HB Yu4+ADDS1) sur l'effort spécifique de coupe (K_c) (cf. I.1.2. Coupe et outils coupants) en le comparant à celui obtenu à sec. Les paramètres de l'essai (outil, matière, conditions de coupe) sont présentés dans le **Tableau II-3**. Les premières étapes de la méthodologie COM (Couple-Outil-Matière), faisant l'objet de la norme française AFNOR NFE 66-520 [NF E66-520] et permettant de définir les conditions optimales d'utilisation d'un outil coupant pour une opération d'usinage donnée, sont utilisées. Quelques précisions supplémentaires la concernant sont données dans la partie **Annexes** (cf. Annexe II § II.2). Le Projet de Fin d'Etudes réalisé par *G. Hautreux* intitulé "Caractérisation des performances de l'additivation des fluides de coupe" a démontré que la COM est une méthode qui permet de discriminer les différents fluides de coupe entre eux par l'effort spécifique de coupe [HAU_05].

Dans un premier temps, un point de fonctionnement de l'outil utilisé est vérifié, c'est-à-dire que l'on utilise des paramètres de coupe pour lesquels l'usinage se déroule de façon normale (consignes du fabricant de l'outil). Ensuite, les efforts de coupe sont mesurés en faisant varier la vitesse de coupe. Cela permet de tracer la courbe de l'effort spécifique de coupe en fonction de la vitesse de coupe et ainsi de définir sa valeur minimale. La vitesse de coupe dite "minimale" détermine une plage de vitesses au-delà de laquelle se situe la vitesse optimale de l'utilisation de l'outil pour une opération d'usinage donnée (matière, machine outil). L'effort spécifique de coupe en fonction de l'avance de l'outil est également tracé en prenant comme référence la vitesse de coupe minimale.

La **Figure II-1** présente l'effort spécifique de coupe pour quatre séries de données réalisées de façon séquentielle à sec et avec lubrifiant en fonction de la vitesse de coupe. Les deux premières séries de données sont réalisées avec la même plaquette et la même arête de coupe (P1A1) dans l'ordre suivant : à sec puis avec lubrifiant. Ces essais sont ensuite répétés dans l'ordre inverse, avec lubrifiant et ensuite à sec, toujours avec la même plaquette mais cette fois-ci avec une nouvelle arête de coupe (P1A2). Par cette démarche, on tente de minimiser l'effet du changement de l'arête de coupe sur les résultats (les arêtes de coupe ne sont jamais identiques). Cela suppose néanmoins que chaque série d'essais (par exemple la série avec l'arête P1A1) soit considérée comme réalisée avec l'arête dans le même état : l'arête n'a pas le temps de s'user pendant une série donnée à cause du faible nombre de passes de l'outil (vérification ultérieure par loupe binoculaire).

Les paramètres de coupe choisis sont les paramètres de finition : avance de l'outil $f = 0.2$ mm/tr, profondeur de passe $a_p = 0.4$ mm. Chaque point sur la **Figure II-1** correspond à une mesure de l'effort spécifique de coupe réalisée à une vitesse donnée. La plage des vitesses de coupe varie de 50 m/min jusqu'à 500 m/min. L'ordre des vitesses de coupe dans lequel les mesures ont été réalisées est aléatoire pour diminuer le risque de déviation des résultats. L'allure générale des courbes est similaire pour les quatre séries de données. La baisse caractéristique de l'effort spécifique de coupe lors de l'augmentation de la vitesse de coupe, et donc indirectement de la hausse de la température, peut être constatée. Cela s'explique par l'adoucissement thermique du matériau usiné, d'une part, et par la réduction du coefficient de frottement entre les surfaces en contact, d'autre part. De plus, la surface du contact entre l'outil et le copeau est réduite pour les vitesses de coupe plus élevées.

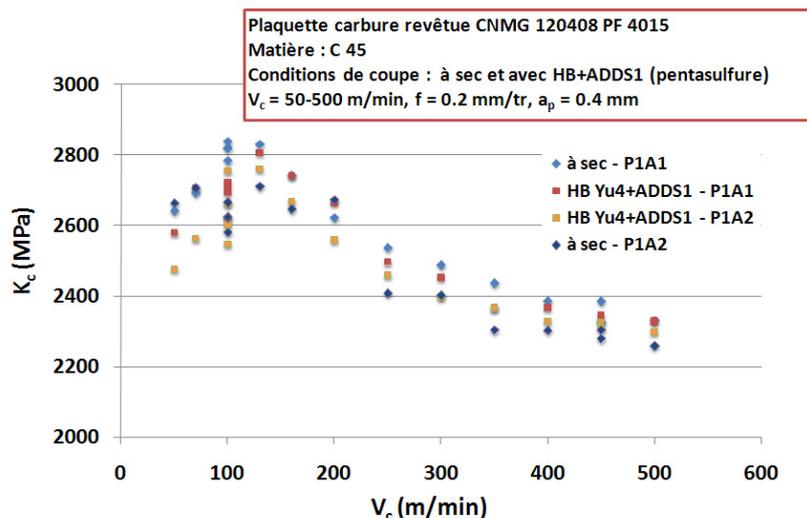


Figure II-1 : Effort spécifique de coupe en fonction de la vitesse de coupe pour les essais à sec et avec lubrifiant en tournage 3D

Quelle que soit l'arête de l'outil (P1A1 ou P1A2), les écarts entre les efforts spécifiques de coupe obtenus à sec et avec lubrifiant (HB Yu4+ADDs1) sont faibles pour la majorité des mesures

réalisées (comparaison de couples des mesures sec-lubrifiant ou lubrifiant-sec pour une vitesse donnée). Une légère différence est remarquée uniquement aux basses vitesses de coupe quand l’effort spécifique de coupe paraît être plus bas pour certaines mesures obtenues avec lubrifiant (le gain relatif d’environ 5%). Le même type de conclusions a été tiré également lors d’autres essais utilisant le COM en tournage (cf. Tableau II-2). En outre, le fait de changer l’arête de coupe (la même plaquette) et l’ordre des essais (à sec ou avec lubrifiant) peut avoir une influence sur les résultats. Les efforts obtenus avec la deuxième arête sont en effet moins importants que ceux obtenus avec la première pour une même vitesse de coupe.

Les valeurs de l’effort spécifique de coupe plus basses pour les vitesses de coupe inférieures à 100 m/min pour toutes les mesures (réalisées à sec et avec lubrifiant) sont attribuées à un comportement intrinsèque du matériau usiné. Cependant ces mesures n’appartiennent pas au régime stable qui est atteint à partir d’une vitesse de coupe égale à environ 300 m/min. On en déduit que la vitesse de coupe minimale d’utilisation de l’outil pour cette opération est aux alentours de 350 m/min ; la vitesse optimale se situe donc au-delà de cette valeur, ce qui définit une plage de vitesses certainement pénalisante pour l’utilisation du lubrifiant.

Quant à la **Figure II-2**, elle montre l’influence de l’avance de l’outil sur l’effort spécifique de coupe (deux autres arêtes testées – P1A3 et P1A4). La baisse de ce dernier lors de l’augmentation de l’avance de l’outil est attribuée essentiellement à la géométrie de l’arête de coupe, à la distribution des contraintes dans le copeau (localisation des contraintes très importantes dans le copeau pour les avances faibles), et dans une moindre mesure à l’effet thermique (contrainte de cisaillement du matériau usiné plus faible aux hautes températures). Le graphique présente, à nouveau, une superposition des mesures réalisées à sec et avec lubrifiant traduisant donc un effet du lubrifiant quasi-inexistant ; il démontre également l’impact non négligeable que peut avoir le changement de l’arête de l’outil sur les mesures réalisées (les efforts de coupe enregistrés avec l’arête P1A4 sont plus faibles qu’avec l’arête P1A3).

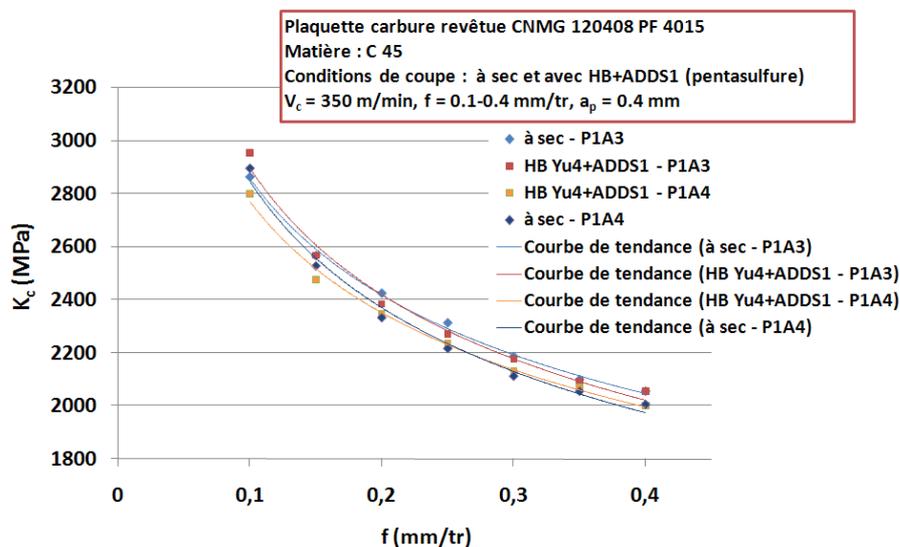


Figure II-2 : Effort spécifique de coupe en fonction de l’avance pour les essais à sec et avec lubrifiant en tournage 3D

Compte tenu des résultats obtenus lors de la mesure de l’effort spécifique de coupe, l’action du lubrifiant en coupe continue semble être incertaine surtout pour la plage de vitesses de coupe qui est utilisée habituellement dans la pratique industrielle pour ce type des opérations (V_c supérieure à 200 m/min). Si la performance lubrifiante du fluide de coupe était possible en tournage, elle ne serait probablement visible qu’aux basses vitesses de coupe.

II.2.3. EFFET DU LUBRIFIANT EN TOURNAGE 3D SUR L’USURE DE L’OUTIL

Ne constatant pas de différence importante entre les efforts de coupe à sec et avec lubrifiant, la vérification de l’état d’usure s’impose. Les deux essais sont réalisés avec le même matériel que les essais précédents (cf. II.2.2. Effet du lubrifiant en tournage 3D sur l’effort spécifique de coupe (K_c)). Les conditions de coupe utilisées sont indiquées dans le **Tableau II-3**. L’objectif de l’essai est de comparer les plaquettes de tournage usées à sec et avec lubrifiant (HB Yu4+ADDS1) après un temps d’usinage fixe.

Deux types d’endommagements sont les plus souvent rencontrés sur les plaquettes de tournage : l’usure en dépouille sur la face de dépouille et l’usure en cratère sur la face de coupe. L’évolution de l’usure des outils et ses différents types sont évoqués dans le **Chapitre I** (cf. I.1.2. Coupe et outils coupants). Le critère d’usure en dépouille a été choisi pour ces deux essais (le plus courant pour les plaquettes de tournage). Les photos de la **Figure II-3** montrent les faces de dépouille de deux arêtes de coupe de la plaquette utilisée en tournage de l’acier C 45 à sec et avec lubrifiant (HB Yu4+ADDS1) pendant 30 minutes d’usinage et leurs usures correspondantes. Même si l’endommagement des arêtes de la plaquette au bout de ce temps est faible, la différence entre l’usure en dépouille de l’arête utilisée à sec par rapport à celle utilisée avec lubrifiant (HB Yu4+ADDS1) n’est pas flagrante. Les deux plaquettes semblent s’endommager de la même façon. Un autre essai d’usure a été réalisé, mais cette fois-ci avec l’acier 25 MnCrMoSiVB 5. L’usure en dépouille mesurée après 45 minutes d’usinage sur la face de dépouille de l’arête de coupe est, de même que dans le cas précédent, très peu différente entre le régime lubrifié ($V_b = 70 \mu\text{m}$) et le régime à sec ($V_b = 82 \mu\text{m}$). Sachant que dans ce cas-là, la largeur de l’usure correspond presque au tiers du critère de réforme de l’outil ($V_b^* = 0,3 \text{ mm}$), il peut être supposé que les durées de vie des deux arêtes sont plutôt comparables.

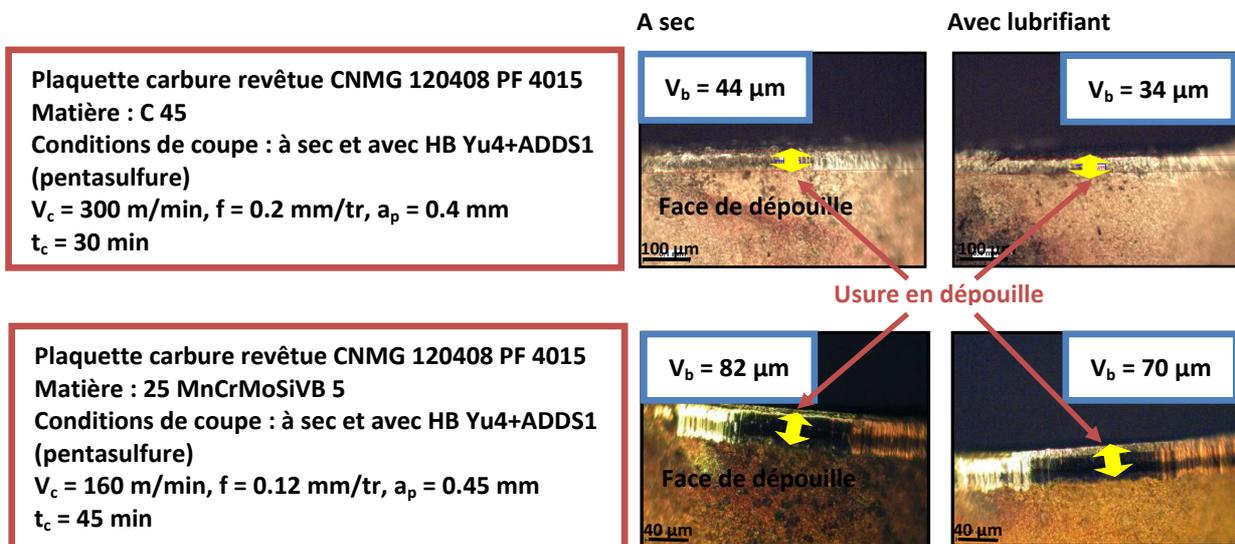


Figure II-3 : Usures en dépouille pour les plaquettes utilisées à sec et avec lubrifiant en tournage avec l’acier C 45 et 25 MnCrMoSiVB 5

Même si l’effet de l’outil (changement de l’arête de coupe), difficilement quantifiable, doit être considéré lors de l’analyse des résultats issus de ces deux essais d’usure, il paraît évident qu’ils coïncident avec ceux obtenus en tournage avec la méthode COM. Le niveau énergétique restant pratiquement inchangé entre l’usinage à sec et avec lubrifiant pour l’ordre de grandeur des vitesses de coupe utilisé lors des essais de l’usure des outils permet de supposer que leur endommagement sera probablement comparable.

II.2.4. MODELISATION DES EFFORTS DE COUPE EN COUPE ORTHOGONALE (TOURNAGE 2D)

La coupe orthogonale est une simplification du problème de tournage tant pour l'expérimentation que pour la modélisation. Cette configuration nécessite que l'arête de coupe soit perpendiculaire à la vitesse de coupe ($\lambda_s = 0^\circ$) et à l'avance de l'outil ($\kappa_r = 90^\circ$). Deux cas pratiques sont possibles : chariotage d'un tube ou dressage d'un disque (cf. Figure II-4). La coupe orthogonale est souvent utilisée pour la recherche mais rarement dans des applications industrielles.

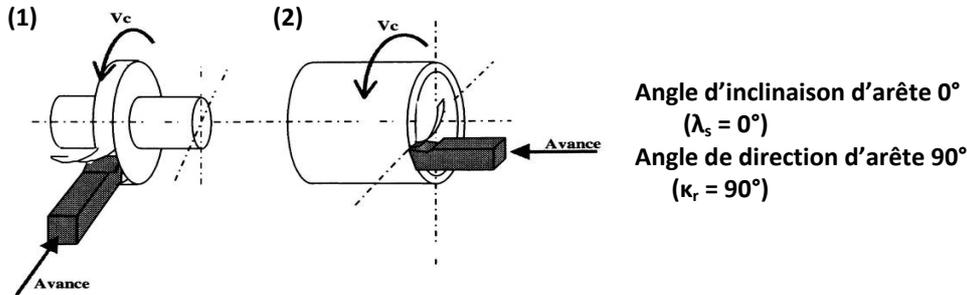


Figure II-4 : (1) Dressage d'un disque ou (2) Chariotage d'un tube en coupe orthogonale [CHA_01]

Afin d'approfondir l'étude globale en tournage réalisé avec la méthodologie COM, une démarche de modélisation analytique pour déterminer les efforts, et par conséquent les coefficients de frottement, sur les deux faces de l'outil séparément est mise en œuvre. Pour cela, la loi de coupe pour la coupe orthogonale est utilisée (cf. Eq. II-1 et Eq. II-2), de la même manière que dans [ARM_00]. Elle se base sur les hypothèses suivantes :

- l'avance est égale à l'épaisseur coupée ($f = h$),
- la profondeur de passe est égale à la largeur d'un tube ou d'un disque ($a_p = b$),
- la force de pénétration est nulle ($F_p = 0$).

L'arête de coupe est discrétisée en un segment linéaire sur la face de coupe et la face de dépouille selon deux directions : tangentielle et normale (cf. Figure II-5). On obtient ainsi que :

$$F_c = F_t = F_{Fdc/t} + F_{Fdd/t} = b(k_{t1}h + k_{t0}) = bk_{t1}h + bk_{t0} \quad \text{Eq. II-1}$$

$$F_f = F_v = F_{Fdc/v} + F_{Fdd/v} = b(k_{v1}h + k_{v0}) = bk_{v1}h + bk_{v0} \quad \text{Eq. II-2}$$

où $F_{Fdc/t}$ – effort sur la face de coupe suivant la direction t
 $F_{Fdc/v}$ – effort sur la face de coupe suivant la direction v
 $F_{Fdd/t}$ – effort sur la face de dépouille suivant la direction t
 $F_{Fdd/v}$ – effort sur la face de dépouille suivant la direction v
 $k_{v1}, k_{v0}, k_{t1}, k_{t0}$ – coefficients

Les coefficients de frottement sur les deux faces de l'outil peuvent être exprimés, (cf. Eq. II-3 et Eq. II-4, cas de l'angle de coupe $\gamma = 0^\circ$), en émettant l'hypothèse que les efforts sur la face de dépouille sont appliqués dans le plan perpendiculaire à la face de coupe, comme représenté sur la Figure II-5.

Afin d'établir les coefficients de frottement sur deux faces de l'outil, le calcul des coefficients $k_{v1}, k_{t1}, k_{t0}, k_{v0}$ est nécessaire. Etant donné que la largeur d'un tube est connue ($b = a_p$), les coefficients peuvent être déterminés par voie d'identification directe qui consiste à faire plusieurs essais en coupe orthogonale à différentes avances (où $f = h$) et mesurer les efforts de coupe engendrés. En traçant les efforts F_c et F_f (cf. Annexe II § II.3) en fonction des avances de l'outil pour les mesures réalisées à sec et avec lubrifiant, les équations linéaires obtenues (régression linéaire) fournissent aussitôt les coefficients $k_{v1}, k_{t1}, k_{t0}, k_{v0}$.

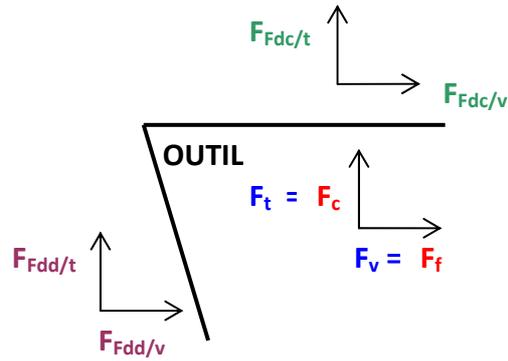


Figure II-5 : Décomposition des efforts F_c et F_f sur les deux faces de l'outil en coupe orthogonale et avec l'angle de coupe nul ($\gamma = 0^\circ$)

$$\mu_{Fdc} = \frac{F_{Fdc/v}}{F_{Fdc/t}} = \frac{bk_{v1}h}{bk_{t1}h} = \frac{k_{v1}}{k_{t1}} \quad \text{Eq. II-3}$$

$$\mu_{Fdd} = \frac{F_{Fdd/t}}{F_{Fdd/v}} = \frac{bk_{t0}}{bk_{v0}} = \frac{k_{t0}}{k_{v0}} \quad \text{Eq. II-4}$$

Une campagne d'essais en coupe orthogonale – chariotage d'un tube dans les conditions de finition ($V_c = 200$ m/min, f variable 0.05-0.175 mm/tr, $a_p = b = 3$ mm) – est donc effectuée à sec et avec le lubrifiant (HB Yu4+ADD1) en utilisant exactement les mêmes moyens que dans le tournage 3D précédemment abordé (machine d'outil, acquisition). A cause de la dimension des barres d'aciers, les essais sont réalisés uniquement avec l'acier 25 MnCrMoSiV5. Les plaquettes Arno CCMW 09T308EN AK10 en carbure non revêtu, qui possèdent l'angle de coupe nul, sont utilisées. Les résultats (les graphes) ainsi que la régression linéaire obtenus sont présentés dans la partie **Annexes** (cf. Annexe II § II.3). Seules les conclusions les plus pertinentes issues de cette modélisation sont présentées ci-après :

- Le faible écart entre les efforts de coupe obtenus pour les couples des mesures sec-lubrifiant (ou lubrifiant-sec) correspondantes est constaté à nouveau. Par conséquent, il n'y a quasiment pas de différence entre les valeurs du coefficient de frottement estimées sur les deux faces de l'outil ayant travaillé à sec par rapport à celles ayant travaillé avec lubrifiant (HB Yu4+ADD1).
- Le coefficient de frottement modélisé sur la face de coupe ($\mu_{Fdc} \approx 0,5$) est inférieur à celui modélisé sur la face de dépouille ($\mu_{Fdd} \approx 0,7$). Toutefois les deux valeurs correspondent au frottement des surfaces à sec sans lubrification. Alors que la face de coupe de l'outil est principalement affectée par une température et une pression importantes, la vitesse d'évacuation du copeau est moins importante que la vitesse de coupe avec laquelle défile la surface usinée sur la face de dépouille. Cette différence entre les vitesses de glissement relatif de deux interfaces de l'outil contre le copeau et la pièce usinée est une raison possible de la valeur du coefficient de frottement plus élevée sur la face de dépouille. D'ailleurs, c'est l'usure de cette face qui est souvent responsable de la réforme de l'outil (critère de la durée de vie basé sur l'usure de dépouille).

II.2.5. ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE DES COPEAUX ET DES PLAQUETTES DE TOURNAGE

Compte tenu des résultats obtenus, l'activité du lubrifiant aux interfaces de l'outil est mise en question. L'analyse de la plaquette et des copeaux réalisés dans la campagne de tournage, dont les résultats ont été étudiés auparavant (cf. II.2.2. Effet du lubrifiant en tournage 3D sur l'effort

spécifique de coupe (K_c) est conduite pour élucider les phénomènes tribochimiques qui s'y sont produits.

Analyse des copeaux (face du copeau qui a frotté sur la face de coupe de l'outil)

L'analyse des copeaux obtenus : **à sec, à sec trempé directement dans le lubrifiant** (influence uniquement de la température), **avec lubrifiant** (influence de la température, de la pression et du frottement) est réalisée. Les conditions de coupe dans lesquelles les copeaux ont été obtenus sont les suivantes : $V_c = 50$ m/min, $f = 0.2$ mm/tr et $a_p = 0.4$ mm. Il s'agit d'établir, dans un premier temps, la composition générale de la surface des copeaux et la distribution des éléments en profondeur (AES couplé avec de l'abrasion ionique Ar^+) et, dans un second temps, leur nature chimique (XPS). La zone analysée sur les surfaces des copeaux lors de l'analyse AES et XPS est de l'ordre $600 \mu\text{m} \times 900 \mu\text{m}$ et $1 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$ respectivement. Ces analyses sont effectuées sur les deux faces du copeau, qui sont toutes deux des surfaces fraîches (cf. Figure I-1 (4)) : la face qui frotte contre la face de coupe de l'outil et la face dite "extérieure" formée au tour précédent (après avoir frottée contre la face de dépouille).

Les profils AES effectués (cf. Figure II-6) dans les mêmes conditions d'abrasion sur les surfaces de trois copeaux en question montrent que les éléments chimiques ne sont pas répartis au travers de leurs surfaces de la même manière. Sur la surface du copeau obtenu avec lubrifiant, un film épais, constitué principalement du soufre lié de toute évidence au fer métallique, est distingué. Etant donné que le temps d'abrasion nécessaire pour l'enlever est important (c'est le temps au bout duquel la hauteur du pic de soufre a diminué de moitié par rapport à sa hauteur maximale soit environ 500 s), la possibilité que ce film soit formé par simple adsorption peut être éliminée. L'oxygène et le carbone résultant de l'oxydation et de la contamination de la surface marquent leur présence essentiellement au début du profil. Les composés soufrés ou oxydés tels que par exemple les sulfates et les oxydes métalliques, en quantité moins importante que dans les cas des deux autres copeaux, peuvent être envisagés. Cependant compte tenu de la persistance des courbes attribuées à l'oxygène et au carbone sur le profil AES de la surface de ce copeau, il est possible que le film détecté constitué du soufre et du fer coexiste avec des composés à base de carbone et d'oxygène.

En ce qui concerne les surfaces du copeau réalisé à sec et obtenu à sec trempé dans le lubrifiant, l'oxygène et le fer sont les deux éléments principaux entrant dans la composition de leurs surfaces. La présence marquée de l'oxygène suggère qu'elles sont couvertes essentiellement par les oxydes métalliques. Puisque les trois profils AES ont été réalisés dans les mêmes conditions d'abrasion, il est estimé que la couche d'oxydes métalliques est légèrement plus importante sur la surface du copeau obtenu à sec par rapport à celle sur la surface du copeau trempé. Les composés soufrés se remarquent à peine sur la surface du copeau uniquement trempé dans le lubrifiant (réalisé à sec). Il s'agit probablement des composés soufrés adsorbés et/ou des composés soufrés adsorbés oxydés.

Le **Tableau II-4** donne une semi-quantification globale des cinq éléments détectés sur les surfaces de copeaux obtenus en tournage. Une quantification plus détaillée est présentée dans la partie **Annexes** (cf. Annexe II § II.4).

La composition générale (cf. Tableau II-4) des surfaces du copeau réalisé à sec et obtenu à sec trempé directement dans le lubrifiant (HB Yu4+ADDS1) est similaire. Les quantités d'oxygène et de fer détectées sur les surfaces de ces deux copeaux par rapport à celle du copeau obtenu avec lubrifiant (HB Yu4+ADDS1) sont significativement plus importantes et suggèrent la présence des oxydes de fer plus marquée. La contribution de ces oxydes sur les spectres de l'oxygène et du fer est confirmée pour les surfaces de tous les copeaux. La présence d'autres composés oxygénés (C=O, C-O et/ou H_2O et O-C=O) est également révélée. Quant au copeau obtenu avec lubrifiant (HB Yu4+ADDS1), sa surface est moins oxydée par rapport à celles des deux autres copeaux, par contre elle est beaucoup plus riche en carbone. Le carbone est généralement lié à la présence des

composés présentant des liaisons C-H, C-C et liaisons C-O, C=O. Cette forte teneur en carbone peut ainsi expliquer son existence au travers de la surface de ce copeau, comme vu sur le profil AES.

La quantité de soufre détectée sur les surfaces de deux copeaux : obtenu avec lubrifiant et obtenu à sec trempé dans le lubrifiant (HB Yu4+ADDS1) est assez comparable (2-3% at. par rapport à la totalité des éléments détectés, cf. Tableau II-4). Cependant, compte tenu des profils AES réalisés sur leurs surfaces, il est évident qu'elle est incontestablement plus importante sur le copeau obtenu avec lubrifiant (HB Yu4+ADDS1). D'après les références bibliographiques (cf. Annexe I § I.2), le soufre n'est pas non plus sous la même forme chimique (cf. Figure II-7, Tableau II-5). Sur la surface du copeau réalisé avec lubrifiant (HB Yu4+ADDS1), un pic intense de sulfures de fer FeS (160,95 eV) et deux pics moins intenses de l'additif adsorbé (163,34 eV) et de sulfates (167,82 eV) sont détectés. En ce qui concerne la surface du copeau obtenu à sec trempé dans le lubrifiant (HB Yu4+ADDS1), la présence uniquement de l'additif adsorbé (163,06 eV) et de sulfates (167,97 eV) est aperçue.

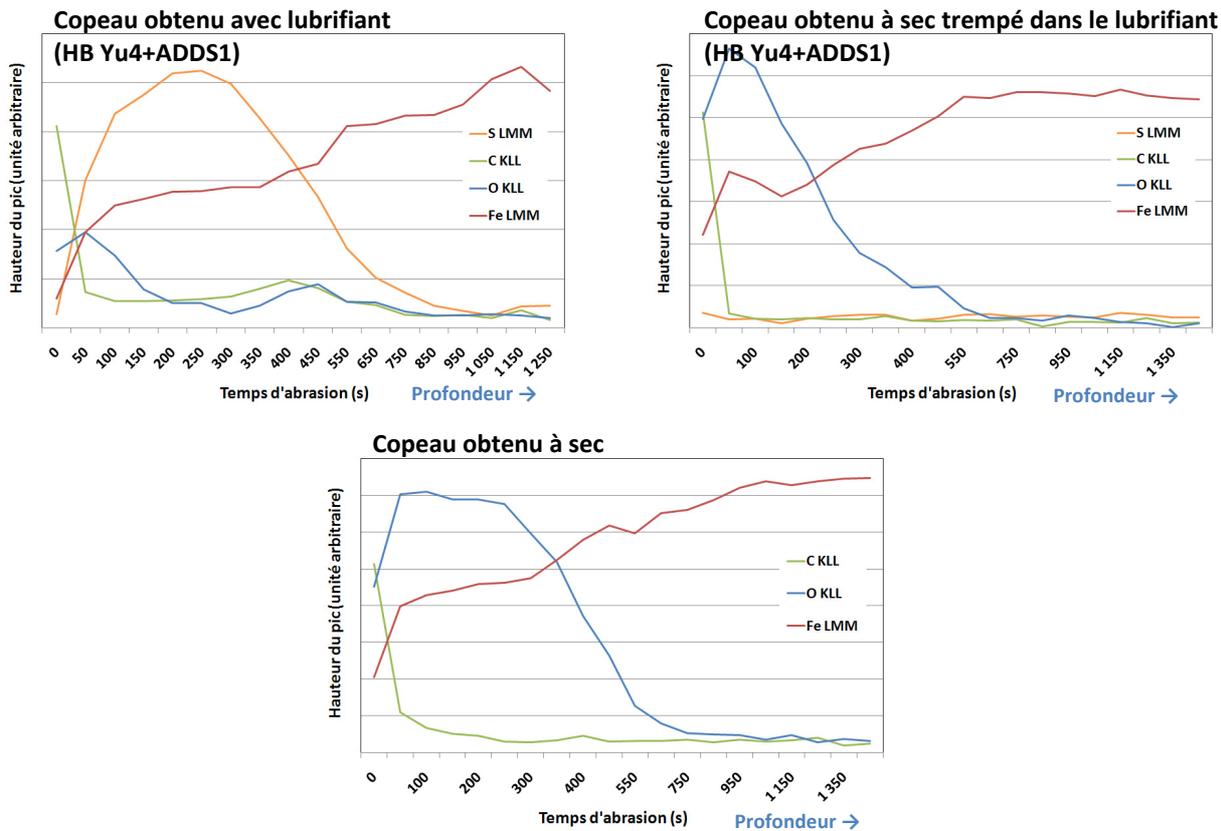


Figure II-6 : Profils AES du copeau obtenu avec lubrifiant, obtenu à sec trempé dans le lubrifiant et obtenu à sec (face qui a frotté sur la face de coupe de l'outil)

Element	Pourcentage atomique (%)		
	Surface du copeau usiné avec HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure)	Surface du copeau usiné à sec trempé dans HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure)	Surface du copeau usiné à sec
C1s	70	52	59
O1s	23	38	33
Fe2p3/2	3	7	7
S2p3/2	3	2	
Mn2p3/2	1	1	1

Tableau II-4 : Semi-quantification globale (% at.) issue de l'analyse XPS des surfaces de copeaux obtenus : avec lubrifiant, à sec trempé dans le lubrifiant et à sec (face qui a frotté sur la face de coupe de l'outil)

Finalement, le spectre du fer dévoile la contribution des trois composantes : oxydes de fer (II) et/ou de sulfures de fer FeS (composante vers 709 eV), oxydes de fer (III) (composante vers 711 eV)

et fer métallique (composante vers 707 eV). Comme il était déjà mentionné dans le **Chapitre I** (cf. I.3.4. Additifs soufrés, leurs propriétés et notion du soufre actif), le mécanisme d'action typique des additifs EP soufrés est de former des sulfures avec la surface métallique, habituellement avec le fer. La composante du fer associée aux sulfures se trouve vers 710 eV. Sachant que le niveau d'oxydation du fer dans les sulfures de fer est égal à (II), il est souvent difficile de différencier, sur le spectre du fer, la composante de sulfures de celle correspondante aux autres composés du fer (II) tels que les oxydes du fer (II) (709,7 eV).

Le manganèse est le deuxième élément métallique détecté, et dans la même quantité, sur les surfaces de tous les copeaux. Il est principalement sous forme d'oxydes de manganèse. La contribution minimale des sulfures de manganèse et des sulfates de manganèse sur les surfaces de tous les copeaux est cependant possible.

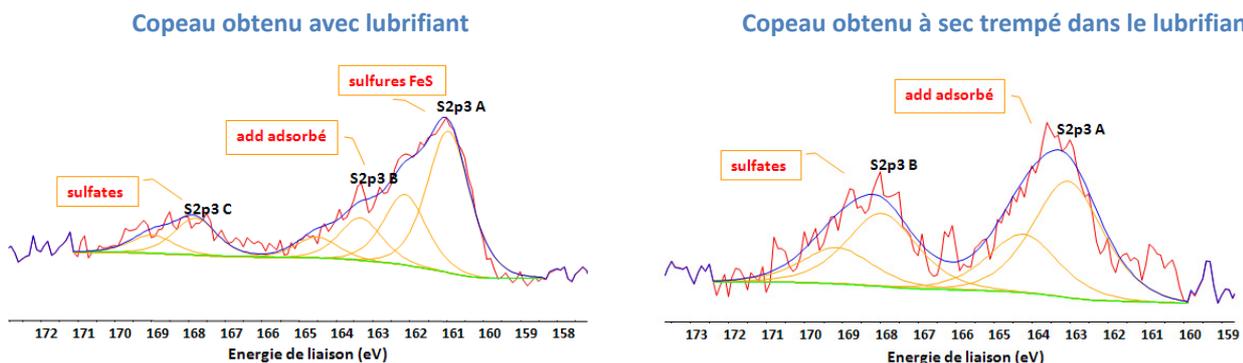


Figure II-7 : Spectres XPS du soufre ($S_{2p_{3/2}}$) réalisés pendant l'analyse des surfaces des copeaux obtenus avec le lubrifiant et à sec trempé dans le lubrifiant (face qui a frotté sur la face de coupe de l'outil)

Element	Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure)			Surface du copeau usiné à sec trempé dans HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure)			Surface du copeau usiné à sec		
	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique
Fe2p3/2	706,95	2,02	traces	706,91	2,25	traces			
	709,65	2,98	2	709,76	2,60	4	709,71	3,00	3
	711,48	2,98	1	711,48	2,60	3	711,07	3,00	4
S2p3/2	160,95	1,42	2						
	163,34	1,42	1	163,06	2,27	1			
	167,82	1,42	traces	167,97	2,27	1			

Tableau II-5 : Energies de liaison, largeurs à mi-hauteur et pourcentage atomique des composantes de soufre et de fer par rapport à leur totalité respective détectée (cf. Tableau II-4) sur les surfaces de copeaux analysés (face qui a frotté sur la face de coupe de l'outil)

Les faces "extérieures" des copeaux semblent être légèrement festonnées ce qui peut suggérer le phénomène de formation de bandes adiabatiques au moment du cisaillement du copeau (cf. I.1.2. Coupe et outils coupants). L'homogénéité chimique de la face extérieure des trois copeaux est vérifiée en effectuant une analyse le long d'une ligne déterminée (*linescan* 250 μm , point d'analyse tous les 8 μm). Aucun contraste chimique n'est remarqué par rapport aux bandes observées au microscope optique (largeur de bandes d'environ 20 μm). Les mêmes composés sur les deux côtés des copeaux sont détectés : sur la face "extérieure" du copeau et sur la face qui a frotté sur la face de coupe de l'outil. Cette information paraît être cohérente parce que la face "extérieure" du copeau est également une surface neuve ; elle est créée par le passage de l'outil au tour précédent (cf. Figure I-1 (4)).

Pour conclure, les analyses des surfaces réalisées sur les copeaux permettent de constater que :

- sur la surface du copeau obtenu à sec trempé dans le lubrifiant (HB Yu4+ADDS1), les oxydes métalliques (essentiellement du fer) et les composés soufrés en surface (additif adsorbé et

sulfates) sont détectés. Le fait que sa surface soit moins oxydée que celle du copeau obtenu à sec (mais plus que celle du copeau obtenu avec le lubrifiant) suppose que le lubrifiant dans lequel il est trempé le protège partiellement contre l'oxydation (la concentration de l'oxygène dans le lubrifiant est moins importante que dans l'air). Le temps de passage du copeau dans l'air (chute libre depuis une hauteur de 0,5 m sur une durée de 150 ms), avant d'être immergé dans le lubrifiant, est suffisant pour que sa surface devienne stabilisée par l'oxydation et quasiment non réactive vis-à-vis du soufre du lubrifiant.

- sur la surface du copeau réalisé avec lubrifiant (HB Yu4+ADDS1), le film de sulfures de fer FeS est formé (les deux faces du copeau); il est probablement couvert par des quantités, moindres que dans les cas de deux autres copeaux, d'oxydes métalliques et d'autres composés soufrés distribués de façon superficielle (sulfates et additif adsorbé). Ce film s'avère coexister également avec certains composés d'oxygène et de carbone (profil AES). **La surface de ce copeau démontre clairement les signes de la forte activité de l'additif soufré contenu dans le lubrifiant aux alentours de la zone de coupe.**

Analyse de la plaquette en carbure revêtue (WC+Co, revêtement multicouche du type TiN-Al₂O₃-Ti(C,N))

L'analyse EDS couplée avec l'imagerie MEB est une méthode rapide pour obtenir une analyse élémentaire qualitative de l'échantillon. La présence des éléments du revêtement (du titane, de l'aluminium), du substrat de tungstène et des éléments du transfert métallique tels que le manganèse et le fer est constatée. Néanmoins cette analyse ne s'avère pas être suffisante car elle ne permet pas de répondre à la question concernant l'activité du lubrifiant. Puisque les réactions tribochimiques sont des phénomènes surfaciques, des moyens d'analyses plus adaptés doivent être mis en œuvre tels que l'analyse AES ou XPS.

Le profil d'abrasion AES de la face de coupe de la plaquette de tournage, qui a travaillé tout d'abord à sec et ensuite avec le lubrifiant testé (HB Yu4+ADDS1), est réalisé. Il s'agit du couplage de l'analyse AES avec de l'abrasion ionique (ions Ar⁺) afin de déterminer la distribution des éléments chimique en profondeur. Le profil est réalisé le long d'une ligne (*linescan*) de 940 µm constituée de 30 points comme l'indique la flèche sur l'image de la **Figure II-8** (direction du profil – de l'arrière de la face de coupe en direction de l'arête de coupe). Autrement dit, l'acquisition des spectres est faite tous les 30 µm environ. Les trois profils sur la **Figure II-8** montrent l'évolution relative en profondeur des éléments détectés dans la surface de la plaquette en trois différents points de la ligne analysée (0 µm – début, 350 µm – milieu, 940 µm – fin). Le temps d'abrasion 0 s correspond aux premières couches atomiques de la surface (la surface n'a pas encore été abrasée), alors qu'un temps d'abrasion de 1600 s se réfère à une certaine profondeur (la surface a été déjà abrasée plusieurs fois). Les premiers nanomètres de la surface sont constitués de carbone, d'oxygène, de soufre, de fer, de titane (provenant de la couche extérieure du revêtement) et de traces du manganèse. Les éléments dont les pics étaient les plus intenses ont été retenus pour tracer les trois profils de la **Figure II-8**. La composition chimique de l'extrême-surface (premières couches de surface) de la plaquette dans les trois endroits choisis diffère visiblement (cf. Figure II-8) :

- le **Profil 1** a été réalisé loin de l'arête de coupe dans la zone qui se trouve plutôt à l'arrière du contact entre l'outil et le copeau; c'est une zone riche en carbone et en différents composés oxydés. Le soufre détecté peut être combiné au fer (transfert métallique) ou au titane (revêtement).
- le **Profil 2** réalisé dans une zone d'usure importante montre la présence d'un film formé principalement de soufre probablement lié au fer et contenant également du carbone; cette zone pourrait être touchée par le frottement et la chaleur dus au cisaillement et à l'écoulement du copeau sur la face de coupe de l'outil.
- le **Profil 3** réalisé près de l'arête de coupe se distingue par une absence de soufre et une couche très importante de carbone. Il peut s'agir de la "zone morte" de l'outil (dépend de la

géométrie de l'arête de coupe) c'est-à-dire de la zone près de l'acuité de l'arête qui n'a pas été sollicitée par l'écoulement du copeau d'où l'absence de transfert métallique. De plus, il est probable que la pollution significative du carbone, dans cette zone-là, a atténué l'activité chimique du soufre au moment du contact de l'outil avec le lubrifiant, par exemple quand l'outil quitte la pièce usinée (la pénétration du lubrifiant jusqu'à l'arête de coupe est présumée impossible).

Puisqu'au bout de 15 minutes d'abrasion, la composition chimique de la surface de la plaquette examinée (P1A1) devient similaire aux trois endroits analysés (principalement composée d'oxygène, de carbone et de titane), il est suggéré que les écarts existants dans l'extrême surface entre ces trois zones, sollicitées différemment lors de l'opération de tournage, résultent véritablement des différentes réactions tribochimiques. Cependant l'analyse AES de la surface de la plaquette neuve (même lot) montre essentiellement l'existence de titane en présence de petites quantités d'oxygène et de carbone dans ses premières couches atomiques. Le revêtement de la plaquette utilisée (P1A1) a donc subi une oxydation importante.

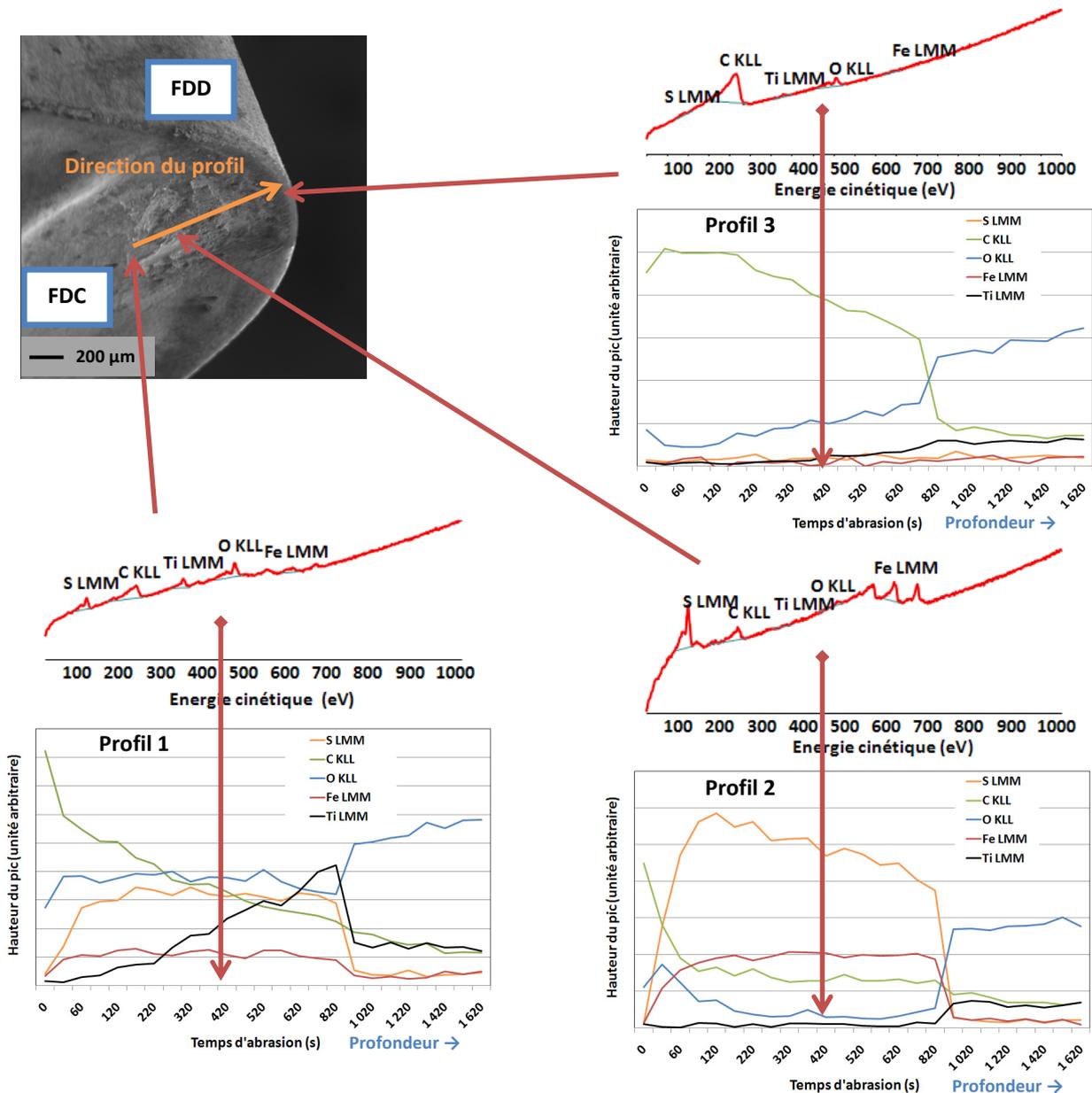


Figure II-8 : Trois profils AES réalisés sur la face de coupe de plaquette de tournage (P1A1) utilisée en tournage 3D avec l'acier C 45

La face de coupe de la même plaquette mais de l'autre arête de coupe (P1A3) qui n'a pas été encore abrasée mais qui a travaillé dans les conditions similaires (à sec et ensuite avec lubrifiant) est analysée en XPS. Plusieurs éléments chimiques sont identifiés. Le fer et le manganèse proviennent du matériau usiné (transfert métallique). Le titane et l'azote signalent la présence de la première couche du revêtement (nitrure de titane). L'oxygène apporte majoritairement une information sur l'état d'oxydation de la surface. La présence d'oxydes de titane, de fer ou de manganèse doit être prise en compte. Le carbone indique l'existence de liaisons de type C-H, C-O ou C=O. Puisque la semi-quantification globale n'est pas représentative pour l'ensemble de la surface de la plaquette analysée (effet de rugosité et hétérogénéité de la surface trop importants), on s'intéresse uniquement à l'identification de la nature chimique des composés soufrés par l'analyse du spectre détaillé du pic de soufre et celui du fer (cf. Figure II-9). Ainsi, selon les références bibliographiques (cf. Annexe I § I.2), le spectre de soufre peut être décomposé en trois différentes composantes :

- la plus intense centrée vers 160,75 eV correspond aux sulfures métalliques FeS,
- la composante vers 168,12 eV correspond aux sulfates,
- et la composante située vers 163,25 eV correspond à l'additif adsorbé sur la surface de plaquette.

La même démarche est effectuée pour le spectre du fer (cf. Figure II-9). Trois composantes sont également différenciées :

- la composante du fer métallique à 706,8 eV,
- la composante du fer (II) (par exemple des oxydes de fer (II)) et/ou de sulfures de fer FeS à 709,70 eV ; le pic intense de soufre et celui du fer peuvent être clairement distingués sur le spectre brut du **Profil 2** obtenu après 420 s d'abrasion (cf. Figure II-8). Cette observation permet de supposer que le soufre fourni par le lubrifiant est effectivement lié au fer même si cette liaison ne peut pas être confirmée avec certitude sur le spectre XPS du fer.
- la composante du fer (III) à 711,24 eV (par exemple des oxydes de fer (III)).

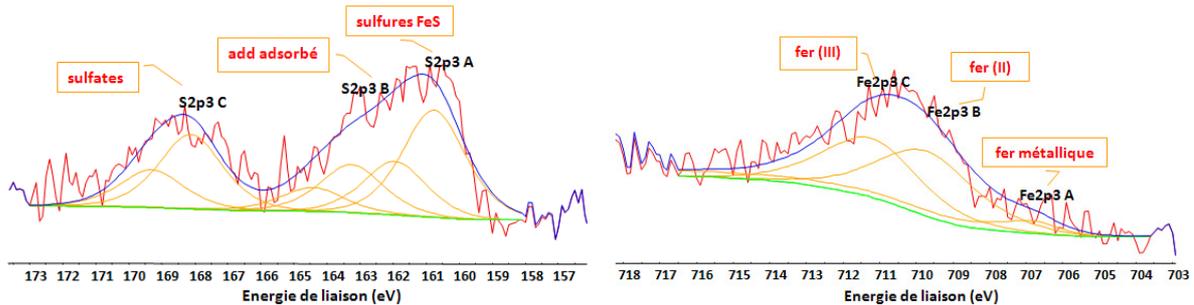


Figure II-9 : Spectres XPS du soufre (S_{2p_{3/2}}) et du fer (Fe_{2p_{3/2}}) obtenus pendant l'analyse de la face de coupe de la plaquette de tournage (P1A3)

La présence de traces d'inclusions de sulfures de manganèse provenant de l'acier ne peut pas être exclue non plus (les traces du manganèse ont été détectées en AES et XPS). Les inclusions de l'acier telles que les sulfures de manganèse (très facilement cisillable) sont couramment incorporées dans l'acier pour améliorer ses propriétés d'usinabilité. Même si le manganèse est introduit dans la coulée d'acier dans des concentrations très faibles et, en partie, sous forme d'inclusions avec le soufre, il se trouve qu'il fait souvent parti du transfert sélectif lors du frottement. Les sulfures de manganèse jouent un certain rôle pendant les phénomènes de cisaillement de la matière usinée. Néanmoins, cette action est jugée comme étant plutôt mécanique. Le soufre dans les sulfures de manganèse est fixé donc son activité chimique est peu probable par rapport à celle du soufre mobile de l'additif du lubrifiant. En outre, aucune donnée dans la littérature prouvant la réaction possible du soufre provenant du lubrifiant avec le manganèse de l'acier n'a été trouvée. Par conséquent, les sulfures de manganèse ne font l'objet d'aucune discussion approfondie dans la suite de l'étude.

L'analyse XPS des faces de dépouille de la plaquette analysée auparavant (P1A1 et P1A3) montre la présence du fer et du soufre uniquement en traces. Les autres éléments détectés sont le carbone, l'oxygène et le titane. A l'heure actuelle, il est impossible de déterminer si les résultats issus de cette analyse sont conditionnés par la mise en œuvre difficile de l'examen des faces de dépouille ou s'il s'agit véritablement d'un transfert métallique beaucoup moins important que dans le cas des faces de coupe des outils.

Pour conclure, l'analyse AES et XPS de l'outil permet de démontrer l'activité chimique de l'additif soufré du lubrifiant testé (HB Yu4+ADDS1) lors du tournage. Le fer transféré sur la plaquette de tournage est très réactif chimiquement ; il réagit immédiatement avec le soufre provenant du lubrifiant en formant des sulfures de fer, connus pour leurs propriétés lubrifiantes. La présence de ces sulfures a été confirmée sur la surface de l'outil (principalement la face de coupe) dans la zone d'écoulement du copeau ou à l'arrière de cette zone. Par ailleurs, la détection des traces de manganèse suppose la contribution des sulfures de manganèse de l'acier en matière d'amélioration de l'usinabilité du matériau coupé. Leur effet, plutôt mécanique, est vraisemblablement indépendant de l'action du soufre apporté par la lubrification. Il a été trouvé également que le soufre peut coexister avec le titane provenant du revêtement (cf. Figure II-8, Profil 2). Même si la faible réactivité chimique (barrière contre l'usure par diffusion) est l'une des propriétés que le revêtement de l'outil doit assurer, la liaison du soufre avec du titane peut avoir lieu pour former les sulfures de titane en traces. Néanmoins, cette combinaison est incontestablement beaucoup plus difficile à établir que celle avec du fer pour lequel l'affinité chimique du soufre est prépondérante.

II.2.6. SYNTHÈSE DES RESULTATS OBTENUS EN TOURNAGE

Plusieurs campagnes d'essais sont réalisées en tournage au fur et à mesure pour pouvoir étudier l'effet de paramètres tels que la sévérité des conditions de coupe ou le type d'acier. La première campagne dans les conditions d'ébauche avec l'acier aux caractéristiques mécaniques très importantes (25 MnCrMoSiVB 5) à sec et avec lubrifiant (HB Yu4+ADDS1) montre un écart très faible entre les efforts enregistrés dans ces deux régimes. Le même essai mais cette fois-ci dans les conditions de coupe moins sévères est répété (profondeur de passe et avance plus faibles) en obtenant le même résultat. Ceci n'est pas étonnant car la densité de puissance générée en finition et en ébauche est la même. Néanmoins les opérations de finition sont souvent considérées comme plus délicates du fait qu'une bonne qualité de surface usinée est plus difficile à obtenir (rôle secondaire du fluide de coupe). Etant donné que la différence en termes d'efforts de coupe est négligeable, l'étape suivante consiste à tester en tournage deux autres aciers : acier mi-dur (C 45) et acier doux (C 20). Les propriétés intrinsèques de l'acier peuvent avoir une influence sur la pression de contact entre la face de l'outil et le copeau. Plus l'acier est doux (cas de l'acier C 20), plus la pression de contact est faible donc l'accès pour le lubrifiant est facilité. Cependant, il est généralement admis que plus les caractéristiques mécaniques de l'acier sont faibles, plus la vitesse de coupe doit être augmentée sachant que ce paramètre est perçu comme limitant pour la lubrification. Les essais avec ces deux aciers, dont celui avec l'acier C 45 détaillé dans le **Chapitre II** (cf. II.2.2. Effet du lubrifiant en tournage 3D sur l'effort spécifique de coupe (K_c)), ne montrent pas non plus d'écart important entre les efforts de coupe à sec et avec lubrifiant, mettant en doute la fonction lubrifiante des huiles de coupe en coupe continue. Le même type de conclusions a également été tiré lors des essais d'usure des plaquettes de tournage effectués aux vitesses de coupe plutôt élevées correspondant aux conditions industrielles. L'usure en dépouille de l'arête utilisée avec le lubrifiant était quasiment comparable à celle mesurée sur l'arête qui a travaillé à sec. **L'activité réduite du lubrifiant (lubrifiant détecté en traces lors de l'analyse XPS) sur la face de dépouille pourrait en être la raison.**

Les résultats d'analyse de la plaquette et des copeaux confirment clairement l'activité chimique de l'additif du lubrifiant en tournage. Le film de sulfures de fer FeS observé sur la plaquette et sur les copeaux (cf. Figure II-6 et Figure II-8) ne peut qu'être formé par le soufre actif de l'additif. Compte tenu des résultats issus des essais mécaniques (pas de différence importante en terme

d'effort spécifique de coupe et d'usure des outils), il est primordial d'établir quelles sont les circonstances de la formation (pendant la coupe ou *a posteriori*) de ces produits de réactions de l'additif contenu dans lubrifiant (HB Yu4+ADD51) et ainsi d'en déduire pourquoi ils semblent n'avoir aucun effet sur l'amélioration de la qualité d'usinage.

En considérant que le soufre réagit de façon préférentielle avec le fer métallique (affinité chimique), **l'hypothèse est avancée que la lubrification se fait par l'intermédiaire du dépôt métallique formé sur l'outil**. Le copeau est considéré plus en tant que "media" de la lubrification (à l'origine du dépôt métallique) et marqueur de l'activité chimique de l'additif. Deux scénarios sont envisageables :

- l'additif soufré contenu dans le lubrifiant (HB Yu4+ADD51) ne peut pas pénétrer dans la zone de contact mais agit à ses alentours (suivant l'idée de [DeC_80]) ; le dépôt formé lors du déroulement du copeau sur la surface de l'outil, toujours réactif à chaque sortie de l'outil de la pièce usinée (avant la passe suivante), entre en contact avec le lubrifiant *a posteriori*. Mori a démontré que la surface fraîche du fer est extrêmement réactive vis-à-vis du soufre même à température ambiante [MOR_95]. Puisque la concentration de l'additif dans le lubrifiant est plus importante que celle de l'oxygène, le soufre réagit instantanément avec le fer transféré pour former des sulfures de fer FeS qui pourraient protéger partiellement l'outil contre les micro-soudures et diminuer la zone de contact et le frottement lors de la passe suivante de l'outil. Il est ainsi tout à fait envisageable que les sulfures de fer détectés sur la surface de l'outil n'aient pas été formés au cours d'une passe de l'outil mais plutôt entre chaque passe, car dans de telles conditions sévères de l'utilisation de l'outil, ils sont probablement totalement "consommés" lors d'une passe.
- à l'action de l'additif soufré contenu dans le lubrifiant (HB Yu4+ADD51) proposée ci-dessus s'ajoute la pénétration partielle, plutôt sous forme gazeuse, aux basses vitesses de coupe (environ 50 m/min) d'après l'idée de Childs [CHI_06]. De plus, il est connu que l'usinage à basse vitesse de coupe favorise la formation d'un dépôt métallique plus important sur l'outil tel que l'arête rapportée (dépôt métallique fortement adhérent accumulé sur l'arête de coupe). La formation de sulfures de fer dans cet endroit pourrait être encore plus prononcée. Cependant, l'utilisation de l'outil dans ces conditions de coupe n'est pas conseillée.

Le faible effet du lubrifiant lors du tournage peut alors être expliqué par les deux théories suivantes. Premièrement, il est envisageable que **les sollicitations dans la zone de coupe soient trop sévères pour que les sulfures de fer puissent se maintenir et jouer leur rôle surtout si ces produits de réactions de l'additif sont distribués localement**.

Deuxièmement, à condition que les sulfures de fer puissent résister aux sollicitations pendant un certain temps d'usinage, **il est possible que la sensibilité des efforts de coupe soit faible par rapport à l'évolution du coefficient de frottement (les efforts fluctuent peu même si le coefficient de frottement change)**. Pour vérifier cette hypothèse, la loi de coupe en coupe orthogonale, développée récemment et permettant de déterminer les coefficients de frottement sur les deux faces de l'outil, est utilisée de façon inverse (cf. II.2.4. Modélisation des efforts de coupe en coupe orthogonale (tournage 2D)). Les hypothèses et les calculs sont exposés dans la partie **Annexes** (cf. Annexe II § II.5). Dans la modélisation inverse, ces coefficients peuvent être exprimés en mettant en place le modèle analytique de la coupe de Merchant [MER_45] ou de Lee & Shaffer [LEE_51] ainsi que des données expérimentales, en fonction d'une contrainte de cisaillement du matériau supposée constante. Ces modèles sont ensuite utilisés pour déterminer les valeurs des efforts de coupe engendrés (et leurs variations). En prenant en compte le modèle analytique de la coupe de Lee & Shaffer [LEE_51] (sensibilité des efforts plus grande que celle issue du modèle de [MER_45]), si le coefficient de frottement diminuait de moitié uniquement sur la face de coupe ou uniquement sur la face de dépouille, cela engendrerait une baisse de l'effort de coupe F_c d'environ 25% ou 10% respectivement (cf. Tableau II-6). Pour que la baisse de l'effort de coupe F_c soit encore plus significative (d'environ 35%), les deux coefficients de frottement devraient baisser simultanément de

moitié. Une diminution importante (d'environ 38%) serait remarquée sur l'effort d'avance F_f lors de la réduction de moitié du coefficient de frottement sur la face de coupe indépendamment du coefficient sur la face de dépouille de l'outil.

Dans les conditions sévères de la coupe, il est difficilement concevable d'obtenir une diminution de moitié du coefficient de frottement, simultanément sur les deux faces de l'outil, sans prise en compte de l'effet de l'outil et du bruit de mesures. L'hypothèse de la faible sensibilité des efforts de coupe par rapport à l'évolution du coefficient de frottement semble donc tout à fait plausible. Afin de vérifier la modélisation réalisée, les mesures des efforts de coupe en tournage dans les conditions de finition sont effectuées, après avoir déposé un revêtement de MoS_2 (bisulfure de molybdène – un très bon réducteur du frottement) sur les deux faces de l'outil (cf. Annexe II § II.6). Au final, cela revient à amener le lubrifiant (solide dans ce cas) dans le contact. Le coefficient de frottement sur la face de coupe de la plaquette utilisée dans cet essai ($\mu_{Fdc} \approx 0,4$ et $\mu_{Fdd} \approx 0,7$) est légèrement moins important que celui calculé sur les faces de coupe des plaquettes utilisées à sec et avec lubrifiant (cf. II.2.4. Modélisation des efforts de coupe en coupe orthogonale (tournage 2D)). Les écarts entre les efforts de coupe F_c enregistrés avec la plaquette de tournage utilisée à sec, avec lubrifiant testé (HB Yu4+ADDS1) et la plaquette revêtue avec le MoS_2 sont difficilement discernables contrairement aux efforts d'avance F_f qui semblent être inférieurs pour les mesures réalisées avec la plaquette revêtue avec le MoS_2 . Les gains relatifs, en terme d'effort d'avance F_f , obtenus pour les différentes mesures varient entre 10-25% (donc d'environ 18% en moyenne). La baisse de l'effort d'avance F_f serait donc à l'origine de la diminution du coefficient de frottement sur la face de coupe de la plaquette revêtue (MoS_2). Ces valeurs sont en cohérence avec le modèle inverse discuté auparavant (cf. Annexe II § II.5 et Tableau II-6). Finalement, malgré la présence dans la zone de la coupe du lubrifiant solide (MoS_2), ayant des propriétés de réduction du frottement extraordinaires, l'apport de celui-ci en terme de diminution des efforts de coupe, surtout de l'effort de coupe F_c , semble être faible et limité. La même conclusion serait donc davantage vraie pour le lubrifiant liquide dont la présence dans la zone de coupe est incertaine.

Type de modélisation	Modèle analytique de la coupe	μ_{Fdc}	μ_{Fdd}	Variation F_c	Variation F_f
Modélisation directe en coupe orthogonale (cf. II.2.4. Modélisation des efforts de coupe en coupe orthogonale (tournage 2D))		0,5 (à sec ou avec lubrifiant)	0,7 (à sec ou avec lubrifiant)		
Modélisation directe et inverse en coupe orthogonale avec la plaquette revêtue en MoS_2	Merchant [MER_45]	0,4	0,7	% 5	% 12
	Lee & Shaffer [LEE_51]	0,4	0,7	% 10	% 15
Simulation inverse en coupe orthogonale	Merchant [MER_45]	0,25	0,7	% 16	% 35
		0,5	0,35	% 10	pas d'effet
		0,25	0,35	% 26	% 35
	Lee & Shaffer [LEE_51]	0,25	0,7	% 25	% 38
		0,5	0,35	% 10	pas d'effet
		0,25	0,35	% 35	% 38

Tableau II-6 : Modélisations réalisées en coupe orthogonale

II.3. EFFET DU LUBRIFIANT EN FRAISAGE (COUPE DISCONTINUE)

En présumant que la coupe interrompue favorise l'action du lubrifiant, le fraisage est choisi afin d'étudier l'effet du lubrifiant en utilisant la même molécule-modèle du lubrifiant (pentasulfure) qu'en tournage. L'analyse des surfaces des copeaux et de l'outil utilisé est également menée.

L'outil utilisé en fraisage est un outil aux arêtes multiples qui, contrairement aux autres outils possédant plus d'une arête, ne travaillent pas toutes en même temps. Les dents de l'outil (ou les plaquettes dans le cas de fraises à plaquettes) subissent donc des chocs importants dus au chargement mécanique cyclique à chaque fois qu'ils s'engagent, à nouveau, dans la matière usinée, ce qui les fragilise de manière considérable. Les copeaux dans le cas de la coupe discontinue sont toujours courts et fragmentés donc facilement évacués. Cependant, la section de coupe, qui n'est pas constante, est souvent à l'origine de vibrations et peut conduire à des efforts de coupe moins stables.

II.3.1. PROCEDURE EXPERIMENTALE

Le montage expérimental, la procédure d'essai ainsi que le traitement du signal enregistré avec le capteur de force pour les campagnes de fraisage présentées dans ce chapitre sont inclus dans la partie **Annexes** (cf. Annexe II § II.7). Le **Tableau II-7** récapitule les paramètres et les conditions appliqués pour ces essais.

Opération :	Fraisage
Matériaux :	Acier faiblement allié 42 CrMoV 4 ($R_m = 1100$ MPa, 320 HB)
Outils :	Fraise monobloc Tivoly en carbure (WC+Co) non revêtue (diamètre 10 mm), $Z = 3$ ($\gamma = 6^\circ$, $\lambda_s = 30^\circ$)
Formulations utilisées :	Etalonnage des fraises : <ul style="list-style-type: none"> ▪ A sec Pour toutes les campagnes de fraisage : <ul style="list-style-type: none"> ▪ Huile de base inerte (HB Yu4) ▪ Huile de base inerte (HB Yu4) + ADDS1 (pentasulfure)
Conditions d'opération :	Etalonnage des fraises (la même procédure pour toutes les campagnes) : <ul style="list-style-type: none"> ▪ $V_c = 100$ m/min, $f_z = 0.11$ mm/tr/dent, $a_e = 2$ mm, $a_p = 2$ mm Effet du lubrifiant en fraisage : <ul style="list-style-type: none"> ▪ sur l'énergie spécifique de coupe (W_c) : $V_c = 60, 120, 180$ m/min, $f_z = 0.1, 0.2, 0.3$ mm/tr/dent, $a_e = 2$ mm, $a_p = 2$ mm ▪ sur la durée de vie des fraises : $V_c = 80, 160$ m/min, $f_z = 0.05$ mm/tr/dent, $a_e = 2$ mm, $a_p = 1$ mm
Observations :	Les fraises utilisées dans les différentes campagnes proviennent du même lot et sont nettoyées à l'heptane préalablement. Un examen visuel sous la loupe binoculaire est réalisé afin d'éliminer les fraises présentant les défauts éventuels de fabrication.

Tableau II-7 : Paramètres appliqués dans les différentes campagnes en fraisage

II.3.2. EFFET DU LUBRIFIANT EN FRAISAGE SUR L'ENERGIE SPECIFIQUE DE COUPE (W_c)

La phase d'étalonnage des outils est d'une importance majeure surtout pour le bon déroulement des essais en fraisage où les efforts de coupe peuvent être davantage concernés par les instabilités et les vibrations. De plus, la préparation des arêtes de coupe des fraises étant un procédé extrêmement délicat, elle n'est souvent pas parfaitement maîtrisée. Tout défaut (écaillages des arêtes de coupe ou écarts entre les longueurs des dents) peut avoir un effet très significatif sur l'énergie spécifique de coupe (W_c) et la durée de vie de l'outil (T) obtenues.

La procédure d'étalonnage commence donc par la vérification de l'affûtage des fraises en observant les arêtes de coupe sous la loupe binoculaire. Le moindre défaut oblige à éliminer l'outil examiné. Trois mesures à sec avec chacune des nouvelles fraises sont réalisées dans les conditions de coupe suivantes : $V_c = 100$ m/min, $f_z = 0.11$ mm/tr/dent, $a_e = 2$ mm et $a_p = 2$ mm. Suite à l'étalonnage, seuls les outils pour lesquels les dispersions entre les valeurs moyennes (issues de trois mesures réalisées à sec) de l'effort spécifique de coupe sont faibles (maximum 5%) et dont l'observation sous la loupe binoculaire n'a pas montré de traces d'usure, sont retenus. Un coefficient de correction est appliqué afin d'atténuer les différences qui peuvent exister d'un outil par rapport à l'autre. Cette correction permet ainsi d'admettre que toutes les fraises utilisées "travailleront" de la même façon dans ces conditions particulières.

En ce qui concerne les conditions de coupe, les mesures sont effectuées selon une simple matrice qui permet d'étudier à la fois l'effet de la vitesse de coupe et de l'avance par dent sur l'énergie spécifique de coupe (cf. Tableau II-8). Trois vitesses de coupe et trois avances par dent sont choisies de telle manière que la plage entière de conditions de coupe applicables à l'outil utilisé (depuis des valeurs V_c et f_z faibles jusqu'à des valeurs très élevées) soit balayée. Pour diminuer encore le risque d'influence de l'outil sur les mesures des efforts de coupe, un seul outil pour deux séries de mesures est utilisé de la même manière qu'en tournage. Une série de neuf mesures à sec suivie d'une série de neuf mesures avec l'un des lubrifiants testés (HB Yu4 ou HB Yu4+ADDS1) est donc effectuée. En appliquant cette démarche, le gain relatif en fraisage avec l'un des lubrifiants testés par rapport au fraisage à sec est obtenu. Cette démarche nécessite néanmoins de poser l'hypothèse que l'influence de l'usure, que l'outil subit pendant les neuf premières mesures, sur la deuxième série de mesures avec l'un des lubrifiants testés (HB Yu4 ou HB Yu4+ADDS1) est négligeable. L'engagement radial (a_e) et la profondeur de passe (a_p) de la fraise sont fixés à 2 mm. La longueur usinée est égale à 30 mm.

Facteurs	Nb. de niveaux	N.1	N.2	N.3
Sec/Lubrification	2	Sec	Lubrification	
V_c (m/min)	3	60	120	180
f_z (mm/tr/dent)	3	0.1	0.2	0.3

2 x 3 x 3 = 18 mesures réalisées au total pour une fraise donnée (9 à sec + 9 avec le lubrifiant testé)

Tableau II-8 : Niveaux des facteurs du plan d'expérience

La **Figure II-10** montre l'effet de la vitesse de coupe sur l'effort spécifique de coupe avec l'huile de base inerte (HB Yu4) et avec la même huile de base contenant l'additif soufré (HB Yu4+ADDS1) par rapport au fraisage à sec, pour l'avance de l'outil fixe $f_z = 0.2$ mm/tr/dent. De la même façon qu'en tournage (cf. Figure II-1), l'énergie spécifique de coupe diminue avec l'augmentation de la vitesse de coupe que ça soit une opération réalisée à sec ou avec l'un des lubrifiants testés (HB Yu4, HB Yu4+ADDS1). Les explications de ce phénomène ont été données antérieurement. La **Figure II-10 (1)** montre qu'il n'y a aucun gain relatif en terme d'énergie spécifique de coupe entre le fraisage avec l'huile de base (HB Yu4) et à sec pour trois vitesses testées. Au contraire, l'effet de l'huile de base (HB Yu4) paraît être même défavorable. On suppose que c'est l'action simultanée de deux

phénomènes, de nature différente, qui est à l'origine de cette détérioration. La formation de l'oxyde sur la surface de l'outil peut être une première barrière naturelle de protection contre le grippage à condition qu'il n'y ait pas d'autre élément chimiquement plus actif agissant à la place d'oxygène. Sachant que la concentration de l'oxygène dans la base lubrifiante est moins importante que celle dans l'air, la formation des oxydes peut avoir lieu plus facilement et, probablement dans une quantité plus importante, dans le cas de fraisage à sec. Autrement dit, l'outil serait mieux protégé pendant l'opération réalisée à sec. Le deuxième phénomène impliquerait plutôt les phénomènes thermiques qui accompagnent la lubrification. Le refroidissement apporté uniquement par l'huile de base chimiquement inerte (HB Yu4) lors de l'opération d'usinage aurait un impact sur le comportement thermique du matériau usiné et il en résulterait une augmentation de sa contrainte de cisaillement par rapport à celle du matériau coupé à sec. De plus, il peut être supposé que les chocs thermiques locaux, par exemple à chaque entrée de l'arête de coupe dans la matière usinée, peuvent contribuer à la rupture prématurée des outils utilisés avec la base lubrifiante en question (HB Yu4).

Comme l'illustre la **Figure II-10 (2)**, le fait d'enrichir l'huile de base (HB Yu4) avec l'additif soufré permet d'augmenter efficacement le pouvoir lubrifiant du mélange (HB Yu4+ADD51) et d'apporter un gain par rapport au fraisage à sec. Ce gain diminue cependant avec l'augmentation de la vitesse de coupe (environ 15% à 60 m/min, contre environ 9% à 120 m/min). Autrement dit, la baisse des efforts de coupe en fraisage avec lubrifiant testé (HB Yu4+ADD51) par rapport au fraisage à sec est plus importante aux basses vitesses de coupe et diminue ou disparaît quasiment aux hautes vitesses de coupe. Ce constat peut être logiquement expliqué par l'accès réduit du lubrifiant à l'interface entre l'outil et la matière usinée ou le copeau – impliquant un temps d'action du lubrifiant raccourci – car la vitesse relative de surfaces en contact est trop importante. Quelle que soit la configuration testée : sec / HB Yu4 ou sec / HB Yu4+ADD51, les mêmes conclusions ont été obtenues pour les deux autres avances testées.

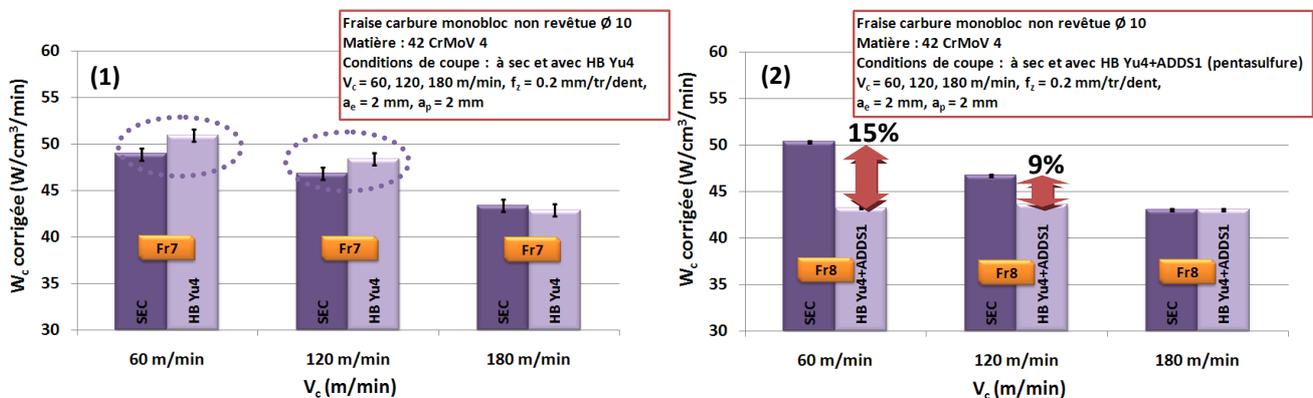


Figure II-10 : Effet de la vitesse de coupe sur l'énergie spécifique de coupe corrigée en fraisage avec (1) l'huile de base (HB Yu4) et (2) avec le lubrifiant contenant l'additif soufré (HB Yu4+ADD51) par rapport au fraisage à sec pour l'avance $f_z = 0.2$ mm/tr/dent

Quant à la **Figure II-11**, elle illustre l'effet de l'avance de l'outil sur l'effort spécifique de coupe avec l'huile de base inerte (HB Yu4) et avec la même huile de base contenant l'additif soufré (HB Yu4+ADD51) par rapport au fraisage à sec, pour la vitesse de coupe fixe $V_c = 60$ m/min. En augmentant l'avance de l'outil, l'énergie spécifique de coupe à réaliser l'opération de fraisage diminue dans les trois cas : à sec, avec l'huile de base inerte (HB Yu4) et avec le lubrifiant (HB Yu4+ADD51). L'effet global de l'avance de l'outil sur les efforts de coupe a été discuté auparavant (cf. II.2.2. Effet du lubrifiant en tournage 3D sur l'effort spécifique de coupe (K_c)). Un effet bénéfique du lubrifiant par rapport au fraisage à sec est constaté uniquement avec le mélange contenant l'additif soufré (HB Yu4+ADD51). De plus, le gain enregistré avec le lubrifiant semble être plus important pour les avances de l'outil plus importantes. La meilleure efficacité du lubrifiant aux avances plus importantes peut être expliquée par les mêmes facteurs qui mènent à la baisse de

l'énergie spécifique de coupe. La géométrie de l'outil (coupe localement négative pour les avances faibles) ou la distribution des contraintes (plus forte accumulation des contraintes dans la zone de coupe pour les avances plus faibles) peuvent influencer les sollicitations aux interfaces de la coupe et donc faciliter ou contrer l'action du lubrifiant. Cependant, dans cette configuration expérimentale, les avances les plus importantes ($f_z = 0.3$ mm/tr/dent) engendrent le maximum de vibrations. La dernière mesure avec l'huile de base (HB Yu4) à $V_c = 60$ m/min et à $f_z = 0.3$ mm/tr/dent n'a pas pu être réalisée à cause d'un endommagement apparu sur l'une des arêtes de la fraise.

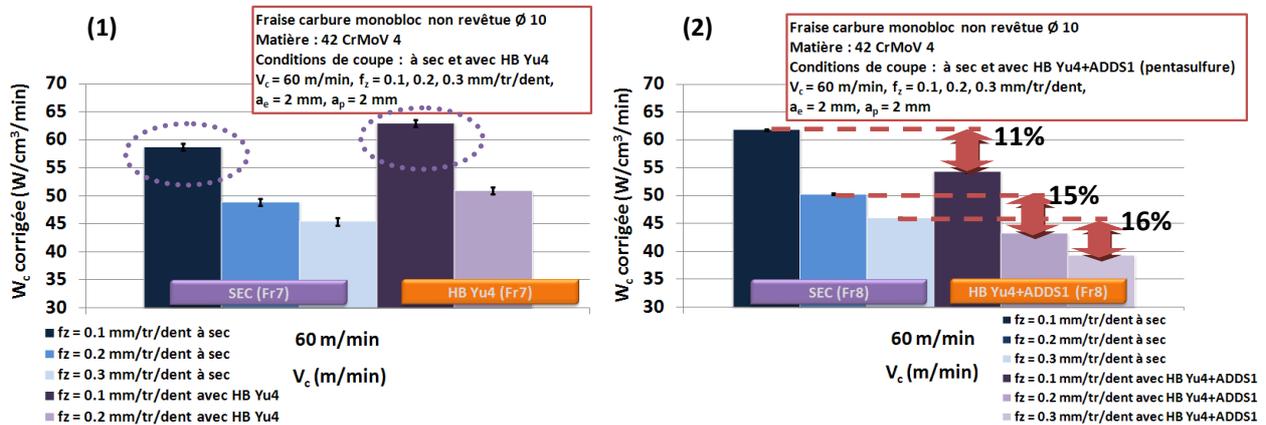


Figure II-11 : Effet de l'avance sur l'énergie spécifique de coupe corrigée en fraisage avec (1) l'huile de base (HB Yu4) et (2) avec le lubrifiant contenant l'additif soufré (HB Yu4+ADDS1) par rapport au fraisage à sec pour la vitesse de coupe $V_c = 60$ m/min

Les mêmes tendances sont observées pour les deux autres vitesses de coupe testées indépendamment de la configuration testée : sec / HB Yu4 ou sec / HB Yu4+ADDS1. Les graphes rassemblant les mesures de l'énergie spécifique de coupe en fonction de trois différentes vitesses de coupe pour trois différentes avances et dans les deux configurations testées (HB Yu4, HB Yu4+ADDS1) par rapport aux mesures correspondantes réalisées à sec sont présentés dans la partie **Annexes** (cf. Annexe II § II.8).

II.3.3. EFFET DU LUBRIFIANT EN FRAISAGE SUR LA DUREE DE VIE DE L'OUTIL

L'objectif de cet essai est de vérifier si le gain observé au cours de l'opération de fraisage avec le lubrifiant (HB Yu4+ADDS1), gain reflété par la baisse de l'énergie spécifique de coupe, se confirme vis-à-vis de l'usure des outils. L'huile de base (HB Yu4) est testée également à titre de comparaison. Les outils utilisés sont examinés sous la loupe binoculaire avant l'utilisation.

Le critère de réforme de l'outil $V_b^* = 0,3$ mm est utilisé pour déterminer la fin de la vie des fraises. La mesure de l'usure est moyennée sur trois dents d'une fraise. Après avoir atteint cette valeur de référence et même si les arêtes de coupe des fraises ne sont pas en état catastrophique, l'essai est arrêté en considérant que l'outil a terminé son cycle de vie. Les conditions de coupe pour l'essai de durée de vie des outils sont choisies de telle manière que l'usure en dépouille soit progressive et mesurée sans difficulté (formation d'une bande brillante sur la face de dépouille). Puisque l'effet bénéfique de l'additif s'est manifesté lors de la campagne précédente, plus au moins fortement suivant la vitesse de coupe, l'essai d'usure des outils est réalisé à basse et haute vitesse de coupe $V_c = 80$ m/min et $V_c = 160$ m/min respectivement. Les autres conditions de coupe sont les suivantes : $f_z = 0.05$ mm/tr/dent, $a_e = 2$ mm et $a_p = 1$ mm.

La **Figure II-12** donne les valeurs de la durée de vie des fraises exprimées en minutes pour atteindre la valeur de l'usure en dépouille moyenne de 0,3 mm pour trois dents. Les graphes d'évolution de l'usure des fraises en fonction du temps à sec, avec l'huile de base (HB Yu4) et avec le

mélange HB Yu4+ADD51 sont inclus dans la partie **Annexes** (cf. Annexe II § II.9). La **Figure II-12** permet de réaliser les conclusions suivantes :

- la durée de vie des fraises utilisées à haute vitesse de coupe diminue significativement par rapport à la durée de vie des fraises utilisées à basse vitesse de coupe.
- par rapport aux outils utilisés en fraisage à sec, on obtient un gain relatif d’environ 60% à basse vitesse de coupe ($V_c = 80$ m/min) et d’environ 50% à haute vitesse de coupe ($V_c = 160$ m/min) en terme de durée de vie des fraises utilisées avec le mélange contenant l’additif soufré (HB Yu4+ADD51).
- la durée de vie des fraises utilisées avec l’huile de base inerte (HB Yu4) est comparable ou réduite par rapport aux outils utilisés à sec indépendamment de la vitesse de coupe. Les mêmes raisons que celles énumérées lors du faible écart entre les efforts de coupe en fraisage avec l’huile de base (HB Yu4) et à sec, peuvent être à l’origine d’une performance anti-usure médiocre de l’huile de base (HB Yu4).

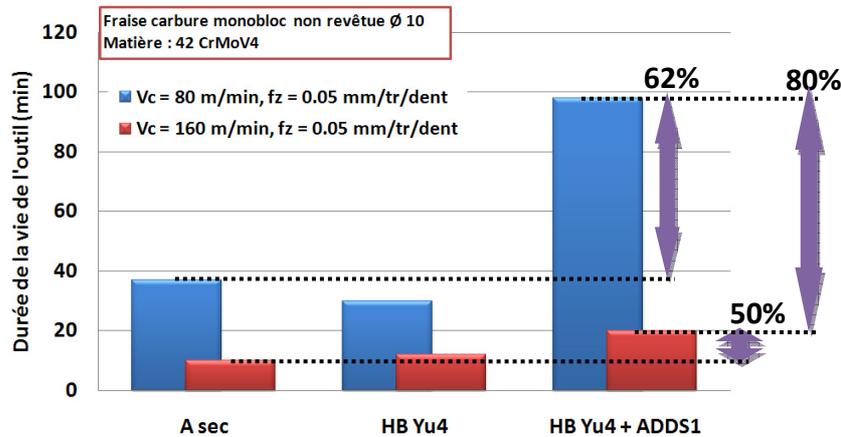


Figure II-12 : Durées de vie des fraises utilisées à sec, avec l’huile de base (HB Yu4) et avec le lubrifiant contenant l’additif soufré (HB Yu4+ADD51) à basse et haute vitesse de coupe

L’additif soufré (ADD51-pentasulfure) testé arrive à protéger efficacement les outils contre l’usure et permet de prolonger de façon remarquable leur durée de vie. De plus, son effet sur l’usure est toujours visible à haute vitesse de coupe. Ainsi, il semble que l’action bénéfique du lubrifiant en fraisage se manifeste davantage lors de l’essai d’usure que dans la mesure des efforts de coupe.

Même si la répétabilité des résultats est incertaine (essai réalisé une seule fois), il est peu probable qu’un gain si important en terme de la durée de vie des outils obtenu avec le lubrifiant (HB Yu4+ADD51) soit uniquement dû à l’effet de l’outil.

II.3.4. ANALYSE PHYSICO-CHEMIQUE DES COPEAUX ET DES FRAISES

L’analyse de la surface des copeaux (zone analysée $600 \mu\text{m} \times 900 \mu\text{m}$ en AES, $1 \text{mm} \times 1 \text{mm}$ en XPS) et de la fraise utilisée avec le lubrifiant (HB Yu4+ADD51) pendant la mesure des efforts de coupe (cf. II.3.2. Effet du lubrifiant en fraisage sur l’énergie spécifique de coupe (W_c)) est réalisée.

Analyse des copeaux (face qui a frotté sur la face de coupe de l’outil)

Les conditions de coupe dans lesquelles les copeaux ont été obtenus sont les suivantes : $V_c = 60$ m/min, $f_z = 0.2$ mm/tr, $a_e = 2$ mm et $a_p = 2$ mm c’est-à-dire les paramètres avec lesquels le gain relatif, en terme d’énergie spécifique de coupe du lubrifiant testé (HB Yu4+ADD51) par rapport au fraisage à sec, était maximum et pour lesquels les mesures des efforts de coupe étaient stables.

Le profil AES réalisé sur la surface du copeau obtenu avec lubrifiant (HB Yu4+ADD51) (cf. Figure II-13) ressemble indubitablement à celui du copeau obtenu en tournage (cf. Figure II-6). La

distribution des éléments chimiques en profondeur est quasiment la même pour ces deux copeaux ; la comparaison de l'épaisseur des couches consécutives est cependant impossible car les deux profils ont été réalisés dans des conditions d'abrasion différentes. Le film épais composé essentiellement du soufre et du fer est remarqué nettement sur la surface du copeau obtenu en fraisage. Sa présence simultanée avec d'autres composés carbonés et oxygénés est envisageable. Les composés oxydés tels que les sulfates et les oxydes métalliques seraient répartis dans les couches extérieures de la surface. En ce qui concerne la surface du copeau obtenu avec l'huile de base inerte (HB Yu4) (cf. Figure II-13), à l'exception de l'oxygène, distribué plutôt superficiellement sans doute sous forme d'oxydes métalliques, et du carbone dont l'existence persiste au travers de la surface, elle ne présente pas d'autres singularités dans sa composition chimique. A première vue, la couche d'oxydes semble particulièrement fine (enlevée au bout de 30 s d'abrasion) ; ce fait pourrait donc corrélérer l'une des hypothèses expliquant la faible performance de l'huile de base (HB Yu4) dans les tests d'usinage (en termes de W_c et de durée des vies des outils).

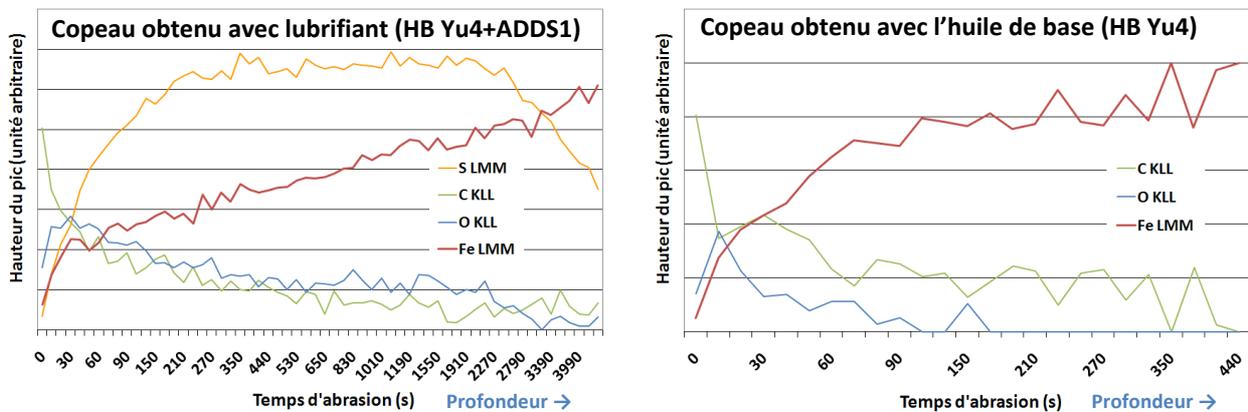


Figure II-13 : Profils AES réalisés sur les surfaces de copeaux obtenus avec le mélange HB Yu4+ADDS1 et l'huile de base (HB Yu4) (face qui a frotté sur la face de coupe de l'outil)

Le **Tableau II-9** présente une semi-quantification globale des cinq éléments détectés sur les surfaces des copeaux obtenus en fraisage. Une quantification plus détaillée est présentée dans la partie **Annexes** (cf. Annexe II § II.10). La composition générale, issue de l'analyse XPS, de la surface du copeau obtenu en fraisage avec le lubrifiant (HB Yu4+ADDS1) est similaire à celle du copeau obtenu en tournage avec le même lubrifiant ; il en va de même pour la surface du copeau réalisé en fraisage avec l'huile de base (HB Yu4) (excepté pour la présence du soufre) et celle du copeau réalisé à sec en tournage puis trempé dans le lubrifiant (HB Yu4+ADDS1). Mis à part le soufre détecté en quantité plus abondante sur le copeau obtenu avec le lubrifiant en fraisage, il n'y a pas d'autres différences considérables entre la quantité et la nature chimique des éléments détectés sur les copeaux réalisés en tournage par rapport à ceux réalisés en fraisage (cf. Figure II-7 et Figure II-14). Par conséquent, seule l'analyse plus détaillée des spectres du fer et du soufre de la surface du copeau obtenu avec le lubrifiant (HB Yu4+ADDS1) en fraisage est présentée.

Element	Pourcentage atomique (%)	
	Surface du copeau usiné avec HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure)	Surface du copeau usiné avec HB Yu4
C1s	59	53
O1s	28	36
Fe2p3/2	4	9
S2p3/2	8	traces de pollution
Mn2p3/2	1	2

Tableau II-9 : Semi-quantification globale (% at.) issue de l'analyse XPS des surfaces de copeaux obtenus avec l'huile de base (HB Yu4) et le mélange HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure) (face qui a frotté sur la face de coupe de l'outil)

Sur la surface du copeau obtenu avec le lubrifiant (HB Yu4+ADDS1), un pic intense de sulfures de fer FeS (161,11 eV) et trois pics moins intenses de l'additif adsorbé (163,23 eV), de sulfites (166,27 eV) et de sulfates (168,19 eV) sont détectés (cf. Tableau II-10). Des traces de sulfures de fer FeS₂ (162,38 eV) sont également présentes. Le pourcentage atomique du soufre discerné est égal à environ 8% par rapport à la totalité des éléments détectés, dont 5% sont attribués aux sulfures de fer FeS. La teneur en soufre sur la surface du copeau obtenu avec le lubrifiant en fraisage, plus importante par rapport à son équivalent en tournage, peut s'expliquer par une épaisseur de sa couche de contamination moins importante ou simplement par une plus grande quantité de soufre ayant réagi avec elle. La **Figure II-14** illustre les spectres XPS analogues du soufre réalisés pendant l'analyse des surfaces du copeau obtenu avec le lubrifiant (HB Yu4+ADDS1) en tournage et en fraisage. Le spectre du fer dévoile la contribution des trois composantes habituelles : oxydes de fer (II) et/ou de sulfures de fer FeS (composante vers 709 eV), oxydes de fer (III) (composante vers 711 eV) et fer métallique (composante vers 707 eV).

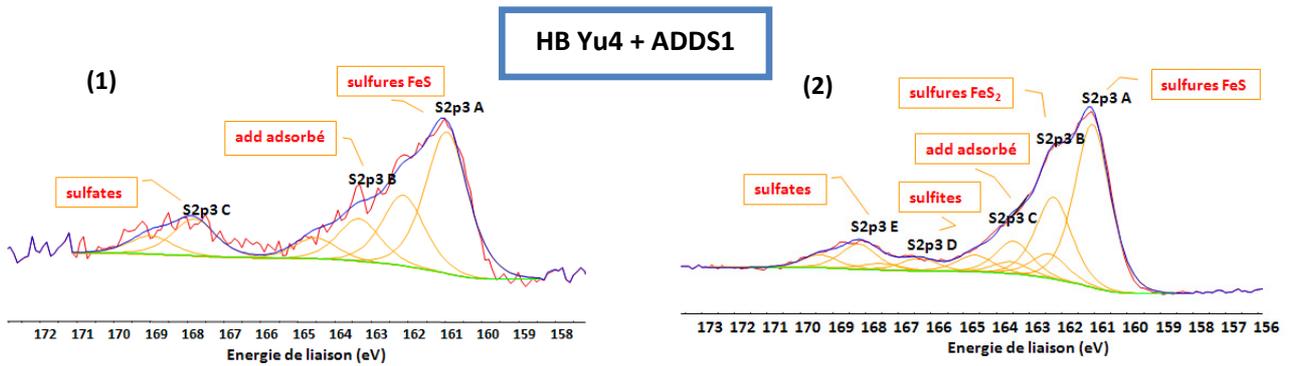


Figure II-14 : Spectre XPS du soufre (S_{2p3/2}) réalisé pendant l'analyse des surfaces du copeau obtenu avec le lubrifiant (HB Yu4+ADDS1) (face qui a frotté sur la face de coupe de l'outil) : (1) en tournage, (2) en fraisage

Element	Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure)			Surface du copeau usiné avec HB Yu4		
	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique
Fe2p3/2	706,90	1,46	traces	706,95	1,40	1
	709,70	3,50	2	709,70	3,50	3
	711,17	3,50	2	711,00	3,50	5
S2p3/2	161,11	1,39	5			
	162,38	1,39	traces			
	163,23	1,39	1			
	166,27	1,39	1			
	168,19	1,39	1			

Tableau II-10 : Energies de liaison, largeurs à mi-hauteur et pourcentage atomique des composantes de soufre et de fer détectées par rapport à la totalité des éléments détectés (cf. Tableau II-9) sur les surfaces de copeaux analysés (face qui a frotté sur la face de coupe de l'outil)

Quelques analyses XPS complémentaires de la surface des copeaux obtenus avec le lubrifiant (HB Yu4+ADDS1) ont été réalisées :

- la surface du copeau obtenu avec le lubrifiant (HB Yu4+ADDS1) aux hautes vitesses de coupe (copeau réalisé à $V_c = 180$ m/min, $f_z = 0,3$ mm/tr/dent, $a_p = 2$ mm, $a_e = 2$ mm) montre que la quantité du soufre qui y est détectée est considérablement moins élevée que dans le cas de la surface du copeau obtenu aux basses vitesses de coupe,
- la composition chimique globale de la face extérieure du copeau obtenu avec le lubrifiant (HB Yu4+ADDS1) ne se différencie pas beaucoup de la face du copeau qui a frotté sur la face de coupe de l'outil,

- la surface des copeaux issus de l'essai de durée de vie (cf. III.3.3. Effet du lubrifiant en fraisage sur la durée de vie de l'outil) est comparable à celle des copeaux obtenus pendant les essais des mesures des efforts de coupe.

Pour conclure, la composition générale de la surface du copeau obtenu avec le lubrifiant (HB Yu4+ADDS1) en fraisage ne diffère pas beaucoup de celle des copeaux issus de la campagne en tournage. Les mêmes composés soufrés sont détectés dans les deux cas : ils traduisent la formation prépondérante de sulfures de fer FeS, puis de faibles quantités de l'additif adsorbé et des sulfates. Quelle que soit la performance du lubrifiant étudié en fraisage (réduction du frottement, durée de vie de l'outil), l'additif soufré (ADDS1) semble avoir le même mécanisme d'action, car il forme quasiment les mêmes produits de réactions. Cependant, les paramètres de coupe, tels que la vitesse de coupe, pourraient avoir un impact sur l'accessibilité de la molécule soufrée à proximité de la zone de coupe et par conséquent sur la quantité de soufre plus au moins importante sur la surface.

Analyse de la fraise monobloc en carbure non revêtue (WC+Co) (diamètre 10, Z = 3)

Avant toute analyse, la fraise subit un découpage du fait des limitations du dispositif d'analyse par rapport à la taille de l'échantillon analysé. La scie à fil diamanté est utilisée en présence d'eau (refroidissement du fil) pour tronçonner l'outil à son extrémité. L'analyse MEB/EDS de la fraise utilisée, qui a travaillé tout d'abord à sec et ensuite avec le lubrifiant (HB Yu4+ADDS1), montre les traces d'usure sur les deux faces de l'outil. Des éléments tels que le tungstène, le cobalt, le fer, le manganèse et des traces de soufre sont détectés. Le transfert métallique du fer et du manganèse semble être distribué de façon irrégulière. Les faibles quantités de soufre sont repérées localement mais plus nettement que dans le cas de la plaquette de tournage. Compte tenu de la géométrie complexe de la partie active de l'outil et du transfert métallique distribué de façon non uniforme sur sa surface, la fraise est analysée uniquement en XPS, ce qui permet d'obtenir une information globale sur une large zone de la surface.

L'analyse XPS (zone analysée 1 mm x 1 mm) est réalisée à deux endroits différents près de l'arête de coupe sur chacune des faces de l'outil (face de coupe, face de dépouille) et confirme la présence de composés qui sont quasiment les mêmes sur la totalité de la surface de l'outil examiné. Outre le tungstène et le cobalt qui font partie du corps de l'outil, cinq éléments sont détectés : carbone, oxygène, traces de fer, de manganèse et de soufre. Pour les mêmes raisons que pour l'analyse de la plaquette de tournage, seule l'analyse détaillée du spectre de soufre est exposée et la semi-quantification globale n'est présentée que dans la partie **Annexes** (cf. Annexe II § II.11). D'après les références bibliographiques (cf. Annexe I § I.2), quelle que soit la face de l'outil analysée, le spectre de soufre détecté sur la surface de la fraise découpée peut être décomposé en trois différentes composantes (cf. Figure II-15) :

- la plus intense centrée vers 160,92 eV (Fdd) - 161,30 eV (Fdc) correspond aux sulfures métalliques FeS,
- la composante vers 168,14 eV (Fdd) - 168,39 eV (Fdc) correspond aux sulfates,
- et la composante située vers 163,93 eV (Fdd) - 164,57 eV (Fdc) correspond au soufre élémentaire.

Trois composantes (pour les deux faces de l'outil) sur le spectre du fer sont également différenciées :

- la composante du fer métallique à 706,9 eV,
- la composante du fer (II) (par exemple des oxydes de fer (II)) et de sulfures de fer FeS à 709,70 eV,
- la composante du fer (III) à 711,24 eV (par exemple des oxydes de fer (III)).

Les quantités minimales de fer métallique, réparties plutôt de façon locales, qui ont été transférés depuis la matière usinée ou le copeau sur les faces de la fraise, réagissent avec le soufre. Des traces de sulfures de manganèse sont repérées également. En déterminant le rapport de sulfures

de fer FeS par rapport à la totalité du soufre détecté sur les deux faces de l'outil, il semble qu'une quantité plus importante de sulfures soit détectée sur la face de dépouille contrairement à la conclusion établie lors de l'analyse de la plaquette de tournage. Il peut s'agir de deux actions se renforçant simultanément : d'une part, un accès facilité de l'additif à l'interface outil-matière usinée, à cause de la discontinuité de la coupe et, d'autre part, l'activité de l'additif renforcée à cause de l'usure plus importante engendrée dans la zone de dépouille (cette face de l'outil est plus sollicitée par la vitesse, la quantité de matière qui y défile est plus importante).

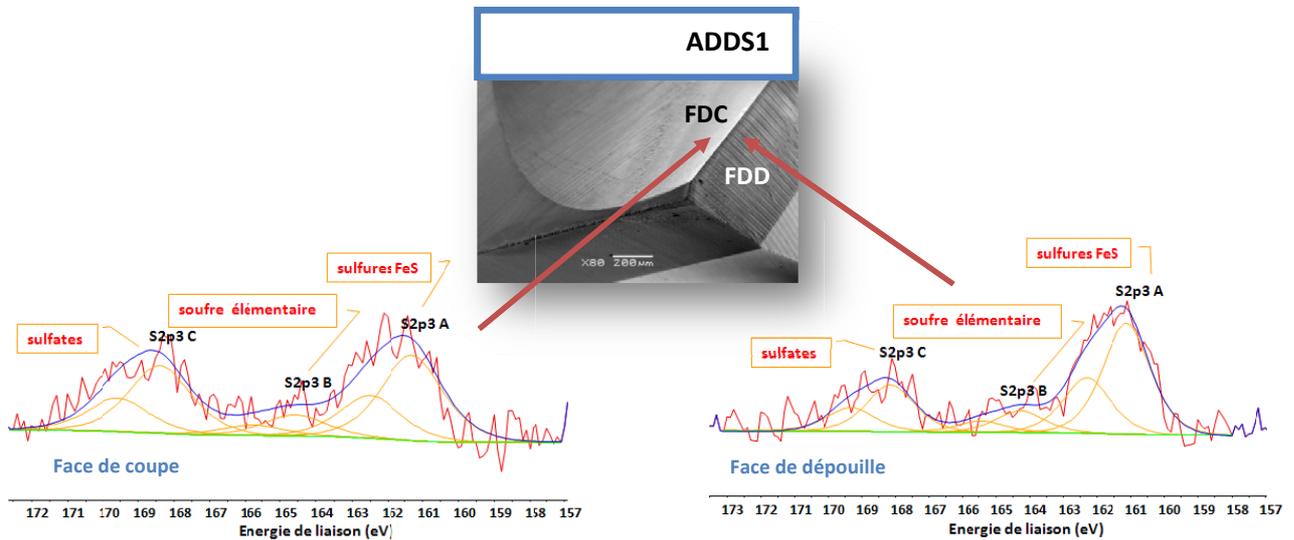


Figure II-15 : Spectre XPS du soufre ($S_{2p3/2}$) obtenu pendant l'analyse des surfaces de la fraise utilisée avec le lubrifiant (HB Yu4+ADDS1)

La réactivité chimique du matériau coupant peut avoir également un impact sur la performance de l'outil travaillant dans le régime lubrifié. A l'occasion de l'analyse de la plaquette de tournage, protégée entre autre par une couche du nitrure de titane, la formation possible de traces de sulfures de titane a été mentionnée. Il est donc possible que la réaction entre le soufre et le tungstène se produise. Certaines études mettent en évidence la formation de WS_2 en présence d'additif soufré dans des conditions tribologiques particulières [POD_06]. Les propriétés tribologiques des disulfures de tungstène (WS_2) sont extrêmement appréciées ; ils possèdent une structure lamellaire à l'image du bisulfure de molybdène MoS_2 et agissent comme un lubrifiant solide. Néanmoins, sur les spectres XPS du soufre et du tungstène obtenus pendant l'analyse des fraises, la formation de ces composés sur leurs surfaces n'est pas confirmée (la composante du WS_2 sur le spectre XPS du soufre se trouve vers 162,4 eV).

II.3.5. SYNTHÈSE DES RESULTATS OBTENUS EN FRAISAGE

La coupe discontinue est discriminante pour mettre en valeur l'action du lubrifiant (influence sur W_c et sur la durée de vie des outils). A l'occasion d'une campagne d'essai supplémentaire, les valeurs des gains relatifs évalués en terme d'énergie spécifique de coupe avec les deux lubrifiants testés (HB Yu4, HB Yu4+ADDS1) par rapport au fraisage à sec ont été confirmées.

La **Figure II-16** est une représentation des effets moyens de trois facteurs choisis – régime sec ou lubrifié (HB Yu4+ADDS1), vitesse de coupe et avance de l'outil – dans le plan d'expérience pour les essais de fraisage sur la "réponse", correspondant dans ce cas à la baisse d'énergie spécifique de coupe en supposant les interactions nulles entre les facteurs. Chaque courbe tracée illustre l'importance de la variation d'un facteur sur la baisse de l'énergie spécifique de coupe. Autrement dit, une augmentation de l'avance de l'outil conduirait à une baisse d'énergie spécifique

plus significative que le passage du régime sec au régime lubrifié (HB Yu4+ADDS1) ou que lors de l'augmentation de la vitesse de coupe. Les deux derniers paramètres auraient un effet assez comparable. L'optimisation des paramètres de coupe pourrait donc être un moyen efficace pour diminuer l'énergie engendrée lors de l'opération de coupe, tout autant voire plus que l'utilisation du lubrifiant, si l'action de chacun des paramètres était indépendante et si elle n'était pas si facilement altérée par l'usure plus rapide de l'outil et la génération de vibrations dans le cas des vitesses de coupe et des avances des outils plus élevées.

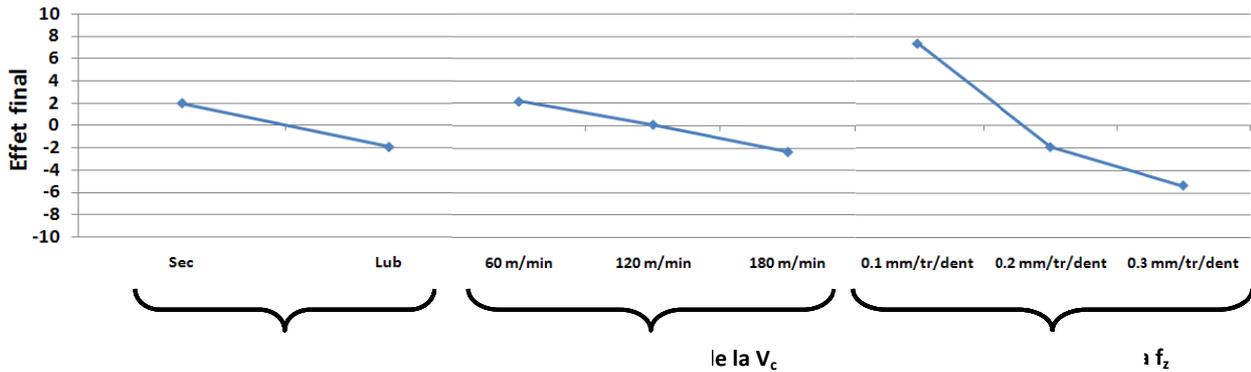


Figure II-16 : Représentation des effets de trois facteurs du plan d'expérience selon le Tableau II-8

En utilisant la méthodologie des plans d'expérience, les interactions entre les facteurs étudiés : du régime sec ou lubrifié (HB Yu4+ADDS1) par rapport à la vitesse de coupe et par rapport à l'avance de l'outil, sont illustrées respectivement sur la **Figure II-17**. Le domaine de fonctionnement du lubrifiant en terme d'énergie spécifique de coupe en fraisage peut ainsi être déterminé. La **Figure II-17 (1)** démontre que la vitesse de coupe est un paramètre limitant pour l'action du lubrifiant. Dès que la vitesse de coupe augmente, l'effet du lubrifiant est atténué, ce qui s'explique par un accès et un temps d'action du lubrifiant réduits (la vitesse relative des surfaces en contact est trop importante).

Le calcul du temps de passage de la dent dans la matière usinée pour la vitesse de coupe $V_c = 60$ m/min et $a_e = 2$ mm montre que l'arête ne travaille que pendant 5 ms sur 31 ms correspondant à un tour de l'outil (cf. Annexe II § II.12). Les 26 ms restantes sont largement suffisantes pour que la réaction chimique ait lieu entre le soufre de l'additif et la surface métallique de l'outil. La vitesse de cette réaction dépendra principalement de la température et de la nature des réactifs (le soufre est très réactif) donc des conditions qui sont facilement remplies lors de l'opération de coupe. A haute vitesse de coupe, pour la vitesse de coupe $V_c = 180$ m/min et $a_e = 2$ mm, le temps d'exposition de la dent à l'action de l'additif n'est plus que de 8 ms ; le taux de réactions est réduit et par conséquent l'effet du lubrifiant est moins significatif.

D'autre part, l'augmentation de l'avance de l'outil ne restreint pas la performance du lubrifiant (cf. Figure II-17 (2)) ; au contraire, compte tenu des résultats issus du **Chapitre II** (cf. II.3.2. Effet du lubrifiant en fraisage sur l'énergie spécifique de coupe (W_c)), elle peut l'améliorer. L'influence de la géométrie de l'outil sur la facilité du copeau à s'écouler et sur la distribution des contraintes liées à l'avance de l'outil plus élevée seraient à l'origine des sollicitations moins sévères aux interfaces de la coupe facilitant ainsi l'action du lubrifiant.

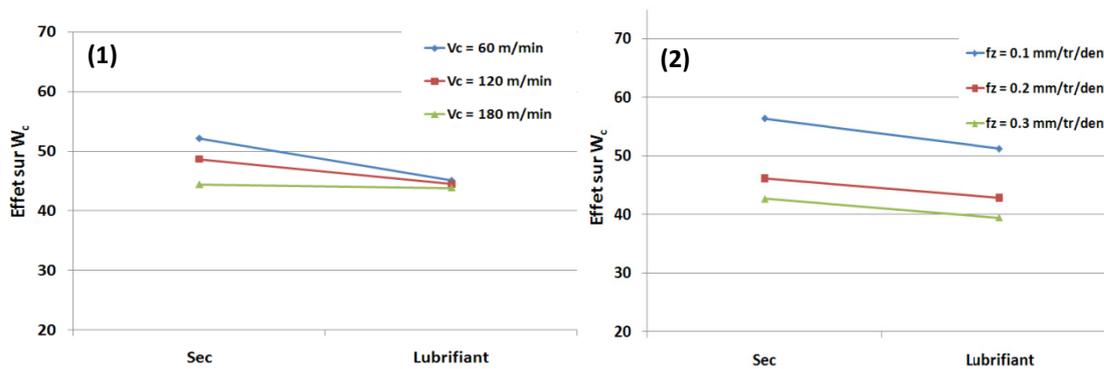


Figure II-17 : Interactions entre les différents effets : (1) interaction – régime sec-lubrification/vitesse de coupe, (2) interaction – régime sec-lubrification/avance de l'outil

Sachant que les deux méthodes d'évaluation de l'efficacité du lubrifiant (mesure de W_c et durée de vie de l'outil) diffèrent pour ce qui concerne les propriétés testées respectivement dans chacune, il est ainsi mis en évidence que le gain en terme d'augmentation de la durée de vie de l'outil par rapport à l'opération à sec ne s'exprime pas nécessairement par un gain en efforts de coupe (baisse de W_c). Le gain important concernant la durée de vie de la fraise utilisée avec le mélange HB Yu4+ADDS1 par rapport au fraisage à sec à haute vitesse de coupe suggère que l'additif arrive à protéger efficacement l'outil contre l'usure même si son effet pendant les mesures des efforts de coupe n'était plus visible – les essais de mesures des efforts de coupe ont montré qu'il semblerait y avoir peu ou pas d'effet aux vitesses élevées de coupe. Il est possible que, de la même manière qu'en tournage, la sensibilité des efforts de coupe par rapport à la variation du coefficient de frottement soit faible donc le gain relatif obtenu avec le lubrifiant par rapport à l'opération exécutée à sec n'est pas si significatif, surtout aux vitesses de coupe élevées. Le lubrifiant ne montrerait plus son efficacité, en terme d'énergie spécifique de coupe, au-delà de 180-200 m/min. Cependant, les propriétés étudiées et les réponses mesurées lors de ce deux essais d'évaluation ne sont pas du tout les mêmes donc leur comparaison n'est pas judicieuse.

La surface du copeau obtenu avec le lubrifiant HB Yu4+ADDS1 se distingue par la présence considérable de sulfures de fer FeS. D'ailleurs, sa composition ressemble incontestablement à celle du copeau obtenu avec le même lubrifiant en tournage. Les mêmes composés soufrés seraient également responsables de l'augmentation de la durée de vie de l'outil. Quant à l'analyse de la fraise, que ça soit la face de coupe ou la face de dépouille, le transfert métallique y est détecté. Ce transfert est constitué également de sulfures de fer FeS. Leur présence plus marquée sur la face de dépouille est probablement une raison de la très bonne tenue de l'outil lors de l'essai de la durée de vie par rapport à celle de l'outil en tournage.

Le même type de mécanismes de lubrification, mais sans effet visible dans le cas du tournage, est supposé apporter un effet bénéfique en fraisage : il s'agit d'un transfert métallique avec lequel l'additif soufré, contenu dans le lubrifiant, réagit pour former les sulfures de fer tout comme sa possible pénétration partielle sous forme gazeuse. La différence majeure, et l'avantage de la coupe discontinue sur le tournage en ce qui concerne la lubrification, reposerait sur le fait que, entre chaque passage de la dent dans la matière, le soufre du lubrifiant peut réagir de nouveau avec la surface de l'outil couverte localement par les transferts métalliques et "recharger" la zone de coupe en ses produits de réactions (sulfures de fer). La géométrie de l'outil (coupe positive) et les sollicitations moins sévères sur les faces de l'outil sont d'autres facteurs dont il peut résulter un autre effet favorisant l'action du lubrifiant en fraisage. En effet, la coupe discontinue semble proposer des paramètres facilitant la lubrification. Il est cependant important de souligner que cette dernière serait, de manière générale, restreinte par l'augmentation de la vitesse de coupe.

II.4. EFFET DU LUBRIFIANT EN TARAUDAGE PAR DEFORMATION

Le taraudage par déformation diffère fortement des autres techniques de coupe abordées antérieurement, car aucune formation de copeau n'a lieu. C'est une technique de formation du filet intérieur par déformation plastique de la matière. Elle se rapproche donc plus des procédés de mise en forme, d'autant que la vitesse de glissement des surfaces, la pression et la température sont beaucoup plus faibles que dans le cas des procédés par enlèvement des copeaux. L'importance du fluide de lubrification lors de l'opération de taraudage par déformation a été prouvée notamment au travers des expériences effectuées au cours de la thèse de G. Fromentin [FRO_04]. Afin d'évaluer la performance du lubrifiant, la variation du couple de taraudage selon la norme ASTM D-5619 est mesurée [ASTM D-5619]. La performance du lubrifiant augmente avec la diminution du couple de taraudage.

II.4.1. PROCEDURE EXPERIMENTALE

Le montage expérimental et la procédure d'essai pour la campagne de taraudage par déformation présentée dans ce chapitre sont inclus dans la partie **Annexes** (cf. Annexe II § II.13). Le **Tableau II-11** récapitule les paramètres et les conditions appliqués pour ces essais.

Opération :	Taraudage par déformation
Matériaux :	Acier au carbone C 70 ($R_m = 900$ MPa, 280 HB)
Outils :	Taraud par déformation en acier à coupe rapide enrichi en cobalt (HSS-E), revêtu TiN (Prototyp Protodyn ECO HT) La dimension du filet taraudé est fixée au M12*1,5 (un filetage métrique de diamètre nominal 12 mm au pas de 1.5 mm).
Formulations testés :	Etalonnage des tarauds : <ul style="list-style-type: none"> ▪ Huile de base inerte (HB Yu4) Comparaison des performances de différents lubrifiants : <ul style="list-style-type: none"> ▪ Huile de base inerte (HB Yu4) ▪ Huile de base inerte (HB Yu4) + ADDS1 (pentasulfure) ▪ Huile de base soufrée (HB S) ▪ Huile de base soufrée (HB S) + ADDS1 (pentasulfure)
Conditions de coupe :	Effet du lubrifiant sur le couple moyen de taraudage : <ul style="list-style-type: none"> ▪ $V = 14$ m/min
Observations :	Les tarauds proviennent du même lot et sont nettoyés à l'heptane préalablement. Un examen visuel sous la loupe binoculaire est réalisé afin d'éliminer les tarauds présentant les éventuels défauts de fabrication.

Tableau II-11 : Paramètres appliqués dans la campagne en taraudage par déformation

II.4.2. EFFET DU LUBRIFIANT SUR LE COUPLE MOYEN DE TARAUDAGE

Les essais commencent par l'étalonnage des tarauds. Les dispersions entre les efforts engendrés par les tarauds neufs travaillant dans les mêmes conditions peuvent en effet résulter de la présence de rugosités et d'une géométrie des outils différente au niveau microscopique. Avec chacun des nouveaux tarauds, trois éprouvettes sont taraudées en utilisant l'huile de base inerte (HB Yu4). Le taraudage par déformation est une technique où les parties actives (lobes) de l'outil ont un engagement constant. Dès lors que tous les lobes sont en prise, les signaux d'efforts varient peu et un régime quasi-stationnaire est atteint. Le couple moyen de taraudage, qui est lié au travail du taraud dans l'éprouvette, correspond à ce régime ; à titre exemple, sur la **Figure II-18**, le couple moyen de taraudage est compris entre environ 1,7 et 2,7 s. Les dispersions existantes entre les couples moyens de taraudage pour les tarauds étalonnés sont de l'ordre 2% sur le couple de taraudage (cf. Annexe II § II.14). En connaissant ces dispersions, un coefficient de correction pour chaque taraud est établi. Ce coefficient est appliqué pour la deuxième partie de l'expérience qui a pour objectif d'étudier l'effet du lubrifiant. Autrement dit, ce coefficient va pénaliser les tarauds qui travaillent mieux et va récompenser les tarauds qui travaillent moins bien. Cette correction permet ainsi d'admettre la constance des tarauds dans ces conditions particulières. Après la phase d'étalonnage, tous les tarauds sont soigneusement nettoyés dans un bain de solvant à l'ultrason.

La deuxième partie de la campagne d'essai consiste à évaluer la performance des quatre lubrifiants (cf. Tableau II-11). Chaque outil est utilisé, de nouveau, pour former cinq filets avec un et un seul lubrifiant testé. Le pouvoir de lubrification de deux formulations supplémentaires (HB S et HB S+ADDS1) est également évalué en taraudage par déformation par rapport aux essais en tournage et en fraisage (ces deux lubrifiants étaient en quantités suffisantes uniquement pour les campagnes d'essais en taraudage par déformation). Il s'agit de l'huile de base soufrée (HB S) et du mélange de cette huile de base avec l'additif soufré étudié (HB S+ADDS1). L'huile de base soufrée (HB S) est moins raffinée que la base lubrifiante chimiquement inerte (HB Yu4) utilisée auparavant et contient des résidus soufrés (par exemple du type thiophènes, carbazoles ou sulfures) qui peuvent exercer un certain rôle dans les réactions tribochimiques. En général, l'utilisation de ce type d'huiles de base dans les formulations de lubrifiants permet d'augmenter naturellement sa résistance contre l'oxydation (le soufre de l'huile de base détruit les peroxydes formés lors de son oxydation). De plus, le soufre lié dans l'huile de base soufrée d'origine minérale est souvent plus labile que le soufre contenu dans une huile de base d'origine végétale. Par conséquent, il est possible qu'à l'activité chimique de l'additif soufré (ADDS1) s'ajoute celle du soufre provenant de la base lubrifiante (quantité plus importante de soufre réactif dans le lubrifiant).

La **Figure II-18** présente un graphe typique de la variation du couple de taraudage en fonction de temps, pour les quatre lubrifiants testés. A l'exception de l'huile de base inerte (HB Yu4), il y a peu de différences entre les performances réalisées avec les trois autres lubrifiants testés (peu de dispersions entre les valeurs de couple moyen de taraudage obtenues pour trois lubrifiants testés). Les essais se caractérisent par une bonne répétabilité ; les cinq courbes correspondant à la formation des cinq filets de taraudage pour un lubrifiant donné se superposent. L'écart moyen entre les mesures par lubrifiant est estimé à environ 4% maximum pour le lubrifiant HB Yu4+ADDS1 qui se caractérise par une certaine instabilité des mesures. Le couple de formation et le couple de frottement décrivent l'entrée de l'outil dans l'avant-trou (cf. Figure II-18). Le couple de formation correspond à l'instant où les lobes d'entrée du taraud sont pris dans l'échantillon à tarauder et le premier filet est formé. Le couple de frottement est attribué aux frottements entre les filets déjà formés et la partie cylindrique de l'outil qui ne participe pas activement à leur formation [FRO_04]. En considérant uniquement l'allure générale des courbes, l'évolution du couple de taraudage pour les deux huiles de base est similaire (HB Yu4 et HB S). L'ajout de l'additif soufré (ADDS1), surtout à l'huile de base soufrée (HB S), semble faire baisser légèrement les couples de formation et de frottement par rapport à l'huile de base soufrée (HB S) ainsi que gagner en stabilité des mesures par rapport au lubrifiant HB Yu4+ADDS1.

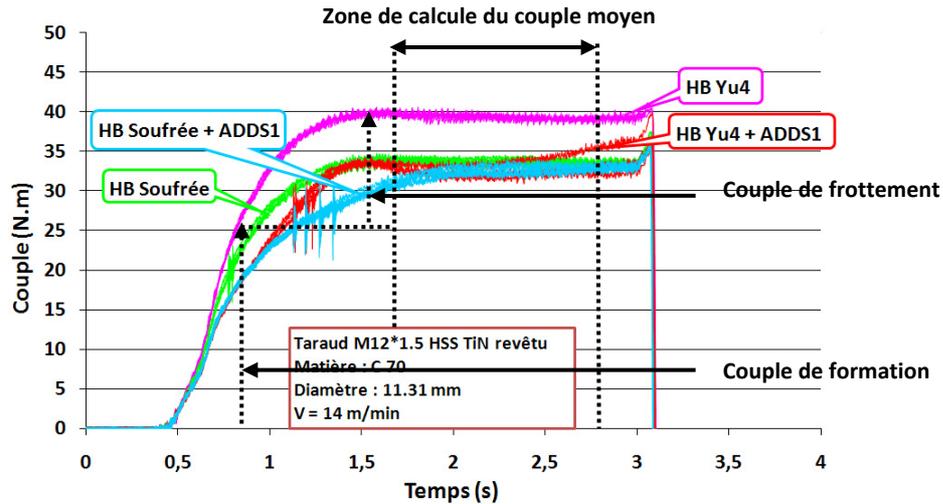


Figure II-18 : Evolution du couple de taraudage en fonction du temps pour les quatre lubrifiants testés

Le coefficient de correction des tarauds calculé pendant la phase d’étalonnage est appliqué ensuite pour la représentation des résultats en fonction du couple moyen de taraudage. Les trois lubrifiants testés (HB Yu4+ADDS1, HB S+ADDS1 et HB S) semblent avoir une performance similaire par rapport à l’huile de base inerte (HB Yu4) en terme de couple de taraudage et permettent de le baisser d’environ 15% (cf. Figure II-19). Le fait d’utiliser comme huile de base un produit non inerte (HB S) au détriment d’une huile de base inerte (HB Yu4) n’a pas d’effet synergique sur l’efficacité totale du lubrifiant. De plus, le gain d’efficacité obtenu avec l’huile de base soufrée (HB S) par rapport à l’huile de base inerte (HB Yu4) semble être aussi important que celui obtenu avec les formulations contenant l’additif soufré (ADDS1). Cependant compte tenu des études précédentes [BIE_08, BIE_08(2)], l’efficacité de l’huile de base soufrée (HB S) peut être inférieure par rapport à celle des deux lubrifiants contenant l’additif ADDS1 (HB Yu4+ADDS1 et HB S+ADDS1). Les dispersions obtenues entre les différentes campagnes peuvent être dues aux outils qui ont été étalonnés cette fois-ci avec l’huile de base inerte contrairement aux campagnes d’essais précédentes où les dispersions entre les outils ont été vérifiées avec l’huile de base soufrée (HB S) [BIE_08, BIE_08(2)]. Cette incertitude sur la véritable performance de l’huile de base soufrée (HB S) montre l’importance des précautions à prendre même lors de l’étalonnage de l’outil. Le soufre contenu dans l’huile de base soufrée (HB S) a un effet plus important que ce que l’on pouvait présumer.

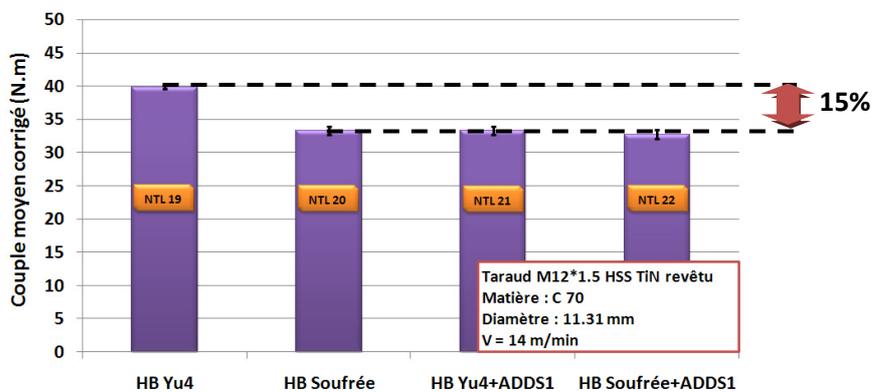


Figure II-19 : Couple moyen de taraudage corrigé avec le coefficient de correction des tarauds pour les différentes formulations testées

II.4.3. ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE DES FILETS DE TARAUDAGE

Le taraudage par déformation est l'unique technique pour laquelle les pièces usinées sont analysées. Cette partie de l'expérience a pour but de confirmer la présence d'éléments provenant des lubrifiants testés sur la surface des filets de taraudage aux pieds et aux sommets de ces filets. Alors que le pied du filet est soumis pendant sa formation au frottement de l'outil et à la déformation plastique très intenses, le sommet est une zone uniquement déformée qui n'entre pas en contact avec l'outil et résulte de l'écoulement de la matière. Les filets formés sont découpés et ensuite nettoyés dans un bain de solvant à l'ultrason. Le même pied et le même sommet sont analysés sur tous les filets taraudés (cf. Figure II-20). L'analyse est effectuée sur la partie du filet complètement formée, partie qui a donc subi une action importante de l'outil tout au long de sa formation.

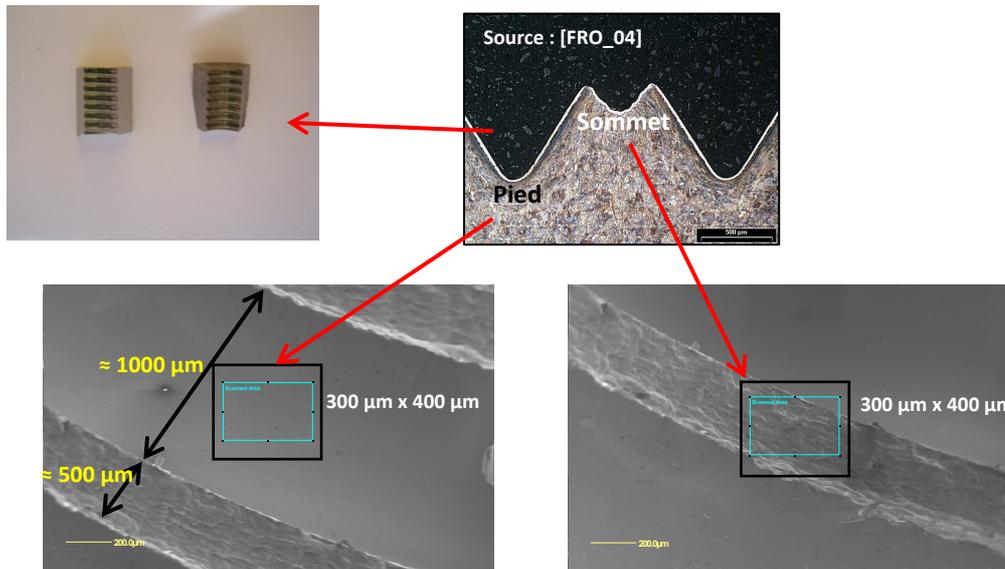


Figure II-20 : Zones analysées sur le filet de taraudage : le sommet et le pied

La **Figure II-21** montre les spectres AES aux pieds (Pied) et aux sommets (Sommet) des filets de taraudage formés avec les différents lubrifiants testés après 40 s d'abrasion avec les ions Ar^+ . Cette légère abrasion sert à enlever la couche de contamination des surfaces des filets. Les spectres AES confirment la présence d'oxygène (O KLL), de fer (Fe LMM), de carbone (C KLL) et de soufre (S LMM) sur la surface de tous les filets taraudés aux pieds et aux sommets. Le pied ainsi que le sommet du filet – qui n'est pas en contact avec l'outil – sont des zones très réactives. Le soufre semble être davantage présent sur la surface des filets formés avec les mélanges contenant l'additif ADDS1 (HB Yu4+ADDS1 et HB S+ADDS1).

Les profils AES complets sont réalisés uniquement sur la surface du filet formé avec le lubrifiant HB Yu4+ADDS1, au pied et au sommet dans les mêmes conditions d'abrasion (cf. Figure II-22). Les surfaces analysées dans ces deux endroits différents se montrent similaires en composition. Après avoir enlevé la contamination de la surface, un film riche en soufre et en fer apparaît dans les deux cas. Il ne s'agit pas de soufre uniquement adsorbé à la surface mais de soufre qui a réagi avec la surface métallique. Le film soufré au pied du filet taraudé contient vraisemblablement plus de soufre par rapport à celui repéré sur le sommet. Le pied du filet est au cœur de la plus grande chaleur générée par le frottement de l'outil et la déformation plastique, ce qui pourrait donc être à l'origine de la formation d'un film soufré plus important dans cette zone. La présence d'autres composés carbonés et oxygénés (entre autre d'oxydes métalliques) au travers des surfaces des filets est très probable. Les sulfates seraient répartis dans les premières couches de la surface des filets.

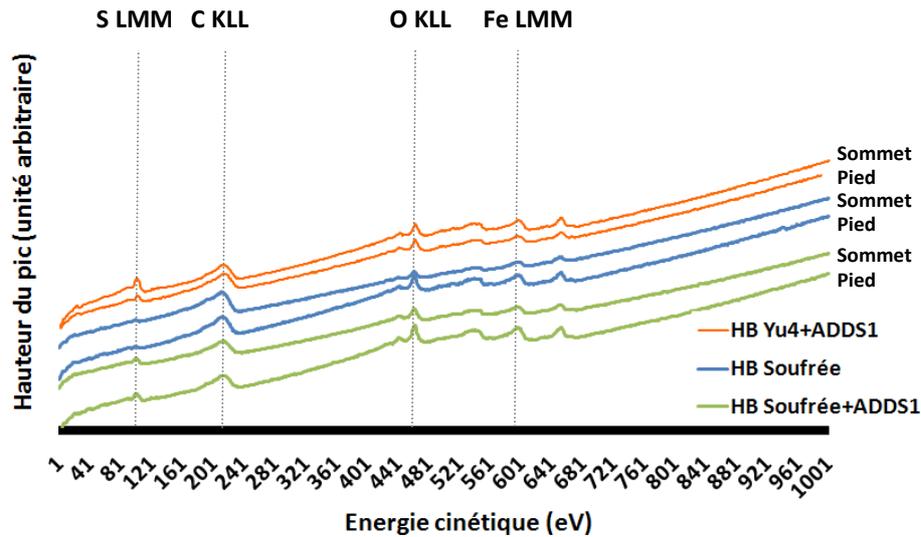


Figure II-21 : Spectres AES aux pieds et aux sommets des filets de taraudage formés avec différents lubrifiants testés après 40 s d'abrasion avec les ions Ar⁺

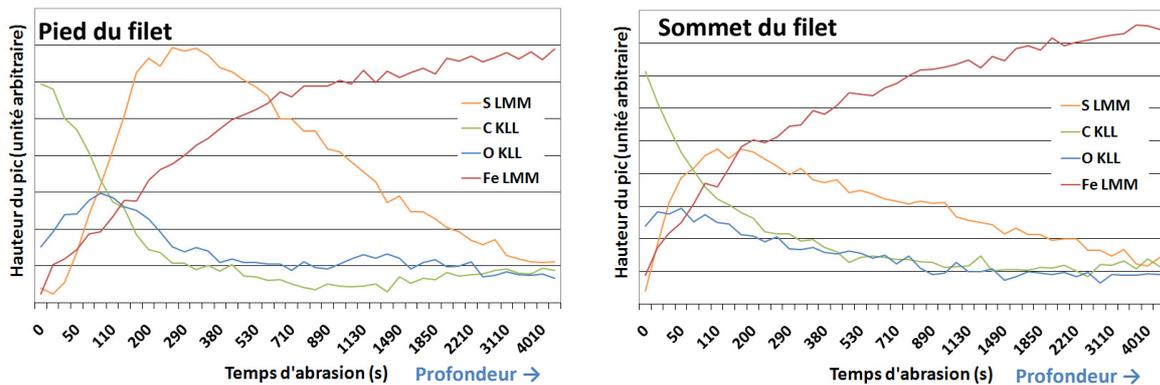


Figure II-22 : Profil AES réalisé au pied et au sommet du filet de taraudage formé avec le lubrifiant HB Yu4+ADDs1

L'analyse XPS est engagée pour déterminer la nature chimique des produits de réactions de l'additif étudié (ADDs1) et des espèces soufrées contenues dans l'huile de base soufrée (HB S) avec les surfaces de filets taraudés. Pour réaliser une analyse précise aux sommets et aux pieds des filets, la surface analysée (500 µm x 500 µm) est limitée le plus possible en prenant en compte la géométrie du filet (cf. Figure II-20). Puisque les zones analysées en XPS sont très réduites, ce qui rend la démarche plus complexe, le signal issu de l'analyse est très faible et souvent bruité (le traitement des spectres est moins évident). Un nouveau "couple" pied et sommet non abrasé sur un filet donné est choisi. Les éléments détectés sur les surfaces de filets taraudés sont : l'oxygène, le carbone, le fer, le soufre et des traces de manganèse. Aucune autre trace d'éléments métalliques provenant de l'acier ou du revêtement de l'outil (nitrure de titane) n'est identifiée.

Le **Tableau II-12** montre une semi-quantification globale des quatre éléments détectés sur les surfaces des filets formés en taraudage par déformation. Le manganèse, détecté dans les limites de la sensibilité de l'analyse, n'est pas pris en compte. Une quantification plus détaillée est présentée dans la partie **Annexes** (cf. Annexe II § II.15). La composition générale de la surface des filets formés avec les trois lubrifiants testés (HB Yu4+ADDs1, HB S+ADDs1 et HB S) n'est pas tout à fait la même. En analysant le **Tableau II-12**, les remarques suivantes peuvent être formulées :

- différentes réactions tribochimiques semblent avoir lieu avec ces trois lubrifiants testés lors de la formation des filets de taraudage,

- la surface du filet formé avec le lubrifiant HB Yu4+ADDS1 est plus riche en soufre par rapport à celle formée avec le lubrifiant HB S+ADDS1 ; de plus, la première contient plus de carbone alors que la deuxième plus de composés à base d’oxygène. Le type d’huile de base utilisée (inerte et non-inerte-soufrée) dans les lubrifiants a donc un impact sur la formation des différents produits de réactions avec les surfaces de filets taraudés, même si les performances finales de ces lubrifiants en terme de couple de taraudage sont plutôt comparables.
- la surface du filet formé avec l’huile de base soufrée (HB S) montre que le soufre de la base lubrifiante peut manifestement réagir avec la surface métallique ; cette surface se caractérise par la teneur la plus importante en carbone et la plus faible en oxygène de tous les filets analysés,
- quelle que soit la zone analysée – pied ou sommet du filet – la composition générale de la surface semble être similaire pour chacun de filets formés. Cependant, il peut être supposé que, du fait de la différence des sollicitations engendrées au pied et au sommet du filet, leur composition peut différer en profondeur (cf. Figure II-22).

Element	Pourcentage atomique (%)					
	Surface du filet formé avec HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure)		Surface du filet formé avec HB S+ADDS1 (pentasulfure)		Surface du filet formé avec HB S	
	Pied	Sommet	Pied	Sommet	Pied	Sommet
C1s	56	57	48	49	71	82
O1s	31	26	41	41	24	14
Fe2p3/2	5	5	6	6	3	2
S2p3/2	8	12	5	4	2	2

Tableau II-12 : Semi-quantification globale (% at.) issue de l’analyse XPS des surfaces de filets formés avec l’huile de base soufrée (HB S), le mélange HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure) et HB S+ADDS1 (pentasulfure)

Par la suite, l’analyse détaillée des spectres XPS du soufre obtenus pendant l’analyse du pied et du sommet des filets taraudés avec les lubrifiants testés est menée (cf. Tableau II-13). Sur la surface du filet formé avec le lubrifiant (HB Yu4+ADDS1) (cf. Figure II-23), le pic intense des sulfures de fer FeS (161,30 eV-pied, 161,08 eV-sommet) et deux pics moins intenses du soufre élémentaire (164,51 eV-pied, 164,20 eV-sommet) et des sulfates (167,75 eV-pied, 169,18 eV-sommet) sont détectés. Le fait de détecter une quantité de soufre moins importante au pied du filet est attribué à un problème technique lié à l’analyse. La **Figure II-22** montre clairement que la teneur en soufre au pied du filet est comparable ou supérieure à celle du sommet.

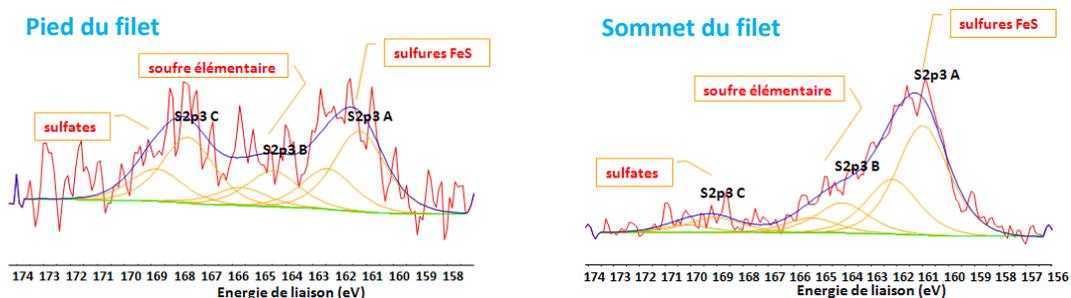


Figure II-23 : Spectres XPS du soufre (S_{2p3/2}) obtenus pendant l’analyse du pied et du sommet de filet taraudé avec le lubrifiant (HB Yu4+ADDS1)

La **Figure II-24** compare les spectres XPS du soufre obtenu pendant l’analyse des surfaces des filets formés avec le lubrifiant HB S+ADDS1 et avec l’huile de base soufrée (HB S). Par rapport au lubrifiant HB Yu4+ADDS1, moins de soufre est détecté sur les surfaces de filets formés avec ces deux

lubrifiants dont la base lubrifiante est non inerte (HB S). Le pic de soufre sur le filet taraudé avec le lubrifiant HB S+ADDS1 contient deux composantes majeures : la première correspondante due aux sulfures de fer FeS (161,30 eV-pied, 161,19 eV-sommet) et la deuxième, quasiment aussi importante que la première, attribuée aux sulfates (168,13 eV-pied, 168,07 eV-sommet). Quant au spectre du soufre obtenu lors de l'analyse de la surface des filets formés avec l'huile de base soufrée (HB S), il est constitué principalement d'une seule composante – des sulfates (168,42 eV-pied, 168,18 eV-sommet). La présence des petites quantités de sulfures de fer FeS et de soufre élémentaire est également détectée.

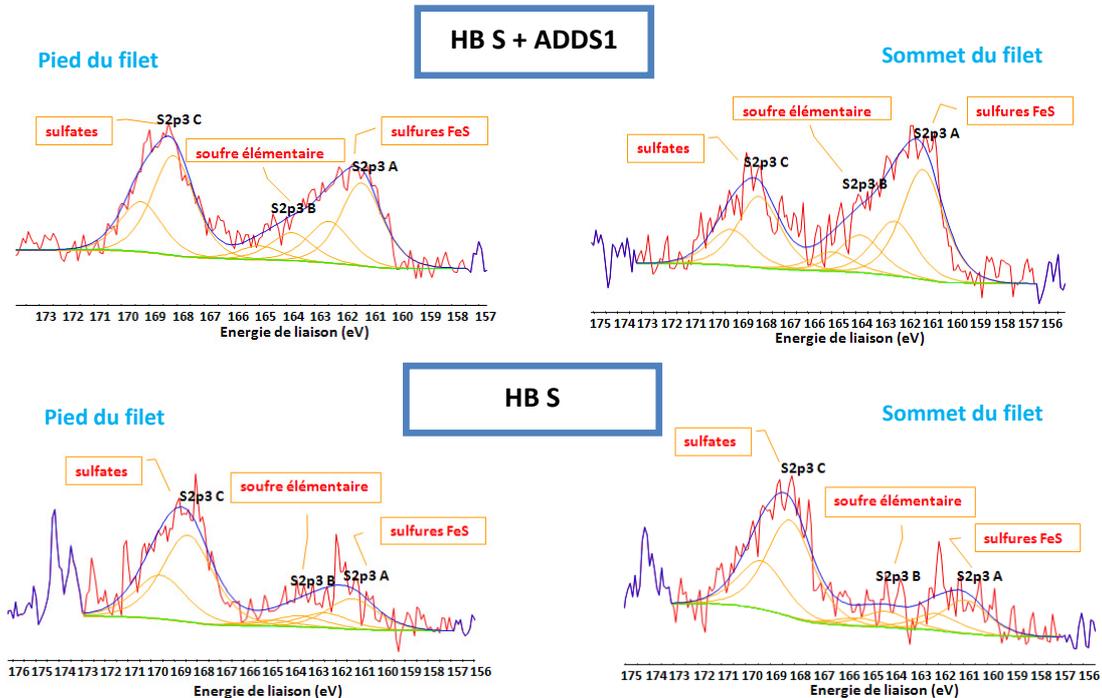


Figure II-24 : Spectres XPS du soufre ($S_{2p3/2}$) obtenus pendant l'analyse du pied et du sommet de filet taraudé avec le lubrifiant (HB S+ADDS1) et l'huile de base non inerte (HB S)

Element	Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure)			Surface du filet formé avec HB S + ADDS1 (pentasulfure)			Surface du filet formé avec HB S		
	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique
	Pied			Pied			Pied		
Fe _{2p3/2}	706,91	1,40	traces	706,97	1,53	traces	706,95	1,37	traces
	709,62	3,38	2	709,70	3,38	1	709,70	3,22	1
	711,07	3,38	3	711,00	3,38	5	711,00	3,22	2
S _{2p3/2}	161,30	2,11	3	161,30	1,90	2	161,29	2,71	1
	164,51	2,11	2	163,83	1,90	1	163,58	2,71	traces
	167,75	2,11	3	168,13	1,90	2	168,42	2,71	1
	Sommet			Sommet			Sommet		
Fe _{2p3/2}	707,00	1,42	traces	706,98	1,28	traces	706,97	0,97	traces
	709,70	3,19	3	709,70	3,35	1	709,70	3,50	traces
	711,01	3,19	2	711,00	3,35	5	711,00	3,50	1
S _{2p3/2}	161,08	2,49	8	161,19	2,19	2	160,91	2,36	traces
	164,20	2,49	2	163,82	2,19	1	164,21	2,36	traces
	169,18	2,49	2	168,07	2,19	1	168,18	2,36	1

Tableau II-13 : Energies de liaison, largeurs à mi-hauteur et pourcentage atomique des composantes de soufre et de fer détectées par rapport à la totalité des éléments détectés (cf. Tableau II-12) sur les surfaces de filets formés

Le spectre XPS du pic de fer dans les deux zones analysées sur les surfaces des trois filets confirme la présence de trois composantes habituelles : la composante du fer métallique vers

707 eV, la composante du fer (II) et/ou de sulfures de fer FeS à 709,7 eV et la composante du fer (III) vers 711 eV.

Pour conclure, les mêmes composés soufrés (sulfures de fer, soufre élémentaire et sulfates) sont identifiés sur les surfaces de filets formés avec les trois lubrifiants comportant du soufre. Cependant, leurs teneurs sur chacune des surfaces ne sont pas les mêmes ce qui est illustré clairement par les spectres XPS du soufre (intensités des composantes différentes). De plus, une quantité moindre de soufre est globalement détectée sur les surfaces de filets formés avec les deux mélanges (HB S+ADDS1 et HB S), dans lesquels l'huile de base soufrée est utilisée, par rapport au lubrifiant HB Yu4+ADDS1. Le soufre de la base lubrifiante a donc un effet sur l'activité chimique de l'additif ADDS1. La compétition sur la surface métallique entre le soufre de la base lubrifiante et celui de l'additif ADDS1 est probable.

II.4.4. SYNTHÈSE DES RESULTATS OBTENUS EN TARAUDAGE PAR DEFORMATION

Le taraudage par déformation est une technique bien maîtrisée qui fournit des résultats se caractérisant généralement par une bonne répétabilité. Les résultats issus de la campagne de taraudage ne peuvent pas être comparés directement aux résultats issus du fraisage ou du tournage car il s'agit de techniques complètement différentes en terme de vitesse de glissement de surface, de température, et de contrainte d'écoulement de la matière.

En taraudage par déformation, quelle que soit la base lubrifiante, le pouvoir de lubrification apporté par les deux lubrifiants contenant le même additif soufré (HB Yu4+ADDS1, HB S+ADDS1) permet de baisser le couple de taraudage d'environ 15% par rapport à l'huile de base HB Yu4. Dans le second cas, l'additif semble ne pas avoir d'impact sur la performance finale de l'huile additivée HB S+ADDS1 puisque l'huile de base soufrée (HB S) toute seule affiche une performance similaire aux deux lubrifiants contenant l'additif ADDS1.

L'analyse XPS confirme la présence des mêmes composés aux deux endroits analysés (pied et sommet) sur les filets de taraudage formés avec les différents lubrifiants. Même si le sommet du filet n'est pas une zone en contact avec l'outil, il subit une déformation et des sollicitations thermiques très importantes. Une surface fraîche très réactive peut s'y former. Ceci pourrait notamment expliquer l'homogénéité de la composition chimique de la surface des filets taraudés.

Pour ce qui concerne les espèces soufrées formées avec les différents lubrifiants, davantage de sulfures de fer a été détecté avec le lubrifiant HB Yu4+ADDS1. L'additif soufré ADDS1 agit de la même façon indépendamment des conditions d'application ; les mêmes produits de réactions ont été détectés sur les pièces issues de la coupe. Cependant, même si les sulfures contribuent clairement à l'efficacité lors de l'utilisation du lubrifiant HB Yu4+ADDS1, on remarque qu'il ne s'en forme qu'en faibles quantités avec l'huile de base soufrée (HB S) ; pourtant, celle-ci est tout autant efficace. Avec les mélanges dont la base lubrifiante est non inerte (HB S), la quantité de soufre sous forme de sulfates augmente considérablement. Les composés formés par le soufre de l'huile de base soufrée (HB S) diffèrent donc de ceux formés par le soufre de l'additif soufré (ADDS1). Puisqu'ils ne réagissent pas de la même manière, des interactions entre eux sont fortement probables et surtout vis-à-vis de la surface.

Pour conclure, bien qu'un seul et même élément chimique actif entre en jeu dans les trois cas, et qu'au final l'efficacité des trois mélanges soit similaire, des réactions tribochimiques différentes sont à l'origine de la lubrification constatée en taraudage par déformation pour les trois lubrifiants testés.

II.5. PARAMETRES DES PERFORMANCES DU LUBRIFIANT SUIVANT LES CONDITIONS D'USINAGE

L'utilisation du lubrifiant est généralement considérée comme avantageuse. La question posée habituellement sur la lubrification par rapport à l'usinage à sec concerne son niveau de performance, que ce soit par la diminution des efforts de coupe, par l'augmentation de la durée de vie de l'outil ou la diminution des rugosités de la surface usinée. Toujours est-il que son utilisation permet également de nettoyer les surfaces et d'évacuer les copeaux. Cependant, comme tous les paramètres de coupe, le lubrifiant possède sûrement un domaine de fonctionnement optimal. La combinaison de quelques paramètres semble être particulièrement importante pour l'action du lubrifiant dans différentes conditions d'usinage, entre autres :

- **La continuité de la coupe (tournage vs. fraisage)**

La difficulté de la modélisation des phénomènes dans la zone de coupe et le manque de moyens suffisamment pointus ne permettent pas toujours de répondre à la question de l'action du lubrifiant dans le cas de la coupe continue dont le meilleur exemple est le tournage. En effet, tout indique que sa pénétration, considérée uniquement sous forme gazeuse, est peu probable dans le domaine des conditions de coupe industrielles (vitesse de coupe supérieure à 200 m/min). L'action du lubrifiant, *a posteriori* entre chaque passe de l'outil, pourrait avoir lieu par l'intermédiaire du transfert métallique ayant réagi avec le soufre provenant de l'additif testé, mais aucun gain significatif en terme d'énergie spécifique de coupe ou d'usure de l'outil par rapport à l'usinage à sec n'est constaté.

Contrairement au tournage, l'outil utilisé en fraisage est un outil aux arêtes multiples qui ne travaillent pas toutes simultanément. Cela laisse la possibilité au lubrifiant d'agir avec la surface d'une dent, qui n'est pas engagée à un moment donné dans la matière usinée, et ainsi "recharger" la zone de coupe en produits de réactions de l'additif soufré. Compte tenu de l'augmentation du temps de travail de la dent pour les valeurs d'engagement radial de la fraise plus importantes, il serait donc intéressant d'étudier, à titre de perspective pour la présente étude, l'effet de l'engagement radial de l'outil en fraisage, afin de vérifier si le fait de se rapprocher des conditions de la coupe continue ($a_e = D$) réduirait l'effet du lubrifiant.

- **La géométrie de l'outil, le matériau coupé et coupant**

Les plaquettes (de tournage ou de fraisage) d'aujourd'hui sont fabriquées majoritairement par frittage. Ce procédé de fabrication, efficace en terme de rendement de production, n'assure ni un bon état de la surface de plaquette, ni une acuité homogène de l'arête, sans oublier le revêtement multicouche qui peut modifier davantage sa géométrie. Pour ce qui concerne les outils affûtés tels que les fraises monoblocs, la préparation des arêtes n'est jamais parfaitement contrôlée. Elle est souvent à l'origine de différences microscopiques entre les outils dont l'importance prend de l'ampleur lors des essais en usinage où tous les phénomènes sont localisés dans une petite zone. Globalement, la technologie de fabrication d'un outil peut avoir un effet non négligeable sur la stabilité et la répétabilité des résultats en usinage. L'étalonnage préliminaire des outils est un moyen qui pallie en partie ce problème.

La pression du contact et les sollicitations générées entre les faces de l'outil et le copeau ainsi que la pièce usinée peuvent être modifiées par la géométrie et les paramètres de l'outil tels que l'angle de coupe et par conséquent influencer l'action du lubrifiant aux alentours de la zone de coupe. Le renfort d'arête réalisé habituellement sur les outils mène à une coupe localement quasi-négative. Ce renforcement visant l'amélioration de la robustesse de l'outil, mais engendrant une forte pression, est beaucoup plus prononcé sur les plaquettes que sur les outils affûtés. La géométrie

de coupe des arêtes de fraises monobloc est ainsi plus positive que celle des plaquettes, d'où les avantages pour l'action du lubrifiant en fraisage – déformations moins importantes du copeau et sollicitations plus faibles sur la face de coupe de l'outil (cf. I.1.2. Coupe et outils coupants). Les propriétés intrinsèques du matériau, entre autre ses caractéristiques mécaniques, peuvent avoir une influence sur la pression de contact entre la face de l'outil et le copeau également.

La réactivité tribologique du matériau coupé et du matériau coupant joue un rôle non négligeable sur l'activité chimique du lubrifiant, en considérant que la lubrification a lieu par l'intermédiaire de l'outil. Dans le cadre de cette étude, le "troisième corps" – transfert métallique provenant de la pièce usinée ou du copeau – si correctement utilisé, pourrait servir de media apportant du soufre dans la zone de la coupe. La possibilité de la réaction du soufre de l'additif avec l'outil ne peut pas être écartée, mais elle serait plus difficile qu'avec du fer transféré sur sa surface (affinité chimique). La combinaison du soufre avec des outils en carbure (ou le revêtement WC) a déjà été constatée dans la littérature [WEI_92, POD_06]. Pour ce qui concerne les outils revêtus, le revêtement déposé sur un outil coupant, en plus de ses propriétés anti-usure, est censé protéger contre l'adhésion et se caractériser par une inertie chimique. Même si les caractéristiques demandées aux revêtements ne favoriseraient donc ni la formation de liaisons avec le soufre ni l'adhésion du dépôt métallique en provenance de la pièce usinée ou du copeau, dans les conditions sévères d'utilisation de l'outil, ce type de réactions peut surgir.

- **Les conditions de coupe, en particulier la vitesse de coupe et l'avance de l'outil**

L'effet du lubrifiant est généralement plus significatif aux basses vitesses de coupe lors de l'utilisation de techniques telles que le taraudage par coupe, le taillage et dans certaines configurations le perçage. Les avances de l'outil plus importantes semblent également avoir un effet positif sur l'action du lubrifiant lors de la coupe, effet dépendant essentiellement de la géométrie de l'outil.

L'augmentation de la vitesse de coupe génère des conditions de frottement plus sévères qui provoquent la "consommation" plus rapide ou même immédiate des produits de réaction de l'additif. Physiquement, la génération de la force centrifuge, très importante lors du déplacement de l'outil, peut réduire ou empêcher l'accès du lubrifiant à proximité de la zone de coupe et ainsi limiter l'activité chimique de l'additif qu'il contient. Du point de vue des réactions physico-chimiques, l'augmentation de la vitesse de coupe, par exemple dans le cas de la coupe discontinue, conduit à la diminution du temps d'exposition de la surface de l'outil, n'est pas engagée dans le mouvement de coupe, au contact avec le lubrifiant. Cela se traduit par un taux de réactions tribochimiques réduit et, par la suite, une efficacité moindre du lubrifiant.

- **Le mode d'administration du lubrifiant**

L'accès du lubrifiant dans la zone de coupe n'est pas le même selon le moyen de lubrification adopté (lubrification extérieure, par le centre de l'outil ou immersion de la pièce usinée dans le bac d'huile). Il est très probable que le lubrifiant agissant par le centre de l'outil (cas de certaines configurations en perçage) réussisse mieux à atteindre les faces de l'outil au cours de son travail, que celui distribué par jet extérieur (cas du tournage).

D'autre part, la pression et le débit du lubrifiant (jet extérieur) peuvent favoriser le dégagement du copeau et réduire la zone de contact entre le copeau et la face de coupe de l'outil, et par conséquent, faciliter sa pénétration partielle dans cette zone-là (cf. I.2.3. Modèles d'action des lubrifiants vus par les mécaniciens).

Pour que le lubrifiant se montre efficace, une combinaison de différents paramètres doit être réunie.

***Le tournage** semble être une technique inadéquate pour l'évaluation des lubrifiants (fonction "lubrifiante" difficile). Les conditions de coupe (vitesse de coupe élevée), le fait que la coupe soit continue, la technologie d'outil (présence du renfort d'arête), et les sollicitations trop importantes sont les causes possibles de l'effet quasi inexistant du lubrifiant (sur les efforts de coupe ou l'usure des plaquettes).*

***Le fraisage**, au contraire, met en évidence la performance du lubrifiant. Le fait que la coupe soit discontinue, la géométrie de la fraise monobloc (coupe positive) et les conditions de coupe modérées jouent en faveur de la lubrification.*

*Enfin, **le taraudage par déformation** est une technique à part. Les sollicitations et le contact entre l'outil et la surface déformée plastiquement sont beaucoup moins sévères qu'en tournage ou en fraisage. La basse vitesse de taraudage et l'engagement de l'outil dans le mouvement de glissement lent facilitent l'accès du lubrifiant à l'interface de l'outil.*

*Compte tenu des conclusions tirées dans ce chapitre, le fraisage et le taraudage par déformation sont les deux techniques retenues pour évaluer les performances de différents additifs soufrés dans le **Chapitre III** (cf. Evaluation de la performance des additifs soufrés en fraisage et taraudage par déformation).*

Chapitre III

Evaluation de la performance des additifs soufrés en
fraisage et taraudage par déformation

III.1. INTRODUCTION

Dans le chapitre précédent, la problématique de la lubrification dans différentes applications d'usinage a été abordée. La fonction lubrifiante des fluides de coupe et l'effet de différents paramètres pouvant l'influencer a été discutée, parmi lesquels : les paramètres du système usiné (outil, matériau usiné), les conditions de coupe ou les moyens de lubrification (lubrification extérieure, par le centre de l'outil, etc.). C'est un sujet tout à fait complexe, d'autant plus que le développement technologique (outils plus résistants avec des géométries plus sophistiquées, machines plus performantes ou matériaux modifiés) apporte constamment de nouvelles solutions qui contraignent plus ou moins l'action du lubrifiant.

Le but de cette partie de l'étude est de déterminer, parmi quelques molécules soufrées choisies, la molécule la plus efficace pour une application donnée, en se basant sur la vérification empirique de leurs performances. Celle-ci servira ensuite de molécule de base pour les lubrifiants de nouvelle génération. Parmi le très large éventail de produits existants, les quatre additifs soufrés dont la structure chimique n'est pas la même ont été choisis (le soufre est lié différemment dans chaque molécule) et qui représentent quatre familles distinctes d'additifs soufrés reconnus et destinés aux formulations d'huiles entières de coupe (cf. I.3.4. Additifs soufrés, leurs propriétés et notion du soufre actif). Compte tenu des résultats du chapitre précédent, ils sont testés au travers de deux techniques dans lesquels l'effet du lubrifiant a été confirmé : en fraisage et en taraudage par déformation.

Toute cette réflexion amène quelques questions auxquelles des éléments de réponse seront apportés dans ce chapitre ; étant donné les différences dans les sollicitations (température, pression, vitesse de glissement des surfaces) en fraisage et en taraudage par déformation :

- est-il possible d'établir une loi générale pour formuler les huiles entières de coupe ? Existe-il une molécule optimum pour une application donnée ?
- est-il possible que toutes les molécules soufrées testées "fonctionnent" dans les deux techniques ?
- est-il possible de trouver une molécule soufrée universelle ?

III.2. DESCRIPTION DES ADDITIFS SOUFRES TESTES

Les additifs soufrés testés dans cette partie de l'étude sont des produits commercialisés et synthétisés pour les lubrifiants par différents fabricants d'additifs chimiques. Tous ces additifs sont destinés au travail des métaux et possèdent des propriétés extrême-pression qui sont au cœur de la problématique sur laquelle se focalise la présente étude. Comme il a déjà été mentionné par ailleurs (cf. I.3.4. Additifs soufrés, leurs propriétés et notion du soufre actif), il est assez courant que les additifs possèdent plusieurs propriétés, autrement dit qu'ils assurent plusieurs fonctions, telles que la protection contre le grippage de surfaces (propriétés extrême-pression) et la lutte contre l'oxydation de l'huile de base (propriétés anti-oxydantes). Cette polyvalence est principalement associée à la structure chimique de l'additif. Dans ce cas-là, certains des additifs étudiés apporteront également aux mélanges des propriétés anti-usure et anti-oxydantes.

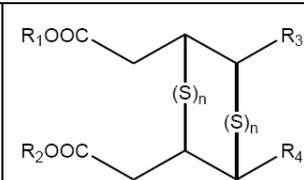
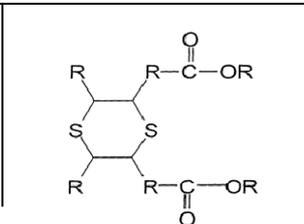
Dans un premier temps, les données générales des fabricants sur les produits étudiés sont exposées et leurs structures chimiques sont schématisées. Certaines caractéristiques physico-chimiques sont énumérées dans la partie **Annexes** (cf. Annexe III § III.1).

Dans un deuxième temps, les informations sur les mélanges réalisés au Centre de Recherche de Solaize (CRoS) de TOTAL sont précisées et leurs caractéristiques physico-chimiques principales y sont vérifiées.

Enfin, des tests normalisés d'évaluation des propriétés extrême-pression et anti-usure des mélanges sont également effectués au CRoS de TOTAL. Leurs résultats sont présentés brièvement et comparés aux tests réalisés dans les applications réelles présentés dans la suite de ce chapitre.

III.2.1. DONNEES DES FABRICANTS SUR LES ADDITIFS TESTES

Le **Tableau III-1** fournit les données générales des fabricants sur les quatre additifs testés, leurs structures chimiques approximatives et la nomenclature utilisée pour le reste de l'étude. Les spectres issus de l'analyse infrarouge (IR) réalisés pour les quatre additifs en question sont compatibles avec la composition annoncée par les fabricants.

Désignation dans l'étude	Structure chimique générale	Nomination
ADDS1 ou pentasulfure	$R_1 - \left[S - R_2 \right]_{n=5}$ <p>R_1, R_2 – groupe alkyl</p>	Pentasulfure de ditertiododécyl ($C_{12}S_5$) (type polysulfure tertiaire)
ADDS2 ou triglycéride soufré	 <p>R_3, R_4 – groupe alkyl</p>	Mélange d'esters d'acides gras végétaux sulfurisés à 15% basé sur les triglycérides
ADDS3 ou ester méthylique soufré	 <p>R – groupe alkyl</p>	Ester méthylique soufré
<p>Données fournies par le fabricant :</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ C'est un additif qui apporte de très bonnes propriétés extrême-pression ▪ Il est conseillé pour l'utilisation dans la formulation d'huiles de coupe, entières et solubles, particulièrement adapté au travail des métaux ferreux ▪ Sa structure chimique est analogue à celle d'oléfines soufrées mais le procédé de synthèse n'est pas le même (pureté et stabilité meilleure que celle de l'oléfine soufrée traditionnelle) ▪ Il a un aspect clair et limpide, il est peu odorant ▪ Il est soluble dans les hydrocarbures, insoluble dans l'eau ▪ Teneur en soufre : 30% wt. < S < 32% wt. 		
<p>Données fournies par le fabricant :</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ C'est un additif pour lubrifiants industriels ou de travail des métaux ▪ Il apporte des propriétés d'onctuosité, d'anti-usure et extrême-pression ▪ Il est adapté à la formulation d'huiles de travail des métaux, entières ou solubles ▪ Ne corrode pas les métaux cuivreux ▪ Il est biodégradable ▪ Il est soluble dans les hydrocarbures, insoluble dans l'eau ▪ Teneur en soufre : 14,5% wt. < S < 16% wt. 		
<p>Données fournies par le fabricant :</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ C'est un additif pour lubrifiants industriels ou de travail des métaux, surtout pour les mélanges dont la viscosité doit être basse ▪ Il est issu d'esters naturels donc il présente un avantage d'être moins nocif pour les utilisateurs et l'environnement 		

<ul style="list-style-type: none"> ▪ Il se caractérise par une bonne biodégradabilité ▪ Il est soluble dans les hydrocarbures, insoluble dans l'eau ▪ Teneur en soufre : ± 17% wt. 		
ADDS4 ou dithiocarbamate	<p style="text-align: center;">R_1, R_2, R_3 – groupe alkyl</p>	Méthylène bis(dibutyl-dithiocarbamate)
<p>Données fournies par le fabricant :</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ C'est un additif ayant des propriétés anti-oxydantes et extrême-pression ▪ Il peut être utilisé seul ou avec d'autres additifs ▪ La concentration préconisée pour assurer les propriétés anti-oxydantes et les propriétés extrême-pression est 0,1-1% wt. et 2-4% wt. respectivement ▪ Il est soluble dans les hydrocarbures, insoluble dans l'eau ▪ Teneur en soufre : 28% wt. < S < 32% wt. 		

Tableau III-1 : Nomenclature employée pour les additifs testés et leurs caractéristiques générales

III.2.2. PREPARATION ET CARACTERISTIQUES DES MELANGES TESTES

Tous les additifs ont été solubilisés dans l'huile de base inerte (HB Yu4) pour obtenir dans les mélanges une teneur similaire en soufre, en l'occurrence environ 1% (\approx 9000-10000 ppm). Autrement dit, la concentration en masse de chaque additif dilué dans l'huile de base change en fonction de sa teneur en soufre. Le mélange supplémentaire (HB Yu4+ADDS1+CP) a été préparé pour pallier certains inconvénients de l'utilisation du fluide contenant uniquement l'additif ADDS1, tels que le brouillard d'huile : la formulation HB Yu4+ADDS1 est enrichie de 10% en masse de corps gras non soufrés, 0,2% en masse d'additif antioxydant et 0,5% en masse d'additif anti-brouillard. Cette adjonction de trois additifs supplémentaires est désignée par la suite par le terme commun de "CP – confort pack". Cette formulation ne contient pas d'autre élément chimique actif que le soufre provenant de l'additif ADDS1. Toutefois elle gagne des propriétés d'onctuosité apportées par les corps gras. L'huile de base (HB Yu4) est une huile minérale qui appartient aux bases lubrifiantes hautement raffinées (résidus uniquement en traces). La couleur et l'aspect (l'impidité) des mélanges ont été vérifiés ainsi que leur stabilité après chauffage à 60 °C et stockage à température ambiante. Le **Tableau III-2** présente quelques caractéristiques physico-chimiques de base évaluées pour les mélanges selon les normes choisies : il s'agit de la densité à 15 °C [ISO 12185] et de la viscosité cinématique à 40 °C [ASTM D-445] dont les valeurs sont comparables pour toutes les formulations préparées et légèrement supérieures pour les formulations contenant des corps gras (HB Yu4+ADDS2 et HB Yu4+ADDS1+CP). Ceci s'explique par le fait que la masse moléculaire pour ces deux formulations est beaucoup plus importante que celle, par exemple, de polysulfures (la molécule ADDS2 ou le mélange ADDS1+CP sont plus encombrants). Le test de corrosion [ASTM D-130] confirme le risque de corrosion des métaux cuivreux avec le mélange HB Yu4+ADDS1 (4b) qui contient une quantité très importante du soufre actif. Le même test montre aussi le caractère corrosif du mélange HB Yu4+ADDS4 (3a). Quelques explications complémentaires par rapport aux normes employées sont données dans la partie **Annexes** (cf. Annexe III § III.2).

Caractéristiques	Normes	Unités	HB Yu4	HB Yu4+ ADDS1	HB Yu4+ ADDS2	HB Yu4+ ADDS3	HB Yu4+ ADDS4	HB Yu4+ ADDS1+CP
Densité à 15 °C	ISO 12185	kg/m ³		837,6	841,2	841,3	838,4	845,9
Viscosité cinématique à 40 °C	ASTM D-445	mm ² /s	19,65	20,07	22,8	20,15	20,32	22,86
Corrosion lame de cuivre (3h à 100 °C)	ASTM D-130		1a	4b	1b	1b	3a	1b
Teneur en soufre		ppm	<10	9300	9180	9910	8980	9060

Tableau III-2 : Caractéristiques physico-chimiques de mélanges testés, évaluées au CRoS de TOTAL

III.2.3. PERFORMANCES DES MELANGES SELON LES TESTS SUR LES TRIBOMETRES 4 BILLES ET REICHERT

Les essais sur les tribomètres : 4 billes (propriétés EP et AU), Falex (propriétés EP) et Reichert (propriétés AU) comptent parmi les tests les plus souvent utilisés pour déterminer les caractéristiques mécaniques des lubrifiants. Le **Tableau III-3** présente les résultats (valeurs moyennées) issus de tests sur le tribomètre 4 billes (selon les normes [ASTM D-2783] et [ASTM D-4172]) et sur la machine Reichert (selon la procédure interne de TOTAL) dont les procédures sont détaillées dans la partie **Annexes** (cf. Annexe III § III.3). Compte tenu de l'impact possible et non négligeable des facteurs extérieurs (température, machine de test, préparation des éprouvettes) sur la répétabilité de résultats de ce type de tests, les essais ont été réalisés et répétés avec beaucoup de précaution dans les conditions similaires pour tous les mélanges.

En ce qui concerne les propriétés extrême-pression des mélanges testés (charge maximale de soudure contrôlée par la mesure du diamètre de l'empreinte sur les billes), la formulation HB Yu4+ADDS1+CP paraît être la plus apte à protéger contre le grippage ; elle est suivie par les mélanges contenant les additifs ADDS1 et ADDS2. Les formulations montrant des propriétés extrême-pression intermédiaires et mauvaises seraient respectivement celle avec l'additif ADDS3 et l'additif ADDS4. L'évaluation des propriétés anti-usure se fait par la mesure de l'usure (diamètres des billes pour l'essai 4 billes ou surface de l'empreinte pour la machine Reichert) résultant du frottement sous la charge moyenne et constante de billes pendant un temps fixe (essai 4 billes AU) ou de deux cylindres pendant une distance de glissement déterminée (machine Reichert). Le classement des mélanges en terme de caractéristique anti-usure est quasiment le même pour deux type d'essais (4 billes AU, machine Reichert). L'additif ADDS1 fait preuve de propriétés anti-usure médiocres, très inférieures à celles des autres additifs testés. Il engendre probablement en cours de test de l'usure corrosive à cause de sa forte teneur en soufre actif. Les mélanges contenant les additifs ADDS2 et ADDS3 ont un comportement anti-usure comparable. D'après ces résultats, l'additif ADDS4 serait plus un additif anti-usure qu'extrême-pression. Le mélange HB Yu4+ADDS1+CP paraît être la meilleure formulation parmi toutes celles testées, possédant à la fois des propriétés extrême-pression et anti-usure remarquables.

Performances	Normes	Unités	HB Yu4	HB Yu4+ ADDS1	HB Yu4+ ADDS2	HB Yu4+ ADDS3	HB Yu4+ ADDS4	HB Yu4+ ADDS1+CP
4 billes usure (1h à 40 kg)	ASTM D-4172	mm	0,79	0,84	0,76	0,76	0,70	0,52
4 billes EP (Charge de soudure)	ASTM D-2783	kg		400	400	315	250	500
Essai REICHERT (Surface de l'empreinte)		mm	39,4	11,6	2,5	2,4	2,2	2,1

Tableau III-3 : Caractéristiques mécaniques de mélanges testés, évaluées au CRoS de TOTAL

III.3. COMPARAISON DES PERFORMANCES DE DIFFERENTS ADDITIFS EN FRAISAGE

III.3.1. PROCEDURE EXPERIMENTALE

Dans ce chapitre, les efficacités de différents additifs soufrés en fraisage sont comparées par deux méthodes d'évaluation des lubrifiants : la mesure de l'énergie spécifique de coupe (W_c) et l'usure des fraises. Le **Tableau III-4** récapitule les paramètres et les conditions appliqués pour les différentes campagnes d'essai en fraisage.

Opération :	Fraisage
Matériaux :	Acier faiblement allié 42 CrMoV 4 ($R_m = 1100$ MPa, 320 HB)
Outils :	Fraise monobloc Tivoly en carbure (WC+Co) non revêtue (diamètre 10 mm), $Z = 3$ ($\gamma = 6^\circ$, $\lambda_s = 30^\circ$) Une fraise donnée est utilisée pour un et un seul lubrifiant donné. Au total, 6 fraises différentes sont ainsi utilisées pour réaliser les mesures des efforts à sec et avec un lubrifiant donné.
Formulations testées :	Etalonnage des fraises : <ul style="list-style-type: none"> ▪ A sec Comparaison des performances des différents additifs : <ul style="list-style-type: none"> ▪ Huile de base inerte (HB Yu4) ▪ Huile de base inerte (HB Yu4) + ADDS1 (pentasulfure) ▪ Huile de base inerte (HB Yu4) + ADDS2 (triglycéride soufré) ▪ Huile de base inerte (HB Yu4) + ADDS3 (ester méthylique soufré) ▪ Huile de base inerte (HB Yu4) + ADDS4 (dithiocarbamate) ▪ Huile de base inerte (HB Yu4) + ADDS1 + CP (pentasulfure + additif anti-brouillard + additif antioxydant + corps gras non soufrés)
Conditions d'opération :	Etalonnage des fraises (même procédure pour toutes les campagnes) : <ul style="list-style-type: none"> ▪ $V_c = 100$ m/min, $f_z = 0.11$ mm/tr/dent, $a_e = 2$ mm, $a_p = 2$ mm Comparaison des performances des différents additifs : <ul style="list-style-type: none"> ▪ Par l'énergie spécifique de coupe (W_c) : $V_c = 60, 120, 180$ m/min, $f_z = 0.1, 0.2, 0.3$ mm/tr/dent, $a_e = 2$ mm, $a_p = 2$ mm ▪ Par la mesure de l'usure des fraises (Temps d'usinage fixe = 20 minutes) : $V_c = 80$, $f_z = 0.05$ mm/tr/dent, $a_e = 2$ mm, $a_p = 1$ mm (cf. Annexe III § III.6 – Etude approfondie des performances du pentasulfure : <ul style="list-style-type: none"> ▪ Par l'énergie spécifique de coupe (W_c) : $V_c = 60, 120, 180$ m/min, $f_z = 0.1, 0.2, 0.3$ mm/tr/dent, $a_e = 2$ mm, $a_p = 2$ mm ▪ Par la mesure de l'usure des fraises (Temps d'usinage fixe = 20 minutes) : $V_c = 80$ m/min, $f_z = 0.05$ mm/tr/dent, $a_e = 2$ mm, $a_p = 1$ mm)
Observations :	Les fraises utilisées dans les campagnes distinctes proviennent du même lot et sont préalablement nettoyées à l'heptane.

Tableau III-4 : Paramètres appliqués dans les différentes campagnes en fraisage

Dans cette section, un intérêt tout particulier est porté à la relation entre l'action physico-chimique des additifs et leurs performances, sans discuter d'autres phénomènes liés plus précisément à la coupe et déjà développés dans le **Chapitre II.3** (cf. II.3. Effet du lubrifiant en fraisage). Une étude approfondie de l'efficacité du pentasulfure en fonction de sa concentration est réalisée en complément et présentée dans la partie **Annexes** (cf. Annexe III § III.6).

La procédure d'étalonnage des outils et d'évaluation des lubrifiants, détaillée dans le **Chapitre II.3** (cf. II.3. Effet du lubrifiant en fraisage) et approfondie dans la partie **Annexes** (cf. Annexe II § II.7), est fidèlement respectée pour les campagnes d'essais présentées dans ce chapitre. Dans le cadre de ces campagnes d'essais, la principale difficulté consiste à veiller à la propreté des essais réalisés lors de l'utilisation du montage expérimental. Le bac dans lequel l'éprouvette est fixée est nettoyé et dégraissé après chaque utilisation. Pour diminuer le risque de pollution des fluides entre eux, il est également rincé avec l'huile de base inerte (HB Yu4).

III.3.2. EVALUATION DE L'EFFICACITE DU FLUIDE PAR L'ENERGIE SPECIFIQUE DE COUPE (W_c)

La **Figure III-1** présente les valeurs moyennes de l'énergie spécifique de coupe (W_c) issues de la campagne d'étalonnage pour les outils testés (Fr5, Fr7-Fr11). La répétabilité des mesures pour une fraise donnée est bonne (écart maximal d'environ 3% obtenu pour la fraise Fr10). Les dispersions maximales entre les valeurs de l'énergie spécifique de coupe moyenne calculées pour trois mesures avec chaque fraise sont de l'ordre 5%. Un coefficient de correction est calculé pour chaque outil et appliqué dans la suite de la campagne afin de compenser les écarts existant entre les fraises. Autrement dit, lorsque le classement des efficacités des différentes formulations avec les outils étalonnés est obtenu, il est rectifié par des coefficients de correction attribués à chaque outil.

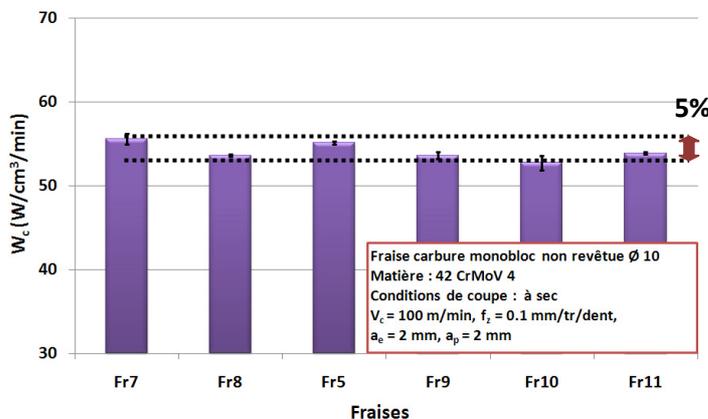


Figure III-1 : Energie spécifique de coupe moyennée sur trois mesures à sec obtenue pour six fraises neuves

La même démarche que celle expliquée dans le **Chapitre II.3** (cf. II.3. Effet du lubrifiant en fraisage) est appliquée pour évaluer l'efficacité des différents mélanges, c'est-à-dire une mesure directe du gain relatif entre les mesures à sec et avec lubrifiant. La méthode employée consiste à utiliser la même fraise pour réaliser une série de neuf mesures à sec suivie par une série de neuf mesures avec le mélange testé selon les conditions de coupe rappelées dans le **Tableau III-4**. Le gain relatif en énergie spécifique de coupe en fraisage avec un lubrifiant testé est obtenu directement par rapport au fraisage à sec, pour trois vitesses de coupe et trois avances données. L'hypothèse suivante est avancée : les neuf premières mesures à sec n'useront pas suffisamment l'outil pour influencer les neuf mesures suivantes avec les mélanges testés.

De manière générale, les résultats montrent les mêmes tendances, pour tous les mélanges testés, que celles pour le mélange HB Yu4+ADDS1, qui a fait l'objet de l'analyse dans le **Chapitre II.3** (cf. II.3. Effet du lubrifiant en fraisage). Premièrement, l'effet du lubrifiant déterminé par la mesure de l'énergie spécifique de coupe est moins important aux hautes vitesses de coupe. Autrement dit, le

gain relatif obtenu avec un lubrifiant testé en comparaison au fraisage à sec diminue avec l'augmentation de la vitesse de coupe. Deuxièmement, l'énergie spécifique de coupe diminue avec l'augmentation de la valeur d'avance, ce qui est attribué principalement à la géométrie de l'outil. Par conséquent, le classement général des mélanges testés selon le gain relatif réalisé (en W_c) par rapport au fraisage à sec est uniquement présenté pour les conditions de coupe optimales (effet du lubrifiant le plus important pour une vitesse et une avance d'outil optimales) : $V_c = 60$ m/min, $f_z = 0.2$ mm/tr/dent, $a_e = 2$ mm et $a_p = 2$ mm. La **Figure III-2** montre les valeurs d'énergie spécifique de coupe (W_c) obtenues pour le "couple" d'essais : à sec suivie par essai avec un mélange testé pour un outil donné.

En analysant la performance de chaque formulation en terme de réduction de l'énergie spécifique de coupe par rapport au fraisage à sec, selon la **Figure III-2**, on obtient que :

- l'huile de base Yubase4 (HB Yu4) a un effet défavorable. Son utilisation augmente l'énergie spécifique de coupe pendant l'opération de fraisage en comparaison au fraisage à sec. Ce fait a été confirmé plusieurs fois lors du déroulement de différentes campagnes d'essais en fraisage. Les outils utilisés avec l'huile de base (HB Yu4) sont souvent plus endommagés que ceux utilisés avec des mélanges chimiquement actifs (contenant des additifs). Les raisons possibles de ce comportement ont été discutées dans le **Chapitre II.3** (cf. Effet du lubrifiant en fraisage),
- le mélange HB Yu4+ADDS4 (dithiocarbamate) n'apporte quasiment aucun pouvoir de lubrification. L'énergie spécifique de coupe engendrée avec cette formulation est comparable à celle en fraisage à sec,
- la formulation HB Yu4 + ADDS3 (ester méthylique soufré) semble ne pas avoir d'effet lubrifiant non plus par rapport au fraisage à sec. Un endommagement important de la fraise à la fin de l'essai est cependant constaté. Il est difficile d'en déduire si la faible diminution de l'énergie spécifique de coupe est due à l'usure de l'outil qui aurait limité l'effet bénéfique du lubrifiant ou au comportement intrinsèque du lubrifiant,
- le mélange HB Yu4+ADDS2 (triglycéride soufré) est le fluide avec lequel le gain relatif en terme d'énergie spécifique de coupe est estimé à environ 8%,
- le mélange HB Yu4+ADDS1+CP (pentasulfure + CP) permet de diminuer l'énergie spécifique de coupe d'environ 12% par rapport au fraisage à sec,
- enfin, la formulation contenant l'additif ADDS1 (HB Yu4+ADDS1) est le mélange le plus efficace et avec lequel le gain relatif d'environ 15% est obtenu par rapport aux mesures réalisées à sec.

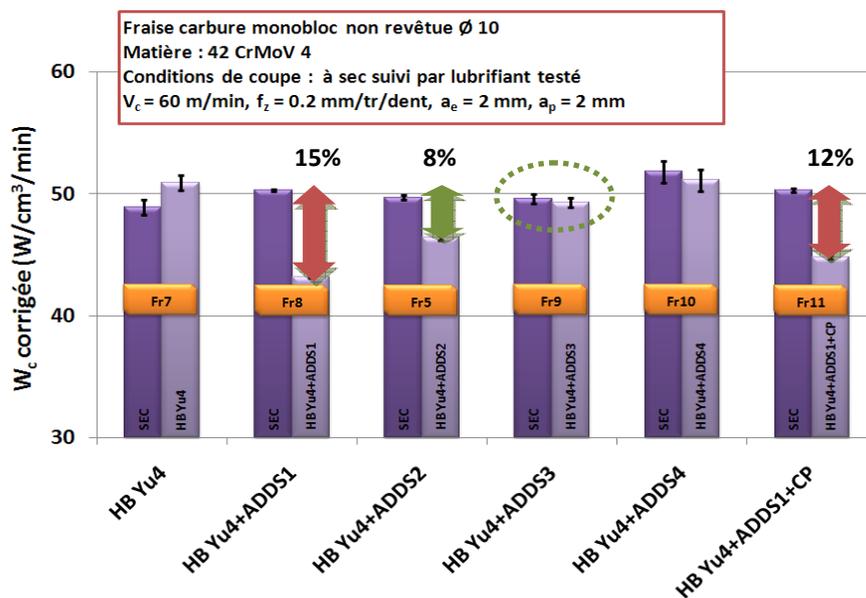


Figure III-2 : Energies spécifiques de coupe corrigées obtenues pour les mélanges testés ("couple" d'essais : sec – lubrifiant testé avec la même fraise)

La campagne réalisée a notamment mis en évidence le fait que deux fraises étaient usées à la fin des mesures : celle utilisée avec l’huile de base (HB Yu4) et celle utilisée avec la formulation contenant l’additif ADDS3 (HB Yu4+ADDS3). Un doute réside donc sur la capacité de l’ensemble des fraises à pouvoir effectuer 18 mesures pour un lubrifiant donné (9 à sec + 9 avec lubrifiant) sans qu’elles ne s’usent en cours de manipulation, ce qui pourrait fausser potentiellement les résultats. Une campagne de répétabilité est donc effectuée pour vérifier la pertinence des résultats obtenus lors de la campagne décrite auparavant (cf. résultats présentés sur la **Figure III-2**).

Dans la campagne de répétabilité, le nombre de mesures est limité à 9 mesures par fraises : une seule fraise sera utilisée pour réaliser les 9 mesures à sec, puis 6 nouvelles fraises seront utilisées pour réaliser les 9 mesures avec les 6 lubrifiants à tester. Cette méthode a pour conséquence de ne pas pouvoir mesurer avec la même fraise le gain direct entre les mesures à sec et avec lubrifiant, à la différence de la première campagne. La prise en compte de coefficients de correction entre les fraises est le seul moyen de limiter au maximum l’effet de l’outil ; ces coefficients sont donc calculés et appliqués dans cette campagne de mesures.

Puisque la deuxième campagne a été effectuée uniquement dans le but de vérifier la justesse des résultats, seul le graphe final est présenté (cf. Figure III-3), rectifié par les coefficients de correction des outils, récapitulant les performances pour les différents fluides testés. De manière générale, toutes les valeurs d’énergie spécifique de coupe sont moins élevées en comparaison de celles obtenues pendant la première campagne (cf. Figure III-2), ce qui s’explique par l’utilisation d’un nouveau lot de fraises. La **Figure III-3** montre que le classement des mélanges obtenu est quasiment le même, à l’exception des mélanges HB Yu4+ADDS3 et HB Yu4+ADDS4 : ainsi les gains relatifs réalisés avec les différentes formulations par rapport aux mesures réalisées à sec sont comparables. Le mélange HB Yu4+ADDS3 (ester méthylique soufré) est cependant le seul dont l’ordre dans le classement des mélanges testés change entre les deux campagnes. Compte tenu de l’endommagement de l’outil constaté auparavant, sa vraie performance est présumée être celle obtenue dans la campagne de répétabilité. Quant à l’additif ADDS4 (dithiocarbamate), il démontre de nouveau son inaptitude à lubrifier en présentant une moindre efficacité que l’opération réalisée à sec.

Pour ce qui concerne l’état des fraises à la fin des mesures, leur bon état général est constaté – ce qui conforte le choix de limiter la campagne à 9 mesures par fraise – à l’exception de celle utilisée avec l’huile de base seule (HB Yu4). Pour cette dernière, un endommagement prématuré de l’outil semble être une constante à toutes les mesures en fraisage.

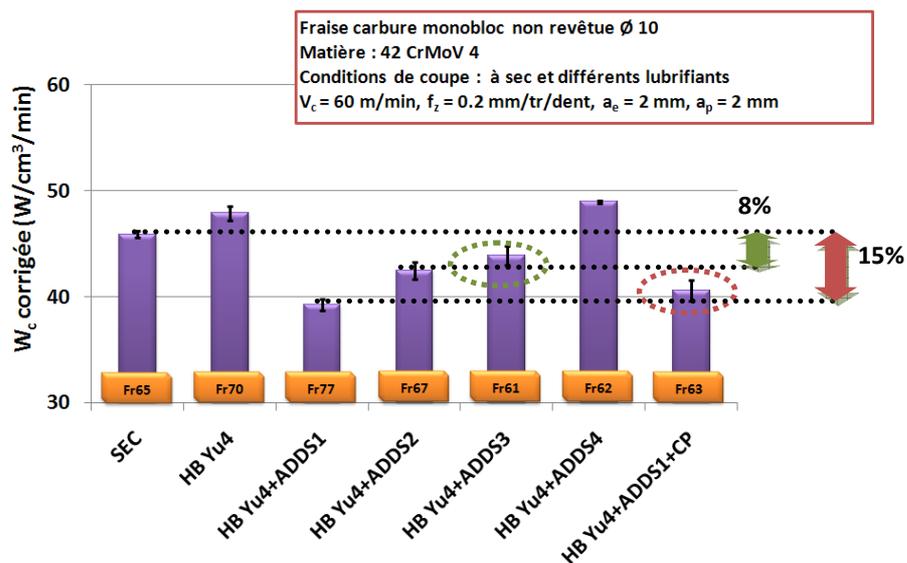


Figure III-3 : Energies spécifiques de coupe corrigées obtenues pour les mélanges testés (campagne de répétabilité)

Suite à ces deux campagnes consécutives en fraisage, les mélanges testés sont répartis selon trois catégories d'efficacité :

- les fluides tels que l'huile de base (HB Yu4) et le mélange HB Yu4+ADDS4 (dithiocarbamate) n'apportent pas de pouvoir lubrifiant, au contraire leur utilisation peut être désavantageuse,
- les mélanges contenant l'additif ADDS2 (triglycéride soufré) et ADDS3 (ester méthylique soufré), dont la performance semble être assez similaire, contribuent à une baisse de l'énergie spécifique de coupe d'environ 6-8%,
- les deux mélanges contenant l'additif ADDS1 (HB Yu4+ADDS1 et HB Yu4+ADDS1+CP) sont les plus efficaces en fraisage et permettent de baisser l'énergie spécifique de coupe d'environ 12-15%.

Malgré les faibles gains relatifs, en terme d'énergie spécifique de coupe, apportés par les fluides testés par rapport au fraisage à sec, la baisse des efforts de coupe d'environ 10% peut être significative sur l'augmentation de la durée de vie des outils. L'étape suivante de comparaison des différentes formulations en fraisage consiste à évaluer leur efficacité par la mesure de l'usure des fraises dans les conditions prédéfinies lors de leur utilisation.

III.3.3. EVALUATION DE L'EFFICACITE DU FLUIDE PAR LA MESURE DE L'USURE DES FRAISES

De la même manière que dans le **Chapitre II.3.3** (cf. II.3.3. Effet du lubrifiant en fraisage sur la durée de vie de l'outil), l'aptitude des différents additifs à protéger les fraises contre l'usure dans les conditions sévères de coupe est évaluée. La corrélation entre les niveaux d'usure obtenus avec les outils et les gains estimés pendant l'évaluation de l'efficacité des différentes formulations par la mesure de l'énergie spécifique de coupe est recherchée.

La méthode simplifiée de l'essai d'usure est réalisée ; elle consiste à mesurer l'usure des fraises à la fin d'un temps fixe d'usinage (20 minutes dans ce cas-là) au lieu d'utiliser l'un des critères habituels de réforme de l'outil tel que l'usure en dépouille $V_b^* = 0,3$ mm. Puisque le temps et la quantité de matière nécessaires pour réaliser les essais de durée de vie avec tous les mélanges sont trop considérables, cette démarche permet d'obtenir d'une part le même type d'information que l'essai de la durée de vie et, d'autre part, grâce à une mise en œuvre plus facile, de vérifier la répétabilité des résultats en réalisant deux séries de mesures.

L'essai commence par l'examen optique des fraises (loupe binoculaire) et leur étalonnage dans les conditions définies à sec ($V_c = 100$ m/min, $f_z = 0.11$ mm/tr/dent, $a_e = 2$ mm, $a_p = 2$ mm). Les fraises dont le comportement pendant l'étalonnage est correct (pas d'usure suite à l'étalonnage, pas de dispersions trop importantes entre les mesures consécutives) sont ensuite utilisées pendant l'essai d'usure. Elles sont donc testées pendant 20 minutes de fraisage, dans des conditions de coupe intermédiaires par rapport à l'essai de durée de vie réalisé dans le **Chapitre II.3.3** (cf. II.3.3. Effet du lubrifiant en fraisage sur la durée de vie de l'outil) : $V_c = 120$ m/min, $f_z = 0.05$ mm/tr/dent, $a_e = 2$ mm et $a_p = 1$ mm. Les conditions de coupe pour l'essai d'usure des outils sont choisies de telle manière que l'usure en dépouille soit progressive et facilement mesurable (formation d'une bande brillante à l'extrémité de l'arête de coupe).

A la vue de la **Figure III-4**, l'investigation doit se focaliser plus sur les prédispositions des lubrifiants à préserver les fraises de l'usure que sur les résultats chiffrés. L'essai d'usure reste un essai difficilement maîtrisable (répétabilité des résultats, incertitude liée aux outils testés et à la lecture de la mesure d'usure). La **Figure III-4** donne les valeurs de l'usure en dépouille moyenne pour trois dents au bout de 20 minutes d'usinage pour une fraise donnée, utilisée avec un et un seul mélange testé. Pour chaque lubrifiant, deux séries de mesures sont réalisées. Les photos choisies montrent l'endommagement visiblement différent de trois fraises utilisées pendant le même temps d'usinage avec trois mélanges différents (cf. Figure III-4). D'après le critère de réforme de l'outil le plus fréquemment utilisé (usure en dépouille égale à 0,3 mm), les fraises utilisées à sec, avec l'huile de base (HB Yu4) et le mélange contenant l'additif ADDS4 (dithiocarbamate) sont arrivées aux deux

tiers de leur vie. Il existe globalement une corrélation entre les performances des différents mélanges obtenues pendant la mesure de l'énergie spécifique de coupe et celles mesurées lors de l'essai d'usure des fraises (cf. Figure III-2 et Figure III-3). La fraise utilisée avec le mélange contenant l'additif ADDS1 (HB Yu4+ADDS1) montre un endommagement beaucoup moins important que celui des autres fraises. Son usure est au moins deux fois plus faible que celle de la fraise utilisée à sec ce qui rappelle les résultats de l'essai de durée de vie du **Chapitre II.3.3** (cf. II.3.3. Effet du lubrifiant en fraisage sur la durée de vie de l'outil). La formulation HB Yu4+ADDS1+CP (pentasulfure+CP) semble protéger contre l'usure moins efficacement que l'additif ADDS1 (pentasulfure) tout seul. Alors que l'outil utilisé avec l'additif ADDS2 (triglycérade soufré) donne des signes d'usure intermédiaire par rapport aux autres outils, la fraise usée avec l'additif ADDS3 (ester méthylique soufré) se comporte très bien. Ce dernier est le seul additif dont le comportement lors de l'essai d'usure diffère du comportement pendant la mesure de l'énergie spécifique de coupe (mieux classé pendant l'essai de l'usure). Finalement, l'huile de base (HB Yu4) et le mélange HB Yu4+ADDS4 (dithiocarbamate) engendrent approximativement le même niveau d'usure que les outils utilisés à sec.

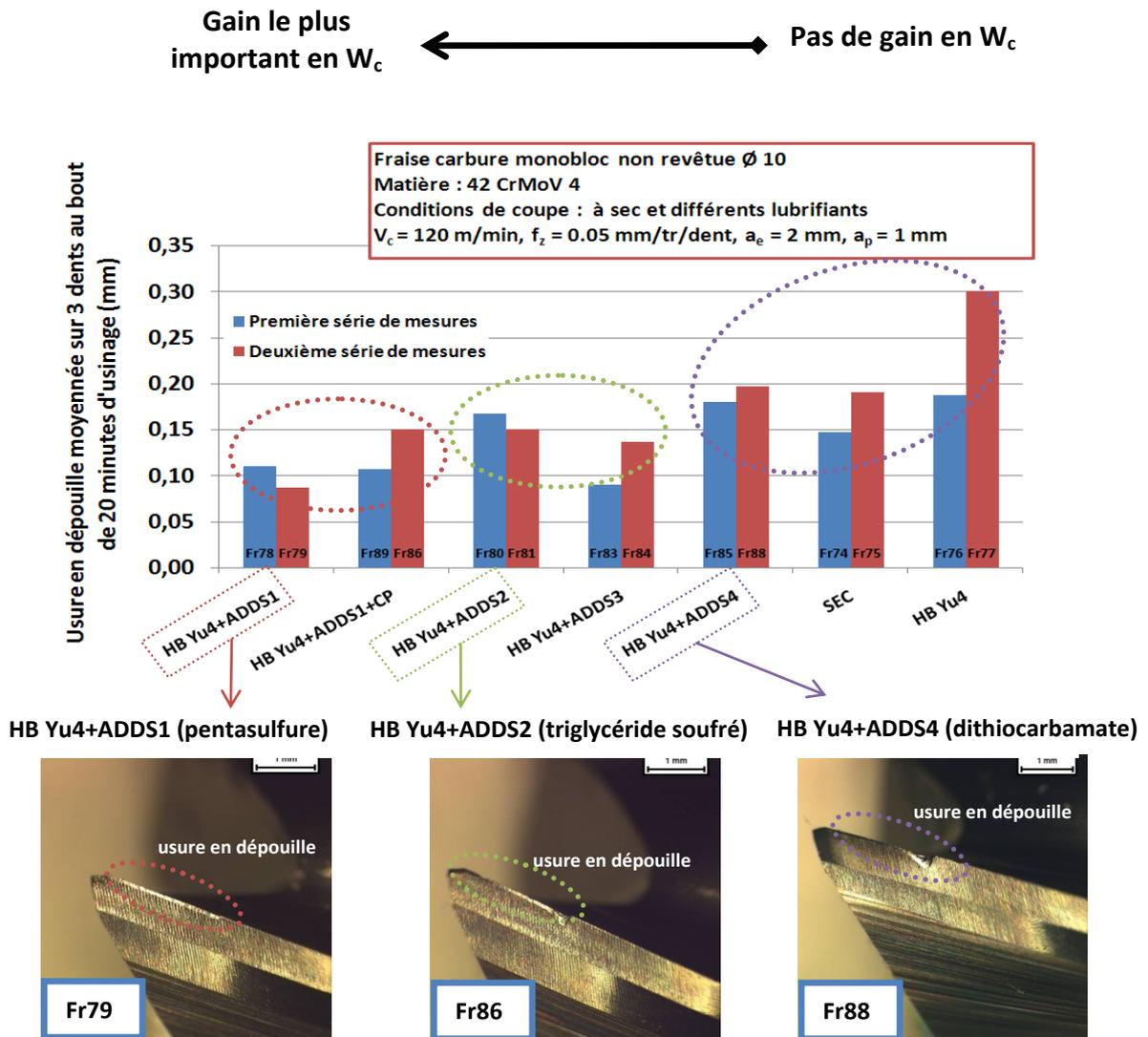


Figure III-4 : Usure en dépouille moyennée sur 3 dents au bout de 20 minutes de fraisage pour les différents mélanges testés

Pour conclure, les résultats obtenus pendant l'essai d'usure des fraises permettent de supposer l'existence d'un lien entre la réponse énergétique donnée par les différents mélanges pendant la mesure des efforts de coupe et l'usure. En d'autres termes, le classement des lubrifiants

selon trois catégories d'efficacité évaluée par la mesure de l'énergie spécifique de coupe est proche de celui obtenu lors de la mesure de l'usure des fraises. Cependant, des réactions tribochimiques très complexes telles que la compétition à l'adsorption peuvent être à l'origine d'une performance du mélange HB Yu4+ADDS3 (ester méthylique soufré) meilleure en terme d'usure qu'en terme de baisse de l'énergie spécifique de coupe, et inversement pour les mélanges HB Yu4+ADDS1+CP (pentasulfure+CP) et HB Yu4+ADDS2 (triglycéride soufré). Le fait que le gain réalisé en terme d'efforts de coupe (baisse de W_c) ne traduise pas directement quantitativement le gain réalisé en augmentation de la durée de vie de l'outil est à nouveau mis en valeur. Il semble que l'effet bénéfique du lubrifiant en fraisage se manifeste davantage lors de l'essai d'usure.

Par suite, afin de déterminer les origines de la performance ou non-performance des mélanges testés, les surfaces des copeaux et des fraises sont analysées à l'aide de techniques d'analyse physico-chimique (cf. III.3.4. Analyse physico-chimique des copeaux et des fraises). Au final toutes les données sont rassemblées dans le **Chapitre III.3.5** (cf. III.3.5. Corrélation des mesures mécaniques avec les résultats de l'analyse des surfaces) pour une meilleure compréhension des phénomènes de lubrification en fraisage.

III.3.4. ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE DES COPEAUX ET DES FRAISES

Dans cette section, les copeaux et les fraises découpées provenant de la campagne dont les résultats ont été discutés dans le **Chapitre III.3.2** (cf. III.3.2. Evaluation de l'efficacité du fluide par l'énergie spécifique de coupe (W_c)) sont analysés. Les surfaces quasi-planes des copeaux sont plus facilement analysables que celles de fraises découpées (géométrie complexe). La zone analysée sur les surfaces des copeaux lors de l'analyse AES et XPS est de l'ordre $600 \mu\text{m} \times 900 \mu\text{m}$ et $1 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$ respectivement. Les fraises découpées sont analysées uniquement à l'aide de XPS et également sur de grandes zones ($1 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$), sur leurs faces de coupe et faces de dépouille. Compte tenu des résultats de l'analyse sur la fraise découpée réalisée auparavant (cf. II.3.4. Analyse physico-chimique des copeaux et des fraises), la preuve de l'activité des additifs sur les surfaces des fraises (par l'intermédiaire du transfert métallique) dans la zone de coupe est recherchée. Les copeaux et les outils découpés sont nettoyés préalablement dans un bain de solvant (heptane) aux ultrasons.

III.3.4.1. ANALYSE DES COPEAUX (FACE QUI A FROTTÉ SUR LA FACE DE COUPE DE L'OUTIL)

Le copeau est une source d'information très importante et un véritable "messenger" des phénomènes tribologiques près de la zone de coupe. Dans cette partie de l'étude, **seule la face du copeau qui a frotté sur la face de coupe de l'outil est analysée**, en considérant qu'elle subit davantage de sollicitations (cf. Figure I-1 (1)) et donc qu'il s'agit de la zone dans laquelle l'action du lubrifiant est la plus significative, présentant ainsi une grande quantité de produits de réaction des additifs analysés. Les conditions de coupe dans lesquelles les copeaux ont été obtenus sont les suivantes : $V_c = 60 \text{ m/min}$, $f_z = 0.2 \text{ mm/tr}$, $a_e = 2 \text{ mm}$ et $a_p = 2 \text{ mm}$ c'est-à-dire les paramètres optimaux avec lesquels le gain relatif par rapport au fraisage à sec en terme de l'énergie spécifique de coupe était maximum.

Dans un premier temps, la composition générale des surfaces des copeaux obtenus avec les différents mélanges est déterminée en utilisant l'analyse AES. Les seuls éléments détectés sont le carbone, l'oxygène, le soufre et le fer. L'analyse AES est ensuite couplée avec une abrasion ionique par des ions Ar^+ afin de déterminer la distribution de ces éléments chimiques en profondeur et estimer les épaisseurs des différentes zones dans la surface. A cet effet, un étalon est tout d'abord utilisé, il consiste en une plaquette en acier 100 Cr 6 dont l'épaisseur d'oxyde de fer est estimée approximativement à 4 nm [MIN_04]. La surface de l'étalon est bombardée avec des ions Ar^+ dans des conditions d'abrasion prédéfinies (pression des ions, surface abrasée). En suivant l'évolution de la hauteur du pic de l'oxygène sur le profil AES, on considère que l'oxyde de fer a été enlevé quand la

hauteur du pic d'oxygène a diminué de moitié par rapport à la hauteur maximale du pic. Ainsi, en connaissant le temps nécessaire pour enlever 4 nm de la surface et à condition de conserver les conditions d'abrasion utilisées lors de l'étalonnage, les épaisseurs des différentes couches dans la surface examinée peuvent en être déduites.

L'analyse commence par les profils AES des copeaux obtenus avec les deux mélanges contenant l'additif ADDS1 (pentasulfure), classés comme les meilleurs en terme d'efficacité par l'énergie spécifique de coupe (HB Yu4+ADDS1, HB Yu4+ADDS1+CP), suivis immédiatement par les profils AES des copeaux obtenus avec deux mélanges moins efficaces contenant l'additif ADDS2 (triglycérade soufré) et ADDS3 (ester méthylique soufré). Le profil AES du copeau obtenu avec l'additif ADDS4 (dithiocarbamate), qui pour rappel est considéré inefficace car sa performance est comparable à celle du fraisage à sec, est présenté en dernier lieu.

Suite à une modification du dispositif expérimental au cours de la réalisation des analyses, deux réglages différents sont utilisés pour les conditions d'abrasion. Par voie de conséquence, l'étalonnage de la vitesse d'abrasion avec les étalons en acier 100 Cr 6 pour ces deux réglages est effectué séparément. On estime que la couche native d'oxyde de fer d'épaisseur environ 4 nm est enlevée de la surface de plaquette en acier 100 Cr 6 :

- au bout de 110 s dans les conditions d'abrasion suivantes (1) 2kV, 2x2mm², 1,8x10⁻⁷ mbar (cf. Figure III-5 (1))
- au bout de 30 s dans les conditions d'abrasion suivantes (2) 2kV, 2x2mm², 1,7x10⁻⁵ mbar (cf. Figure III-5 (2)).

Ces estimations sont utilisées ensuite pour déterminer les épaisseurs sur toutes les surfaces des copeaux analysés selon les conditions d'abrasion (1) ou (2).

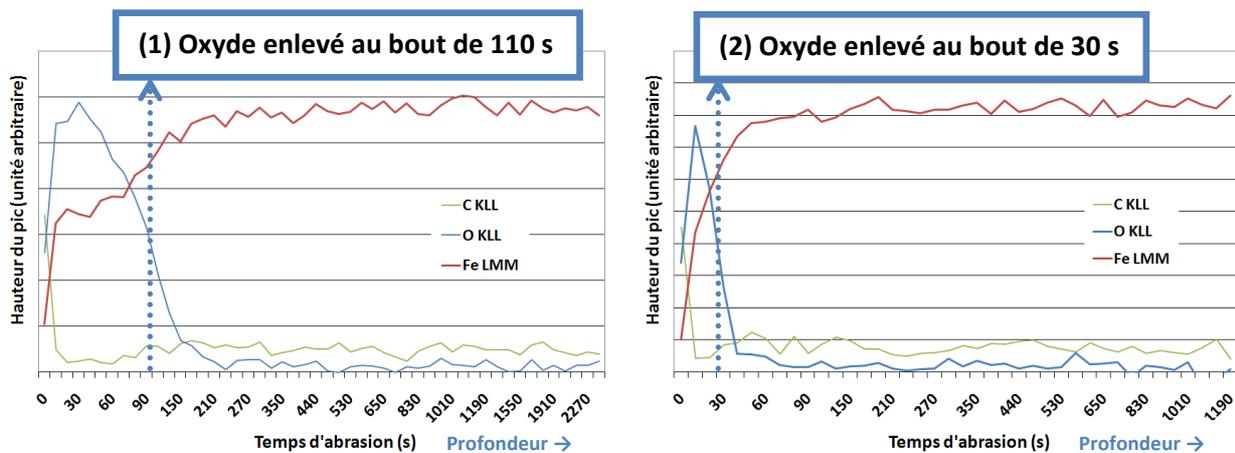


Figure III-5 : Profils AES réalisés sur les surfaces d'étalons en acier 100 Cr 6 dans les conditions d'abrasion suivantes : (1) 2 kV, 2x2 mm², 1,8x10⁻⁷ mbar et (2) 2 kV, 2x2 mm², 1,7x10⁻⁵ mbar

La Figure III-6 et la Figure III-7 montrent les profils AES réalisés sur les copeaux obtenus avec les mélanges HB Yu4+ADDS1 et HB Yu4+ADDS1+CP et les mélanges HB Yu4+ADDS2 et HB Yu4+ADDS3 respectivement. Ces quatre profils sont relativement proches. La contamination de la surface est enlevée au bout de quelques dizaines de secondes à chaque fois (contaminants contenant du carbone). La présence du carbone au travers de toute la surface est constatée. La même conclusion est tirée pour l'oxygène : celui-ci ne semble pas seulement distribué superficiellement – à l'exception de certains composés tels que les oxydes métalliques ou les composés soufrés oxydés. Enfin, une couche plus ou moins épaisse constituée principalement de soufre, sans doute liée directement au fer métallique, est différenciée (pas d'augmentation de la concentration d'oxygène ou de carbone à cette profondeur).

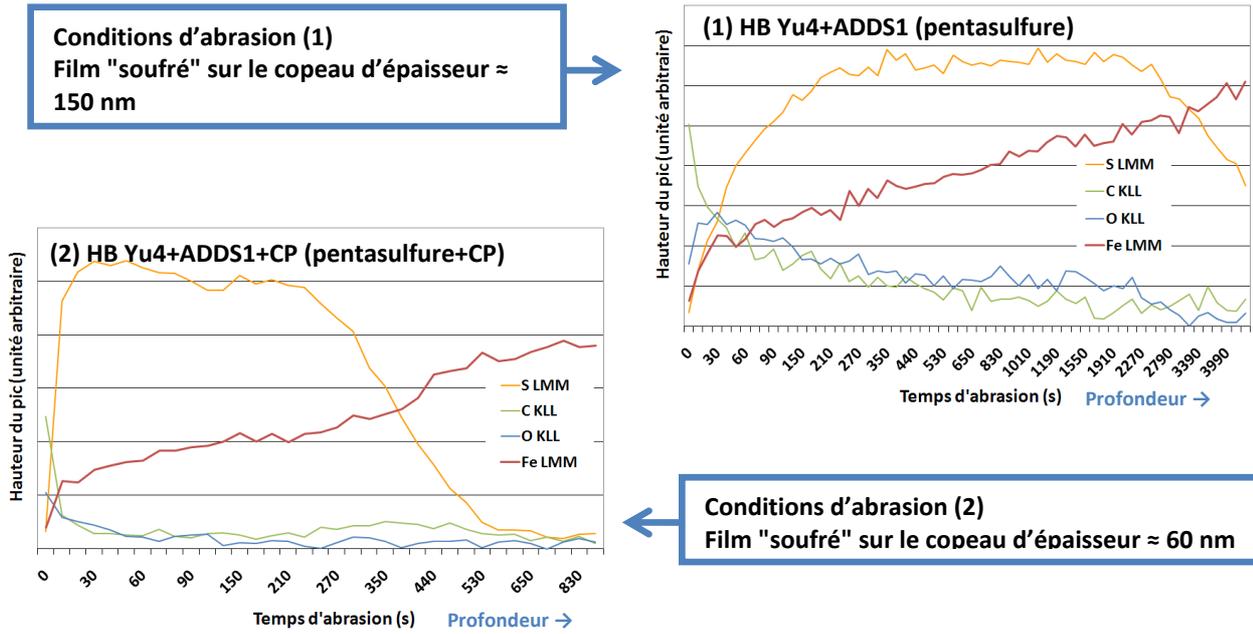


Figure III-6 : Profils AES réalisés sur les surfaces de copeaux obtenus avec : (1) HB Yu4+ADDs1 (pentasulfure) et (2) HB Yu4+ADDs1+CP (pentasulfure+CP)

Le film "soufré" sur la surface du copeau obtenu avec l'additif ADDs1 (pentasulfure) est, selon toute vraisemblance, plus important (en épaisseur) que ceux formés avec les autres additifs. Ce film serait au moins deux fois moins épais sur le copeau obtenu avec la formulation HB Yu4+ADDs1+CP (pentasulfure+CP) que celui formé par l'additif ADDs1 tout seul (HB Yu4+ADDs1). Quant aux mélanges HB Yu4+ADDs2 (triglycérade soufré) et HB Yu4+ADDs3 (ester méthylique soufré), ils semblent produire des couches "soufrées" d'épaisseurs comparables, toutefois moins épaisses que pour les deux mélanges contenant l'additif ADDs1 (pentasulfure).

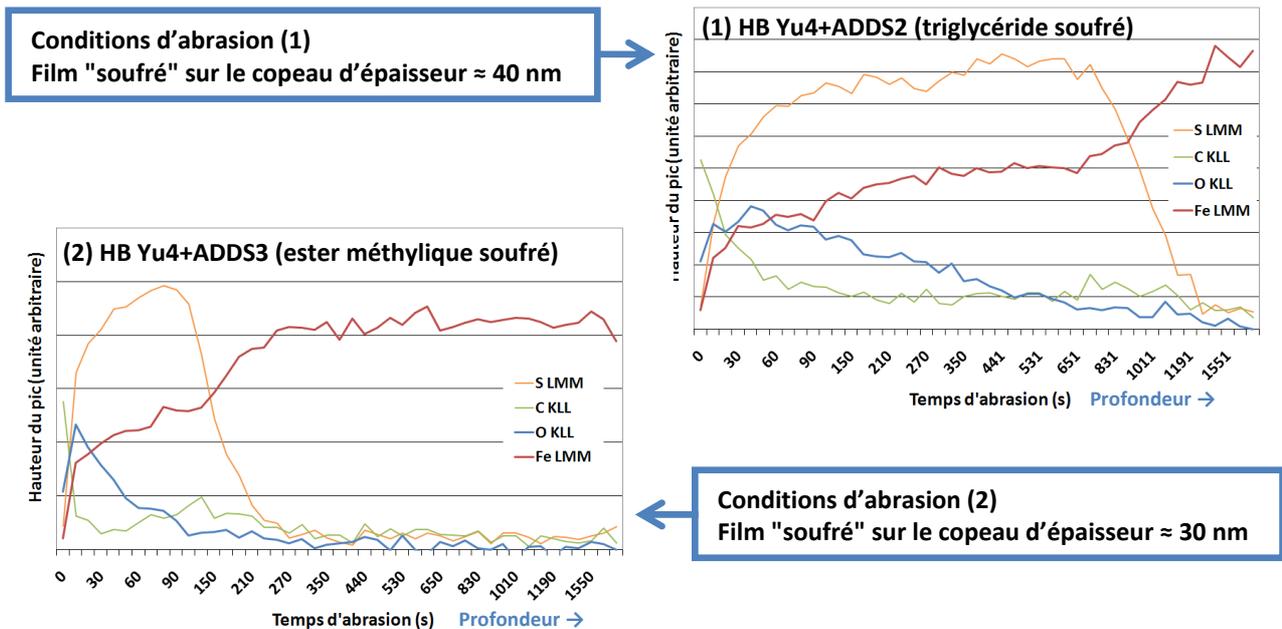


Figure III-7 : Profils AES réalisés sur les surfaces de copeaux obtenus avec : (1) HB Yu4+ADDs2 (triglycérade soufré) et (2) HB Yu4+ADDs3 (ester méthylique soufré)

Le profil AES du copeau obtenu avec l’additif ADDS4 (HB Yu4+ADDS4) (cf. Figure III-8) se différencie quant à lui de façon importante par rapport aux autres profils étudiés précédemment. L’oxygène et le fer sont les composantes les plus significatives. La surface de ce copeau est probablement couverte par une couche épaisse d’oxydes métalliques, à l’évidence des oxydes de fer. Elle est beaucoup plus épaisse par rapport à celle sur les surfaces des copeaux réalisés avec les autres additifs. Par ailleurs, il n’y a pas non plus de film majoritairement composé de soufre. Les composés soufrés coexistent potentiellement avec d’autres composés tels que les oxydes métalliques.

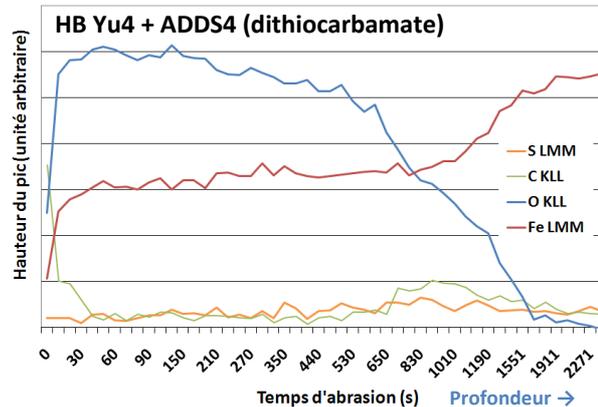


Figure III-8 : Profil AES réalisé sur la surface du copeau obtenu avec HB Yu4+ADDS4 (dithiocarbamate) dans les conditions d’abrasion suivantes 2 kV, 2x2 mm², 1,8x10⁻⁷ mbar (1)

Les profils AES réalisés sur les copeaux obtenus avec les différents mélanges exposent clairement l’existence d’un film "soufré" sur les surfaces de tous les copeaux, à l’exception de celui obtenu avec le mélange HB Yu4+ADDS4 (dithiocarbamate). Ce film pourrait être à l’origine des efficacités observées pour les mélanges testés (baisse de l’énergie spécifique de coupe, usure moins importante de l’outil) lors de l’opération de fraisage. De plus, son épaisseur peut être corrélée aux performances des différents fluides : plus le film "soufré" est épais, meilleure est l’efficacité du lubrifiant.

Par la suite, l’examen physico-chimique des copeaux est complété en les soumettant à l’analyse XPS (nouveaux copeaux non abrasés) (afin de déterminer la nature chimique précise des espèces soufrées en présence). Les spectres généraux réalisés sur les surfaces de tous les copeaux ne démontrent que la présence d’oxygène, de carbone, de fer, de soufre et de traces de manganèse. La contribution du manganèse n’est pas prise en compte car il est détecté uniquement sous forme de traces. Sa forme chimique suggère la présence de traces d’oxydes de manganèse. La réflexion sur l’action possible d’inclusions d’acier telles que les sulfures de manganèse a été menée antérieurement (cf. II.2.5. Analyse physico-chimique des copeaux et des plaquettes de tournage).

Le **Tableau III-5** donne une semi-quantification globale des quatre éléments détectés sur les surfaces de copeaux obtenus avec les différents mélanges. Une quantification plus détaillée est présentée dans la partie **Annexes** (cf. Annexe III § III.4).

En analysant le **Tableau III-5**, les différences de composition chimique entre les surfaces des copeaux obtenus avec les différents mélanges sont immédiatement constatées. D’autre part, il y a une similitude dans la composition des surfaces pour les mélanges appartenant à une même catégorie d’efficacité comme présenté dans le **Chapitre III.3.2** (cf. III.3.2. Evaluation de l’efficacité du fluide par l’énergie spécifique de coupe (W_c)) et il y a une corrélation entre la quantité de soufre détectée et l’efficacité observée :

- premièrement, les surfaces des copeaux obtenus avec les mélanges HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure) et HB Yu4+ADDS1+CP (pentasulfure+CP), dont la composition générale de la surface est presque la même, contiennent plus de soufre que les surfaces des autres copeaux,

- les surfaces des copeaux obtenus avec les mélanges HB Yu4+ADDS2 (triglycéride soufré) et HB Yu4+ADDS3 (ester méthylique soufré) sont plus riches en carbone,
- beaucoup plus d’oxygène et de fer est détecté sur les surfaces des copeaux obtenus avec le mélange HB Yu4+ADDS4 (dithiocarbamate). En revanche, il n’y a quasiment plus de soufre.

Pourcentage atomique (%)		
Element	Surface du copeau usiné avec HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure)	Surface du copeau usiné avec HB Yu4+ADDS2 (triglycéride soufré)
C1s	60	66
O1s	28	26
Fe2p3/2	4	2
S2p3/2	8	6
Element	Surface du copeau usiné avec HB Yu4+ADDS3 (ester méthylique soufré)	Surface du filet formé avec HB Yu4+ADDS4 (dithiocarbamate)
C1s	67	51
O1s	25	39
Fe2p3/2	2	8
S2p3/2	5	1
Element	Surface du copeau usiné avec HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure) + CP	
C1s	59	
O1s	28	
Fe2p3/2	4	
S2p3/2	9	

Tableau III-5 : Semi-quantification globale (% at.) issue de l’analyse XPS des surfaces de copeaux obtenus avec les différents mélanges

Compte tenu de la présence marquée de soufre sur les surfaces des copeaux (profils AES), l’analyse détaillée de ses spectres est menée en premier lieu. Le **Tableau III-6** présente la nature chimique et les énergies de liaison des différentes espèces soufrées détectées, leurs largeurs à mi-hauteur et leurs pourcentages atomiques par rapport à la totalité du soufre détecté sur les surfaces des copeaux obtenus avec les différents mélanges. Les références d’énergies de liaison utilisées sont rappelées dans la partie **Annexes** (cf. Annexe I § I.2).

Element S2p3/2						
Nature chimique	Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure) - 8 % soufre au total			Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS2 (triglycéride soufré) - 6 % soufre au total		
	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique
FeS	161,11	1,39	5	160,91	1,36	2
FeS ₂	162,38	1,39	traces	162,12	1,36	1
Additif adsorbé	163,23	1,39	1	163,31	1,36	2
Sulfites	166,27	1,39	1	165,69	1,36	traces
Sulfates	168,19	1,39	1	168,17	1,36	1
Nature chimique	Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS3 (ester méthylique soufré) - 5 % soufre au total			Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS4 (dithiocarbamate) - 1 % soufre au total		
	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique
FeS	160,83	1,37	2	161,26	2,02	traces
FeS ₂	162,12	1,37	traces			
Additif adsorbé	163,40	1,37	2	163,42	2,02	traces
Sulfites	166,41	1,37	traces			
Sulfates	168,39	1,37	1	168,31	2,02	1
Nature chimique	Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS1 + CP (pentasulfure + CP) - 9 % soufre au total					
	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique			
FeS	161,11	1,33	5			
FeS ₂	162,40	1,33	1			
Additif adsorbé	163,35	1,33	1			
Sulfites	166,26	1,33	1			
Sulfates	168,10	1,33	1			

Tableau III-6 : Nature chimique, énergies de liaison, largeurs à mi-hauteur et pourcentage atomique des composantes de soufre détectées par rapport à la totalité du soufre détecté (cf. Tableau III-5) sur les surfaces de copeaux obtenus avec les différents additifs

La **Figure III-9** montre le spectre XPS du pic de soufre obtenu pendant l'analyse des copeaux obtenus avec les mélanges HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure) et HB Yu4+ADDS1+CP (pentasulfure+CP). La quantité de soufre détectée sur les surfaces de deux copeaux analysés est d'environ 8-9% (% at.) de la composition totale de la surface (cf. Tableau III-5) ; la contribution principale est celle du pic vers 161,11 eV (ADDS1 et ADDS1+CP) correspondant aux sulfures de fer FeS (environ 5% at.). Elle est en cohérence avec la présence d'une composante du fer (II) (709,70 eV) sur le spectre du fer (cf. Annexe III § III.4). Quatre autres composantes peu intenses (environ 1% at. chacune) attribuées aux sulfures de fer FeS₂, à l'additif adsorbé, aux sulfates et aux sulfites, sont également identifiées (cf. Tableau III-6).

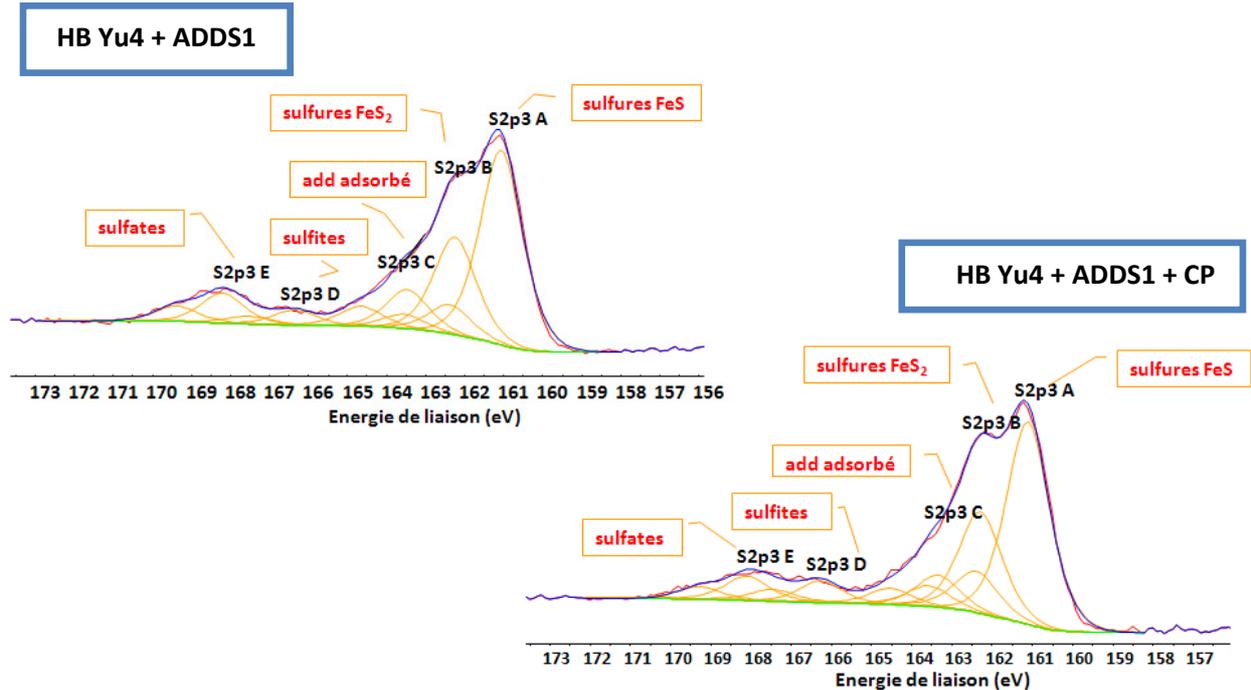


Figure III-9 : Spectres XPS du soufre (S_{2p3/2}) réalisés pendant l'analyse des surfaces des copeaux obtenus avec l'additif ADDS1 (pentasulfure) et l'additif ADDS1+CP (pentasulfure+CP)

La présence des mêmes composés soufrés est distinguée sur les surfaces des copeaux obtenus avec les additifs ADDS2 (triglycéride soufré) et ADDS3 (ester méthylique soufré) (cf. Figure III-10). La quantité du soufre détecté par rapport à tous les éléments s'élève à environ 5-6% (cf. Tableau III-5). En pourcentage atomique (cf. Tableau III-6), il y a au moins deux fois moins de sulfures de fer FeS mais deux fois plus d'additif adsorbé que pour les surfaces des copeaux réalisés avec les mélanges contenant l'additif ADDS1 (HB+ADDS1 et HB+ADDS1+CP). Les valeurs des énergies de liaisons déterminées pour deux autres composantes du pic de soufre vers 168 eV et 162 eV correspondent respectivement aux sulfates et sulfures de fer FeS₂ (environ 1%). Le pic attribué aux sulfites est difficilement détectable.

La présence de sulfures de fer FeS peut être confirmée par la contribution du fer (II) (709,70 eV) sur les spectres du fer (cf. Annexe III § III.4). En revanche, la position du pic attribué aux sulfures de fer FeS₂ étant quasiment la même que celle du pic correspondant au fer métallique (707 eV et 706,9 eV respectivement), il est difficile de dissocier ces deux pics, et donc de confirmer la présence de FeS₂.

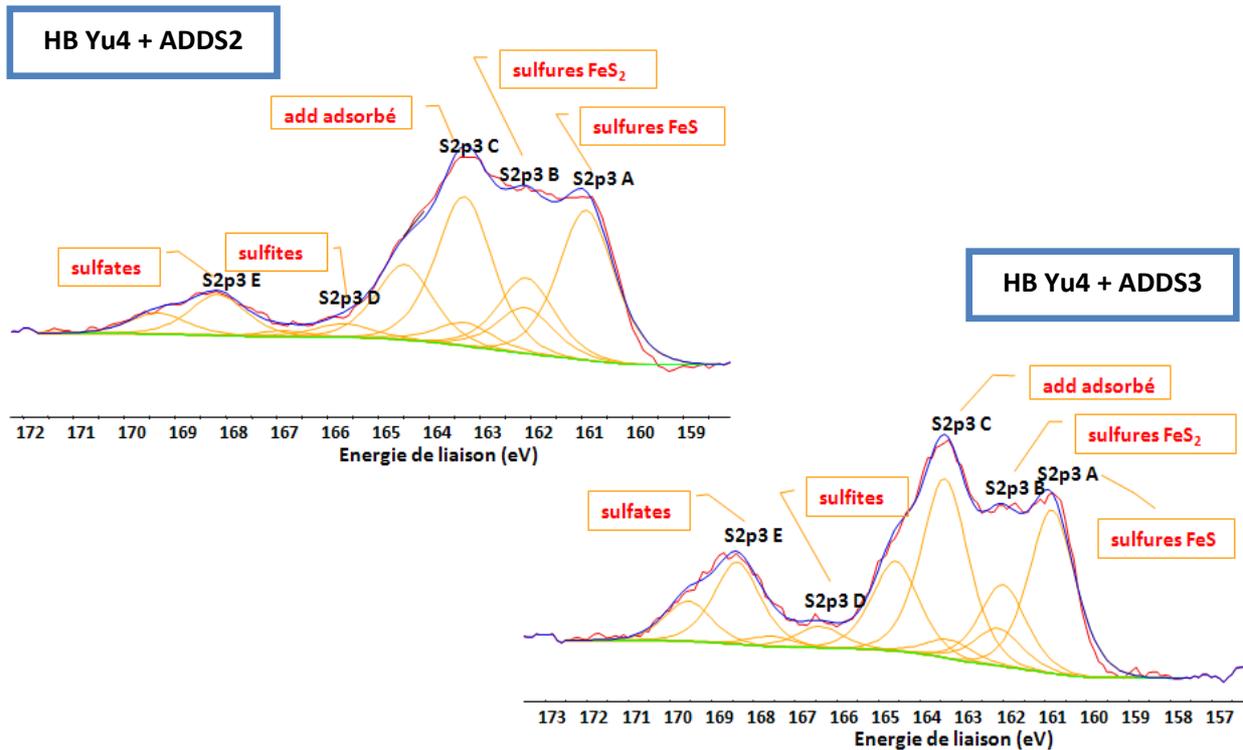


Figure III-10 : Spectres XPS du soufre ($S_{2p3/2}$) réalisés pendant l’analyse des surfaces des copeaux obtenus avec l’additif ADDS2 (triglycéride soufré) et l’additif ADDS3 (ester méthylique soufré)

La **Figure III-11** montre le spectre de soufre obtenu sur la surface du copeau obtenu avec le dernier additif testé ADDS4 (dithiocarbamate). Très peu de soufre (1% at.) est détecté par rapport aux autres éléments présents sur la surface de ce copeau. La quasi-totalité du soufre détecté peut être liée à la présence de sulfates. On distingue également des traces de sulfures de fer FeS et d’additif adsorbé.

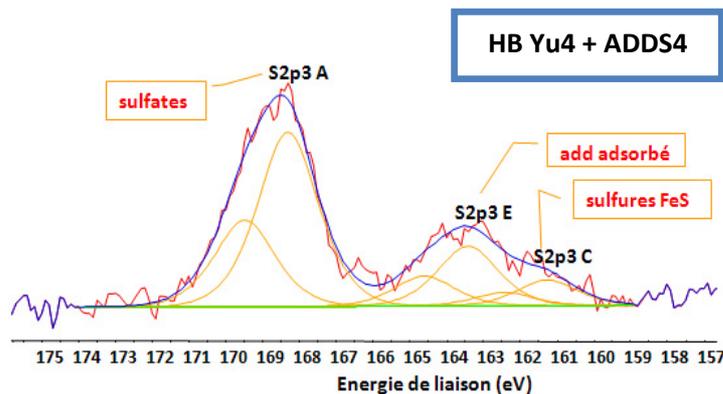


Figure III-11 : Spectre XPS du soufre ($S_{2p3/2}$) réalisé pendant l’analyse de la surface du copeau obtenu avec l’additif ADDS4 (dithiocarbamate)

L’analyse XPS permet de déterminer la composition chimique du film soufré détecté lors de la réalisation des profils AES sur les surfaces des copeaux obtenus avec les différents additifs – à l’exception de l’additif ADDS4. Il est constitué principalement de sulfures de fer FeS et de petites quantités de sulfures de fer FeS_2 . La formation de sulfures de fer FeS par les additifs soufrés est un mécanisme de lubrification très étudié dans la littérature (cf. I.3.6. Mécanismes d’actions des additifs soufrés). La formation de produits soufrés oxydés, l’origine et le comportement tribologique des

sulfures de fer ainsi que les phénomènes d'adsorption d'espèces soufrées lors de la coupe en fonction des différentes caractéristiques des additifs, sont discutés plus en détail dans le **Chapitre IV** (cf. IV. Compréhension des mécanismes – Analyse des résultats obtenus avec les différents additifs soufrés).

Au final, l'analyse AES visant à étudier la relation entre l'épaisseur du film "soufré" et l'efficacité des mélanges testés en fraisage met en évidence un fait intéressant : il s'avère que plus le film est épais, meilleure est la performance du mélange testé. En s'inspirant de cette conclusion, le rapport entre la quantité de soufre sous forme de sulfures de fer FeS et la quantité totale du soufre détectée sur les surfaces des différents copeaux est déterminé (cf. Tableau III-7). **Plus il y a de soufre de fer FeS, plus la réduction du frottement est importante. Une forte corrélation existe également entre la quantité de soufre sous forme de FeS (rapport sulfures de fer FeS /soufre total), l'épaisseur du film "soufré" et la performance des mélanges testés (en terme de baisse de l'énergie spécifique de coupe, et de l'usure en dépouille pour les fraises).**

Soufre sous forme de sulfures FeS	Soufre total détecté	Rapport Sulfures FeS/Soufre total détecté
Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure)		
5	8	0,7
Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS2 (triglycéride soufré)		
2	6	0,4
Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS3 (ester méthylique soufré)		
2	5	0,4
Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS4 (dithiocarbamate)		
traces	1	0,2
Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS1 + CP (pentasulfure + CP)		
5	9	0,6

Tableau III-7 : Rapport sulfures de fer FeS/soufre total détecté sur les surfaces de copeaux obtenus avec les différents mélanges (à partir des résultats du Tableau III-6)

Les analyses AES et XPS montrent clairement que le rôle du soufre dans les réactions tribochimiques en fraisage est fondamental. Le mélange contenant l'additif ADDS1 (HB Yu4+ADDS1) se caractérise par la meilleure efficacité en terme de diminution de l'énergie spécifique de coupe et d'usure des outils en fraisage. En effet, la surface du copeau obtenu avec cet additif montre la teneur en sulfures métalliques FeS la plus importante. **On suppose ainsi que les autres éléments détectés sur les surfaces de copeaux tels que le carbone ou l'oxygène, constituants entre autre des chaînes carbonées, ne jouent qu'un rôle secondaire.** Toutefois, il est possible qu'ils aient en plus un caractère perturbateur. Le mélange HB Yu4+ADDS1+CP, qui renferme en plus de l'additif ADDS1 des composés contenant les éléments organiques liés à l'oxygène, semble avoir une efficacité inférieure à celle du mélange contenant l'additif ADDS1 (pentasulfure) seul.

Afin de pouvoir mieux comprendre les modes d'action des additifs et d'en discuter dans le **Chapitre IV** (cf. IV. Compréhension des mécanismes – Analyse des résultats obtenus avec les différents additifs soufrés), la nature chimique des autres éléments présents sur la surface des copeaux doit être établie. Le pic de carbone est décomposé selon les trois composantes suivantes (cf. Annexe III § III.4) :

- à 284,70 eV-284,77 eV correspondant aux composés ayant liaisons C-H et C-C,
- à 286,33 eV-286,50 eV correspondant aux composés ayant liaisons C-O,
- à 287,97 eV-288,64 eV correspondant aux composés ayant liaisons O-C=O.

La semi-quantification globale montre que les surfaces des copeaux obtenus avec les mélanges HB Yu4+ADDS2 (triglycéride soufré) et HB Yu4+ADDS3 (ester méthylique soufré) sont les

plus riches en carbone (cf. Tableau III-5). Cette augmentation en pourcentage atomique du carbone est attribuée à la quantité plus importante des composés ayant des liaisons C-O pour le mélange HB Yu4+ADDS2 (triglycéride soufré) et des composés ayant des liaisons C-H et C-C pour le mélange HB Yu4+ADDS3 (ester méthylique soufré). La teneur en carbone et les proportions entre les différentes composantes du pic de carbone pour les mélanges contenant l'additif ADDS1 (HB Yu4+ADDS1 et HB Yu4+ADDS1+CP) sont similaires. Les trois composantes du pic de carbone sont moins intenses pour le mélange HB Yu4+ADDS4 (dithiocarbamate).

En ce qui concerne le pic d'oxygène (cf. Annexe III § III.4), la composante vers 529,73 eV-529,87 eV confirme la présence de différents oxydes (de fer (II), de fer (III) et de manganèse). Les contributions du pic d'oxygène vers 531 eV et 532 eV sont généralement attribuées aux différents composés ayant des liaisons C=O, O-C=O mais également aux hydroxydes de fer et aux composés soufrés oxydés. Les composés présentant des liaisons C-O et H₂O correspondraient à la composante du pic d'oxygène vers 533 eV et celle vers 534 eV détectée sur la surface du copeau obtenu avec l'additif ADDS2 (triglycéride soufré).

L'analyse semi-quantitative des différentes composantes sur les spectres d'oxygène montre la concentration très importante des oxydes métalliques sur la surface du copeau obtenu avec l'additif ADDS4 (dithiocarbamate) (au moins trois fois plus que sur les surfaces d'autres copeaux). Compte tenu des conclusions tirées lors de l'analyse de spectre du carbone, il est vrai que la surface du copeau obtenu avec l'additif ADDS2 (triglycéride soufré) contient plus de composés aux liaisons C-O (et H₂O) au détriment d'autres composés oxydés. En ce qui concerne les surfaces des autres copeaux, les variations des pourcentages atomiques des différentes composantes sur le spectre de l'oxygène sont peu significatives. De plus, la teneur globale en oxygène pour toutes ces surfaces (sauf pour celle usinée avec l'additif ADDS4) est pratiquement la même (cf. Tableau III-5).

De manière générale, les trois composantes suivantes du spectre de fer sont distinguées pour toutes les surfaces de copeaux obtenus (cf. Annexe III § III.4) :

- la composante du fer métallique et/ou de sulfures de fer FeS₂ à 707 eV,
- la composante du fer (II) (par exemple des oxydes de fer (II)) et de sulfures de fer FeS à 709,5 eV-710 eV,
- la composante du fer (III) à 711,2 eV (par exemple des oxydes de fer (III)).

Puisque les composantes attribuées aux oxydes métalliques sur le spectre d'oxygène et sur le spectre du fer sont très intenses sur la surface du copeau obtenu avec l'additif ADDS4 (dithiocarbamate), la surface de celui-ci est certainement couverte abondamment par les oxydes de fer, ce qui a été suggéré lors de l'analyse de son profil AES.

L'analyse semi-quantitative des autres éléments chimiques que le soufre apporte quelques données supplémentaires sur l'état d'oxydation des différentes surfaces des copeaux ainsi que sur leur teneur en composés organiques. La contribution de l'oxygène et du carbone en XPS provient d'une part de la contamination et de l'oxydation des surfaces et, d'autre part, de la présence de ces éléments au travers de la surface (profils AES). Toutefois, c'est bien le soufre qui joue un rôle primordial dans les phénomènes de lubrification en fraisage.

III.3.4.2. ANALYSE DES FRAISES

Une analyse XPS est réalisée à deux endroits différents de l'arête sur chacune des faces des outils (face de coupe et face de dépouille). Celle-ci confirme la présence des mêmes composés le long de l'arête pour chaque fraise, mais dans des quantités différentes. Outre le tungstène et le cobalt, quatre éléments sont détectés sur les surfaces des fraises utilisées avec les différents mélanges : carbone, oxygène, traces de fer et de soufre. En analysant les pourcentages atomiques de ces quatre éléments détectés, aucune conclusion pertinente ne peut être tirée (cf. la semi-quantification globale présentée dans la partie Annexe III § III.5). Les traces de soufre retrouvées sur

toutes les fraises permettent de supposer une action des additifs pendant la coupe. Les spectres de soufre réalisés sur les différentes faces des outils font l'objet d'une analyse plus détaillée.

Ainsi, le **Tableau III-8** présente les énergies de liaison, les largeurs à mi-hauteur et le pourcentage atomique des différentes espèces soufrées détectées sur les surfaces des fraises utilisées (face de coupe et face de dépouille) avec les différents mélanges.

De manière générale, sur les surfaces de toutes les fraises, trois composantes sont détectées ; elles peuvent être attribuées (cf. Tableau III-8) :

- aux sulfures de fer FeS (160,70 eV- 161,30 eV)
- à l'additif adsorbé (163,17 eV-163,54 eV) ou au soufre élémentaire (163,93 eV-164,57 eV)
- aux sulfates (167,87 eV-168,57 eV).

Il s'agit vraisemblablement d'"îlots" de fer métallique qui ont été transférés depuis la matière usinée ou le copeau, plutôt de façon ponctuelle, sur les faces des fraises et qui ont ensuite réagi avec le soufre.

Element S2p3/2					
Face de coupe			Face de dépouille		
Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique
Surface de la fraise (Fr8) utilisée avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure)					
161,30	2,13	1	160,92	1,98	1
164,57	2,13	traces	163,93	1,98	traces
168,39	2,13	1	168,14	1,98	traces
Surface de la fraise (Fr5) utilisée avec HB Yu4 + ADDS2 (triglycéride soufré)					
160,89	2,10	1	160,70	2,45	traces
163,54	2,10	1	163,17	2,45	1
168,57	2,10	1	168,45	2,45	1
Surface de la fraise (Fr9) utilisée avec HB Yu4 + ADDS3 (ester méthylique soufré)					
160,70	3,49	traces	161,21	2,52	3
168,39	3,49	1	167,87	2,52	1
Surface de la fraise (Fr10) utilisée avec HB Yu4 + ADDS4 (dithiocarbamate)					
161,01	2,11	traces	161,23	3,50	1
163,47	2,11	traces	163,42	3,50	traces
168,13	2,11	1	168,23	3,50	1
Surface de la fraise (Fr11) utilisée avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure) + CP					
161,16	3,10	traces	160,90	1,85	1
163,17	3,10	traces	164,09	1,85	traces
168,52	3,10	1	167,88	1,85	1

Tableau III-8 : Energies de liaison, largeurs à mi-hauteur et pourcentage atomique des espèces soufrées détectées par rapport à la totalité du soufre détecté sur les surfaces de fraises utilisées avec les différents additifs

Le rapport approximatif entre la quantité de soufre sous forme de sulfures de fer FeS et la quantité de soufre total détectées sur les surfaces des différentes fraises est déterminé (cf. Tableau III-9). A l'exception du cas de l'additif ADDS2 (triglycéride soufré), la présence plus marquée de sulfures de fer FeS est identifiée sur les faces de dépouille de toutes les fraises analysées. Cette observation a été déjà faite et expliquée dans le **Chapitre II** (cf. II.3.4. Analyse physico-chimique des copeaux et des fraises) lors de l'analyse de la fraise utilisée avec l'additif ADDS1 (pentasulfure). Pour résumer, il peut s'agir, d'une part, d'un accès facilité de l'additif à l'interface outil-matière usinée, à cause des pressions moins importantes ou, d'autre part, de l'activité de l'additif renforcée à cause de l'usure plus importante engendrée dans la zone de dépouille.

Tandis que la présence marquée de sulfures de fer FeS sur la face de dépouille est évidente, la comparaison générale des spectres XPS du soufre correspondant aux surfaces des outils utilisés avec les différentes formulations semble être plus difficile à interpréter. Il y a probablement plus de sulfures de fer FeS formés sur les faces des outils utilisés avec le mélange HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure) seul. Toujours est-il que les spectres XPS du soufre réalisés sur les faces de dépouille des fraises utilisées avec les deux formulations contenant l'additif ADDS1 (pentasulfure) sont similaires (cf. Figure III-12).

	Soufre sous forme de sulfures FeS	Soufre total détecté	Rapport Sulfures FeS/Soufre total détecté
Surface de la fraise (Fr8) utilisée avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure)			
Face de coupe	1	2	0,3
Face de dépouille	1	1	1,2
Surface de la fraise (Fr5) utilisée avec HB Yu4 + ADDS2 (triglycérade soufré)			
Face de coupe	1	3	0,2
Face de dépouille	traces	2	0,1
Surface de la fraise (Fr9) utilisée avec HB Yu4 + ADDS3 (ester méthylique soufré)			
Face de coupe	traces	1	0,3
Face de dépouille	3	4	0,8
Surface de la fraise (Fr10) utilisée avec HB Yu4 + ADDS4 (dithiocarbamate)			
Face de coupe	traces	1	0,2
Face de dépouille	1	2	0,4
Surface de la fraise (Fr11) utilisée avec HB Yu4 + ADDS1 + CP (pentasulfure + CP)			
Face de coupe	traces	1	0,2
Face de dépouille	1	2	0,5

Tableau III-9 : Rapport sulfures de fer FeS/soufre total détecté sur les surfaces de fraises utilisés avec les différents mélanges (à partir des résultats du Tableau III-8)

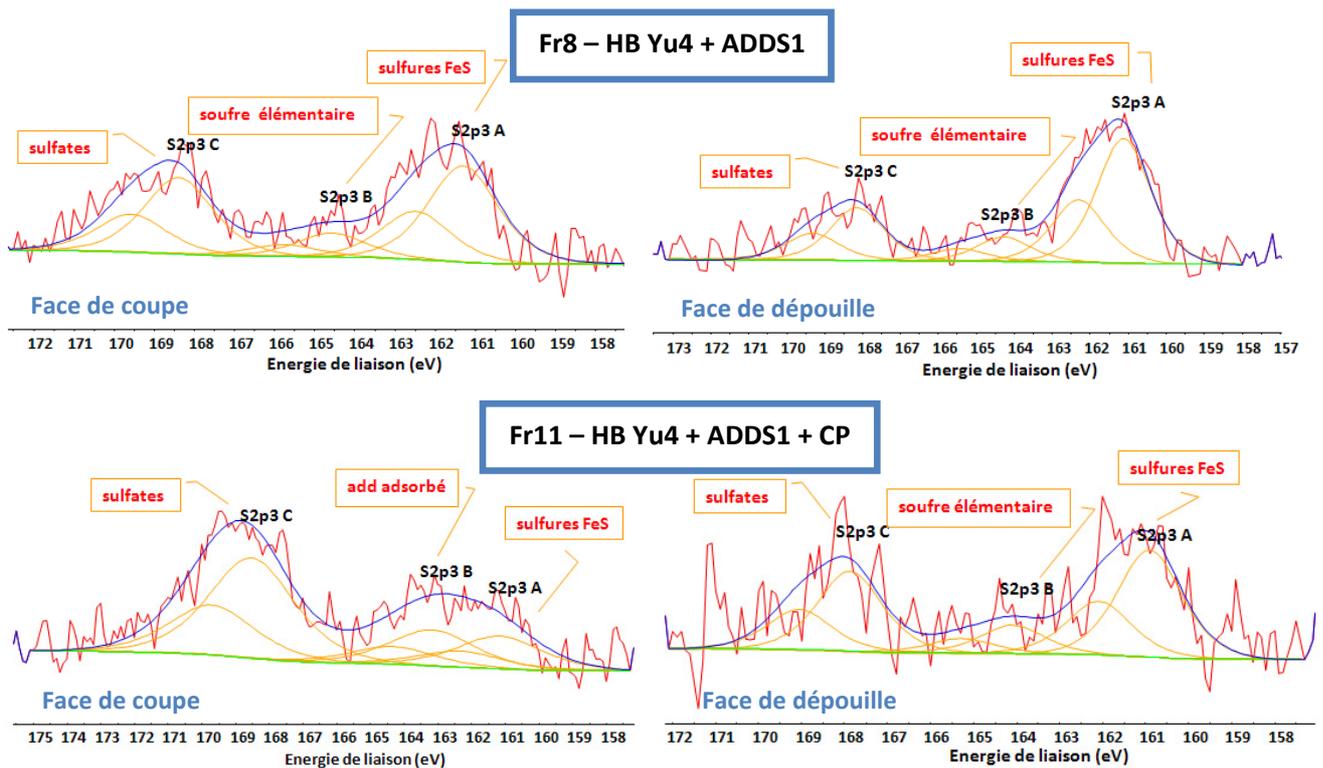


Figure III-12 : Spectres XPS du soufre ($S_{2p3/2}$) obtenus pendant l'analyse des surfaces des fraises utilisées avec l'additif ADDS1 (pentasulfure) et ADDS1+CP (pentasulfure+CP)

Les spectres XPS du soufre obtenus pendant l'analyse des surfaces des fraises utilisées avec l'additif ADDS2 (triglycérade soufré) et l'additif ADDS3 (triglycérade soufré) sont présentés dans la partie **Annexes** (cf. Annexe III § III.5). Par rapport à l'additif ADDS3 (ester méthylique soufré), l'additif ADDS2 (triglycérade soufré) forme moins de sulfures de fer FeS sur la face de dépouille que sur la face de coupe, mais également plus d'additif adsorbé. Ces écarts sur la nature et la quantité des composés soufrés détectés sur les faces de coupe et de dépouille des fraises utilisées avec ces deux

mélanges peuvent corrélérer les résultats des mesures mécaniques réalisées précédemment : sachant que les deux additifs montrent des performances proches en terme d'énergie spécifique de coupe (cf. Figure III-3), le comportement de l'additif ADDS2 (triglycéride soufré) semble se détériorer lors de l'essai d'usure par rapport à celui de l'additif ADDS3 (ester méthylique soufré) (cf. Figure III-4).

Le spectre XPS du soufre (cf. Annexe III § III.5) obtenu pendant l'analyse de la surface de l'outil utilisé avec l'additif ADDS4 (dithiocarbamate), qui n'a montré aucune performance particulière (en terme de W_c et d'usure), dévoile également la présence de sulfures de fer FeS.

Au final, l'additif ADDS2 (triglycéride soufré) est le seul qui forme moins de sulfures de fer FeS sur la face de dépouille que sur la face de coupe.

On retient essentiellement de l'analyse XPS des fraises utilisées avec les différents lubrifiants la présence de trois composantes soufrées dans des quantités globalement faibles : les sulfures de fer FeS, en quantité plus importante sur la face de dépouille que sur la face de coupe – à l'exception de ADDS2 – l'additif adsorbé ou le soufre élémentaire et les sulfates. Les sulfures de fer FeS sont présents en quantités assez proches sur les différentes surfaces et sont détectés sur les faces de toutes les fraises, y compris celle utilisée avec l'additif ADDS4 (dithiocarbamate) considéré peu performant. Deux théories peuvent être proposées pour expliquer ce résultat.

Les produits détectés sur les faces de fraises correspondent au transfert métallique ayant réagi avec le soufre de l'additif qui est censé apporter la lubrification dans la zone de coupe lors du prochain passage de l'outil (de la dent) selon le mécanisme d'action du lubrifiant proposé dans le **Chapitre II (cf. II.3.5. Synthèse des résultats obtenus en fraisage)**. Cependant si ce transfert était le seul moyen de lubrification apporté par les additifs, les efficacités des différents mélanges auraient dû être comparables (les sulfures sont détectés sur les surfaces de toutes les fraises) alors que ce n'est pas le cas. Il est donc possible que la différence de performances entre les lubrifiants soit liée au taux de "formation" de sulfures de fer par l'additif (négligeable pour l'additif ADDS4 et fort pour l'additif ADDS1 compte tenu de l'épaisseur du film formé sur les surfaces de copeaux) lors de l'action directe de ce dernier dans la zone de coupe (pénétration partielle). Cette action serait directement en rapport avec le soufre lié dans la molécule de l'additif. Etant donné que les sulfures de fer FeS formés potentiellement dans la zone de contact sont "consommés" au cours de l'opération d'usinage, cette théorie ne peut pas être confirmée.

Deuxièmement, si la réaction du soufre avec le tungstène était possible pour former les sulfures WS_2 , l'effet lubrifiant des sulfures de fer FeS serait donc renforcé par celui du WS_2 , lequel est également attribué à l'activité chimique du soufre, plus importante pour un additif plus efficace tel que l'additif ADDS1 (pentasulfure).

III.3.5. CORRELATION DES MESURES MECANIQUES AVEC LES RESULTATS DE L'ANALYSE DES SURFACES

La coupe discontinue est discriminante pour mettre en valeur l'action du lubrifiant (influence sur l'énergie spécifique de coupe et sur la durée de vie). Compte tenu des résultats présentés dans ce chapitre, **on suppose l'existence d'une relation entre le fait d'apporter un certain gain en terme d'énergie spécifique de coupe par rapport à l'opération à sec et la diminution de l'endommagement de l'outil lors de l'essai d'usure.** De plus, en prenant en compte les diverses contraintes (répétabilité des mesures, effet de l'outil), il apparaît **que l'effet bénéfique du lubrifiant en fraisage est de toute évidence mieux discernable lors de l'essai de l'usure des outils que par la mesure de l'énergie spécifique de coupe.** Cette constatation a été déjà faite dans le **Chapitre II** (cf. II.3.3. Effet du lubrifiant en fraisage sur la durée de vie de l'outil).

Pour pouvoir corrélérer les efficacités des différentes formulations aux mesures mécaniques (en particulier en terme de l'énergie spécifique de coupe), l'analyse des surfaces des copeaux et des fraises utilisées pendant l'opération de fraisage est effectuée. Les copeaux sont une source d'information importante sur les phénomènes de lubrification car, d'une part, les résultats d'analyses sont facilement exploitables, et d'autre part, les produits de réactions détectés sur leurs surfaces reflètent les phénomènes à proximité de la zone de coupe. Le fait que les mélanges testés se

différencient entre eux par les différentes efficacités en terme d'énergie spécifique de coupe et d'usure de l'outil est la meilleure preuve de l'action chimique des additifs incorporés ; cette dernière s'observe notamment au travers des différentes compositions chimiques des surfaces des copeaux.

Toutes les informations tirées de l'analyse physico-chimique des surfaces des copeaux, corrélées avec les résultats obtenus pendant la mesure de l'énergie spécifique de coupe, et indirectement avec les résultats de l'essai d'usure des fraises, sont récapitulées ci-dessous :

- **Avec le mélange contenant ADDS1 (pentasulfure)** l'énergie spécifique de coupe est diminuée d'environ 15% et l'usure de la fraise est la plus faible observée par rapport au fraisage à sec.
Le soufre détecté sur la surface du copeau obtenu avec ce mélange est principalement sous forme de sulfures de fer FeS. D'ailleurs, il y en a davantage par rapport aux autres surfaces analysées. Le film constitué par les sulfures de fer aurait une épaisseur d'une centaine de nm environ. Il contient également du carbone et de l'oxygène. De petites quantités d'autres produits soufrés tels que le sulfure de fer FeS₂, l'additif adsorbé, les sulfites et les sulfates sont détectés. L'extrême-surface du copeau serait couverte par différents oxydes et composés organiques.
- **Avec le mélange HB Yu4+ADDS1+CP (pentasulfure+CP)** l'énergie spécifique de coupe est abaissée d'environ 12% par rapport au fraisage à sec et l'usure de la fraise engendrée est plus importante que celle avec l'additif ADDS1 (pentasulfure) seul.
La surface du copeau obtenu avec ce mélange montre la présence marquée de sulfures de fer FeS. L'efficacité est cependant légèrement inférieure à celui du mélange contenant uniquement l'additif ADDS1 (pentasulfure) ; l'épaisseur du film de sulfures de fer est moins importante. Une faible contribution de sulfures de fer FeS₂ est également détectée. De plus, le film contient du carbone et de l'oxygène. Des oxydes et d'autres composés organiques sont trouvés dans les couches extérieures de la surface.
- **Avec le mélange contenant ADDS2 (triglycéride soufré)** l'énergie spécifique de coupe est diminuée d'environ 10% et une usure considérable de la fraise est engendrée par rapport à l'outil utilisé à sec.
Quant à la surface du copeau obtenu avec cet additif, elle se distingue par la présence de sulfures de fer FeS et de l'additif adsorbé dans des quantités comparables. Il y a moins de sulfures de fer FeS et le film sur la surface de ce copeau est deux fois moins épais que pour le cas de l'additif ADDS1 (pentasulfure). Les composantes des sulfures de fer FeS₂, des sulfates et des sulfites sont distinguées. Certains composés du carbone et d'oxygène sont présents au travers de la surface. Une quantité plus importante de composés comportant des liaisons C-O, par rapport aux surfaces des autres copeaux, est détectée. La surface du copeau contiendrait également différents oxydes et composés organiques.
- **Avec le mélange contenant ADDS3 (ester méthylique soufré)** l'énergie spécifique de coupe est diminuée d'environ 8% par rapport au fraisage à sec. Ce mélange présente un meilleur comportement lors de l'essai d'usure que l'additif ADDS2 (triglycéride soufré).
La composition chimique et les pourcentages atomiques des différents composants détectés sur la surface du copeau obtenu avec ce mélange ressemblent à ceux du copeau obtenu avec l'additif ADDS2 (triglycéride soufré). De la même manière, un film de sulfures de fer FeS plus modeste que celui formé avec les mélanges contenant l'additif ADDS1 (pentasulfure) est identifié. D'autres composés soufrés tels que les sulfures de fer FeS₂, l'additif adsorbé, les sulfites ou les sulfates ainsi que du carbone et de l'oxygène sont détectés au travers du film. Des oxydes et d'autres composés organiques sont aussi présents en surface. Contrairement au copeau obtenu avec l'additif ADDS2 (triglycéride soufré), il y a moins de composés ayant des liaisons C-O mais plus de composés organiques ayant des liaisons C-C et C-H.
- **Avec le mélange contenant ADDS4 (dithiocarbamate)** la valeur de l'énergie spécifique de coupe obtenue est comparable à celle obtenue lors du fraisage à sec. L'usure de la fraise observée pendant l'essai d'usure est très importante.

La surface du copeau est principalement couverte par les oxydes métalliques. Des sulfures de fer FeS sont détectés dans des quantités minimales (probablement à l'interface avec le fer métallique). Le soufre est plutôt sous forme oxydée de sulfates. La formation du film soufré sur la surface de ce copeau n'a pas eu lieu.

L'efficacité des additifs soufrés en fraisage s'explique essentiellement par leur capacité à former des sulfures de fer FeS. Ceci est mis en évidence par l'analyse des copeaux et des fraises découpées. La relation entre l'épaisseur du film soufré, constitué principalement de sulfures de fer FeS présents sur les surfaces des copeaux, et les performances des lubrifiants (en terme de l'énergie spécifique de coupe ou d'usure des fraises) est constatée. Pour les mélanges les plus performants, le rapport entre la quantité du soufre sous forme de sulfures de fer FeS et celle du soufre total détecté est le plus élevé.

*Même en considérant que les sulfures métalliques sont l'espèce soufrée responsable de la lubrification en fraisage, la détermination de la présence ainsi que de la quantité d'autres composés sur les surfaces de copeaux et des fraises est indispensable. L'identification des étapes possibles de décomposition des différents additifs permet d'apprendre davantage sur les différentes molécules soufrées testées et dont les modes d'action sont explorés dans le **Chapitre IV** (cf. IV. Compréhension des mécanismes – Analyse des résultats obtenus avec les différents additifs soufrés). Cela aidera peut-être à mieux comprendre les phénomènes qui régissent l'usure des fraises et dont les résultats d'analyse ne sont pas encore très clairs.*

Quelques questions, laissées sans réponse pour l'instant, se posent :

Pourquoi les sulfures de fer améliorent-ils le frottement et protègent-ils contre l'usure sévère ? Quel rôle attribuer aux sulfures de fer FeS₂ ?

Quelles sont les circonstances de la formation des produits soufrés oxydés et des autres produits soufrés chimisorbés ? Faut-il leur accorder une attention ?

Est-ce que les composés organiques peuvent avoir un effet perturbateur dans le cas de la coupe ?

Compte tenu de la présence d'oxygène et de carbone au travers de la surface, est-ce que le soufre et l'oxygène entrent en compétition ?

III.4. COMPARAISON DES PERFORMANCES DE DIFFERENTS ADDITIFS EN TARAUDAGE PAR DEFORMATION

III.4.1. PROCEDURE EXPERIMENTALE

De la même manière que dans le **Chapitre II.4** (cf. II.4. Effet du lubrifiant en taraudage par déformation), la variation du couple de taraudage selon la norme ASTM D-5619 est mesurée [ASTM D-5619] afin de classer les formulations testées en fonction de leurs performances.

Cette méthode d'évaluation du pouvoir de lubrification des lubrifiants permet de les différencier de façon fiable et rapide. L'avantage majeur repose sur l'utilisation de petites quantités d'huile (remplissage de l'avant-trou avec le lubrifiant testé), ce qui permet donc de tester facilement plusieurs lubrifiants en évitant le risque de pollution.

La même procédure d'essai que celle décrite dans la partie **Annexes** (cf. Annexe II § II.13) est appliquée. Puisque le taraudage par déformation a fait l'objet d'investigations plus approfondies dans le **Chapitre II.4** (cf. II.4. Effet du lubrifiant en taraudage par déformation), seules les différences entre les performances des différents additifs et leurs actions physico-chimiques sont ici abordées.

Le **Tableau III-10** récapitule les paramètres et les conditions appliqués pour cette campagne d'essai.

Opération :	Taraudage par déformation
Matériaux :	Acier au carbone C 70 ($R_m = 900$ MPa, 280 HB)
Outils :	Taraud par déformation en acier rapide supérieur enrichi en cobalt (HSS-E), revêtu TiN (Prototyp Protodyn ECO HT)
Formulations testées :	<p>Etalonnage des tarauds :</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Huile de base inerte (HB Yu4) <p>Comparaison des performances de différents additifs :</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Huile de base inerte (HB Yu4) ▪ Huile de base inerte (HB Yu4) + ADDS1 (pentasulfure) ▪ Huile de base inerte (HB Yu4) + ADDS2 (triglycéride soufré) ▪ Huile de base inerte (HB Yu4) + ADDS3 (ester méthylique soufré) ▪ Huile de base inerte (HB Yu4) + ADDS4 (dithiocarbamate) ▪ Huile de base inerte (HB Yu4) + ADDS1 + CP (pentasulfure + corps gras non soufrés + additif anti-brouillard + additif antioxydant)
Conditions d'opération :	<ul style="list-style-type: none"> ▪ $V = 14$ m/min ▪ La dimension du filet taraudé est fixée à M12*1,5 (un filetage métrique de diamètre nominal 12 mm au pas de 1.5 mm) ▪ Diamètre d'avant trou 11,30 mm (étalonnage des tarauds), 11,31 mm (comparaison des performances des additifs)
Observations :	Les tarauds proviennent du même lot et ils sont nettoyés à l'heptane préalablement.

Tableau III-10 : Paramètres de la campagne d'essais en taraudage par déformation

III.4.2. EVALUATION DE L'EFFICACITE DU FLUIDE PAR LA MESURE DU COUPLE MOYEN DE TARAUDAGE

La première phase de la campagne des mesures est destinée à la vérification des dispersions entre les tarauds. Quatre éprouvettes sont taraudées, en utilisant l'huile de base inerte (HB Yu4), avec chacun des six nouveaux tarauds (NTL19, NTL21, NTL23-NTL26) provenant du même lot. La **Figure III-13** présente les valeurs de couple moyen de taraudage pour les outils testés. Les dispersions maximales existantes entre les couples moyens de taraudage calculés à partir des quatre répétitions pour chaque taraud sont de l'ordre de 5%. La répétabilité des mesures est assez bonne (un écart maximal d'environ 4% entre les mesures a été obtenu pour le taraud NTL24). Un coefficient de correction est appliqué par la suite pour les essais d'évaluation des performances des additifs comme dans le **Chapitre II.4** (cf. II.4. Effet du lubrifiant en taraudage par déformation). Par conséquent, l'effet de l'outil dans la partie ultérieure de la campagne est négligé.

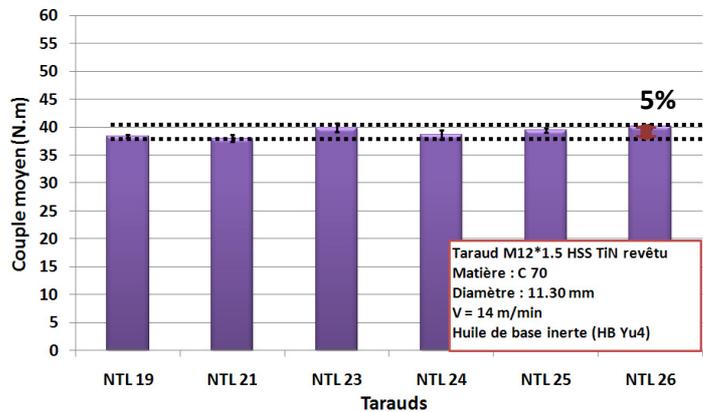


Figure III-13 : Couple moyen de taraudage obtenu pour les six nouveaux tarauds

La deuxième partie de cette expérience consiste à comparer les performances des différents additifs soufrés (ADDS1-pentasulfure, ADDS2-triglycéride soufré, ADDS3-ester méthylique soufré, ADDS4-dithiocarbamate). Chaque outil est utilisé de nouveau pour réaliser cinq taraudages avec un seul lubrifiant testé, compte tenu du fait que tous les tarauds ont été nettoyés soigneusement après la phase d'étalonnage. Le diamètre de l'avant-trou est ajusté à une valeur de 11,31 mm par rapport à la première partie de l'expérience. La **Figure III-14** montre l'évolution du couple de taraudage en fonction du temps pour les différentes formulations testées.

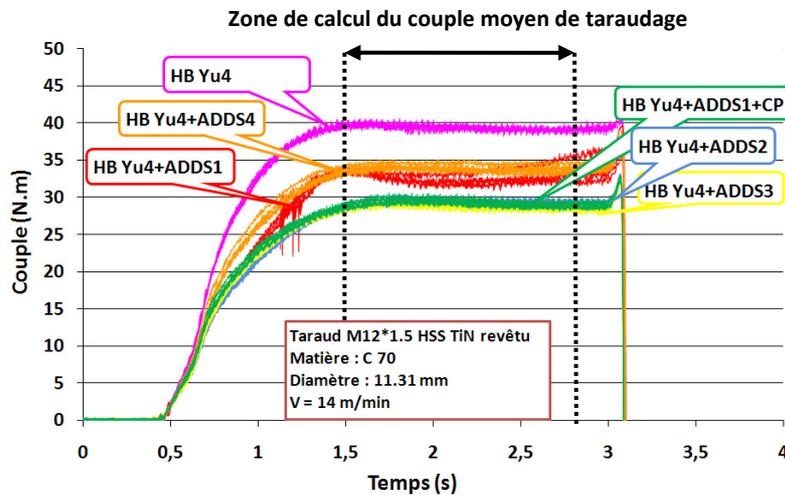


Figure III-14 : Evolution du couple de taraudage en fonction du temps pour les différentes formulations testées

Les courbes du couple de taraudage pour les six formulations testées montrent clairement l'existence de différences dans leurs performances. L'allure générale des courbes, en prenant en compte le couple de formation et le couple de frottement attribués à l'entrée du taraud dans l'avant-trou, est très similaire. Les courbes correspondant aux cinq mesures pour un lubrifiant donné se superposent parfaitement (bonne répétabilité des mesures ; écart moyen entre les mesures par lubrifiant calculé à environ 2%) sauf pour le fluide contenant l'additif ADDS1 (pentasulfure). Celui-ci est le seul à être caractérisé par une certaine instabilité des résultats (écart entre les mesures d'environ 4%).

La valeur du couple moyen de taraudage (période entre 1,5 s et 2,75 s) moyennée sur cinq répétitions pour chaque fluide est estimée afin de pouvoir appliquer le coefficient de correction issu de la phase d'étalonnage des tarauds (cf. Figure III-14). La **Figure III-15** montre les écarts d'efficacité des différentes formulations testées en taraudage par déformation après avoir corrigé la valeur du couple moyen de taraudage.

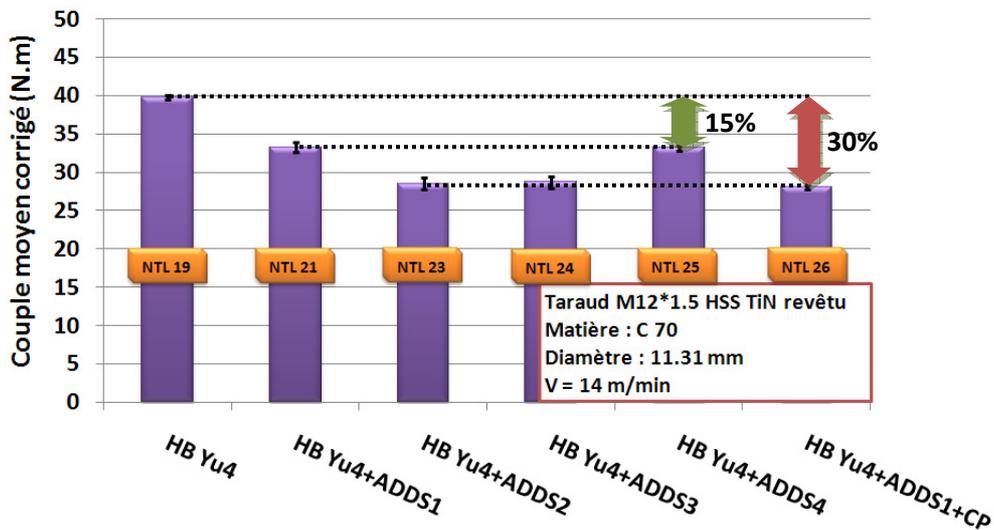


Figure III-15 : Couple moyen de taraudage corrigé avec le coefficient de correction des tarauds pour les différentes formulations testées

Il est évident que l'huile de base inerte, ne contenant aucun élément chimique actif, n'apporte aucun pouvoir de lubrification, et génère donc le couple moyen de taraudage le plus élevé. **Selon la structure chimique de l'additif soufré, le couple de taraudage diminue d'environ 15 à 30% ce qui peut avoir un effet non négligeable sur la durée de vie des tarauds.** La formulation contenant le dithiocarbamate (ADDS4) ne baisse le couple de taraudage que de 15%. Cet additif se montre encore une fois moins efficace que les autres additifs quoique son effet soit visible contrairement à la coupe (cf. III.3.2. Evaluation de l'efficacité du fluide par l'énergie spécifique de coupe (W_c)). En ce qui concerne le pentasulfure (ADDS1), il semble être autant peu performant que le dithiocarbamate. L'ester méthylique soufré (ADDS3) et le triglycéride soufré (ADDS2) paraissent être les plus efficaces en taraudage par déformation, en abaissant le couple de taraudage d'environ 30%. Il est intéressant de souligner l'effet synergique des composants du mélange HB Yu4+ADDS1+CP (pentasulfure+CP). Le fait d'ajouter le "CP", constitué de corps gras non soufrés (10%), d'additif antioxydant (0,2%) et d'additif antibrouillard (0,5%), à la formulation HB Yu4+ADDS1 remonte l'efficacité de l'additif ADDS1 (pentasulfure) au niveau des mélanges les plus efficaces.

Par suite, afin d'établir un lien entre les efficacités des lubrifiants, déterminées par les valeurs du couple de taraudage, et les phénomènes physico-chimiques qui ont lieu lors de l'opération de taraudage par déformation, les produits de réactions des additifs sont identifiés par l'analyse des surfaces des filets découpés. Ce rapprochement fait l'objet du **Chapitre III.4.4** (cf. III.4.4. Corrélation des mesures mécaniques avec les résultats de l'analyse des surfaces).

III.4.3. ANALYSE PHYSICO-CHEMIQUE DES FILETS FORMES

L'analyse AES est réalisée pour déterminer la présence de produits de réaction des additifs sur les surfaces de filets formés avec les différentes formulations aux pieds et aux sommets de ces filets (cf. Figure II-20) ; le pied étant une zone de frottement de l'outil, le sommet étant une zone où il n'y a pas de contact avec l'outil.

La **Figure III-16** montre les spectres AES aux pieds (Pied) et aux sommets (Sommet) des filets de taraudage formés avec différents lubrifiants après 40 s d'abrasion avec les ions Ar^+ ; la zone analysée est de dimensions $300 \mu m \times 400 \mu m$. Les spectres AES après cette légère abrasion confirment la présence d'oxygène (O KLL), de fer (Fe LMM), de carbone (C KLL) et de soufre (S LMM) sur la surface de tous les filets taraudés aux pieds et aux sommets. Pour les mêmes conditions d'abrasion, les sommets et les pieds des filets se montrent donc similaires en composition. Ce sont des zones très réactives. Malgré cela, l'analyse AES n'est pas poursuivie sur les filets de taraudage. Le risque d'abrasion accidentelle d'autres parties des filets taraudés sans avoir identifié au préalable par XPS la forme sous laquelle le soufre est présent en surfaces est jugé trop important. En effet, l'abrasion modifie l'état de surface ce qui rend les résultats d'analyses XPS difficilement exploitables.

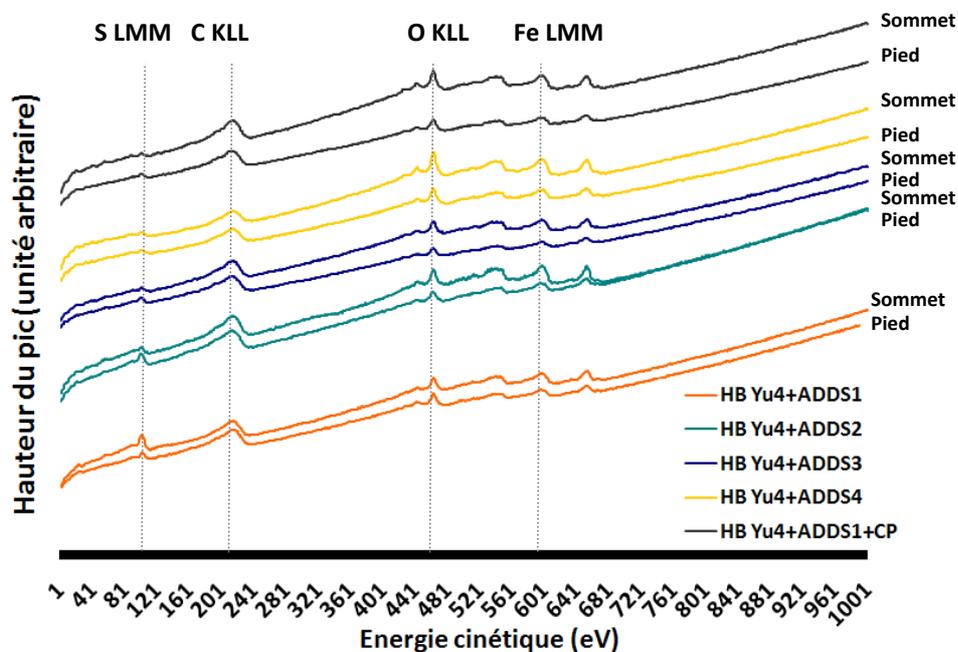


Figure III-16 : Spectres AES aux pieds et aux sommets des filets de taraudage formés avec différents lubrifiants après 40 s d'abrasion avec les ions Ar^+

Pour réaliser une analyse précise aux sommets et aux pieds de filets, la surface analysée en XPS est limitée le plus possible en prenant en compte la géométrie du filet ($500 \mu m \times 500 \mu m$) (cf. Figure II-20). Un nouveau "binôme" pied et sommet est choisi sur un filet donné, qui n'a pas été abrasé avec les ions Ar^+ . Le nombre d'éléments à caractériser est limité à ceux détectables facilement sans abrasion.

Les spectres généraux réalisés sur les surfaces de tous les filets montrent la présence d'oxygène, de carbone, de fer, de soufre et de traces de manganèse. Aucun autre élément de l'acier ni de traces de revêtement de l'outil ne sont détectés. La contribution du manganèse détecté en traces est omise de la même manière que dans le **Chapitre III.3** (cf. III.3.4. Analyse physico-chimique des copeaux et des fraises). Sa forme chimique suggère la présence de traces d'oxydes de manganèse et d'autres formes oxydées.

Le **Tableau III-11** donne une semi-quantification globale des quatre éléments détectés sur les surfaces de tous les filets (pied et sommet) formés avec les différents mélanges. Une quantification plus détaillée est présentée entièrement dans la partie **Annexes** (cf. Annexe III § III.7).

Element	Pourcentage atomique (%)			
	Surface du filet formé avec HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure)		Surface du filet formé avec HB Yu4+ADDS2 (triglycérade soufré)	
	Pied	Sommet	Pied	Sommet
C1s	56	57	63	64
O1s	31	26	30	28
Fe2p3/2	5	5	3	3
S2p3/2	8	12	4	5
Element	Surface du filet formé avec HB Yu4+ADDS3 (ester méthylique soufré)		Surface du filet formé avec HB Yu4+ADDS4 (dithiocarbamate)	
	Pied	Sommet	Pied	Sommet
C1s	62	59	46	49
O1s	30	32	42	40
Fe2p3/2	5	5	9	8
S2p3/2	3	4	3	3
Element	Surface du filet formé avec HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure) + CP			
	Pied	Sommet		
C1s	54	55		
O1s	38	37		
Fe2p3/2	6	6		
S2p3/2	2	2		

Tableau III-11 : Semi-quantification globale (% at.) issue de l'analyse XPS des surfaces de filets formés avec les différents mélanges

Dans un premier temps, on constate que la composition chimique des sommets et des pieds des filets formés avec chacune des formulations est très similaire (cf. Tableau III-11 et Annexe III § III.7). Par conséquent, à partir d'ici, les filets sont abordés de manière générale sans préciser si l'analyse a été faite au sommet ou au pied du filet (sauf pour l'analyse des spectres du soufre). Dans un second temps, des contrastes chimiques sont observées au niveau des surfaces des filets formés avec les différents mélanges :

- les surfaces des filets formés avec les mélanges HB Yu4+ADDS2 (triglycérade soufré) et HB Yu4+ADDS3 (ester méthylique soufré) sont plus riches en carbone que les surfaces des autres filets,
- plus d'oxygène est détecté sur les surfaces des filets formés avec les mélanges HB Yu4+ADDS4 (dithiocarbamate) et HB Yu4+ADDS1+CP (pentasulfure+CP),
- finalement, étant donné que les surfaces analysées sont constituées en grande partie par des composés à base de carbone et d'oxygène et que par ailleurs l'analyse XPS est très surfacique, le pourcentage atomique détecté du fer et du soufre est assez faible. Il y a pourtant deux exceptions : une quantité plus importante de soufre est localisée sur le filet formé avec HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure) par rapport aux autres filets ; et il y a considérablement plus de fer détecté sur la surface du filet formé avec le mélange HB Yu4+ADDS4 (dithiocarbamate) que pour les autres mélanges.

Puisque le soufre est le seul élément chimiquement actif dans les mélanges, l'analyse XPS commence donc par la confrontation des spectres du soufre obtenus pour tous les filets. Le **Tableau III-12** présente la nature chimique et les énergies de liaisons des différentes espèces soufrées détectées, leurs largeurs à mi-hauteur et leur pourcentage atomique par rapport à la quantité totale du soufre détecté sur les surfaces des filets formés avec les différents mélanges. Les références d'énergies de liaisons utilisées sont répertoriées dans la partie **Annexes** (cf. Annexe I § I.2).

Premièrement, les spectres de soufre obtenus avec les deux additifs les plus efficaces (ADDS2 et ADDS3) – avec lesquels le couple de taraudage a été baissé d'environ 30% lors de l'opération de taraudage – sont analysés. Ensuite, ils sont mis en parallèle avec les spectres de soufre des deux

autres additifs pour lesquels la baisse du couple de taraudage est d'environ 15% (ADDS1 et ADDS4). L'analyse termine par l'identification des composés soufrés sur le spectre du soufre obtenu avec le mélange HB Yu4+ADDS1+CP (pentasulfure+CP), très proche dans sa composition du fluide HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure), mais se caractérisant par une meilleure efficacité. Le filet taraudé avec l'huile de base (HB Yu4) chimiquement inerte n'a pas été soumis à l'analyse.

Element S2p3/2						
Nature chimique	Pied			Sommet		
	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique
Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure)						
FeS	161,30	2,11	3	161,08	2,49	8
Soufre élémentaire	164,51	2,11	2	164,20	2,49	2
Sulfites/Sulfates	167,75	2,11	3	169,18	2,49	2
Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS2 (triglycérade soufré)						
FeS	160,92	1,75	traces	160,92	1,78	1
Additif adsorbé	163,52	1,75	3	163,57	1,78	3
Sulfates	168,37	1,75	1	168,23	1,78	1
Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS3 (ester méthylique soufré)						
FeS	160,74	2,10	traces	160,79	1,80	traces
Additif adsorbé	163,37	2,10	2	163,51	1,80	2
Sulfates	168,01	2,10	1	168,05	1,80	2
Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS4 (dithiocarbamate)						
FeS	161,30	2,11	traces	161,18	2,19	1
Additif adsorbé	163,56	2,11	1	163,35	2,19	1
Sulfates	168,40	2,11	2	168,31	2,19	2
Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure) + CP						
FeS	160,74	3,44	1	161,03	3,07	1
Additif adsorbé	162,71	3,44	1	163,66	3,07	1
Sulfates	168,41	3,44	1	168,21	3,07	1

Tableau III-12 : Nature chimique, énergies de liaison, largeurs à mi-hauteur et pourcentage atomique des différentes espèces soufrées par rapport à la quantité totale du soufre détecté sur les surfaces des filets formés avec les différents additifs

Les **Figures III-17** et **Figure III-18** montrent les spectres XPS du pic de soufre obtenus pendant l'analyse des filets taraudés avec l'additif ADDS2 (triglycérade soufré) et ADDS3 (ester méthylique soufré). La présence des mêmes composés soufrés et quasiment dans la même proportion au sommet et au pied des filets analysés est constatée. La quantité de soufre détectée est d'environ 3-4% at. de la totalité des éléments détectés en surface (cf. Tableau III-11) ; la contribution majeure est attribuée à l'additif adsorbé. Les composantes correspondant aux sulfates et aux sulfures métalliques FeS, peu intenses et dans les limites de détection (environ 1%), sont également identifiées. L'analyse de ces deux premiers filets fournit une information très importante : le soufre sous forme de sulfures de fer FeS ne semble pas être responsable des très bonnes performances de ces deux formulations (HB Yu4+ADDS2, HB Yu4+ADDS3) en taraudage par déformation.

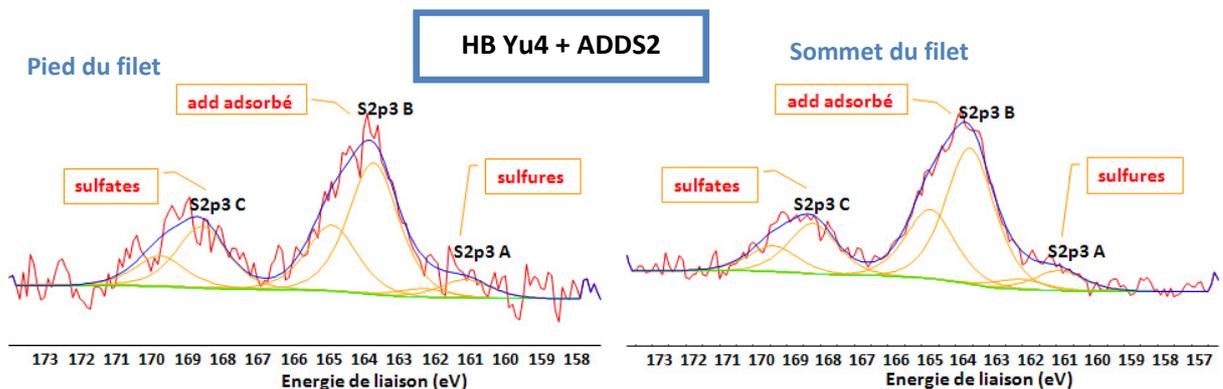


Figure III-17 : Spectres XPS de soufre obtenus pendant l'analyse du filet taraudé avec l'additif ADDS2 (triglycérade soufré)

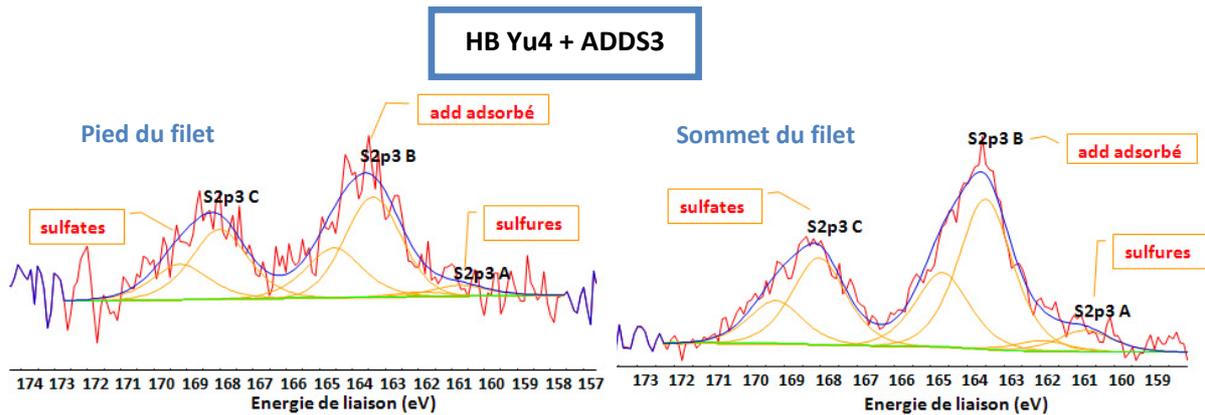


Figure III-18 : Spectres XPS de soufre obtenus pendant l'analyse du filet taraudé avec l'additif ADDS3 (ester méthylique soufré)

La **Figure III-19** dévoile le spectre XPS du pic de soufre obtenu sur le filet taraudé avec l'additif ADDS4 (dithiocarbamate). La même quantité de soufre que pour les deux premiers additifs est discernée (environ 3% at. au total). Les deux pics attribués aux sulfures métalliques FeS et à l'additif adsorbé sont difficilement détectables. La composante la plus intense (2% at.) est celle de sulfates.

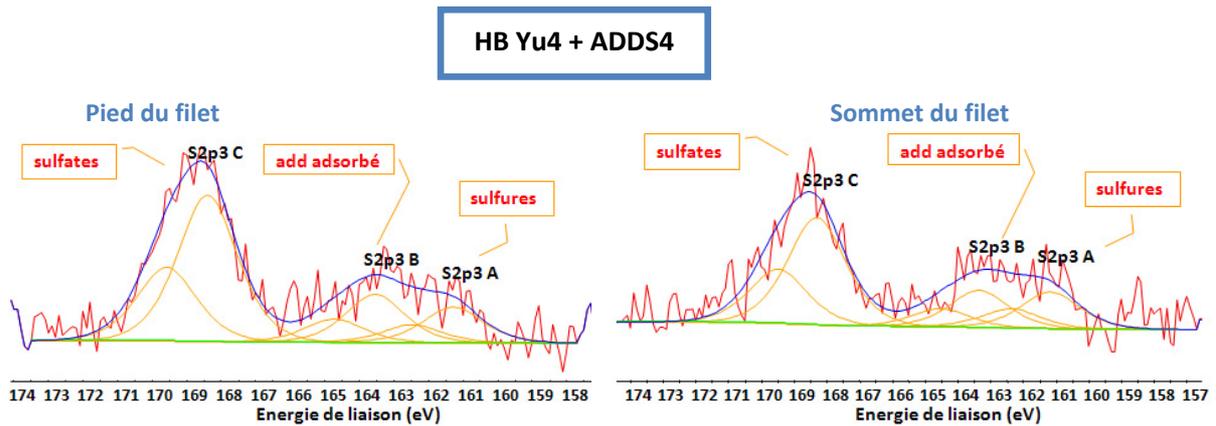


Figure III-19 : Spectres XPS de soufre obtenus pendant l'analyse du filet taraudé avec l'additif ADDS4 (dithiocarbamate)

Les spectres réalisés sur les surfaces des filets formés avec l'additif ADDS1 (pentasulfure) montrent une présence marquante, surtout pour le spectre réalisé au sommet du filet (8% at.), de sulfures métalliques FeS (cf. Figure III-20). La composante détectée vers 164 eV concorde plus à la présence du soufre élémentaire que de l'additif adsorbé (2% at.). Les valeurs d'énergies de liaisons déterminées pour la troisième composante du pic de soufre vers 167,75 eV (pied) et 169,18 eV (sommet) pourraient correspondre respectivement aux sulfites (pied) et aux sulfates (sommet) (environ 2%).

Finalement, l'analyse du spectre XPS du pic de soufre obtenu sur la surface du filet taraudé avec le mélange HB Yu4 ADDS1+CP (pentasulfure+CP) (cf. Figure III-21) montre que l'addition de corps gras non soufrés, d'additif anti-oxydant et d'additif anti-brouillard atténue complètement l'effet du soufre de l'additif ADDS1 (pentasulfure). Très peu de soufre (3% at.) est détecté sur les surfaces des filets formés avec ce mélange. Les trois composantes déterminées sur les surfaces sont celles des sulfates, de l'additif adsorbé et des sulfures FeS à peu près dans la même quantité (environ 1% at. chacun).

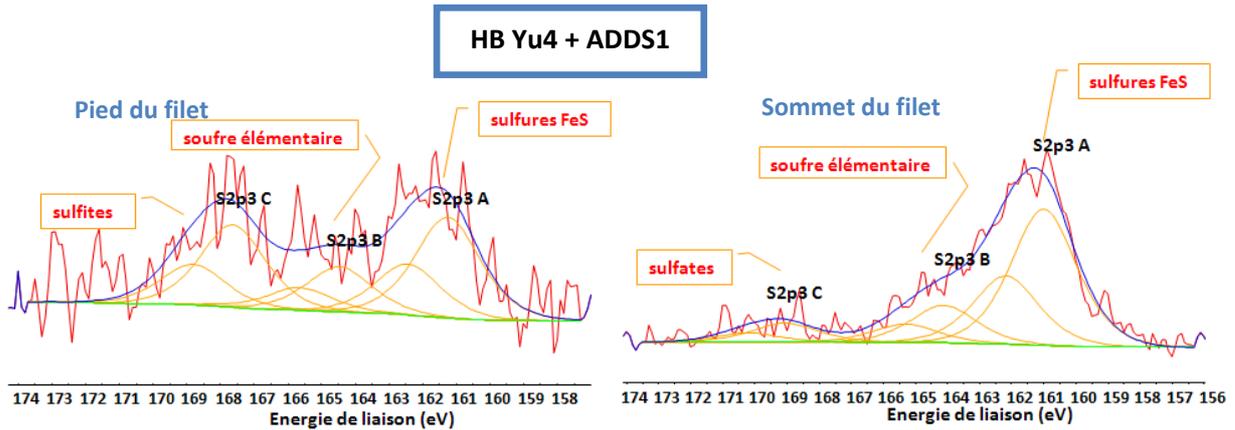


Figure III-20 : Spectres XPS de soufre obtenus pendant l'analyse du filet taraudé avec l'additif ADDS1 (pentasulfure)

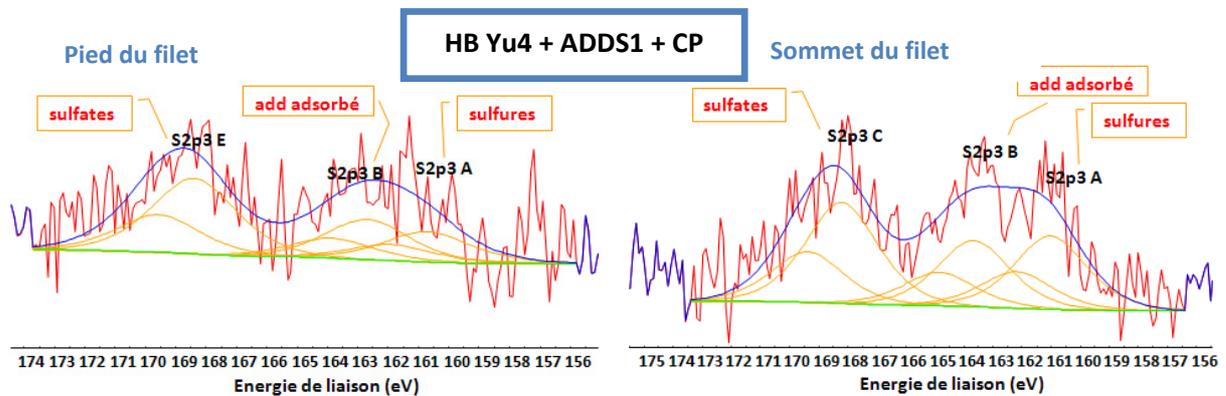


Figure III-21 : Spectres XPS de soufre obtenus pendant l'analyse du filet taraudé avec l'additif ADDS1+CP (pentasulfure+CP)

L'additif ADDS1 (pentasulfure) seul semble avoir le même mode d'action en taraudage par déformation qu'en coupe en formant les sulfures métalliques. Malgré leur formation, les autres additifs forment incontestablement des composés mieux adaptés. L'analyse du filet formé avec le fluide HB Yu4+ADDS1+CP montre au final la faible activité de l'additif ADDS1 (pentasulfure) dans ce mélange (peu de sulfures), alors que la performance de cette formulation est comparable à celle des mélanges les plus performants.

Le bilan d'analyse des spectres du soufre amène à se questionner sur l'importance des autres éléments détectés sur les surfaces des filets. Ces éléments, tout aussi bien que le soufre, ont un rôle non négligeable ou même prédominant dans les phénomènes physico-chimiques en taraudage par déformation.

Dans un premier temps, le pic du carbone est examiné. Il se décompose en trois composantes (cf. Annexe III § III.7 et Figure III-22) :

- à 284,73 eV-284,81 eV correspondant aux composés ayant liaisons C-H et C-C (C1s A),
- à 286,20 eV-286,65 eV correspondant aux composés ayant liaisons C-O (C1s B),
- à 288,28 eV-288,70 eV correspondant aux composés ayant liaisons O-C=O (C1s C).

Les intensités de ces trois contributions sont plus importantes pour les deux mélanges les plus performants (HB Yu4+ADDS2 et HB Yu4+ADDS3) que celles discriminées sur le filet formé avec le mélange moins efficace contenant l'additif ADDS1 (pentasulfure). En ce qui concerne le filet formé avec HB Yu4+ADDS1+CP (pentasulfure+CP), le contraste est encore plus marqué. Sa surface contient au moins deux fois plus de composés contenant de liaisons C-O et O-C=O que la surface du filet formé avec la formulation contenant l'additif ADDS1 (pentasulfure) uniquement (cf. Figure III-22).

Quant à la surface du filet formé avec l'additif ADDS4 (dithiocarbamate), elle se caractérise par approximativement la même quantité de composés ayant des liaisons C-O et O-C=O que celle estimée sur la surface des filets formés avec l'additif ADDS2 et ADDS3. La quantité plus faible de composés aux liaisons C-C et C-H détectée sur les surfaces des filets formés avec les mélanges HB Yu4+ADDS1+CP et HB Yu4+ADDS4 est en cohérence avec le pourcentage atomique plus faible du carbone dans la quantification globale (cf. Tableau III-11).

Le pic d'oxygène (cf. Annexe III § III.7 et Figure III-22) confirme la présence de différents oxydes, contenant du fer (II), du fer (III) et du manganèse (composante vers 529,61 eV-530,02 eV (O1s A)). Deux autres composantes (vers 530,83 eV-531,28 eV (O1s B) et vers 531,82 eV-532,26 eV (O1s C)) peuvent sans doute être attribuées aux composés ayant des liaisons C=O, des liaisons O-C=O, aux hydroxydes de fer et aux formes oxydées des composés soufrés (sulfites, sulfates). L'identification précise est difficile à cause des ambiguïtés dans le traitement des spectres et par conséquent la détermination des positions exactes de pics par rapport aux références existantes. Une autre composante plus élevée en énergie de liaison (vers 532,95 eV-533,69 eV (O1s D)) correspond vraisemblablement aux liaisons C-O et H₂O. La quantification des éléments détectés suggère la présence d'oxydes métalliques plus importante sur les surfaces de filets formés avec l'additif ADDS4 (dithiocarbamate) et le mélange HB Yu4+ADDS1+CP (pentasulfure+CP). Ceci est confirmé également par le spectre du fer. Les fluctuations observées, pour les filets formés avec les différents mélanges, dans les pourcentages atomiques de la composante impliquant des composés ayant des liaisons entre le carbone et l'oxygène (pic vers 532 eV) concordent avec les observations réalisées sur le spectre du carbone (cf. Figure III-22).

Le fer est le seul élément métallique qui semble avoir une importance dans les réactions tribochimiques. Pourtant son pic asymétrique ne facilite pas son traitement. Les trois contributions au spectre du fer (cf. Annexe I § I.2) dans les deux zones analysées pour tous les filets taraudés sont attribuées à :

- la composante du fer métallique vers 706,80 eV-707 eV,
- la composante du fer (II) (par exemple les oxydes de fer (II) ou les oxydes de manganèse) et de sulfures de fer FeS vers 709,62 eV-709,7 eV
- la composante du fer (III) vers 711 eV-711,07 eV (par exemple les oxydes de fer (III)).

L'analyse XPS permet de différencier clairement la formation des différents produits de réaction des additifs testés sur les surfaces des filets taraudés. Divers mécanismes entrent probablement en jeu, engageant à la fois des réactions chimiques entre le soufre et la surface métallique, et des réactions d'adsorption chimique dans lesquelles les chaînes organiques et les groupes fonctionnels carboxyle et ester des additifs sont impliqués. Leur compréhension nécessite un recours à la connaissance des sollicitations thermiques et mécaniques engendrées en taraudage par déformation, de la stabilité thermique et d'autres caractéristiques des additifs (polarité). Les modes d'action des additifs sont discutés dans le **Chapitre IV** (cf. IV. Compréhension des mécanismes – Analyse des résultats obtenus avec les différents additifs soufrés) en intégrant les paramètres dont l'importance a été soulignée ci-dessus.

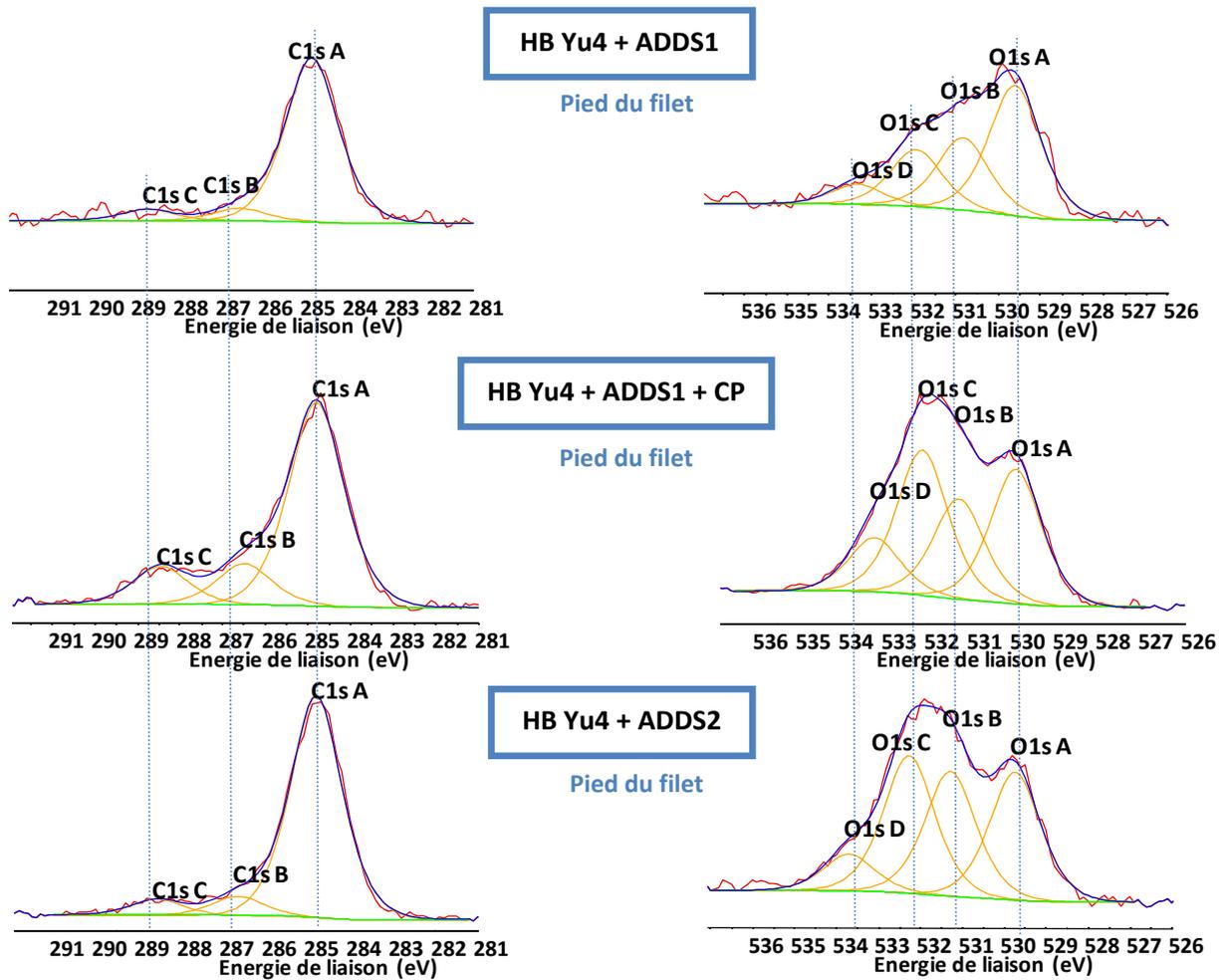


Figure III-22 : Spectres XPS du carbone (C1s) et de l'oxygène (O1s) obtenus pendant l'analyse du filet taraudé avec l'additif ADDS1 (pentasulfure), l'additif ADDS2 (triglycérade soufré) et l'additif ADDS1+CP (pentasulfure+CP)

III.4.4. CORRELATION DES MESURES MECANIQUES AVEC LES RESULTATS DE L'ANALYSE DES SURFACES

A l'instar du fraisage, une différence très importante en terme d'efficacité entre les différents lubrifiants est mise en évidence en taraudage par déformation. Toujours est-il que les additifs en taraudage par déformation n'ont pas le même comportement qu'en coupe (cf. Figure III-3 et Figure III-15).

Le taraudage par déformation est une technique bien maîtrisée et fournit des résultats se caractérisant généralement par une bonne répétabilité. Une campagne de répétabilité (même procédure que pour la campagne présentée dans le § III.4.2. Evaluation de l'efficacité du fluide par la mesure du couple moyen de taraudage) a été effectuée pour confirmer le classement des performances des mélanges testés. La **Figure III-23** montre les valeurs du couple moyen de taraudage corrigé pour les deux campagnes de taraudage consécutives réalisées avec les lubrifiants testés. Lors de la deuxième campagne, quelques paramètres ont été modifiés : le diamètre de l'avant-trou a en effet été légèrement augmenté et un nouveau lot d'outil ainsi qu'un acier, dont la coulée n'est pas la même que celle de l'acier utilisé dans la première campagne, a été utilisé. Une baisse générale du couple de taraudage pour toutes les mesures est alors constatée. Les résultats sont satisfaisants car les performances obtenues pour les formulations testées sont à peu près du même ordre que pour la première campagne. Le mélange avec l'additif ADDS1 (pentasulfure) est le

seul lubrifiant qui ne retrouve pas la même position dans le classement. Il semblerait qu’il soit moins efficace que dans la première campagne. Son comportement tribologique n’est pas stable.

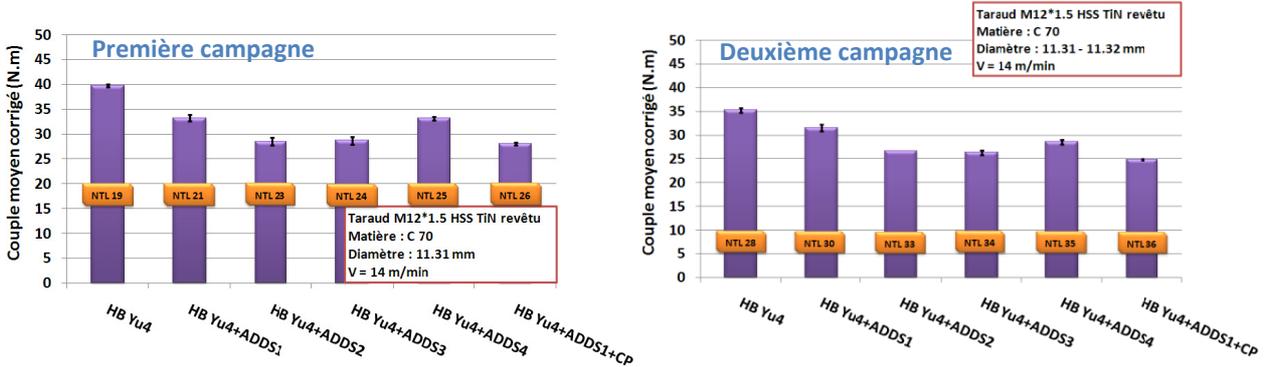


Figure III-23 : Couple moyen de taraudage corrigé avec les coefficients de correction des tarauds pour les différentes formulations testées au cours de deux campagnes consécutives de taraudage par déformation

Dans le **Tableau III-13**, toutes les informations issues de l’analyse physico-chimique des filets sont rassemblées et mis en rapport avec les gains obtenus sur le couple de taraudage pour chaque lubrifiant.

Efficacité en taraudage par déformation	Produits de réactions détectés sur les surfaces de filets taraudés avec un lubrifiant donné
Baisse du couple de taraudage de 30%	<ul style="list-style-type: none"> ▪ HB Yu4+ADDS2 (triglycéride soufré) et HB Yu4+ADDS3 (ester méthylique soufré) Le soufre détecté sur les surfaces des filets formés avec ces additifs est probablement chimisorbé puisqu’il résiste au nettoyage dans le solvant. La présence de sulfures métalliques et de sulfates en très faibles quantités est constatée. D’autre part, la contribution importante des composés organiques liés à l’oxygène est remarquée. La surface est couverte également par différents types d’oxydes métalliques. ▪ HB Yu4+ADDS1+CP (pentasulfure+CP) Les mêmes composés soufrés que dans le cas des deux additifs précédents sont identifiés sur les surfaces des filets, mais en quantité moins importante. En comparaison à la surface formée avec mélange contenant l’additif ADDS1 seul (HB Yu4+ADDS1), près de dix fois moins de soufre est détecté. En contrepartie, la surface est plus riche en composés présentant des liaisons entre le carbone et l’oxygène. Il y a plus d’oxydes que sur les surfaces de filets formés avec l’additif ADDS2 (triglycéride soufré) et ADDS3 (ester méthylique soufré).
Baisse du couple de taraudage de 15%	<ul style="list-style-type: none"> ▪ HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure) Il forme les sulfures métalliques de la même manière qu’en coupe. La quantité du soufre détectée sur les surfaces de filets formés est bien supérieure à celle sur les surfaces d’autres filets. La référence pour l’énergie de liaison suggère la présence de sulfures de type FeS connus pour leurs bonnes propriétés lubrifiantes et aussi réductrices du frottement. Le soufre élémentaire, les sulfates et les sulfites sont également identifiés. La surface de ce filet contient aussi des oxydes métalliques. En revanche, il y en a beaucoup moins de

composés reliant le carbone à l’oxygène par rapport aux surfaces des filets formés avec les trois mélanges les plus efficaces.

▪ **HB Yu4+ADDS4 (dithiocarbamate)**

Cet additif a visiblement un comportement différent des autres additifs. Le soufre est principalement sous forme oxydé (sulfates). De petites quantités de sulfures métalliques FeS et d’additif adsorbé sont également présentes. La surface du filet formé avec cette formulation se distingue par la teneur en oxydes métalliques la plus importante. Quant aux composés possédant des liaisons entre le carbone et l’oxygène, il y en a approximativement autant que sur les surfaces avec les mélanges les plus efficaces (HB Yu4+ADDS2, HB Yu4+ADDS3).

Tableau III-13 : Efficacité en taraudage par déformation et produits de réactions détectés sur les surfaces de filets taraudés avec les différents mélanges

Le classement des mélanges avec les additifs soufrés en fonction du couple de taraudage diffère de celui obtenu en fraisage. Certains additifs soufrés testés en taraudage par déformation ne donnent pas exactement les mêmes produits de réaction qu’en coupe.

Compte tenu des températures et pressions plus modérées, de la vitesse de glissement des surfaces plus faible en taraudage par déformation par rapport à la coupe, il est envisageable que, en plus des réactions chimiques, des phénomènes d’adsorption chimique (soit chimisorption) soient possibles en taraudage par déformation. Les additifs soufrés qui possèdent des propriétés d’onctuosité en plus des propriétés extrême-pression, se montrent significativement plus performants.

*Dans le **Chapitre IV** (cf. IV. Compréhension des mécanismes – Analyse des résultats obtenus avec les différents additifs soufrés), la réflexion est portée sur le mode d’action possible des additifs en prenant en compte les performances et les produits de réactions étudiés dans ce chapitre.*

Les réponses aux questions suivantes sont donc recherchées :

Quel est le rôle du soufre dans les réactions tribochimiques en taraudage par déformation?

Pourquoi les sulfures métalliques formés avec l’additif ADDS1 (pentasulfure) réduisent moins le frottement que les produits de réactions à base d’oxygène et de carbone tels que ceux des additifs ADDS2 (triglycérade soufré) et ADDS3 (ester méthylique soufré) ?

Comment expliquer l’efficacité du mélange ADDS1+CP (pentasulfure+CP) ?

III.5. CONCLUSIONS

L'évaluation des performances des additifs soufrés lors de la mesure des efforts (énergie spécifique de coupe en fraisage, couple en taraudage par déformation) en fraisage (coupe discontinue) et en taraudage par déformation, réalisée dans le présent **Chapitre III**, donne un classement des additifs différent (cf. Figure III-24). Il est logique que les additifs n'aient pas le même comportement en fraisage qu'en taraudage par déformation puisque ces deux techniques sont très différentes en terme de vitesse de glissement de surface, de température, et de contrainte d'écoulement de la matière : le taraudage par déformation est en effet un procédé s'approchant de la mise en forme, alors que le fraisage est une technique de coupe.

Les résultats montrent clairement que certains additifs peuvent ne pas "fonctionner" dans une application mais peuvent apporter un certain pouvoir de lubrification dans une autre (additif ADDS4). Rien n'est prédéterminé à l'avance. D'autre part, il semble impossible de trouver une molécule polyvalente qui pourrait couvrir tout le champ des applications d'usinage, car la modification du moindre paramètre peut influencer l'effet du lubrifiant.

Quelques tendances peuvent toutefois être indiquées :

- l'additif ADDS1 (pentasulfure) est une molécule soufrée qui agit dans les conditions très sévères où le contact entre les surfaces métalliques est inévitable ; cet additif serait le meilleur choix pour les lubrifiants pour la coupe,
- les additifs ADDS2 (triglycéride soufré) et ADDS3 (ester méthylique soufré) trouveraient leur application plutôt dans les opérations où les sollicitations sont modérées et dans lesquelles on cherche principalement à réduire le frottement,
- la combinaison de différentes molécules peut donner un effet synergique dont le mélange HB Yu4+ADDS1+CP (pentasulfure+CP) est le meilleur exemple.

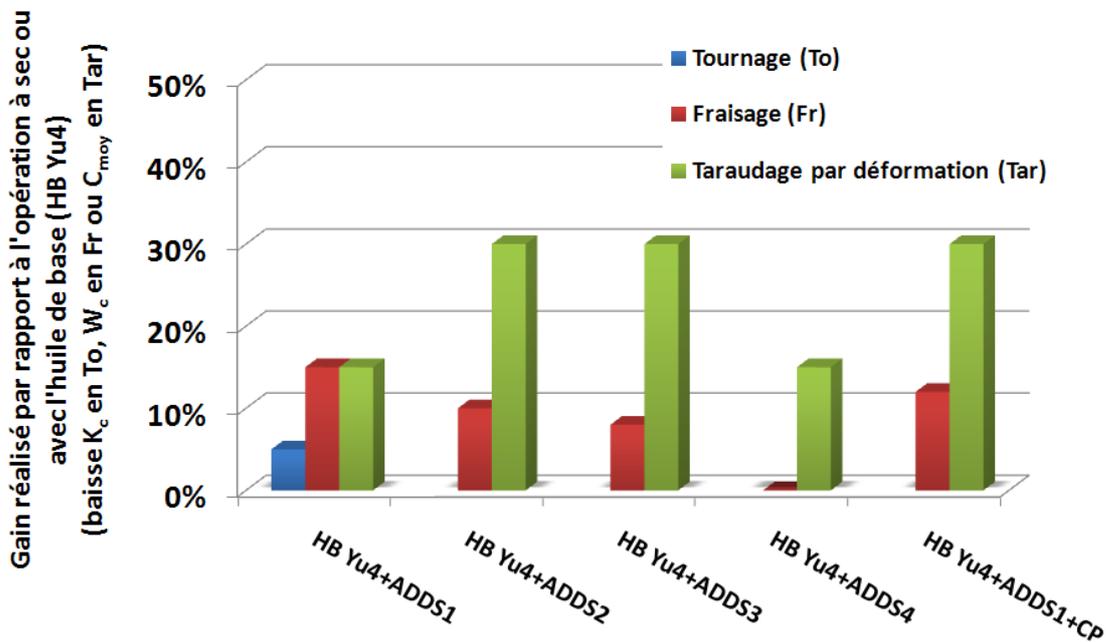


Figure III-24 : Gain réalisé en terme d'efforts avec les différents mélanges par rapport à l'opération à sec ou avec l'huile de base

Le **Tableau III-3** illustre les résultats issus des tests tribologiques (4 billes usure, 4 billes EP et essai Reichert). Ces résultats donnent une vision générale du niveau des performances qui peut être atteint avec les lubrifiants testés. Ils démontrent qu'il existe globalement une certaine corrélation avec les résultats issus des essais en usinage. Il n'est toutefois pas raisonnable de considérer que le classement de performances déterminées lors des tests sur les tribomètres correspond à celui établi lors de tests dans les applications réelles.

Au final, un lubrifiant universel pour toutes les applications d'usinage n'existe pas. Il est cependant possible de classer les lubrifiants, en particulier les additifs, selon les groupes d'opérations d'usinage ayant le même ordre de sollicitations et pour lesquelles les performances doivent être comparables. Il est également envisageable d'étendre le domaine d'application d'un lubrifiant par la création de synergies issues d'une sélection et d'une combinaison de molécules actives appropriées ; l'identification de la nature chimique des composants, qui seraient efficaces à différents degrés de sollicitations (plus ou moins sévères) est une étape très importante ; elle permet à terme un choix plus affiné des molécules selon leurs performances. Les trois combinaisons suivantes, ciblant l'élargissement du domaine d'action des additifs, semblent être particulièrement intéressantes à étudier :

- Additif EP efficace aux températures plus élevées + Corps gras ou dérivés de corps gras qui agissent aux basses températures (cas du mélange étudié HB Yu4+ADDS1+CP),
- Additif EP efficace aux températures élevées + Corps gras et dérivés de corps gras soufrés qui agissent aux basses températures (ex. ADDS1+ADDS2),
- Additif EP efficace + sulfonates surbasés (agent de surface – mode d'action similaire aux additifs d'onctuosité) ; les sulfonates sont connus pour leur capacité à renforcer les propriétés EP des additifs EP soufrés (cf. 1.3.7. Paramètres à prendre en compte – Interactions avec d'autres additifs).

Le chapitre suivant (cf. IV. Compréhension des mécanismes – Analyse des résultats obtenus avec les différents additifs soufrés) se focalise sur la discussion des mécanismes d'action des différents additifs. Il se base sur l'analyse plus fine de leurs produits de réactions détectés au cours des analyses AES et XPS des pièces (copeaux, fraises, filets de taraudage) issues des campagnes d'essais en fraisage et en taraudage par déformation. Les données apportées par la littérature ainsi que d'autres analyses complémentaires (analyses thermoanalytiques, modélisation de l'action d'un additif au tribomètre à l'environnement contrôlé) sont mises à profit afin d'approfondir la réflexion menée.

Chapitre IV

Compréhension des mécanismes – Analyse des résultats obtenus avec les différents additifs soufrés

IV.1. INTRODUCTION : RAPPEL DES PRINCIPAUX RESULTATS

La **Figure IV-1** récapitule les différentes efficacités des additifs soufrés testés en fraisage (en terme d'énergie spécifique de coupe, d'usure des fraises) et en taraudage par déformation (en terme de couple de taraudage) évaluées dans le **Chapitre III** (cf. III. Evaluation de la performance des additifs soufrés en fraisage et taraudage par déformation). Leur classement respectif, issu de ces différents tests, est mis en parallèle avec celui du test tribologique Essai 4 Billes (EP et AU) et résumé sur la **Figure IV-1** sous forme de Tableau (performance croissante du bas vers le haut pour chaque test).

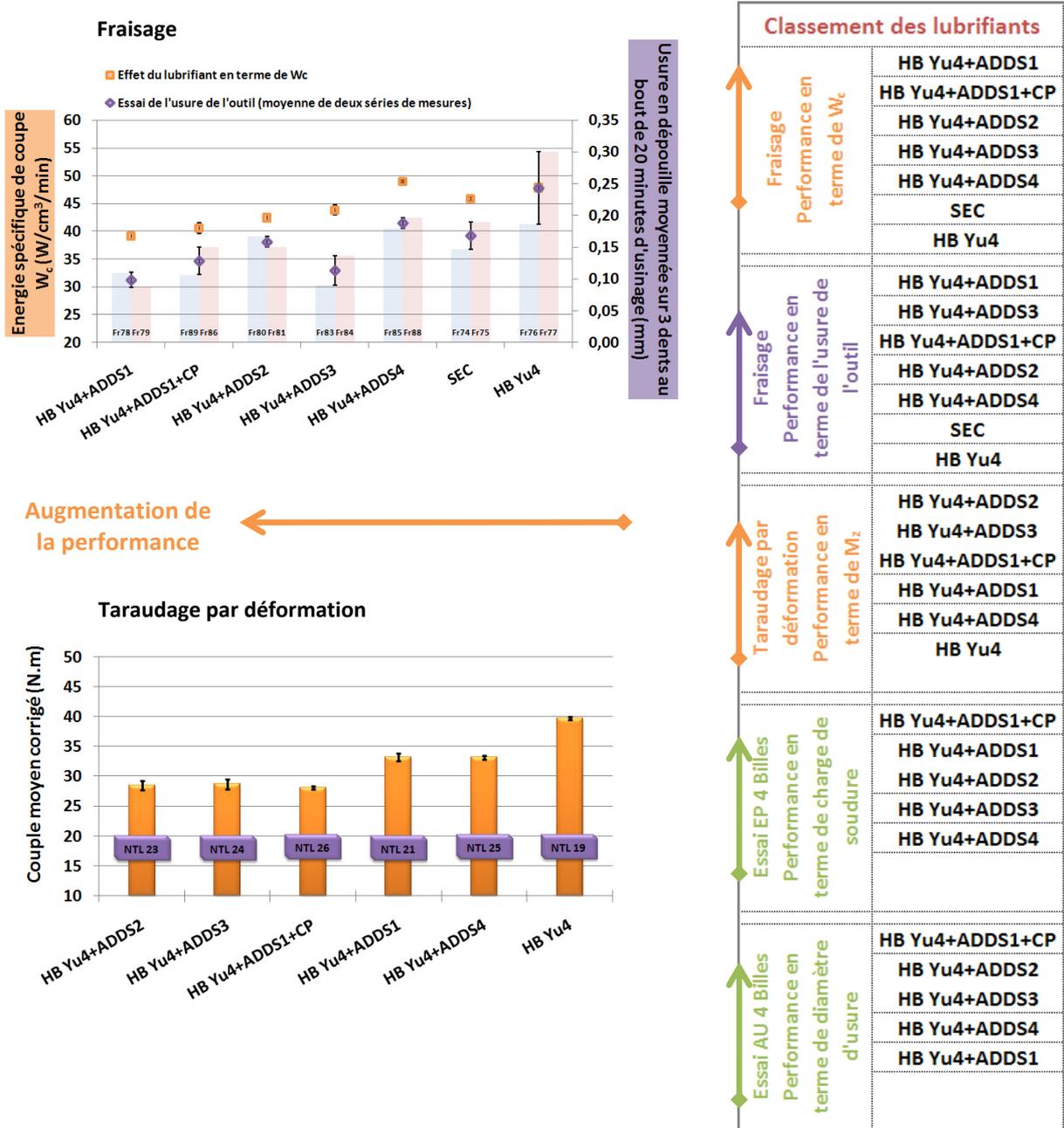


Figure IV-1 : Performances et classement de différents additifs soufrés issus de différents tests réalisés (en fraisage, en taraudage par déformation et en essai 4 Billes)

IV.2. COMPORTEMENT THERMIQUE DES ADDITIFS SOUFRES

IV.2.1. ANALYSE THERMOGRAVIMETRIQUE COUPLEE A LA SPECTROSCOPIE INFRAROUGE (ATG/IR) DES ADDITIFS

Les conditions de décomposition thermique conditionnent en partie l'efficacité de l'additif dans les formulations lubrifiantes. L'utilisation de l'analyse thermogravimétrique (ATG) couplée à la spectroscopie infrarouge (IR) permet de caractériser les pertes de masse et les produits de décomposition des échantillons soumis à une certaine température et une atmosphère contrôlée. La spectroscopie infrarouge permet d'analyser des fonctions chimiques par la détection des vibrations caractéristiques aux liaisons chimiques résultant d'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé (fluide).

En couplage ATG/IR, l'échantillon est tout d'abord vaporisé et pyrolysé au contact d'un gaz inerte qui est l'hélium. Une combustion du résidu est ensuite réalisée sous atmosphère oxydante au contact de l'air. La partie organique est la somme des pertes obtenues sous atmosphère inerte et oxydante. La partie minérale correspond au résidu non dégradé sous atmosphère oxydante. Sous atmosphère inerte (hélium), le dioxyde de carbone (CO₂) et monoxyde de carbone (CO) sont issus de la dégradation par pyrolyse des composés oxygénés et sous atmosphère oxydante (sous air) de la combustion des matières organiques non pyrolysées. Le dioxyde de soufre (SO₂) est issu de la dégradation des molécules soufrées. Le méthane (CH₄) est issu du craquage des chaînes alkyles présentes. Le **Tableau IV-1** présente succinctement les résultats issus de l'ATG/IR pour les quatre additifs testés. Les spectres correspondant sont inclus dans la partie **Annexes** (cf. Annexe IV § IV.1).

Additif soufré	Nombre de pertes de masse et nature des produits de décomposition	
ADDS1 (pentasulfure)	Une seule perte de masse (à environ 220 °C)	de 165 à 309 °C : Identification de chaînes alkyles CH ₂ et CH ₃ (à majorité en CH ₂), d'oléfines de configuration isoalphaoléfines (RR'-C= CH ₂), et de SO₂
ADDS2 (triglycérade soufré)	Deux pertes de masses (à environ 200 °C et 400 °C)	de 192 à 326 °C : Identification de chaînes alkyles CH ₂ , CH ₃ (à majorité en CH ₂), d'oléfines de configuration isoalphaoléfines (RR'-C= CH ₂) de 326 à 494 °C : Identification de chaînes alkyles CH ₂ , de carbonyles de types esters aliphatiques (R-COO-R') et acides carboxyliques (R-COOH), de CO ₂ et des traces de SO₂
ADDS3 (ester méthylique soufré)	Une seule perte de masse (à environ 300 °C)	De 141 à 317 °C : Identification de chaînes alkyles CH ₂ , de carbonyles de types esters aliphatiques (R-COO-R'), de CO ₂ , CO et de SO₂
ADDS4 (dithiocarbamate)	Une seule perte de masse (à environ 300 °C)	De 181 à 347 °C : Identification de CS₂ , de fonctions amines (N-H) et de traces de chaînes alkyles CH ₂ et CH ₃ .

Tableau IV-1 : Nombre de pertes de masses et nature des produits de décomposition de additifs soufrés étudiés issus de l'analyse ATG/IR

Les quatre additifs concernés par l'étude ont été analysés par une ATG/IR. **Il a été mis en évidence que seul l'additif ADDS2 (triglycérade soufré) a un comportement différent en présentant deux paliers de décomposition. Pour les autres additifs, les pertes de masse sont totales, brutales à des températures inférieures à 300 °C.** Le comportement thermique caractérisé par l'ATG sous atmosphère inerte et oxydante ainsi que dans la matrice du lubrifiant sous atmosphère inerte est

comparable pour tous les additifs concernés. **La spectroscopie infrarouge apporte les informations complémentaires à l'ATG et montre que les produits de la dégradation sont spécifiques à chacun des additifs soufrés testés** ; ces éléments font partie de la discussion ultérieure (cf. IV.2.3. Résistance des additifs à la dégradation).

IV.2.2. ANALYSE CALORIMETRIQUE DIFFERENTIELLE (ACD) DES ADDITIFS

L'analyse calorimétrique différentielle (ACD) mesure les différences d'échanges de chaleur, donc des enthalpies de réactions, entre l'échantillon analysé (creuset contenant le produit analysé) et l'échantillon-référence (creuset vide) en fonction de la température. Si le signal issu évolue et/ou des pics intenses sont observés, cela se traduit par une absorption et un dégagement de chaleur au niveau de l'échantillon analysé correspondant à une transition endothermique ou exothermique. L'évaporation de l'échantillon se manifeste par une diminution progressive de la courbe dans le sens endothermique. Chaque pic correspond à une réaction endothermique ou exothermique qui se produit à une température donnée.

Dans le cadre de cette étude, la comparaison du comportement des additifs en ACD est réalisée :

- sous atmosphère inerte (azote),
- sous balayage d'un gaz inerte-azote en présence de poudre de fer métallique selon la même procédure que celle utilisée dans [PET_00]. L'utilisation de la poudre métallique a pour but de simuler une surface métallique afin d'identifier la réactivité des additifs envers celle-ci. Cependant, il est nécessaire de prendre en compte que la poudre métallique utilisée est à l'état oxydé en surface ; les conditions de l'analyse ne reflètent donc pas tout à fait le type de contact présent en usinage.

Ainsi, la **Figure IV-2** présente deux graphiques correspondant aux différentes transitions enregistrées pour l'échantillon de l'additif ADDS1 (pentasulfure) dans les deux cas précisés ci-dessus.

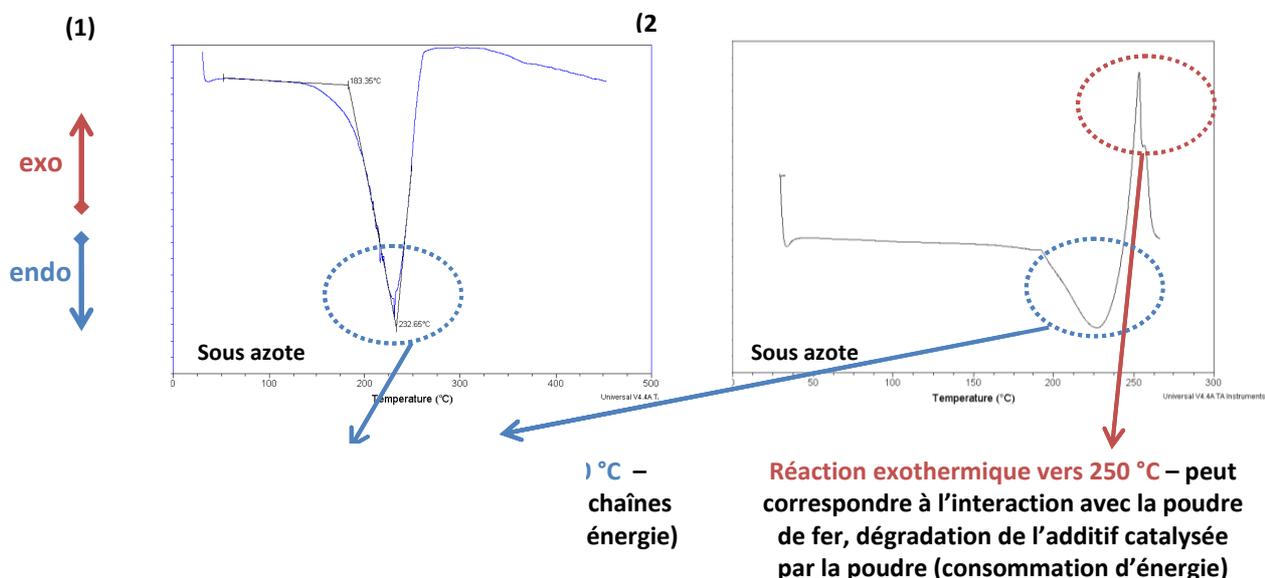


Figure IV-2 : (1) Thermogramme réalisé en atmosphère inerte avec l'additif ADDS1 (pentasulfure) et (2) Thermogramme réalisé en atmosphère inerte en présence de la poudre métallique avec l'additif ADDS1 (pentasulfure)

Le **Tableau IV-2** ci-après synthétise le reste des résultats issus de l'ACD pour les quatre additifs testés dans les chapitres précédents. Les thermogrammes correspondants sont inclus dans la partie **Annexes** (cf. Annexe IV § IV.2).

Additif soufré	Echanges de chaleur enregistrés pour les différents additifs
ADDS1 (pentasulfure)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ sous azote : réaction endothermique vers 230 °C ▪ sous azote en présence de poudre métallique : réaction endothermique vers 230 °C suivie par réaction exothermique vers 250 °C
ADDS2 (triglycéride soufré)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ sous azote : endotherme progressive entre 150 °C-300 °C suivie par réaction endothermique vers 400 °C ▪ sous azote en présence de poudre métallique : réaction exothermique vers 225 °C suivie par réaction endothermique vers 325 °C
ADDS3 (ester méthylique soufré)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ sous azote : endotherme progressive entre 150 °C-280 °C ▪ sous azote en présence de poudre métallique : pas de données
ADDS4 (dithiocarbamate)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ sous azote : réaction endothermique vers 300 °C ▪ sous azote en présence de poudre métallique : réaction exothermique vers 225 °C suivie par réaction endothermique vers 230 °C

Tableau IV-2 : Echanges de chaleur enregistrés pour les différents additifs en ACD

IV.2.3. RESISTANCE DES ADDITIFS A LA DEGRADATION

L'ATG/IR révèle que l'additif **ADDS2 (triglycéride soufré)** est le seul qui se caractérise par un comportement thermique particulier. Il présente deux paliers de décomposition (vers 220 °C et 400 °C) et pourrait donc avoir un mode d'action différent selon la plage de températures de son utilisation. Les trois autres additifs subissent des pertes de masse totales à des températures inférieures à 300 °C (avec pour l'additif ADDS1, la température la plus basse : 220 °C) quelle que soit l'atmosphère – inerte ou oxydante. C'est aux alentours de 300 °C que ces additifs s'évaporent et/ou se dégradent complètement. Les quatre additifs soufrés testés perdent globalement leur soufre à partir de 190 °C-200 °C. **Les trois additifs soufrés se montrant d'ailleurs efficaces en fraisage, c'est-à-dire, ADDS1 (pentasulfure), ADDS2 (triglycéride soufré) et ADDS3 (ester méthylique soufré), le perdent sous forme du dioxyde de soufre (SO₂). L'additif ADDS4 (dithiocarbamate), jugé inefficace en fraisage, est le seul à le dégager sous forme du disulfure de carbone (CS₂).** Le dioxyde de soufre (SO₂) détecté peut être issu de l'oxydation directe du soufre libre provenant de la molécule ou/et de l'oxydation des produits soufrés dégradés (et éventuellement de sulfures résiduels). Le soufre contenu dans le disulfure (CS₂) reste immobilisé car il est toujours lié au carbone et par conséquent peu actif.

Suivant l'identification des fonctions chimiques par la spectroscopie infrarouge (IR) (cf. Tableau IV-1), l'additif **ADDS1 (pentasulfure)** s'évapore et se dégrade par la formation d'insaturations C=C qui pourraient effectivement apparaître suite à la libération du soufre. **L'additif ADDS3 (ester méthylique soufré)** s'évapore (la majorité des fonctions C=O est conservée) et se dégrade par décarbonatation de la liaison ester d'où l'apparition des bandes correspondant au dioxyde de carbone (CO₂) et au monoxyde de carbone (CO). Puisque les liaisons insaturées C=C n'ont pas été observées comme dans le cas de l'additif ADDS1 (pentasulfure), il est supposé qu'il peut s'agir de la décomposition progressive des sulfures résiduels. **L'additif ADDS2 (triglycéride soufré)** subit deux pertes de masse distinctes. La décomposition liée à la première perte est associée à la formation de liaisons insaturées C=C et à la perte du soufre, probablement comme dans le cas de l'additif ADDS1 (pentasulfure). La seconde perte pourrait correspondre à la rupture du triglycéride par décarbonatation, d'où la présence de dioxyde de carbone (CO₂) et de monoxyde de carbone (CO).

La taille importante de la structure triglycéride permet également de supposer qu'une dégradation intervient avant toute évaporation. **L'additif ADDS4 (dithiocarbamate)** a un comportement distinct car il se dégrade en libérant du soufre, majoritairement sous forme de disulfure de carbone (CS_2), et des groupes amines.

L'ACD sous atmosphère inerte confirme que tous les additifs subissent une réaction endothermique (brusque ou progressive) se manifestant par un dégagement d'énergie entre 200 °C et 300 °C, correspondant probablement à un craquage de chaînes alkyles (dégradation thermique) ou/et une évaporation. L'additif ADDS2 (triglycéride soufré) subit une autre transformation endothermique qui peut être corrélée avec la deuxième perte de masse constatée en ATG/IR. Lors du balayage avec le gaz-inerte en présence de la poudre de fer, les réactions exothermiques notées sur les courbes ACD des additifs sont attribuées à leur interaction avec la poudre du fer (sauf pour l'additif ADDS3, par manque des données). L'additif ADDS1 (pentasulfure) pourrait subir une dégradation avant cette transition (cf. Tableau IV-2). Toutes les réactions exothermiques débutent vers 230 °C-250 °C, c'est-à-dire à la température à laquelle la perte du soufre en ATG/IR a déjà été perçue. Il est ainsi envisageable qu'il s'agisse de la réaction du soufre provenant de l'additif, ou de l'adsorption chimique de l'additif ou de son produit de décomposition, avec la poudre de fer présente dans l'enceinte d'analyse.

En prenant en compte la grandeur des sollicitations générées en coupe, il est facilement imaginable que tous les additifs à proximité de la zone de coupe subissent une décomposition chimique immédiate. L'activité chimique de l'additif soufré en usinage devrait donc être attribuée à :

- la teneur en soufre de la molécule de l'additif et donc à la facilité avec laquelle le soufre est libéré de cette molécule (soufre libre ou peut-être lié au carbone dans le cas de l'additif ADDS4),
- éventuellement à la compétition entre les produits de décomposition des additifs (en particulier les groupes esters (ADDS3) ou carboxyles (ADDS2) et le soufre) envers la surface métallique.

Dans le cas des sollicitations considérablement moins sévères en taraudage par déformation, potentiellement sur une plage de températures inférieures à 300 °C, le comportement des additifs peut être différent de celui en coupe car basé sur l'action des additifs non dégradés entièrement. Les phénomènes d'adsorption chimique peuvent avoir lieu et d'ailleurs impliquer la participation des chaînes organiques ou des groupes fonctionnels des additifs dans les mécanismes de la lubrification. Cela pourrait être davantage vrai pour l'additif ADDS2 (triglycéride soufré) qui aurait pu subir uniquement la première étape de sa décomposition. Contrairement à lui, l'additif ADDS1 (pentasulfure), qui se dégrade à la température la plus basse parmi tous les additifs, pourrait avoir un comportement similaire à celui qu'il a en coupe.

IV.3. COMPREHENSION DU MODE D’ACTION DES ADDITIFS SOUFRES

IV.3.1. LAME MINCE (LAME FIB) D’UN COPEAU OBTENU EN FRAISAGE

Afin de compléter les résultats issus des analyses AES et XPS des surfaces de copeaux, une lame mince est réalisée sur un copeau choisi. C’est un moyen unique permettant d’observer en coupe transverse les films ou les tribofilms de très faibles épaisseurs (quelques dizaines de nm) formés par exemple par les additifs de la lubrification. Cette lame appelée également la lame FIB (Focused Ion Beam) est fabriquée par nano-usinage ionique avec un faisceau d’ions focalisés (la résolution du faisceau d’ion peut aller jusqu’à 10 nm [MIN_04]). L’observation de la lame mince se fait habituellement à l’aide d’un microscope électronique en transmission (MET) (cf. Annexe I § I.1) et permet d’obtenir plusieurs types d’informations (imagerie, analyse élémentaire etc.).

Le copeau obtenu avec le mélange contenant l’additif ADDS1 (pentasulfure) est choisi pour cette analyse sophistiquée. Il s’agit de la face du copeau qui a frotté sur la face de coupe de l’outil et qui est issu de la même campagne d’essai ($V_c = 60$ m/min, $f_z = 0.2$ mm/tr, $a_e = 2$ mm, $a_p = 2$ mm) et du même lot que le copeau analysé en AES et en XPS sur les **Figure III-6** et **Figure III-9**. L’analyse de la lame mince du copeau de fraisage au MET, dans le cadre de cette étude, porte essentiellement sur :

- l’estimation de l’épaisseur réelle du film soufré formé par l’additif,
- la détermination de la structure cristallographique de ce film (amorphe ou cristallin),
- et la confirmation de sa composition chimique.

La **Figure IV-3** présente la vue générale de la coupe transverse de la surface du copeau et ses couches respectives. Le film formé par l’additif se distingue clairement entre l’acier et la couche protectrice de platine. **Son épaisseur varie de 40 nm à 70 nm.**

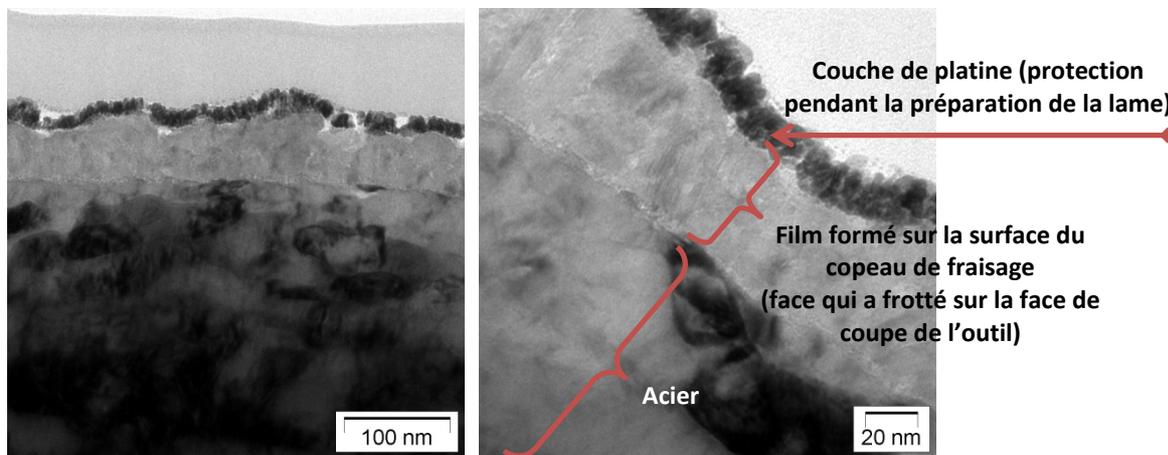


Figure IV-3 : Vue générale de la lame mince du copeau (coupe transverse)

Ce film est composé principalement de soufre et de fer (cf. Figure IV-4 (1)). Il contient également du carbone et de l’oxygène. L’analyse le long d’une ligne (*linescan*) réalisée au travers de la surface montre que la distribution du carbone et de l’oxygène est plutôt uniforme (cf. Figure IV-4 (3) et (4)). En ce qui concerne la semi-quantification (% at.) réalisée à l’intérieur du film, elle suggère qu’il est globalement plus riche en fer qu’en soufre (cf. Figure IV-4 (2)). Une analyse complémentaire (cf. Annexe IV § IV.3) permet de constater la présence légèrement plus importante du soufre à l’interface avec le fer et à proximité de l’extrême-surface. Compte tenu de toutes ces informations, le film serait constitué probablement de zones déficientes en soufre (correspondant du point de vue stœchiométrique plutôt au Fe_2S) et/ou de zones plus riches en soufre (correspondant au

FeS). En outre, aucun gradient de soufre dans l'acier n'est observé. Autrement dit, la frontière entre le film soufré et l'acier semble être très nette.

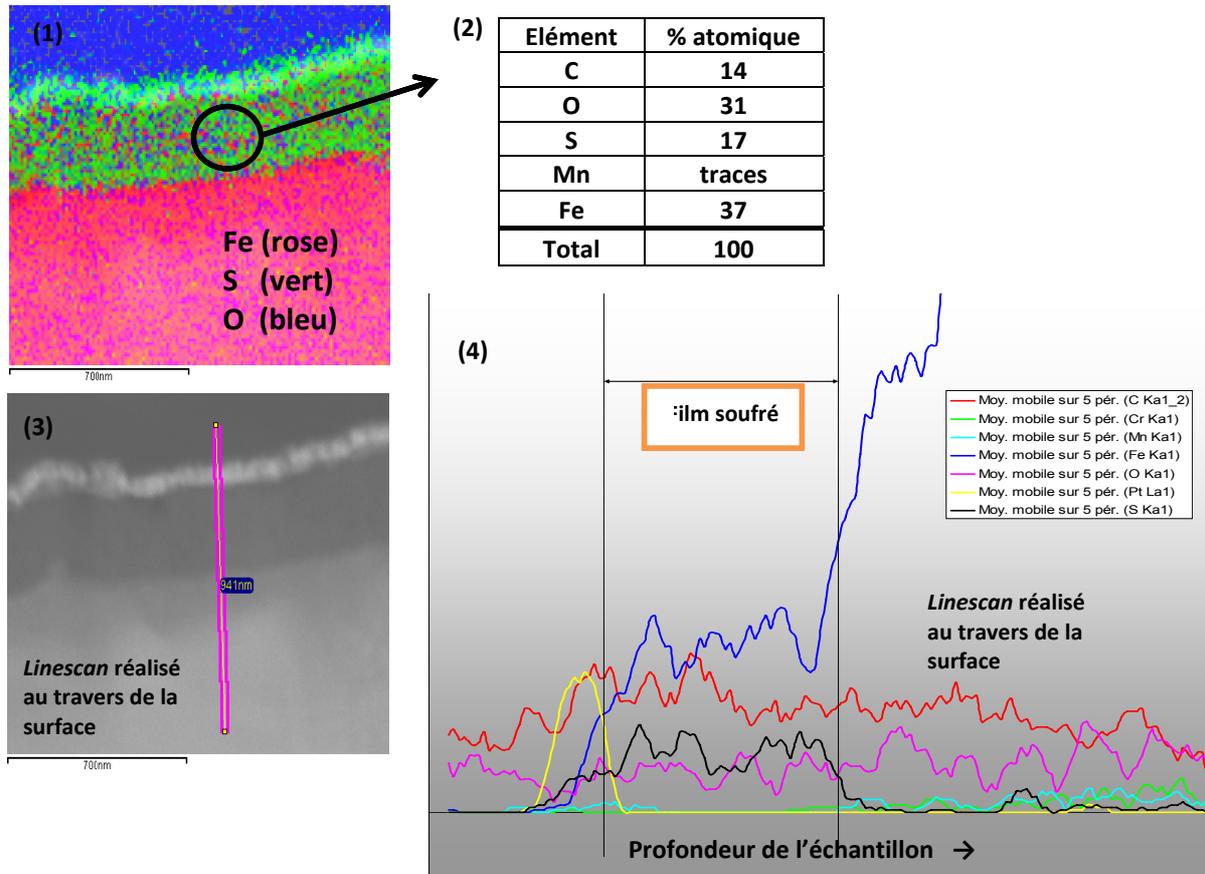


Figure IV-4 : Analyse chimique de la lame mince du copeau : (1) cartographie chimique (EDS) (2) semi-quantification globale (% at.) obtenue à l'intérieur du film soufré (EDS), (3) *linescan* réalisé au travers de la surface – photo générale, (4) *linescan* réalisé au travers de la surface – composition chimique en profondeur (EDS)

L'image réalisée avec le MET en champ sombre (Dark Field) donne une première information importante sur la structure cristallographique du film soufré sur la lame mince du copeau. Le cliché de diffraction centré sur l'acier et le film soufré dévoile l'apparition de nouveaux anneaux par rapport au cliché centré uniquement sur l'acier (cf. Figure IV-5). Les clichés de diffraction et l'image en champ sombre mettent en évidence le caractère cristallin du film soufré ; les grains d'acier mais aussi la totalité du film soufré s'affichent en clair.

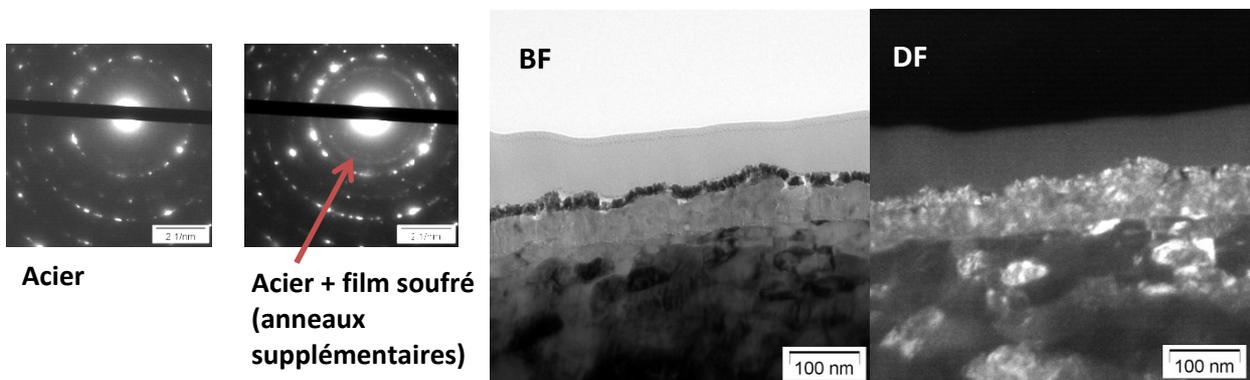


Figure IV-5 : Clichés de diffraction et comparaison des images réalisées en mode en champ clair (BF) et en champ sombre (DF) (MET)

Le film soufré formé par l'additif est donc cristallin. En observant la **Figure IV-6 (1)**, on remarque de nombreux nano-cristaux orientés dans différentes directions et de façon plutôt aléatoire. Il est difficile de constater si les plans cristallographiques de l'acier s'entremêlent à ceux du film soufré. La structure cristallographique de ces nano-cristaux ressemble par endroits à une structure hexagonale (cf. Figure IV-6 (2) et (3)). Or, parmi les différents types de sulfures de fer existant, le sulfure de fer FeS se caractérise par ce type de réseau cristallin.

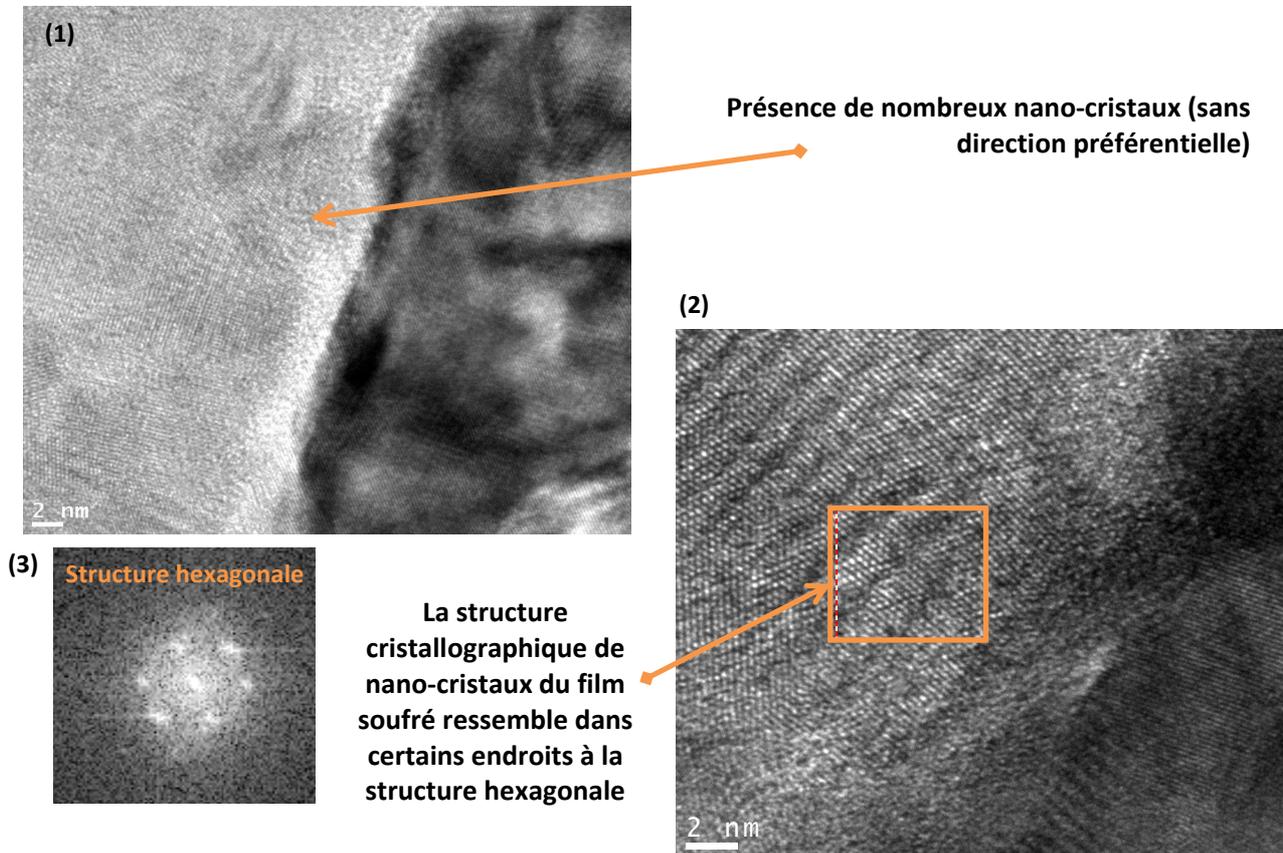


Figure IV-6 : Identification de la structure cristallographique du film soufré formé par l'additif ADDS1 (pentasulfure)

IV.3.2. MODELISATION AU TRIBOMETRE ULTRA HIGH VACUUM (UHV) A ENVIRONNEMENT CONTROLE (TEC)

Le Tribomètre UHV (plan-pion) à Environnement Contrôlé couplé aux techniques d'analyses des surfaces AES et XPS est employé afin de simuler la formation des "films soufrés" par la diffusion thermique et le frottement dans les conditions idéalisées de la coupe pour ensuite déterminer leur nature chimique. Le fonctionnement et les caractéristiques de ce tribomètre sont détaillés dans la référence suivante [TAN_07]. Le rapprochement maximal par rapport aux conditions de la coupe est recherché. L'avantage de ce dispositif repose sur la possibilité d'analyser les films formés *in situ* donc sans passage à l'air ambiant. La molécule de l'additif ADDS1 (pentasulfure) sous forme gazeuse est utilisée en tant que lubrifiant-modèle. Le substrat frotté (plan) est choisi parmi les matériaux utilisés pendant les essais en usinage ; il s'agit d'acier C 45 usiné en tournage. Le pion (diamètre 3 mm) est en acier 100 Cr 6. Les tests sont effectués à deux températures (chauffage de l'enceinte, du substrat et du pion) à 100 °C et à 500 °C. Le tribomètre est équipé d'un capteur optique permettant de réaliser les mesures du coefficient de frottement au cours des tests de frottement. Les conditions appliquées pour cette expérience sont énumérées sur la **Figure IV-7**.

Cette configuration – couple acier/acier ainsi que température (test à 500 °C) et pression du contact ($\approx 1,5$ GPa) appliquées – pourrait donc simuler le contact apparent entre le transfert métallique sur la face de coupe de l'outil (pion) et le copeau se déroulant sur cette face (substrat frotté) dans l'environnement inerte (absence d'oxygène). En revanche, la valeur de la vitesse appliquée au pion pendant ce test du frottement n'a rien en commun avec la vitesse réelle en coupe ($V_{\text{tribomètre}} \ll V_c$).

La première étape de l'expérimentation consiste en une abrasion ionique (avec des ions Ar^+) de la moitié de la surface du substrat afin de créer localement une surface fraîche, considérée comme ayant une importance primordiale sur les réactions tribochimiques ayant lieu dans la coupe. La deuxième moitié de l'échantillon reste oxydée. Ensuite, le transfert *in situ* de ce substrat partiellement abrasé a lieu jusqu'à l'enceinte dans laquelle se déroulent les tests de frottement dans les conditions déterminées (cf. Figure IV-7). Les deux tests de frottement et les deux traces qui en résultent sont réalisés uniquement sur la surface préalablement décapée : la première "à sec" sous vide partiel en absence d'additif (la surface est simplement activée par le frottement) puis la seconde en présence d'additif gazeux introduit dans l'enceinte (simulant un usinage avec lubrifiant). Au final, quatre zones distinctes sont obtenues (cf. Figure IV-7) et toutes les quatre se trouvaient face au soufre introduit lors de la réalisation de la deuxième trace du frottement. Leurs surfaces sont analysées en XPS dans l'objectif d'établir :

- la nature chimique des composés soufrés formés sur la surface oxydée (non décapée),
- la nature chimique des composés soufrés formés sur la surface décapée non frottée (hors traces de frottement – formation du film soufré sous l'effet thermique),
- la nature chimique des composés soufrés formés sur la surface décapée frottée sans l'additif (surface activée par le frottement),
- la nature chimique des composés soufrés formés sur la surface décapée frottée en présence de l'additif ADDS1 (simulation de l'usinage avec le lubrifiant).

Conditions d'essai de frottement :

$V_{\text{aller-retour}} = 3$ mm/s

Longueur de trace = 1 mm

Nombre de cycle = 300

$F_{\text{normale}} = 3$ N (essai à 100 °C), 1 N (essai à 500 °C)
(essai à 500 °C – impossible d'appliquer la charge plus élevée)

Largeur d'une trace singulière = environ 60 μm
(6 traces réalisées les unes à côté des autres)

Diamètre du pion : 3 mm

Pression du contact $\approx 1,5$ GPa

Vide partiel – 10^{-8} mbar (essais de frottement réalisés en absence de l'additif)

Pression du gaz introduit – 10^{-1} mbar (l'additif ADDS1 sous forme gazeuse)

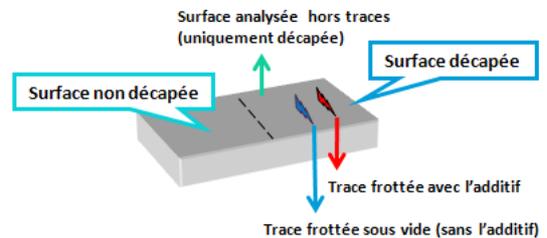


Figure IV-7 : Conditions appliquées pour les tests de frottement et les différentes zones analysées en XPS sur le substrat frotté en acier C 45

L'analyse des mesures du coefficient du frottement issu de tests de frottement montrent que (cf. Figure IV-8) :

- **quelle que soit la température d'utilisation de l'additif ADDS1, il génère un coefficient élevé mais stable ($\mu \approx 0,7$ à 100 °C et $\mu \approx 0,9$ à 500 °C) (cf. Figure IV-8 (1) et (3)).**
Il peut être supposé également que l'additif gazeux introduit dans l'enceinte réagit instantanément avec la surface avant que le test de frottement ne commence, surtout dans le cas de l'essai réalisé à 500 °C. Le coefficient de frottement est stable dès le début de chaque cycle du frottement.

- il est quasiment impossible de réaliser l'essai de frottement en absence d'additif ADDS1 à 500 °C ; un mouvement saccadé caractéristique du phénomène de "stick-slip" (collé-glissé) est constaté (cf. Figure IV-8 (2)).

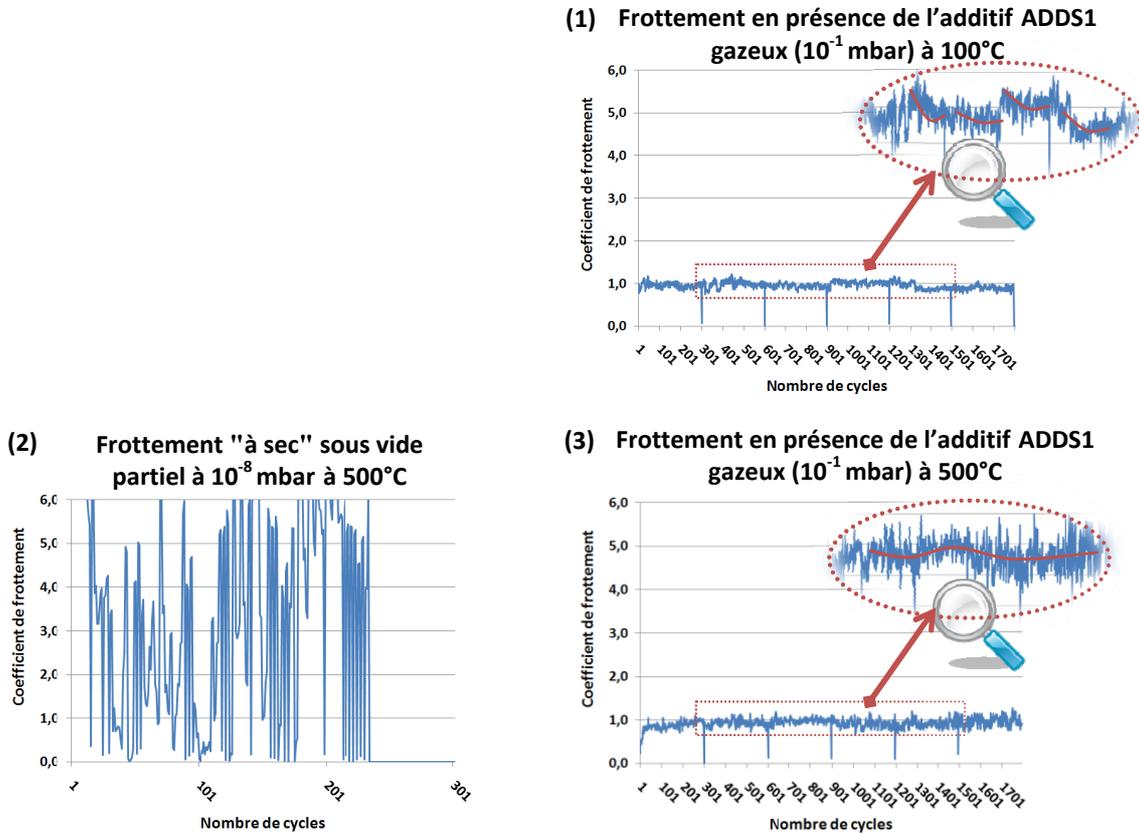


Figure IV-8 : Mesures des coefficients du frottement réalisées lors du frottement :
(1) en présence de l'additif gazeux (10^{-1} mbar) à 100 °C,
(2) "à sec" sous vide partiel à 10^{-8} mbar à 500 °C,
(3) en présence de l'additif gazeux (10^{-1} mbar) à 500 °C.

IV.3.3. NATURE CHIMIQUE DES FILMS SOUFRES FORMES EN MODELISATION AU TEC

Les quatre différentes zones, énumérées et illustrées sur la **Figure IV-7**, sur le substrat utilisé dans le test de frottement à 100 °C et à 500 °C ont été analysées en XPS *in situ* (sans passage à l'air). Le plan issu du test de frottement à 500 °C a été également étudié en XPS après avoir été exposé à l'air ambiant pendant 1 heure environ. L'analyse *in situ* met en évidence la nature chimique des composés soufrés formés pendant le test de frottement, aux quatre endroits distincts, sans influence des paramètres extérieurs (oxydation, contamination). La deuxième analyse après le passage à l'air, réalisée uniquement sur le plan utilisé dans le test de frottement à 500 °C, permet de déterminer comment s'oxydent les espèces soufrées détectées auparavant *in situ*.

Le **Tableau IV-3** récapitule la nature des composés formés suivant les deux tests de frottement effectués (à 100 °C et 500 °C) et le mode d'exécution de l'analyse XPS (*in situ*, exposition à l'air ambiant) dans les différentes zones analysées. La semi-quantification globale pour chacune des zones analysées est présentée dans la partie **Annexes** (cf. Annexe IV § IV.4).

Les conclusions générales suivantes découlent de l'analyse XPS réalisée dans les quatre différentes zones (illustrées succinctement par le **Tableau IV-3**) :

- A 100 °C, il n’y a pas de différences dans la nature chimique et la teneur en espèces soufrées discernées aux trois différents endroits de la surface abrasée du substrat utilisé. La zone analysée sur la surface oxydée est la seule n’ayant pas réagi avec le soufre ; sa surface est toujours couverte par l’oxyde de fer,
- pour ce qui concerne le substrat issu du test de frottement à 500 °C, les mêmes composés soufrés sont détectés et quasiment dans les mêmes quantités pour les deux analyses respectives et ceci dans les quatre zones analysées en XPS *in situ* et après le passage à l’air. L’oxyde présent sur la surface non abrasée a dû être donc "chassé" par la forte activité chimique du soufre à 500 °C. Cette réaction simplifiée peut ainsi être décrite par :



A titre d’exemple, la **Figure IV-9** montre les spectres du soufre obtenus pendant l’analyse XPS de la trace du frottement réalisée en présence de l’additif ADDS1 : analyse *in situ* après le test de frottement à 500 °C, analyse des composés formés lors du test de frottement à 500 °C après mise en contact avec l’oxygène (air). Les spectres du soufre pour les trois zones restantes sont indiqués dans la partie **Annexes** (cf. Annexe IV § IV.4).

Zone analysée	Principaux composés détectés
Surface oxydée à 100 °C (analyse XPS <i>in situ</i>)	Fe _x O _y
Surface oxydée à 500 °C (analyse XPS <i>in situ</i>)	Fe / Fe_xO_y / FeS ₂ / FeS (+++) (+)
Surface oxydée à 500 °C (analyse XPS après passage à l’air)	Fe / FeS / FeS ₂ (+++) (++)
Surface décapée à 100 °C (analyse XPS <i>in situ</i>)	Fe / FeS / FeS ₂ (++) (++)
Surface décapée à 500 °C (analyse XPS <i>in situ</i>)	Fe / FeS ₂ / FeS (+++) (+)
Surface décapée à 500 °C (analyse XPS après passage à l’air)	Fe / FeS / FeS ₂ (+++) (++)
Surface frottée (ou activée par le frottement) à 100 °C (analyse XPS <i>in situ</i>)	Fe / FeS / FeS ₂ (++) (++)
Surface frottée (ou activée par le frottement) à 500 °C (analyse XPS <i>in situ</i>)	Fe / FeS ₂ / FeS (+++) (+)
Surface frottée (ou activée par le frottement) à 500 °C (analyse XPS après passage à l’air)	Fe / FeS / FeS ₂ (+++) (++)

Tableau IV-3 : Les composés détectés pendant l’analyse XPS dans les différentes zones selon le test de frottement et le type d’analyse (*in situ*, passage à l’air) réalisés ; quantité détectée : (+) < (++) < (+++)

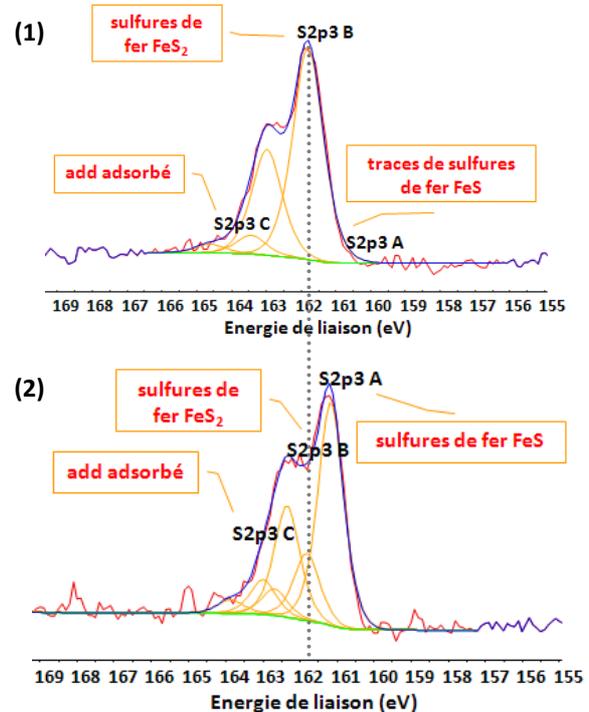
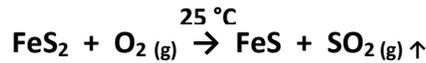


Figure IV-9 : Spectres XPS du soufre (S_{2p3/2}) obtenus pendant l’analyse XPS de la trace du frottement réalisée en présence de l’additif ADDS1 gazeux (10⁻¹ mbar) à 500 °C :
(1) *in situ* après le test de frottement,
(2) après le passage à l’air.

Que ce soit la surface abrasée non frottée ou la surface abrasée activée par le frottement "à sec", pendant les tests de frottement à 100 °C ou 500 °C, après avoir été mise en contact avec

l'additif gazeux, ces surfaces sont tout autant réactives envers le soufre que la trace réalisée en sa présence.

Suivant les conditions du test de frottement effectué – à 100 °C ou à 500 °C – les quantités des mêmes composés soufrés changent de façon considérable ; le mélange de sulfures FeS/FeS₂ est détecté pendant l'analyse du substrat utilisé à 100 °C alors que les sulfures de fer FeS₂ sont les composantes essentielles discernées pendant l'analyse du substrat utilisé à 500 °C. L'exposition du substrat utilisé à 500 °C à l'air ambiant affecte fortement sa surface et, en particulier, les composés soufrés dont la nature chimique est modifiée. Les sulfures de fer FeS₂ semblent être transformés en sulfures de fer FeS (cf. Figure IV-9). La réaction qui se produit selon toute vraisemblance sur la surface du substrat peut être exprimée par la relation suivante :



Cette "voie d'oxydation" des sulfures de fer FeS₂ est l'un des nombreux chemins possibles documentés dans la littérature [MUR_08]. L'oxygène et le soufre sont deux éléments chimiques très actifs. En fonction de la concentration de l'un ou l'autre, l'équilibre entre eux peut être bouleversé en faveur de celui dont la teneur est plus importante à un moment donné. Lors du test de frottement sous atmosphère contrôlée, le soufre se trouve dans les conditions privilégiées et conduit ainsi à la disparition de l'oxyde de la surface. Le passage à l'air de l'échantillon fait que c'est alors au tour du soufre de subir l'oxydation.

La **Figure IV-10** schématise le scénario d'oxydation pouvant avoir lieu lors de l'exposition du substrat utilisé à 500 °C en présence d'oxygène. Selon le diagramme de phase Fe-S-O (cf. Figure IV-12) établi par *Watanabe et al.*, dans les conditions appauvries en oxygène (cas du vide partiel de 10⁻⁸ mbar), les sulfures de fer FeS coexisteraient de façon préférentielle avec du fer métallique alors que les sulfures FeS₂ auraient dans ce cas-là une affinité envers les sulfures de fer FeS. A 500 °C, l'activité chimique du soufre est tellement importante qu'une couche épaisse de sulfures de fer FeS₂ peut être formée sur un film initial constitué du mélange des sulfures FeS/FeS₂ et donc être détectée en priorité par l'analyse XPS. Selon la réaction dite "de Bunsen", la formation de sulfure de fer FeS₂ peut résulter de la réaction entre le sulfure de fer FeS et un polysulfure [RIC_07]. D'autre part, les sulfures de fer FeS₂ sont connus pour s'oxyder très facilement et plus rapidement par rapport aux sulfures de fer FeS [WAT_00] ; la liaison S-S est plus facile à rompre que la liaison Fe-S. Par conséquent, au contact de l'air, les sulfures FeS₂ réagissent avec l'oxygène instantanément. Une partie de leur soufre est dégagée sous forme du SO_{2(g)} et la surface du substrat devient couverte plus abondamment par les sulfures de fer FeS plus résistants à l'oxydation. Ce scénario corrèle la théorie proposée par de nombreux auteurs présumant que l'oxygène (ou l'oxyde de fer) empêche, dans certains cas, la sulfuration excessive de la surface [TOM_77(2), WHE_78]. La présence de l'oxygène jugée notamment essentielle lors de l'action de sulfures en lubrification a été abordée dans le **Chapitre I** (cf. I.3.7. Paramètres à prendre en compte – Présence d'oxygène).

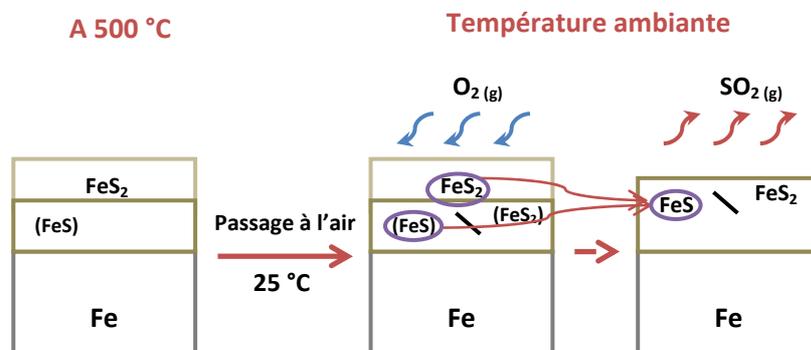


Figure IV-10 : Scénario proposé de l'oxydation du substrat utilisé à 500°C

Au contact de l'additif en solution ou sous forme gazeuse, la surface métallique est passivée avec une couche des sulfures FeS/FeS₂. L'épaisseur du film détecté sur la lame mince du copeau de fraisage obtenu avec l'additif ADDS1 (pentasulfure) a été estimée à environ 40 à 70 nm alors qu'en AES, elle a été évaluée comme deux fois plus importante (environ 150 nm) (cf. Figure III-6). L'étalonnage de la vitesse d'abrasion utilisée en AES ne semble pas être très bien adapté aux sulfures métalliques et est donc certainement à l'origine de cet écart ; la vitesse d'abrasion a été étalonnée avec la couche native d'oxyde de fer présente sur l'échantillon de la plaquette en acier 100 Cr 6. L'oxyde serait donc enlevé de la surface deux fois plus rapidement que le sulfure. L'épaisseur du film formé sur le substrat dans l'expérience réalisée au TEC reste pour l'instant une valeur inconnue. Sa détermination est cependant nécessaire afin de mettre en parallèle les résultats issus de la modélisation et ceux obtenus pendant les analyses de pièces réelles (lame mince du copeau en particulier).

L'analyse de la lame mince du copeau dévoile que la structure du film soufré formé sur sa surface est cristalline. Cela suppose qu'il s'est vraisemblablement formé sous l'effet thermique (cristallisation) et n'est pas issu du frottement ; il est en effet peu probable que la structure cristalline ait pu se maintenir dans le film soufré en question en cas de frottement, compte tenu de la plage de sollicitations sévères générée en coupe. En outre, à 500 °C, c'est-à-dire à une température facilement atteinte en coupe, la modélisation expérimentale réalisée au TEC démontre que quel que soit l'état chimique de la surface métallique – oxydée ou fraîche – qui a été soumise ou non au frottement, l'activité du soufre est très élevée et quasiment identique.

Ainsi, toutes les informations semblent indiquer que les films analysés sur les copeaux obtenus en usinage ont été formés *a posteriori* à proximité de la zone de coupe, c'est-à-dire au moment où le copeau cisailé quitte la face de coupe de l'outil. Néanmoins, l'information sur la nature chimique des espèces soufrées, issue de l'analyse AES ou XPS sur les surfaces de ces copeaux, reste incontestablement très précieuse car elle montre quelle est l'activité chimique de différents additifs soufrés aux alentours de la zone de contact et permet de prédire l'efficacité d'un additif donné lors de son application.

La lubrification par l'intermédiaire de l'outil ou par la pénétration partielle de l'additif sous forme gazeuse a été posée comme modèle d'action du lubrifiant en fraisage dans la plage des sollicitations modérées. La performance des additifs est constatée, en particulier de l'additif ADDS1 (pentasulfure), en terme d'énergie spécifique de coupe et d'usure des fraises ; une lame mince réalisée sur la surface du copeau de fraisage obtenu avec cet additif est analysée. Toutefois, les contradictions entre les informations issues de l'analyse des copeaux et des fraises obligent à s'interroger sur la pertinence du mécanisme proposé :

- il est probable que le film "soufré" formé sur la surface des copeaux ne soit pas issu du frottement ; la pénétration de l'additif dans la zone de contact est donc remise en question,
- toutes les fraises font état de la présence du transfert métallique et quasiment dans les mêmes quantités ; par conséquent, il ne peut s'agir uniquement de lubrification par transfert métallique ; puisque les mélanges présentent des performances différentes, l'effet de l'additif doit être associé à une "certaine" performance chimique réalisée au cours de l'opération de fraisage dans la zone de coupe (réaction avec le transfert métallique ou avec le matériau de l'outil).

Si l'additif soufré arrive à pénétrer sous forme gazeuse à l'interface entre le copeau et la face de coupe de l'outil, ses produits de réactions sont probablement consommés au cours de l'opération de fraisage, et, par voie de conséquence, non détectables *a posteriori*. Les différences entre les efficacités des additifs soufrés testés lors des campagnes réalisées en fraisage peuvent ainsi être expliquées par leurs activités chimiques différentes et, par conséquent, par des taux de formation de produits de réactions distincts. Il est également possible que l'additif entre dans le contact uniquement du côté de la face de dépouille et c'est alors son action chimique à cet endroit-là qui a un impact important sur l'amélioration de la qualité d'usinage (baisse en terme d'énergie spécifique

de coupe et d'usure) ; l'analyse de surface de la pièce usinée est nécessaire pour pouvoir conclure davantage.

De plus, il est vrai que l'additif sous forme gazeuse (même à faible pression de gaz) améliore le frottement sans avoir forcément contribué à une diminution considérable du coefficient de frottement – ce qui a été démontré par la modélisation expérimentale effectuée au TEC. Cela permet d'ailleurs de supposer que la performance qu'apporte l'additif sous forme gazeuse en terme d'énergie spécifique de coupe (réduction du frottement) n'est pas nécessairement remarquable.

Compte tenu de la valeur élevée du coefficient de frottement obtenu pendant le test de frottement à 500 °C au TEC avec l'additif ADDS1 (pentasulfure) sous forme gazeuse, sa pénétration dans la zone de coupe pourrait même être envisagée en coupe orthogonale, en attribuant les valeurs obtenues en coupe orthogonale pour les coefficients de frottement modélisés ($\mu_{Fdc} \approx 0,5$ et $\mu_{Fdd} \approx 0,7$) à l'effet du lubrifiant (tournage 2D). Toutefois, en considérant que l'action hypothétique du lubrifiant diminue autant le frottement que l'adoucissement thermique du matériau lors de l'opération réalisée à sec (les coefficients de frottement modélisés étaient comparables), son effet bénéfique serait alors négligeable.

IV.3.4. MECANISMES D'ACTION PHYSICO-CHIMIQUE DES ADDITIFS EN FONCTION DES SOLlicitATIONS MECANIQUEs ET THERMIQUEs ENGENDREES DANS LES PROCEDES DE FABRICATION

IV.3.4.1. Relation entre la structure chimique et l'efficacité en fraisage

- *Genèse des sulfures*
- *Pourquoi les sulfures de fer améliorent-ils le frottement et protègent-ils contre l'usure sévère ?*

Les sulfures de fer sont des minéraux trouvés abondamment dans la nature et définis par la structure chimique générale Fe_xS_y . Leur stœchiométrie varie en fonction des conditions de leur formation (essentiellement de la température et de la pression). Les deux domaines de la science qui s'intéressent particulièrement aux sulfures de fer sont ainsi la géologie et la minéralogie. Les nombreuses études réalisées [TOU_64, BUC_87, NES_94, PRA_94, HU_06, MUR_08] apportent des connaissances considérables sur leur comportement thermo-chimique, leur décomposition et leur mode d'oxydation. Toutes ces études portent sur trois types de sulfures : **la pyrite, de formule FeS_2 , le type de sulfure le plus répandu dans la nature ; la troilite, de formule FeS ; et la pyrrhotite, de formule $Fe_{1-x}S$ (où $0 < x < 0,125$)** [THO_03, RIC_07]. Le diagramme de phases Fe-S, présenté sur la **Figure IV-11 (1)**, illustre les domaines d'existence des différents types de sulfures [LAM_80].

Les sulfures de fer se caractérisent par différents types de structures cristallographiques. La troilite (sulfure de fer FeS) possède une structure hexagonale compacte (HC – type NiAs) (cf. Figure IV-11 (2)). Ce type de structure cristallographique se caractérise par une faible résistance au cisaillement (suivant les plans cristallographiques) et un point de fusion élevée (1100 °C) [WAN_05]. Il s'agit d'ailleurs de la même structure cristallographique que celle du très bon réducteur de frottement MoS_2 . Certaines variantes de **la pyrrhotite (sulfure de fer $Fe_{1-x}S$ où $0 < x < 0,125$) peuvent posséder également la même structure que la troilite (sulfure de fer FeS).**

La pyrite (sulfure de fer FeS_2) se caractérise quant à elle par une structure cubique à faces centrées (CFC – type NaCl) [LEI_03] (cf. Figure IV-11 (3)). Elle serait donc plus difficile à cisailier et par conséquent moins performante que le sulfure de fer FeS en tant que lubrifiant solide [TAN_07]. Le point de fusion du FeS_2 est proche de celui du FeS .

Les sulfures de fer améliorent le frottement mais cela ne se traduit pas forcément par un coefficient de frottement très faible (cf. Figure IV-8 (1) et (3)) ; le FeS , pouvant se caractériser comme la troilite par une structure cristallographique du type hexagonale compacte, serait néanmoins meilleur réducteur de frottement que le FeS_2 (structure de la pyrite – CFC). Grâce à leur

point de fusion élevée, dans les conditions de frottement très sévères, les sulfures de fer protègent efficacement les surfaces contre leur soudure.

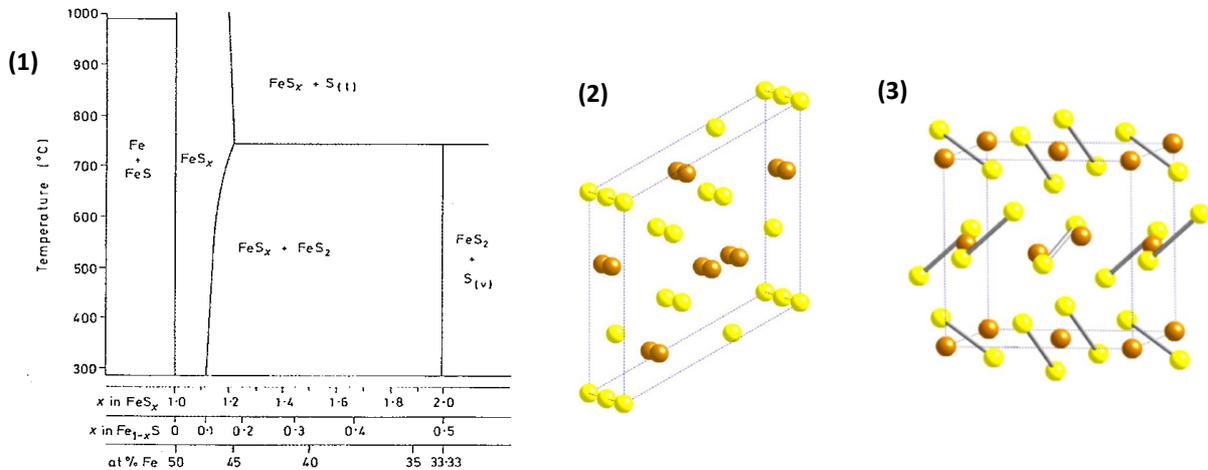


Figure IV-11 : (1) Diagramme des phases Fe-S [LAM_80], Structure cristallographique : (2) de la troilite (HC), (3) de la pyrite (CFC) [MUR_08] (S en jaune, Fe en marron)

- **Quel type de sulfures est responsable de la lubrification en fraisage ?**
- **Quel rôle attribuer aux sulfures de fer FeS₂ ?**

Une étude particulièrement intéressante réalisée récemment démontre qu'il est possible que les deux types distincts de sulfures soient formés lors de la lubrification avec les additifs soufrés suivant les différentes conditions de température, de pression du contact et de frottement [NAJ_03]. Dans les conditions de frottement moyennement sévères, telles que dans le domaine d'application des additifs anti-usure, les films formés par les additifs soufrés seraient essentiellement constitués de sulfures de fer FeS₂, de petites quantités de sulfures de fer FeS et de sulfates. Dans les conditions plus sévères, c'est-à-dire dans les conditions de fonctionnement des additifs extrême-pression, la présence de sulfures de fer FeS serait prédominante ; la transition du FeS₂ en faveur du FeS ou la réaction directe du soufre provenant de la décomposition de l'additif avec le fer métallique pourrait en être l'origine [NAJ_03]. Selon le diagramme d'Ellingham-Richardson (cf. Annexe IV § IV.5) établi pour les différents types de sulfures, les sulfures FeS sont plus stables que les sulfures FeS₂ (l'enthalpie libre de formation du FeS est plus faible que celle du FeS₂). Les FeS₂ peuvent donc subir une réduction pour former les FeS.

L'observation réalisée par [NAJ_03] est corrélée par le diagramme de phases Fe-S-O, présenté sur la **Figure IV-12**, réalisé par [WAT_00] en s'appuyant sur les données thermodynamiques des sulfures de fer. Selon *Watanabe et al.*, les sulfures de fer FeS sont formés sur le fer métallique alors que les sulfures de fer FeS₂ sont présents sur la surface oxydée ou coexistent avec les sulfures de fer FeS. Lorsque l'oxyde de fer n'est pas entièrement enlevé, dans les conditions de frottement moyennement sévères, cela peut se traduire par la présence plus importante de sulfures de fer FeS₂. En revanche, dans les conditions de frottement très sévères, la surface fraîche créée est plus étendue, ce qui peut expliquer la prépondérance des sulfures de fer FeS.

En fraisage, l'efficacité de l'additif dépend essentiellement de sa capacité à libérer et fournir le soufre qui passera ensuite la surface métallique en formant les sulfures de fer du type FeS et FeS₂, avec une forte prédominance pour les premiers cités (cf. Tableau IV-4) ; ceci est en accord avec les mécanismes d'action des additifs soufrés proposés dans la littérature (cf. I.3.6. Mécanismes d'action des additifs soufrés). La surface fraîche omniprésente ainsi que les sollicitations importantes générées aux interfaces pièce usinée-outil-copeau seraient les deux paramètres principaux déterminant l'activité du soufre en fraisage sous forme de sulfures de fer FeS. La

formation des sulfures de fer FeS a été confirmée par l'analyse des surfaces des copeaux et des outils. Les sulfures de fer FeS₂ sont détectés dans la limite de sensibilité et uniquement sur les surfaces des copeaux ; ils ont donc probablement peu d'influence sur le comportement tribologique des additifs. L'analyse de la lame mince du copeau indique la présence de zones présentant vraisemblablement une structure cristallographique proche d'une structure hexagonale, et pouvant confirmer ainsi la présence du FeS dans le film soufré.

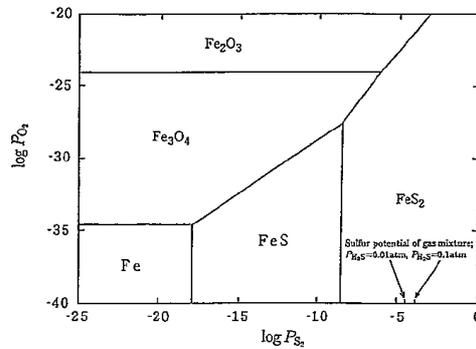


Figure IV-12 : Diagramme de phases Fe-S-O [WAT_00]

La formation de sulfures du type FeS₂ est plus marquée sur le substrat utilisé pendant le test de frottement dans le cas de la modélisation réalisée au TEC. Cela peut s'expliquer, d'une part, par des conditions de test moins sévères par rapport à celles de la coupe et, d'autre part, par l'environnement particulier de l'expérience, car réalisée sous atmosphère quasiment inerte (sous vide partiel) ; le sulfure de fer FeS₂ peut être transformé en sulfure de fer FeS au contact de l'air.

Le **Tableau IV-4** récapitule les informations essentielles obtenues pendant l'analyse XPS des surfaces des copeaux. Pour ce qui concerne l'analyse des outils, elle s'avère peu concluante car les quantités de sulfures de fer FeS discernées sur leurs surfaces sont très faibles et du même ordre de grandeur. L'action physico-chimique des additifs sur les faces de l'outil a été discutée auparavant (cf. III.3.4.2. Analyse des fraises).

L'additif ADDS1 (pentasulfure) est classé comme le plus efficace en terme de baisse de l'énergie spécifique de coupe et de l'usure (cf. Figure IV-1). C'est un additif qui forme le film soufré le plus épais et avec lequel la quantité de sulfures de fer FeS détectée sur la surface des copeaux est la plus importante (cf. Tableau IV-4). En considérant que le film soufré sur la surface des copeaux est formé par la diffusion thermique, l'épaisseur du film sur les copeaux peut donc être reliée à la facilité avec laquelle l'additif donné a pu libérer son soufre et à la réactivité de la surface envers ce soufre ; on constate que plus le film soufré a une épaisseur importante, plus l'additif est efficace en fraisage.

Le premier facteur qui joue en faveur de la performance de l'additif ADDS1 (pentasulfure) est sa **teneur en soufre** – deux fois plus importante que pour les additifs moins performants tels que l'additif ADDS2 (triglycéride soufré) et l'additif ADDS3 (ester méthylique soufré) (cf. Tableau III-1) – et **la façon dont ses atomes sont liés dans sa molécule**. Au moment de la décomposition de l'additif (rupture de liaisons chimiques), la molécule de l'additif ADDS1 fournit la quantité la plus importante de soufre car elle contient potentiellement plus de liaisons S-S faciles à rompre. L'ATG/IR montre que ces trois additifs perdent le soufre sous la même forme (SO₂) et dans la même plage de températures, mais la quantité de soufre délivrée n'y est pas quantifiée.

	Sulfures détectés	Observations caractéristiques par rapport à chaque additif
ADDS1 (pentasulfure)	FeS / (traces FeS₂)	<ul style="list-style-type: none"> Quantité de soufre détectée la plus importante
ADDS1 + CP (pentasulfure+CP)	FeS / (traces FeS₂)	<ul style="list-style-type: none"> Quantité de soufre détectée la plus importante Le film soufré formé est cependant presque deux fois moins épais que celui formé avec l'additif ADDS1 seul
ADDS2 (triglycéride soufré)	FeS / (traces FeS₂)	<ul style="list-style-type: none"> Deux fois moins de FeS qu'avec ADDS1 Le film soufré formé est au moins deux fois moins épais que celui formé avec l'additif ADDS1 seul Deux fois plus d'additif adsorbé que pour ADDS1 Plus riches en composés contenant de l'oxygène et du carbone (du type C-O, C=O)
ADDS3 (ester méthylique soufré)	FeS / (traces FeS₂)	<ul style="list-style-type: none"> Deux fois moins de FeS qu'avec ADDS1 Le film soufré formé est au moins deux fois moins épais que celui formé avec l'additif ADDS1 seul Deux fois plus d'additif adsorbé que pour ADDS1 Plus riche en composés contenant du carbone (du type C-H, C-C)
ADDS4 (dithiocarbamate)	(sulfures en traces)	<ul style="list-style-type: none"> Formation essentiellement d'oxydes de fer

Tableau IV-4 : Informations essentielles obtenues pendant l'analyse XPS des surfaces des copeaux issus du fraisage

La **Figure IV-13** montre la teneur en soufre actif en pourcentage par rapport au soufre total de l'additif en fonction de la température selon la norme [ASTM D-1662] (cf. Annexe III § III.2). Cette analyse supplémentaire confirme que **l'additif ADDS1 (pentasulfure) "apporte" à la surface une quantité plus importante de soufre actif (soufre libre)** par rapport aux **deux autres additifs** ; les molécules des additifs ADDS2 (triglycéride soufré) et ADDS3 (ester méthylique soufré) renferment quasiment la même quantité de soufre actif, ce qui peut expliquer leurs performances similaires (en terme d'énergie spécifique de coupe).

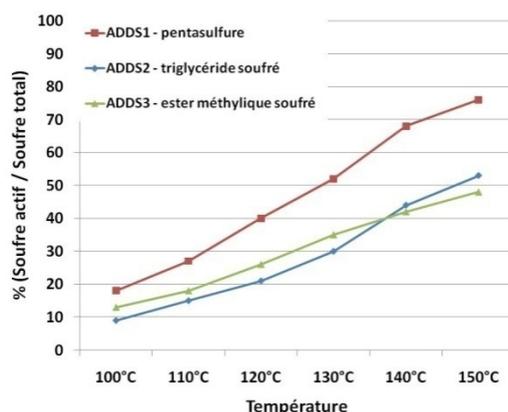


Figure IV-13 : Teneur en soufre actif pour trois additifs testés selon la méthode ASTM D-1662

L'importance de la nature de la liaison de l'atome de soufre dans la molécule soufrée est démontrée par **l'additif ADDS4 (dithiocarbamate)**, dont l'inefficacité en fraisage a été explicitée. Même si sa teneur en soufre dans sa molécule est la même que celle de l'additif ADDS1 (pentasulfure), le soufre n'est pas du tout labile et il n'est pas relâché à temps. L'ATG/IR montre que son soufre ne se libère pas de la même façon que celui des autres additifs ; l'additif ADDS4 (dithiocarbamate) le perd sous forme du disulfure de carbone (CS₂). Sachant que lors de la

coupe, l'oxyde superficiel natif du matériau usiné est enlevé, l'additif ADDS4 (dithiocarbamate) n'étant pas capable de former de couche organique protectrice ni de film de sulfures de fer FeS (les sulfures sont détectés à l'état de traces), il se comporte probablement comme "un catalyseur" de la formation d'une nouvelle couche d'oxyde ; la quantité d'oxyde formé par cet additif est incontestablement plus importante que celle formée avec l'huile de base seule (HB Yu4) (cf. Figure II-13).

La structure chimique générale de l'additif est un deuxième facteur ayant une importance sur sa performance en fraisage. Les additifs ADDS2 (triglycéride soufré) et ADDS3 (ester méthylique soufré) se caractérisent par de longues chaînes organiques – et l'additif ADDS2 plus particulièrement – contenant des groupes fonctionnels du type carboxyle et ester respectivement. La dégradation thermique indique la présence de ces différents groupes organiques dans le lubrifiant. Une compétition d'adsorption entre ces groupements et le soufre peut avoir lieu vis-à-vis de la surface métallique. Si cette rivalité est suffisamment forte, la réaction du soufre avec la surface peut être empêchée et la performance finale du lubrifiant par conséquent abaissée. D'ailleurs, la présence de composés à base de carbone ou d'oxygène est beaucoup plus marquée sur les surfaces formées avec les additifs ADDS2 (triglycéride soufré) et ADDS3 (ester méthylique soufré) (cf. Tableau IV-4).

▪ **Quelles sont les circonstances de la formation des produits soufrés oxydés et des autres produits soufrés chimisorbés ?**

Les composés soufrés oxydés tels que les sulfates ou sulfites semblent être accumulés dans les couches extrêmes des surfaces analysées. Ils sont attribués majoritairement soit à l'oxydation des sulfures de fer FeS/FeS₂ ou de l'additif chimiquement adsorbé sur la surface ultérieurement à l'usinage, soit aux réactions oxydatives qui pourraient avoir lieu au cours de l'opération de fraisage.

Plusieurs modes d'oxydation des sulfures de fer ont été identifiés dans la littérature. Ils ne sont certainement pas exhaustifs car ils dépendent considérablement des conditions dans lesquelles la réaction entre le soufre et l'oxygène se produit (concentration de l'oxygène, température etc.). Les trois produits principaux de l'oxydation de sulfures FeS et FeS₂ énumérés dans ces études sont : les hydroxydes de fer [BRO_80, PRA_94], les oxydes de fer [BUC_87, WAT_00, HU_06] et les sulfates [BRO_80, BUC_87, PRA_94, HU_06]. *Pratt et al.* suggèrent que l'oxydation des sulfures de fer FeS se déroule sous forme de transition du soufre par les différents états de son oxydation, suivant le schéma : FeS (S²⁻) < FeS₂ < soufre élémentaire < sulfite < sulfate (S⁶⁺). On constate donc que la nature des composés du soufre et du fer détectés sur les surfaces analysées dans le cadre de cette étude est bien en cohérence avec les produits d'oxydation cités dans ces références bibliographiques (cf. III.3.4. Analyse physico-chimique des copeaux et des fraises).

A titre d'exemple, la **Figure IV-14** présente les deux spectres XPS du soufre obtenus pendant l'analyse réalisée à un an d'intervalle de la surface de deux copeaux obtenus au cours du même essai en fraisage. L'évolution du spectre reflétée par la contribution plus importante d'espèces soufrées oxydées (sulfites, sulfates) met en évidence le phénomène d'oxydation progressive que subissent les espèces soufrées sur la surface du copeau. Le spectre plus bruité obtenu sur la surface du copeau analysé un an plus tard résulte du signal plus faible du soufre (la quantité de soufre détectée est plus faible et/ou la couche de contamination est plus significative).

Ce spectre illustre de nouveau la prédominance des sulfures de fer FeS sur les surfaces analysées. Le FeS se caractérise par une haute résistance à l'oxydation ; il sera donc transformé en composés soufrés oxydés beaucoup plus lentement que le FeS₂ ; [BRO_80] remarque ainsi que l'oxydation complète du FeS₂ en sulfates se produisant en seulement 200 jours.

Il est peu probable que l'additif puisse résister à la dégradation thermique complète aux alentours de la zone de coupe. Cependant toutes les molécules de l'additif présentes dans le lubrifiant ne sont pas décomposées forcément au même moment. La présence de l'additif adsorbé chimiquement sur les surfaces des copeaux ou des outils peut correspondre à l'adsorption de molécules des additifs décomposées partiellement, plutôt postérieurement à l'usinage, dans les

zones moins chargées où la température n'était pas suffisante pour briser complètement toutes les liaisons chimiques des additifs.

Une quantité plus importante de la composante correspondant à l'additif adsorbé est observée sur les surfaces des copeaux obtenus avec les additifs ADDS2 (triglycéride soufré) et ADDS3 (ester méthylique soufré) (cf. Tableau IV-4). Ces deux additifs, issus des esters d'acides gras soufrés dans des conditions moyennement sévères, dans une plage de température assez faible 200 °C-300 °C, sont connus pour avoir un comportement d'additif d'onctuosité (cf. I.3.3. Additifs anti-usure (AU) et extrême-pression (EP)). Le moment dipolaire, plus important pour leurs structures chimiques riches en composés organiques, renforce leur activité d'adsorption par rapport à celle de l'additif ADDS1 (pentasulfure) ou de l'additif ADDS4 (dithiocarbamate).

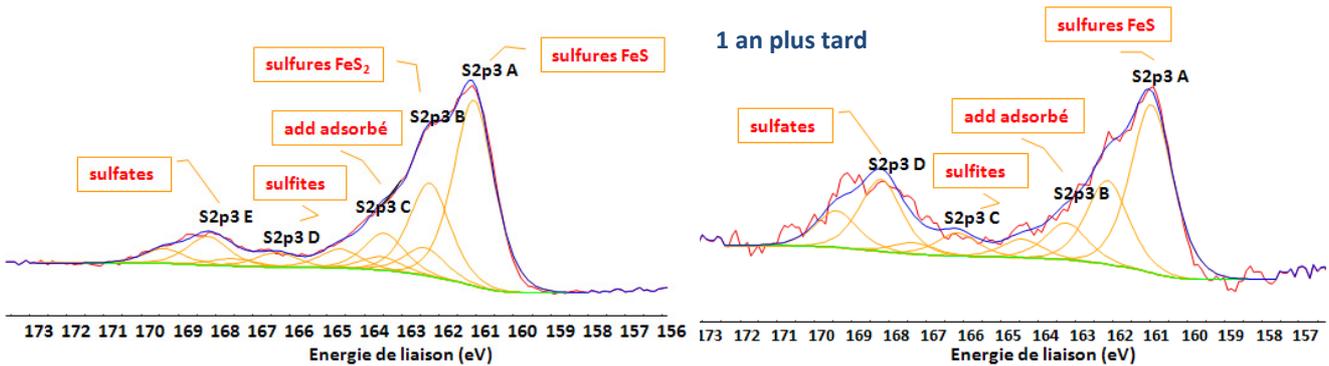


Figure IV-14 : Spectres XPS du soufre ($S_{2p_{3/2}}$) obtenus pendant l'analyse réalisée dans l'espace d'un an des surfaces de deux copeaux obtenus avec l'additif ADDS1 (pentasulfure) issu du même essai en fraisage

- *Est-ce que les composés organiques peuvent avoir un effet perturbateur dans le cas de la coupe ?*
- *Compte tenu de la présence d'oxygène et de carbone au travers de la surface, est-ce que le soufre et l'oxygène entrent en compétition ?*

La compétition d'adsorption a été déjà mentionnée comme l'un des deux facteurs pouvant jouer sur la performance de l'additif soufré dans le cas de l'usinage. Cette compétition peut se produire entre les éléments organiques (essentiellement à base d'oxygène) et les atomes du soufre résultant de la décomposition de l'additif. L'incorporation dans un mélange d'un autre élément agissant au niveau des surfaces (par adsorption) peut également déclencher des interactions antagonistes (cf. I.3.7. Paramètres à prendre en compte). Les deux mélanges contenant des corps gras (HB Yu4+ADDS1+CP, HB Yu4+ADDS2) sont ainsi moins performants pendant l'essai d'usure des fraises et mettent effectivement en évidence une action perturbatrice liée à leur concentration en composés organiques supérieure par rapport aux autres mélanges.

La **Figure IV-1** démontre la légère baisse de la performance (en terme d'énergie spécifique de coupe et d'usure de l'outil) du mélange HB Yu4+ADDS1+CP (pentasulfure+CP) par rapport à celle du mélange contenant uniquement l'additif ADDS1 (pentasulfure). Le fait d'ajouter un "confort pack" à l'additif ADDS1 (pentasulfure) perturbe l'action du soufre de l'additif, qui rencontre alors plus de difficultés pour atteindre la surface. A titre d'exemple, le film soufré formé sur la surface du copeau obtenu avec le mélange HB Yu4+ADDS1+CP (pentasulfure+CP) est moins épais que celui formé par l'additif ADDS1 (pentasulfure) seul (cf. Tableau IV-4). Cependant la composition générale des surfaces usinées avec ces deux mélanges étant quasiment identique, la compétition du soufre et du "CP" auprès de la surface est difficile à prouver (cf. Tableau III-5).

Des conclusions similaires sont tirées lors de l'analyse de la performance des additifs ADDS2 (triglycéride soufré) et ADDS3 (ester méthylique soufré). L'efficacité de ces deux additifs est plutôt comparable en terme d'énergie spécifique de coupe ; cependant l'additif ADDS2 (triglycéride soufré) semble protéger moins efficacement contre l'usure que l'additif ADDS3 (ester méthylique

soufré) (cf. Figure IV-1). Cet écart dans la performance de l'additif ADDS2 (triglycéride soufré) en terme d'usure peut être expliqué par son comportement thermique singulier (cf. IV.2.3. Résistance des additifs à la dégradation). L'additif ADDS3 (ester méthylique soufré) subit une dégradation instantanée alors que l'additif ADDS2 (triglycéride soufré) se caractérise par deux paliers de décomposition. Puisque les sollicitations engendrées aux alentours de la face de dépouille de l'outil sont moins sévères que celles près de sa face de coupe (cf. Figure I-1 (1)), il est probable que, n'étant pas complètement décomposé, l'additif ADDS2 (triglycéride soufré) agisse préférentiellement par adsorption, la forte activité des composés organiques à proximité de la face de dépouille de l'outil empêche alors l'action du soufre et provoque une usure plus importante. L'additif ADDS3 (ester méthylique), se caractérisant par une structure chimique plus "allégée" par rapport à celle de l'additif ADDS2 (triglycéride soufré), se dégrade plus tôt en permettant au soufre de réagir avec la surface de la même façon qu'à proximité de la face de coupe de l'outil.

IV.4.3.2. Relation entre la structure chimique et l'efficacité en taraudage par déformation

- **Quel est le rôle du soufre dans les réactions tribochimiques en taraudage par déformation ?**

En taraudage par déformation, des quantités très faibles du soufre et essentiellement sous forme adsorbé sont détectées lors l'analyse XPS des surfaces de filets formés avec les deux additifs les plus efficaces – l'additif ADDS2 (triglycéride soufré) et l'additif ADDS3 (ester méthylique soufré) (cf. Figure IV-1). La structure chimique des esters d'acides gras soufrés est à l'origine de leur efficacité remarquable : elle leur donne, en plus des propriétés extrême-pression apportées par le soufre, des propriétés d'onctuosité et de réducteur de frottement (cf. Figure I-13).

Le mode d'action des additifs d'onctuosité consiste en la formation de couches monomoléculaires, de très faible épaisseur, suffisamment solides pour pouvoir supporter des pressions considérables, mais peu résistantes à la température. La performance de ces couches adsorbées repose, d'une part, sur les forces d'adhésion entre les groupes polaires des molécules et la surface, et d'autre part, sur les forces de cohésion latérales entre les chaînes organiques [BOE_98, AYE_01]. Leur fonctionnement est limité ainsi par la température de fusion de la couche qui généralement ne dépasse pas 200 °C [BOE_98] ; quand la température devient trop importante, les couches formées sont "balayées" de la surface. Toutefois, lorsque l'additif d'onctuosité n'est plus en mesure de former de films simplement adsorbés, il peut, selon sa structure chimique, se décomposer partiellement et réagir avec la surface par chimisorption en formant un savon métallique. Son domaine de fonctionnement peut être encore étendu par l'introduction, par exemple, d'un atome de soufre dans la molécule. Dans les conditions extrême-pression, la libération du soufre donnera naissance à des sulfures métalliques qui protégeront contre la soudure de surfaces.

Malgré l'effet incontestable de la partie organique des molécules des additifs sur leur performance en taraudage par déformation, le soufre joue un rôle important dans cette technique d'usinage. Un essai complémentaire avec l'huile de base (HB Yu4) contenant uniquement des corps gras non soufrés, a été effectué en démontrant clairement la très faible performance de cette formulation (comparable à l'huile de base HB Yu4 toute seule). Un mode d'action des additifs d'onctuosité basé uniquement sur l'adsorption physique paraît peu probable. La présence d'un élément chimiquement actif tel que le soufre dans les réactions de lubrification en taraudage par déformation semble donc être indispensable.

Le soufre assure deux fonctions dont l'effet est déterminant sur la performance du lubrifiant : il participe d'une part à la formation d'un film solide chimisorbé qui diminue le frottement et garantit d'autre part la formation de sulfures métalliques pour se prémunir contre l'usure adhésive. Dans la plage de sollicitations modérées générées en taraudage par déformation, en fonction de la structure chimique et du comportement thermique de la molécule soufrée donnée, les additifs testés choisissent préférentiellement l'un ou l'autre des chemins de réaction possibles. La formation de la couche chimisorbée est beaucoup plus prononcée pour les additifs faisant partie des

mélanges les plus efficaces (HB Yu4+ADDS2, HB Yu4+ADDS3 et HB Yu4+ADDS1+CP), tandis que l'additif ADDS1 (pentasulfure) forme prioritairement des sulfures métalliques.

- ***Pourquoi les sulfures métalliques formés avec l'additif ADDS1 (pentasulfure) réduisent moins le frottement que les produits de réactions à base d'oxygène et de carbone tels que ceux des additifs ADDS2 (triglycéride soufré) et ADDS3 (ester méthylique soufré) ?***

Le taraudage par déformation est une technique s'apparentant plutôt aux techniques de mise en forme, avec une vitesse de glissement des surfaces et une température plus faibles et des pressions plus modérées qu'en coupe.

Les additifs ADDS2 (triglycéride soufré) et ADDS3 (ester méthylique soufré), se caractérisant par une polarité élevée, sont censés, dans un premier temps, s'adsorber chimiquement à la surface par leurs groupes fonctionnels – tels que les groupes carboxyles (ADDS2) ou ester (ADDS3) – et réagir ensuite avec la surface métallique en formant des savons métalliques ; les surfaces des filets formés avec ces deux additifs indiquent la présence de soufre adsorbé et non pas sous forme de sulfures métalliques. La température en taraudage par déformation ne s'élève probablement pas au-delà de 150 °C-200 °C, car ces deux additifs n'ont pas subi de dégradation thermique complète (cf. Tableau IV-1) ; cette plage de températures correspond également au domaine d'activité des additifs d'onctuosité selon la **Figure I-13** et est cohérente avec les températures mesurées en taraudage par déformation par [FRO_04]. Il est cependant admis que les savons métalliques sont formés par réaction avec des hydroxydes ou oxydes métalliques [BOE_98]. Puisque la surface créée en taraudage par déformation est majoritairement fraîche, elle doit être tout d'abord passivée avec une couche d'oxyde. Il est très probable que, dans les conditions modérées caractérisant le taraudage par déformation, le soufre "piégé" dans la molécule de l'additif ne soit pas très réactif vis-à-vis la surface ; l'oxygène provenant du lubrifiant réagit en premier avec la surface métallique pour former des oxydes sur la surface de filets, d'ailleurs indispensables pour que la chimisorption de la molécule de l'additif puisse avoir lieu. L'oxyde ainsi formé est ensuite réceptif à l'adsorption de groupements de l'additif contenant de l'oxygène (carboxyles ou ester), suivie de l'adsorption du soufre ; c'est un mécanisme qui correspond bien à l'actions des additifs soufrés en tant qu'additifs AU (cf. I.3.6. Mécanismes d'action des additifs soufrés).

La modélisation expérimentale de la formation des films de frottement réalisée au TEC montre que les sulfures de fer peuvent améliorer le frottement mais ne baissent pas le coefficient de frottement significativement par rapport aux additifs réducteurs de frottement traditionnels. Contrairement aux sulfures, le "tapis" constitué d'une (mono)couche de chaînes hydrocarbonées adsorbées peut réduire efficacement la surface métallique en contact et constituer une interface à plus faible résistance de cisaillement que celle de sulfures de fer [BOE_98].

Les additifs ADDS1 (pentasulfure) ou ADDS4 (dithiocarbamate) possèdent des structures chimiques peu polaires (sans groupements carboxyles ou ester) et des chaînes hydrocarbonées très réduites ; ils ne peuvent donc pas créer de couches réductrices de frottement à la manière des deux autres additifs ADDS2 et ADDS3. L'additif ADDS1 (pentasulfure) est un additif qui contient une quantité importante de soufre actif. Quelles que soient les conditions de son utilisation (coupe ou taraudage per déformation), il forme essentiellement des sulfures de fer FeS. Cette information est cohérente avec son comportement thermique observé lors de l'ATG/IR. Cet additif se décompose à la température la plus basse de tous les additifs testés et fournit aussitôt du soufre libre et très actif (cf. Figure IV-13) pour réagir avec la surface métallique. D'autre part, il est peu probable que l'additif ADDS4 (dithiocarbamate) aie un comportement différent de celui en coupe, car si son soufre n'est pas actif en cas de sollicitations sévères, il ne sera pas plus performant aux sollicitations modérées. Il ne pourra pas former non plus de couche protectrice organique, car elle est strictement liée à la structure chimique de l'additif. De la même façon qu'en fraisage, cet additif forme des oxydes métalliques dans une quantité beaucoup plus importante que les autres additifs. Dans ce cas

particulier, cette couche semble avoir un effet positif sur la performance lubrifiante du mélange HB Yu4+ADDS4 (dithiocarbamate) car le couple de taraudage est baissé de 15%.

▪ **Comment expliquer l'efficacité du mélange ADDS1+CP (pentasulfure+CP) ?**

A l'exception des additifs ADDS1 (pentasulfure) et ADDS4 (dithiocarbamate), des sollicitations différentes par rapport à celles rencontrées en coupe donnent naissance à des produits de réactions des additifs différents. Cela est notamment le cas pour le mélange HB Yu4+ADDS1+CP (pentasulfure+CP) dont la performance est considérablement améliorée car le mélange contenant l'additif ADDS1 seul (HB Yu4+ADDS1) rejoint le niveau des mélanges les plus performants après avoir été complété par le "CP" (cf. Figure IV-1).

Alors que la formulation contenant uniquement l'additif ADDS1 (pentasulfure) n'est pas cotée parmi les plus efficaces, la formulation HB Yu4+ADDS1+CP (pentasulfure+CP) peut être qualifiée comme telle. Cette augmentation dans l'efficacité est attribuée essentiellement à l'addition de corps gras non soufrés. Leur implication dans les réactions tribochimiques en taraudage par déformation est confirmée par les différences significatives des compositions chimiques des filets formés avec les deux mélanges contenant l'additif ADDS1 (pentasulfure) : la surface du filet formé avec le mélange HB Yu4+ADDS1+CP (pentasulfure+CP) se caractérise d'une part par la présence au moins deux fois plus importante de composés ayant les liaisons C-O et O-C=O et, d'autre part, par l'activité moindre du soufre par rapport à la surface du filet formé avec la formulation contenant l'additif ADDS1 (pentasulfure) uniquement.

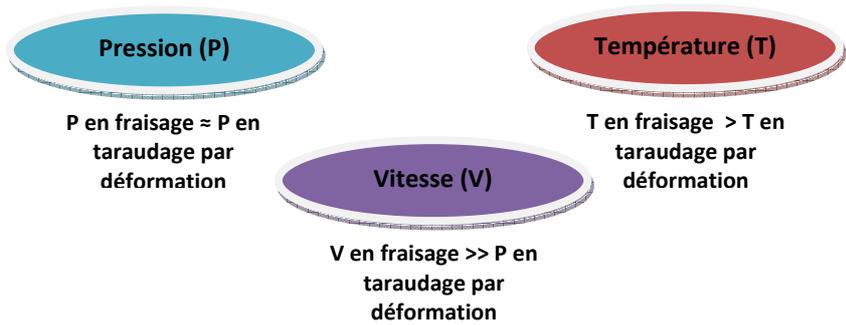
Le mélange d'un additif soufré puissant (ADDS1) et d'agents actifs aux surfaces (corps gras non soufrés) évoque la structure chimique des additifs ADDS2 (triglycéride soufré) et ADDS3 (ester méthylique soufré). La baisse du couple de taraudage de 30% pour le mélange HB Yu4+ADDS1+CP (pentasulfure+CP) devrait donc être attribuée à l'action commune du pentasulfure et des corps gras.

En fonction des sollicitations thermiques et mécaniques, les additifs soufrés peuvent avoir des mécanismes d'action singuliers ; cela implique souvent des écarts importants dans leur comportement tribologique et leur efficacité suivant l'application.

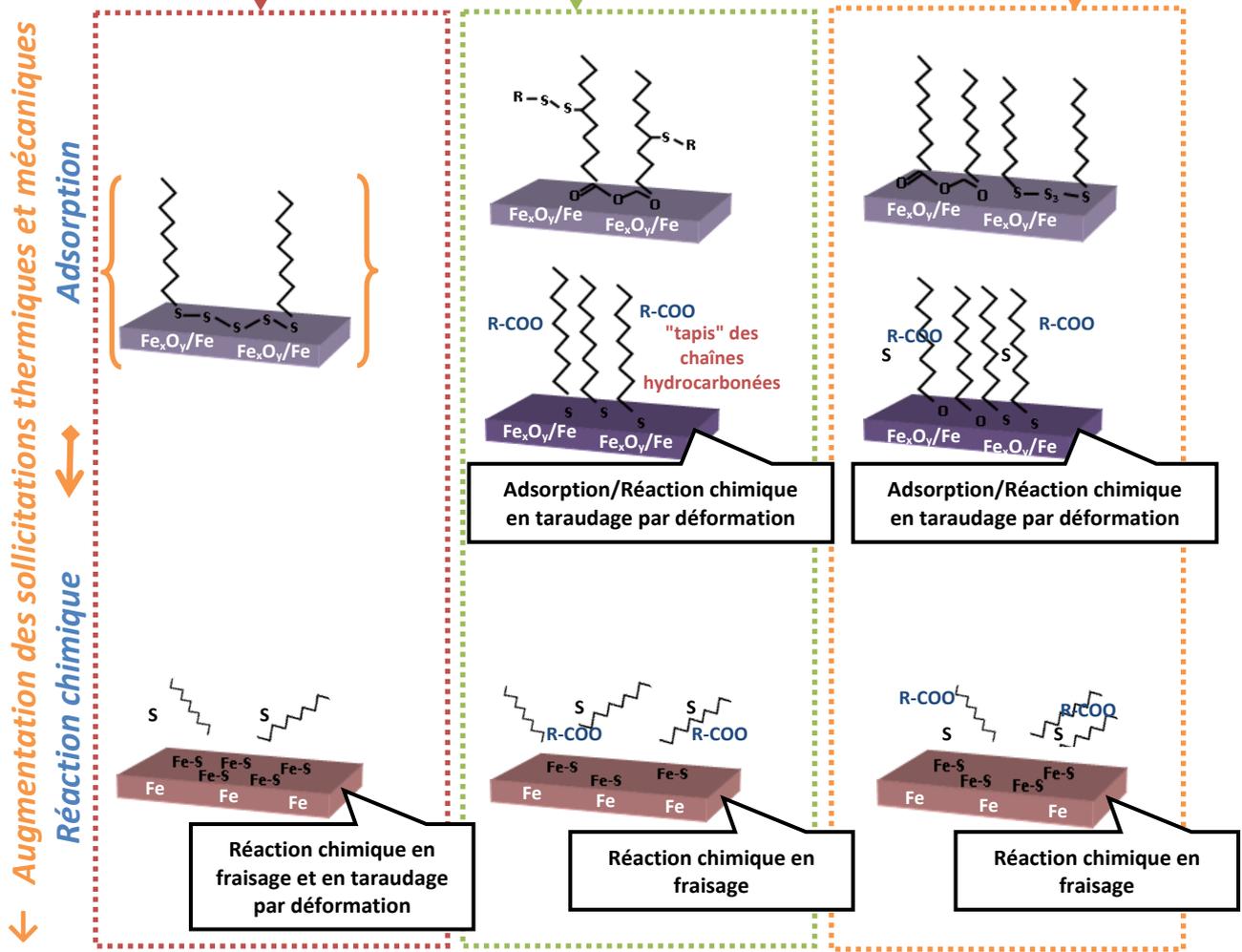
Le mode d'action d'un additif donné se décompose généralement en deux étapes : une adsorption physique (ou chimique) suivie d'une réaction chimique avec la surface. Le passage de l'adsorption vers la réaction se fait habituellement suite à l'augmentation de la sévérité des sollicitations. Cependant, selon les propriétés physico-chimiques de l'additif, telles que sa structure chimique, sa teneur en soufre, son comportement thermique ou son moment dipolaire, l'importance et la "durée" de chacune de ces étapes peuvent être différentes. Il est même possible que l'additif se décompose avant toute adsorption, en conduisant directement à la réaction chimique de ses produits de dégradation avec la surface métallique ; cela peut être notamment le cas des additifs utilisés dans les conditions très sévères de la coupe.

Un schéma, récapitulant les mécanismes d'action des différents additifs soufrés testés, dont les mécanismes ont été discutés dans ce chapitre, est présenté ci-après (cf. page suivante).

Pourquoi l'efficacité des additifs changent d'un procédé à l'autre ?



	ADDS1 (pentasulfure)	ADDS2 (triglycérade soufré)	ADDS3 (ester méthylique soufré)	ADDS4 (dithiocarbamate)	ADDS1+CP (pentasulfure+CP)
Fraisage	FeS	FeS (< que ADDS1)	FeS (< que ADDS1)	Oxydes métalliques (traces de sulfures de fer FeS)	FeS
Taroudage par déformation	FeS	Additif adsorbé + Composés organiques	Additif adsorbé + Composés organiques	Oxydes métalliques (traces de sulfures de fer FeS)	Additif adsorbé + Composés organiques



Conclusions finales

Choix de la molécule soufrée pour la coupe de métaux

L'additif soufré le plus efficace pour la coupe des métaux se caractérise par une forte concentration en soufre, libérable facilement (nombre important de liaisons S-S). Il faut que sa structure chimique soit simple afin d'éviter la compétition en adsorption entre ses produits de dégradation thermique, autres que le soufre, et les atomes de soufre. Il se décompose facilement ; il est donc actif dès les basses températures. Il gagne en efficacité rapidement et peut, par conséquent, être utilisé dans toutes les opérations d'usinage.

Parmi les additifs soufrés testés dans le cadre de cette étude et en tenant en compte de la comparaison de leurs performances en terme d'énergie spécifique de coupe et d'usure de l'outil, l'additif ADDS1 (pentasulfure) est désigné comme la molécule soufrée la plus efficace pour les huiles entières de coupe. Dans des conditions de coupe définies, il peut diminuer l'énergie spécifique de coupe d'environ 15% et au moins doubler la durée de vie de l'outil par rapport au fraisage à sec. C'est un résultat considérable, surtout en considérant qu'il s'agit d'un seul élément chimiquement actif (soufre) dans l'additif.

Pour les usineurs, l'augmentation de la durée de vie des outils par rapport à l'usinage à sec reste un motif primordial d'utilisation du lubrifiant.

Mécanisme de la lubrification lors de l'usinage des aciers prétraités

Le mécanisme général de la lubrification des fluides de coupe a été étudié en utilisant la molécule modèle – pentasulfure – afin d'apporter plus de connaissances sur les paramètres gérant l'action du lubrifiant dans les différentes applications d'usinage. Ces facteurs, dont l'importance paraît essentielle, peuvent être classés selon deux catégories, à savoir :

- les paramètres liés à la technique d'usinage choisie, tels que la continuité de la coupe, le matériau usiné, le matériau coupant, la géométrie de l'outil ou les conditions de coupe,
- les paramètres associés au lubrifiant lui-même, et en particulier aux additifs qui y sont incorporés, tels que la structure chimique de l'additif, sa teneur en élément chimique actif, son comportement thermique, sa réactivité vis-à-vis du matériau usiné et de l'outil coupant.

Parmi ces paramètres, la continuité de la coupe, la vitesse de coupe et la différence en terme de sollicitations engendrées lors de la création de la surface ont fait l'objet de discussion approfondie dans le cadre de cette étude, comme l'indique la **Figure C-1** ci-dessous.

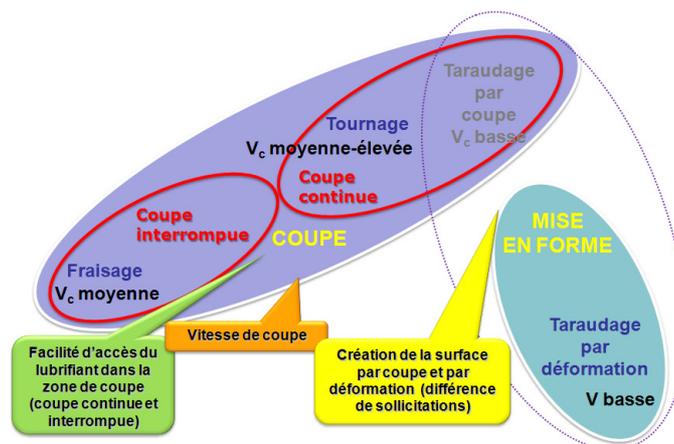


Figure C-1 : Etendue de l'étude et les paramètres étudiés

Pour conclure ce travail, un mécanisme général dit "tribo-chimique" de la lubrification lors de la coupe des métaux peut être proposé ; il est le résultat d'une analyse approfondie des nombreux tests d'usinage réalisés et des analyses physico-chimiques des pièces issues de ces tests, ainsi que des expérimentations complémentaires effectuées dans cette étude (modélisation en coupe

orthogonale en tournage, essais de frottement au Tribomètre à Environnement Contrôlé, analyse d'une lame mince de copeau).

Mécanisme "tribo-chimique" de la lubrification lors de la coupe de métaux

1^{er} CAS – Accès du lubrifiant très limité – ex. cas de l'usinage à grande vitesse de coupe, coupe continue

L'action du lubrifiant dans ce cas-là dépend essentiellement de l'activité chimique de l'additif (concentration en soufre, type de liaison dans la molécule soufrée); il s'agit de "produire" le maximum de sulfures métalliques possible avant la prochaine entrée de l'outil dans la matière.

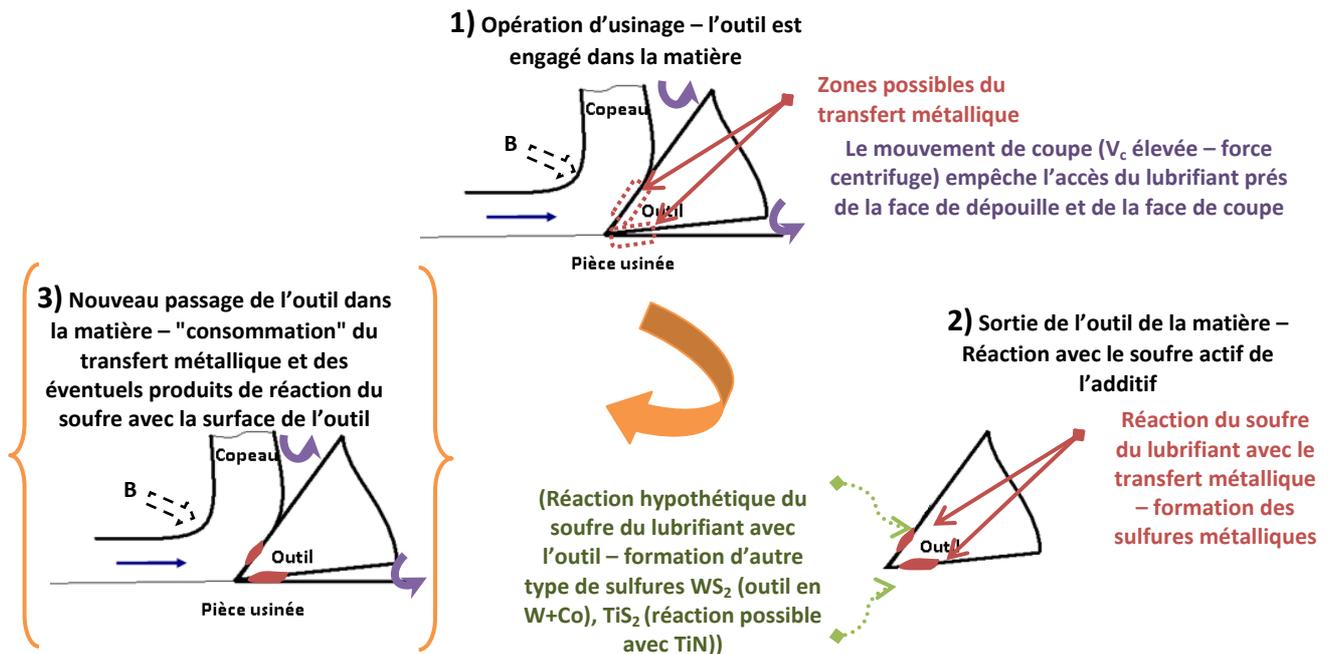


Figure C-2 : Mécanisme "tribo-chimique" de la lubrification à grande vitesse de coupe

2^{ème} CAS – Accès du lubrifiant facilité – ex. cas des opérations d'usinage réalisées à des vitesses de coupe basses et modérées, coupe interrompue

Au mécanisme proposé pour la lubrification par l'intermédiaire de l'outil (1^{er} CAS) s'ajoute la diminution de la zone de contact aux interfaces copeau-outil-pièce usinée et/ou l'action de l'additif grâce à sa possible pénétration sous forme gazeuse.

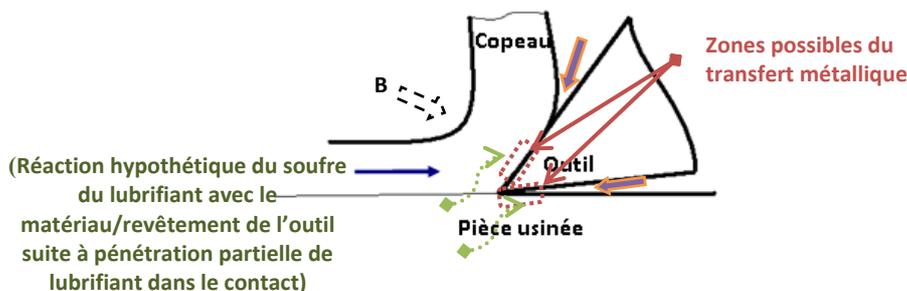


Figure C-3 : Mécanisme "tribo-chimique" complémentaire de la lubrification à des vitesses de coupe basses et modérées

La modélisation du frottement au tribomètre TEC montre que l'utilisation d'un additif soufré sous forme gazeuse, même à faible pression, peut améliorer le frottement bien que le coefficient de frottement reste relativement élevé. Cela peut suggérer que la performance du lubrifiant contenant l'additif soufré en terme d'efforts de coupe ne serait pas nécessairement toujours très significative. Le principe général suivant est donc proposé : en se basant sur les résultats obtenus en fraisage, la pénétration de l'additif aux deux interfaces de l'outil est avérée (du côté de la face de coupe et de la face de dépouille de l'outil ou uniquement du côté de la face de dépouille). Cependant, compte tenu d'une part de la présence du film soufré vraisemblablement formé thermiquement sur la surface du copeau obtenu en fraisage (lame FIB) et, d'autre part, des faibles différences relevées dans l'analyse des fraises utilisées avec les différents additifs testés lors de cette opération, les produits de réaction de l'additif ayant pénétré, qui déterminent véritablement son efficacité, sont intégralement consommés tout au long de l'opération.

Le refroidissement et la promotion de la déformation plastique (effet Reh binder) du côté extérieur du copeau (cf. effet en "B" indiqué sur les Figures C-2 et C-3 ci-dessus), mentionnées dans les modèles d'action du lubrifiant (cf. 1.2.3. Modèles d'action des lubrifiants vus par les mécaniciens, Figure I-11), sont considérés comme ayant un effet faible ou négligeable lors de l'usinage.

Perspectives de l'étude

- **Elargir l'étude aux opérations à basse vitesse de coupe – Taraudage par coupe, Perçage**

La perspective immédiate qui résulte de cette étude est d'évaluer les performances des quatre additifs soufrés dans les opérations à basse vitesse de coupe, telles que le taraudage par coupe (cf. Figure C-1). Premièrement, cela permettrait de rassembler des connaissances sur l'effet de la vitesse de coupe sur les performances des additifs à basse vitesse de coupe, et de compléter alors les conclusions de ce projet ; toute la plage des vitesses de coupe applicable à l'usinage des aciers pourrait ainsi être vérifiée. Deuxièmement, les mécanismes d'action des additifs pourraient être confrontés dans deux techniques d'usinage technologiquement très différentes (taraudage par déformation vs. taraudage par coupe), pour lesquelles les vitesses appliquées sont comparables, mais le mode de création des surfaces (déformation vs. coupe), la pression et la température générées sont différents.

- **Compréhension approfondie des phénomènes de la lubrification**

La géométrie de l'outil (coupe positive et négative) et la continuité de la coupe sont deux paramètres de coupe dont l'effet sur l'action du lubrifiant devrait être étudié plus profondément. Il existe également un besoin important de concevoir une expérience pouvant confirmer la pénétration effective de l'additif dans la zone de contact. A titre d'exemple, il pourrait s'agir d'une modification d'un "quick stop test" (QST) dans des conditions contrôlées et en présence du lubrifiant, dont le principe repose sur l'arrêt brusque de l'outil dans la matière au cours de la formation du copeau ; l'analyse de l'outil et du copeau "arrêté" en cours du frottement pourrait peut-être apporter la preuve recherchée de l'activité de l'additif dans la zone de contact lors de la coupe.

Le transfert métallique sur l'outil est considéré comme fondamental dans le modèle de la lubrification "tribo-chimique" proposé dans cette étude ; il serait donc pertinent d'effectuer des analyses plus poussées de ce transfert, notamment par la réalisation d'une lame mince sur la surface des outils.

- **Nouvelles formulations binaires, ternaires jusqu'à la formulation complète (à long terme)**

Il est envisageable d'introduire de nouveaux composants (additifs) dans les mélanges testés afin d'atteindre des performances meilleures ou d'étendre le domaine de fonctionnement

des fluides, en recherchant des synergies entre les additifs. Ces mélanges pourraient être évalués pendant les tests d'usinage, et leur mécanisme d'action pourrait être modélisé au Tribomètre à Environnement Contrôlé en phase gazeuse, en fonction de la température. Des propositions de formulations binaires ont été faites dans le **Chapitre III** (cf. III.5. Conclusions).

Références bibliographiques

- [ALL_65] Allum K.G., Ford J.F., The influence of chemical structure on the load-carrying properties of certain organo-sulphur compounds, *Journal of the Institute of Petroleum* 1965, vol. 51(497), p. 145-161
- [ALL_68] Allum K.G., Forbes E.S., The load-carrying mechanism of organic sulfur compounds - application of electron probe microanalysis, *ASLE Transactions* 1968, vol. 11, p. 162-175
- [ARM_00] Armarego E.J.A., The Unified-Generalised mechanics of cutting approach – a step towards a house of predictive performance models for machining operations, *Proc. 3rd CIRP Int. Workshop on modelling of machining operations*, Sydney, Australia 2000
- [ATT_06] Attanasio A., Gelfi M., Giardini C., Remino C., Minimal quantity lubrication in turning: effect on tool wear, *Wear* 2006, vol.260(3), p. 333-338
- [AYE_01] Ayel J., *Lubrifiants. Les additifs à action chimique. Technique de l'Ingénieur* 2001, BM 53434
- [BAL_75] Baldwin B.A., Relationship between surface composition and wear: an x-ray photoelectron spectroscopic study of surfaces tested with organosulfur compounds, *ASLE Trans* 1975, vol. 19(4), p. 335-344
- [BAL_01] Balazinski M., *Fabrication mécanique avancée, Cours à l'École Polytechnique de Montréal* 2001
- [BAR_67] Barlow P.L., Influence of free surface environment on the shear zone in metal cutting, *Proc. Instn mech. Engrs* 1967, vol. 181(1-26), p. 687-705
- [BEL_00] Belluco W., *Performance testing of cutting fluids, Ph.D. Thesis* 2000, Technical University of Denmark
- [BIE_08] Bierla A., Fromentin G., Martin J-M., Le Mogne T., Genet N., Tribological aspect of lubrication in form tapping of high strength steel, *Lubrication Science* 2008, vol. 20(4), p. 269-281
- [BIE_08(2)] Bierla A., Fromentin G., Martin J-M., Le Mogne T., Minfray C., Genet N., Evaluation of Lubricant Viscosity and Base Oil Effects by Form Tapping Test, *16th International Colloquium Tribology Lubricants, Materials and Lubrication Engineering*, Esslingen, Germany, ISBN : 3-924813-73-6, 15-17 Janvier 2008, pas de pagination (CD-ROM)
- [BIR_76] Bird P.J., Galvin G.D., The application of photoelectron spectroscopy to the study of EP films on lubricated surfaces, *Wear* 1976, vol. 37(1), p. 143-167
- [BLA_74] Blanchard P.M., Syrett R.J., Mechanical testing of cutting fluids, *Lubrication Engineering* 1974, vol. 30(2), p. 62-71
- [BOE_98] Boehm M., *Approche physico-chimique de l'action des additives de lubrification lors du laminage à froid, Thèse Ecole Centrale de Lyon* 1998 soutenue le 26 novembre 1998, Numéro de l'ordre 1998-43
- [BON_08] Bonnet C., Valiorgue F., Rech J., Claudin C., Hamdi H., Bergheau J.M., Gilles P., Identification of a friction model – Application to the context of dry cutting of an AISI 316L austenitic stainless steel with a TiN coated carbide tool, *International Journal of Machine Tools and Manufacture* 2008, vol. 48(11), p. 1211– 1223
- [BOO_89] Boothroyd G., Knight W.A., *Fundamentals of machining and machine tools*, Marcel Dekker Inc. 1989
- [BOR_87] Born M., Parc G., Paquer D., Structure chimique et propriétés extrême-pression de sulfures et de polysulfures organiques, *Journal de chimie physique* 1987, vol. 84(2), p. 315-324
- [BOW_50] Bowden F.P., Tabor D., *The friction and Lubrication of solids*, Oxford University Press, London 1950
- [BRI_04] Brinksmeier E., Lucca D.A., Walter A., Chemical aspects of machining processes, *CIRP Annals* 2004, vol. 53(2), p. 685-699
- [BRO_80] Brion D., Etude par Spectroscopie de photoélectrons de la dégradation superficielle de FeS₂, CuFeS₂, ZnS et PbS à l'air et dans l'eau, *Applications of Surface Science* 1980, vol. 5(2), p. 133-152
- [BRO_05] Broquerie B., *Fluides de coupe – Rôle en usinage et classification, Techniques de l'Ingénieur* 2005 (BM 7064)
- [BUC_87] Buckley A.N., The surface oxidation of pyrite, *Applied Surface Science* 1987, vol. 27(4), p. 437-452

- [CAH_93] Cahoon J.M., Riga A.T., Hong H., Vinci J.N., The chemistry of sulfonates as metalworking additives, *Lubrication Engineering* 1993, vol. 50(2), p. 155-158
- [CAM_77] Cameron A. R.S. Day, Sharma J.P., Smith A.J, Studies in interaction of additive and base stock , *ASLE Trans* 1977, vol. 19(3), p. 195-200
- [CHA_01] Changeux B., Loi de comportement pour l'usinage. Localisation de la déformation et aspects microstructuraux, Thèse ENSAM Paris 2001 soutenue le 14 juin 2001, Numéro de l'ordre 2001-12
- [CHI_73] Childs T.H.C., Rowe G.W., Physics in metal cutting, *Rep. Prog. Phys.* 1973, vol. 36(3), p. 223-288
- [CHI_06] Childs T.H.C., Friction modelling in metal cutting, *Wear* 2006, vol. 260(3), p. 310-318
- [CLA_89] Clason D.L., Metalworking additives: a new approach to EP properties, *Lubrication Science* 1989, vol. 1(3), p. 281-296
- [COR_03] Cordebois J-P. et coll., Fabrication par usinage, Industrie et Technologies, Dunod 2003, p. 273, 277, 286
- [COS_06] Costello M.T., Kasrai M., Study of surface films of overbased sulfonates and sulfurized olefins by X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES) spectroscopy, *Tribology Letters* 2006, vol. 24(2), p. 163-169
- [DAV_57] Davey W., Edwards E.D., The extreme-pressure lubricating properties of some sulphides and disulphides in mineral oil as assessed by the four-ball machine, *Wear* 1957/58, vol. 1, p. 291-304
- [DeB_03] De Barros M.I., Bouchet J., Raoult I., Le Mogne Th., Martin J-M., Kasrai M., Yamada Y., Friction reduction by metal sulfides in boundary lubrication studied by XPS and XANES analyses, *Wear* 2003, vol. 254(9), p. 863-870
- [DeC_77] De Chiffre L., Mechanics of metal cutting and cutting fluid action, *Int. J. Mach. Tool Des. Res.* 1977, vol. 17(4), p. 225-234
- [DeC_80] De Chiffre L., Mechanical testing and selection of cutting fluids, *Lubrication Engineering* 1980, vol. 36(1), p. 33-39
- [DeC_00] De Chiffre L., Comparison of methods for cutting fluid performance testing, *CIRP Annals* 2000, vol. 49(1), p. 57-60
- [DeC_02] De Chiffre L., Surface integrity and part accuracy in reaming and tapping stainless steel with new vegetable based cutting oils, *Tribology International* 2002, vol. 58(10), p. 865-870
- [DeC_02(2)] De Chiffre L., Investigations of cutting fluid performance using different machining operations, *Lubrication engineering* 2002, vol. 58(10), p. 22-29
- [DES_00] Descostes M., Mercier F., Thromat N., Beaucaire C., Gautier-Soyer M., Use of XPS in the determination of chemical environment and oxidation state of iron and sulfur samples : constitution of a data basis in binding energies for Fe and S reference compounds, *Applied Surface Science* 2000, vol. 165(4), p. 288-302
- [DHA_02] Dhar N.R., Paul S., Chattopadhyay A.B., Machining of AISI 4140 steel under cryogenic cooling-tool wear, surface roughness and dimensional deviation, *Journal of Materials Processing Technology* 2002, vol. 123(3), p. 483-489
- [DIN_02] Diniz A.E., Micaroni R., Cutting conditions for finish turning process aiming: the use of dry cutting, *International Journal of Machine Tools and Manufacture* 2002, vol. 142, p. 899-904
- [DIN_07] Diniz A.E., Micaroni R., Influence of the direction and flow rate of the cutting fluid on tool life in turning process of AISI 1045 steel, *International Journal of Machine Tools and Manufacture* 2007, vol. 47(2), p. 247-254
- [ERN_51] Ernst H., Fundamental aspects of metal cutting and cutting fluid action, *Ann. N.Y. Acad. Sci.* 1951, vol. 53(4), p. 805-823
- [FOR_70] Forbes E.S., Antiwear and extreme pressure additives for lubricants, *Tribology* 1970, vol. 3(3), p. 145-152
- [FOR_70(2)] Forbes E.S., The load-carrying action of organo-sulphur compounds – a review, *Wear* 1970, vol. 15(2), p. 87-96
- [FOR_73] Forbes E.S., Reid A.J.D., Liquid phase adsorption/reaction studies of organo-sulfur compounds and their load carrying mechanism, *ASLE Trans* 1973, vol. 16(1), p. 50-60

- [FRO_04] Fromentin G., Etude mécanique et technologique du taraudage par déformation: application aux aciers prétraités, Thèse ENSAM Cluny 2004 soutenue le 22 septembre 2004, Numéro de l'ordre 2004-18
- [GEO_00] Georges J-M., Frottement, usure et lubrification – Tribologie ou science des surfaces, Eyrolles, Editions CNRS 2000
- [GOD_98] Godlevski V.A., Water steam lubrication during machining, Tribologia 1998, vol. 162(6), p. 11
- [HAI_01] Haigang C., Xuedong W., Shengrong Y., Ling Z., Dapu W., The tribological behaviors of various metallic cations in tapping of a titanium alloy, Wear 2001, vol. 247(1), p. 120-123
- [HAU_05] Hautreux G., Caractérisation des performances de l'additivation des fluides de coupe, Arts et Métiers ParisTech Cluny 2005, Projet de Fin d'Etudes
- [HED_91] Hedenquist P., Olsson M., Sliding wear testing of coated cutting tool materials, Tribology International 1991, vol.23(3), p. 143–150
- [HEN_73] Henschen H., A laboratory screening test to evaluate the cutting performance of cutting fluids, Lubrication engineering 1973, vol. 29(4), p. 151-156
- [HIL_81] Hiley R.W., Spikes H.A., Cameron A., Polysulfides as extreme-pressure lubricant additives, Lubrication Engineering 1981, vol. 37(12), p. 732-737
- [HON_92] Hong H., Riga A.T., Cahoon J.M., Evaluation of overbased sulfonates as extreme-pressure additives in metalworking fluids, Lubrication Engineering 1992, vol. 49(1), p. 19-24
- [HON_93] Hong H., Riga A.T., Cahoon J.M., Scott C.G., Machinability of steels and titanium alloys under lubrication, Wear 1993, vol. 162-164, p. 34-39
- [HON_94] Hong H., Riga A.T., Cahoon J.M., Evaluation of overbased sulfonates as extreme-pressure additives in metalworking fluids – Part II: Lithium and Potassium overbased sulfonates, Lubrication Engineering 1994, vol. 51(2), p. 147-150
- [HON_01] Hong S.Y., Ding Y., Jeong W., Friction and cutting forces in cryogenic machining of Ti-6Al-4V, International Journal of Machine Tools and Manufacture 2001, vol. 41(15), p. 2271-2285
- [HU_06] Hu G., Dam-Johansen K., Wedel S., Hansen J.P., Decomposition and oxidation of pyrite, Progress in Energy and combustion science 2006, vol. 32(3), p. 295-314
- [ITO_06] Itoigawa F., Childs T.H.C., Nakamura T., Belluco W., Effects and mechanisms in minimal quantity lubrication machining of an aluminum alloy, Wear 2006, vol. 260(3), p. 339-344
- [ITO_07] Itoigawa F., Takeuchi D., Nakamura T., Experimental study on lubrication mechanism in MQL intermittent cutting process, Machining Science and Technology 2007, vol. 11(3), p. 355-365
- [KAJ_85] Kajdas Cz., On a negative-ion concept of EP action of organo-sulfur compounds, ASLE Trans 1985, vol. 28(1), p. 21-30
- [KAJ_05] Kajdas Cz., Importance of the triboemission process for tribochemical reaction, Tribology International 2005, vol. 38(3), p. 337-353
- [KLO_97] Klocke F., Einesblatter G., Dry cutting, Annals of the CIRP 1997, vol. 46(2), p. 519-526
- [KOP_01] Kopac J., Sokovic M., Dolinsek S., Tribology of coated tools in conventional and HSC machining, Journal of Materials Processing Technology 2001, vol. 118(1-3), p. 377-384
- [LAM_80] Lambert J.M., Simkovich G., Walker P.L., Production of pyrrhotites by pyrite reduction, Fuel 1980, vol. 59(10), p. 687-690
- [LEE_51] Lee E.H., Shaffer B.W., The theory of plasticity applied to a problem of machining, Trans. ASME J. Appl. Mech. 1951, vol. 18(4), p. 405-413
- [LEE_90] Leep H.R., Influence of cutting fluids on surface finish of holes drilled into aluminium 390, Journal of Synthetic Lubrication 1990, vol. 6(4), p. 325-338
- [LEI_03] Leiro J.A, Mattila S.S., Laajalehto K., XPS study of the sulphur 2p spectra of pyrite, Surface Science 2003, vol. 547(1-2), p. 157-161
- [LIE_98] Liew W.Y.H., Hutchings I.M., Williams J.A., Friction and lubrication effects in the machining of aluminium alloys, Tribology Letters 1998, vol. 5(1), p. 177-122
- [LeM_98] Le Mogne Th., Martin J-M., Grossiord C., Imaging the chemistry of transfer films in the AES/XPS analytical UHV tribotester, Leeds-Lyon Symposium 1998, p.75-84

- [LIU_07] Liu J., Han R., Zhang L., Guo H., Study on lubricating characteristics and tool wear with water vapour as coolant and lubricant in green cutting, *Wear* 2007, vol. 262, p. 442-452
- [LOR_85] Lorenz G., Reliable cutting fluid rating, *CIRP Annals* 1985, vol. 34(1), p. 95-99
- [MAC_97] Machado A.R., Wallbank J., The effect of extremely low lubricant volumes in machining, *Wear* 1997, vol. 210(1-2), p. 76-82
- [MAN_07] Mang Th., Dresel W., *Lubricants and Lubrication*, WILEY Edition 2007
- [MER_45] Merchant M.E., Mechanics of the metal cutting process, *J. App. Phys.* 1945, vol. 16(6), p. 318-324
- [MER_50] Merchant M.E., Fundamentals of cutting fluid action, *Lubrication Engineering* 1950, vol. 6(4), p. 163-167
- [MER_57] Merchant M.E., Cutting fluid action and the wear of cutting tools, *Instn. Mech. Engrs. Conf., Lubrication and Wear* 1957
- [MIN_04] Minfray C., Réactions tribochimiques avec le dithiophosphate de zinc, Thèse Ecole Centrale de Lyon soutenue le 28 septembre 2004, Numéro de l'ordre 2004-18
- [MOR_83] Mori S., Mori K., Tamai Y., Mechanochemical reaction of extreme pressure additives with mild steel, *J. JSLE Int.* 1983, vol. 4, p. 73-76
- [MOR_88] Mori S., Imaizumi Y., Adsorption of model compounds of lubricant on nascent surfaces of mild and stainless steels under dynamic conditions, *Tribology Transactions* 1988, vol. 31(4), p. 449-453
- [MOR_95] Mori S., Tribochemical activity of nascent metal surfaces, *Proceedings of International Tribology Conference, Yokohama* 1995
- [MOU_72] Mould R.W., Silver H.B., Syrett R.J., Investigations of the activity of cutting oil additives I. Organosulphur containing compounds, *Wear* 1972, vol. 19(1), p. 67-80
- [MOU_72(2)] Mould R.W., Silver H.B., Syrett R.J., Investigations of the activity of cutting oil additives I. Organochlorine containing compounds, *Wear* 1972, vol. 22(2), p. 269-286
- [MOU_73] Mould R.W., Silver H.B., Syrett R.J., Investigations of the activity of cutting oil additives I. Oils containing both organochlorine and organosulphur compounds, *Wear* 1973, vol. 26(1), p. 27-37
- [MOU_79] Moulder J.F., William F.S., Peter E.S., Kenneth D.B., *Handbook of X-ray photoelectron spectroscopy*, Perkin-Elmer Corporation, Physical Electronic Division 1979
- [MUR_08] Murphy R., Strongin D.R., Surface reactivity of pyrite and related sulfides, *Surface Science Reports* 2008
- [NAJ_03] Najman M.N., Kasrai M., Bancroft G.M., X-ray absorption spectroscopy and atomic force microscopy of films generated from organosulfur extreme-pressure (EP) oil additives, *Tribology Letters* 2003, vol. 14(4), p. 225-235
- [NAG_08] Nageswara Rao D., P. Vamsi Krishna P., The influence of solid lubricant particle size on machining parameters in turning, *International Journal of Machine Tools and Manufacture* 2008, vol. 48(1), p. 107-111
- [NES_94] Nesbitt H.W., Muir I.J., X-ray photoelectron spectroscopic study of a pristine pyrite surface reacted with water vapour and air, *Geochimica et Cosmochimica Acta* 1994, vol. 58(21), p. 4667-4679
- [VAM_08] Vamsi Krishna P., Nageswara Rao D., Performance evaluation of solid lubricants in terms of machining parameters in turning, *International Journal of Machine tools and Manufacture* 2008, vol. 48(10), p. 1131-1137
- [OLS_89] Olsson M., Soderberg S., Jacobson S., Hogmark S., Simulation of cutting tool wear by a modified pin-on-disc test, *International Journal of Machine Tools and Manufacture* 1989, vol. 29(3), p. 377-390
- [OXL_89] Oxley P.L.B., *Mechanics of machining*, Ellis Horwood, Chichester 1989
- [PAP_98] Papay A.G., Antiwear and extreme-pressure additives in lubricants, *Lubrication Science* 1998, vol. 10(3), p. 209-224
- [PEA_96] Pearson R.G., *Chemical Hardness*, Wiley-VCH, GmbH 1996
- [PET_00] Petrushina I.M., Christensen, Bergqvist R.S., Moller P.B., Bjerrum, Hoj J., Kann G., Chorkendorff, On the chemical nature of boundary lubrication of stainless steel by chlorine- and sulfur-containing EP-additives, *Wear* 2000, vol. 246(1-2), p. 98-105

- [POD_06] Podgornik B., Hren D., Vizintin J., Jacobson S., Stavlid N., Hogmark S., Combination of DLC coatings and EP additives for improved tribological behavior of boundary lubricated surfaces, *Wear* 2006, vol. 261(1), p. 32-40
- [POU_06] Poulachon G., Mécanismes de la formation du copeau, Cours DEA, Arts et Métiers ParisTech Cluny
- [PRA_94] Pratt A.R., Muir I.J., Nesbitt H.W., X-ray photoelectron and Auger electron spectroscopic studies of pyrrhotite and mechanism of air oxidation, *Geochimica et Cosmochimica Acta* 1994, vol. 58(2), p. 827-841
- [RAH_02] Rahman M., Senthil Kumar A., Salam M.U., Experimental evaluation on the effect of minimal quantities of lubricant in milling, *International Journal of Machine Tools and Manufacture* 2002, vol. 42(5), p. 539-547
- [RED_06] Suresh Kumar Reddy N. , Venkateswara Rao P., Experimental investigation to study the effect of solid lubricants on cutting forces and surface quality in end milling, *International Journal of Machine Tools and Manufacture* 2006, vol. 46(2), p. 189-198
- [RIC_77] Richter J.P., Cutting oil performance – a significant new machining test, *ASLE Transactions* 1977, vol. 22(2), p. 171-177
- [RIC_07] Rickard D., Luther III G.W., Chemistry of iron sulfides, *Chem. Rev.* 2007, vol. 107, p. 514-562
- [ROW_64] Rowe G.W., Smart E.F., Experiments on lubrication breakdown in friction and in the cutting of metal on a lathe, *Proc. Inst mech. Engrs* 1964, vol. 79(3J), p. 229-245
- [ROW_66] Rowe G.W., Smart E.F., Vapour lubrication in friction and low speed cutting, *Proc. Instn Mech. Engrs.* 1966, vol. 181(3,0), p. 48-57
- [SAK_92] Sakai T., Murakami T., Yamamoto Y., Effect of dissolved oxygen concentration on the lubricating performance of an oil containing an organic sulphide, *Wear* 1992, vol. 156(1), p. 175-187
- [SCH_77-79] Schatynski SR., *Oxidation of Metals* 1977/1979, vol. 11/13
- [SHO_82] Shouckry A.S., Effect of cutting conditions on dimensional accuracy, *Wear* 1982, vol. 80(2), p. 197-205
- [DaS_99] Da Silva M.B., Wallbank J., Cutting temperature: prediction and measurement methods – a review, *Journal of Processing Technology* 1999, vol. 88(1), p. 195-202
- [STA_07] Stanford M., Lister P.M., Kibble K.A., Investigation into the effect of cutting environment on tool life during the milling of a BS970-080A15 (En32b) low carbon steel, *Wear* 2007, vol. 262(11-12), p. 1496-1503
- [SUD_02] Suda S., Yokota H., Inasaki I., Wakabayashi T., A synthetic ester as an optimal cutting fluid for minimal quantity lubrication machining, *CIRP Annals* 2002, vol. 51(1), p. 95-98
- [TAN_07] Tannous J., *Lubrification par les composés organo-soufrés en phase gazeuse : Approche de la lubrification dans la coupe des métaux*, Thèse Ecole Centrale de Lyon 2007 soutenue le 5 décembre 2007, Numéro de l'ordre 2007-39
- [THO_03] Thomas J.E., Skinner W.M., Smart R.S.C., A comparison of the dissolution behavior of troilite with other iron (II) sulfides ; implications of structure, *Geochimica et Cosmochimica Acta* 2003, vol. 67(5), p. 831-843
- [TOM_77] Tomaru M., Hironaka S., Sakurai T., Effects of oxygen on the load-carrying action of some additives, *Wear* 1977, vol. 41(1), p. 117-140
- [TOM_77(2)] Tomaru M., Hironaka S., Sakurai T., Effects of some chemical factors on film failure under EP conditions, *Wear* 1977, vol. 41(1), p. 141-155
- [TOU_64] Toulmin P., Barton P.B., A thermodynamic study of pyrite and pyrrhotite, *Geochimica et Cosmochimica Acta* 1964, vol. 28(5), p. 641-671
- [TRE_00] Trent E.M., Wright P.K., *Metal cutting*, Butterworth Heinemann Edition 2000, p. 121-130, 311
- [VAR_02] Varadarajan A.S., Philip P.K., Ramamoorthy B., Investigations on hard turning with minimal cutting fluid application (HTMF) and its comparison with dry and wet turning, *International Journal of Machine Tools and Manufacture* 2002, vol. 42(2), p. 193-200
- [VIC_97] Vickerman J.C., *Surface Analysis – The Principal Techniques*, John Wiley & Sons 1997

- [WAK_95] Wakabayashi T., Williams J.A., Hutchings I.M., The kinetics of gas-phase lubrication in the orthogonal machining of an aluminium alloy, *Proc. Instn. Mech. Engrs.* 1995, vol. 209(J2), p. 131-136
- [WAK_03] Wakabayashi T., Inasaki I., Suda S., Yokota H., Tribological characteristics and cutting performance of lubricant esters for semi-dry machining, *CIRP Annals* 2003, vol. 52(1), p. 61-64
- [WAN_05] Wang H., Xu B., Liu J., Zhuang D., Investigation on friction and wear behaviors of FeS films on L6 steel surface, *Applied Surface Science* 2005, vol. 252(4), p. 1084-1091
- [WAT_00] Watanabe M., Sakuma M., Inaba T., Iguchi Y., Formation and oxydation of sulfides on pure iron and iron oxides, *Materials Transaction JIM* 2000, vol. 41(7), p. 865-872
- [WEB_74] Webb T.H., Kelly W.J., Darling S.M., Woodhill L.R., Experience in field and laboratory evaluation of metal cutting fluids, *Lubrication Engineering* 1974, vol. 30(5), p. 231-240
- [WEI_04] Weinert K., Inasaki I., Sutherland J.W., Wakabayashi T., Dry machining and minimum quantity lubrication, *CIRP Annals* 2004, vol. 53(2), p. 511-537
- [WEI_92] Wei J., Xue Q., Effect of additive interactions on the friction and wear properties of WC coating, *Wear* 1992, vol. 157(1), p. 163-172
- [WHE_78] Wheeler D.R., X-ray photoelectron spectroscopic study of surface chemistry of dibenzyl disulfide on steel under mild and severe wear conditions, *Wear* 1978, vol. 47(2), p. 243-254
- [WIL_77] Williams J.A., The action of lubricants in metal cutting, *Journal of Mechanical Engineering Science* 1977, vol. 19(5), p. 202-212
- [XUE_01] Xuedong W., Haigang C., Shengrong Y., Dapu W., In situ triboreduction of organo-copper compound in titanium alloys tapping, *Wear* 2001, vol. 250, p. 362-365
- [ZEM_08] Zemzemi F., Bensalem W., Rech J., Dogui A., Kapsa P., New tribometer designed for the characterization of the friction properties at the tool/chip/workpiece interfaces in machining, *Tribotest* 2008, vol. 14(1), p. 11-25
- [ASTM D-130] Standard Test Method for Corrosiveness to Copper from Petroleum Products by Copper Strip Test
- [ASTM D-445] Standard Test Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and Calculation of Dynamic Viscosity)
- [ASTM D-1662] Standard Test Method for Active Sulfur in Cutting Oils
- [ASTM D-2783] Standard Test Method for Measurement of Extreme-Pressure Properties of Lubricating Fluids (Four-Ball Method)
- [ASTM D-4172] Standard Test Method for Wear Preventive Characteristics of Lubricating Fluid (Four-Ball Method)
- [ASTM D-5619] Standard Test Method for Comparing Metal Removal Fluids Using the Tapping Torque Test Machine
- [ISO 3002/1] Géométrie de la partie active des outils coupants – Notions générales, systèmes de références, angles de l'outil et angles en travail (Norme française NF E66-502) ; Définition des angles des outils coupants (Norme française NF E66-503)
- [ISO 3002/3] Grandeurs de base en usinage et rectification. Grandeurs géométriques et cinématiques en usinage (Norme française NF E66-506)
- [ISO 3002/4] Grandeurs de base en usinage et rectification. Forces, énergie et puissance (Norme française NF E66-507)
- [ISO 3685] Tool Life Testing With Single-Point Turning Tools
- [ISO 8688] Tool Life Test in Milling. Part 1: Face milling. Part 2: End milling
- [ISO 12185] Determination of density - Oscillating U-tube method
- [NF E66-505] Essai de durée de vie des outils de tournage à partie active unique
- [NF E66-520] Domaine de fonctionnement des outils coupants: Couple-outil-matière
- [NT MECH 040] Turning Tool Life Test for Cutting Fluid Evaluation, ISSN 0238-7196
- [NT MECH 038] Cutting fluids for drilling: evaluation by drill life test, ISSN 0238-7196
- [NT MECH 039] Tapping Torque Test for Cutting Fluid Evaluation, ISSN 0238-7196

Annexes

ANNEXE I**I.1. TECHNIQUES D'ANALYSES DES SURFACES [VIC_97, MIN_04, TAN_07, LASURFACE.COM]*****Spectroscopie de photoélectrons X (XPS)***

La spectroscopie de photoélectrons X appelée XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy) est une spectroscopie dédiée à la caractérisation des surfaces. Elle s'impose comme l'un des principaux outils en analyse des surfaces, en raison notamment de ses deux atouts majeurs :

- l'analyse quantitative,
- l'information sur la nature chimique des éléments.

Le principe de cette analyse repose sur l'effet photoélectrique. La surface est bombardée par les photons émis par une source X. En absorbant un photon, un atome reçoit une quantité d'énergie $h\nu$. Il émet ensuite un électron – un photoélectron – afin de conserver son état initial ; il prend l'énergie du photon incident, se libère de l'atome, puis de la matière, en se déplaçant avec une certaine énergie cinétique. Grâce à un analyseur, les photoélectrons libérés de la surface sont ultérieurement collectés et ordonnés selon leurs énergies cinétiques. Cette énergie cinétique du photoélectron est spécifique à l'atome excité et au niveau électronique d'où provient le photoélectron. Elle est liée directement à l'énergie de liaison qui est caractéristique de la nature chimique de l'atome excité.

Le principe de la conservation de l'énergie permet d'écrire le bilan énergétique suivant, lors de l'absorption d'un photon d'énergie $h\nu$ par l'atome :

$$h\nu = E_{\text{cinétique}} + E_{\text{liaison}} + \phi$$

où

$h\nu$ – énergie incidente du faisceau de rayon X (h – constante de Planck, ν – fréquence de l'onde),

$E_{\text{cinétique}}$ – énergie cinétique de l'électron à la sortie de l'échantillon,

E_{liaison} – énergie de liaison de l'électron dans l'atome,

ϕ – énergie nécessaire à l'électron pour franchir la frontière matériau/vide.

Spectroscopie d'électrons Auger (AES)

Le principe de cette technique est similaire à celui de la spectroscopie de photoélectrons X. Il s'agit cette fois-ci de mesurer l'énergie cinétique des électrons Auger éjectés par un atome excité. Cette énergie cinétique est caractéristique de l'atome excité. La source d'excitation est un faisceau d'électrons émis par un canon à électrons. L'information apportée par cette technique d'analyse est essentiellement élémentaire.

La surface est bombardée par un faisceau d'électrons qui provoque l'éjection d'un électron d'une sous-couche électronique et la transition d'électrons d'un niveau 2 à un niveau 1 ($E_1 > E_2$). Lors de cette désexcitation, il y a libération d'une quantité d'énergie $E_2 - E_1$ qui peut entraîner le départ d'un électron d'un niveau plus externe 3 (où $E_3 < E_2$) appelé un électron Auger. Dans cet exemple, l'énergie cinétique de l'électron Auger peut être exprimée par :

$$E_{123} = E_1 - E_2 - E_3$$

L'appareil qui permet de réaliser des analyses AES et XPS se trouve au Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes (cf. Figure AI-1) [LeM_98]. Il est équipé, entre autres :

- d'un canon à électrons à effet champ (FEG1000, Field Emission Gun) qui permet une bonne résolution latérale avec une taille de spot d'analyse inférieur à $1\ \mu\text{m}$ (AES),
- d'une source de rayon X monochromatique d'aluminium Al $K\alpha$ (XPS).

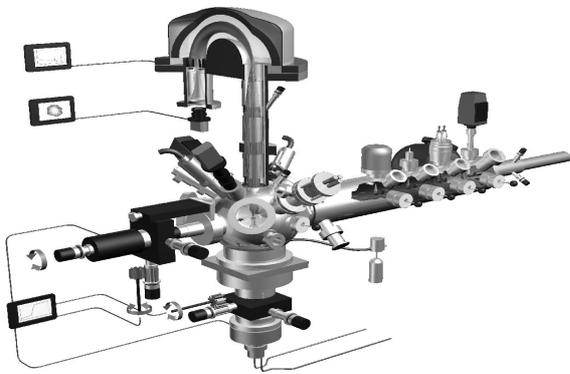


Figure AI-1 : Tribomètre Ultra Vide Analytique au LTDS à l'École Centrale de Lyon [LeM_98]

La résolution latérale est plus intéressante en AES qu'en XPS. Cependant, l'XPS est plus sensible à l'environnement chimique du matériau et permet de réaliser une semi-quantification des éléments détectés. En couplant ces deux techniques avec une abrasion ionique, il est possible d'obtenir une information sur la composition chimique de l'échantillon analysé en profondeur.

Microscope électronique en transmission (MET)

Le principe de fonctionnement d'un microscope électronique à transmission consiste à placer un échantillon mince sous un faisceau d'électrons généré par un canon à électrons, canalisé par des lentilles électromagnétiques, et dont les interactions avec cet échantillon fournissent différents types d'information. Le MET permet d'obtenir des images, des diffractions et de réaliser une analyse chimique élémentaire. La tension d'accélération du faisceau peut atteindre 10^3 kV.

I.2. REFERENCES DES ENERGIES DE LIAISON

Le **Tableau AI-1** présente les principales références d'énergie de liaison, ainsi que les références bibliographiques associées, qui sont utilisées pour reconstruire les pics des différents éléments chimiques détectés lors de l'analyse des surfaces.

Element	Energie de liaison (eV)	Référence bibliographique
C1s <ul style="list-style-type: none"> ▪ C-C, C-H ▪ C-O ▪ O-C=O 	284,8 ± 0,2 286,3 ± 0,3 288,8 ± 0,2	[BOE_98] [BOE_98] [BOE_98]
O1s <ul style="list-style-type: none"> ▪ Oxydes métalliques ▪ C=O, O-C=O ▪ Hydroxydes de fer ▪ C-O, H₂O 	530,4 ± 0,2 531,7 ± 0,2 532 ± 0,3 533,6 ± 0,2	[BOE_98] [BOE_98] [BOE_98] [BOE_98]
Fe _{2p3/2} <ul style="list-style-type: none"> ▪ Fer métallique ▪ Fer (II) ▪ Fer (III) ▪ Fe dans le FeS ▪ Fe dans le FeS₂ 	706,9 ± 0,1 709,5 ± 0,2 711,2 ± 0,2 710 ± 0,2 707 ± 0,2	[BOE_98] [BOE_98] [BOE_98] [TAN_07] [TAN_07]
S _{2p3/2} <ul style="list-style-type: none"> ▪ Sulfure FeS ▪ Sulfure FeS₂ ▪ Additif adsorbé ▪ Soufre élémentaire ▪ Sulfites ▪ Sulfates 	161 ± 0,3 162,1 ± 0,3 163,2 ± 0,4 164 ± 0,2 167,5 ± 0,4 168,8 ± 0,2	[TAN_07] [TAN_07] [lasurface.com] [MOU_79, lasurface.com] [DES_00] [MOU_79, DES_00]

Tableau AI-1 : Références d'énergies de liaison

ANNEXE II (ASSOCIEE AU CONTENU DU CHAPITRE II)

II.1. MOYENS ET MATERIELS MIS EN ŒUVRE EN TOURNAGE

Les essais en tournage sont réalisés sur un tour SOMAB T400 à commande numérique (NUM 1060). L'opération de tournage choisie est le chariotage ; il consiste à usiner un cylindre d'un certain diamètre (ou un tube d'une certaine épaisseur dans le cas de la coupe orthogonale) par déplacement de l'outil de coupe suivant un axe parallèle à l'axe de rotation de la pièce. La platine de mesure d'effort Kistler 9121 est fixée sur la tourelle porte-outils comme le montre le **Figure AII-1**. Elle permet de mesurer les efforts dans les trois directions : F_c (effort de coupe), F_f (effort axial parallèle à l'axe de la broche) et F_p (effort radial perpendiculaire à l'axe de la broche). Le calcul de l'effort spécifique de coupe est réalisé ensuite selon l'équation :

$$K_c = \frac{F_c}{a_p \times f}$$

où

K_c [MPa] – effort spécifique de coupe

F_c [N] – effort de coupe

f [mm/tr] – avance de l'outil

a_p [mm] – profondeur de passe

La chaîne d'acquisition comporte un amplificateur de charge qui a pour vocation de transformer les signaux de charge issus des capteurs piézo-électriques de la platine en une tension proportionnelle à l'effort mesuré. Le signal est ensuite acquis par un PC muni d'une carte d'acquisition et du logiciel d'acquisition DasyLab®. Ce logiciel sert également au traitement des résultats. L'outil utilisé pendant les campagnes d'essais utilisant la méthodologie COM consiste en un porte-outil classique ($\kappa_r = 95^\circ$) sur lequel des plaquettes Sandvik en carbure revêtu (multicouche TiN- Al_2O_3 -Ti(C,N)) CNMG 120408 PF 4015 (P01-P30) sont montées (cf. Figure AII-1). Un porte-outil spécial ($\kappa_r = 90^\circ$) est utilisé pour la coupe orthogonale (tournage 2D) avec des plaquettes Arno en carbure non revêtu CCMW 09T308EN AK10.

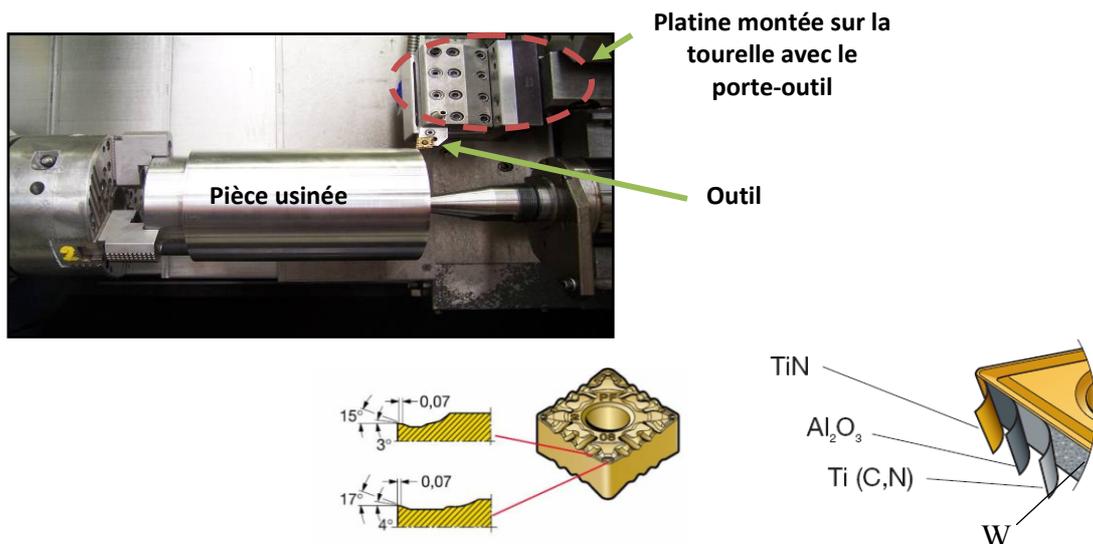


Figure AII-1 : Montage expérimental et préparation de l'arête de la plaquette Sandvik CNMG 120408 PF 4015

II.2. METHODOLOGIE COUPLE-OUTIL-MATIERE (COM) EN TOURNAGE

La méthodologie Couple-Outil-Matière (COM) fait l'objet de la norme française AFNOR NFE 66-520 [NF E66-520]. Cette méthode fournit des "données techniques permettant le choix et la détermination des conditions d'utilisation d'un outil coupant pour une opération définie (machine outil, matière, pièce/opération, etc.)" (cf. Figure AII-2). Cette démarche consiste à mesurer (essais) ou à calculer (modèle) l'énergie nécessaire à la réalisation d'une opération d'usinage.

Les principales étapes de la méthodologie COM sont :

- trouver un point de fonctionnement correspondant à l'outil utilisé (paramètres donnés pour lesquels l'usinage se déroule de façon normale),
- trouver la vitesse de coupe minimum ($V_{c\min}$),
- déterminer le domaine de fonctionnement pour V_c et contrôler les efforts de coupe pour observer le décrochement énergétique,
- déterminer l'avance de l'outil minimale f_{\min} et la profondeur de passe minimale $a_{p\min}$ afin d'obtenir le diagramme brise-copeaux pour le matériau étudié.

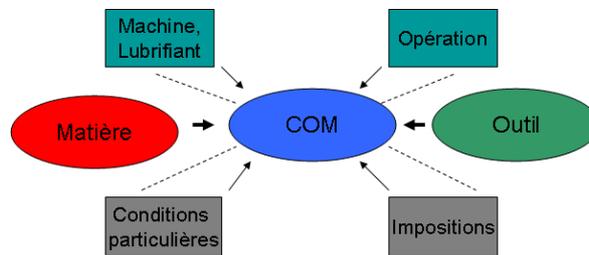


Figure AII-2 : Paramètres de la méthodologie COM

II.3. MODELISATION DES EFFORTS DE COUPE EN COUPE ORTHOGONALE (TOURNAGE 2D)

La **Figure AII-3** présente les résultats obtenus en coupe orthogonale (tournage 2D) avec l'outil en carbure non revêtu (plaquette de tournage Arno CCMW 09T308EN AK10).

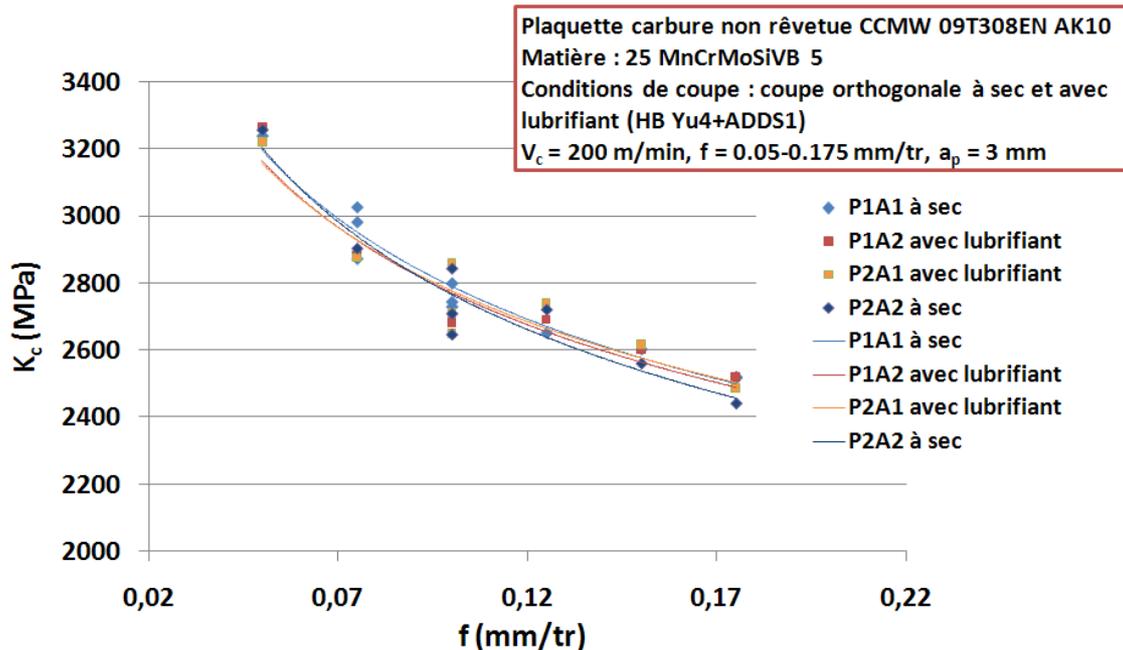


Figure AII-3 : Résultats obtenus en coupe orthogonale (tournage 2D) avec l'outil en carbure non revêtu

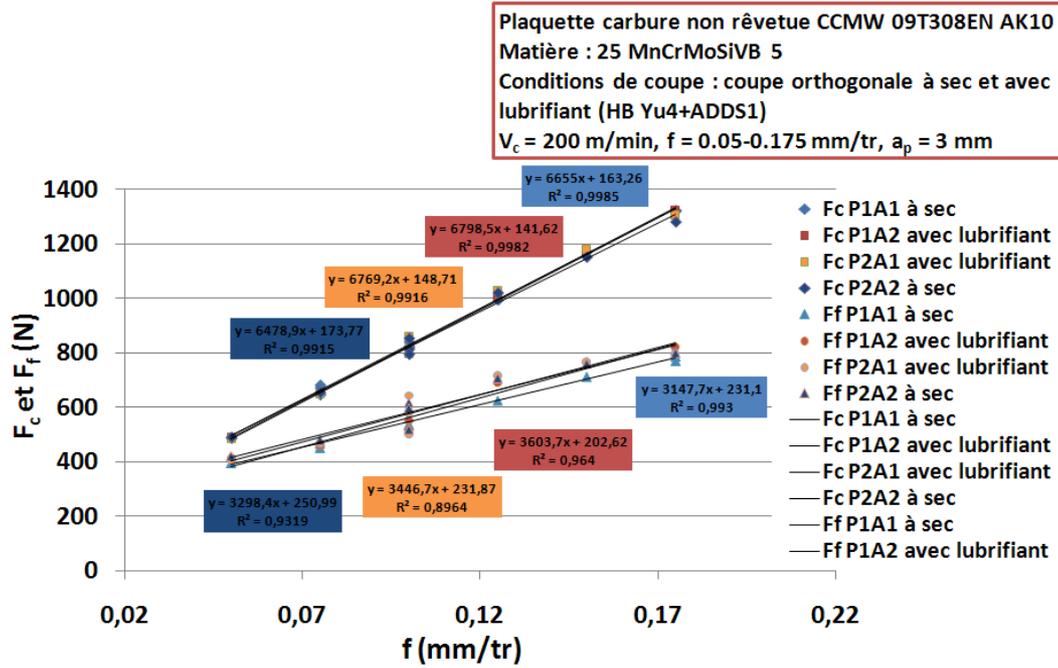


Figure AII-3 (suite) : Résultats obtenus en coupe orthogonale (tournage 2D) avec l'outil en carbure non revêtu

Le **Tableau AII-1** montre les coefficients de frottement déterminés sur la face de coupe et la face de dépouille en tournage (coupe orthogonale) à sec et avec le lubrifiant (HB Yu4+ADDS1) en utilisant la dégression linéaire des résultats expérimentaux illustrés sur la **Figure AII-3**.

	P1A1 à sec	P1A2 avec lub	P2A1 avec lub	P2A2 à sec
F_c	$y=6655x+163,26$	$y=6798,5x+141,62$	$y=6792,2x+148,71$	$y=6478,9x+173,77$
bkt1	6655	6798,5	6792,2	6478,9
bkt0	163,26	141,62	148,71	173,77
F_f	$y=3147,7x+231,1$	$y=3603,7x+202,62$	$y=3446,7x+231,87$	$y=3298,4x+250,99$
bkv1	3147,7	3603,7	3446,7	3298,4
bkv0	231,1	202,62	231,87	250,99
coefficient de frottement Fdc	0,5	0,5	0,5	0,5
coefficient de frottement Fdd	0,7	0,7	0,6	0,7

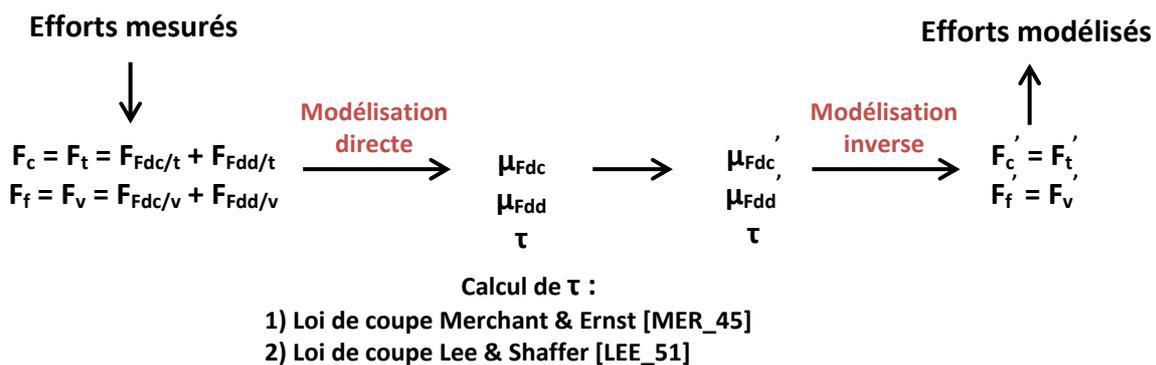
Tableau AII-1 : Calcul des coefficients de frottement sur la face de coupe (Fdc) et la face de dépouille (Fdd) en coupe orthogonale (tournage 2D) à sec et avec le lubrifiant (HB Yu4+ADDS1)

II.4. SEMI-QUANTIFICATION (% AT.) ISSUE DE L'ANALYSE XPS DE LA SURFACE DU COPEAU OBTENU AVEC LE LUBRIFIANT HB YU4+ADDS1 (PENTASULFURE), OBTENU A SEC TREMPÉ DANS LE LUBRIFIANT HB YU4+ADDS1 (PENTASULFURE) ET OBTENU A SEC

Element	Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure)			Surface du copeau usiné à sec trempé dans HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure)			Surface du copeau usiné à sec		
	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique
C1s	284,78	1,35	61	284,73	1,47	42	284,72	1,37	52
	286,43	1,35	6	286,44	1,47	7	286,38	1,37	5
	288,57	1,35	3	288,47	1,47	4	288,47	1,37	2
O1s	529,84	1,67	7	529,69	1,43	21	529,74	1,51	22
	531,75	1,67	9	531,25	1,43	7	531,56	1,51	7
	532,67	1,67	5	532,32	1,43	7	533,08	1,51	4
	533,90	1,67	2	533,68	1,43	3			
Fe2p3/2	706,95	2,02	traces	706,91	2,25	traces			
	709,65	2,98	2	709,76	2,60	4	709,71	3,00	3
	711,48	2,98	1	711,48	2,60	3	711,07	3,00	4
S2p3/2	160,95	1,42	2						
	163,34	1,42	1	163,06	2,27	1			
	167,82	1,42	traces	167,97	2,27	1			
Mn2p3/2							639,82	2,61	traces
	641,67	2,63	traces	641,33	3,14	1	641,34	2,61	traces
	644,96	2,63	traces	645,93	3,14	traces			
	647,87	2,63	traces						

II.5. MODELISATION INVERSE DES EFFORTS DE COUPE EN COUPE ORTHOGONALE (TOURNAGE 2D)

La modélisation inverse est réalisée, en se basant sur le modèle analytique discuté dans le **Chapitre II** (cf. II.2.4. Modélisation des efforts de coupe en coupe orthogonale (tournage 2D)) et dont les résultats sont présentés dans la partie **Annexes** (cf. Annexe II § II.3). Elle suit le schéma suivant :



où

$F_c = F_t$ et $F_f = F_v$ – efforts mesurés par voie directe et décomposé ensuite dans les deux directions, tangentielle et normale, sur les deux faces de l'outil (cf. II.2.4. Modélisation des efforts de coupe en coupe orthogonale (tournage 2D), Eq. II-1 et Eq. II-2)

μ_{Fdc} et μ_{Fdd} – coefficients de frottement calculés sur les deux faces de l'outil (cf. II.2.4. Modélisation des efforts de coupe en coupe orthogonale (tournage 2D), Eq. II-3 et Eq. II-4)

μ_{Fdc}' et μ_{Fdd}' – coefficients de frottement introduits dans le modèle

$F_c' = F_t'$ et $F_f' = F_v'$ – efforts de coupe modélisés

τ – contrainte de cisaillement [MPa] calculé via l'équation :

$$\tau = \frac{(F_{Fdc}/t \cos \Phi - F_{Fdc}/v \sin \Phi) \sin \Phi}{h \times b} \quad [\text{BOO}_{89}]$$

$h = f$ – avance de l'outil (mm)

$b = a_p$ – profondeur de passe (mm)

$\lambda = \arctan(\mu_{Fdc})$

Φ – angle de cisaillement [°] obtenu selon l'une des lois analytiques de coupe :

1) Loi de Merchant [MER_45] : $\Phi = \frac{\pi}{4} - \frac{\lambda - \gamma}{2} = \frac{\pi}{4} - \frac{\lambda}{2}$ pour $\gamma = 0^\circ$,

2) Loi de Lee & Shaffer [LEE_45] : $\Phi = \frac{\pi}{4} + \gamma - \lambda = \frac{\pi}{4} - \lambda$ pour $\gamma = 0^\circ$

Le **Tableau AII-2** illustre le calcul réalisé ; les coefficients de frottement introduits dans le modèle inverse ont été diminués de moitié (exemple).

		Merchant	Lee&Shaffer		Merchant	Lee&Shaffer	
		direct			inverse		inverse
ap	mm	3	3		3	3	3
f	mm	0,1	0,1		0,1	0,1	0,1
angle de coupe	°	0	0		0	0	0
angle de coupe	rad				0	0	0
bkt1		6655	6655				
bkt0		163,26	163,26				
bkv1		3147,7	3147,7				
bkv0		231,1	231,1				
Fc	N	828,76	828,76				
Ffdc/t	N	665,5	665,5		665,5	532,7	665,6
Ffdd/t	N	163,26	163,26		163,26	81,63	163,26
Ff	N	545,87	545,87				
Ffdc/v	N	314,77	314,77		314,77	125,98	314,80
Ffdd/v	N	231,1	231,1		231,1	231,1	231,1
Rapport compression		0,63	0,36		0,63	0,79	0,36
μ_{Fdc}		0,5	0,5		0,5	0,2	0,5
angle frot Fdc	rad	0,4	0,4		0,4	0,2	0,4
angle frot Fdc	°	25,3	25,3		25,3	13,3	25,3
Phi	rad	0,6	0,3		0,6	0,7	0,3
To	MPa	702,4	584,6		702,4	702,4	584,6
μ_{Fed}		0,7	0,7		0,7	0,4	0,7
angle frot Fdd	rad	0,6	0,6		0,6	0,3	0,6
angle frot Fdd	°	35,2	35,2		35,2	19,5	35,2
Fc	N	828,8	828,8		828,8	614,3	828,8
Ff	N	545,9	545,9		545,9	357,1	545,9
Evolution Fc	%					26%	35%
Evolution Ff	%					35%	38%

Tableau AII-2 : Exemple de calcul réalisé (en jaune – valeurs mesurées, en vert – valeurs calculées en utilisant les lois de coupe analytiques, en bleu – valeurs introduites dans le modèle inverse, en rouge – valeurs (réponses) de sortie)

II.6. MODELISATION DES EFFORTS DE COUPE EN COUPE ORTHOGONALE (TOURNAGE 2D) AVEC LA PLAQUETTE DE TOURNAGE REVETUE AVEC LE MoS_2

La **Figure AII-4** présente les résultats obtenus en coupe orthogonale (tournage 2D) avec la plaquette de tournage (Arno CCMW 09T308EN AK10) revêtue avec le MoS_2 . La comparaison aux résultats réalisés à sec et avec le lubrifiant HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure) est également effectuée.

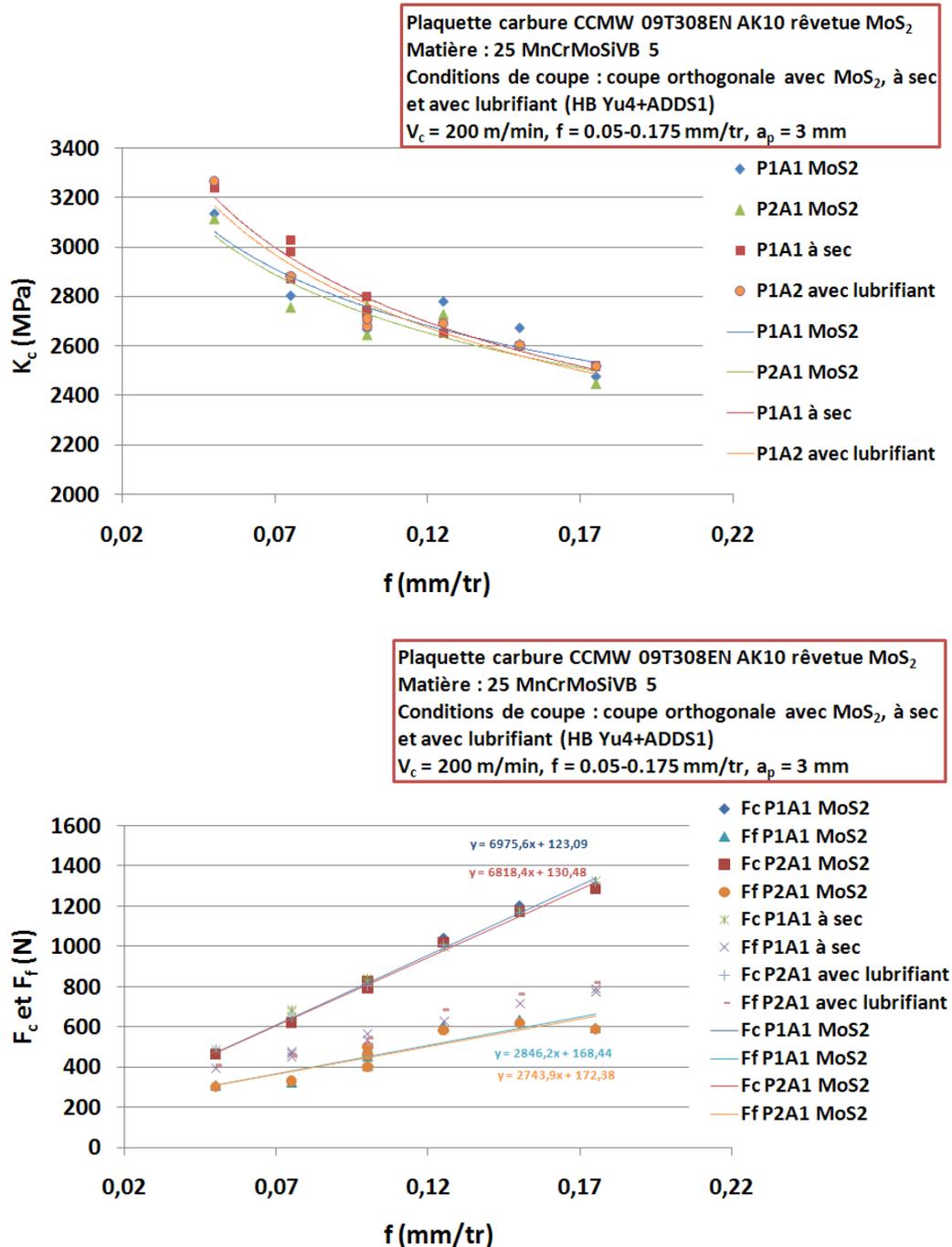


Figure AII-4 : Résultats obtenus en coupe orthogonale (tournage 2D) avec l'outil en carbure revêtu MoS_2 (comparaison aux résultats réalisés à sec et avec le lubrifiant HB Yu4+ADDS1)

Le **Tableau AII-3** montre les coefficients de frottement déterminés sur la face de coupe et la face de dépouille en tournage (coupe orthogonale) à sec et avec le lubrifiant (HB Yu4+ADDS1) en utilisant la régression linéaire des résultats expérimentaux illustrés sur la **Figure AII-4**.

$$\mu_{Fdc} = \frac{F_{Fdc/v}}{F_{Fdc/t}} = \frac{bk_{v1}h}{bk_{t1}h} = \frac{k_{v1}}{k_{t1}}$$

$$\mu_{Fdd} = \frac{F_{Fdd/t}}{F_{Fdd/v}} = \frac{bk_{t0}}{bk_{v0}} = \frac{k_{t0}}{k_{v0}}$$

	P1A1 MoS2	P2A1 MoS2
F_c	y = 6975,6x + 123,09	y = 6818,4x + 130,48
bkt1	6975,6	6818,4
bkt0	123,09	130,48
F_f	y = 2846,2x + 168,44	y = 2743,9x + 172,38
bkv1	2846,2	2743,9
bkv0	168,44	172,38
coefficient de frottement Fdc	0,4	0,4
coefficient de frottement Fdd	0,7	0,7

Tableau AII-3 : Calcul des coefficients de frottement sur la face de coupe (Fdc) et la face de dépouille (Fdd) en coupe orthogonale (tournage 2D) avec la plaquette revêtue avec le MoS₂

II.7. MOYENS ET MATERIELS MIS EN ŒUVRE EN FRAISAGE

Les essais de fraisage sont réalisés sur un Centre d'Usinage Grande Vitesse 3 axes DMC85V (cf. Figure AII-5), et équipé d'une commande numérique 840D Siemens. Les efforts engendrés par l'opération de fraisage sont mesurés à l'aide d'un capteur rotatif Kistler 9123C monté sur la broche-outil de la machine. Ce dynamomètre mesure les efforts (F_x , F_y , F_z) suivant les trois directions de l'espace et le couple. L'énergie spécifique de coupe (W_c) est calculée selon l'équation :

$$W_c = \frac{P_c}{Q_w}$$

où

W_c [W/cm³/min] – énergie spécifique de coupe

P_c [W] – puissance de coupe calculée de l'équation : P_c [W] = M_z en coupe moyen [N.m] · ω [rad/s]

Q_w [cm³/min] – débit de copeaux

Dans le cas du capteur rotatif, l'amplificateur de charge est intégré à celui-ci. Les signaux sont récupérés sous forme de tension à la sortie du module de commande. La chaîne d'acquisition comprend un PC muni d'une carte d'acquisition et le logiciel d'acquisition DasyLab©.



Figure AII-5 : Centre d'Usinage Grande Vitesse 3 axes DMC85V et fraise utilisée (3 dents, diamètre 10)

Du point de vue pratique, l'intérêt d'utiliser le capteur qui se monte sur la broche-outil de la machine est considérable. Les dynamomètres habituellement utilisés pour mesurer les efforts de coupe sont des capteurs statiques qui se montent sur les tables de centre d'usinage. Par voie de conséquence, l'installation expérimentale doit souvent être adaptée aux dimensions de la platine et doit assurer efficacement son étanchéité. Le montage expérimental conçu pour cette étude est constitué d'un simple système de carter dans lequel l'éprouvette à usiner est fixée (cf. Figure AII-6). Le bassin est ensuite rempli avec le lubrifiant testé. L'éprouvette reste entièrement immergée dans le fluide de coupe pendant l'opération de fraisage. Toutes les pièces du montage sont nettoyées soigneusement avant et après l'essai. Entre chaque utilisation, le montage est rincé avec l'huile de base inerte et dégraissé avec de l'acétone.

Les éprouvettes utilisées en fraisage sont de forme parallélépipédique, de dimensions 100 mm x 150 mm x 25 mm. Avant d'être utilisées en essai, elles sont surfacées et percées (fixation pour le montage expérimental). Pour les essais d'usure des fraises, des passes sur toute la longueur de l'éprouvette sont simplement réalisées. Pour les essais de mesures des efforts, deux rainures de 10 mm dans le sens longitudinal de l'éprouvette sont réalisées en complément, de façon symétrique par rapport aux perçages de fixation. La longueur usinée pour ces essais est égale à 30 mm dans le

sens transversal en utilisant la rainure usinée auparavant pour faciliter le dégagement de l'outil après la mesure, de manière à limiter son influence sur les efforts mesurés.

Les outils utilisés sont des fraises à 3 dents de diamètre 10 fabriquées par Tivoly (cf. Figure AII-5). Elles sont en carbure de tungstène non revêtu (92% W, 8% Co). Les essais sont toujours effectués avec des fraises neuves provenant du même lot. Elles sont examinées à la loupe binoculaire et nettoyées ensuite à l'heptane avant chaque utilisation.

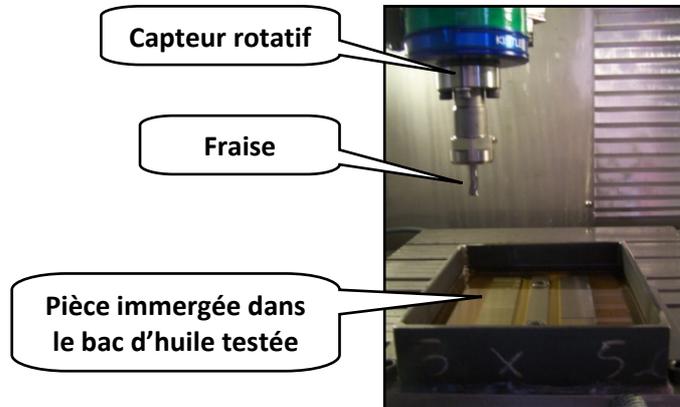
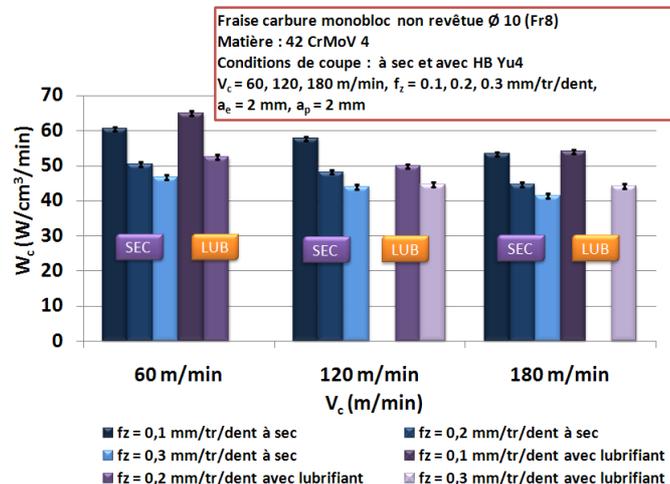
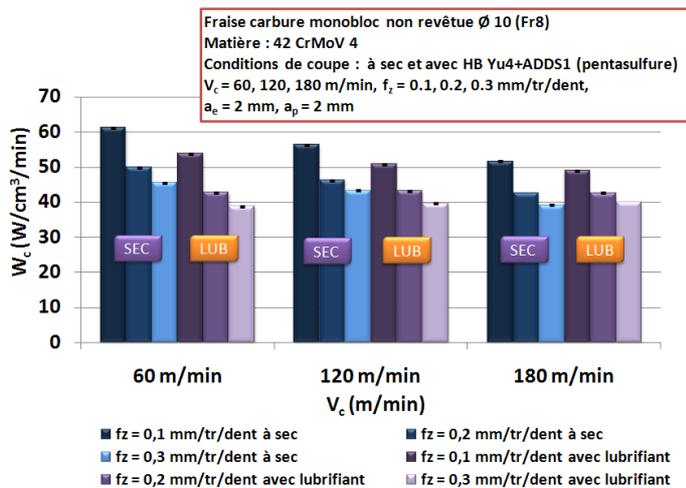


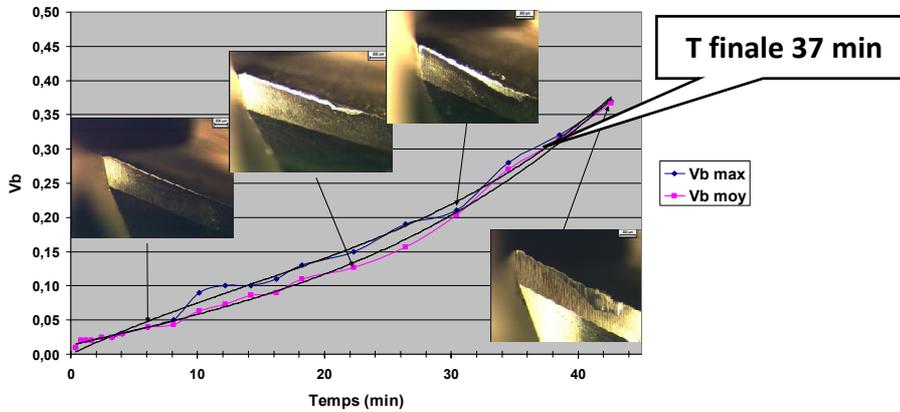
Figure AII-6 : Opération de fraisage de la pièce immergée dans le lubrifiant testé

II.8. FRAISAGE A SEC/HB YU4+ADDS1 ET FRAISAGE A SEC/HB YU4 – GRAPHES POUR 3 V_c ET 3 F_z DIFFERENTES

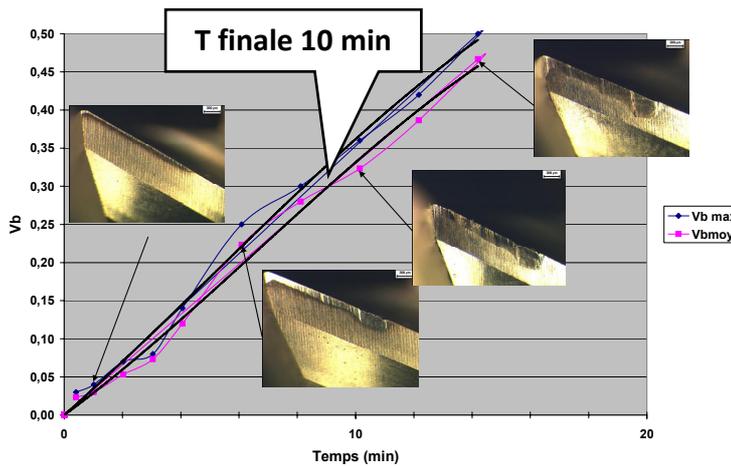


II.9. EVOLUTION DE L'USURE DES OUTILS LORS DE L'ESSAI DE LA DUREE DE VIE

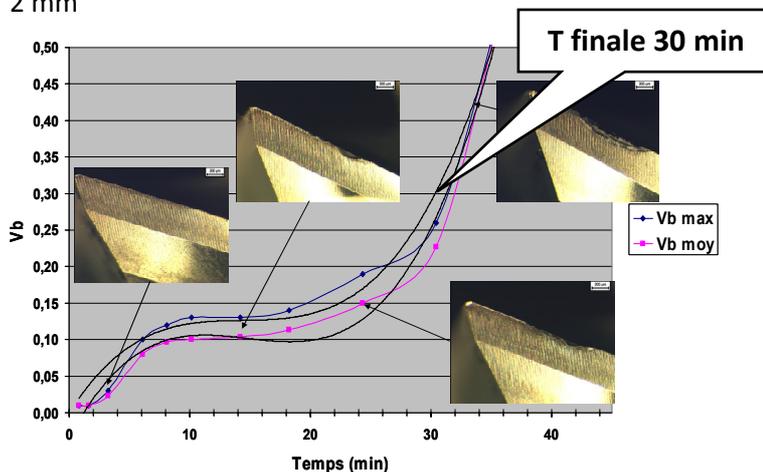
- Essai de la durée de vie d'outil en fraisage à sec à basse vitesse de coupe
Conditions de coupe : $V_c = 80$ m/min, $f_z = 0.05$ mm/tr/min, $a_e = 1$ mm, $h = 0,03$ mm, $a_p = 2$ mm



- Essai de la durée de vie d'outil en fraisage à sec à vitesse de coupe élevée
Conditions de coupe : $V_c = 160$ m/min, $f_z = 0.05$ mm/tr/min, $a_e = 1$ mm, $h = 0,03$ mm, $a_p = 2$ mm

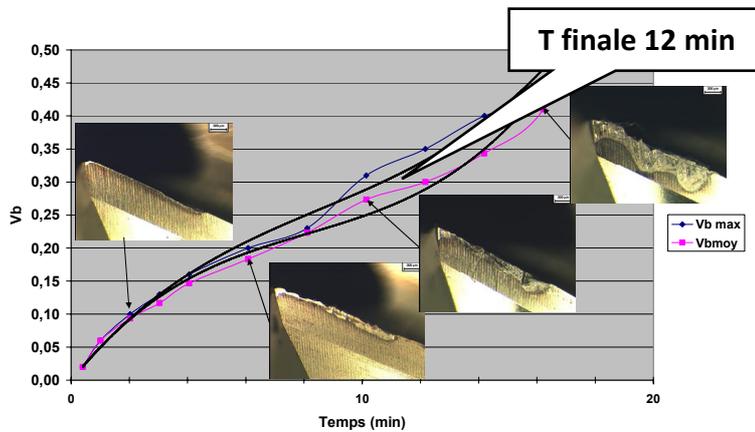


- Essai de la durée de vie d'outil en fraisage avec l'huile de base (HB Yu4) à basse vitesse de coupe
Conditions de coupe : $V_c = 80$ m/min, $f_z = 0.05$ mm/tr/min, $a_e = 1$ mm, $h = 0,03$ mm, $a_p = 2$ mm



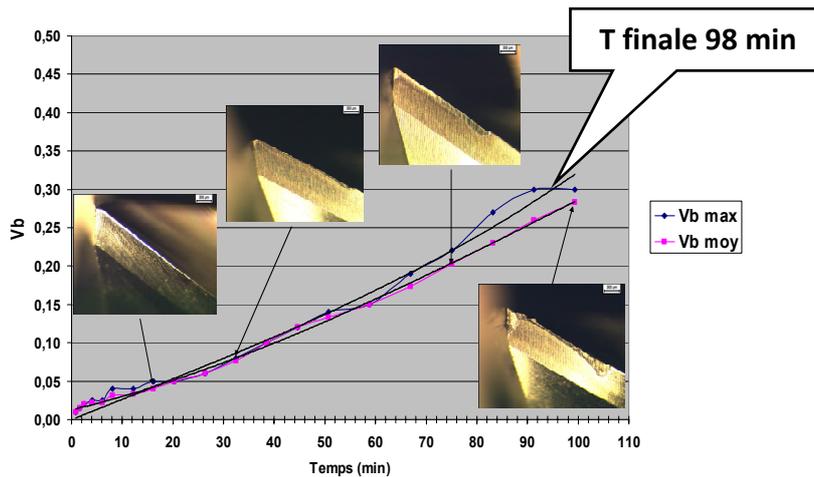
- Essai de la durée de vie d'outil en fraisage avec l'huile de base (HB Yu4) à vitesse de coupe élevée

Conditions de coupe : $V_c = 160$ m/min, $f_z = 0.05$ mm/tr/min, $a_e = 1$ mm, $h = 0,03$ mm, $a_p = 2$ mm



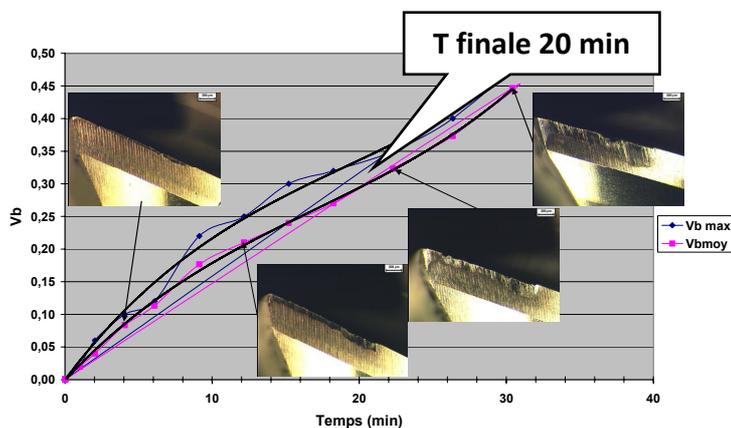
- Essai de la durée de vie d'outil en fraisage avec le mélange HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure) à basse vitesse de coupe

Conditions de coupe : $V_c = 80$ m/min, $f_z = 0,05$ mm/tr/min, $a_e = 1$ mm, $h = 0,03$ mm, $a_p = 2$ mm



- Essai de la durée de vie d'outil en fraisage avec le mélange HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure) à vitesse de coupe élevée

Conditions de coupe : $V_c = 160$ m/min, $f_z = 0.05$ mm/tr/min, $a_e = 1$ mm, $h = 0,03$ mm, $a_p = 2$ mm



II.10. SEMI-QUANTIFICATION (% AT.) ISSUE DE L'ANALYSE XPS DES SURFACES DES COPEAUX DE FRAISAGE OBTENUS AVEC LE MELANGE HB YU4+ADDS1 (PENTASULFURE) ET AVEC L'HUILE DE BASE (HB YU4)

Element	Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure)			Surface du copeau usiné avec HB Yu4		
	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique
C1s	284,77	1,33	50	284,71	1,44	48
	286,38	1,33	6	286,59	1,44	2
	288,40	1,33	4	288,30	1,44	2
O1s	529,87	1,46	7	529,91	1,4	20
	531,34	1,46	8	531,07	1,4	8
	532,19	1,46	11	532,06	1,4	6
	533,38	1,46	2	533,26	1,4	2
Fe2p3/2	706,90	1,46	traces	706,95	1,40	1
	709,70	3,50	2	709,70	3,50	3
	711,17	3,50	2	711,00	3,50	5
S2p3/2	161,11	1,39	5			
	162,38	1,39	traces			
	163,23	1,39	1			
	166,27	1,39	1			
	168,19	1,39	1			
Mn2p3/2	637,35	3,50	traces			
	641,63	3,50	1	641,04	2,65	1
	646,50	3,50	traces	642,89	2,65	1
				646,08	2,65	traces

II.11. SEMI-QUANTIFICATION (% AT.) GLOBALE ET DETAILLEE ISSUE DE L'ANALYSE XPS DE LA SURFACE DE LA FRAISE AYANT TRAVAILLE AVEC LE MELANGE HB YU4+ADDS1 (PENTASULFURE)

Pourcentage atomique (%)		
Element	Surface de la fraise (Fr8) utilisée avec HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure)	
	Face de coupe	Face de dépouille
C1s	66	55
O1s	31	38
Fe2p3/2	2	6
S2p3/2	2	1

Surface de la fraise (Fr8) utilisée avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure)						
Element	Face de coupe (Fdc)			Face de dépouille (Fdd)		
	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique
C1s	282,49	1,45	3	282,21	1,48	8
	284,90	1,45	47	284,76	1,48	35
	286,45	1,45	11	286,31	1,48	7
	288,46	1,45	5	288,28	1,48	5
O1s	530,13	1,49	11	529,74	1,46	17
	531,52	1,49	8	531,13	1,46	10
	532,51	1,49	8	532,18	1,46	8
	533,63	1,49	4	533,36	1,46	3
Fe2p3/2	706,90	0,56	traces	706,88	1,20	traces
	709,70	3,24	traces	709,70	3,43	3
	711,00	3,24	2	711,00	3,43	3
S2p3/2	161,30	2,13	1	160,92	1,98	1
	164,57	2,13	traces	163,93	1,98	traces
	168,39	2,13	1	168,14	1,98	traces

II.12. TEMPS DE PASSAGE DE LA DENT DANS LA MATIERE USINEE EN FONCTION DE L'ENGAGEMENT RADIAL (D-DIAMETRE DE L'OUTIL (MM), N-VITESSE DE ROTATION (TR/MIN))

	mm	10	10	10	10
Vc	m/min	60	60	60	60
ae	mm	2	5	7	10
N	tr/min	1910	1910	1910	1910
omega	rad/s	200	200	200	200
angle travail	rad	0,93	1,57	1,98	3,14
tps travail	s	0,0046	0,0079	0,0099	0,0157
tps travail	ms	4,6	7,9	9,9	15,7
% travail		14,8%	25,0%	31,5%	50,0%
tps 1 tour	s	0,031	0,031	0,031	0,031
tps 1 tour	ms	31	31	31	31

	mm	10	10	10	10
Vc	m/min	180	180	180	180
ae	mm	2	5	7	10
N	tr/min	5730	5730	5730	5730
omega	rad/s	600	600	600	600
angle travail	rad	0,93	1,57	1,98	3,14
tps travail	s	0,0015	0,0026	0,0033	0,0052
tps travail	ms	1,5	2,6	3,3	5,2
% travail		14,8%	25,0%	31,5%	50,0%
tps 1 tour	s	0,010	0,010	0,010	0,010
tps 1 tour	ms	10	10	10	10

II.13. MOYENS ET MATERIELS MIS EN ŒUVRE EN TARAUDAGE PAR DEFORMATION

Les essais de taraudage sont effectués sur un Centre d'Usinage Grande Vitesse 3 axes DMC65V (cf. Figure AII-7) équipé d'une commande numérique 840D Siemens. Les efforts engendrés par l'opération de taraudage sont mesurés au moyen d'une platine d'efforts Kistler 9173. C'est une platine dite à 4 composantes, c'est-à-dire qu'elle mesure les efforts (F_x , F_y , F_z) suivant les trois directions de l'espace et le couple (M_z). Lors des opérations de taraudage, seuls les signaux de l'effort F_z et du couple M_z sont mesurés, l'axe vertical Z étant à la fois l'axe de broche de l'outil et de l'éprouvette taraudée. La chaîne d'acquisition comprend les mêmes éléments qu'en tournage et en fraisage : un amplificateur de charge, un PC muni d'une carte d'acquisition et le logiciel d'acquisition Dasylab©.



Figure AII-7 : Centre d'Usinage Grande Vitesse 3 axes DMC65V et taraud par déformation Protodyn ECO HT TiN poli M12*1.5

Toutes les pièces du montage doivent préalablement être nettoyées. La platine de mesure d'efforts est fixée sur la table, puis un carter est monté sur celle-ci. Il assure l'étanchéité en protégeant la platine des lubrifiants utilisés lors de l'opération de taraudage. Le montage d'usinage (rondelles RingSpann) fabriqué aux Arts et Métiers ParisTech Cluny est monté et centré sur la platine [FRO_04]. Il permet la mise en position ainsi que le maintien des éprouvettes concentriquement à la platine. Ce matériel est présenté sur la **Figure AII-8**.

Une éprouvette, usinée sur un tour, a la forme d'un cylindre de diamètre 20 mm, ce qui permet de la positionner et de la maintenir dans le montage à serrage concentrique avec les rondelles RingSpann. Pour des raisons de capacité des capteurs de mesure d'efforts et afin d'être représentatif des pratiques en cours, le choix du filet étudié est de dimension M12*1.5 (un filetage métrique de diamètre nominal 12 mm au pas de 1.5 mm). Pour les essais de taraudage, les tarauds Prototyp Protodyn ECO HT sont utilisés (cf. Figure AII-7). Ils sont en acier rapide supérieur (ARS) enrichi en cobalt (E). Ils sont revêtus de nitrure de titane. Les essais sont toujours effectués avec des tarauds neufs provenant du même lot. Les outils utilisés sont nettoyés à l'heptane avant chaque utilisation.

La procédure de l'expérience en taraudage par déformation comprend les étapes suivantes :

- 1) percer et chanfreiner à sec préalablement les éprouvettes (cylindres de diamètre 20 mm) directement sur le centre d'usinage avant le taraudage. Cette méthode assure une très bonne concentricité et diminue le risque de variation de diamètre de l'avant-trou.
- 2) aléser à sec l'avant-trou avec une tête à aléser. Cela permet :
 - d'obtenir une bonne rectitude de l'avant-trou,
 - de calibrer le diamètre de l'avant-trou,

- de s'affranchir de l'effet de la variation du diamètre de l'avant-trou, lors de l'étude de l'effet du paramètre étudié (taraud, vitesse, huile, matériau...),
- 3) contrôler le diamètre et la conicité de l'avant-trou avec l'alésomètre
- 4) remplir l'avant-trou de taraudage avec une huile à tester
- 5) tarauder
- 6) récupérer éventuellement le lubrifiant après usage (pour analyser les débris)
- 7) nettoyer l'échantillon avec de l'air comprimé
- 8) découper à sec les échantillons pour analyse (cf. Figure AII-9)

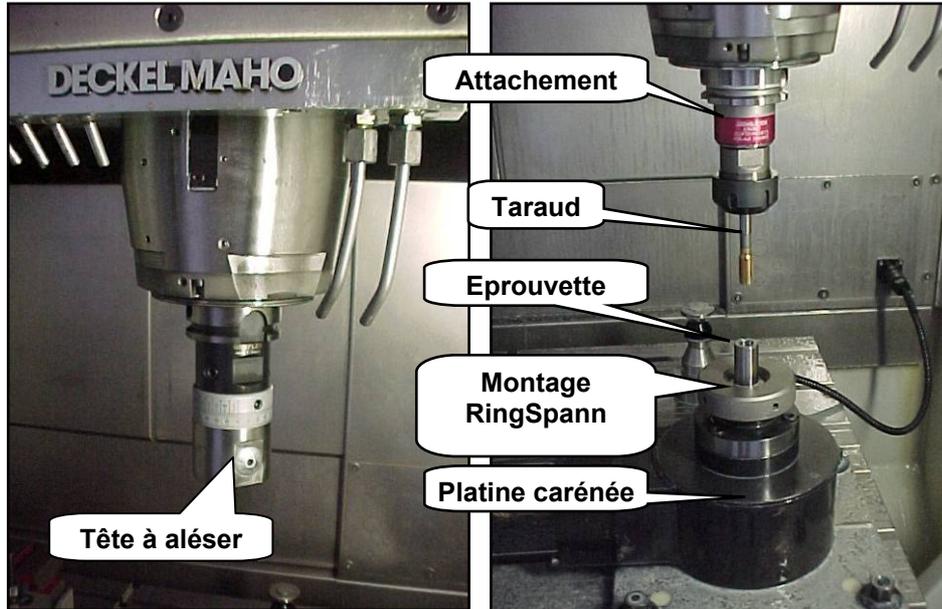
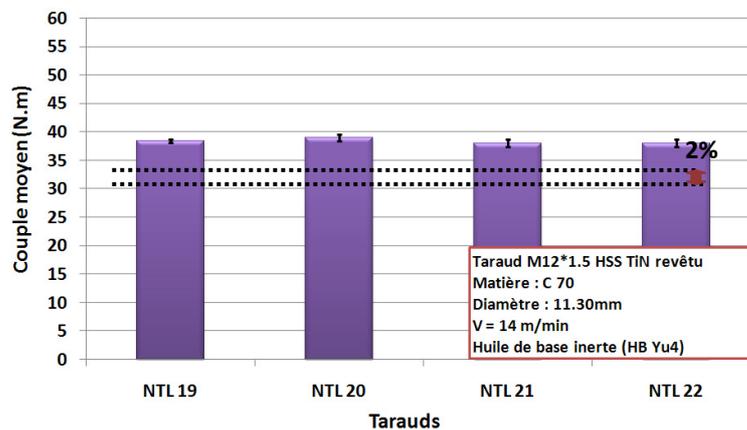


Figure AII-8 : Opération d'alésage et de taraudage [FRO_04]



Figure AII-9 : Filets formés découpés pour l'analyse des surfaces

II.14. ETALONNAGE DES TARAUDS



II.15. SEMI-QUANTIFICATION (% AT.) ISSUE DE L'ANALYSE XPS DES SURFACES DES FILETS FORMES AVEC LE MELANGE HB YU4+ADDS1 (PENTASULFURE), HB S+ADDS1 (PENTASULFURE) ET HB S

Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure)						
Element	Pied			Sommet		
	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique
C1s	284,80	1,54	49	284,81	1,33	51
	286,52	1,54	4	286,48	1,33	4
	288,70	1,54	3	288,58	1,33	2
O1s	529,61	1,51	14	529,78	1,28	11
	530,83	1,51	8	530,94	1,28	6
	531,94	1,51	7	531,89	1,28	6
	533,34	1,51	2	533,15	1,28	3
Fe2p3/2	706,91	1,40	traces	707,00	1,42	traces
	709,62	3,38	2	709,70	3,19	3
	711,07	3,38	3	711,01	3,19	2
S2p3/2	161,30	2,11	3	161,08	2,49	8
	164,51	2,11	2	164,20	2,49	2
	167,75	2,11	3	169,18	2,49	2

Surface du filet formé avec HB Soufrée + ADDS1 (pentasulfure)						
Element	Pied			Sommet		
	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique
C1s	284,80	1,62	35	284,78	1,53	36
	286,60	1,62	6	286,43	1,53	6
	288,43	1,62	7	288,31	1,53	7
O1s	529,93	1,53	12	529,86	1,39	15
	531,28	1,53	9	531,16	1,39	9
	531,99	1,53	16	531,98	1,39	13
	533,28	1,53	4	533,17	1,39	4
Fe2p3/2	706,97	1,53	traces	706,98	1,28	traces
	709,70	3,38	1	709,70	3,35	1
	711,00	3,38	5	711,00	3,35	5
S2p3/2	161,30	1,90	2	161,19	2,19	2
	163,83	1,90	1	163,82	2,19	1
	168,13	1,90	2	168,07	2,19	1

Surface du filet formé avec HB Soufrée						
Element	Pied			Sommet		
	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique
C1s	284,80	1,45	65	284,71	1,23	75
	286,90	1,45	3	285,95	1,23	5
	288,46	1,45	3	287,94	1,23	2
O1s	529,89	1,45	10	529,74	1,54	4
	531,21	1,45	6	531,18	1,54	4
	532,09	1,45	6	532,07	1,54	5
	533,10	1,45	2	533,25	1,54	1
Fe2p3/2	706,95	1,37	traces	706,97	0,97	traces
	709,70	3,22	1	709,70	3,50	traces
	711,00	3,22	2	711,00	3,50	1
S2p3/2	161,29	2,71	1	160,91	2,36	traces
	163,58	2,71	traces	164,21	2,36	traces
	168,42	2,71	1	168,18	2,36	1

ANNEXE III (ASSOCIEE AU CONTENU DU CHAPITRE III)**III.1. CARACTERISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES DES ADDITIFS, FOURNIES PAR LES FABRICANTS**

Le **Tableau AIII-1** donne quelques caractéristiques techniques fournies par les fabricants des additifs testés. Pour des raisons de confidentialité, certaines données sont incomplètes.

Désignation utilisée dans l'étude	Caractéristiques fournies par fabricants
ADDS1 (pentasulfure)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Teneur en soufre : 30% wt. < S < 32% wt. ▪ Soufre actif : ± 23% ▪ Viscosité cinématique à 40 °C : 165 mm²/s ▪ Point d'écoulement : -17 °C ▪ Point d'éclair : ≥ 140 °C (coupelle fermée)
ADDS2 (triglycéride soufré)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Teneur en soufre : 14,5% wt. < S < 16% wt. ▪ Soufre actif : ± 6% ▪ Viscosité cinématique à 40 °C : 650 mm²/s ▪ Point d'écoulement : < -10 °C ▪ Point d'éclair : > 150 °C (coupelle fermée)
ADDS3 (ester méthylique soufré)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Teneur en soufre : ± 17% wt. ▪ Soufre actif : ± 8% ▪ Viscosité cinématique à 40 °C : 50 mm²/s ▪ Point d'écoulement : non connu ▪ Point d'éclair : > 190 °C (coupelle fermée)
ADDS4 (dithiocarbamate)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Teneur en soufre : 28% wt. < S < 32% wt. ▪ Soufre actif : non connu ▪ Viscosité cinématique à 40 °C : non connu ▪ Point d'écoulement : non connu ▪ Point d'éclair : > 177 °C (coupelle fermée)

Tableau AIII-1 : Caractéristiques physico-chimiques des additifs testés, fournies par les fabricants

III.2. DETERMINATION DES CARACTERISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES DES ADDITIFS

- **Densité (masse volumique)**

La norme utilisée pour déterminer la masse volumique (à 15 °C) du lubrifiant est par exemple la norme française ISO 12185. Une norme équivalente est la norme ASTM D-4052.

- **Viscosité cinématique**

Pour déterminer la viscosité cinématique, on mesure le temps d'écoulement d'un volume de lubrifiant à travers un capillaire calibré à une température donnée, généralement à 40 °C ou 100 °C. L'unité de viscosité cinématique est le millimètre carré par seconde (mm²/s) qui équivaut au centistoke (cSt) dans le système CGS. Il existe différentes normes équivalentes, parmi lesquelles : ASTM D-445, NF T 60100, ISO 3104 ou DIN 51550.

- **Le point éclair (Point Flash)**

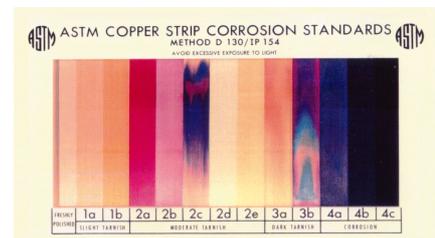
C'est la température à laquelle il faut porter un produit pétrolier liquide pour qu'il émette dans des conditions normalisées, des vapeurs en quantité suffisante pour que celles-ci puissent s'enflammer en présence d'une flamme. Il existe différentes variantes d'équipements pour évaluer le point d'éclair : en vase ouvert ou en vase clos et sur les différents appareils tels que Cleveland, Pensky-Martens, Luchaire etc. La norme utilisée pour déterminer le point éclair est la suivante NF T 60118. Il existe deux normes équivalentes : ASTM D-93 (coupelle fermée) et ASTM D-92 (coupelle ouverte).

- **Le point d'écoulement**

C'est la température la plus basse pour laquelle le lubrifiant s'écoule encore. Les normes définissant le point d'écoulement sont les suivantes : NF T 60105, ASTM D-97, ISO 3016.

- **Propriétés anticorrosives**

L'essai le plus souvent utilisé est celui dit "à la lame de cuivre" où une plaquette de cuivre polie est immergée pendant 3h à 100 °C dans l'huile à tester. Au bout de 3 h, la lame est retirée, rincée et séchée. Ensuite, on compare sa coloration par rapport à celle d'étalon (cf. Figure à droite). La coloration traduit plus au moins la corrosivité de l'huile vis-à-vis du cuivre. L'échelle varie de 1a (clair) à 4c (très foncé) du caractère peu corrosif au très corrosif. La norme utilisée est la norme ASTM D-130.



- **Détermination du soufre actif**

Le taux de soufre actif d'un additif à température donnée peut être défini comme une différence, exprimée en pourcentage pondéral, de la teneur en soufre avant et après réaction d'un échantillon de cet additif avec une quantité donnée de cuivre pendant un temps fixe. La norme utilisée est la norme ASTM D-1662.

III.3. DETERMINATION DES CARACTERISTIQUES MECANQUES DES ADDITIFS

- **Essai quatre billes selon la norme ASTM D-2783 et ASTM D-4172 (équivalente à ISO 20623§10)**

Le principe de l'essai quatre billes (cf. Figure AIII-1) consiste à exercer un effort normal sur trois billes fixes en utilisant une quatrième bille mise en rotation par un moteur. Les conditions données de vitesse, de charge, de température et de durée dépendront des propriétés testées (cf. Tableau AIII-2). Les billes sont maintenues fixes dans une cuvette et immergées dans l'échantillon d'huile à tester.

Les deux types de mesures réalisées pour déterminer les propriétés extrême-pression des lubrifiants sont la charge de soudure et la charge finale avant la soudure. Pour déterminer la première, on applique des charges croissantes par paliers de 10 s jusqu'à obtenir la soudure des billes. La charge initiale est habituellement de 80 kg. Après chaque palier de charge, les diamètres de trois billes inférieures sont mesurés et les quatre billes sont remplacées. La charge finale avant la soudure est une limite qui indique le passage d'une usure abrasive à une usure adhésive.

L'essai quatre billes peut également être employé pour évaluer les propriétés anti-usure. Pour cela, on applique une charge moyenne (40 kg) sur les billes pendant une heure. Les diamètres des trois billes fixes sont ensuite cotés.

Ce type d'essais (quatre billes EP et quatre billes AU) est souvent soumis à la vérification de la répétabilité et de la reproductibilité des résultats.

Essai quatre billes	Conditions d'essais
Propriétés extrême-pression (norme ASTM D-2783)	<p>Conditions d'essai : charge appliquée de 80 à 800 kg pendant 10 s par palier</p> <p>Vitesse de rotation : 1800 tr/min</p> <p>Résultat : charge de soudure (kg), charge de grippage (kg)</p> <p>Mesure : diamètres d'empreintes Température ambiante</p>
Propriétés anti-usure (norme ASTM D-4172 équivalente à NF EN ISO 20623§10)	<p>Conditions d'essai : charge appliquée de 40 kg pendant une heure</p> <p>Vitesse de rotation : 1200 tr/min</p> <p>Résultat : diamètre moyen des empreintes sur les billes fixées (mm)</p> <p>Mesure : diamètres d'empreintes Température ambiante ou régulée</p>

Tableau AIII-2 : Conditions d'essais pour les deux types d'essais sur le tribomètre quatre billes

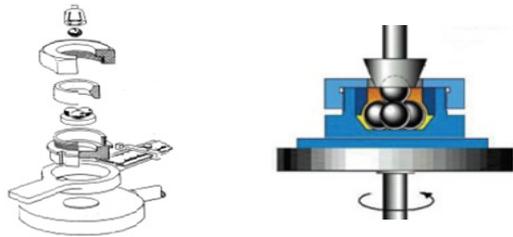


Figure AIII-1 : Schémas du montage de l'essai quatre billes

- **Machine Reichert**

La machine de Reichert (cf. Figure AIII-2) est utilisée pour effectuer des essais d'usure. Son principe consiste à mesurer l'effet du frottement entre deux cylindres baignant dans le lubrifiant testé, et dont le premier est entraîné en rotation par un moteur à vitesse fixe (900 tr/min). Le second cylindre est fixe et maintenu en position par une charge fixe appliquée. On détermine l'usure de la bague tournante au bout d'une longueur déterminée de glissement (d'habitude 100 m) contrôlée par un compteur.

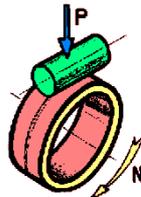


Figure AIII-2 : Schéma du montage de la machine Reichert

III.4. SEMI-QUANTIFICATION (% AT.) PAR ELEMENT CHIMIQUE ISSUE DE L'ANALYSE XPS DE SURFACES DE COPEAUX OBTENUS EN FRAISAGE AVEC LES DIFFERENTS MELANGES TESTES

Element C1s					
Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure)			Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS2 (triglycéride soufré)		
Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique
284,77	1,33	50	284,70	1,48	49
286,38	1,33	6	286,45	1,48	12
288,40	1,33	4	287,97	1,48	4
Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS3 (ester méthylique soufré)			Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS4 (dithiocarbamate)		
284,71	1,48	56	284,77	1,47	45
286,33	1,48	6	286,50	1,47	3
288,56	1,48	5	288,36	1,47	3
Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS1 + CP (pentasulfure + CP)					
284,72	1,47	49			
286,49	1,47	6			
288,64	1,47	5			

Element O1s					
Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure)			Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS2 (triglycéride soufré)		
Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique
529,87	1,46	7	529,86	1,77	6
531,34	1,46	8	531,84	1,77	11
532,19	1,46	11	533,20	1,77	5
533,38	1,46	2	534,51	1,77	3
Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS3 (ester méthylique soufré)			Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS4 (dithiocarbamate)		
529,73	1,61	5	529,79	1,38	23
531,28	1,61	8	531,18	1,38	8
532,11	1,61	9	532,20	1,38	7
533,50	1,61	3	533,41	1,38	2
Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS1 + CP (pentasulfure + CP)					
529,77	1,54	7			
531,13	1,54	7			
532,13	1,54	10			
533,53	1,54	4			

Element S2p3/2					
Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure)			Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS2 (triglycéride soufré)		
Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique
161,11	1,39	5	160,91	1,36	2
163,23	1,39	1	162,12	1,36	1
166,27	1,39	traces	163,31	1,36	2
168,19	1,39	1	165,69	1,36	traces
Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS3 (ester méthylique soufré)			168,17	1,36	1
160,83	1,37	2	Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS4 (dithiocarbamate)		
162,12	1,37	traces	161,26	2,02	traces
163,40	1,37	2	163,42	2,02	traces
166,41	1,37	traces	168,31	2,02	1
168,39	1,37	1			
Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS1 + CP (pentasulfure + CP)					
161,11	1,33	5			
162,40	1,33	1			
163,35	1,33	1			
166,26	1,33	1			
168,10	1,33	1			

Element Fe2p3/2					
Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure)			Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS2 (triglycéride soufré)		
Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique
706,90	1,46	1	707,00	1,46	traces
709,70	3,50	2	709,70	3,50	1
711,17	3,50	2	711,09	3,50	1
Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS3 (ester méthylique soufré)			Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS4 (dithiocarbamate)		
706,84	1,31	traces	707,00	0,51	traces
709,70	3,50	1	709,70	3,13	3
711,00	3,50	2	711,00	3,13	5
Surface du copeau usiné avec HB Yu4 + ADDS1 + CP (pentasulfure + CP)					
706,88	1,29	1			
709,70	3,47	1			
711,00	3,47	2			

III.5. SEMI-QUANTIFICATION GLOBALE (% AT.) ISSUE DE L'ANALYSE XPS DES SURFACES DE FRAISES QUI ONT TRAVAILLE AVEC LES DIFFERENTS MELANGES TESTES

Pourcentage atomique (%)				
Element	Surface de la fraise (Fr8) utilisée avec HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure)		Surface de la fraise (Fr5) utilisée avec HB Yu4+ADDS2 (triglycéride soufré)	
	Face de coupe	Face de dépouille	Face de coupe	Face de dépouille
C1s	65	55	58	72
O1s	31	38	35	26
Fe2p3/2	2	6	4	traces
S2p3/2	2	1	3	2
Element	Surface de la fraise (Fr9) utilisée avec HB Yu4+ADDS3 (ester méthylique soufré)		Surface de la fraise (Fr10) utilisée avec HB Yu4+ADDS4 (dithiocarbamate)	
	Face de coupe	Face de dépouille	Face de coupe	Face de dépouille
C1s	67	52	65	63
O1s	32	40	32	31
Fe2p3/2	traces	4	2	4
S2p3/2	1	4	1	2
Element	Surface de la fraise (Fr11) utilisée avec HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure) + CP			
	Face de coupe	Face de dépouille		
C1s	56	59		
O1s	42	35		
Fe2p3/2	1	4		
S2p3/2	1	2		

La **Figure AIII-3** et la **Figure AIII-4** présentent les spectres XPS du soufre ($S_{2p_{3/2}}$) obtenus pendant l'analyse des surfaces des fraises utilisées avec l'additif ADDS2 (triglycéride soufré), l'additif ADDS3 (ester méthylique soufré) et l'additif ADDS4 (dithiocarbamate) respectivement.

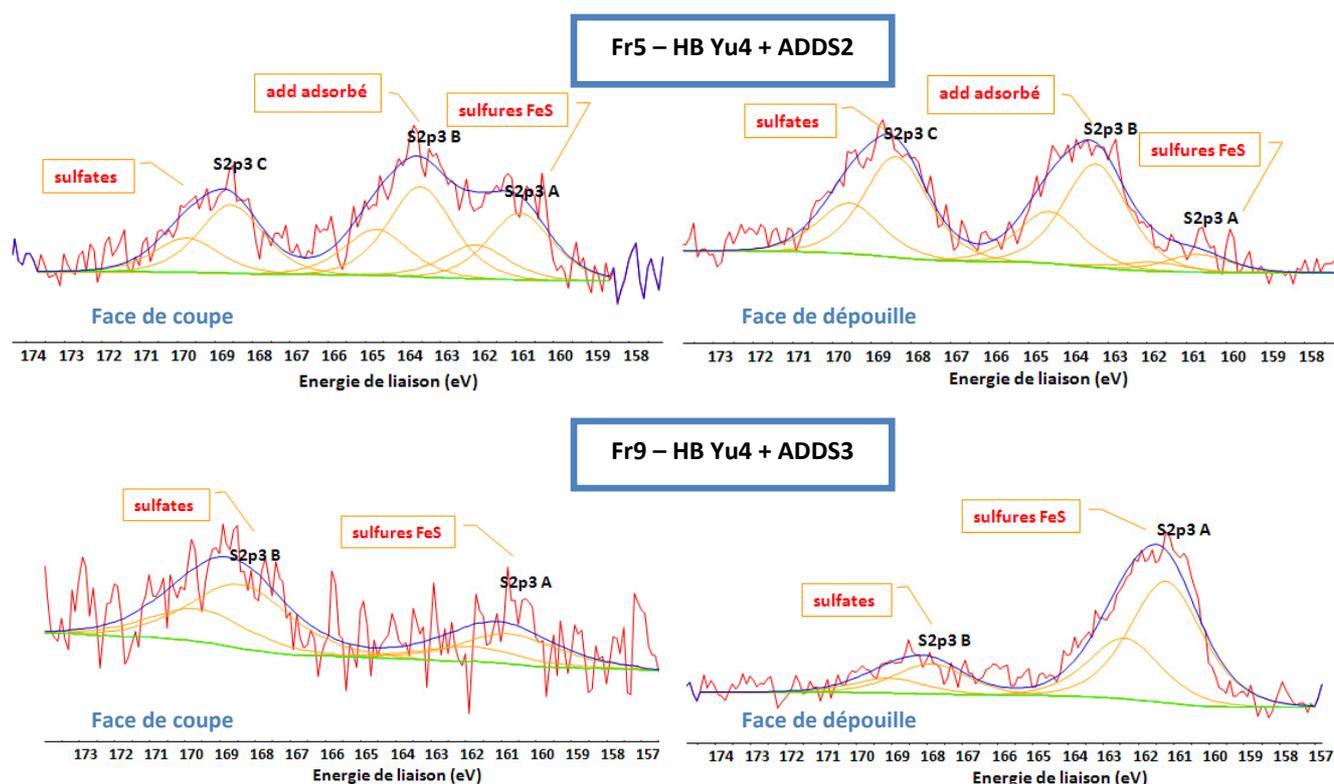


Figure AIII-3 : Spectres XPS du soufre ($S_{2p_{3/2}}$) obtenus pendant l'analyse des surfaces des fraises utilisées avec l'additif ADDS2 (triglycéride soufré) et l'additif ADDS3 (ester méthylique soufré)

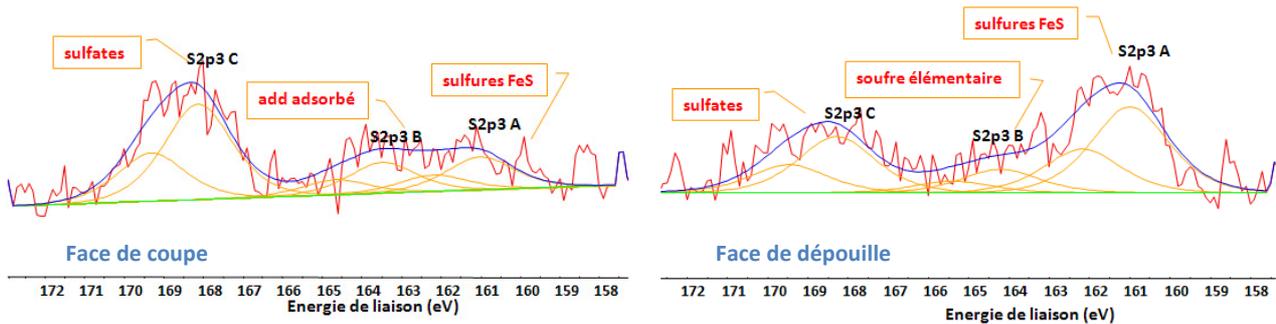


Figure AIII-4 : Spectres XPS du soufre ($S_{2p3/2}$) obtenus pendant l'analyse des surfaces de la fraise utilisée avec l'additif ADDS4 (dithiocarbamate)

III.6. EFFET DE LA CONCENTRATION DE L'ADDITIF ADDS1 (PENTASULFURE)

La performance de l'additif ADDS1 (pentasulfure) se manifeste ouvertement lors des essais en fraisage – il diminue l'énergie spécifique de coupe et protège contre l'usure le plus efficacement parmi les additifs soufrés testés (cf. III.3. Comparaison des performances de différents additifs en fraisage, Figure III-2, Figure III-3, Figure III-4). Une étude approfondie de l'effet de sa concentration sur l'énergie spécifique de coupe ainsi que sur l'usure des fraises est donc effectuée suivant les mêmes procédures d'essais que celles utilisées pour la comparaison des différents additifs soufrés dans le **Chapitre III** (cf. III.3. Comparaison des performances de différents additifs en fraisage). L'objectif de cette section est de déterminer la concentration optimale de l'additif ADDS1 (pentasulfure) pour les huiles entières de coupe.

Le mélange de base (HB Yu4+ADDS1) testé auparavant contient 3% wt. d'additif ADDS1 (pentasulfure). Celui-ci est de nouveau solubilisé dans l'huile de base (HB Yu4) dans quatre autres concentrations : 0,35% wt., 0,75% wt., 1,5% wt. et 6% wt.. Les paramètres appliqués pour cette campagne d'essai sont indiqués dans le **Tableau III-4**. Les résultats sont pénalisés par une incertitude liée aux mélanges testés : les cinq mélanges ne sont pas issus du même lot de fabrication.

Effet de la concentration de l'additif ADDS1 (pentasulfure) sur l'énergie spécifique de coupe (W_c)

Un nouveau lot des fraises étant utilisé, la campagne d'essais commence par l'étalonnage des outils – observation sous loupe binoculaire et réalisation de trois mesures à sec avec chaque fraise. Les dispersions maximales autour des valeurs calculées de l'énergie spécifique de coupe moyenne pour les trois mesures à sec avec chaque fraise sont de l'ordre 4%.

La **Figure AIII-5** montre les valeurs de l'énergie spécifique de coupe (W_c) obtenues à sec, avec l'huile de base (HB Yu4) et avec les mélanges contenant les différentes concentrations de l'additif ADDS1 (pentasulfure), pour les vitesses de coupe $V_c = 60$ m/min et $V_c = 180$ m/min, pour les trois avances de l'outil testées.

Pour la vitesse de coupe $V_c = 60$ m/min, l'augmentation de la concentration de l'additif ADDS1 (pentasulfure) permet d'obtenir un gain plus important en terme d'énergie spécifique de coupe par rapport aux mesures réalisées à sec ou avec l'huile de base (HB Yu4) (cf. Figure AIII-5 (1)). Les mélanges contenant cet additif dans les deux concentrations les plus élevées (3% wt., 6% wt.) sont ainsi les plus efficaces, ce qui s'explique par la quantité de soufre plus importante en comparaison des trois autres formulations. L'huile de base (HB Yu4) sans additif génère une énergie spécifique de coupe plus élevée que l'opération réalisée à sec.

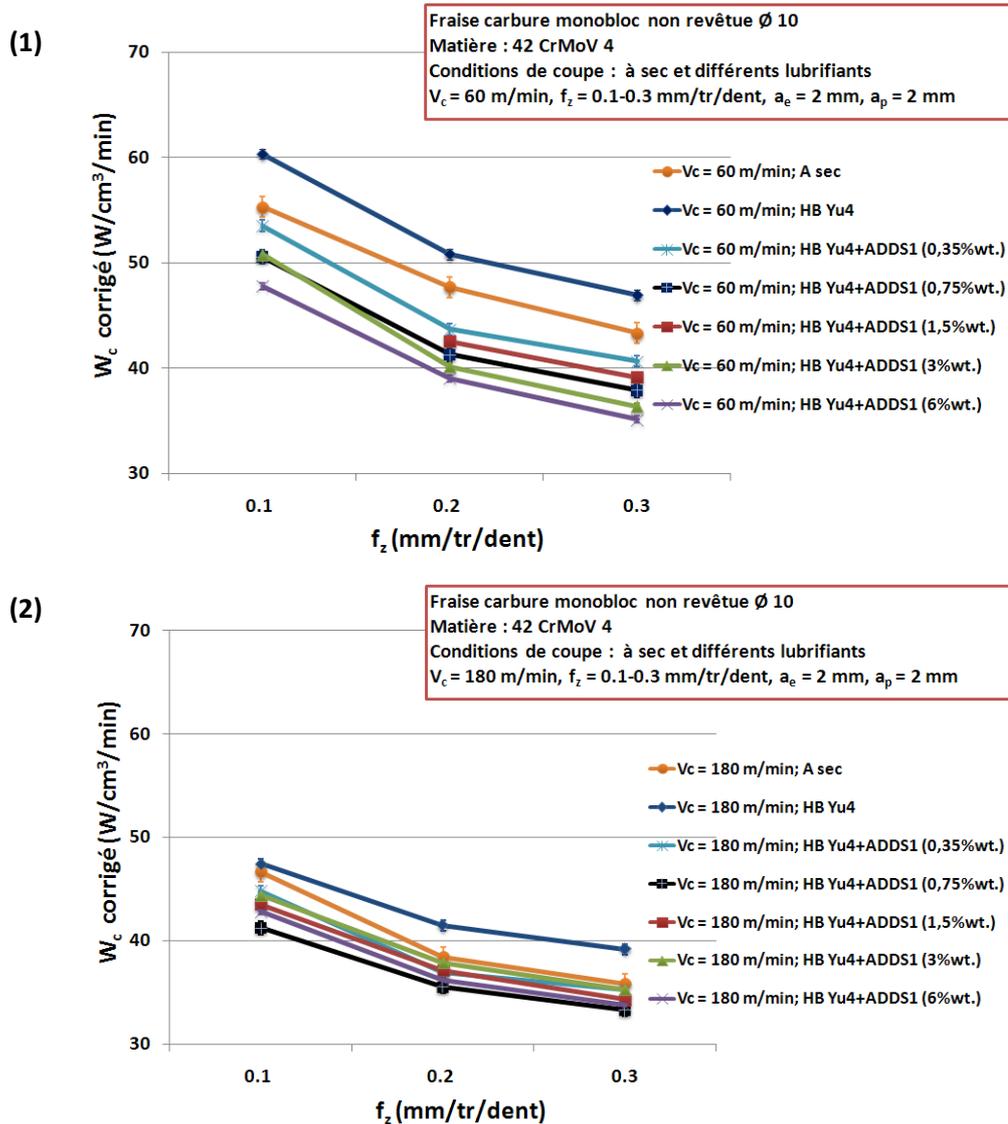


Figure AIII-5 : Energies spécifiques de coupe corrigées obtenues pour les mesures réalisées avec les mélanges contenant l'additif ADDS1 (pentasulfure) dans différentes concentrations, avec l'huile de base (HB Yu4) et à sec pour la vitesse de coupe : (1) $V_c = 60$ m/min, (2) $V_c = 180$ m/min

Les écarts en terme d'énergie spécifique de coupe identifiés entre les différentes mesures réalisées à $V_c = 60$ m/min sont considérablement diminués pour la vitesse de coupe $V_c = 180$ m/min (cf. Figure AIII-5 (2)); les performances respectives des mélanges testés deviennent difficilement discernables, même par rapport aux mesures réalisées à sec. L'action limitée du lubrifiant en terme d'énergie spécifique de coupe dans cette plage de vitesses a déjà été constatée auparavant (cf. Figure II-10). Cette réduction de l'efficacité du lubrifiant est plutôt un phénomène général, indépendant de la quantité d'élément chimique actif contenue dans le lubrifiant; le temps d'action du lubrifiant est raccourci et l'activité de l'additif ADDS1 (pentasulfure) s'en voit diminuée quelle que soit sa concentration.

Effet de la concentration de l'additif ADDS1 (pentasulfure) sur l'usure des fraises

Les cinq formulations contenant l'additif ADDS1 (pentasulfure) dans les différentes concentrations sont testées au cours d'un essai d'usure de l'outil (précédé par l'étalonnage des fraises, de la même manière qu'au § III.3.3. Evaluation de l'efficacité du fluide par la mesure de

l'usure des fraises); deux séries de mesures sont réalisées afin de vérifier la répétabilité des résultats.

La Figure AIII-6 donne les valeurs de l'usure en dépouille moyenne pour trois dents au bout de 20 minutes d'usinage pour une fraise donnée, utilisée avec un et un seul fluide testé.

Parmi les mélanges testés, la formulation contenant 3% wt. d'additif ADDS1 (pentasulfure) est la plus efficace; avec ce mélange, l'usure de l'outil est la plus faible. En ce qui concerne les formulations dont la concentration de l'additif ADDS1 (pentasulfure) est inférieure à 3% wt., elles ne contiennent probablement pas suffisamment de soufre pour pouvoir lutter contre l'endommagement de l'outil si efficacement. Inversement, le mélange contenant 6% wt. d'additif ADDS1 (pentasulfure) possède deux fois plus de soufre que la formulation à 3% wt., mais il fait preuve d'une performance moindre. Dans ce cas-là, l'apparition de l'usure corrosive des outils suite à la quantité trop importante de soufre dans la formulation peut expliquer ce résultat.

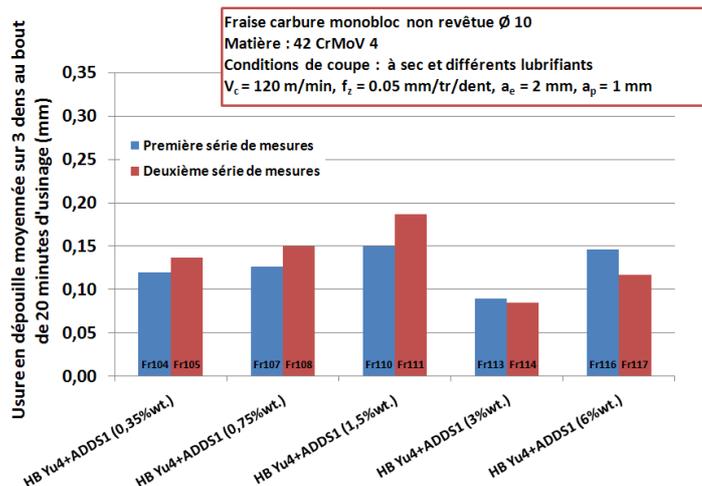


Figure AIII-6 : Usure en dépouille moyennée sur 3 dents au bout de 20 minutes de fraisage pour les mélanges contenant l'additif ADDS1 (pentasulfure) en différentes concentrations

Synthèse des résultats complémentaires obtenus avec les pentasulfures

Le pentasulfure est souvent considéré comme l'additif extrême-pression le plus efficace pour le travail des métaux et ceci se reflète particulièrement dans l'intérêt qui est porté dans la littérature à l'étude de son comportement tribologique (cf. I.3. Fluides de coupe vus par la tribochimie). Pour les vitesses de coupe faibles ($V_c = 60$ m/min), la détermination de la limite de l'efficacité de l'additif par la mesure de l'énergie spécifique de coupe semble être difficile, car le mélange contenant l'additif même à très faible concentration se montre toujours plus performant que l'opération réalisée à sec. Pour la plage de vitesses plus élevées ($V_c = 180$ m/min), l'effet de la concentration de l'additif sur l'énergie spécifique de coupe est faible, de la même manière que l'action générale du lubrifiant, et comparable à celui du fraisage à sec. Cela s'explique par l'accès réduit du lubrifiant aux interfaces de l'outil.

La concentration optimale de l'additif serait plus facile à déterminer par la mesure de l'usure des fraises. Cette concentration, probablement aux alentours de 3% wt. pour l'additif ADDS1 (pentasulfure), permettrait donc de minimiser l'usure adhésive sans génération d'usure corrosive trop importante. Ce phénomène connu est très bien illustré par la Figure I-14 (cf. I.3.4. Additifs soufrés, leurs propriétés et notion du soufre actif).

III.7. SEMI-QUANTIFICATION PAR ELEMENT CHIMIQUE (% AT.) ISSUE DE L'ANALYSE XPS DES SURFACES DES FILETS FORMES AVEC LES DIFFERENTS MELANGES

Element O1s						Element C1s					
Pied			Sommet			Pied			Sommet		
Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique
Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure)						Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure)					
529,61	1,51	14	529,78	1,28	11	284,80	1,54	49	284,81	1,33	51
530,83	1,51	8	530,94	1,28	6	286,52	1,54	4	286,48	1,33	3
531,94	1,51	6	531,89	1,28	6	288,70	1,54	3	288,58	1,33	2
533,34	1,51	2	533,15	1,28	3	Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS2 (triglycéride soufré)					
Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS2 (triglycéride soufré)						284,80	1,49	54	284,80	1,47	54
529,74	1,49	9	529,80	1,44	9	286,65	1,49	5	286,57	1,47	6
531,28	1,49	9	531,21	1,44	7	288,56	1,49	4	288,47	1,47	4
532,26	1,49	10	532,07	1,44	9	Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS3 (ester méthylique soufré)					
533,69	1,49	3	533,36	1,44	3	284,73	1,41	53	284,77	1,47	50
Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS3 (ester méthylique soufré)						286,35	1,41	5	286,42	1,47	5
529,81	1,37	10	529,89	1,36	12	288,28	1,41	4	288,34	1,47	4
530,92	1,37	5	531,18	1,36	8	Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS4 (dithiocarbamate)					
531,82	1,37	11	532,03	1,36	9	284,78	1,51	36	284,77	1,51	39
532,95	1,37	4	533,19	1,36	2	286,20	1,51	5	286,58	1,51	5
Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS4 (dithiocarbamate)						288,33	1,51	5	288,44	1,51	5
530,02	1,40	19	529,92	1,33	20	Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure) + CP					
531,21	1,40	9	531,16	1,33	7	284,79	1,58	39	284,73	1,56	40
532,05	1,40	11	532,00	1,33	11	286,49	1,58	8	286,41	1,56	7
533,05	1,40	3	533,14	1,33	3	288,44	1,58	7	288,35	1,56	7
Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure) + CP											
529,94	1,46	12	529,81	1,35	16						
531,26	1,46	9	531,24	1,35	9						
532,12	1,46	13	532,16	1,35	9						
533,23	1,46	5	533,31	1,35	3						

Element S2p3/2					
Pied			Sommet		
Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique
Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure)					
161,30	2,11	3	161,08	2,49	8
164,51	2,11	2	164,20	2,49	2
167,75	2,11	3	169,18	2,49	1
Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS2 (triglycéride soufré)					
160,92	1,75	traces	160,92	1,78	1
163,52	1,75	3	163,57	1,78	3
168,37	1,75	1	168,23	1,78	1
Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS3 (ester méthylique soufré)					
160,74	2,10	traces	160,79	1,80	traces
163,37	2,10	2	163,51	1,80	2
168,01	2,10	1	168,05	1,80	1
Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS4 (dithiocarbamate)					
161,30	2,11	traces	161,18	2,19	1
163,56	2,11	1	163,35	2,19	1
168,40	2,11	2	168,31	2,19	2
Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure) + CP					
160,74	3,44	1	161,03	3,07	1
162,71	3,44	1	163,66	3,07	1
168,41	3,44	1	168,21	3,07	1

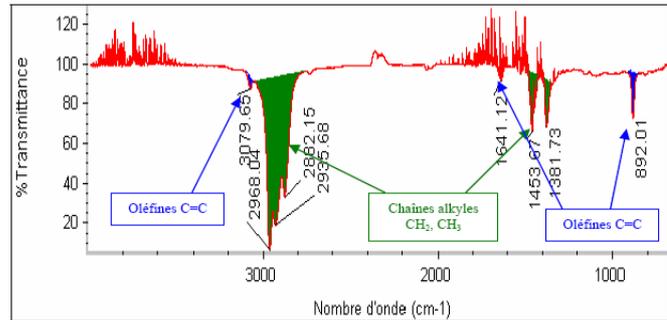
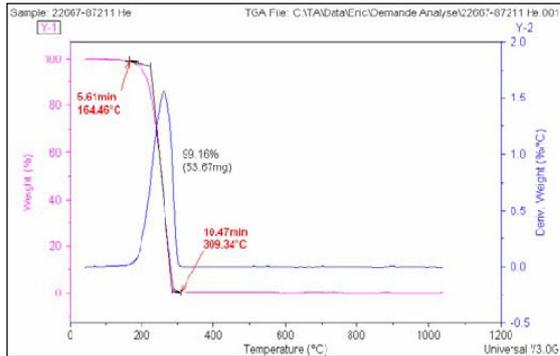
Element Fe2p3/2					
Pied			Sommet		
Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique	Energie liaison (eV)	Largeur à mi-hauteur (eV)	% atomique
Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure)					
706,91	1,40	traces	707,00	1,42	traces
709,62	3,38	2	709,70	3,19	3
711,07	3,38	3	711,01	3,19	2
Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS2 (triglycéride soufré)					
706,93	1,52	traces	706,99	1,2	traces
709,70	3,05	1	709,70	3,33	1
711,00	3,05	2	711,00	3,33	3
Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS3 (ester méthylique soufré)					
706,80	1,27	1	706,80	1,21	traces
709,70	3,29	1	709,70	3,45	1
711,00	3,29	3	711,00	3,45	4
Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS4 (dithiocarbamate)					
706,87	0,92	1	706,80	1,13	traces
709,68	3,50	traces	709,70	3,38	2
711,00	3,50	8	711,00	3,38	6
Surface du filet formé avec HB Yu4 + ADDS1 (pentasulfure) + CP					
706,89	1,53	traces	706,82	0,99	traces
709,69	3,49	traces	709,70	3,10	2
711,00	3,49	5	711,00	3,10	4

ANNEXE IV (ASSOCIEE AU CONTENU DU CHAPITRE IV)

IV.1. SPECTRES ISSUS DE L'ATG/IR

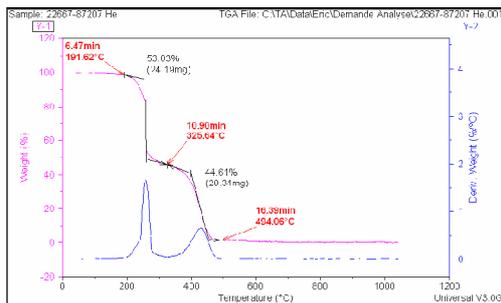
ADD51 (pentasulfure) – une seule perte de masse

Spectre ATG (à gauche) et spectre IR (à droite)

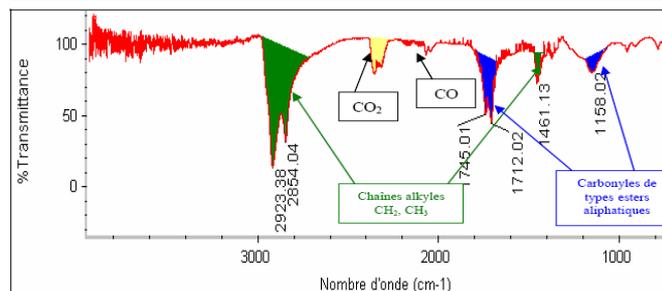
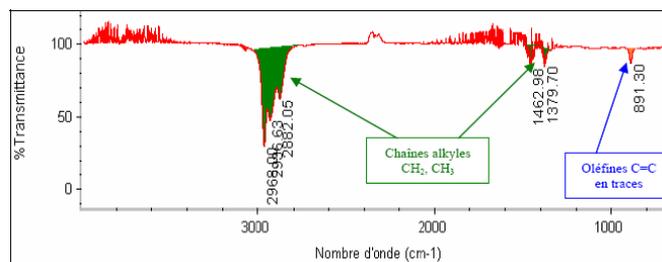


ADD52 (triglycéride soufré) – deux pertes de masses

Spectre ATG

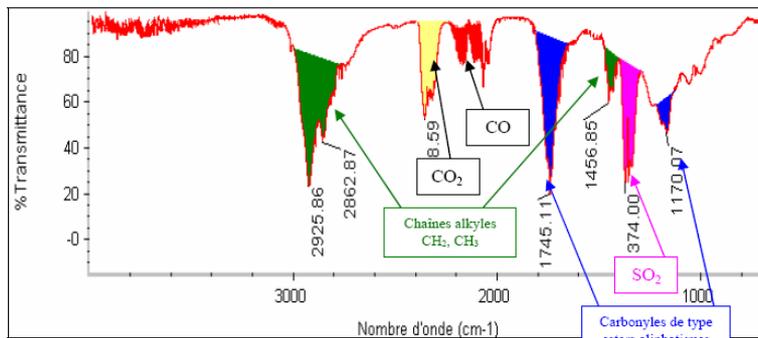
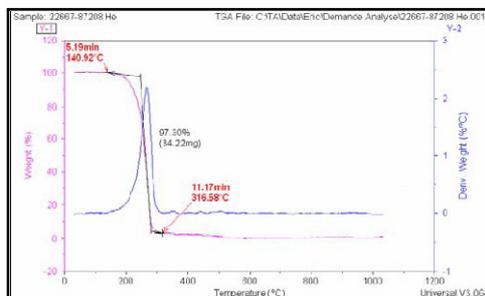


Spectre IR – première perte de masse et deuxième perte de masse

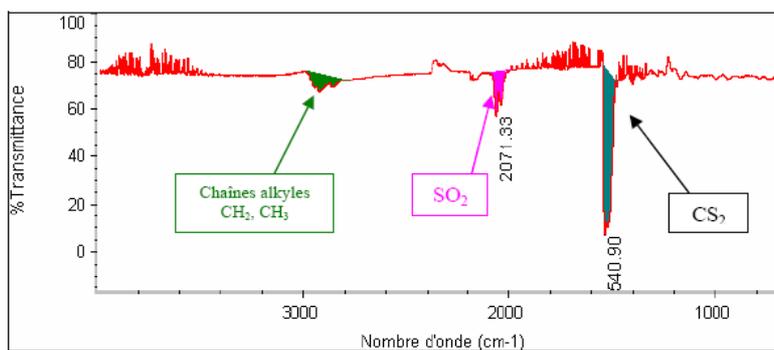
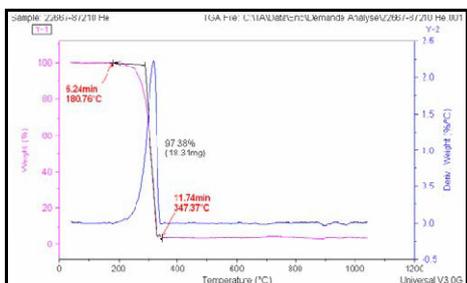


ADDS3 (ester méthylique soufré) – une seule perte de masse

Spectre ATG (à droite) et spectre IR (à gauche)

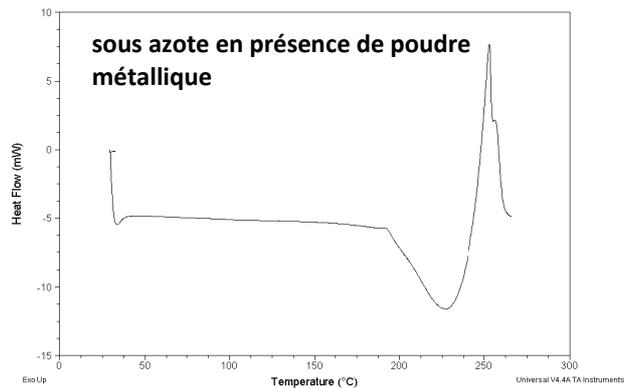
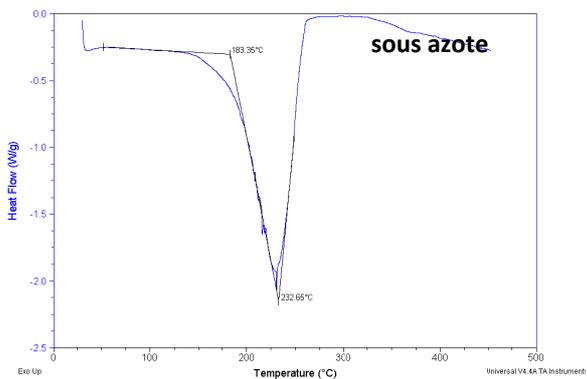
**ADDS4 (dithiocarbamate) – une seule perte de masse**

Spectre ATG (à droite) et spectre IR (à gauche)

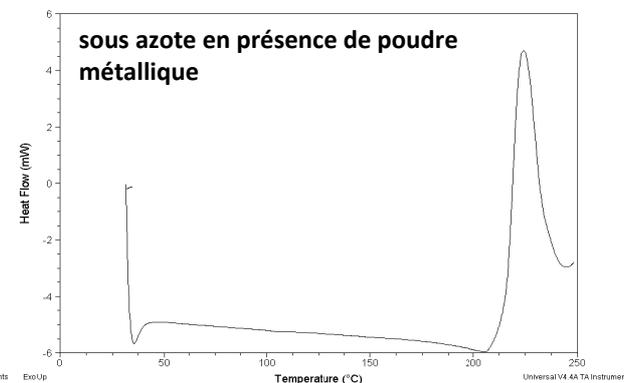
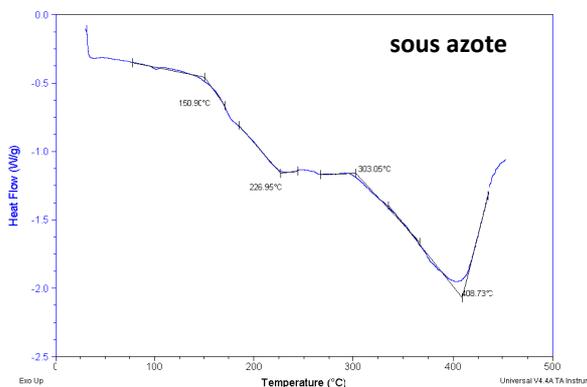


IV.2. SPECTRES ISSUS DE L'ACD

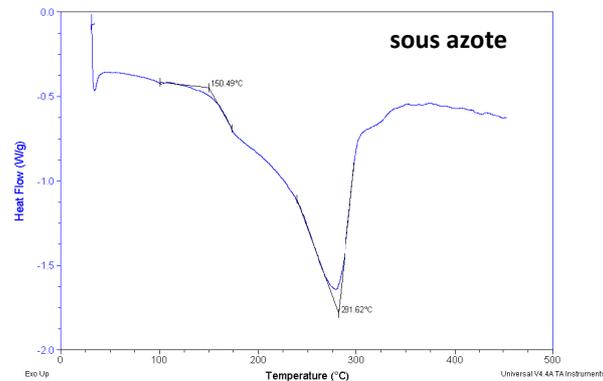
ADDS1 (pentasulfure)



ADDS2 (triglycérade soufré)

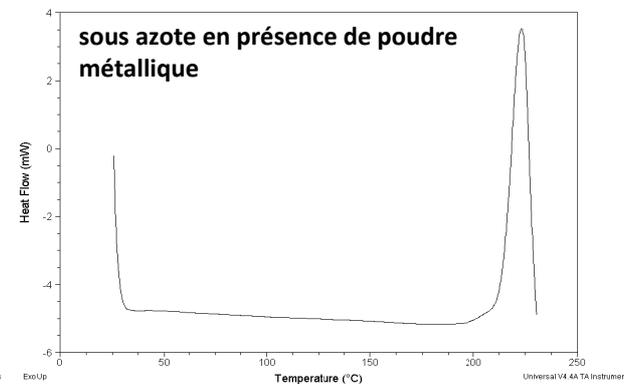
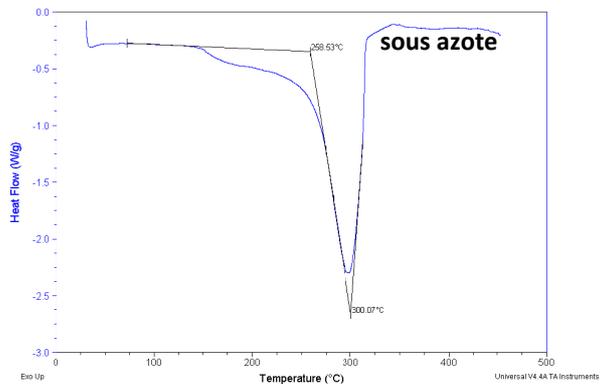


ADDS3 (ester méthylique soufré)



Données manquantes

ADDS4 (dithiocarbamate)



IV.3. RESULTATS COMPLEMENTAIRES DE LA LAME MINCE DU COPEAU OBTENU EN FRAISAGE (LAME FIB)

La **Figure AIV-1** montre l'analyse chimique élémentaire, réalisée en 9 points, au travers du film "soufré" détecté sur la surface du copeau obtenu en fraisage avec le lubrifiant HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure).

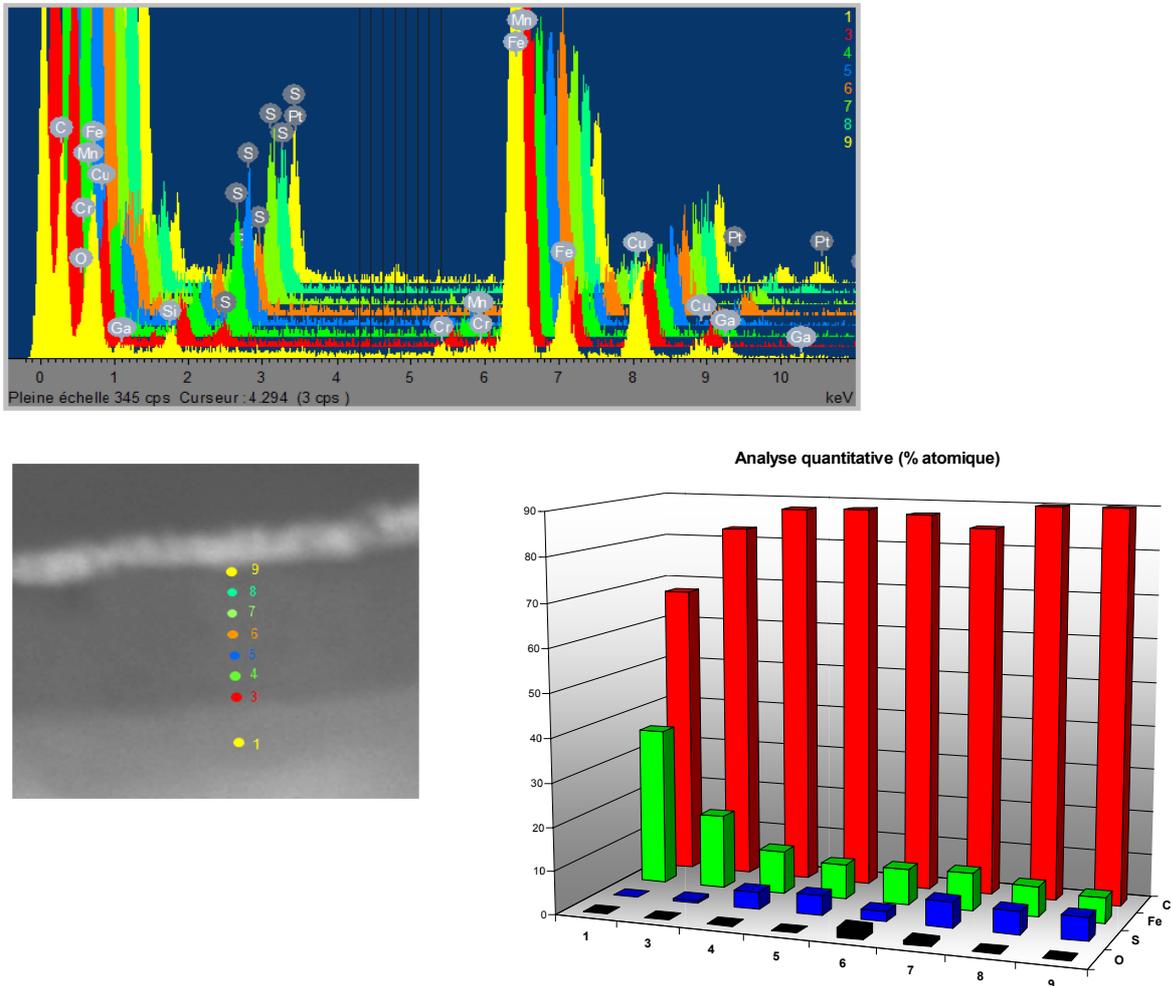


Figure AIV-1 : Analyse chimique élémentaire, réalisée en 9 points, au travers du film "soufré" détecté sur la surface du copeau obtenu en fraisage avec le lubrifiant HB Yu4+ADDS1 (pentasulfure)

IV.4. RESULTATS COMPLEMENTAIRES ISSUS DE LA MODELISATION REALISEE AU TEC

Le **Tableau AIV-1** présente la semi-quantification (% at.) issue de l'analyse XPS pour chacune des quatre zones analysées sur le substrat utilisé pour le test de frottement à 100 °C et 500 °C (in situ et après passage à l'air).

Pourcentage atomique (%at.)				
	Surface oxydée	Trace frottée "à sec"	Trace frottée avec l'additif	Surface abrasée hors traces
Test de frottement à 100°C (analyse <i>in situ</i>)				
C1s	33	31	30	30
O1s	51	22	21	19
Fe2p3/2	16	30	32	31
S2p3/2		17	17	20
Test de frottement à 500°C (analyse <i>in situ</i>)				
C1s	58	48	39	47
O1s	19	22	15	14
Fe2p3/2	13	17	33	21
S2p3/2	10	13	13	18
Test de frottement à 500°C (analyse après passage à l'air)				
C1s	65	51	33	47
O1s	24	30	41	29
Fe2p3/2	6	11	19	13
S2p3/2	5	7	6	11

Tableau AIV-1 : Semi-quantification (% at.) issue de l'analyse XPS pour chacune des zones analysées sur le substrat utilisé dans le test de frottement à 100 °C et 500 °C (in situ et après passage à l'air)

La **Figure AIV-2** présente les spectres XPS du soufre ($S_{2p_{3/2}}$) obtenus pendant l'analyse des quatre différentes zones sur le substrat utilisé dans le test de frottement à 500 °C *in situ* (cf. Figure AIV-2 (1 à 3)) et après passage à l'air (cf. Figure AIV-2 (4 à 6)).

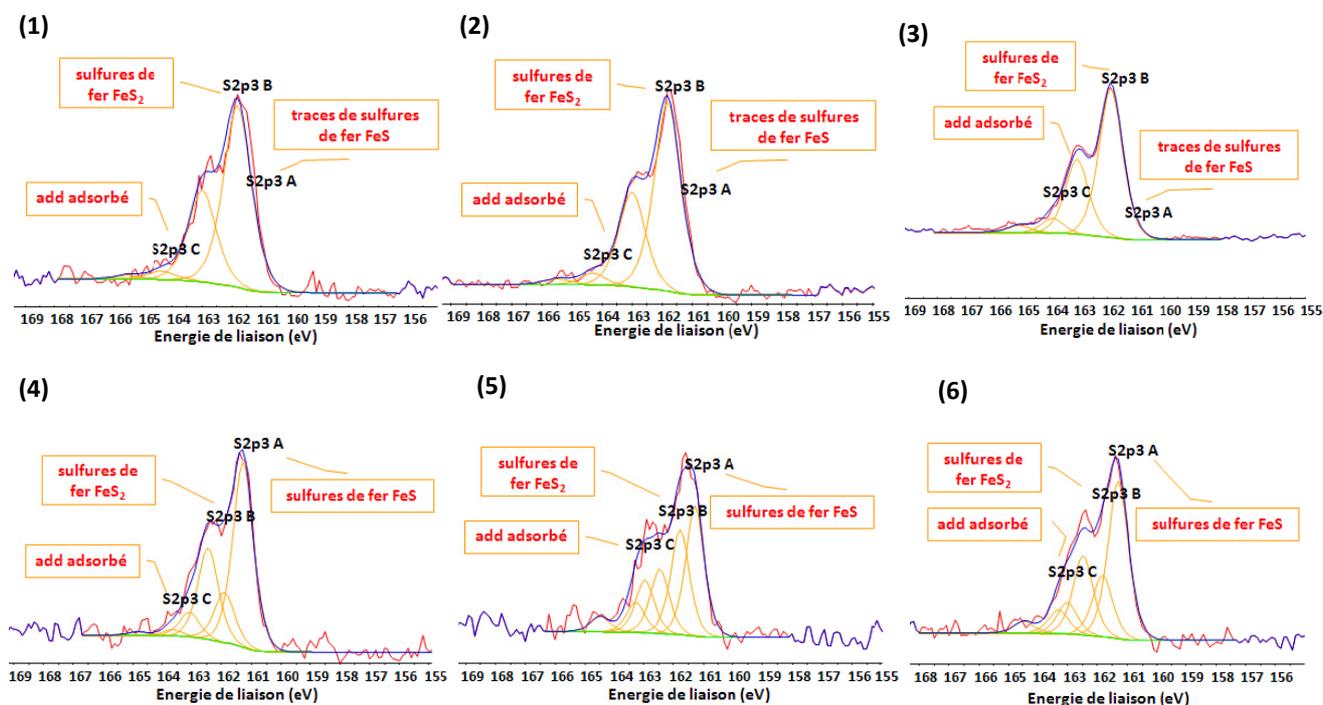


Figure AIV-2 : Spectres XPS du soufre ($S_{2p_{3/2}}$) obtenus pendant l'analyse XPS des quatre différentes zones sur le substrat utilisé dans le test de frottement à 500 °C *in situ* et après passage à l'air respectivement : (1) et (4) surface oxydée (non abrasée), (2) et (5) surface abrasée et frottée en absence de l'additif ADDS1, (3) et (6) surface abrasée hors traces

USINAGE DES ACIERS PRETRAITES A L'HUILE ENTIERE – EFFETS PHYSICO-CHIMIQUES DES ADDITIFS SOUFRES

RESUME: De nombreuses opérations d'usinage nécessitent la présence d'un fluide de coupe afin d'en assurer le succès du fait de la sévérité des sollicitations que subit l'outil. Le but de l'étude est d'identifier les performances de divers additifs soufrés dans les huiles entières, de sélectionner parmi eux l'additif soufré le plus efficace pour la coupe des métaux, ainsi que de comprendre leurs mécanismes d'action dans les différentes applications d'usinage. L'objectif de l'étude est donc d'analyser les mécanismes tribochimiques de lubrification mis en jeu dans les procédés d'usinage et d'optimiser la formulation du lubrifiant. L'influence des différents paramètres liés à la coupe est également étudiée afin d'apporter plus de connaissances sur l'action générale des lubrifiants dans le cas de l'usinage moderne. Dans un premier temps, des essais d'usinage sont réalisés pour prendre la mesure des effets des différents additifs. Le but sera de distinguer selon des paramètres globaux – tels que l'énergie spécifique de coupe – la performance des huiles de coupe testées. Les efficacités des huiles élaborées sont aussi évaluées sur des critères de durée de vie (ou d'usure) de l'outil. L'étude comparative des efficacités des additifs en taraudage par déformation par la mesure du couple moyen de taraudage est également menée. Dans un second temps, une démarche d'analyse physico-chimique des surfaces (AES, XPS) est conduite avec l'intention d'établir à l'échelle microscopique la nature des produits de réaction des additifs avec les surfaces (copeaux, outils, pièce usinée). Une corrélation entre les résultats d'évaluation des additifs par les tests mécaniques et leurs produits de réactions est mise en évidence. Des analyses complémentaires – analyse du comportement thermique des additifs (ATG/IR, ACD), observation d'une lame mince de copeau au MET, modélisation du frottement en présence de l'additif soufré sous forme gazeuse dans le Tribomètre à Environnement Contrôlé (TEC) – sont réalisées.

Mots-clés: *usinage, spectroscopie de photoélectrons X (XPS), spectrométrie d'électrons Auger (AES), additifs soufrés pour les huiles entières de coupe, mécanismes d'action des additifs*

MACHINING OF HIGH STRENGTH STEEL WITH STRAIGHT CUTTING OILS – PHYSICO-CHEMICAL EFFECTS OF SULPHUR ADDITIVES

ABSTRACT: Most machining operations require the presence of a cutting fluid in order to ensure its success due to the intensity of thermal and mechanical conditions. The objective of this study is to identify and compare the performance of various sulphur additives, select between them the most efficient one, and understand their action mechanisms in the different applications of machining. Thus, this study aims at analyzing the tribochemical mechanisms of lubrication during machining operations and subsequently at optimizing the formulation of the lubricant. The influence of different cutting parameters is also investigated with intention to bring more knowledge about the general action of lubricants in case of modern machining. Firstly, machining tests are performed to measure the effect of the different additives. The goal is to establish the effectiveness of cutting oils according to machining parameters – such as the specific cutting force. The study is completed with the performance evaluation of cutting oils in terms of tool life (or wear). The comparison of additives performances in form tapping is also accomplished by the means of average tapping torque. Secondly, a physicochemical analysis (AES, XPS) is carried out with the purpose of detecting the nature of the additives reaction products with the surface (chips, tools, workpieces). A correlation between the results of additives performance evaluation by the mechanical tests and their surface reaction products is highlighted. Some complementary analyses, such as analysis of thermal behavior of additives (TGA/IR, DSC), observation of thin section of chip by TEM as well as modeling of friction in presence of gaseous sulphur additive in the Environmentally Controlled Tribometer (ECT) are realized.

Keywords: *machining, X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS), Auger Electron Spectroscopy (AES), sulphur additives in straight cutting oils, action mechanisms of additives*