



Année 2005

Thèse de Doctorat de l'Université des Antilles et de la Guyane

Discipline : Physique

Présentée par

David HIMMEL

pour obtenir le grade de docteur.

APPLICATION DE LA MICROSPECTROMETRIE RAMAN A LA MESURE IN SITU DE PARAMETRES PHYSIQUES REGNANT DANS UN CONTACT SPHERE / PLAN EN REGIME DE LUBRIFICATION ELASTOHYDRODYNAMIQUE.

Soutenance le 23 novembre 2005 devant la Commission d'Examen :

Mme L. ROMANA	Professeur, GTSI, UAG	
Mr J.P. BUISSON	Chargé de Recherche CNRS, HDR, IMN, Nantes	Rapporteur
Mr D. BIDEAU	Professeur émérite, GMCM, Université Rennes 1	
Mr J.L. MANSOT	Professeur, Directeur du GTSI, UAG	
Mr J.M. MARTIN	Professeur, LTDS, Ecole Centrale de Lyon	
Mr P. VERGNE	Directeur de Recherche CNRS, LaMCoS, INSA de Lyon	Rapporteur

Cette thèse a été préparée au sein du Groupe de Technologie des Surfaces et Interfaces de l'Université des Antilles et de la Guyane. Les travaux ont été cofinancés par la Région Guadeloupe et le Fond Social Européen.

für Luise und Josef

REMERCIEMENTS

Le présent travail a été effectué au sein du Groupe de Technologie des Surfaces et Interfaces (GTSI) de l'Université des Antilles et de la Guyane, et je tiens à exprimer ma gratitude envers le Président de l'Université, Docteur Alain ARCONTE, pour m'avoir accueilli dans son établissement.

Ce travail s'est fait en collaboration avec les laboratoires suivants :

- le laboratoire de Physique Cristalline (LPC) de l'Institut des Matériaux Jean ROUXEL de Nantes,
- le laboratoire de Mécanique des Contacts (LaMCoS) de l'INSA de Lyon,
- le laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes de l'Ecole Centrale de Lyon.

Je souhaiterais tout d'abord exprimer ma profonde reconnaissance à l'égard de mon directeur de thèse, le Professeur Jean-Louis MANSOT, qui m'a permis d'entreprendre cette recherche et qui m'a aussi donné la confiance et la liberté nécessaire pour réaliser ce projet. C'est grâce à sa forte mobilisation et son engagement permanent que ce travail a pu aboutir.

Je suis également très sensible à l'honneur que m'a fait le Professeur Jean-Michel MARTIN, en acceptant de bien vouloir présider mon jury.

Je souhaiterais aussi exprimer ma profonde gratitude au Docteur Jean Pierre BUISSON pour la richesse de sa collaboration. Ses connaissances théoriques et ses compétences scientifiques ont été des plus constructives lors de nos discussions.

Je remercie très vivement le Professeur Laurence ROMANA pour le suivi de ces travaux, ses conseils et ses encouragements.

Je suis très honoré de la présence du Professeur Daniel BIDEAU dans mon jury et de l'intérêt qu'il a porté à cette étude.

Je suis aussi reconnaissant envers les représentants du LaMCoS – tout d'abord le Docteur Philippe VERGNE pour sa participation active à ce travail et pour son engagement dans le débat que celui-ci a suscité, puis le Professeur Ton LUBRECHT pour son intérêt et sa contribution notamment dans le domaine numérique qui a permis d'enrichir cette étude.

J'ai eu grand plaisir à travailler avec Henri MANSOT de la société Mécalandes qui a construit le tribomètre élastohydrodynamique, un bijou technologique. J'ai apprécié sa rigueur et sa disponibilité.

Enfin je remercie très sincèrement Yves BERCIION pour sa précieuse aide technique et informatique ainsi que Karl DELBE pour son engagement sans réserve, sans oublier toute la « petite famille » du GTSI : Thierry CESAIRE, Philippe THOMAS, Vanyna GOLABKAN et Philippe BILAS pour leur soutien et leur bonne humeur.

SOMMAIRE

NOTATIONS ET DEFINITIONS	3
INTRODUCTION	5
I STRATEGIE / DESCRIPTION DE L'APPROCHE EXPERIMENTALE	13
I.1 CHOIX DE LA METHODE PHYSIQUE D'ANALYSE IN SITU	13
I.2 PRINCIPE DE LA DIFFUSION RAMAN	13
I.3 ALLURE D'UN SPECTRE ET INTERPRETATION	15
I.4 CHOIX DU CONTACT ET DU REGIME DE LUBRIFICATION	18
I.5 CHOIX DE LA SONDE MOLECULAIRE	18
I.6 DESCRIPTION DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL	21
I.7 MODE D'ACQUISITION DES IMAGES SPECTROSCOPIQUES / SPECTRE IMAGES	25
I.8 LES CONDITIONS D'ACQUISITION DES SPECTRE IMAGES UTILISEES	25
II ETUDE DES DISTRIBUTIONS DE PRESSION DANS LE CONTACT SPHERE / PLAN EN REGIME DE LUBRIFICATION EHD	27
II.1 METHODE	27
II.2 RESULTATS	28
II.3 CONCLUSION	35
III ETUDE DES DISTRIBUTIONS D'EPaisseur DANS LE CONTACT SPHERE / PLAN EN REGIME DE LUBRIFICATION EHD	37
III.1 INTENSITE DES RAIES RAMAN	37
III.2 MESURE D'EPaisseur DU FILM DE 5P4E DANS LE CONVERGENT D'UN CONTACT STATIQUE	39
III.3 INFLUENCE DE LA POLARISATION DE L'EXCITATRICE PAR RAPPORT A LA DIRECTION DE ROULEMENT	39
III.4 PRESENTATION DE LA METHODE D'EXPLOITATION DES SPECTRE IMAGES	42
III.5 RESULTATS	43
III.6 CONCLUSION	50
IV MESURE DE LA DISTRIBUTION DE TEMPERATURE DANS LE CONTACT SPHERE / PLAN EN REGIME DE LUBRIFICATION EHD	53
IV.1 PRINCIPE DE LA METHODE	53
IV.2 ETALONNAGE EXPERIMENTAL DE LA METHODE	53
IV.3 RESULTATS	54
V CONCLUSION	59
REFERENCES	65
ANNEXES	69
ANNEXE I : PRINCIPE THEORIQUE DE LA DIFFUSION RAMAN	69
ANNEXE II : APPROCHES THEORIQUES CONCERNANT LES MESURES DES CONTRAINTES PAR SPECTROMETRIE RAMAN	75
ANNEXE III : TAILLE DE LA SONDE	81
ANNEXE IV : PROGRAMMES DE CONTROLE, D'ACQUISITION ET DE TRAITEMENT DES DONNEES	87

Notations et définitions

Contact

a	Rayon de contact de Hertz (m), $a = \sqrt[3]{(3wR')/(2E')}$
E_1, E_2	Modules d'Young des solides 1 et 2 (Pa)
E'	Module d'Young équivalent (Pa), $2 / E' = (1-\nu_1^2) / E_1 + (1-\nu_2^2) / E_2$
F_T	Force tangentielle (N)
G	Paramètre matériaux sans dimension (Hamrock et Dowson), $G = \alpha E'$
h_c	Épaisseur centrale du film lubrifiant (m)
h_{\min}	Épaisseur minimale du film lubrifiant (m)
H	Épaisseur de film sans dimension, $H = h R / a^2$
L	Paramètre matériaux sans dimension (Moes), $L = G (2U)^{1/4}$
M	Paramètre charge sans dimension (Moes), $M = W (2U)^{-3/4}$
p	Pression (Pa)
p_0	Pression maximale de Hertz (Pa), $p_0 = \sqrt[3]{(3wE'^2)/(2\pi^3 R'^2)}$
p_c	Pression au centre du contact (Pa)
p_{pic}	Pression au pic de pression (Pa)
P	Pression sans dimension, $P = p / p_0$
r_1, r_2	Rayons de courbure des solides 1 et 2 (m)
R'	Rayon de courbure équivalent (m), $1/R' = 1/r_1 + 1/r_2$
T	Température (K)
t	Température (°C)
u_1, u_2	Vitesses des solides en contact (m s ⁻¹)
u_e	Vitesse d'entraînement (m/s), $u_e = (u_1 + u_2) / 2$
u_g	Vitesse de glissement (m/s), $u_g = u_1 - u_2$
U	Paramètre vitesse sans dimension (Hamrock et Dowson), $U = \eta_0 u_e / (E' R')$
F_N	Charge normale appliquée (N)
W	Paramètre charge sans dimension (Hamrock et Dowson), $W = F_N / (E' R'^2)$
y	Coordonnée dans la direction d'entraînement (m)
x	Coordonnée dans la direction transverse (m), $x \perp y$
z	Coordonnée dans la direction de l'axe optique (m), $z \perp (x,y)$
X, Y	Coordonnées sans dimension, $X = x / a, Y = y / a$
α	Coefficient de piézoviscosité (Pa ⁻¹)
δ	Déformation cumulée des solides (m)
η	Viscosité du lubrifiant (Pa.s)
η_0	Viscosité du lubrifiant à la pression atmosphérique et à la température d'entrée du contact (Pa.s)
Λ	Taux de glissement, $\Lambda = \frac{2(u_1 - u_2)}{(u_1 + u_2)} \times 100\% = \frac{u_g}{u_e} \times 100\%$
μ	Coefficient de frottement, $\mu = F_T / F_N$
ν_1, ν_2	Coefficients de Poisson des solides 1 et 2

Vibrations

c	Vitesse de la lumière ($\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$)
E_0	Energie de l'excitatrice (J)
E_e	Niveau d'énergie excité (J)
E_v	Niveau d'énergie de vibration (J)
F	Force extérieure d'élongation ou de compression (N)
h	Constante de Planck (Js)
I_{AS}	Intensité du rayonnement anti-Stokes
I_S	Intensité du rayonnement Stokes
k	Constante de force de la liaison interatomique (Nm^{-1})
k_B	Constante de Boltzmann (J/K)
k_n	Constante anharmonique ($n>2$)
K	Sensibilité des modes de vibration à la pression ($\text{cm}^{-1}/\text{GPa}$)
m_1, m_2	Masses des atomes dans une molécule diatomique (kg)
r_e	Distance interatomique d'équilibre dans la molécule au repos (m)
r_e'	Distance interatomique d'équilibre en présence d'une force extérieure (m)
U	Potentiel interatomique de la molécule au repos (J)
U_F	Potentiel interatomique de la molécule soumise à une force extérieure F (J)
$\overline{\alpha}$	Tenseur de polarisabilité
v	Nombre quantique de vibration ($v = 0, 1, 2, \dots$)
λ	Longueur d'onde (m)
μ	Masse réduite (kg), $1/\mu = 1/m_1 + 1/m_2$
ν	Fréquence de vibration de la molécule au repos (Hz)
ν'	Fréquence de vibration en présence d'une force extérieure (Hz)
ν_0	Fréquence de vibration de l'excitatrice (Hz)
ν_v	Fréquence de vibration caractéristique (Hz)
$\bar{\nu}$	Nombre d'ondes (cm^{-1}), $\bar{\nu} = \nu/c = 1/\lambda$
$\Delta \bar{\nu}$	Variation du nombre d'ondes (cm^{-1})

Introduction

La tribologie (du Grec "Tribos" = frottement) est une partie de la science qui s'intéresse aux mécanismes de pertes d'énergie (frottement) et de matière (usure) qui surviennent lorsque deux surfaces antagonistes se déplacent l'une par rapport à l'autre.

Ces phénomènes de frottement et d'usure, ainsi que la mécanique du contact associée, ont été identifiés et mis à profit très tôt par l'espèce humaine (allumage du feu, taille et polissage des silex pour les hominidés préhistoriques) [GEO00].

On retrouve les premières traces écrites des contrôles empiriques partiels des processus de frottement et d'usure sur un bas relief Egyptien montrant l'utilisation d'un liquide lubrifiant pour faciliter le transport de pierres pour la construction de grands édifices [DOW79].

Les premières études quantitatives relatives au frottement semblent débiter avec Galileo Galilei lors de ses expériences de mécanique. Elles sont poursuivies et développées par Leonardo da Vinci puis Coulomb [GIB78] et complétées par la mécanique du contact [HER81].

C'est au 20^e siècle que la tribologie va connaître un essor particulier avec l'étude des mécanismes de réduction de frottement et de l'usure et l'application de ces travaux à différents domaines industriels (construction mécanique, transport ...).

De nombreux travaux de recherche expérimentaux et théoriques, réalisés à différentes échelles (du macroscopique à l'atomique) ont ainsi permis d'avoir une meilleure connaissance des mécanismes de réduction du frottement et de l'usure par l'utilisation de lubrifiants additivés.

De nombreuses études ont permis de mettre en évidence les paramètres physiques régnant dans un contact, d'abord idéal, puis, avec l'avènement des approches numériques, d'un contact le plus proche des conditions réelles de fonctionnement [DOWS65] [JOHN85].

Les études des surfaces et des lubrifiants après frottement ont révélé les transformations subies par le lubrifiant et ses additifs lors de son passage dans le contact et leur importance dans les processus de réduction du frottement et de l'usure.

Il a ainsi été démontré qu'en régime de lubrification limite, les processus de réduction du frottement et de l'usure étaient associés à la formation d'une phase interfaciale (film anti-usure [MAR78] [GEO00] troisième corps [GOD84] [GOD90], tribofilm [BER84]) résultant soit de la transformation du lubrifiant ou de ses additifs sous les conditions physiques du contact [MAR86a], soit de réactions chimiques complexes du lubrifiant et de ses additifs avec les surfaces frottantes dans les conditions physiques et chimiques du contact [SPI90] [POR85].

À des régimes moins sévères (élastohydrodynamique, hydrodynamique), ce sont les évolutions physiques et chimiques du lubrifiant et de ses additifs lors du passage dans le contact qui vont contrôler le frottement et l'usure dont le contact est le siège [MAR86b].

Afin de parvenir à ces conclusions, les différentes approches ont nécessité l'acquisition d'informations sur la composition et la structure des phases interfaciales ainsi que la connaissance des paramètres régnant dans le contact.

Les études de la composition et de la structure des tribofilms ont donc, pour la plupart, été réalisées post mortem, à la fin des tests de frottement et les paramètres physiques régnant dans le contact obtenus par approche théorique.

Les résultats d'analyses sur les tribofilms joints aux conditions physiques régnant dans le contact ont permis aux chercheurs de proposer des scénarii probables de formation de ces phases interfaciales.

Cependant, très tôt les tribologues ont ressenti la nécessité, au delà de ces reconstitutions, de réaliser des expériences « in situ » permettant d'acquérir des données, en temps réel, sur le contact en fonctionnement, afin d'une part de conforter et d'affiner les approches théoriques et numériques et d'autre part d'en déterminer les limites de validité. Ces approches in situ constituent des méthodes d'études « in vivo » des transformations physiques et / ou chimiques subies par le lubrifiant dans le contact.

Des dispositifs expérimentaux ont ainsi permis d'accéder à différentes mesures et sont répertoriés dans le tableau I.1.

Celui ci montre que peu d'expériences ont permis l'acquisition simultanée de deux ou plus de ces paramètres [SPI90] [AUS76]. La complétion des jeux de paramètres étant ainsi réalisée par juxtaposition des résultats issus de différents dispositifs expérimentaux.

L'objet de ce travail de thèse est le développement d'une approche expérimentale in situ dont l'objectif est l'acquisition simultanée de plusieurs paramètres physiques et géométriques du contact tels que :

- l'aire du contact telle qu'elle apparaît optiquement,
- l'aire réelle du contact (zone de pression > pression atmosphérique),
- la distribution des pressions dans le contact,
- la distribution des épaisseurs,
- la distribution des températures.

Nous verrons dans ce travail que d'autres paramètres sont accessibles, tels l'orientation moléculaire, les changements de phase et les transformations chimiques subies par le lubrifiant dans le contact. Aucun de ces résultats ne seront présentés dans la mesure où ces phénomènes n'ont pas été observés dans nos conditions expérimentales soit parce que ces transformations n'ont pas eu lieu, ou se sont produites de façon non significative (transformations chimiques / physiques), soit parce que le dispositif actuel ne permet pas de les mettre en évidence (orientation moléculaire).

Cat.	Méthode de mesure	Grandeurs mesurées	Possibilités et résolution spatiale	Typ de contact	Références
Méthodes électriques	Résistance	Présence d'un film	-	lub. limite + EHD	[LAN52] , [LEW55]
	Capacité	Epaisseur	Profils	EHD	[CRO61], [CRO63]
	Micro-capteurs : - en manganin - en titane, nickel ou platine	Pression Epaisseur Température de surface	Profils 6 - 50 µm	EHD EHD EHD EHD EHD	[KANN65], [HAMI71], [BART76], [SAF82], [MOK85], [DOW87], [JOHR94], [BAU87]
Méthodes utilisant un rayonnement électromagnétique	Transmission des rayons X	Epaisseur	Profils 760 µm	EHD	[SIB61]
	Fluorescence	Epaisseur		EHD	[SMA74]
	Interférométrie optique :				
	- Interférométrie conventionnelle	Epaisseur	Profils, cartographies	EHD EHD	[KIR62], [GOH63], [GOH67], [FOO69]
	- "Ultra thin film interferometry"	Epaisseur	Epaisseur au centre, profils	lub. limite EHD	[JOH91], [SME97]
	- Analyse d'images Colorimétrie différentielle	Epaisseur	Profils, cartographies 1 - 3 µm	EHD EHD EHD EHD	[GUS94], [LUO96], [CAN96] [HAR97], [HAR99] [MOL99], [JUB02]
	Spectrométrie d'absorption IR	Epaisseur Pression Composition chimique	Profils 25 - 200 µm	EHD EHD EHD	[CAN91], [SAT95], [HOS99]
	Spectrométrie d'émission IR	Orientation moléculaire Température		EHD EHD EHD	[CAN92] [KIN81], [LAU79], [LAU82]
	Spectrométrie Raman	Pression Epaisseur Composition chimique Orientation moléculaire Température (Lubrifiant, Surfaces)	Profils, cartographies 1 - 15 µm	EHD stat. - gliss. EHD lub. limite	[GAR89], [LAP97] [HUT95] [CHEO98] [JUB02] [JOL05]
Radiométrie IR	Températures des surfaces et du lubrifiant	Profils, cartographies 20 - 40 µm	EHD EHD EHD EHD	[TUR74], [NAG77], [AUS76], [CAN89], [SPI90], [GLO95], [BOR91]	

Tableau I.1 : Synthèse des principales méthodes de mesure in situ appliquées au contact.

I Stratégie / Description de l'approche expérimentale

I.1 Choix de la méthode physique d'analyse in situ

La méthode retenue pour nos études doit réunir un certain nombre de caractéristiques.

Elle doit permettre d'acquérir des signaux interprétables en terme de :

- pression,
- température,
- composition (concentration).

Elle doit présenter

- une résolution spatiale compatible avec l'échelle du contact observé (quelques micromètres),
- une sensibilité permettant des acquisitions des signaux dans des temps raisonnables,
- elle doit enfin être couplée à un système d'observation optique du contact.

La spectrométrie Raman, déjà utilisée dans quelques approches expérimentales in situ des distributions de pression dans des contacts statiques et dynamiques [MAN86], [MAN85], [HAI89] [JUB02] a été choisie, car elle satisfait à ces différents critères comme le montre le tableau I.1.

A ces caractéristiques s'ajoutent d'autres avantages :

- l'utilisation d'une excitatrice dans le domaine visible permet l'utilisation d'un simple microscope photonique comme dispositif d'observation, de focalisation du faisceau incident et de collection de la lumière diffusée. (L'un des substrats, nous choisissons ici le plan, doit donc être transparent dans le domaine visible. Plusieurs substrats sont alors utilisables tel que verre, saphir, polyméthacrylate de méthyle...),
- enfin l'adaptation de l'excitatrice (rouge, vert, bleu) à la sonde moléculaire utilisée, peut permettre d'amplifier la diffusion Raman par effet de résonance et ainsi faire décroître d'un facteur important (100 à 1000) les temps d'acquisition.

I.2 Principe de la diffusion Raman

Nous ne présentons ici que les notions essentielles, utiles à la compréhension des expériences et de l'interprétation des résultats. Le lecteur pourra se référer à différents ouvrages généraux sur la spectrométrie Raman [KING64], [LON77], [FER94], [BARB99].

Lorsqu'un échantillon est éclairé par un rayonnement monochromatique de fréquence ν_0 (faisceau exciteur) ne correspondant pas à une de ses bandes d'absorption, la quasi-totalité des photons constituant ce faisceau est réfléchi ou transmise sans interaction. Une fraction bien plus faible est diffusée dans toutes les directions de l'espace après interaction avec la matière (figure I.1).

La plus grande partie des photons diffusés ont la même fréquence ν_0 que le rayonnement incident (diffusion Rayleigh). Pour moins d'environ un cent millièmes des photons diffusés, un changement de fréquence résultant d'un échange d'énergie entre les photons et la matière est observé.

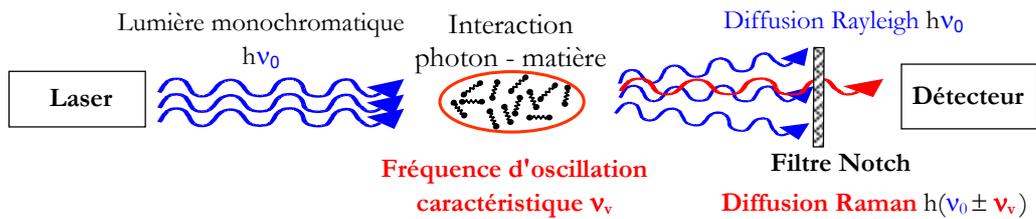


Figure I.1 Schéma du processus de diffusion de la lumière par la matière.

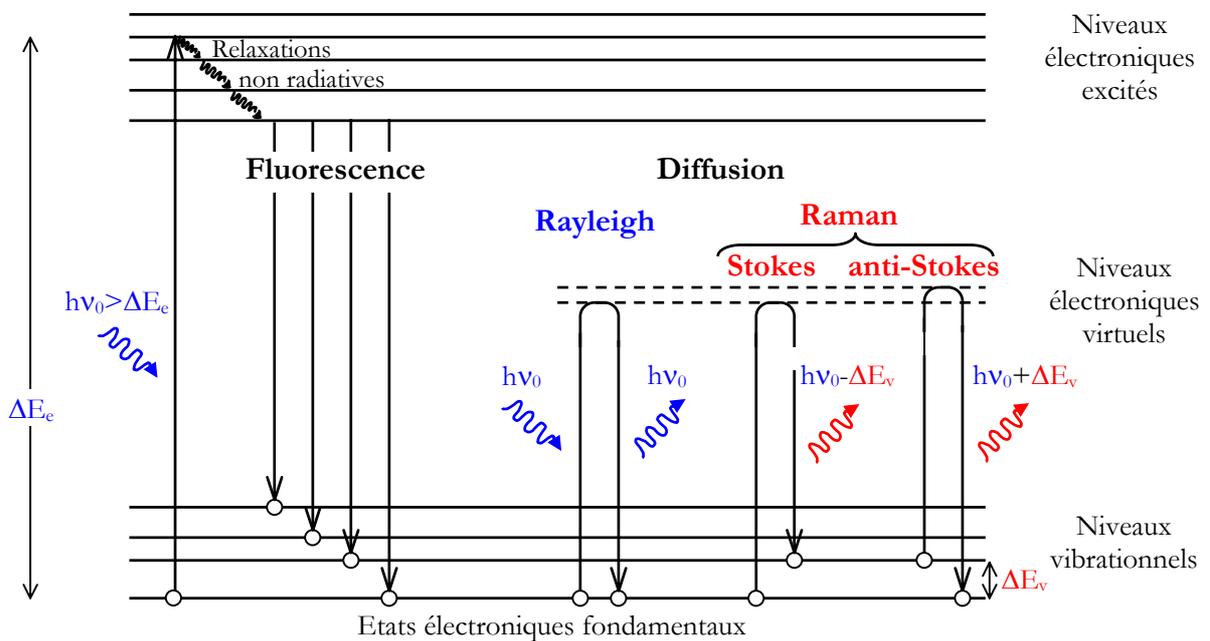


Figure I.2 : Schéma des transitions : Fluorescence, Rayleigh et Raman

Fluorescence : l'énergie $h\nu_0$ de la radiation excitatrice est supérieure ou égale à l'énergie de transition électronique ΔE_e nécessaire à la transition électronique état fondamental – état excité. L'absorption de $h\nu_0$ conduit au phénomène de fluorescence.

Diffusion : la radiation excitatrice à une énergie $h\nu_0$ inférieure à ΔE_e . Les processus de diffusion Rayleigh (sans changement de fréquence) et Raman (avec changement de fréquence) se produisent simultanément, la diffusion Rayleigh étant largement majoritaire.

Les principaux processus de fluorescence et de diffusion dont l'échantillon peut être le siège sont schématisés figure I.2.

Deux cas peuvent se présenter selon la fréquence des photons diffusés inélastiquement :

- **Raman Stokes** : les photons diffusés ont une énergie $h\nu_0 - \Delta E_v$ inférieure à celle du rayonnement incident,
- **Raman anti-Stokes** : les photons diffusés ont une fréquence $h\nu_0 + \Delta E_v$ supérieure à celle du rayonnement incident,

où ΔE_v représente la différence d'énergie entre les niveaux de vibrations induisant la diffusion Raman.

I.3 Allure d'un spectre et interprétation

La figure I.3 montre un spectre Raman typique. Il représente l'intensité du rayonnement diffusé en fonction du nombre d'ondes relatif $\bar{\nu}$.

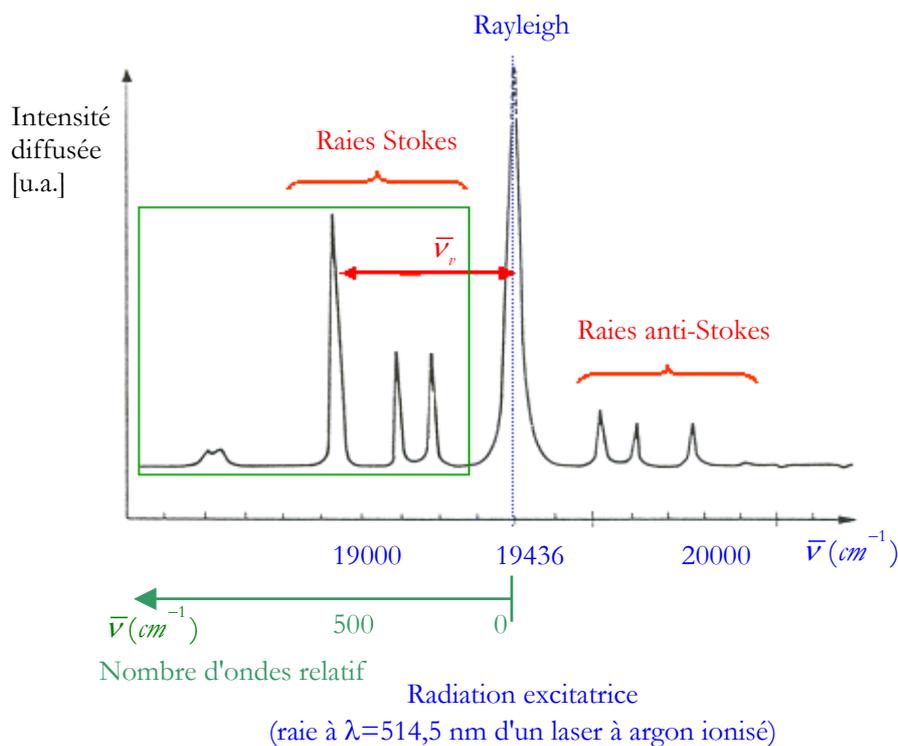


Figure I.3 : Allure classique d'un spectre Raman.

Le nombre d'onde relatif que nous noterons $\bar{\nu}$ est l'écart de nombre d'onde des photons diffusés Raman par rapport à la radiation excitatrice :

$$\bar{\nu} = \frac{E_0 - (E_0 \pm \Delta E_v)}{hc} = \frac{h\nu_0 - h\nu_0 \mp h\nu_v}{hc} = \frac{\nu_v}{c} = \bar{\nu}_v$$

où $E_0 = h\nu_0$ correspond à l'énergie des photons de l'excitatrice, et $\Delta E_v = h\nu_v$ correspond à la différence

d'énergie entre deux niveaux vibrationnels mis en jeu lors du processus de diffusion Raman, ν_v étant la fréquence permettant la transition d'énergie ΔE_v .

Ainsi défini, le nombre d'onde relatif $\bar{\nu}$ est caractéristique d'une transition entre deux niveaux vibrationnels de l'échantillon et aura la même valeur quelle que soit l'excitatrice utilisée.

A chaque mode de vibration de la molécule, sous réserve que ce mode soit actif en Raman (cf. annexe A.I), correspondent une raie Stokes et une raie anti-Stokes sur le spectre, symétriques par rapport à la raie Rayleigh. Généralement seules les raies Stokes, plus intenses, sont étudiées.

Le zéro de l'échelle des nombres d'ondes relatifs coïncide donc avec le nombre d'ondes de la raie de diffusion Rayleigh.

Chaque raie Raman peut être caractérisée par :

- Sa fréquence, qui est la signature d'une liaison chimique et de sa dynamique. Elle est sensible aux paramètres extérieurs comme la pression et plus généralement les contraintes mécaniques, et la température,
- Son intensité, dans le cas d'un échantillon isotrope, est proportionnelle au nombre de molécules diffusantes dans le volume sondé. Les variations d'intensités relatives des raies en fonction de l'état de polarisation des rayonnements incident et diffusé renseignent sur la symétrie des modes (Raman polarisé) et peuvent renseigner sur les anisotropies de l'échantillon (orientation préférentielle),
- Son profil et sa largeur à mi-hauteur, renseignent sur l'environnement de la liaison considérée (environnement géométrique, physique ou chimique).

Ainsi, chacune des caractéristiques des raies Raman (fréquence, intensité, profil) contient des informations sur les molécules de l'échantillon étudié, sur la nature des liaisons et sur leur environnement.

Les intensités des raies Raman Stokes I_S et anti-Stokes I_{AS} pour un mode de vibration et pour des conditions expérimentales données (pression, température, concentration) s'écrivent ainsi :

$$I_S = C \frac{(\nu_0 - \nu_v)^4}{\nu_v \left[1 - \exp\left(-\frac{h\nu_v}{k_B T}\right) \right]} \left(\frac{\partial \alpha}{\partial Q} \right)^2$$

et

$$I_{AS} = C \frac{(\nu_0 + \nu_v)^4}{\nu_v \left[\exp\left(\frac{h\nu_v}{k_B T}\right) - 1 \right]} \left(\frac{\partial \alpha}{\partial Q} \right)^2$$

où k_B est la constante de Boltzmann,

T est la température thermodynamique de l'échantillon,

α est une composante du tenseur de polarisabilité $\overline{\alpha}$ de la molécule en fonction des coordonnées normales Q,

C est une constante qui contient en particulier l'intensité du rayonnement incident et le nombre de molécules contribuant au rayonnement diffusé.

Le rapport des intensités des raies Stokes I_S et anti-Stokes I_{AS} est alors donné par la relation :

$$\frac{I_{AS}}{I_S} = \frac{(\nu_0 + \nu_p)^4}{(\nu_0 - \nu_p)^4} \exp\left(-\frac{h\nu_p}{k_B T}\right)$$

La connaissance de I_S et I_{AS} pour une vibration donnée peut donc être une mesure de la température de l'échantillon.

La spectrométrie Raman est décrite de façon plus détaillée en annexe A.I.

Le tableau I.2 donne les principales caractéristiques de la spectroscopie telle qu'elle sera utilisée dans ce travail ainsi que les paramètres auxquels elle permet d'accéder.

Paramètres	Valeur	Méthode d'obtention
Résolution horizontale	7 μm	Couplage à un microscope photonique
Résolution verticale	420 μm	Microscope confocal
Mesure de pression résolution	50 MPa	Déplacement de bande
Mesure d'épaisseur résolution	0,05 μm	Intensité de raie
Mesure de température résolution	10°C	Rapport des intensités anti-Stokes / Stokes
Mesure d'orientation des molécules	oui	Variation d'intensité de raie en fonction de la polarisation
Analyse chimique	oui	Apparition / disparition de bandes
Changements de phase	oui	Apparition / disparition de bandes Changement de pente $\Delta\nu = K p$
Cisaillement	oui	Modification de bandes

Tableau I.2 : Principales caractéristiques de la spectroscopie Raman telle qu'elle est utilisée dans ce travail ainsi que les paramètres auxquels elle permet d'accéder.

Les approches théoriques, concernant les mesures des contraintes (pression / cisaillement) déjà abordées dans des travaux antérieurs [JUB02], sont reportées en annexe A.II.

I.4 Choix du contact et du régime de lubrification

La principale caractéristique du contact recherchée dans un premier temps pour développer la méthode est une grande stabilité temporelle tant mécanique, que physique et chimique.

Notre choix s'est porté sur le contact sphère / plan en régime de lubrification élastohydrodynamique (tableau I.3). La figure I.4 présente les principales caractéristiques de ce type de contact.

Stabilité géométrique (Δz)		inférieure à 1 μm	
Stabilité géométrique (Δx et Δy)		inférieure à 5 μm	
Stabilité en température (après échauffement de ca. 5 h)		instabilité non mesurable	
Contrôle des paramètres	Charge	0 - 250 N \pm 3 %	
	Vitesses :	Bille	0 - 500 t/min \rightarrow 0,8 m/s \pm 0,2 %
		Plan	0 - 500 t/min \rightarrow 2,5 m/s \pm 0,2 %
	Roulement	oui	
Roulement/glissement	$\Lambda = -200\%$ à 200 %		
Contact bien connu théoriquement et expérimentalement.			

Tableau I.3 : Les principales caractéristiques de ce type de contact élastohydrodynamique utilisé.

I.5 Choix de la sonde moléculaire

La sonde "in situ" doit être le lubrifiant lui-même ou être un additif ajouté au lubrifiant.

Cette sonde doit présenter une grande stabilité chimique et des modes Raman intenses afin d'avoir une bonne sensibilité en particulier pour les mesures d'épaisseur.

Une géométrie linéaire ou planaire peut permettre l'étude des phénomènes d'orientation.

Les modes Raman ne doivent pas être à trop haute énergie pour permettre l'exploitation des raies anti-Stokes.

Sa viscosité doit être compatible avec le régime de lubrification choisi.

L'ensemble de ces contraintes nous ont conduit à choisir la 5P4E comme lors de travaux antérieurs [GAR83], [HAI89], [LAP97], [JUB02].

La formule développée de la molécule est présentée figure I.5 a) avec ses propriétés physiques b) et son spectre Raman Stokes et anti-Stokes figure I.5 c).

Le mode de vibration utilisé pour nos études est le mode de respiration trigonale des noyaux aromatiques caractérisé par la bande très intense vers 1000 cm^{-1} (voir annexe A.I).

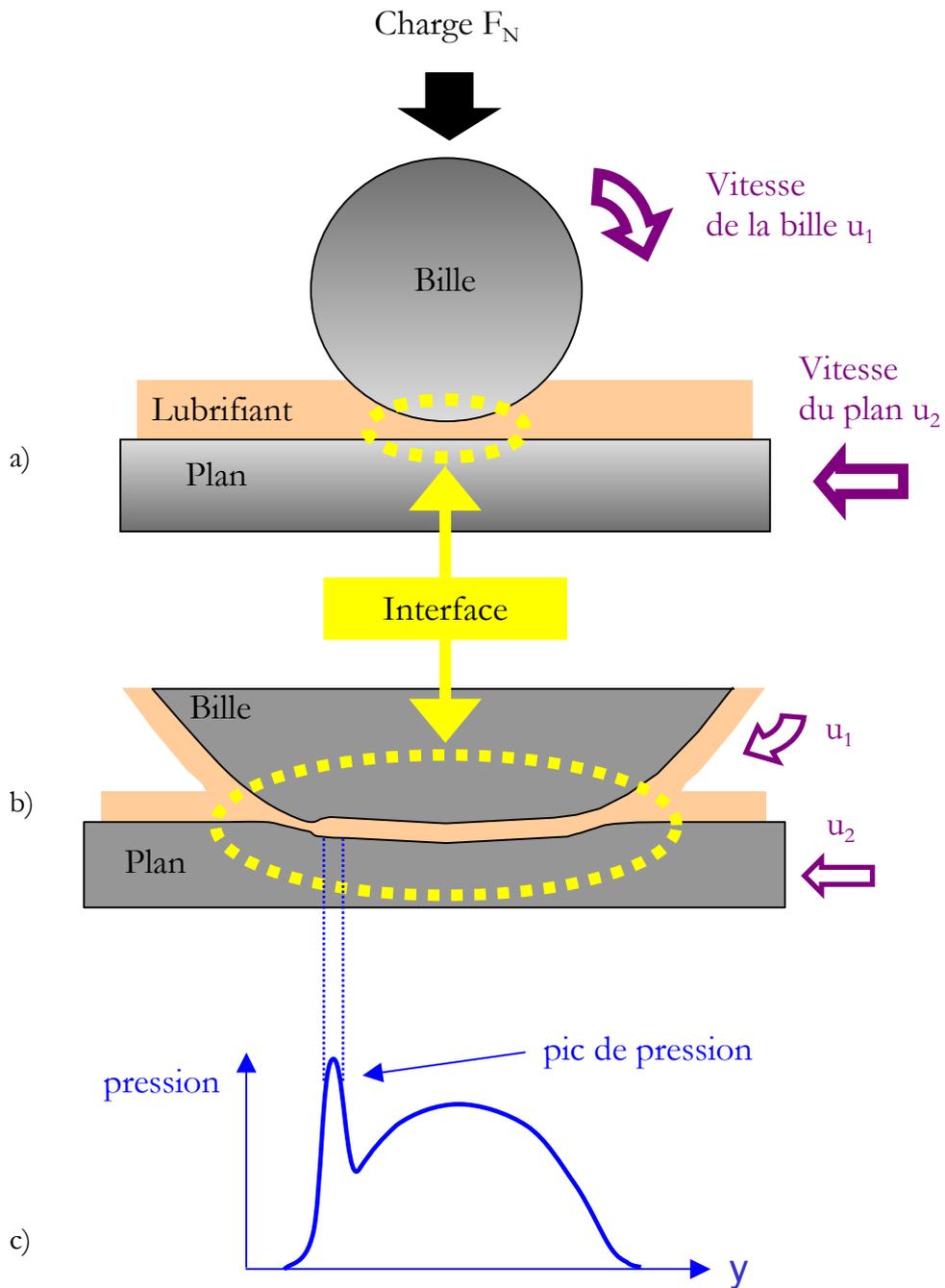


Figure I.4 : Représentation schématique du contact élastohydrodynamique.

- a) Représentation macroscopique
- b) Agrandissement de la zone de contact
- c) Profil de pression généré

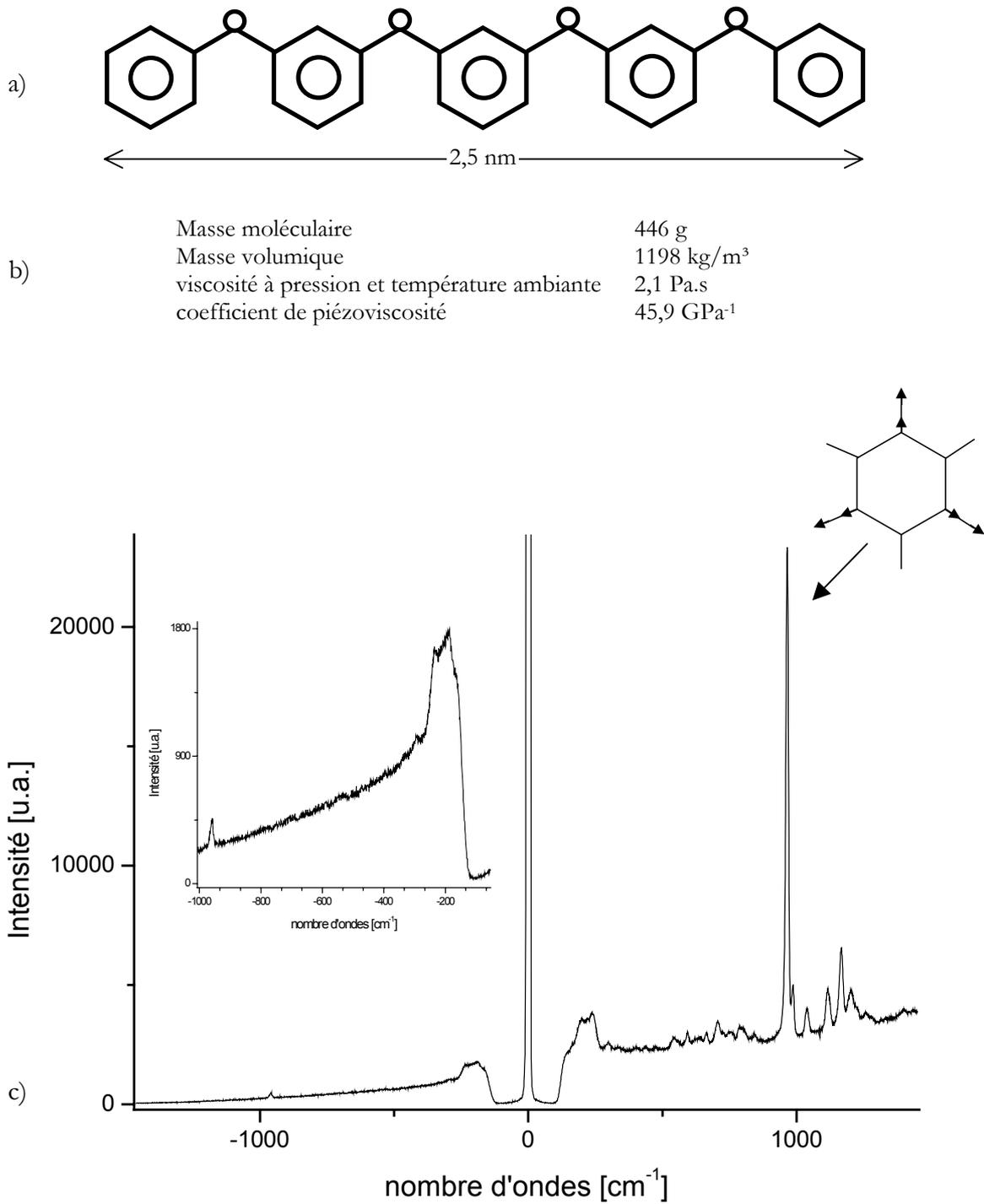


Figure I.5 : a) Représentation de la molécule de 5P4E
 b) Propriétés physiques de la 5P4E
 c) Spectre Raman à 30°C (réseau 150 t/mm)
 mode de vibration correspondant à la bande intense vers 1000 cm⁻¹ : respiration trigonale des noyaux aromatiques.

I.6 Description du dispositif expérimental

La figure I.6 a) présente le schéma de principe du dispositif expérimental utilisé pour l'ensemble de ce travail. Le dispositif est constitué d'un tribomètre EHD développé au sein du GTSI, fixé sur une table motorisée XYZ, couplé à un micro spectromètre Raman HORIBA HR800.

Les caractéristiques du spectromètre sont reportées dans le tableau I.4 ci dessous. Les valeurs de taille de sonde ont été mesurées expérimentalement. Les mesures sont reportées en annexe A.III.

Excitatrice et puissance	Longueur d'onde $\lambda = 632,5$ nm, 20 mW Longueur d'onde $\lambda = 532,5$ nm, 20 mW
objectif utilisable	10x longue frontale (distance de travail : 11 mm) 50x longue frontale (distance de travail : 11 mm)
diamètre de la sonde mesuré dans l'air et à travers le saphir (détaillé en annexe : A.III)	Objectif 10x en air : 8 ± 1 μm à travers 8mm saphir : 6 ± 1 μm Objectif 50x en air : $2,5 \pm 1$ μm à travers 4mm saphir : 10 ± 2 μm
résolution axiale avec l'objectif 10x mesuré à travers le saphir	420 μm (trou confocal : 500 μm)
Détecteur	CCD 2048 x 600 pixels refroidi par circuit Peltier
prémonochromateur	Filtre Notch
Réseaux disponibles, gammes spectrales accessibles	2400 tr/mm, 400 cm^{-1} (AS), 300 cm^{-1} (S) 600 tr/mm , 2300 cm^{-1} (AS), 1600 cm^{-1} (S) 150 tr/mm , 6600 cm^{-1} (AS), 5500 cm^{-1} (S)
Dispersion avec le réseau 2400 tr/mm	0,13 cm^{-1} / pixel

Tableau I.4 : Caractéristiques du spectromètre

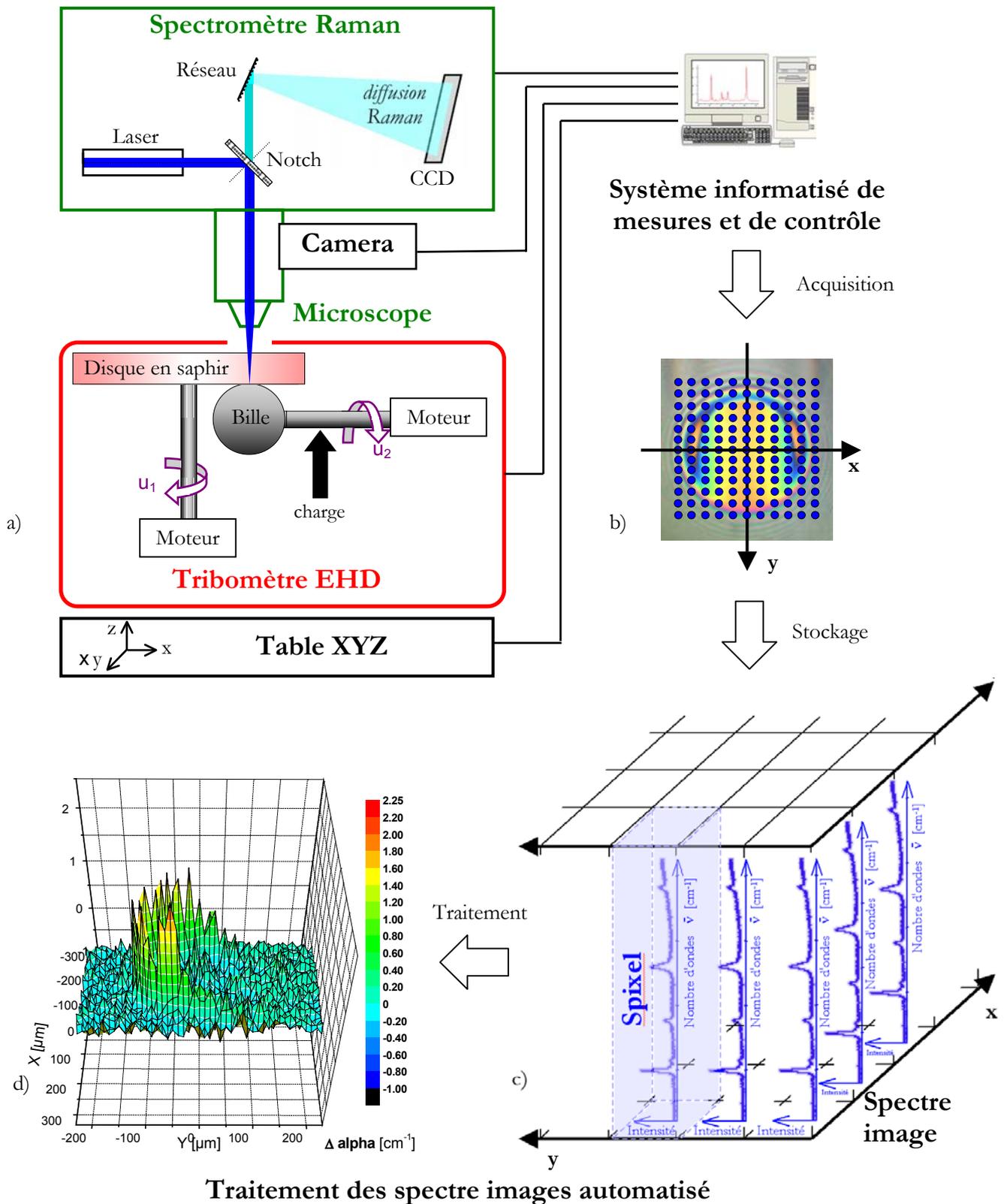


Figure I.6 : Principe du dispositif, du système d'acquisition et de traitement des données

- Tribomètre EHD couplé au spectromètre Raman. Le contrôle et l'acquisition sont informatisés.
- Image en microscopie optique du contact. Les points représentent les différents endroits d'analyse permettant la constitution du spectre image.
- Représentation d'artiste d'un spectre image dans laquelle chaque élément que nous appellerons "spixel" est un spectre du point de coordonnées (x,y) .
- Distribution spécifique d'un paramètre " α " extrait par traitement approprié du spectre image d'un contact élastohydrodynamique.

Le tribomètre EHD a été développé au laboratoire GTSI en collaboration avec le LaMCoS de l'INSA de Lyon et la société Mécalandes, et présente les caractéristiques suivantes :

Poids	17 kg
Entraînement galet et plan	Deux moteurs pas à pas
Gamme de vitesse de rotation	0 - 500 tr/min
Gamme de vitesse tangentielle	plan : 0 m/s à 2,5 m/s , bille : 0 m/s à 0,8 m/s
Galet	Acier 100C6 traité. Rayon de courbure : 12,7 mm
Plan	Saphir monocristallin faces perpendiculaires à l'axe C
Application et mesure de la charge	Anneau déformable équipé de jauges de contraintes
Gamme de charge	0 N - 250 N
Fluctuations de charges liées aux défauts de rotation galet et plan	< 3%
Précision des platines XYZ Motorisées	$\Delta x = \Delta y = \Delta z = 0,1 \mu\text{m}$

Tableau I.5 : Caractéristiques du tribomètre

Élément	Galet	Disque
Matériaux	Acier 100C6	Saphir monocristallin
Dimension (mm)	Rayon 12,7	Rayon 40 épaisseur 8
Module de Young (Gpa)	210	380
Coefficient Poisson	0,3	0,3
Dureté Vickers (GPa)	8,5	25 - 30
Rugosité (nm)	15	10 (mesurée hors de la trace) 50 (mesurée dans la trace)

Tableau I.6 : Caractéristiques du galet et du plan

Les figures I.7 c) d) et e) montrent les différents couplages du Tribomètre EHD avec le micro spectromètre Raman qui permettent de réaliser des analyses in situ avec une polarisation d'excitatrice parallèle ou perpendiculaire à la direction de roulement ou de roulement glissement. Le couplage est réalisé à l'aide de platines XYZ motorisées contrôlées par ordinateur.

Un programme spécifique de contrôle et d'acquisition a été développé au GTSI. Les principales caractéristiques sont reportées en annexe A.IV.1.

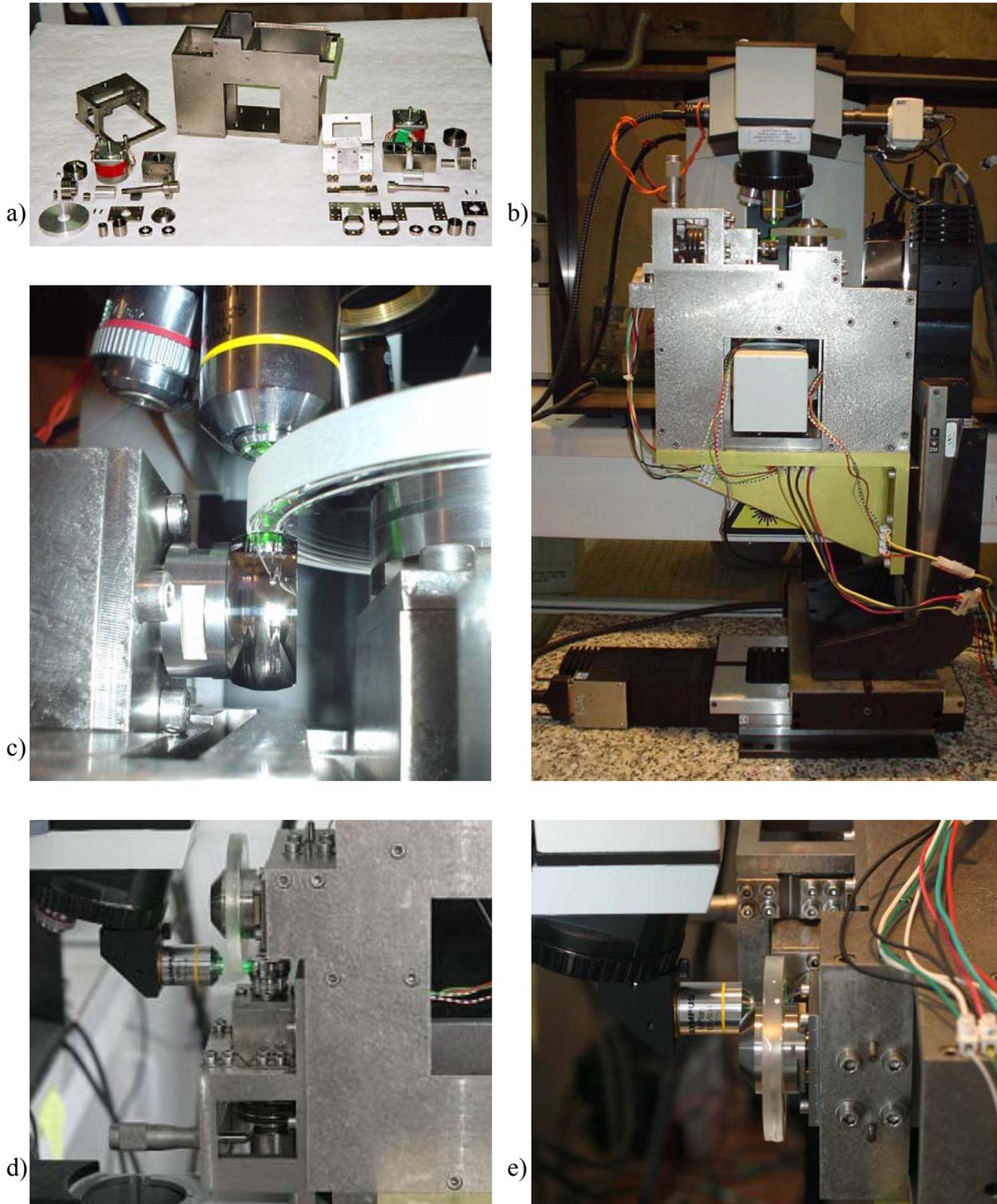


Figure I.7 : Différents couplages du tribomètre EHD avec le micro spectromètre Raman utilisés :

- a) Ensemble des pièces détachées du tribomètre élastohydrodynamique avant le montage.
- b) Tribomètre sous le microscope du spectromètre Raman (polarisation excitatrice perpendiculaire à la direction de roulement / glissement).
- c) Vue de la bille et du plan avec le faisceau laser focalisé dans le contact élastohydrodynamique.
- d) Tribomètre couplé par l'intermédiaire d'un prisme à réflexion totale (polarisation de l'excitatrice parallèle à la direction de roulement / glissement).
- e) Même couplage qu'en d) avec la polarisation d'excitatrice perpendiculaire à la direction de roulement / glissement.

I.7 Mode d'acquisition des images spectroscopiques / Spectre images

Le mode d'acquisition des images spectroscopiques consiste en l'acquisition point par point de spectres Raman. Cette particularité nous conduit à définir un type d'image à quatre dimensions ($x, y, \bar{\nu}$ et I) que nous appellerons "Spectre image" comme cela à été initialement défini en spectroscopie de pertes d'énergie en électrons transmis [JEA89].

Chacun des éléments de l'image de coordonnées (x, y) sera appelé "Spixel" (pixel spectroscopique). La figure I.6 c) représente schématiquement un spectre image. Selon l'information recherchée, les spixels seront analysés et traités afin d'obtenir des images ou distributions caractéristiques (distribution de pression, d'épaisseur, de composition, de température...) figure I.6d).

Un programme spécifique de traitement des spectre images a été développé. Les principales caractéristiques sont reportées en annexe A.IV.2.

I.8 Les conditions d'acquisition des spectre images utilisées

Les conditions d'acquisition des spectre images utilisées dans ce travail sont les suivantes :

Longueur d'onde de l'excitatrice :	532,5 nm
Puissance utilisée :	15 à 20 mW en air 5 à 7 mW à travers le plan
Réseau utilisé pour les distributions de pression et épaisseur :	2400 tr / mm
Dispersion obtenue (2400 tr / mm) :	0,13 cm^{-1} / pixel détecteur
Temps d'acquisition par spixel pour les distributions de pression et épaisseur :	60s à 120s
Réseau utilisé pour les distributions de température :	600 tr / mm
Dispersion obtenue (600 tr / mm) :	0,9 cm^{-1} / pixel détecteur
Temps d'acquisition par spixel pour les distributions température :	1000s
Les spectre images sont acquis avec un pas selon x et y de :	10 ou 15 μm

Les résultats sont présentés sans extrapolation, seuls les points mesurés sont affichés.

Dans nos conditions d'expériences, les températures du lubrifiant à l'entrée du contact sont de $39 \pm 1^\circ\text{C}$ (roulement pur) et $41 \pm 1^\circ\text{C}$ (roulement/glissement).

II Etude des distributions de pression dans le contact sphère / plan en régime de lubrification EHD

II.1 Méthode

La méthode utilisée, développée dans les années 1980 [MAN85a], [MAN86], [GAR89], [HAI89] est basée sur la mesure du déplacement des raies Raman caractéristiques du polystyrène ou de la 5P4E (mode à 1000 cm^{-1}) lorsque le composé est soumis à une pression. Les développements théoriques concernant le phénomène sont présentés en annexe A.II.

La méthode de mesure consiste donc dans un premier temps à étalonner en cellule de pression hydrostatique à enclume diamant le déplacement de la raie à 1000 cm^{-1} en fonction de la pression appliquée. Les résultats expérimentaux obtenus par Haiahem et al [HAI89] et Laplant et al. [LAP97] sont présentés figure II.1.

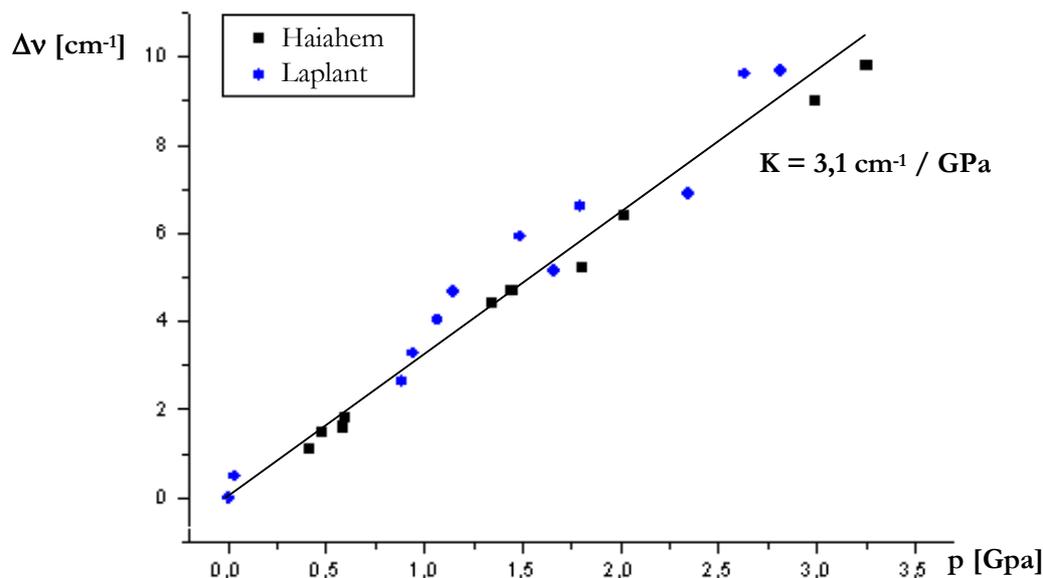


Figure II.1 : Courbe d'étalonnage du déplacement de la raie à 1000 cm^{-1} de la 5P4E en fonction de la pression appliquée en cellule diamant (d'après Haiahem [HAI89] et Laplant [LAP97]).

On remarque un bon accord entre les deux séries d'expériences. La relation entre le déplacement en cm^{-1} de la raie Raman à 1000 cm^{-1} , correspondant au mode de respiration trigonal des noyaux aromatiques, et la pression est linéaire et s'exprime de la façon suivante :

$$\Delta\bar{\nu} = K p$$

avec : $-\Delta\bar{\nu}$ (cm^{-1}), écart de nombre d'onde entre la molécule soumise à la pression p et la molécule à pression ambiante,

- p , pression (GPa) à laquelle est soumise la molécule,
- K , facteur de sensibilité.

Le facteur K déduit des expériences est de $K = 3,1 \text{ cm}^{-1}/\text{GPa}$.

La deuxième étape de la caractérisation de la distribution de pression consiste à collecter point par point des "spectre images" Raman du contact et de sa périphérie, de mesurer le décalage des raies Raman par rapport à la valeur à pression atmosphérique, de convertir les résultats en pression en utilisant la relation $\Delta\bar{\nu} = Kp$.

La valeur de $\Delta\bar{\nu}$ est définie avec une précision de $\pm 0,15 \text{ cm}^{-1}$ qui conduit à une précision sur la pression de $\pm 0,05 \text{ GPa}$.

La stabilité du spectromètre est contrôlée en permanence par l'utilisation d'un étalon spectroscopique interne constitué par les raies $\lambda_0 = 563 \text{ nm}$ et $\lambda_0 = 566 \text{ nm}$ d'une lampe à vapeur de césium.

II.2 Résultats

La figure II.2 a) présente deux profils de pression obtenus selon les diamètres parallèle et perpendiculaire à la direction de roulement pour un contact dynamique dans les conditions suivantes : $F_N = 90 \text{ N}$, $u_e = 0,15 \text{ m/s}$, $\Lambda = 0 \%$. La pression maximale mesurée est de $1,5 \text{ GPa}$. Le pic de surpression à la sortie du contact est de faible intensité. Celle-ci est vraisemblablement sous-estimée par l'effet de moyenne résultant de la taille de la sonde (voir annexe A.2).

La figure II.2 b) présente dans les mêmes conditions la distribution de pression sur l'ensemble du contact et de sa périphérie. L'aire réelle de contact est assimilée à la zone de pression supérieure à la pression atmosphérique. On peut remarquer que cette aire n'est pas circulaire. L'intégrale de la distribution de pression sur l'ensemble du contact conduit à une charge normale de $88 \pm 3 \text{ N}$, en excellent accord avec la charge appliquée.

La figure II.3 présente les distributions de pression obtenues pour $u_e = 0,15 \text{ m/s}$, $\Lambda = 0 \%$ et $t = 39 \pm 1^\circ\text{C}$ et pour différentes forces normales appliquées ($63 \text{ N} \leq F_N \leq 120 \text{ N}$). Les intégrales des distributions de pression restent en bon accord avec les charges normales appliquées.

Les Profils de pression longitudinaux et transversaux correspondant à ces distributions sont présentés figure II.4. On peut noter une augmentation de la pression au centre du contact ainsi que de l'aire réelle de contact en fonction de la charge normale appliquée. L'étude quantitative de ces dépendances sera présentée plus loin.

Les distributions de pression obtenues pour $F_N = 90 \text{ N}$, $u_e = 0,15 \text{ m/s}$, $t = 44 \pm 2^\circ\text{C}$ et pour différentes valeurs du taux de glissement Λ ($-180 \% \leq \Lambda \leq 180 \%$) sont montrées figure II.5. Les profils correspondant sont présentés figure II.6. On peut noter (figure II.9b) que l'aire réelle de contact est minimale pour $\Lambda = 0 \%$ et augmente dans les mêmes proportions pour Λ croissant (Λ positif ou négatif). Comme cela a déjà été vu [JUB02] la position du pic de surpression tend à se déplacer vers l'intérieur du contact en fonction de l'augmentation de $|\Lambda|$.

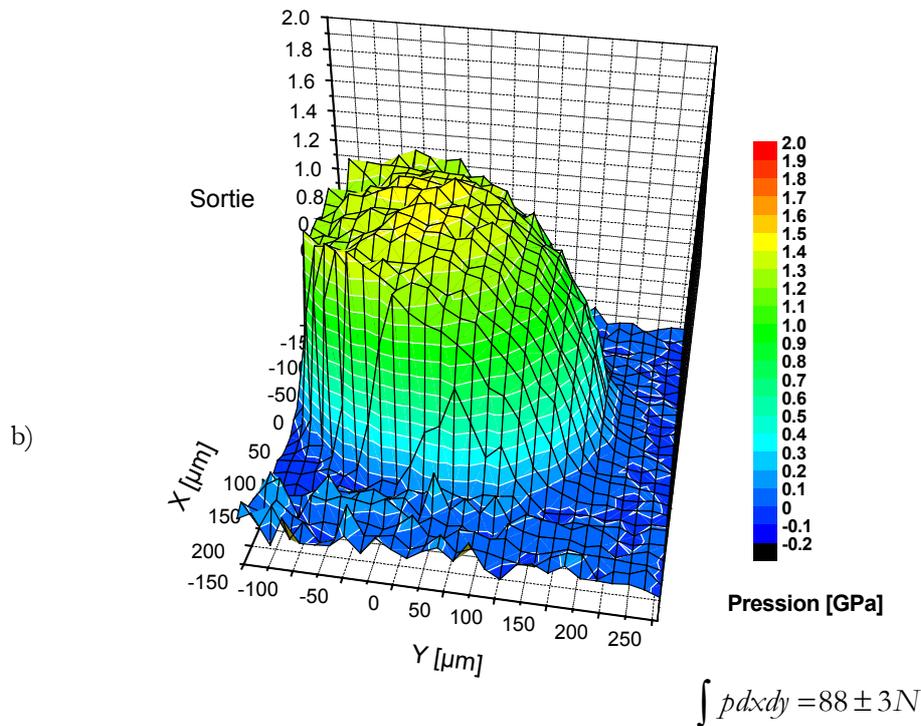
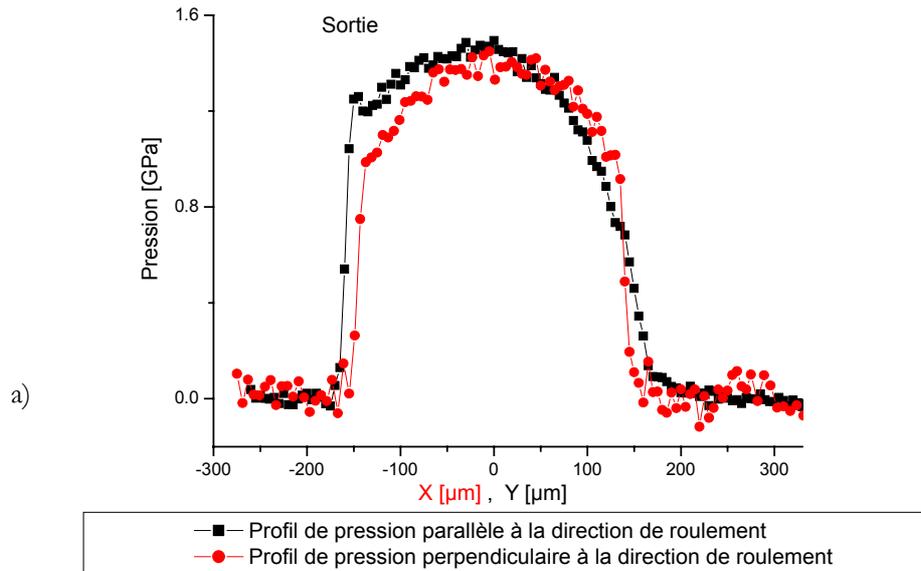
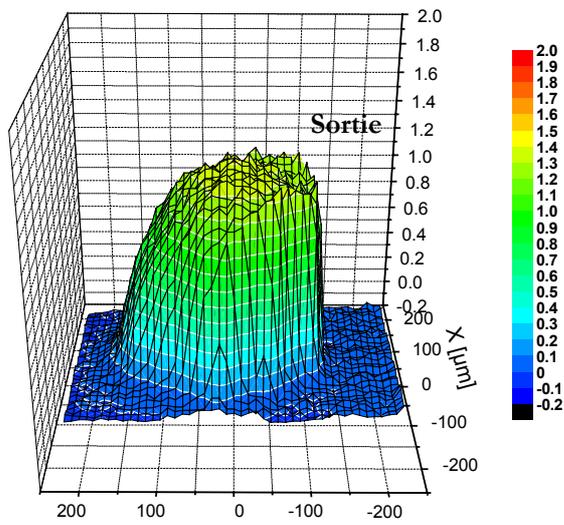


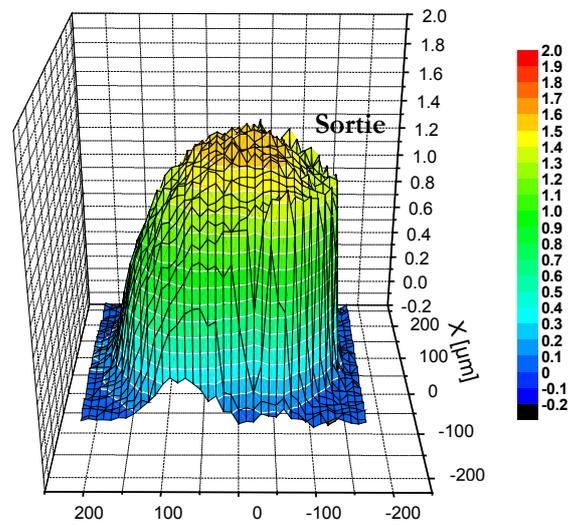
Figure II.2 : Distribution de pression mesurée dans le contact sphère /plan dynamique pour $F_N = 90 \text{ N}$, $u_c = 0,15 \text{ m/s}$, $\Lambda = 0 \%$.

- a) Profils de pression selon les diamètres du contact parallèle (noir) et perpendiculaire (rouge) à la direction de roulement,
b) Cartographie de pression complète correspondante.

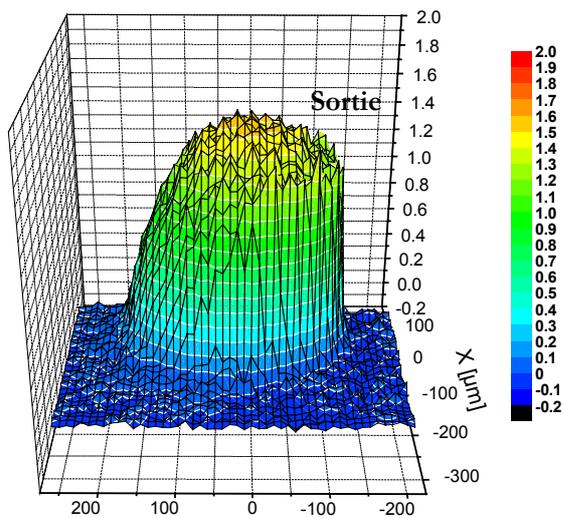
L'aire réelle de contact est donc assimilée à la zone où la pression est supérieure à la pression atmosphérique, on peut remarquer que celle-ci n'est pas circulaire avec un diamètre parallèle à la direction de $340 \mu\text{m}$ et un diamètre transversal de $320 \mu\text{m}$. L'intégrale de la distribution de la pression conduit à une charge normale en accord avec la charge appliquée.



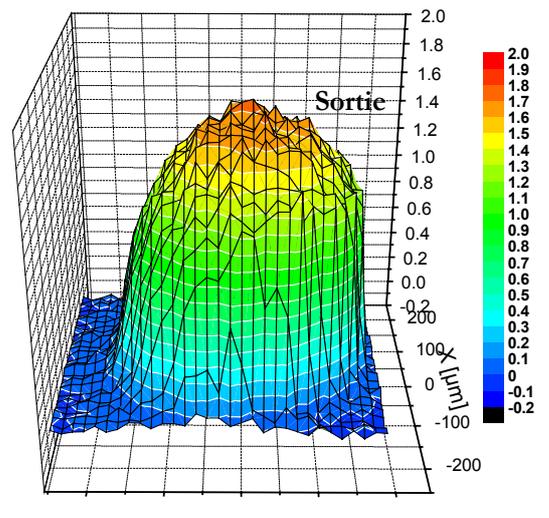
Pression [GPa] $\int p dx dy = 63 \pm 3 N$
 $F_N = 63 N$



Pression [GPa] $\int p dx dy = 88 \pm 3 N$
 $F_N = 90 N$



Pression [GPa] $\int p dx dy = 100 \pm 3 N$
 $F_N = 102,5 N$



Pression [GPa] $\int p dx dy = 120 \pm 3 N$
 $F_N = 120 N$

Figure II.3 : Différentes distributions de pression obtenues pour la vitesse d'entraînement $u_c = 0,15 \text{ m/s}$ en roulement pur (taux de glissement $\Lambda = 0 \%$), et des forces normales augmentant de $F_N = 63 \text{ N}$ à $F_N = 120 \text{ N}$.

On peut noter le très bon accord entre les forces normales appliquées et les intégrales des distributions de pression.

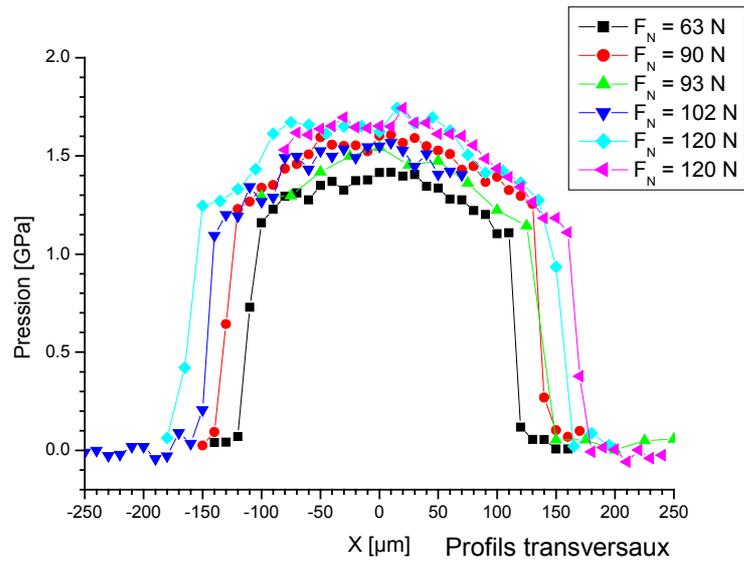
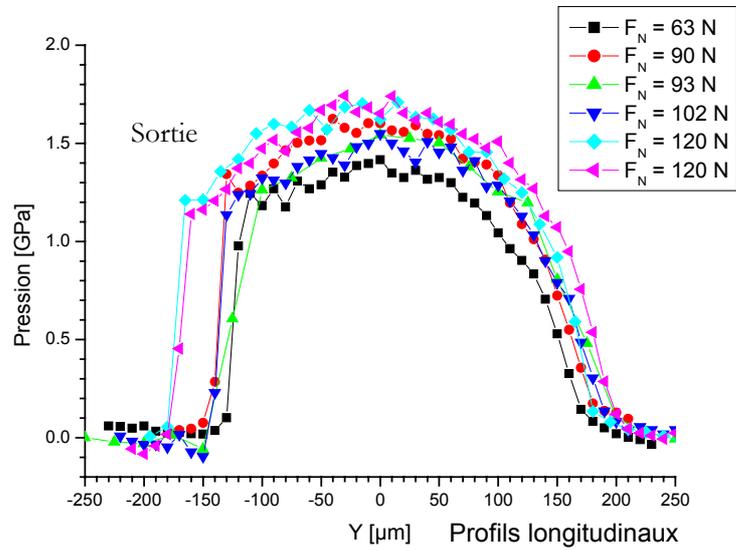


Figure II.4 : Profils de pression pour $u_c = 0,15 \text{ m/s}$, $\Lambda = 0 \%$ et Force normale F_N augmentant de 63 N à 120 N (extrait des cartographies représentées figure II.3).

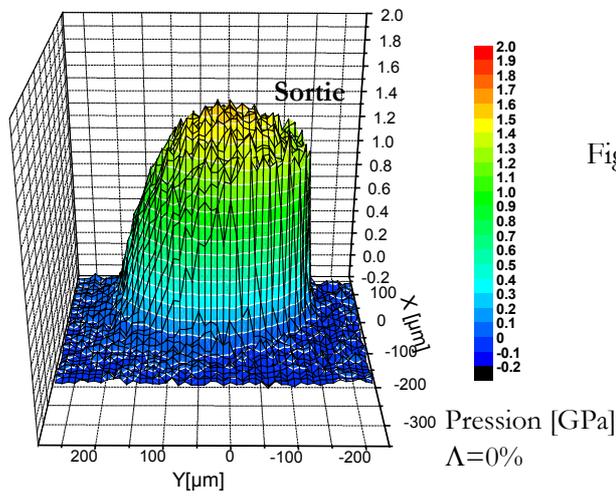
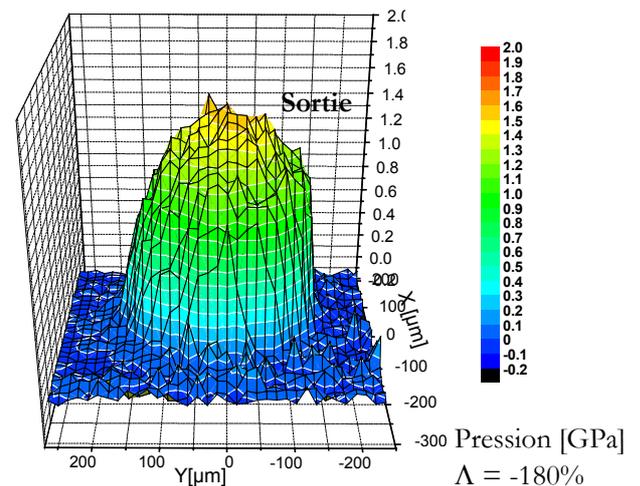
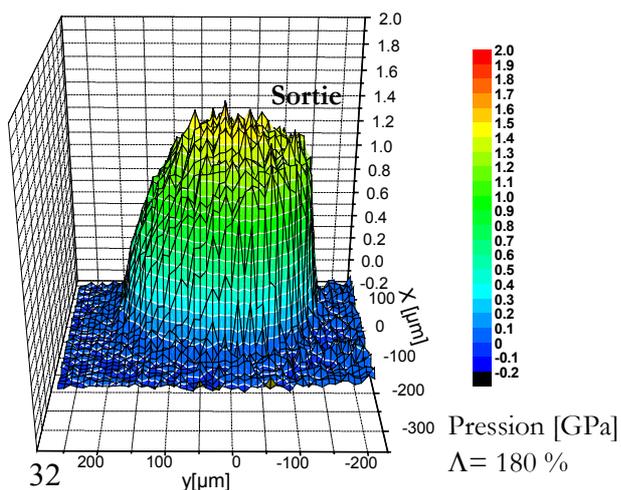
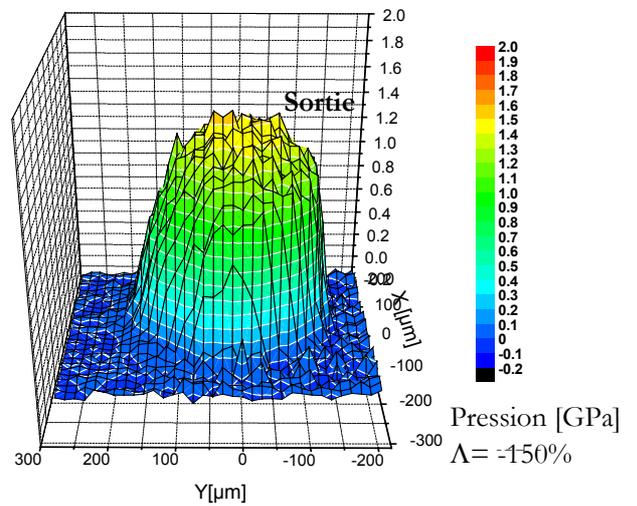
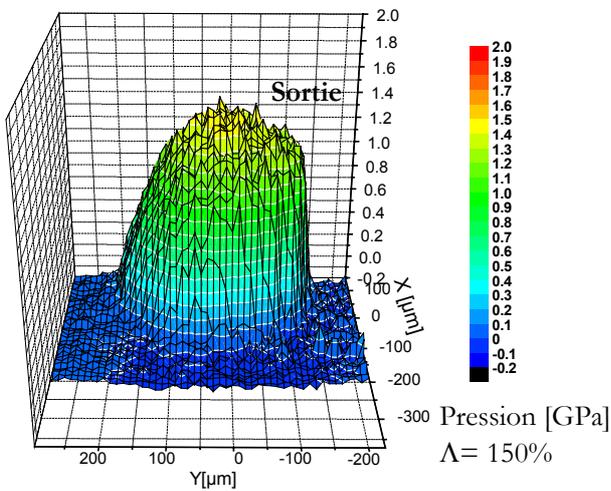
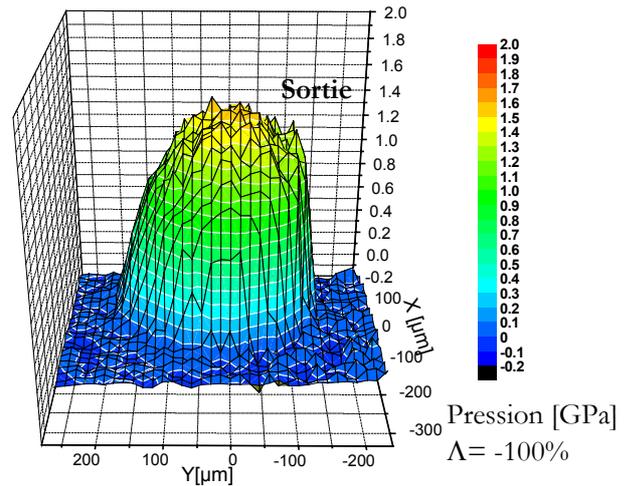
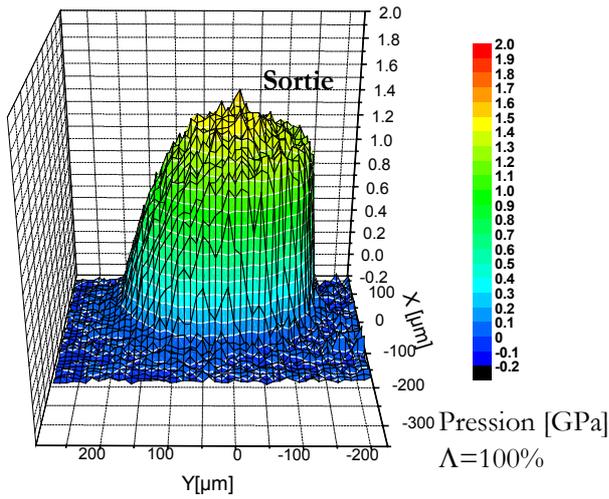


Figure II.5 : Différentes distributions obtenues pour $F_N = 90 \text{ N}$, $u_c = 0,15 \text{ m/s}$ et des taux de glissement variant entre $\Lambda = 0\%$ et $\Lambda = \pm 180\%$.



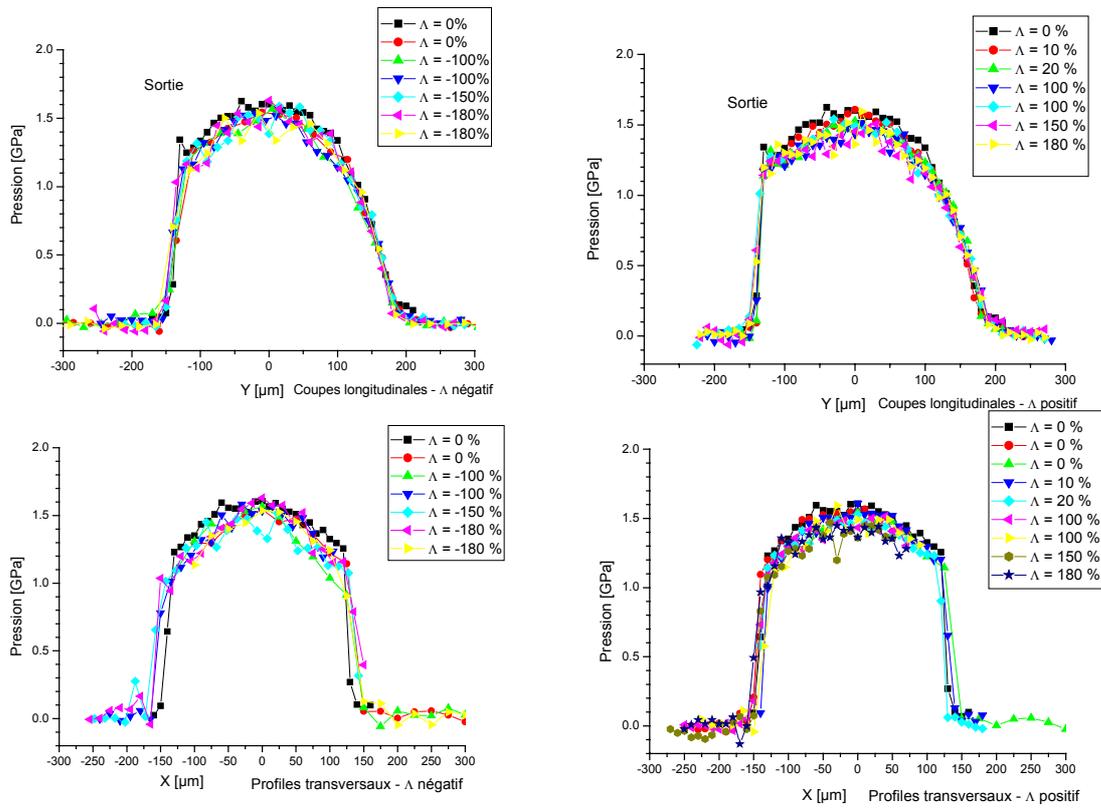


Figure II.6 : Profils de pression pour $F_N = 90 \text{ N}$, $u_c = 0,15 \text{ m/s}$ et taux de glissement variant entre $\Lambda = 0 \%$ et $\Lambda = \pm 180 \%$ (extrait des cartographies représentées figure II.3).

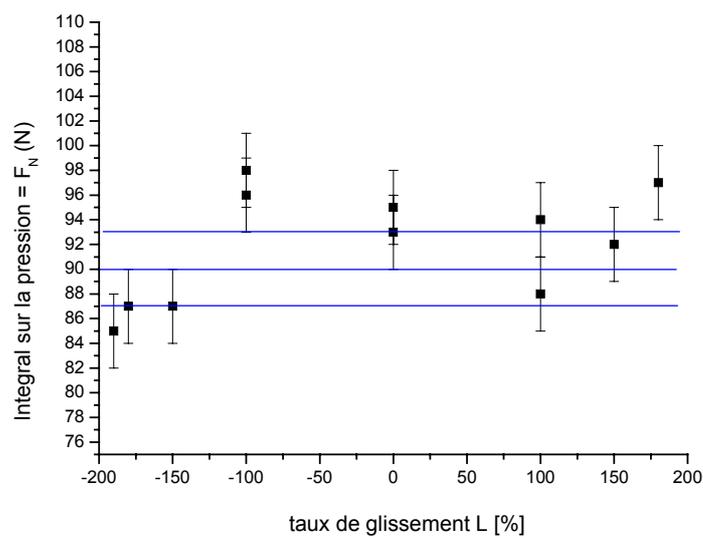


Figure II.7 : Intégrales sur cartographies de Figure II.5. L'intégrale sur la pression n'est pas influencée par le taux de glissement.

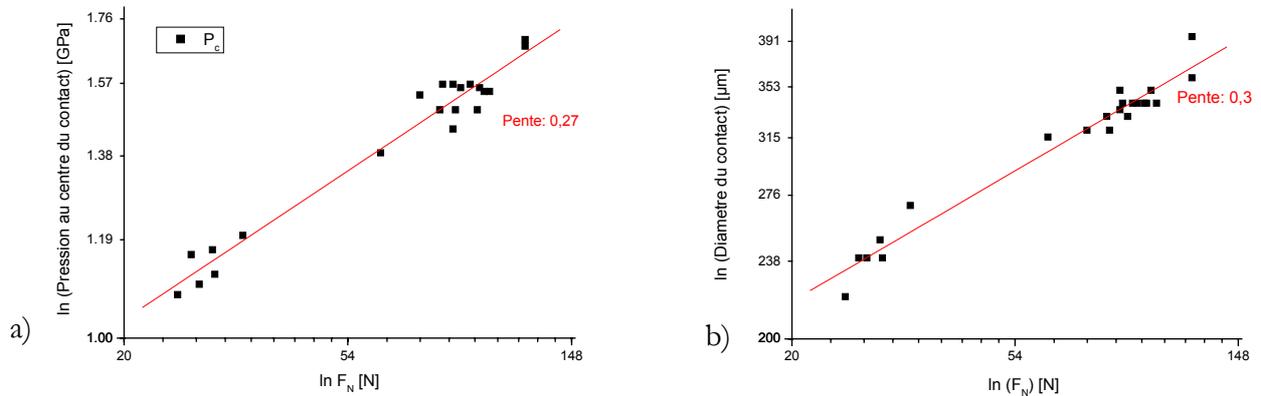


Figure II.8 : Évolution du logarithme de la pression ($\ln p_c$) au centre du contact (a) et du logarithme du diamètre ($\ln D$) longitudinal du contact (b) en fonction de la charge normale F_N appliquée pour $u_c = 0,15$ m/s et $\Lambda = 0$ %.

On note, dans les deux cas, une évolution linéaire de pente de l'ordre $1/3$ montrant une dépendance de p_c et D en puissance $1/3$ de F_N .

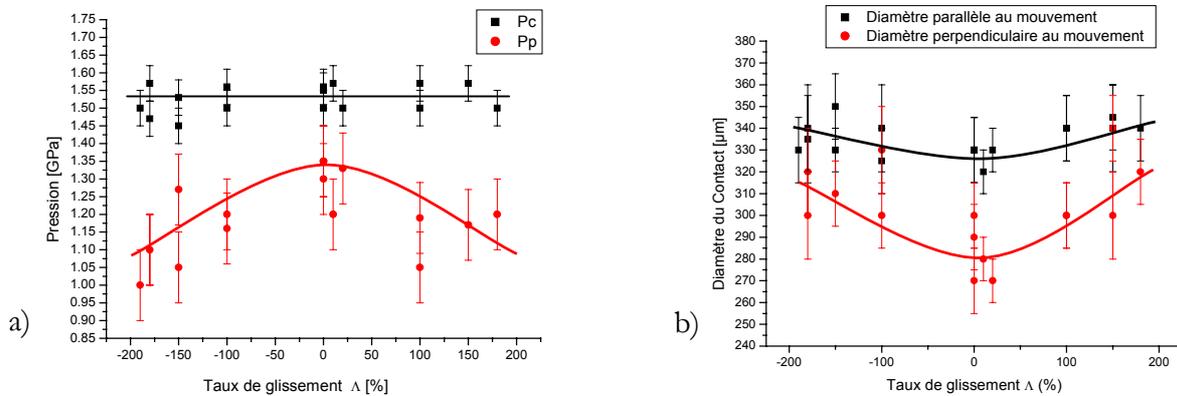


Figure II.9 : Évolution des pressions au centre du contact p_c et au pic p_p (a) et des diamètres longitudinaux et transversaux (b) en fonction du taux de glissement Λ appliqué pour des conditions de contact $F_N = 90$ N, $u_c = 0,15$ m/s.

Aucune variation significative de p_c n'est enregistrée en fonction de Λ . Par contre p_p diminue symétriquement par rapport à $\Lambda = 0$ %. Les diamètres quant à eux augmentent symétriquement par rapport à $\Lambda = 0$ %.

Les valeurs des intégrales des distributions de pression obtenues pour les différents taux de glissement Λ sont reportées sur la figure II.7. On note que cette valeur reste en parfait accord avec la charge normale appliquée 90 ± 5 N. La distribution des points autour de la valeur moyenne montre que l'application d'un taux de glissement même très élevé ne semble pas perturber les mesures de pression. Ceci peut-être expliqué par le fait que l'application d'un cisaillement au lubrifiant peut se traduire par des déplacements des bandes Raman symétriques par rapport à la valeur du maximum donné par la pression et conduirait donc simplement à un élargissement symétrique de la bande Raman sans modification de la position de son maximum (voir annexe A.II).

Un examen attentif des cartographies et des profils de pression présentés figure II.5 et II.6 permet de voir que la distribution de pression dans le contact est affectée par le fait que Λ soit positif ou négatif. La montée de pression à l'entrée du contact étant plus abrupte lorsque Λ est négatif.

La figure II.8 présente les évolutions de la pression au centre du contact (a) et du diamètre du contact (b) en fonction de la charge normale appliquée. On peut noter, sur les représentations en coordonnées \ln/\ln que ces deux paramètres dépendent de la charge normale à une puissance proche de $1/3$, en accord avec la théorie [JUB02].

Les variations des pressions p_c et p_p (a) et du diamètre du contact (b) pour $F_N = 90$ N, $u_e = 0,15$ m/s et des taux de glissement Λ compris entre de -190% à 180% sont reportées figure II.9. On peut noter, que p_c ne varie pas en fonction de Λ . Par contre p_p diminue symétriquement par rapport à $\Lambda = 0\%$. Les diamètres quant à eux augmentent symétriquement par rapport à $\Lambda = 0\%$.

II.3 Conclusion

La méthode d'acquisition et de traitement automatique des spectre images appliquée à l'obtention de distributions expérimentales in situ de pression dans un contact élastohydrodynamique confirme les résultats et tendances déjà obtenus lors de travaux antérieurs. Le principal apport de la méthode consiste en l'acquisition de telles cartographies quantitatives à haute résolution spatiale ($10 \mu\text{m}$) en un temps raisonnable. (Pour un spectre image de 1600 (40×40) spixels le temps d'acquisition est de l'ordre de 27 h).

III Etude des distributions d'épaisseur dans le contact sphère / plan en régime de lubrification EHD

III.1 Intensité des raies Raman

Comme nous l'avons vu au paragraphe I.2 (et annexe A.1) l'intensité d'une bande Raman caractéristique à une température et pour une intensité d'excitatrice données dépend, dans le cas d'un composé isotrope de la quantité de matière analysée et peut donc être écrite sous la forme simplifiée suivante :

$$I = \sigma [c] V$$

où σ représente la section efficace de diffusion spécifique, $[c]$ la concentration de la phase analysée en composé c actif, et V le volume analysé par la sonde Raman.

Dans le cas du spectromètre utilisé, la géométrie du volume analysé peut être assimilée à une ellipsoïde de révolution (voir figure III.1) de grand et petit diamètres compris entre $300 - 500 \mu\text{m}$ et $3 - 10 \mu\text{m}$ respectivement (valeurs obtenues selon les conditions d'expérience, voir annexe A.III).

Dans les conditions de focalisation normales dans l'interface tribologique, l'épaisseur du film lubrifiant étant au maximum de quelques micromètres, le volume de lubrifiant analysé par la sonde peut être assimilé à un cylindre de longueur égale à l'épaisseur h du film et de surface de base S égale à la section de la sonde (voir figure III.1).

L'intensité de la raie Raman ne dépendra alors que de l'épaisseur h de lubrifiant et pourra s'écrire, pour des conditions de température, d'intensité d'excitatrice et de concentration de lubrifiant données, sous la forme :

$$I = \sigma [c] V = \underbrace{\sigma [c]}_{\sigma_b} S h = \sigma_b h$$

Il sera donc possible à partir des intensités de la raie à 1000 cm^{-1} dans chaque pixel de déduire les distributions en épaisseur.

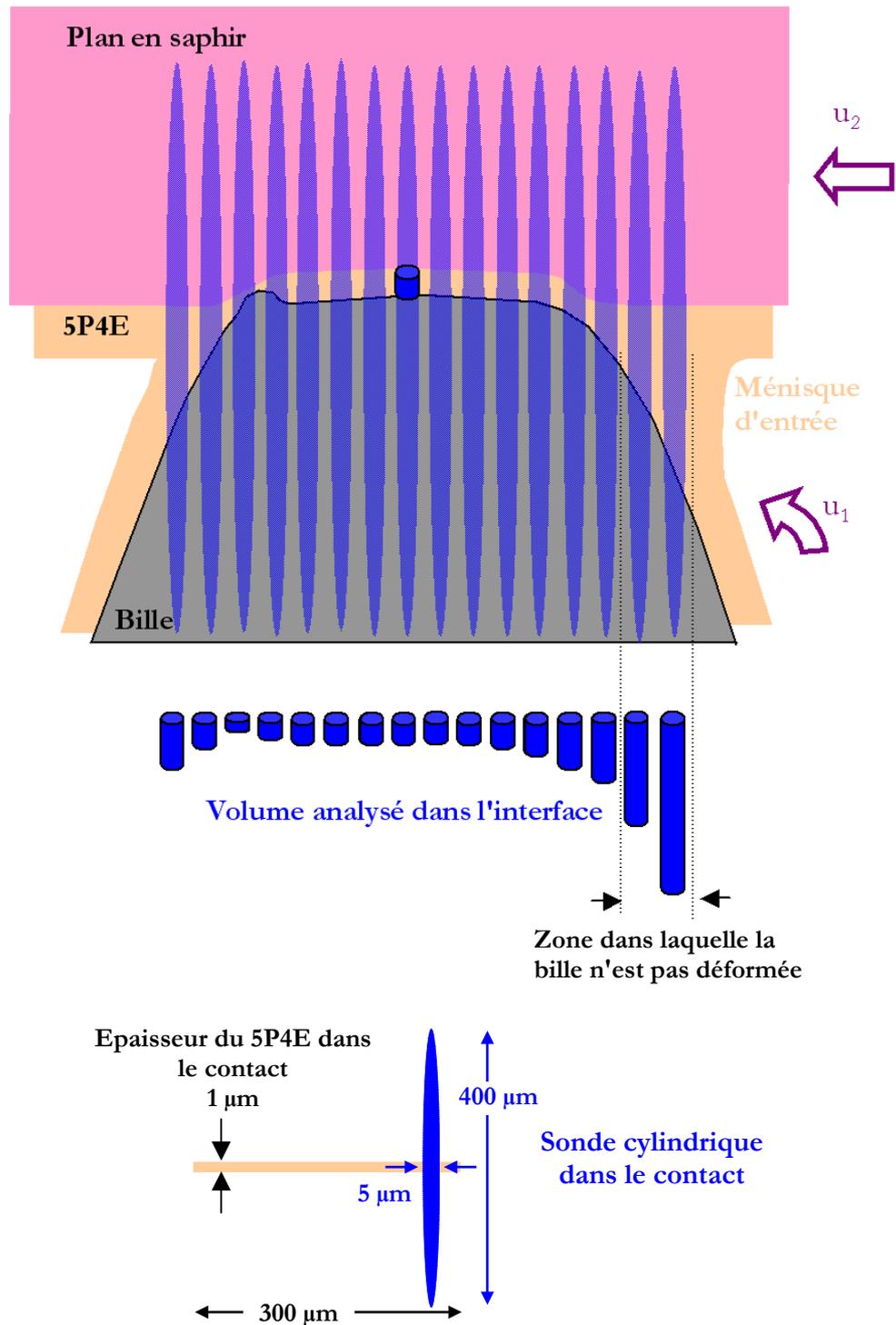


Figure III.1 : Représentation schématique de la sonde Raman dans le contact élastohydrodynamique. Compte tenu des dimensions de la sonde (voir annexe A.III), le volume de lubrifiant analysé dans l'interface est assimilable à un cylindre de longueur h égal à l'épaisseur du film. Dans le convergent, l'épaisseur du film suit le profil de la sphère non déformée et constitue un étalon interne pour la mesure.

III.2 Mesure d'épaisseur du film de 5P4E dans le convergent d'un contact statique

Afin d'éprouver la méthode de mesure nous avons réalisé une expérience sur un contact sphère/plan statique à charge nulle, en utilisant l'évolution géométrique de l'épaisseur d'un film de 5P4E contenu dans le convergent (voir figure III.2). Aucune charge n'étant appliquée au contact, les substrats ne sont donc pas déformés.

En un point $M(x,y=0)$ l'épaisseur de lubrifiant entre la sphère et le plan a pour expression :

$$h = R - \sqrt{R^2 - x^2} + \delta$$

avec R rayon de la sphère, δ distance entre la sphère et le plan.

Soit I_1 et I_2 les intensités de la bande Raman à 1000 cm^{-1} acquises aux points $M_1(x_1,0)$ et $M_2(x_2,0)$, comme nous l'avons vu :

$$I_1 = \sigma_h h_1 \text{ et } I_2 = \sigma_h h_2$$

σ_h pourra donc être déduit de ces deux mesures par la relation

$$\sigma_h = (I_2 - I_1) / (h_2 - h_1) \text{ , avec } h_2 - h_1 = (R^2 - x_1^2)^{1/2} - (R^2 - x_2^2)^{1/2}$$

Il suffit alors de diviser chacune des valeurs d'intensité acquises en chaque point $M(x,y)$ par σ_h pour obtenir le profil expérimental d'épaisseur de film et de le comparer au profil géométrique attendu.

La figure III.3 présente la superposition du profil expérimental d'épaisseur de film de 5P4E et du profil géométrique.

On note un excellent accord entre les deux profils jusqu'à des épaisseurs de l'ordre de $25 \mu\text{m}$. Au delà la courbe expérimentale sous-estime l'épaisseur, ceci étant dû à l'effet de taille de sonde. Le volume analysé n'étant plus cylindrique au delà de $25 \mu\text{m}$ (annexe A.III).

On peut noter sur l'agrandissement de la zone centrale qu'un film de lubrifiant d'une épaisseur de l'ordre de $0,03 \mu\text{m}$ est détecté avec une incertitude sur les mesures du même ordre.

On peut donc en déduire une incertitude absolue sur les mesures de l'ordre de $0,05 \mu\text{m}$.

III.3 Influence de la polarisation de l'excitatrice par rapport à la direction de roulement

Afin de mettre en évidence de possibles effets de la polarisation de l'excitatrice sur l'intensité de la raie Raman à 1000 cm^{-1} nous avons acquis des profils d'intensité Raman dans un contact sphère / plan en roulement pur et roulement / glissement lubrifié avec de la 5P4E (conditions tribologiques identiques) pour des polarisations d'excitatrice parallèle et perpendiculaire à la direction de roulement. Les résultats sont présentés sur la figure III.4. Les profils d'intensité obtenus dans les deux cas sont très voisins. Dans la zone de contact la variation de l'ordre de 10 % de l'intensité diffusée peut être attribuée à une légère modification de la température entre les deux essais et aux modifications des conditions de source et d'illumination.

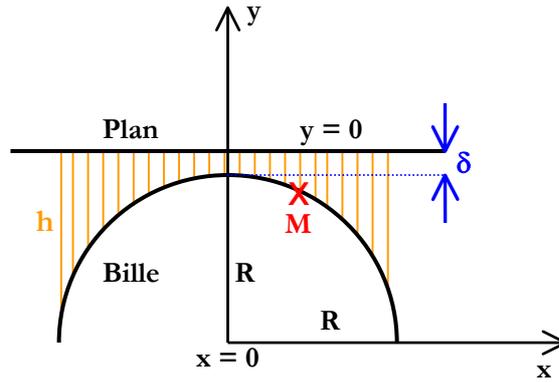


Figure III.2 : Principe de la mesure d'épaisseur dans un contact statique à charge nulle, dont le convergent est rempli de 5P4E. En un point $M(x,y=0)$ le long d'un diamètre du contact, l'épaisseur de lubrifiant entre la sphère et le plan est égale à $h = R - \sqrt{R^2 - x^2} + \delta$.

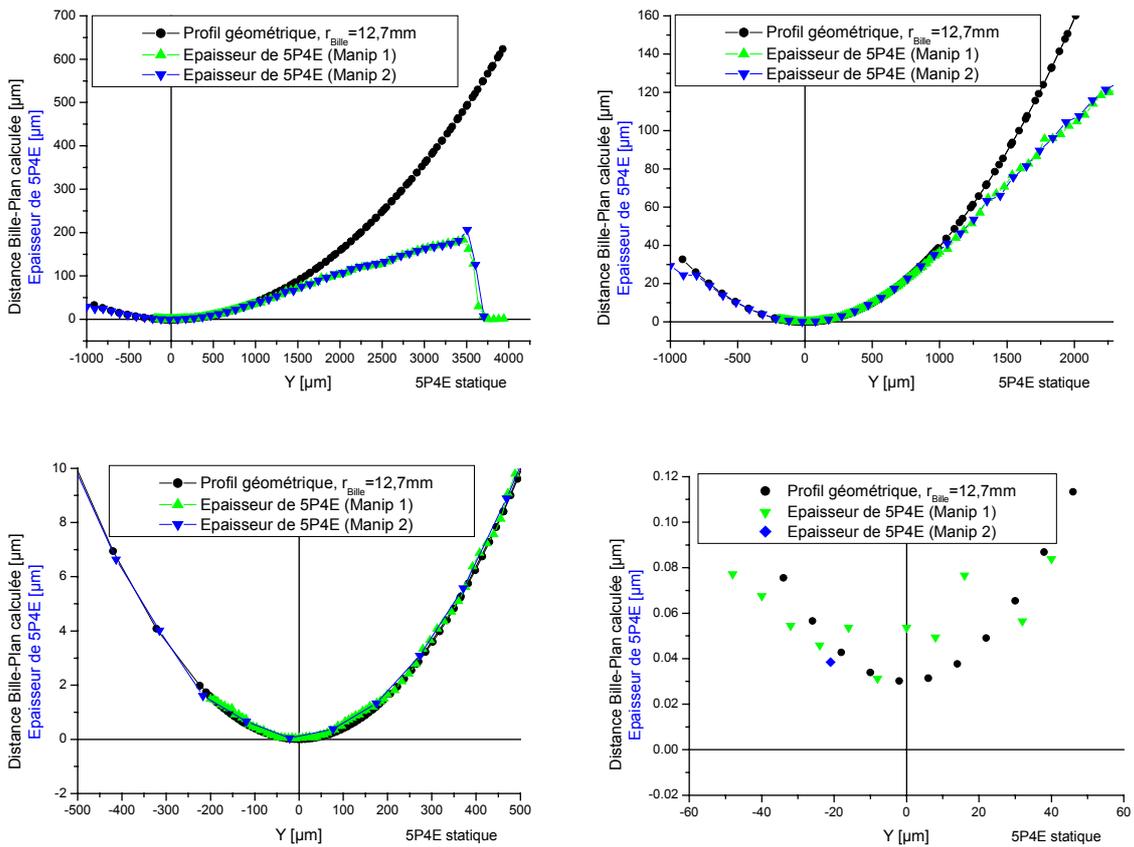


Figure III.3 : Comparaison entre le profil géométrique et deux profils d'épaisseur expérimentaux de film de 5P4E dans le convergent sphère/plan statique (différents agrandissements). Les profils géométriques expérimentaux coïncident jusqu'à des épaisseurs de film de l'ordre de 25 μm, situées ici à environ 1 mm du centre du contact. Au-delà le volume analysé par la sonde n'est plus cylindrique, ce qui entraîne une sous-estimation de l'épaisseur de lubrifiant. Toutefois, une simple correction – en établissant des corrélations entre la courbe mesurée et l'épaisseur du 5P4E – permettrait d'aller beaucoup plus loin.

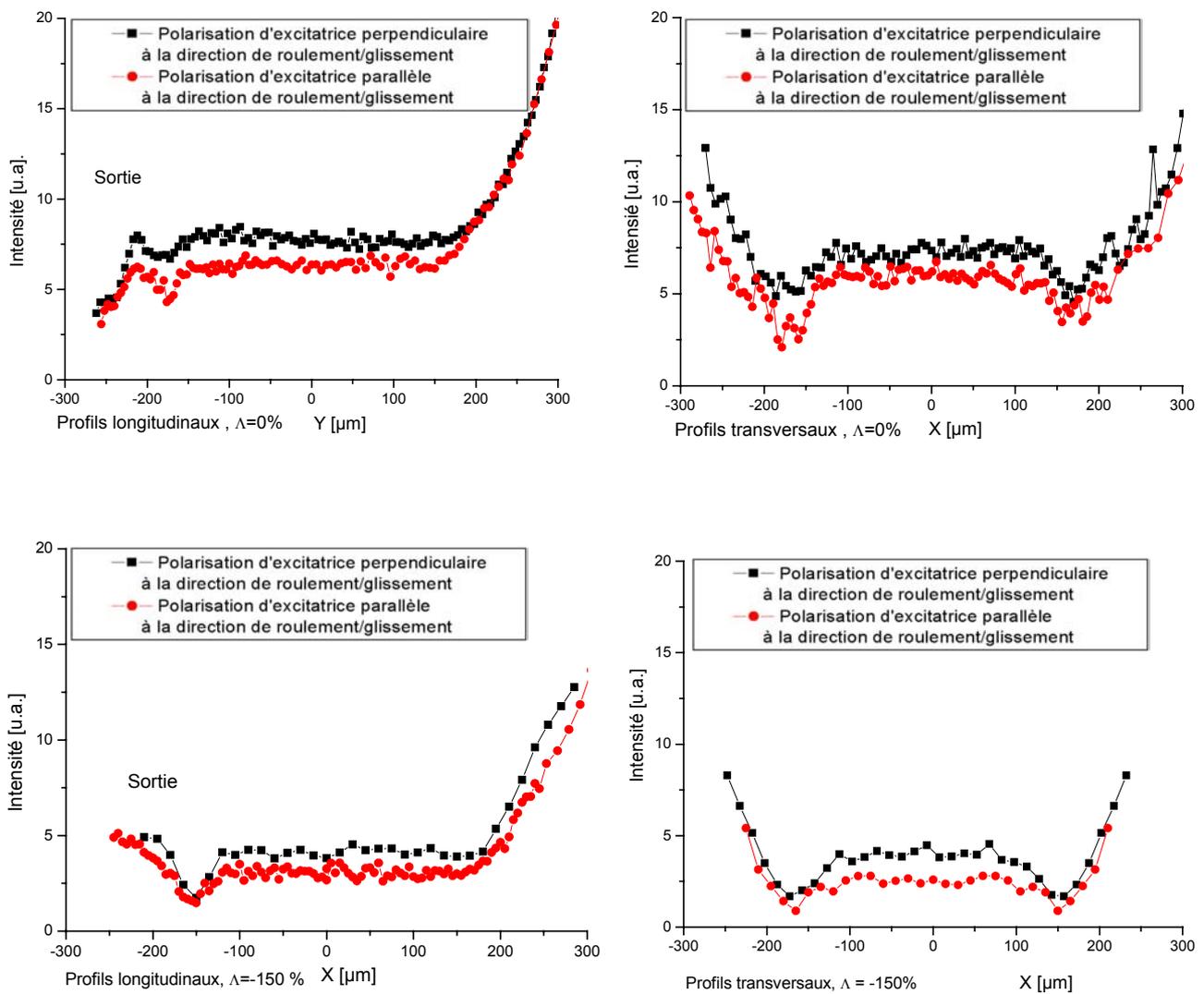


Figure III.4 : Influence de la direction de polarisation de l'excitatrice sur les profils d'intensité de la bande Raman du 5P4E à 1000 cm^{-1} acquis le long de diamètres longitudinaux et transversaux pour des contacts élastohydrodynamiques $F_N = 88 \text{ N}$, $u_e = 0,15 \text{ m/s}$,
- (en haut) : roulement pur $\Lambda = 0 \%$,
- (en bas) : taux de glissement $\Lambda = -150 \%$.

Les faibles changements d'intensité ne sont pas significatifs d'un effet perturbateur de la direction de la polarisation de l'excitatrice sur les mesures d'épaisseur.

L'application d'un taux de glissement de $\Lambda = -150\%$ pour chacune des expériences ne met pas en évidence de changement significatif d'intensité diffusée selon la direction de polarisation (figure III.4). Les variations d'intensité entre les expériences en roulement pur et roulement / glissement sont attribuées à une diminution de l'épaisseur du film de lubrifiant sous glissement.

Cette série d'expériences en fonction de la direction de la polarisation de l'excitatrice par rapport à la direction de roulement / glissement permet de conclure que le dispositif expérimental en place n'induit pas d'effets de polarisation sur les mesures d'épaisseur.

Cette conclusion est aussi supportée par des expériences de diffusion Raman réalisées sur du graphite (HOPG) avec la polarisation d'excitatrice parallèle et perpendiculaire aux plans de graphène où aucune variation significative d'intensité n'a été détectée.

III.4 Présentation de la méthode d'exploitation des spectre images

Afin de déterminer de façon quantitative absolue la distribution d'épaisseur de lubrifiant dans le contact, il convient de développer une méthode d'étalonnage qui s'affranchisse de la puissance de la source, du rendement du détecteur et du temps d'acquisition, qui sont des paramètres pouvant varier d'une expérience à l'autre.

Afin de réaliser cet étalonnage, c'est à dire définir la section efficace de diffusion Raman par unité d'épaisseur, et pour chaque expérience, nous tirerons profit, comme dans le cas du contact statique, de l'évolution géométrique de l'épaisseur de lubrifiant dans le convergent constitué par la bille et le plan à l'avant du contact dynamique (voir figure III.1).

Comme précédemment selon un diamètre de contact ($y=0$) en un point $M_1(x_1, y=0)$ loin du centre du contact, l'épaisseur h_1 de lubrifiant obéira à la loi :

$$h_1 = R - \sqrt{R^2 - x_1^2} + \delta$$

- δ représente la déformation cumulée du plan et de la bille,
- R étant le rayon de la bille.

En un point $M_2(x_2, y=0)$, h_2 s'écrit : $h_2 = R - \sqrt{R^2 - x_2^2} + \delta$

Les intensités collectées aux points M_1 et M_2 (intégrale du pic à 1000 cm^{-1}) étant notées I_1 et I_2 on a :

$$I_1 = \sigma_h h_1 \text{ et } I_2 = \sigma_h h_2 \Rightarrow \sigma_b = \frac{I_2 - I_1}{h_2 - h_1} = \frac{I_2 - I_1}{\sqrt{R^2 - x_1^2} - \sqrt{R^2 - x_2^2}}$$

Il suffira alors de diviser l'intensité de la raie à 1000 cm^{-1} pour chaque spectre collecté en un point $M(x, y)$ du contact pour en déduire l'épaisseur locale de film lubrifiant.

Cette méthode applicable à chaque expérience permet un étalonnage systématique de la méthode.

III.5 Résultats

La figure III.5 montre les profils d'épaisseur obtenus lors des expériences en fonction de la polarisation ($F_N = 88 \text{ N}$, $u_e = 0,15 \text{ m/s}$, $\Lambda = 0 \%$). Dans les deux expériences on note un excellent accord entre les deux profils (les épaisseurs h_c au centre du contact étant de $0,86 \mu\text{m}$ et $0,88 \mu\text{m}$ respectivement). La différence de l'ordre $0,05 \mu\text{m}$ sur h_c pouvant être attribuée à l'incertitude sur la mesure.

Les courbes noires superposées aux profils d'épaisseur de lubrifiant correspondent au profil géométrique de la sphère. Elles coïncident exactement au niveau du convergent (loin du centre du contact). Cette superposition met en évidence une déformation progressive des substrats à l'entrée du contact et on note la diminution classique de l'épaisseur du film à la sortie du contact.

La procédure d'ajustement dans le convergent permet de déduire la déformation cumulée δ de la bille et du plan ($\delta \approx 1 \mu\text{m}$).

La figure III.6 présente les distributions d'épaisseur et de pression acquises simultanément le long de diamètres longitudinaux et transversaux du contact ($F_N = 88 \text{ N}$, $u_e = 0,15 \text{ m/s}$, $\Lambda = 0 \%$).

On peut voir que la zone d'augmentation progressive de la pression à l'entrée du contact correspond à la zone de déformation observée à l'avant de la zone de haute pression.

L'épaisseur du film lubrifiant reste constante sur l'ensemble du contact (le film étant alors à l'état solide), l'épaisseur minimum (h_{\min}) est obtenue à la sortie de la zone de haute pression (le film revenu à l'état liquide s'écoule facilement et n'exerce plus de contraintes sur les substrats).

Afin de conforter la validité de notre méthode de mesure, les résultats expérimentaux obtenus sont comparés aux calculs théoriques réalisés par le professeur A.A. Lubrecht (figure III.7). Comme nous pouvons le voir, l'accord expérimental - théorique est très satisfaisant. Les faibles écarts visualisés peuvent être attribués au fait que les paramètres théoriques ne sont pas exactement égaux aux paramètres expérimentaux (température, viscosité de la 5P4E).

Les figures III.8 et III.9 présentent les cartographies en épaisseur (30×30 à 40×40 spixels) réalisées respectivement pour : $u_e = 0,15 \text{ m/s}$, $\Lambda = 0 \%$ et des charges normales variant entre 63 N et 120 N , et pour $F_N = 90 \text{ N}$, $u_e = 0,15 \text{ m/s}$ et $-180 \% < \Lambda < 180 \%$.

Les distributions obtenues sont en bon accord avec les distributions d'épaisseur déduites par interférométrie optique [MOL99], [JUB02].

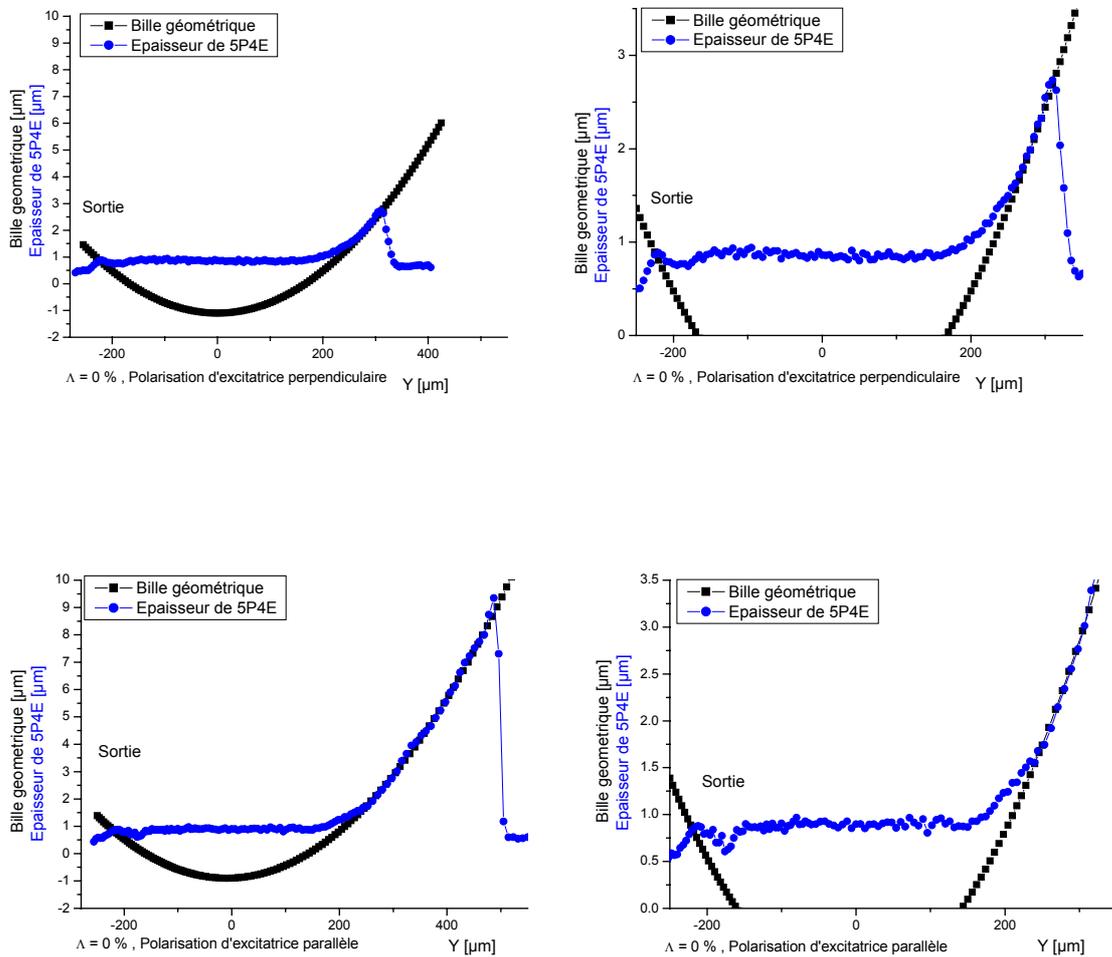


Figure III.5 : Profils d'épaisseur le long d'un diamètre longitudinal déduits des mesures d'intensité de la raie Raman à 1000 cm^{-1} pour le contact élastohydrodynamique $F_N = 88\text{ N}$, $u_e = 0,15\text{ m/s}$, $\Lambda = 0\%$,
- en haut : polarisation d'excitatrice parallèle à la direction de roulement,
- en bas : polarisation d'excitatrice perpendiculaire à la direction de roulement.
La courbe noire représente le profil géométrique de la bille, l'ajustement au profil expérimental d'épaisseur conduit à une déformation cumulée $\delta \approx 1\text{ }\mu\text{m}$.

On note une déformation progressive des substrats à l'avant du contact et la chute classique de l'épaisseur de film à la sortie du contact.

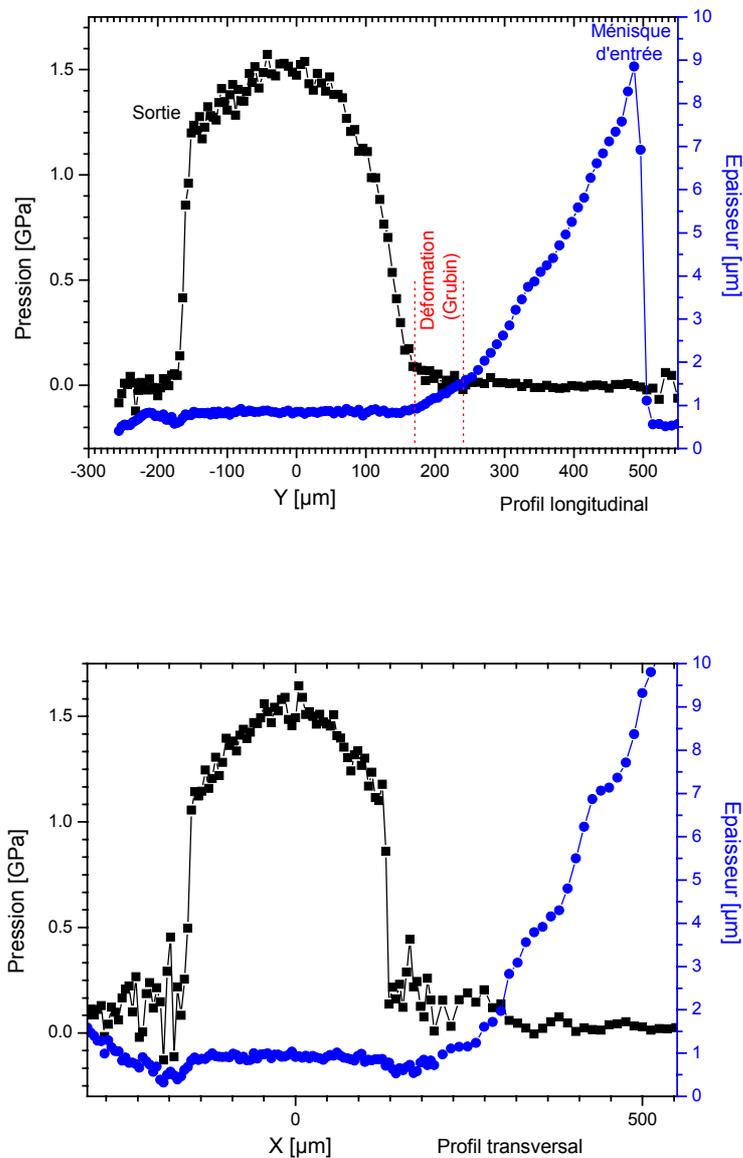


Figure III.6 : Distributions de pression et d'épaisseur de film lubrifiant pour un contact EHD $F_N = 88 \text{ N}$, $u_e = 0,15 \text{ m/s}$, $\Lambda = 0 \%$.
 - en haut : profil longitudinal,
 - en bas : profil transversal.

Sur le profil longitudinal, on note que la zone de déformation des substrats à l'avant du contact correspond à une zone de montée progressive de la pression, phénomène prévu par Grubin. Les zones d'épaisseur minimale de film sur les deux profils sont situées juste à la limite de la zone de haute pression. (Le lubrifiant, solide dans la zone de haute pression, se liquéfie après la chute de pression et la bille reprend sa forme initiale conduisant au minimum d'épaisseur du film.)

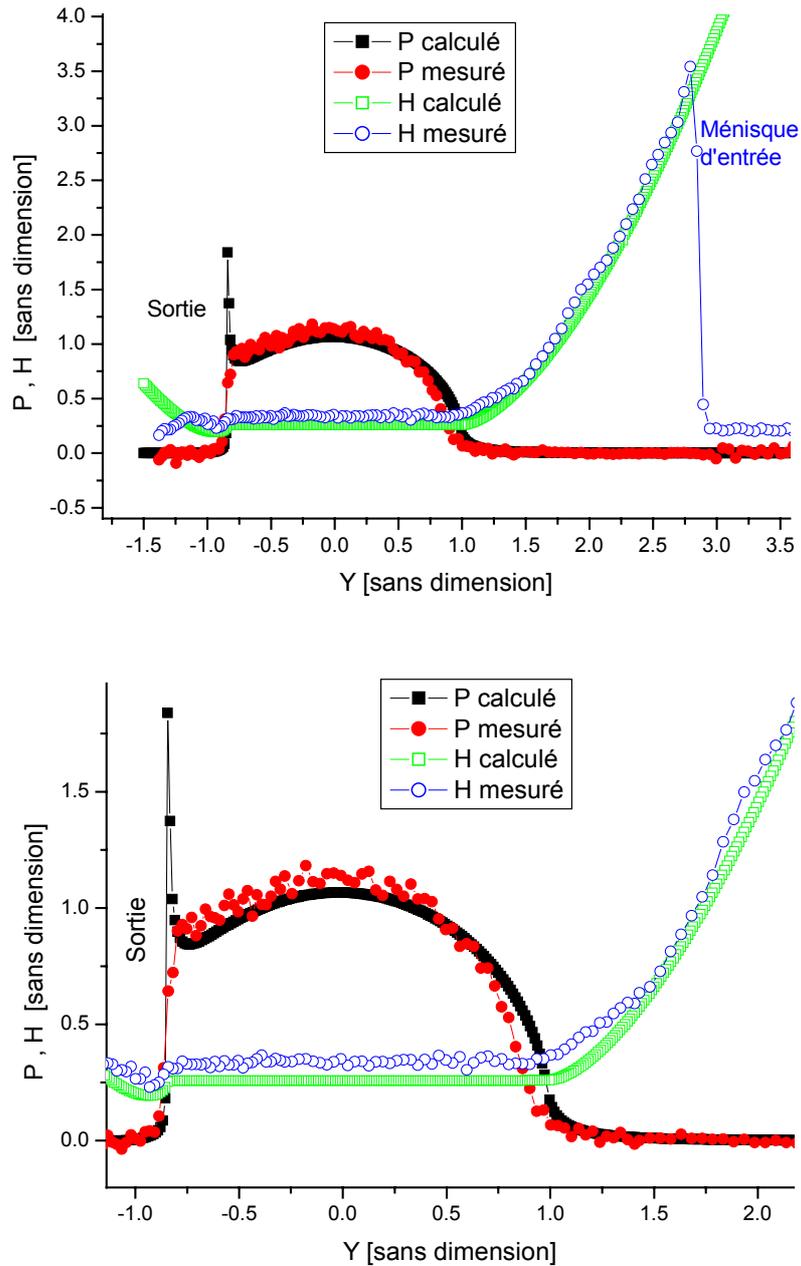


Figure III.7 : Superposition des profils expérimentaux de pression et de l'épaisseur du Film avec des profils théoriques calculée par Prof. A. A. LUBRECHT pour des valeurs sans dimension $M= 127$, $L= 26$.

Ici, $P = p / p_0$, $H = h R / a^2$, $Y = y / a$, avec $a = 178 \mu\text{m}$, $p_0 = 1,33 \text{ GPa}$, résultant de la théorie de Hertz (voir Notations et définitions p. 6)

pour les valeurs réelles de l'expérience ($u_e = u_1 = u_2 = 0,15 \text{ m/s}$ ($\Lambda = 0 \%$), $F_N = 88 \text{ N}$).

La Température $t = 39 \pm 1^\circ\text{C}$ du 5P4E dans l'entrée du contact conduit d'après P. Vergne [JUB02] à la viscosité $\eta_0 = 0,44 \text{ Pa.s}$ et le coefficient de piézoviscosité $\alpha = 35,65 \text{ Gpa}^{-1}$.

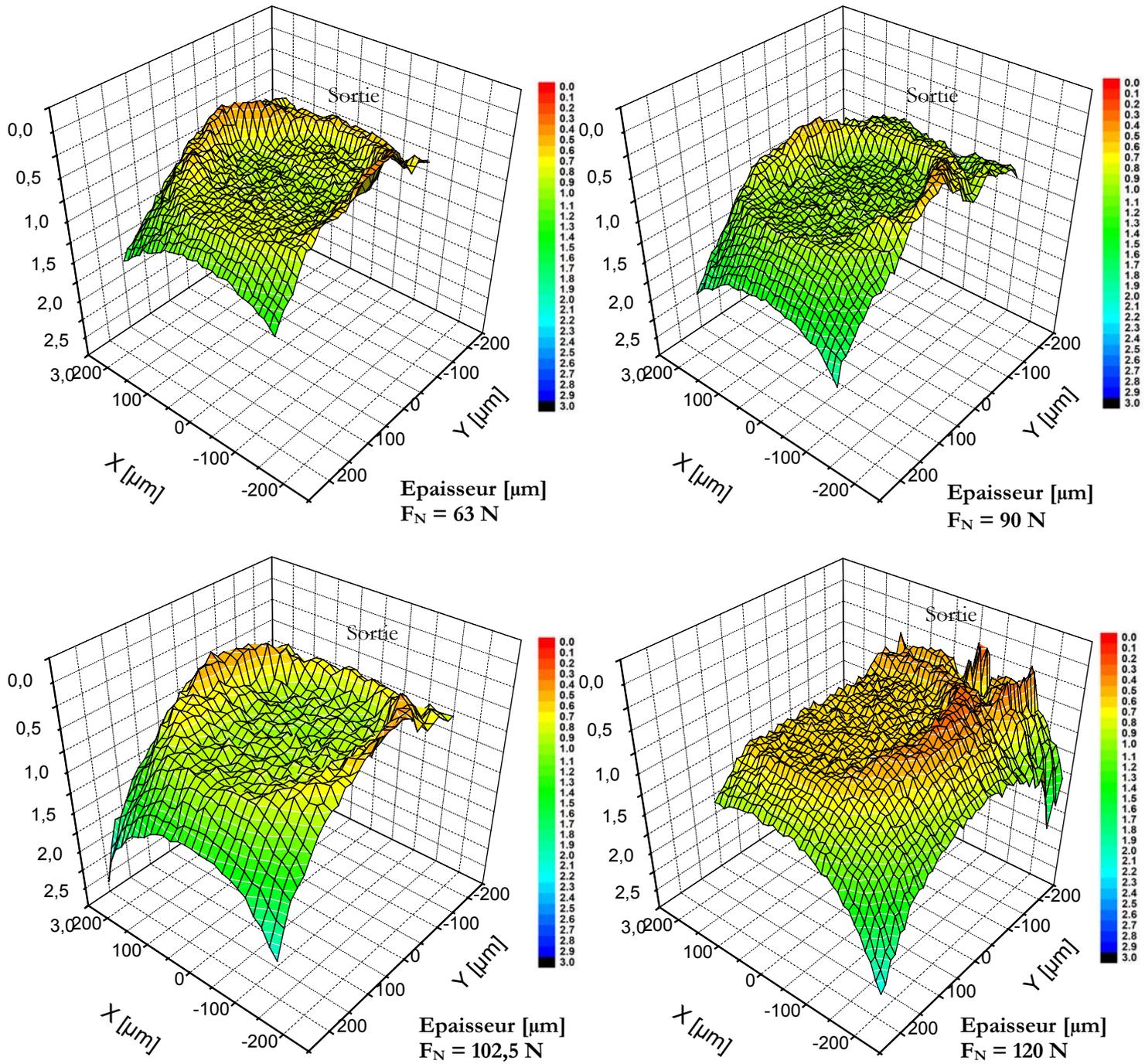


Figure III.8 : Cartographies d'épaisseur de film lubrifiant pour des contacts EHD $u_c = 0,15 \text{ m/s}$, $\Lambda = 0 \%$ pour des forces normales F_N variant de 63 N à 120 N. On peut voir que la méthode de mesure permet d'aller loin à l'extérieur du contact (épaisseur maximale accessible sans correction $25\mu\text{m}$).

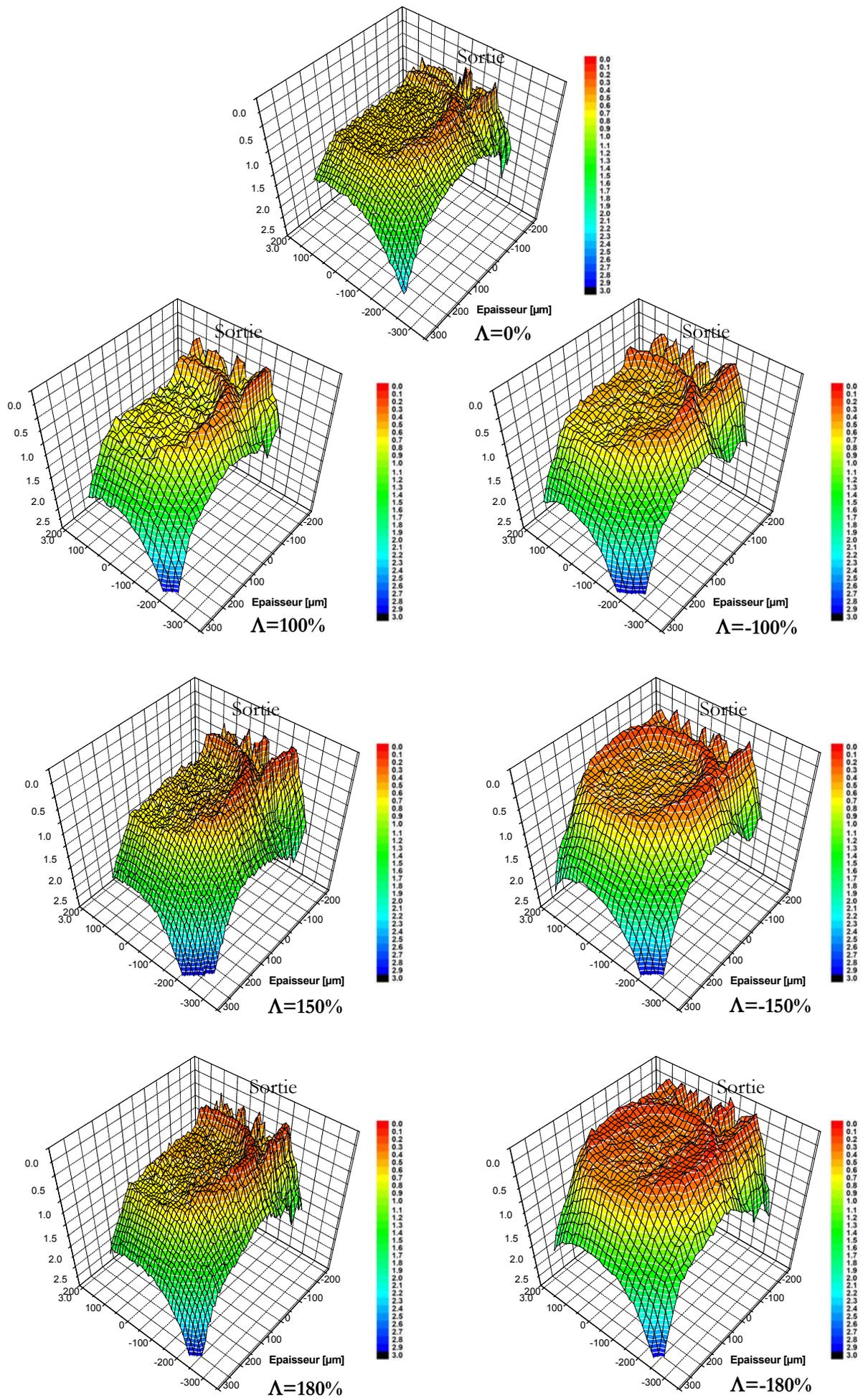


Figure III.9 : Cartographies en épaisseur du film lubrifiant pour des contacts EHD
 $F_N = 90 \text{ N}$, $u_c = 0,15 \text{ m/s}$ et taux de glissement variant de $\Lambda = 0\%$ à $\Lambda = \pm 180\%$.

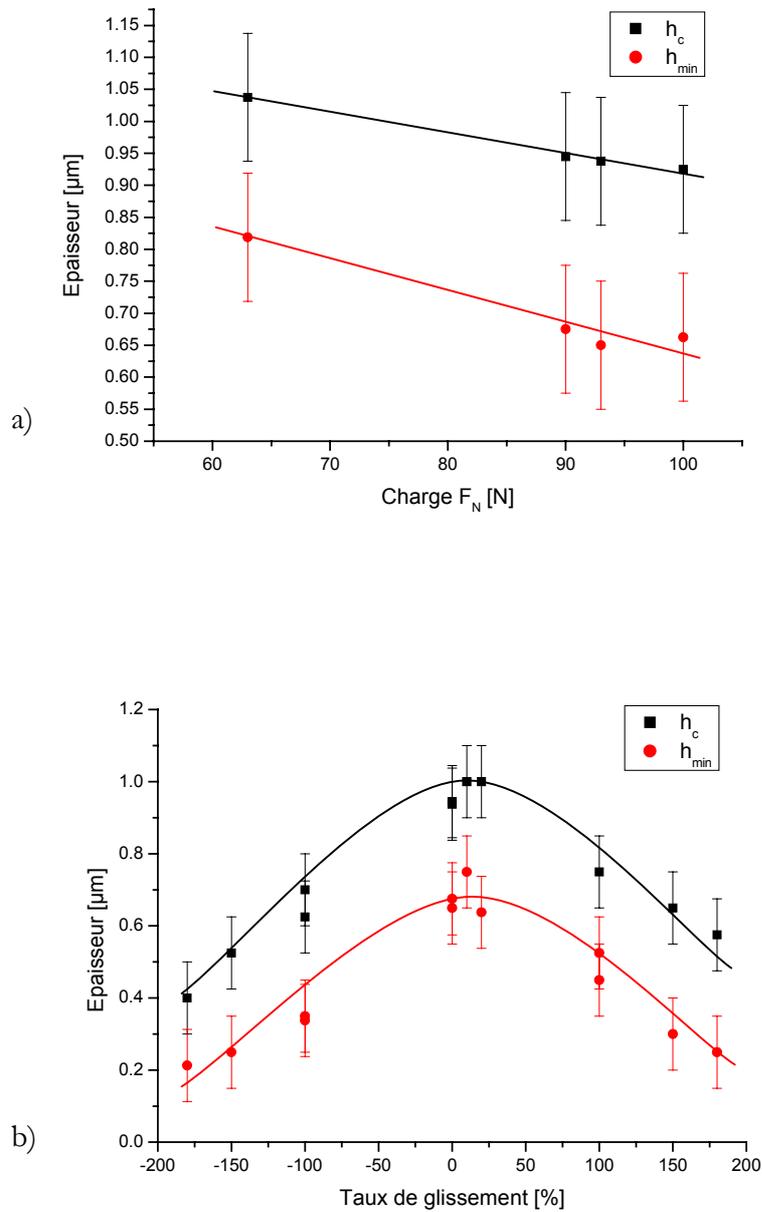


Figure III.10 : Evolution de l'épaisseur du film lubrifiant
au centre h_c et à la sortie du contact h_{\min} avec $u_e = 0,15 \text{ m/s}$,
a) $\Lambda = 0 \%$, charge F_N variant entre 63 N et 120 N,
b) $F_N = 90 \text{ N}$, taux de glissement variant entre -180% et $+180 \%$.
On peut voir que les épaisseurs diminuent avec la force normale appliquée (a).
Les épaisseurs diminuent symétriquement par rapport à $\Lambda = 0 \%$, lorsque le
taux de glissement augmente (b).

La figure III.10 regroupe les évolutions des épaisseurs de film lubrifiant au centre du contact h_c et à la sortie de la zone de haute pression h_{\min} issues des distributions présentées figures III.8 et III.9. Les mesures expérimentales montrent qu'en roulement pur l'épaisseur du film lubrifiant diminue linéairement en fonction de la charge normale F_N appliquée.

À charge constante, h_c est maximale ($0,9 \mu\text{m}$) pour $\Lambda = 0 \%$ et diminue quasi symétriquement avec l'augmentation du taux de glissement Λ pour atteindre une valeur de $0,4 \mu\text{m}$ à $\Lambda = \pm 180 \%$. Ces résultats sont en parfait accord avec ceux obtenus par interférométrie optique [JUB02] .

III.6 Conclusion

La méthode que nous avons développée pour traiter de façon quantitative les spixels d'un spectre image acquis dans un contact élastohydrodynamique afin d'obtenir les distributions d'épaisseur se révèle particulièrement précise. Nos résultats sont comparables à ceux obtenus par interférométrie au niveau de l'aire réelle de contact. Notre méthode permet néanmoins d'acquérir des données quantitatives jusqu'à des épaisseurs de $25 \mu\text{m}$ sans correction de sonde, tout en disposant simultanément des distributions de pression sur l'ensemble de la zone analysée. Les comparaisons de nos résultats avec des travaux antérieurs et des calculs théoriques confirment l'aspect quantitatif de la méthode.

En guise de conclusion de ce chapitre, la superposition des profils expérimentaux d'épaisseur et de pression acquis le long d'un diamètre longitudinal d'un contact élastohydrodynamique est présentée figure III.11 en juxtaposition avec les profils idéalisés de Hertz-Grubin-Greenwood [JOHN85]. On remarquera l'extraordinaire similitude entre ces deux représentations.

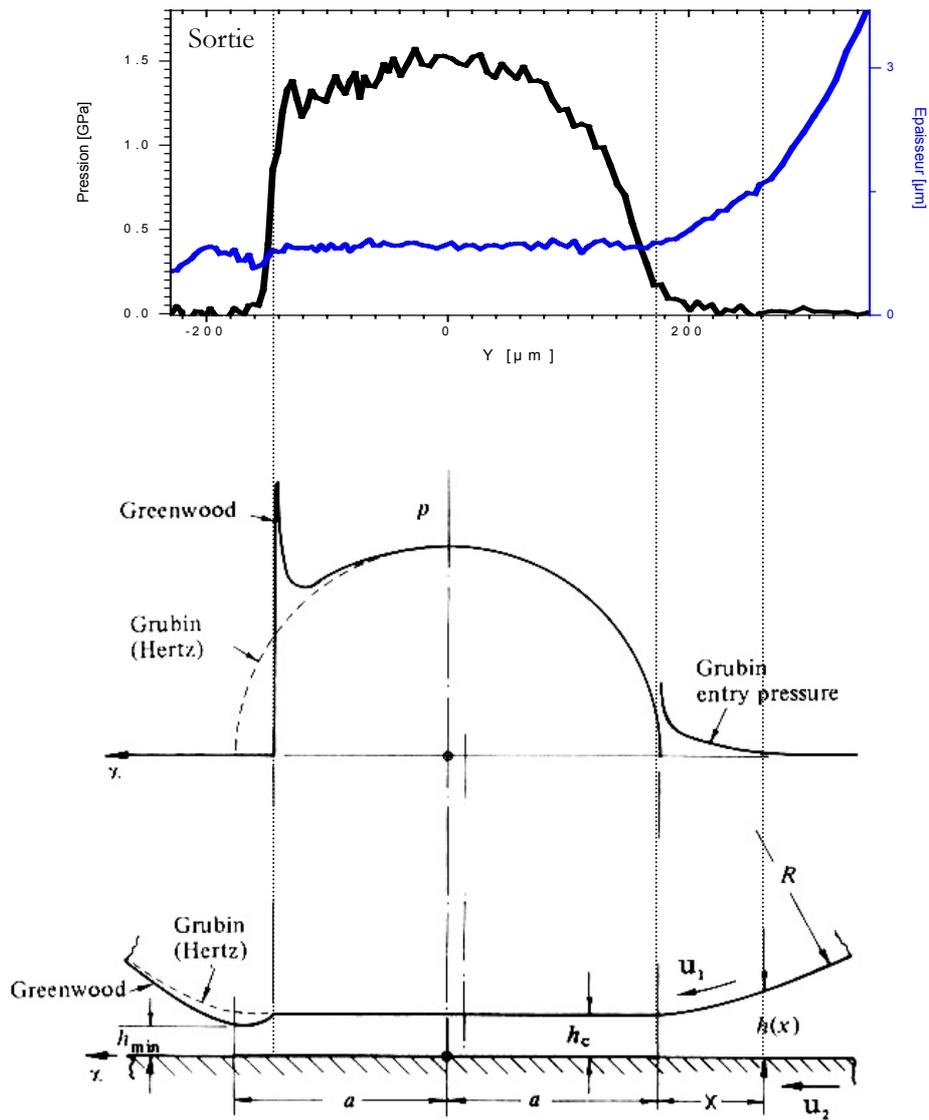


Figure III.11 Profils de pression et d'épaisseur expérimentaux acquis simultanément dans un contact élastohydrodynamique $F_N = 88 \text{ N}$, $u_c = 0,15 \text{ m/s}$, $\Lambda = 0 \%$. Comparaison avec les profils idéalisés de Hertz(1882)-Grubin(1949)-Greenwood (1972) d'après K.L. Johnson [JOHN85].

On note l'extraordinaire similitude entre les profils expérimentaux et les prévisions de ces auteurs, en particulier les déformations des substrats à l'entrée et à la sortie du contact, et l'invariance de l'épaisseur du film dans la zone haute pression.

IV Mesure de la distribution de température dans le contact sphère / plan en régime de lubrification EHD

IV.1 Principe de la méthode

Comme nous l'avons rappelé au chapitre I et en annexe A.I, le rapport des intensités des raies anti-Stokes et Stokes relatives à une transition vibrationnelle d'énergie $h\nu_v$ est donné par la relation :

$$\frac{I_{AS}}{I_S} = \frac{(\nu_0 + \nu_v)^4}{(\nu_0 - \nu_v)^4} \exp\left(-\frac{h\nu_v}{k_B T}\right)$$

ν_0 étant la fréquence de la radiation excitatrice, k_B la constante de Boltzmann et T la température en degrés Kelvin. La méthode de mesure de la température par spectroscopie Raman sera basée sur l'analyse des rapports d'intensités Stokes et anti-Stokes pour chaque spixel acquis dans le contact dynamique. Pour des raisons d'étendue de gamme spectrale, les expériences nécessiteront l'utilisation du réseau 600 t/mm conduisant à une plus faible résolution des profils en pression (0,1 GPa).

IV.2 Etalonnage expérimental de la méthode

Afin d'étalonner la méthode, une série de mesures a été réalisée sur la 5P4E à pression ambiante dans la gamme de température 30 - 180°C. Pour cela un micro four a été développé au laboratoire et couplé au microscope Raman (voir figure IV.1). Un spectre Raman Stokes / anti-Stokes typique acquis sur la 5P4E est présenté sur la figure V.1c). On peut noter la faible intensité de la raie anti-Stokes caractéristique à -1000 cm^{-1} qui impose de longs temps d'acquisition pour obtenir des spectres exploitables quantitativement.

Les logarithmes des rapports d'intensités expérimentaux $\ln(I_{AS}/I_S)$ pour le mode de respiration trigonal des noyaux aromatiques ($\pm 1000 \text{ cm}^{-1}$) sont reportés en fonction de l'inverse de la température pour laquelle les spectres ont été acquis (figure IV.1 c). La droite de régression linéaire déduite du graphe a pour expression :

$$\ln \frac{I_{AS}}{I_S} = A \frac{1}{T} + B$$

avec $A = -14,3 \cdot 10^2 \pm 0,4 \cdot 10^2 \text{ K}$

et $B = 0,0 \pm 0,2$.

Cette expression est en parfait accord avec l'équation théorique exprimée pour le mode de respiration ($\pm 1000 \text{ cm}^{-1}$) qui s'écrit :

$$\ln \frac{I_{AS}}{I_S} = -14,4 \cdot 10^2 \frac{1}{T} + 0,4$$

Ceci confirme donc la pertinence de la méthode, ainsi que la précision qui peut en être attendue dans nos conditions d'expériences.

IV.3 Résultats

Deux profils de température acquis le long d'un diamètre longitudinal dans des contacts élastohydrodynamiques fonctionnant dans des conditions $F_N = 88 \text{ N}$, $u_c = 0,15 \text{ m/s}$, $\Lambda = 0 \%$ et $t = 39 \pm 1^\circ\text{C}$ sont présentés sur la figure IV.2 en superposition avec les distributions de pression correspondantes. À une centaine de microns à l'avant du contact, on note que la température est de $40 \pm 3^\circ\text{C}$ en parfait accord avec la température de l'expérience. Dans les deux cas on note une montée progressive de la température dans la première partie du contact, t atteignant $55 \pm 10^\circ\text{C}$. La température décroît ensuite jusqu'à $46 \pm 10^\circ\text{C}$ au centre du contact. De nouveau la température croît dans la deuxième partie du contact et subit une brusque chute jusqu'à 30°C dans la zone du pic de surpression.

À la sortie du contact le lubrifiant subit de nouveau un échauffement (70°C) dans la zone d'épaisseur minimale, puis retrouve la température de l'expérience.

Ce type d'évolution a déjà été observé par Ausherman, Winer et al. [AUS76] dans un contact élastohydrodynamique bille / plan en utilisant le rayonnement infrarouge émis par le lubrifiant et par Dow et al. [DOW87] et Baumann [BAU87] dans des contacts élastohydrodynamiques cylindre / cylindre utilisant une sonde de température constituée soit par un film mince de titane soit par un film de manganin.

À titre de comparaison, les profils de température obtenues par Dow et al. sont présentés sur la figure IV.3.

On note un bon accord entre nos résultats et ceux de ces auteurs, tant au niveau de l'évolution que des écarts de température.

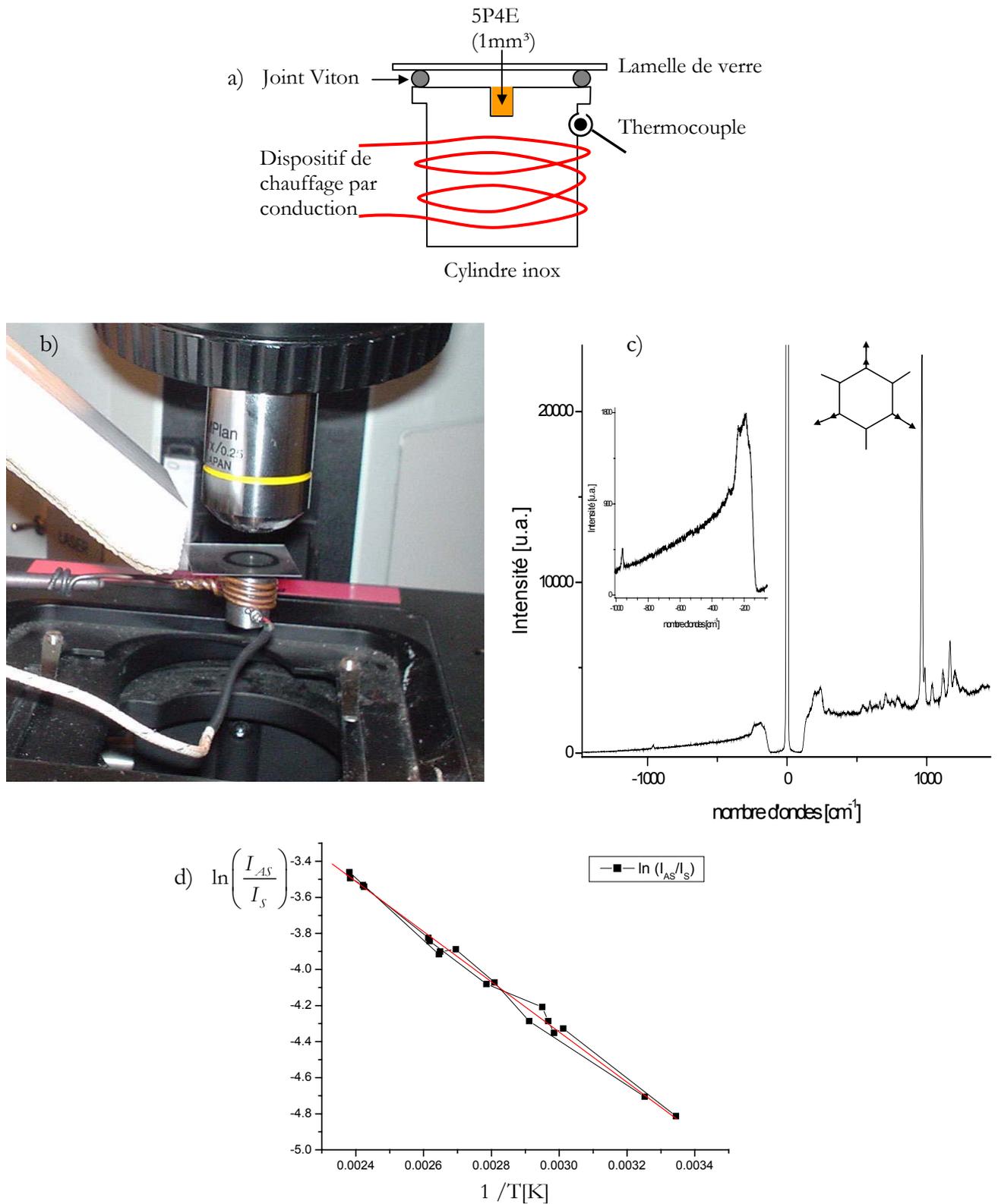


Figure IV.1 :

- a) Schéma du micro four utilisé pour l'étalonnage de la mesure de température par spectrométrie Raman,
- b) Photo du couplage du four avec le spectromètre,
- c) Spectre Raman Stokes et anti-Stokes acquis sur la 5P4E à 30°C,
- d) Évolution du logarithme du rapport d'intensités anti-Stokes / Stokes (I_{AS} / I_S) pour la raie à 1000 cm⁻¹ en fonction de l'inverse de la température ($1/T$ [K]).

Comme le prédit la théorie, $\ln(I_{AS} / I_S)$ varie linéairement en fonction de $1/T$.

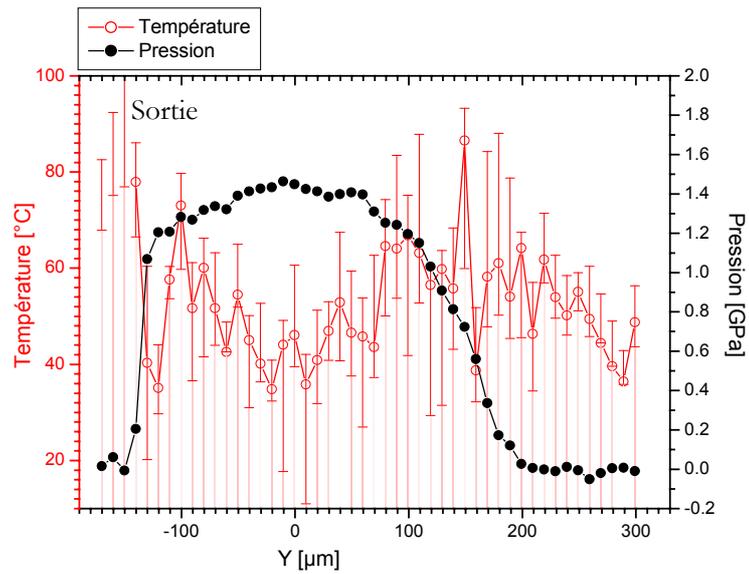
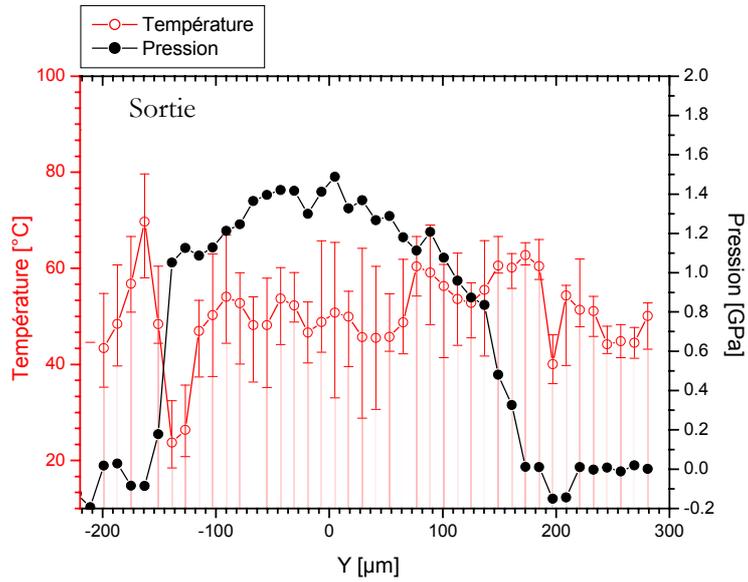


Figure IV.2 Profils de température et de pression obtenus pour deux expériences réalisées avec:

$$F_N = 88 \text{ N}, \Lambda = 0 \% , u_c = 0,15 \text{ m/s et } t = 39 \pm 1^\circ\text{C}.$$

Les résultats obtenus au cours des deux expériences montrent la reproductibilité de la méthode de mesure.

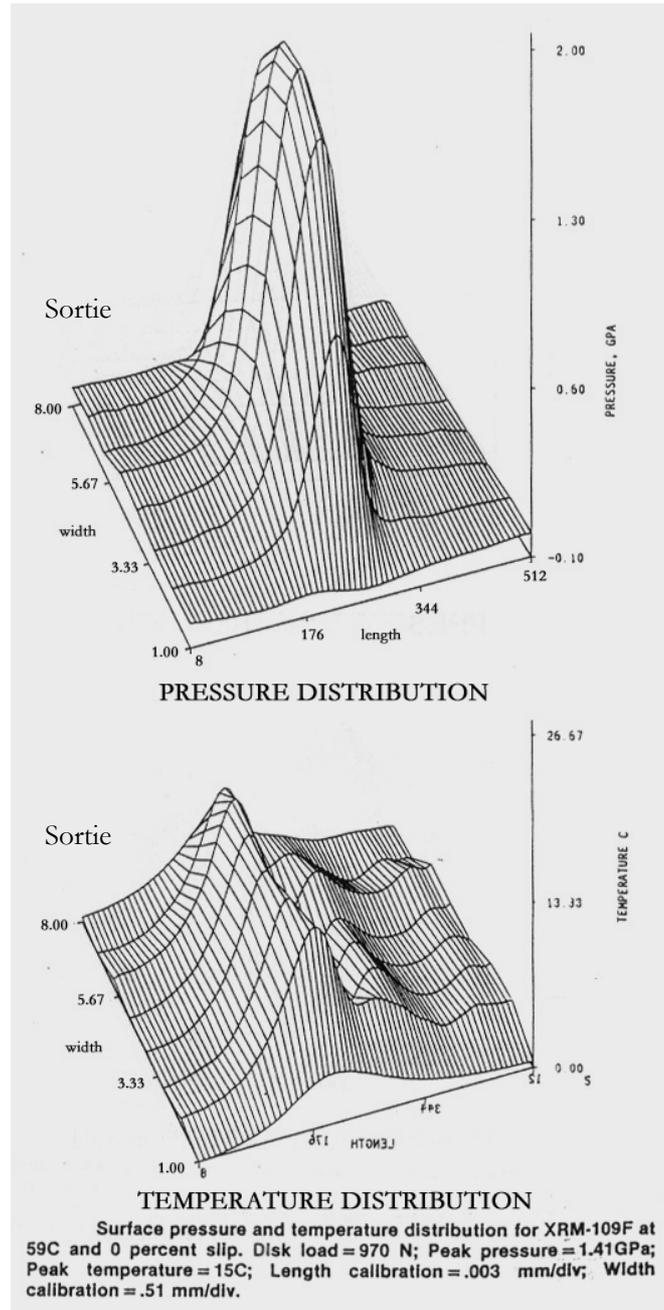


Figure IV.3 : Distributions de pression et de température obtenues par Dow et al. [DOW87].

L'évolution de la température dans le contact présentée par ces auteurs montre une tendance semblable à nos mesures. A l'entrée du contact le lubrifiant subit alors une légère augmentation de température qui chute au centre du contact, puis qui remonte et chute à nouveau à la sortie et qui remonte une troisième fois dans la zone où le film est le plus mince pour enfin retrouver sa valeur initiale.

V Conclusion

Comme nous l'avons vu au début de ce travail, la conception et la construction d'un tribomètre élastohydrodynamique et son couplage à un microspectromètre Raman a permis l'acquisition de cartographies spectroscopiques, encore appelées spectre images, du contact. Le développement de programmes de contrôle, d'acquisition et de traitement des données a permis au cours de ces derniers mois d'obtenir un grand nombre de distributions à haute résolution spatiale des paramètres physiques régnant dans un contact dynamique dont seule une sélection a été présentée dans ce mémoire.

Au cours des précédents chapitres les processus d'étalonnage de l'équipement et d'analyse des données ont été détaillés pour l'obtention de cartographies quantitatives en pression, épaisseur et température.

Les résultats ainsi obtenus ont permis d'étudier l'évolution de ces différents paramètres en fonction des conditions tribologiques appliquées, et de les comparer avec succès aux prévisions théoriques ainsi qu'aux travaux antérieurs réalisés par d'autres auteurs.

Le contact vu au microscope optique est présenté en juxtaposition avec les distributions expérimentales de pression et d'épaisseur figure V.1. Cela permet d'identifier l'aire réelle de contact, zone de pression supérieure à la pression atmosphérique, comme étant limitée par la ligne sombre.

L'objectif affiché de la thèse était l'acquisition simultanée in situ de plusieurs distributions de paramètres physiques régnant dans un contact dynamique. La Figure V.2 montre le pas supplémentaire que nous avons effectué dans cette direction et présente les résultats acquis simultanément sur un contact dans les conditions tribologiques suivantes : charge normale $F_N = 88 \text{ N}$, vitesse d'entraînement $u_e = 0,15 \text{ m/s}$, taux de glissement $\Lambda = 0 \%$ et une température d'expérience $t = 39 \pm 1^\circ\text{C}$ (mesurée à l'aide d'un thermocouple dans le lubrifiant).

Les cartographies en pression et en épaisseur sont présentées figure V.2 et la superposition de deux essais différents des distribution de pression, épaisseur et de température correspondantes présentées figure V.3.

Comme on peut le voir, les méthodes d'analyses quantitatives sont parfaitement reproductibles sur deux essais réalisés à plusieurs jours d'intervalle.

L'incertitude relativement importante sur la température est due à la minimisation du temps d'acquisition. Cependant les profils de température obtenus dans les deux essais présentent les mêmes évolutions qui par conséquent sont jugées significatives.

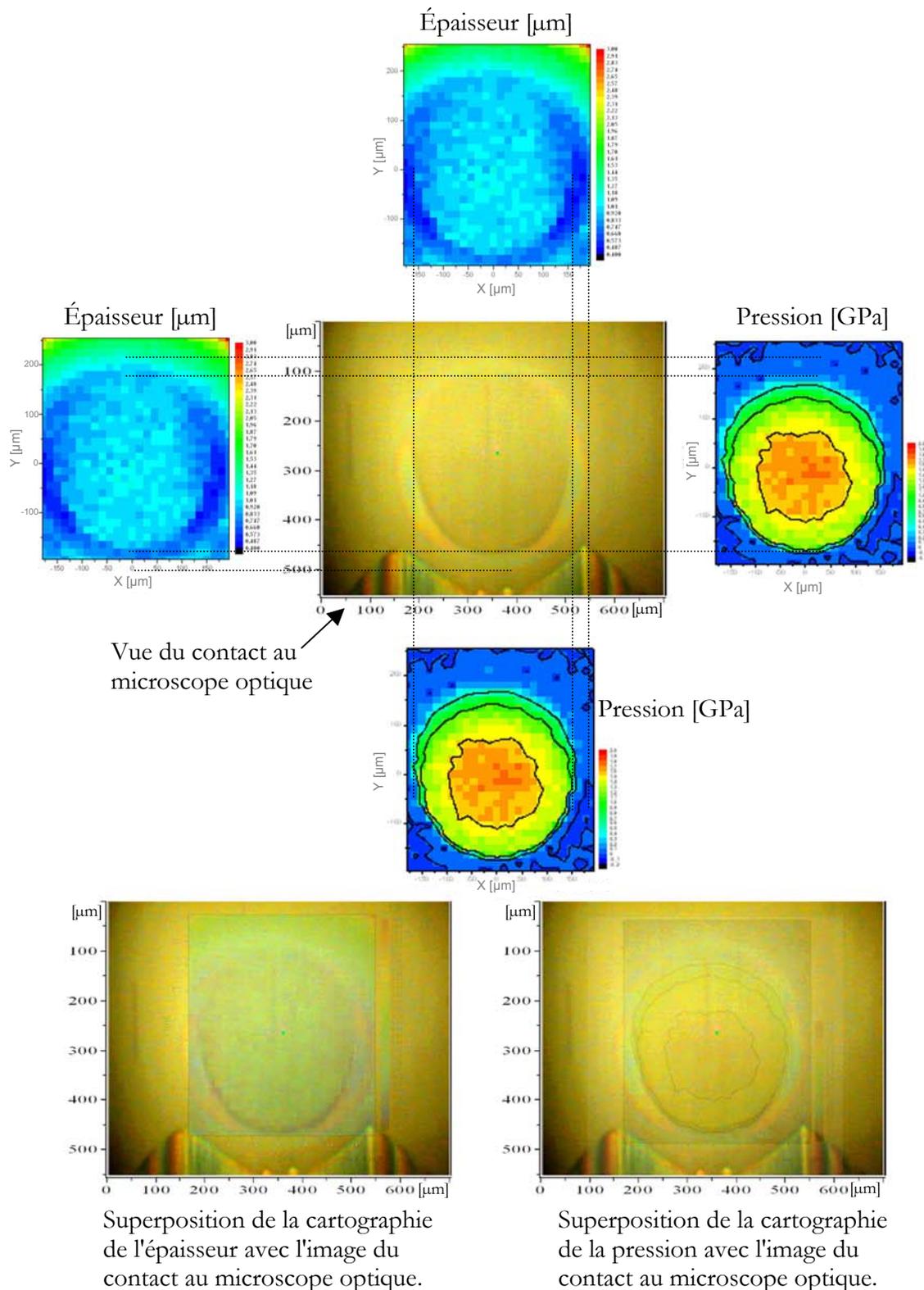


Figure V.1 : Le contact vu au microscope optique en juxtaposition avec les distributions de pression et d'épaisseur pour $F_N = 120 \text{ N}$, $u_c = 0,15 \text{ m/s}$, $\Lambda = 0 \%$.

On note que les phénomènes en forme de fer de cheval visible au microscope optique se superposent parfaitement avec la zone d'épaisseur de film lubrifiant minimale (ici en bleu foncé) et que la zone de haute pression s'inscrit dans la zone où l'épaisseur est constante.

Si on définit la zone de contact comme la zone de haute pression on voit bien qu'elle est ovale, si on y inclut la zone d'épaisseur minimale elle apparaît alors circulaire.

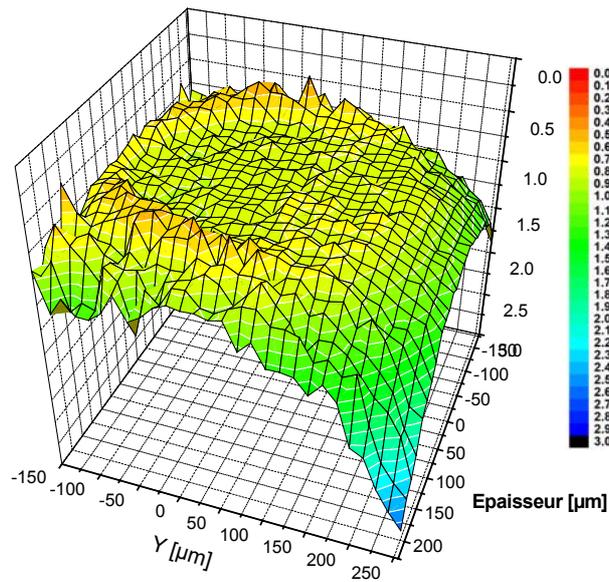
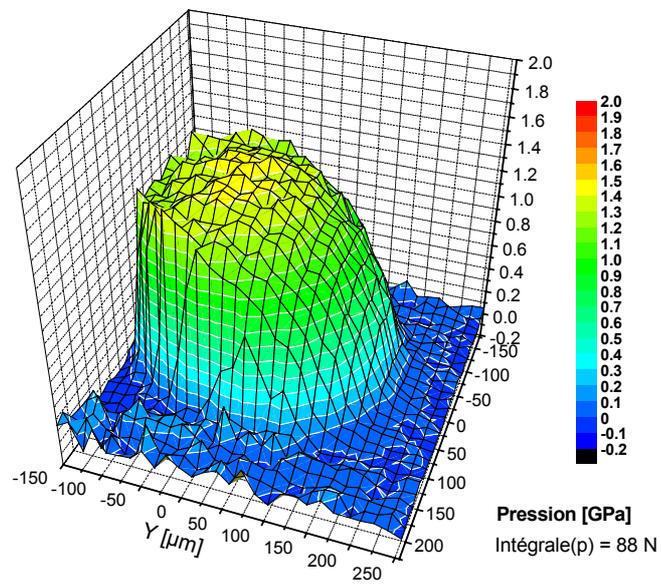


Figure V.2 : Distributions de pression (en haut) et d'épaisseur du film lubrifiant (en bas) obtenue d'un seul spectre image acquis d'un contact élastohydrodynamique sous les conditions $F_N = 88 \text{ N}$, $u_c = 0,15 \text{ m/s}$, $\Lambda = 0 \%$.

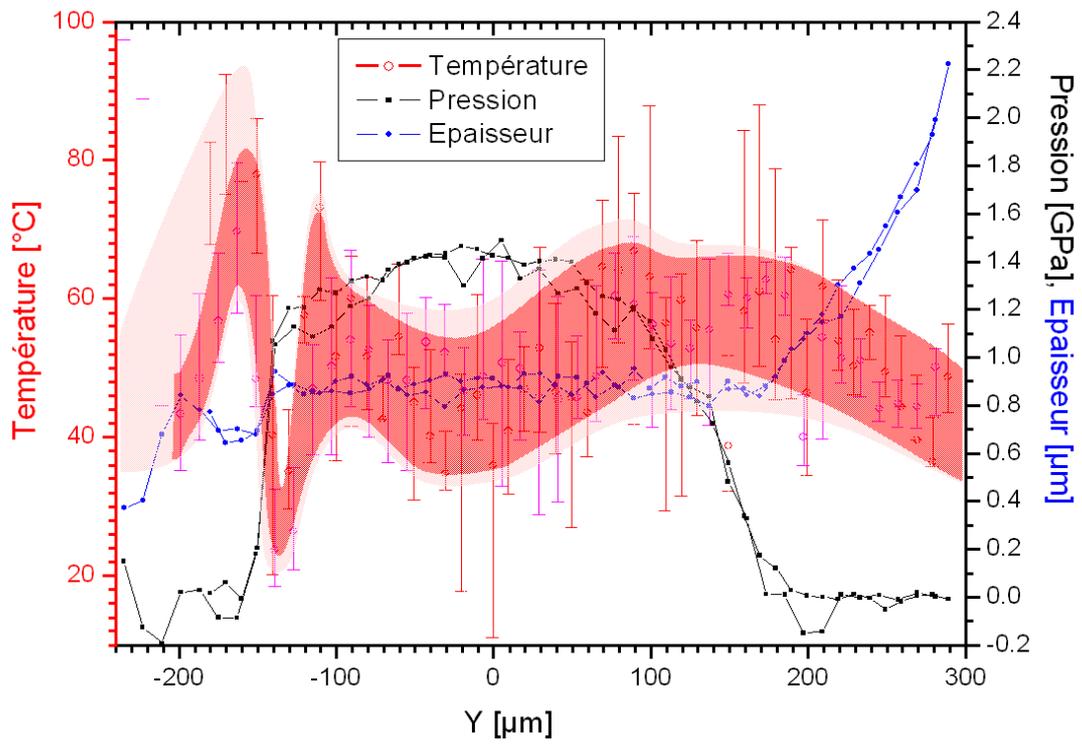


Figure V.3 : Caractérisation complète : température, pression et épaisseur obtenu du même spixel et par superposition de deux expérimentations pour $F_N = 88 \text{ N}$, $\Lambda = 0\%$, $u_e = 0,15 \text{ m/s}$, $t = 39 \pm 1^{\circ}\text{C}$.

À l'issue de ce travail nous pouvons donc conclure que la microspectrométrie Raman couplée à un dispositif tribologique, ici un tribomètre élastohydrodynamique, a permis l'acquisition simultanée in situ de distributions quantitatives de pression ($\pm 0,15$ GPa), épaisseur ($\pm 0,05$ μm), température ($\pm 10^\circ\text{C}$) dans un contact dynamique avec une haute résolution spatiale (5 à 10 μm).

Le couplage actuel n'a pas permis l'évaluation du cisaillement et de l'orientation des molécules, si elle existe, dans le film lubrifiant. Les transformations chimiques et changements de phase, que nous avons évités dans ce travail, n'ont donc pas été détectés.

Les améliorations possibles de la technique consistent principalement en un abaissement des temps d'acquisition qui pour des cartographies 40 x 40 spixels représentent plusieurs dizaines d'heures.

Plusieurs champs sont à explorer :

- augmenter la puissance du laser qui cependant ne pourra pas excéder 400 mW (au lieu des 20 mW actuels) pour préserver les filtres edges utilisés comme prémonochromateurs,
- sélectionner des sondes présentant une diffusion Raman plus intense grâce au phénomène de résonance (colorant),
- sélectionner des sondes présentant des raies plus proches de l'excitatrice afin d'obtenir une meilleure précision de mesure de température.

Références

- [AUS76] AUSERMAN, V.K., NAGARAJ, H.S., SANBORN, D.M., WINER, W.O. Infrared temperature mapping in elasto-hydrodynamic lubrication. *Trans. ASME Journal of Lubrication Technology*, 1976, vol. 98, p. 236-243.
- [BAIR79] BAIR, S., WINER, W.O. Shear strength measurements of lubricants at high pressure. *Journal of Lubrication Technology*, 1979, vol. 101, p 251-257.
- [BARB99] BARBILLAT, J., BOUGEARD, D., BUNTINX, G. DELHAYE, M., DHAMELINCOURT, P. Spectrométrie Raman. *Techniques de l'ingénieur P2865*, 1999, vol. PE 4, p. 1-31.
- [BART76] BARTZ, W.J., EHLERT, J. Influence of pressure viscosity of lubrication oils on pressure, temperature, and film thickness in elasto-hydrodynamic rolling contacts. *Trans. ASME, Journal of Lubrication Technology*, 1976, vol. 76, n°5, p. 501-508.
- [BAU87] BAUMANN, H. Measuring surface temperatures between rolling steel cylinders using double-layer transducers. *Proc Instn Mech Engrs*, 1987, vol. 201, n° C4, p 263-270.
- [BER84] BERBEZIER, I. Étude microanalytique des mécanismes d'usure. Thèse de docteur - ingénieur, INSA Lyon, 1984, N° ECL 84-25.
- [BOR91] BORDENET, L. Approche de la thermique du contact élasto-hydrodynamique par une technique de radiométrie infrarouge. Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 1991, 244 p. (N° d'ordre 91ISAL 081).
- [BOW01] BOWDEN, M., GARDINER, D.J., WOOD, D., BURDESS, J., HARRIS, A., HEDLEY, J. Raman and finite-element analysis of a mechanically strained silicon microstructure. *J. Micromech. Microeng.*, 2001, vol. 11, p. 7-12.
- [CAN89] CANN, P.M., SPIKES, H.A. Determination of the shear stresses of lubricants in elasto-hydrodynamic contacts. *Tribology Transactions*, 1989, vol. 32, n° 3, p 414-422.
- [CAN91] CANN, P.M., SPIKES, H.A. In lubro studies of lubricants in EHD contacts using FTIR absorption spectroscopy. *Tribology Transactions*, 1991, vol. 34, n° 2, p 248-256.
- [CAN92] CANN, P.M., ADERIN, M., JOHNSTON, G.J., SPIKES, H.A. An investigation into the orientation of lubricant molecules in EHD contacts. *Wear Particles, Proceedings of the 18th Leeds-Lyon Symposium on Tribology*, Elsevier, 1992, p. 209-218.
- [CAN96] CANN, P.M., SPIKES, H.A., HUTCHINSON, J. The development of a spacer layer imaging method (SLIM) for mapping elasto-hydrodynamic contacts. *Tribology Transactions*, 1996, vol. 39, n° 4, p. 915-921.
- [CHEO98] CHEONG CHENG U, STAIR, P.C. In situ study of multialkylated cyclopentane and perfluoropolyalkyl ether chemistry in concentrated contacts using ultraviolet Raman spectroscopy. *Tribology Letters*, 1998, vol. 4, p. 163-170.
- [CRO61] CROOK, A.W. Elasto-hydrodynamic lubrication of rollers. *Nature*, 1961, vol. 190, p. 1182.
- [CRO63] CROOK, A.W. Developments in elasto-hydrodynamic lubrication. *J. Inst. Petrol.*, 1963, vol. 49, n° 478, p. 295-305.
- [DOWS65] DOWSON, D., WHITAKER, A.V. A numerical procedure for the solution of the elasto-hydrodynamic problem of rolling and sliding contacts lubricated by a newtonian fluid. *Proc Instn Mech Engrs*, 1965-1966, vol. 180, Part 3B, p. 57-71.
- [DOW79] DOWSON, D., *History of Tribology*, 1979, Longman Group Ltd., New York, ISBN 0582447666
- [DOW87] DOW, T.A., STOCKWELL, R.D., KANNEL, J.W. Thermal effects in rolling/sliding EHD contacts: Part 1- Experimental measurements of surface pressure and temperature. *ASME Journal of Tribology*, 1987, vol. 109, p. 503-511.

- [ETT81] ETTERS, R.D., HELMY, A.A. *Physics of Solids Under High Pressure*, Amsterdam : Schilling, J.S. and Shelton, R.N., North-Holland Publishing Company, 1981.
- [FER84] FERRARO, J.R. *Vibrational spectroscopy at high external pressures. The Diamond Anvil Cell*. Orlando: Academic Press, 1984, 261 p.
- [FER94] FERRARO, J.R., NAKAMOTO, K. *Introductory Raman Spectroscopy*. Boston: Academic Press, 1994, 370 p.
- [FOO69] FOORD, C.A., WEDEVEN, L.D., WESTLAKE, F.J., CAMERON, A. Optical elasto-hydrodynamics. *Proc. Inst. Mech. Eng.*, 1969-70, vol. 184, Pt.1, n°28, p 487-505.
- [GAR83] GARDINER, D.J., BAIRD, E., GORVIN, A.C., MARSHALL, W.E., DARE-EDWARDS, M.P. Raman spectra of lubricants in elasto-hydrodynamic entrainments. *Wear*, 1983, vol. 91, p 111-114.
- [GAR89] GARDINER, D.J., BAIRD, E., CRAGGS, C. Raman microspectroscopy of a working elasto-hydrodynamic contact. *Lubric. Sci.*, 1989, vol. 1, p 301-313.
- [GEO00] GEORGES, J.M. *Frottement, usure et lubrification. Tribologie ou science des surfaces*. Paris : Editions Eyrolles, CNRS Editions, 2000, 424 p.
- [GIB78] GIBBS-SMITH, C., 1978, *The Inventions of Leonardo Da Vinci*, Phaidon Press Ltd, Oxford
- [GLO95] GLOVNEA, R.P., SPIKES, H.A. Mapping shear stress in elasto-hydrodynamic contacts. *Tribology Transactions*, 1995, vol. 38, n° 4, p 932-940.
- [GOD84] GODET M. The third body approach: a mechanical view of wear. *Wear*, 1984, vol.100, pp. 437-452.
- [GOD90] GODET M. Third-bodies in tribology. *Wear*,1990, col. 136. pp. 29-45.
- [GOH63] GOHAR, R., CAMERON, A. Optical measurement of oil film thickness under elasto-hydrodynamic lubrication. *Nature*, 1963, vol. 200, p. 458-459.
- [GOH67] GOHAR, R., CAMERON, A. The mapping of elasto-hydrodynamic contacts. *ASLE Transactions*, 1967, vol. 10, p 215-225.
- [GUS94] GUSTAFSSON, L., HOGLUND, E., MARKLUND, O. Measuring lubricant film thickness with image analysis. *Proc Instn Mech Engrs*, 1994, vol. 208, Part J 3, p. 199-205.
- [HAI89] HAIHAHEM, A. *Aire réelle et raideur d'un contact normal rugueux sec ou lubrifié*. Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 1989, (N° d'ordre 89 ISAL 0018).
- [HAMI71] HAMILTON, G.M., MOORE, S.L. Deformation and pressure in an elasto-hydrodynamic contact. *Proc. Roy. Soc. Lond. A*, 1971, vol. 322, p. 313-330.
- [HAR97] HARTL, M., KRUPKA, I., LISKA, M. Differential colorimetry: tool for evaluation of the chromatic interference patterns. *Opt. Eng.*, 1997, vol. 36, n°9, p. 2384-2391.
- [HAR99] HARTL, M., KRUPKA, I., LISKA, M. Elasto-hydrodynamic film thickness mapping by computer differential colorimetry. *Tribology Transactions*, 1999, vol. 42, n° 2, p 361-368.
- [HER81] HERTZ, H. Über die Berührung fester elastischer Körper. *J. reine und angew. Math.*, 1881, vol. 92, p. 156-171.
- [HIR75] HIRST, W., MOORE, A.J. The elasto-hydrodynamic behaviour of polyphenyl ether. *Proc. Roy. Soc. Lond*, 1975, vol. A344, p 403-426.
- [HOS99] HOSHI, Y., SHIMOTOMAI, N., SATO, M., MORI, S. Change of concentration of additives under EHL conditions: observation by micro-FTIR. *Japanese Journal of Tribology*, 1999, vol. 44, p.481-4494.
- [HUT95] HUTCHINSON, E.J., SHU, D., LaPLANT, F., BEN-AMOTZ, D. Measurements of fluid film thickness on curved surfaces by Raman spectroscopy. *Applied Spectroscopy*, 1995, vol. 49, n° 9, p 1275-1278.
- [HUT98] HUTCHINSON, E.J., BEN-AMOTZ, D. Molecular force measurement in liquids and solids using vibrational spectroscopy. *J. Phys. Chem. B*, 1998, vol. 102, n° 18, p. 3354-3362.

- [JEA89] JEANGUILLAUME, C., COLLIEX, C., Spectrum-image: the next step in EELS, digital processing and processing, *Ultramicroscopy*, (1989) 28,252.
- [JOHN85] JOHNSON, K.L. *Contact Mechanics*. London : Cambridge University Press, 1985, 452 p.
- [JOH91] JOHNSTON, G.J., WAYTE, R., SPIKES, H.A. The measurement and study of very thin lubricant films in concentrated contacts. *Tribology Transactions*, 1991, vol. 34, n° 2, p. 187-194.
- [JOHR94] JOHNS-RAHNEJAT, P.M., GOHAR, R. Measuring contact pressure distribution under elastohydrodynamic point contacts. *Tribotest Journal*, 1994, vol. 1, p. 33-53.
- [JOL05] JOLY-POTTUZ, L. Nanoparticules lubrifiantes à structure fermée. Thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Lyon, 2005, ECL.
- [JUB02] JUBAULT, I. Application de la microspectrométrie Raman aux mesures in situ dans les contacts dynamiques. Contribution à l'étude du contact élastohydrodynamique, Thèse de docteur, Université des Antilles et de la Guyane, 2002, 02AGUY0077.
- [KANN65] KANNEL, J.W. Measurements of pressures in rolling contact. *Proc Instn Mech Engrs*, 1965-1966, vol. 180, 3B, p 135-142.
- [KING64] KING, G.W. *Spectroscopy and Molecular Structure*. New-York: Holt, Rinehart and Winston, 1964, 482 p.
- [KIN81] KING, V.W., LAUER, J.L. Temperature gradients through EHD films and molecular alignment evidenced by infrared spectroscopy. *Journal of Lubrication Technology*, 1981, vol. 103, p 65-73.
- [KIR62] KIRK, M.T. Hydrodynamic lubrication of Perspex. *Nature*, 1962, vol. 194, p. 965-966.
- [LAN52] LANE, T.B., HUGHES, J.R. A study of the oil film formation in gears by electrical resistance measurements. *Brit. J. Appl. Phys.*, 1952, vol. 3, p. 315.
- [LAP97] LAPLANT, F., HUTCHINSON, E.J., BEN-AMOTZ, D. Raman measurements of localized pressure variations in lubricants above the glass transition pressure. *Journal of Tribology*, 1997, vol. 119, p 817-822.
- [LAU79] LAUER, J.L. Study of polyphenyl ether fluid (5P4E) in operating elastohydrodynamic contacts by infrared emission spectroscopy. *Journal of Lubrication Technology*, 1979, vol. 101, p 67-73.
- [LAU82] LAUER, J.L., KELLER, L.E., CHOI, F.H., KING, V.W. Alignment of fluid molecules in an EHD contact. *ASLE Transactions*, 1982, vol. 25, 3, p 329-336.
- [LEW55] LEWICKI, W. Some physical aspects of lubrication in rolling bearings and gears. *Engineer, Lond.*, 1955, vol. 200, n°176, p. 212.
- [LON77] LONG, D.A. *Raman Spectroscopy*. Great Britain: McGraw-Hill, 1977, 276 p.
- [LUB87] LUBRECHT, A.A. Numerical solution of the EHL line and point contact problem using multigrid techniques. Ph.D. Thesis, University of Twente, Enschede, The Netherlands, 1987, 219 p, (ISBN 90-9001583-3.).
- [LUO96] LUO, J., WEN, S., HUANG, P. Thin film lubrication, Part I: Study of the transition between EHL and thin film lubrication using a relative optical interference intensity technique. *Wear*, 1996, vol. 194, p. 107-115.
- [MAN85] MANSOT, J.L., MARTIN, J.M. Measurements of local pressure in a static sphere/plane interface containing organic compounds by means of Raman spectroscopy. *Proceedings of the 12th Leeds-Lyon Symposium on Tribology*, 1985, p. 234-237.
- [MAN86] MANSOT, J.L. Etude des pressions dans un interface sphère/plan en présence d'une couche mince organique. Thèse de Docteur Ingénieur, Université Lyon I, 1986, 91 p, (N° d'ordre 86-50).
- [MAN93] MANSOT, J.L., HALLOUIS, M., MARTIN, J.M. Colloidal antiwear additives. 2. Tribological behavior of colloidal additives in mild wear regime. *Colloids and surfaces A*, 1993, vol. 75, p. 25-31.
- [MARC00] MARCHETTI, M. Aspects globaux et locaux de la mise en œuvre de la lubrification fluide en ambiance spatiale. Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2000, (N° d'ordre 00 ISAL 0082).

- [MAR78] MARTIN J.M. Contribution à la tribologie: étude du mécanisme d'action d'un additif anti-usure en régime de lubrification limite. Aspects chimiques dans le cas des organodithiophosphates métalliques. Thèse de Doctorat, Université Claude Bernard, Lyon, 1978, N° 7827.
- [MAR86a] MARTIN, J.M., MANSOT, J.L., BERBEZIER, I., BELIN, M., BALOSSIÉ, G. Microstructural aspects of lubricated mild wear with zinc dialkyldithiophosphate. *Wear*, 1986, vol. 107, p. 355-366.
- [MAR86b] MARTIN, J.M., BELIN, M., MANSOT, J.L., DEXPERT, H., LAGARDE, P. Friction-induced amorphization with ZDDP- An EXAFS study. *ASLE Trans.*, 1986, vol. 49, n°4, p. 523-531.
- [MAR93] MARTIN, J.M., BELIN, M. New trends in analytical tribology. *Thin solid films*, 1993, p. 173-179.
- [MOK85] MOKHTAR, M.O.A., ABDEL GHANY, A.A. Elastohydrodynamic behaviour of rolling elliptical contacts: Part I: Pressure and temperature distributions. *Journal of Tribology*, 1985, vol. 107, p. 343-351.
- [MOL99] MOLIMARD, J. Etude expérimentale du régime de lubrification en film mince. Application aux fluides de laminage. Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 1999, (N° d'ordre 99 ISAL 0121).
- [MOR29] MORSE, P.M. *Phys. Rev.*, 1929, vol. 34, p. 57.
- [NAG77] NAGARAJ, H.S., SANBORN, D.M., WINER, W.O. Effects of load, speed, and surface roughness on sliding EHD contact temperatures. *Trans. ASME Journal of Lubrication Technology*, 1977, vol. 99, p. 254-261.
- [POR85] PORTER, R.S., CASALE, A. Recent studies of polymer reactions caused by stress. *Polymer Eng. Sci.*, 1985, vol. 25, p. 129-156.
- [SAF82] SAFA, M.M.A., ANDERSON, J.C., LEATHER, J.A. Transducers for pressure, temperature and oil film thickness measurement in bearings. *Sensors and Actuators*, 1982-83, vol. 3, p. 119-128.
- [SAT95] SATO, M., IMAI, J., HATA, H., MORI, S. Study on the dynamic behavior of EHD film on synthetic hydrocarbon oils by FTIR microscope. *Synopses of the International Tribology Conference, Yokohama*, 1995, p. 374.
- [SHR72] SHRAGER, I.R. Quadratic Programming for nonlinear Regression, *Communications of the ACM*, 1972, 15, p41-45.
- [SIB61] SIBLEY, L.B., ORCUTT, F.K. Elasto-Hydrodynamic lubrication of rolling contact surfaces. *ASLE Transactions*, 1961, vol. 4, p. 234-249.
- [SMA74] SMART, A.E., FORD, R.A.J. Measurement of thin liquid films by fluorescence technique. *Wear*, 1974, vol. 29, p. 41-47.
- [SME97] SMEETH, M., SPIKES, H.A. Central and minimum elastohydrodynamic film thickness at high contact pressure. *Journal of Tribology*, 1997, vol. 119, p. 291-296.
- [SPI90] SPIKES, H.A., CANN, P.M. The influence of sliding speed and lubricant shear stress on EHD contact temperatures. *Tribology Transactions*, 1990, vol. 33, n° 3, p 355-362.
- [STU98] STUART, B.H. The application of Raman spectroscopy to the tribology of polymers. *Tribology International*, 1998, vol. 31, n°11, p. 687-693.
- [TUR74] TURCHINA, V., SANBORN, D.M., WINER, W.O. Temperature measurements in sliding elastohydrodynamic point contacts. *Trans. ASME Journal of Lubrication Technology*, 1974, Series F, vol. 96, n° 3, p. 464-471.
- [WHA76] WHALLEY, E., LAVERGNE, A., WONG, P.T.T. Hydrostatic optical cell with glass windows for 25 kilobars, *Rev. Sci. Instrum.*, 1976, vol. 47, n°7, p 845-848.

Annexes

Annexe I : Principe théorique de la diffusion Raman

L'effet Raman correspond à une diffusion inélastique des photons par les molécules lorsque celles-ci sont éclairées par un faisceau de lumière monochromatique dont la longueur d'onde peut varier du proche UV au proche IR.

Les molécules, de même que les cristaux, sont constituées d'atomes liés les uns aux autres par des liaisons chimiques. Ces liaisons ne sont pas rigides et peuvent se déformer élastiquement, si bien que les atomes effectuent sans cesse des oscillations autour de leur position d'équilibre. Ce sont ces mouvements de vibration, s'effectuant à des fréquences ν_v caractéristiques de chaque groupe d'atomes, que la spectroscopie Raman permet de mesurer.

A.I.1 Traitement classique

Un rayonnement électromagnétique de fréquence ν_0 peut se coupler avec tout mouvement moléculaire faisant intervenir une variation de l'état de polarisation électrique de cette molécule.

Ainsi, certains mouvements du nuage électronique peuvent être mis en résonance par une onde électromagnétique de même fréquence (domaine UV-visible) donnant lieu à un phénomène d'absorption de ce rayonnement.

De la même manière, un mouvement de vibration des noyaux de la molécule peut donner lieu à une **absorption** dans le domaine de l'infrarouge, si ce mouvement modifie le moment dipolaire $\vec{\mu}$ de la molécule. On dit souvent qu'une telle vibration est polaire. Inversement, une vibration polaire peut émettre un champ électromagnétique à la même fréquence. Ce phénomène est appelé **émission**.

Enfin, lorsque la fréquence de l'onde électromagnétique est loin de toute fréquence de vibration moléculaire, c'est le phénomène de **diffusion**, lié à la polarisabilité moléculaire, qui est prépondérant. Cette polarisabilité exprime la faculté du nuage électronique à acquérir un moment dipolaire électrique induit \vec{P} sous l'effet du champ électrique \vec{E} , ce qui s'écrit :

$$\vec{P} = \overline{\overline{\alpha}} \vec{E}$$

où $\overline{\overline{\alpha}}$ est le tenseur de polarisabilité de la molécule de rang 2,

et \vec{E} est le champ électrique correspondant à la radiation électromagnétique incidente de fréquence ν_0 , tel que :

$$\vec{E} = \vec{E}_0 \cos(2\pi\nu_0 t)$$

La polarisabilité est modulée par les vibrations des molécules. Pour des mouvements suffisamment petits, les composantes α_{ij} du tenseur $\overline{\alpha}$ peuvent s'écrire sous la forme d'un développement en série de Taylor en fonction des coordonnées normales Q. En limitant le développement au premier ordre, on a :

$$\alpha_{ij} = (\alpha_{ij})_0 + \left(\frac{\partial \alpha_{ij}}{\partial Q} \right)_0 Q$$

où $(\alpha_{ij})_0$ représente la valeur de α_{ij} lorsque les atomes sont à leur position d'équilibre.

La coordonnée normale Q correspondant à une vibration de fréquence propre ν_v s'écrit :

$$Q = Q_0 \cos (2\pi\nu_v t)$$

Le champ électrique diffusé E_{diff} , proportionnel au moment dipolaire induit P, a alors pour expression :

$$E_{\text{diff}} \propto P = (\alpha_{ij})_0 E_0 \cos (2\pi\nu_0 t) + \frac{1}{2} \left(\frac{\partial \alpha_{ij}}{\partial Q} \right)_0 Q_0 E_0 [\cos 2\pi(\nu_0 + \nu_v)t + \cos 2\pi(\nu_0 - \nu_v)t]$$

Chaque terme correspond à un type de diffusion particulier :

- Le premier terme correspond à la **diffusion Rayleigh**, c'est-à-dire à une diffusion élastique de la lumière sans changement de fréquence.
- Le deuxième terme est relatif à la **diffusion Raman**, qui est un processus de diffusion inélastique. Elle se décompose en deux processus appelés **Stokes** et **anti-Stokes**, correspondant respectivement à une diffusion de la lumière à une fréquence inférieure $(\nu_0 - \nu_v)$ et supérieure $(\nu_0 + \nu_v)$ à celle du rayonnement incident ν_0 .

La diffusion Raman est un phénomène du second ordre, beaucoup moins intense que la diffusion Rayleigh (facteur 10^6).

L'ensemble des radiations diffusées constitue le spectre Raman. Les raies correspondant aux processus Stokes et anti-Stokes sont situées de part et d'autre du pic de diffusion élastique très intense (Rayleigh) correspondant à la fréquence ν_0 du rayonnement incident. Les écarts entre les raies Raman et le pic central sont égaux aux fréquences de vibration ν_v de la molécule.

Toutes les vibrations ne donnent pas expérimentalement de raie Raman. Pour qu'il en soit ainsi, il faut que

la dérivée $\left(\frac{\partial \alpha_{ij}}{\partial Q} \right)_0$ soit non nulle, c'est-à-dire que la vibration fasse varier la polarisabilité de la molécule.

On dit alors de ces vibrations qu'elles sont actives en diffusion Raman.

A.I.2 Traitement quantique

Le traitement classique de la diffusion Raman rend compte des changements de fréquence observés expérimentalement mais il n'explique pas le mécanisme d'interaction entre le rayonnement incident et la matière et ne donne pas les intensités relatives des raies Raman Stokes et anti-Stokes, que seul le traitement quantique permet d'obtenir.

L'effet Raman peut s'interpréter comme un échange d'énergie entre les molécules diffusantes et les quanta énergétiques, ou photons, qui constituent la lumière excitatrice.

A chacune des vibrations de la molécule correspondent des niveaux d'énergie discrets E_v ($v = 0, 1, 2, \dots$).

L'interaction entre la lumière, caractérisée par un photon d'énergie $h\nu_0$, et une molécule se trouvant sur un niveau d'énergie v donné peut engendrer différents phénomènes :

- si $\nu_0 \approx \nu_v$, la transition la plus probable est la transition $v \rightarrow v+1$. C'est le phénomène d'**absorption infrarouge** (Figure A.I.1)

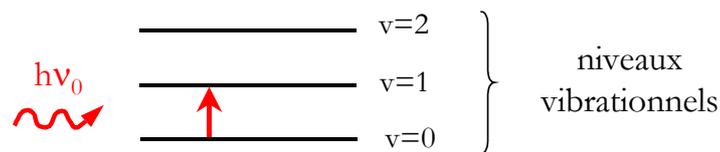


Figure A.I.1 Mécanisme de l'absorption infrarouge.

- si ν_0 est très grand devant tous les ν_v , le phénomène le plus probable est celui de diffusion dont le mécanisme peut-être décrit, de façon très schématique, de la manière suivante: lors de l'excitation par un photon d'énergie $h\nu_0$, la molécule transite par un état virtuel et redescend sur un niveau réel (temps de transition généralement inférieur à 10^{-10} s). On montre que seuls les niveaux d'arrivée $v-1$, v et $v+1$ sont possibles. Selon les niveaux vibrationnels mis en jeu, on distingue trois processus (Figures I.2 et A.I.2) :

- La diffusion **Rayleigh**, pour laquelle les états vibrationnels initial et final sont identiques. Il s'agit du processus élastique : les photons conservent la même énergie $h\nu_0$.
- La diffusion **Raman Stokes**, pour laquelle l'état vibrationnel final possède une énergie supérieure à l'état initial. La molécule gagne un quantum d'énergie $h\nu_v$: on dit qu'il y a création d'un quantum de vibration. Cette énergie est cédée par le photon incident qui est diffusé à une énergie plus faible, égale à $h(\nu_0 - \nu_v)$.
- La diffusion **Raman anti-Stokes**, pour laquelle l'état vibrationnel final possède une énergie inférieure à l'état initial. La molécule perd un quantum d'énergie $h\nu_v$: on dit qu'il y a annihilation d'un phonon. Cette énergie est gagnée par le photon incident qui est diffusé à une énergie supérieure, égale à $h(\nu_0 + \nu_v)$.

La diffusion Rayleigh est la plus probable, alors que les diffusions Stokes et anti-Stokes sont très peu favorisées.

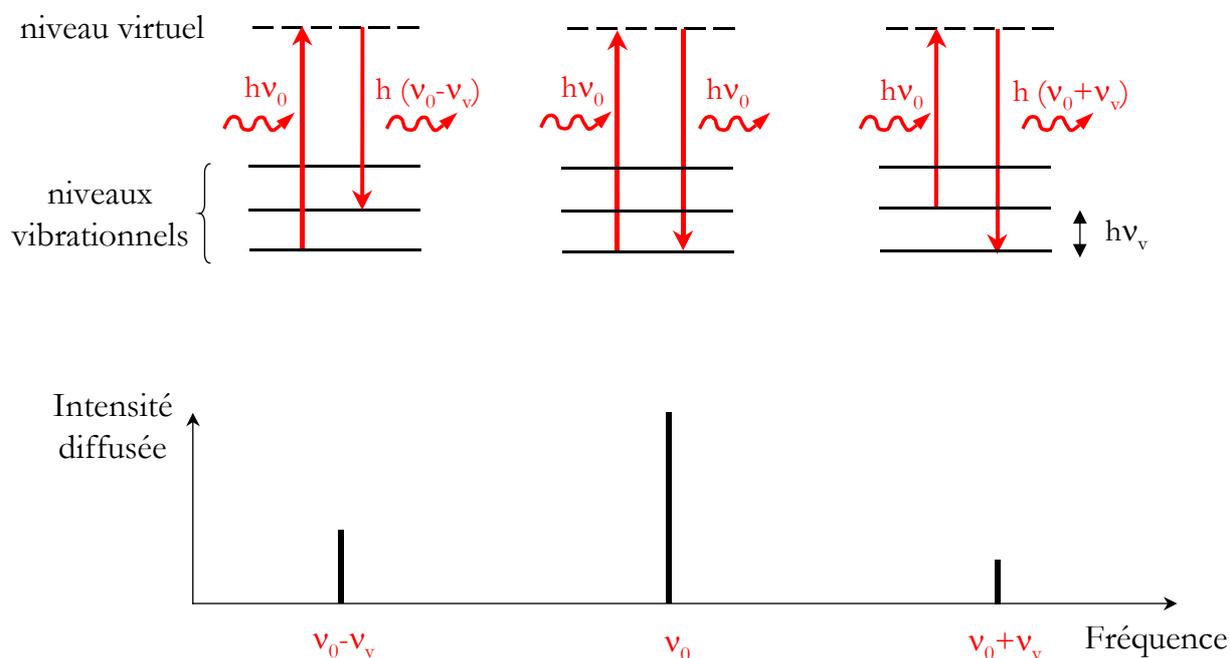


Figure A.I.2 : Mécanismes de diffusion Rayleigh et Raman et spectre de la lumière diffusée.

A une température T donnée, la répartition en niveaux d'énergie d'un ensemble de molécules obéit à une distribution de Maxwell-Boltzmann. La probabilité d'occupation des niveaux diminue lorsque leur énergie augmente et seules les molécules se trouvant dans un état excité peuvent donner une transition anti-Stokes de type $v \rightarrow v-1$. Cela explique le fait expérimentalement observé que les raies anti-Stokes sont moins intenses que les raies Stokes.

Dans l'approximation harmonique, l'intensité du rayonnement Stokes correspondant au mode de vibration de fréquence ν_v peut s'écrire :

$$I_S = C \frac{(\nu_0 - \nu_v)^4}{\nu_v \left[1 - \exp\left(-\frac{h\nu_v}{k_B T}\right) \right]} \left(\frac{\partial \alpha}{\partial Q} \right)^2$$

et l'intensité du rayonnement anti-Stokes :

$$I_{AS} = C \frac{(\nu_0 + \nu_v)^4}{\nu_v \left[\exp\left(\frac{h\nu_v}{k_B T}\right) - 1 \right]} \left(\frac{\partial \alpha}{\partial Q} \right)^2$$

où k_B est la constante de Boltzmann,

T est la température thermodynamique de l'échantillon,

C est une constante qui contient en particulier l'intensité du rayonnement incident et le nombre de molécules contribuant au rayonnement diffusé.

Le rapport des intensités des raies Stokes I_S et anti-Stokes I_{AS} est alors donné par la relation :

$$\frac{I_{AS}}{I_S} = \frac{(\nu_0 + \nu_r)^4}{(\nu_0 - \nu_r)^4} \exp\left(-\frac{h\nu_r}{k_B T}\right)$$

La connaissance de I_S et I_{AS} pour une vibration donnée peut donc être une mesure de la température de l'échantillon.

A.1.3 Effet Raman de résonance

La diffusion Raman de résonance est un cas particulier de l'effet Raman qui intervient lorsque la fréquence de la radiation excitatrice est voisine de celle d'une transition électronique de la molécule étudiée.

L'état intermédiaire virtuel dans le processus Raman peut être décrit comme une combinaison linéaire de tous les états électroniques de la molécule, chaque état étant représenté par un terme pondéré par un facteur d'autant plus grand que l'énergie de cet état est proche de l'énergie excitatrice.

En Raman conventionnel, la fréquence de la radiation excitatrice ne coïncide avec aucune transition électronique. Tous les facteurs de pondération sont faibles et de grandeur comparable. Le calcul de l'intensité des raies de diffusion résulte donc d'une sommation sur tous les états électroniques excités et n'est sensible à aucun d'eux en particulier.

En revanche, lorsque la radiation excitatrice est proche ou égale à une transition électronique, le terme de pondération correspondant devient très important et les autres termes de la sommation négligeables. L'état intermédiaire dans le processus Raman peut alors être assimilé à l'état excité résonnant.

On distingue la résonance exacte, pour laquelle l'excitation coïncide avec le maximum d'absorption, de la pré-résonance plus fréquemment observée puisqu'il suffit de s'approcher des bandes d'absorption électroniques de la molécule.

L'effet Raman de résonance se traduit par une exaltation très importante (jusqu'à un facteur 10^6) de l'intensité des raies correspondant aux vibrations impliquées dans la transition électronique.

En pratique, les effets de résonance sont mis à profit, grâce à un choix judicieux de la radiation excitatrice, pour exalter sélectivement le spectre de vibration de certaines molécules, dans un mélange complexe ou une solution diluée.

Annexe II : Approches théoriques concernant les mesures des contraintes par spectrométrie Raman

A.II.1 Approximation de l'oscillateur harmonique

Pour analyser l'influence d'une force extérieure sur la fréquence de vibration d'une molécule nous considérons le cas simple d'une molécule diatomique. Le mouvement de vibration des atomes autour de leur position d'équilibre peut être assimilé en première approximation à celui d'un oscillateur harmonique constitué de deux masses ponctuelles m_1 et m_2 reliées par un ressort de raideur k (Figure A.II.1).

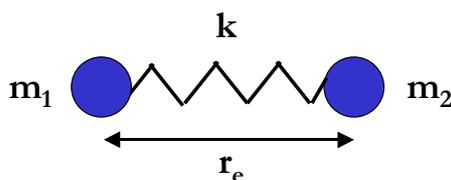


Figure A.II.1 : Modélisation d'une molécule diatomique par un oscillateur.

L'énergie potentielle U de l'oscillateur harmonique est une fonction quadratique du déplacement interatomique $r-r_e$:

$$U(r) = \frac{1}{2}k(r - r_e)^2 \quad (1)$$

avec : r est la distance instantanée entre les deux atomes,
 r_e est la distance d'équilibre,
 k est la constante de force de la liaison.

ou la position d'équilibre r_e correspond au minimum du potentiel caractérisé par $\left(\frac{dU}{dr}\right)_{r=r_e} = 0$, et la force de rappel exercée sur les atomes se déplaçant d'une distance $r-r_e$ par ce minimum est $f(r) = \frac{dU}{dr} = -k(r - r_e)$. Avec la masse réduite $\mu = \frac{m_1 m_2}{m_1 + m_2}$, la fréquence propre de vibration d'un tel

oscillateur est égale à :

$$\nu = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{k}{\mu}\right)^{\frac{1}{2}} \quad (2)$$

La résolution en mécanique quantique de l'équation de Schrödinger avec le potentiel (1) montre que l'énergie d'un oscillateur harmonique ne peut prendre que des valeurs discrètes : $E_\nu = \left(\nu + \frac{1}{2}\right)h\nu$

où h est la constante de Planck et ν le nombre quantique correspondant aux différents niveaux de vibration ($\nu = 0, 1, 2, \dots$). Le potentiel harmonique et les niveaux d'énergie associés sont représentés Figure A.II.2.

Le potentiel harmonique devient infiniment grand lorsque $r \rightarrow \infty$. Il ne décrit donc pas de façon satisfaisante les molécules réelles pour lesquelles l'énergie correspondant à $r \rightarrow \infty$ est finie et égale à l'énergie de dissociation de la liaison D_e .

A.II.2 L'oscillateur anharmonique

Les molécules réelles sont décrites plus justement comme des oscillateurs anharmoniques. En tenant compte des variations des forces répulsives, il en résulte une forte dissymétrie du potentiel (Figure A.II.2). Pour sa description de nombreuses formules empiriques ont été proposées [KING64].

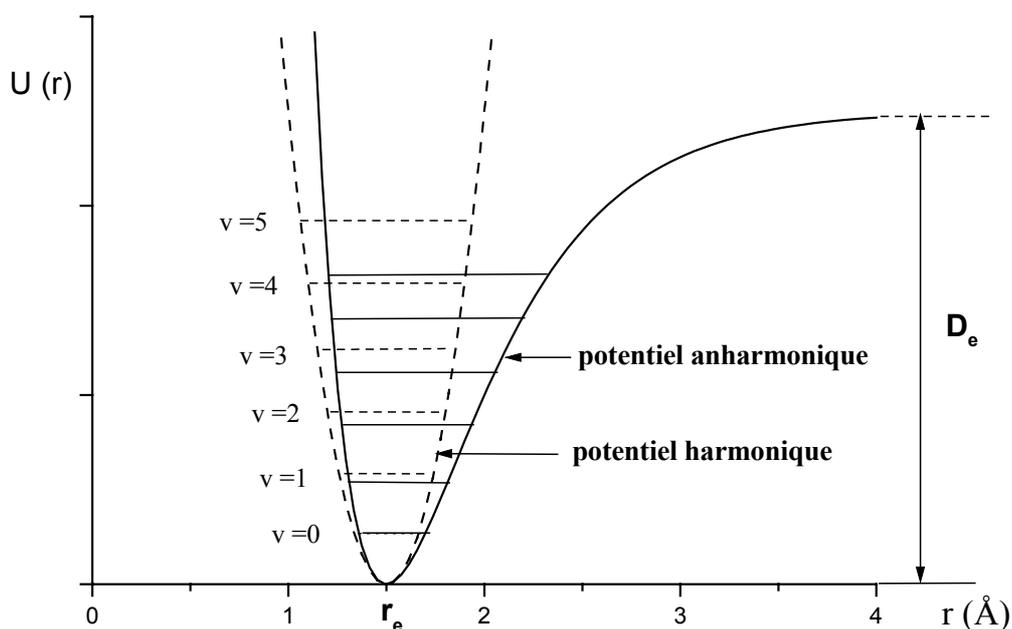


Figure A.II.2 Potentiels harmonique et anharmonique d'une molécule diatomique et niveaux d'énergie E_v associés.

D'une façon générale, le potentiel peut être développé en série de Taylor en fonction du déplacement instantané $r-r_e$ des atomes autour de leur position d'équilibre r_e :

$$U(r) = k_1(r-r_e) + \frac{1}{2}k_2(r-r_e)^2 + \frac{1}{3!}k_3(r-r_e)^3 + \dots + \frac{1}{n!}k_n(r-r_e)^n + \dots \quad (3)$$

où les k_n sont définis par : $k_n = \left(\frac{d^n U}{dr^n} \right)_{r=r_e}$.

Le minimum du potentiel est pris égal à zéro : $U(r_e) = 0$ et le premier terme du développement est nul

puisque le minimum est défini par : $\left(\frac{dU}{dr} \right)_{r=r_e} = 0$.

Le deuxième terme correspond au potentiel harmonique (équation 1) avec $k_2 = k$, constante de force de la liaison interatomique. Le potentiel harmonique constitue une approximation du potentiel anharmonique pour les très petits déplacements autour de la position d'équilibre r_e .

Pour un potentiel anharmonique, les niveaux d'énergie ne sont plus équidistants comme dans le cas d'un potentiel harmonique et peuvent être écrits sous forme de série en $(v + 1/2)$:

$$E_v = h\nu_e \left[\left(v + \frac{1}{2} \right) - x_e \left(v + \frac{1}{2} \right)^2 + y_e \left(v + \frac{1}{2} \right)^3 + \dots \right]$$

où ν_e , x_e et y_e sont des constantes d'anharmonicité de la molécule.

Pour la plupart des états moléculaires : $x_e > 0$ et $y_e \ll x_e \ll 1$, si bien que l'écart entre les niveaux d'énergie diminue lorsque n augmente (figure A.II.2).

Dans ce qui suit, nous négligerons la correction anharmonique sur la fréquence et nous considérerons que

la fréquence est donnée par l'expression :
$$\nu = \frac{1}{2\pi} \left[\frac{1}{\mu} \left(\frac{d^2U}{dr^2} \right)_{r=r_e} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (4)$$

A.II.3 Influence d'une force extérieure sur la fréquence de vibration

Soit F la force extérieure agissant sur la molécule et r_e' la nouvelle distance interatomique d'équilibre (Figure A.II.3) :

- pour une compression, $F > 0$ et la distance interatomique d'équilibre diminue : $r_e' < r_e$,
- pour une élévation, $F < 0$ et la distance interatomique d'équilibre augmente : $r_e' > r_e$.

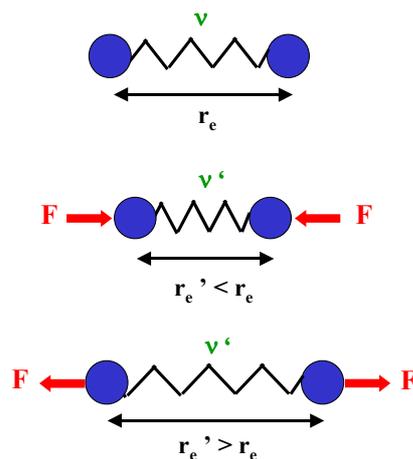


Figure A.II.3 Application d'une force extérieure sur une molécule diatomique :

- a) Molécule au repos,
- b) Application d'une force de compression,
- c) Application d'une force d'élévation.

La nouvelle position d'équilibre est donnée par la relation : $\left(\frac{dU}{dr}\right)_{r=r_e'} + F = 0$. (5)

L'objectif de cette partie est d'étudier comment évolue la fréquence de vibration ν' en fonction de la force appliquée F .

Le potentiel anharmonique U est décrit d'une façon générale par l'expression (3).

La nouvelle fréquence de vibration ν' est donnée par :

$$\nu' = \frac{1}{2\pi} \left[\frac{1}{\mu} \left(\frac{d^2U}{dr^2} \right)_{r=r_e'} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (6)$$

soit :

$$\nu' = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{k_2}{\mu} \right)^{\frac{1}{2}} \left[1 + \frac{k_3}{k_2} (r_e' - r_e) + \dots + \frac{1}{(n-2)!} \frac{k_n}{k_2} (r_e' - r_e)^{n-2} + \dots \right]^{\frac{1}{2}} \quad (7)$$

La relation d'équilibre (5) conduit à :

$$F = -k_2 (r_e' - r_e) - \frac{1}{2} k_3 (r_e' - r_e)^2 - \dots - \frac{1}{(n-1)!} k_n (r_e' - r_e)^{n-1} + \dots$$

A partir de cette relation, il est possible d'exprimer la différence $r_e' - r_e$ comme une expansion polynomiale en fonction de la force F :

$$r_e' - r_e = -\frac{F}{k_2} - \frac{k_3}{2k_2^3} F^2 - \dots$$

En remplaçant dans l'équation (7), on obtient l'expression de la fréquence de vibration ν' en fonction de la force appliquée F :

$$\nu' = \nu \left[1 - \frac{k_3}{k_2^2} F + \frac{1}{2} \left(\frac{k_4}{k_2^3} - \frac{k_3^2}{k_2^4} \right) F^2 + \dots \right]^{\frac{1}{2}} \quad (8)$$

où ν est la fréquence de vibration de la molécule au repos.

Pour un potentiel purement harmonique, $k_n = 0$ pour $n > 2$ et la fréquence de vibration est indépendante de la force appliquée : $\nu' = \nu$.

Dans le cas des molécules réelles, le potentiel est anharmonique (avec $k_3 < 0$) et la fréquence de vibration varie avec la force appliquée :

- pour une force de compression ($F > 0$), la fréquence de vibration augmente : $\nu' > \nu$,
- pour une force d'élongation ($F < 0$), la fréquence de vibration diminue : $\nu' < \nu$.

Pour les forces F peu élevées, on peut se limiter au premier terme du développement et la relation (8) se

réduit à :

$$\nu' \approx \nu \left[1 - \frac{k_3}{2k_2^2} F \right]$$

soit
$$\Delta\nu = \nu' - \nu \approx -\frac{k_3}{2k_2^2} \nu F \quad (9)$$

La fréquence de vibration varie alors de façon linéaire avec la force appliquée.

Pour les forces plus élevées par contre, la fréquence de vibration évolue différemment selon que $F > 0$ ou $F < 0$.

Evolution de la fréquence de vibration en fonction de la pression

L'application d'une pression hydrostatique à un volume de lubrifiant se traduit au niveau moléculaire par une diminution des distances interatomiques, c'est à dire par l'application d'une force de compression F aux extrémités des liaisons. Cette force est reliée à la pression p par une relation de la forme :

$$F = p S$$

où S a la dimension d'une surface.

Dans le domaine des faibles pressions (0 GPa à 10 GPa), la fréquence de vibration (exprimée en nombre d'ondes) augmente linéairement avec la pression suivant une relation de la forme :

$$\Delta\bar{\nu} = K p \quad (10)$$

avec d'après la relation (9) :

$$K = -\frac{k_3}{2k_2^2} \nu S \quad (11)$$

K est un coefficient exprimé en $\text{cm}^{-1}/\text{GPa}$.

Le coefficient K est caractéristique d'un mode de vibration donné, pour une molécule donnée.

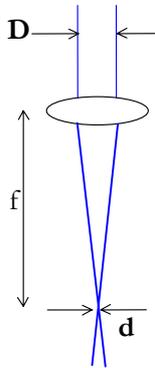
En effet, selon leur symétrie, les modes de vibration ne présentent pas tous la même sensibilité à la pression (c'est à dire qu'ils ne verront pas tous leur fréquence augmenter de façon identique sous l'effet d'une même pression appliquée).

Effet d'un cisaillement

L'effet d'un cisaillement au niveau moléculaire est plus complexe. Il se traduit en effet par des forces de compression et de traction sur les molécules conduisant à une augmentation ou un abaissement de la fréquence du mode de vibration considéré. Sous une pression donnée, l'effet du cisaillement devrait se traduire par un élargissement des bandes Raman.

Annexe III : Taille de la sonde

A.III.1 Taille horizontale de la sonde



Le diamètre théorique du spot obtenu en focalisant un faisceau laser de longueur d'onde λ et de diamètre D à l'aide d'un objectif de distance focale f (Figure A.III.1), est théoriquement donné par la formule :

$$d = \frac{4\lambda f}{\pi D}$$

La distance focale f est reliée au grossissement G de l'objectif par la relation :

$$f = \frac{\Delta}{G - 1}$$

où Δ est l'intervalle optique fixé à 180 mm pour un microscope standard.

Figure A.III.1

Pour un objectif de grossissement 50x la distance focale est alors égale à $f = 3,67$ mm.

Pour un diamètre d'entrée $D = 1$ mm, on obtient une taille théorique de $2,4 \mu\text{m}$.

Pour les mesures in situ, le faisceau laser est focalisé dans le contact à travers un disque en saphir.

Le diamètre de la tache de focalisation est variable du fait de l'aberration sphérique de l'objectif. Afin de mesurer la taille réelle du volume analysée par le spectromètre dans l'air et à travers le disque en saphir, nous avons réalisé une série d'expériences.

A.III.1.1 Principe des expériences

Afin de mesurer les dimensions du volume analysé par le microspectromètre Raman, une couche de carbone amorphe de 50nm a été déposée par évaporation sous vide sur un plan en saphir monocristallin. Ce film de carbone présente une frontière abrupte.

En utilisant la méthode d'acquisition et traitement de spectre images nous avons réalisé des profils d'intensité de la raie correspondant au mode $\nu_{C=C}$ vers 1500cm^{-1} caractéristique du carbone amorphe.

Les spectre images ont été enregistrés point par point pour des lignes correspondant à des points de coordonnées $M(x, y=0, z)$ (voir figure A.III.2a).

Pour chaque z un profil d'intensité de type "marche" est obtenu (figure A.III.2c). L'élargissement de la marche est défini comme diamètre du volume analysé à l'altitude z .

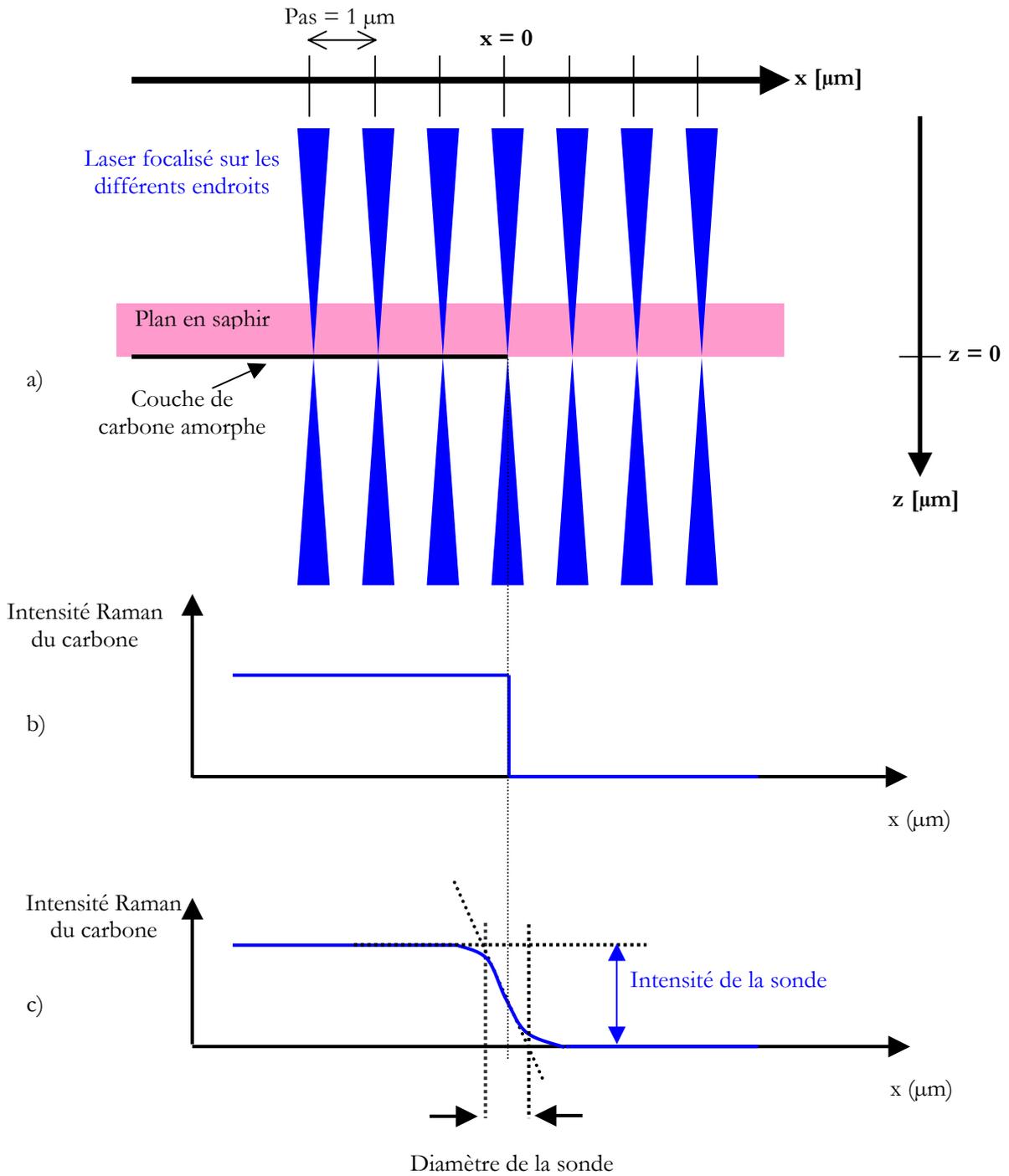


Figure A.III.2 :

a) Schéma de principe de la mesure des dimensions de la sonde par réalisation de profils d'intensité du pic Raman du carbone (vers 1580 cm^{-1}) sur un substrat partiellement recouvert d'une couche de 50 nm d'épaisseur de carbone.

b) Profil idéalisé correspondant à un spot laser infiniment petit.

c) Cas réel : le diamètre de la sonde est estimé à partir de l'élargissement de la marche constituée par le bord franc de la couche mesurée de carbone.

À la focalisation exacte ($z=0$) les mesures de taille de sonde ont été réalisées pour l'objectif 50x et 10x, (OLYMPUS LMPlan FI 50x / 0.5 - OLYMPUS MPlan 10x / 0.25) dans l'air puis à travers des différentes épaisseurs de saphir (figure A.III.3).

Dans le cas de l'objectif 50x le diamètre du volume analysé qui est de $2,5 \mu\text{m}$ dans l'air croît en fonction de l'épaisseur de saphir disposée entre l'objectif et l'échantillon pour atteindre $9 \mu\text{m}$ avec une épaisseur de 4 mm . Corrélativement, l'intensité Raman collectée chute d'un facteur 4.

La taille de sonde obtenue dans le cas de l'objectif 10x décroît légèrement en fonction de l'épaisseur de saphir interposée entre l'échantillon et l'objectif pour atteindre $7 \mu\text{m}$ après 8 mm de saphir. L'intensité Raman collectée décroît d'un facteur 4 entre l'analyse dans l'air et l'analyse à travers 8 mm de saphir.

À l'issue de ces essais l'avantage de l'objectif 10x est sans équivoque tant au niveau de la taille qu'au niveau de l'intensité collectée.

La figure A.III.4 présente l'évolution des intensités des raies caractéristiques du saphir (710 cm^{-1}) et du carbone (1500 cm^{-1}) en des points $M(x=x_0, y=0, z)$.

L'évolution des intensités en fonction de z permet d'évaluer la taille verticale de la zone analysée :
 $l = \Delta z = 420 \pm 50 \mu\text{m}$.

La figure A.III.5 présente la forme du volume analysée par le microspectromètre Raman. On peut noter que bien que la sonde ait une forme de sablier, la majeure partie de l'intensité provient d'un volume de forme ellipsoïdale au voisinage du point de focalisation.

La figure A.III.6 présente les dimensions du volume analysée par la sonde. Le profil d'épaisseur acquis dans un contact statique (voir chapitre II) est reporté en encart.

Compte tenu des dimensions de la sonde, le volume de lubrifiant analysé dans l'interface d'un contact est donc assimilable à un cylindre de longueur h égale à l'épaisseur du film jusqu'à une épaisseur maximale de $h_{\text{max}} = 25 \mu\text{m}$.

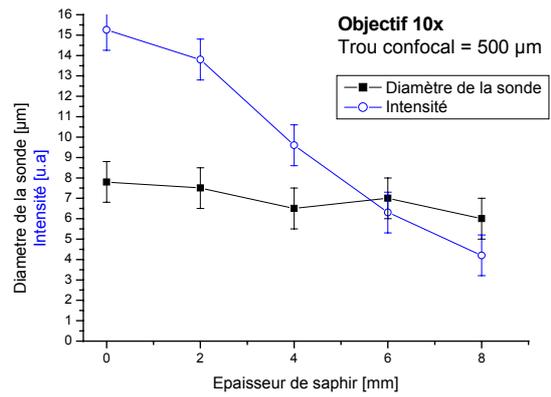
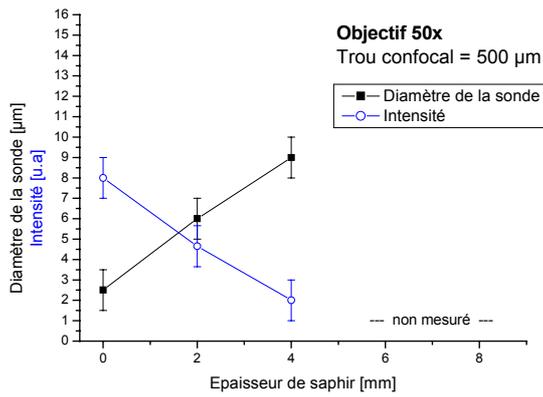


Figure A.III.3 : Taille de la sonde Raman et intensité collecté en fonction de l'épaisseur de saphir utilisé disposé entre l'échantillon et l'objectif pour les objectifs 50x (à gauche) et 10x (à droite).

Bien que le diamètre du volume analysé soit de 2,5 μm pour l'objectif 50x dans l'air, l'avantage revient à l'objectif 10x avec lequel la sonde présente un diamètre de 7 μm à travers 8 mm de saphir, avec une intensité très supérieure à celle acquise avec l'objectif 50x.

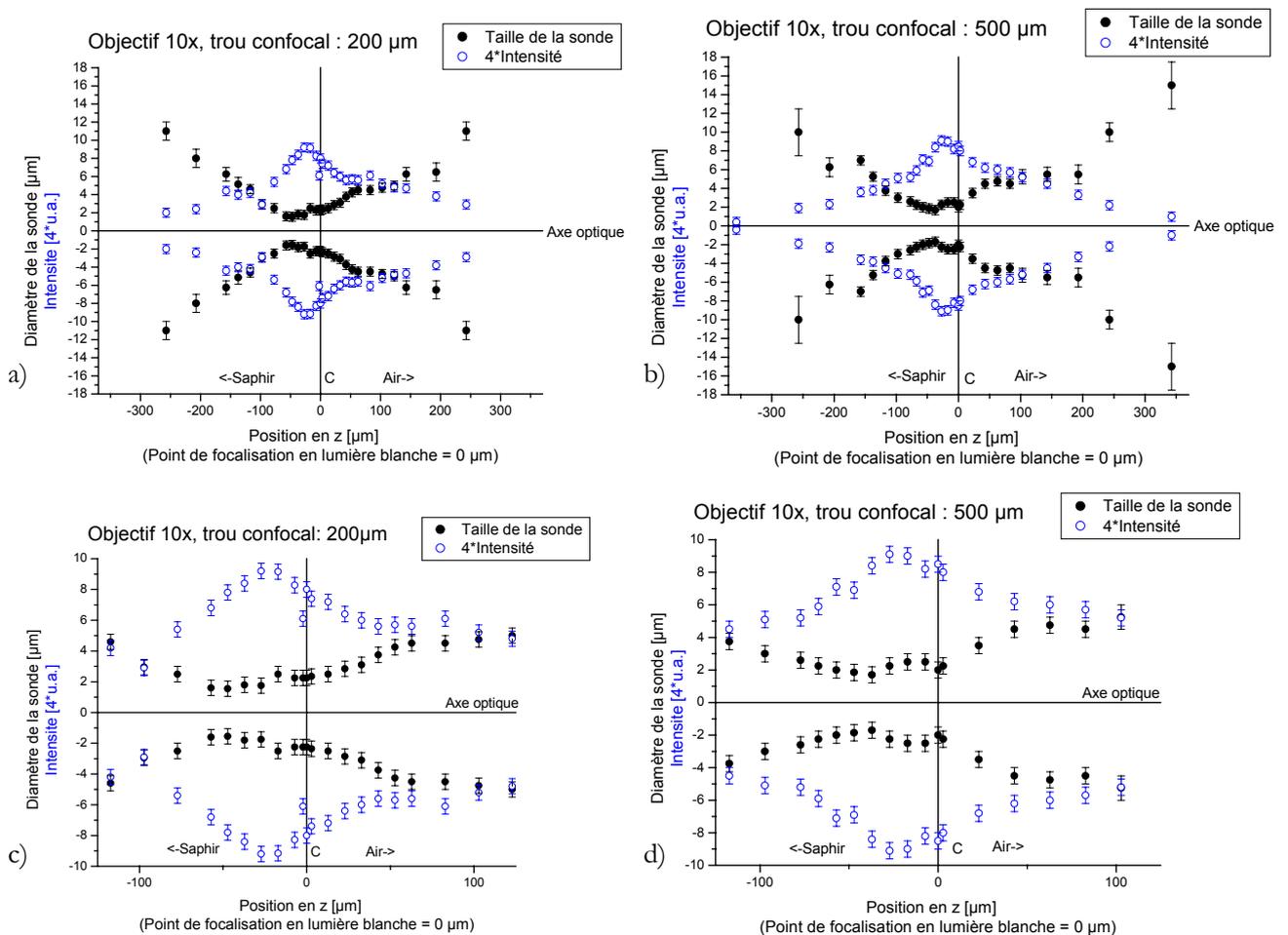


Figure A.III.5 : Forme et répartition d'intensité de la sonde Raman obtenue à travers 2 mm de saphir avec l'objectif 10x. Les données sont visualisées par une représentation symétrique autour de l'axe optique $y = 0$.

- a) Trou confocal fermé à 200 μm , b) Trou confocal ouvert à 500 μm ,
- c) Agrandissement de a), d) Agrandissement de b).

Bien que la sonde ait une forme de sablier, on peut noter que la majeure partie de l'intensité provient d'un volume de forme ellipsoïdale au voisinage du point de focalisation.

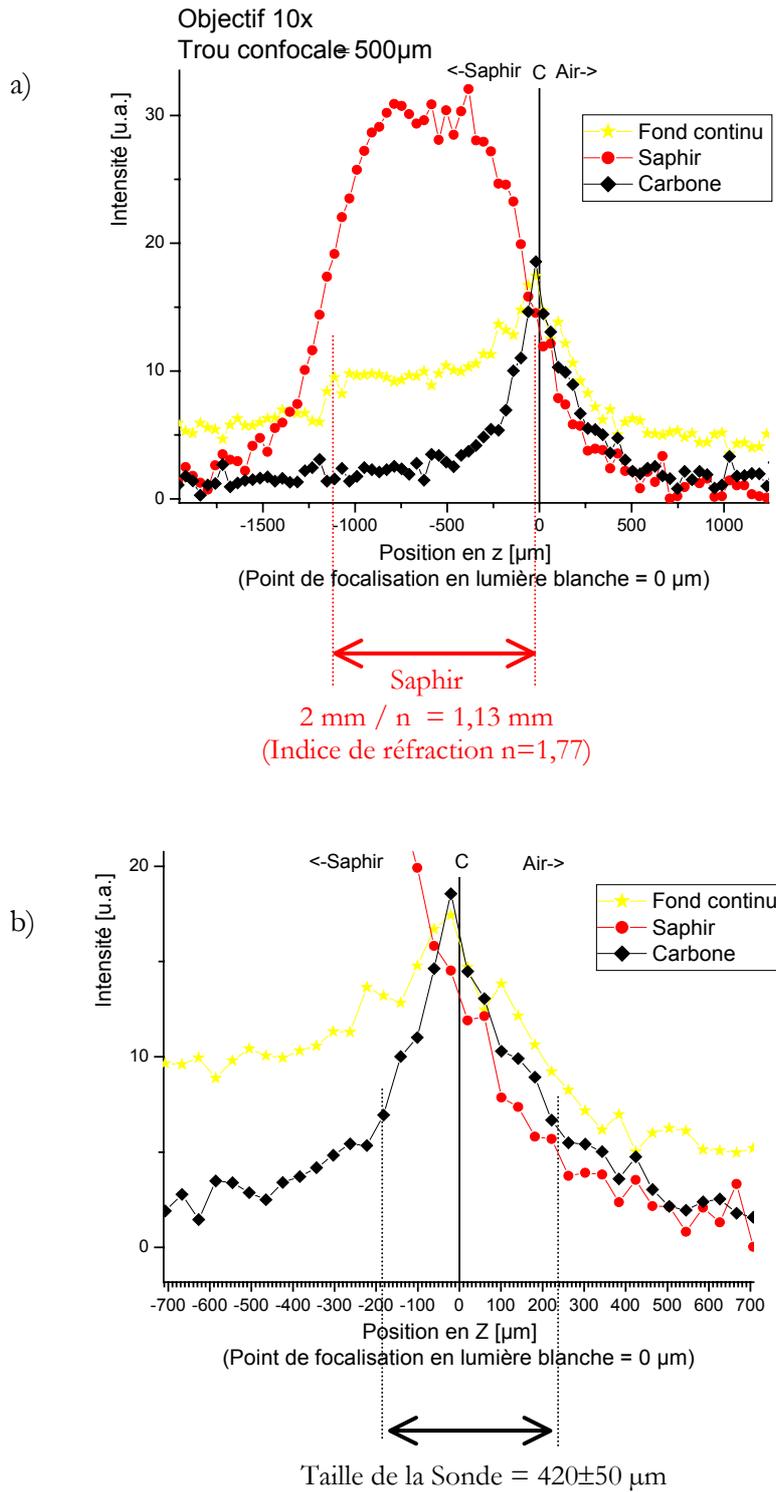


Figure A.III.4 : Profil d'intensité du fond continu, des raies Raman caractéristiques du carbone (1500 cm^{-1}) et du saphir (710 cm^{-1}) en fonction de z ($z = 0$ correspond à la focalisation exacte sur la couche de carbone).

- a) Profil complet à travers le disque de saphir (2 mm),
 b) Agrandissement autour de $z = 0$.

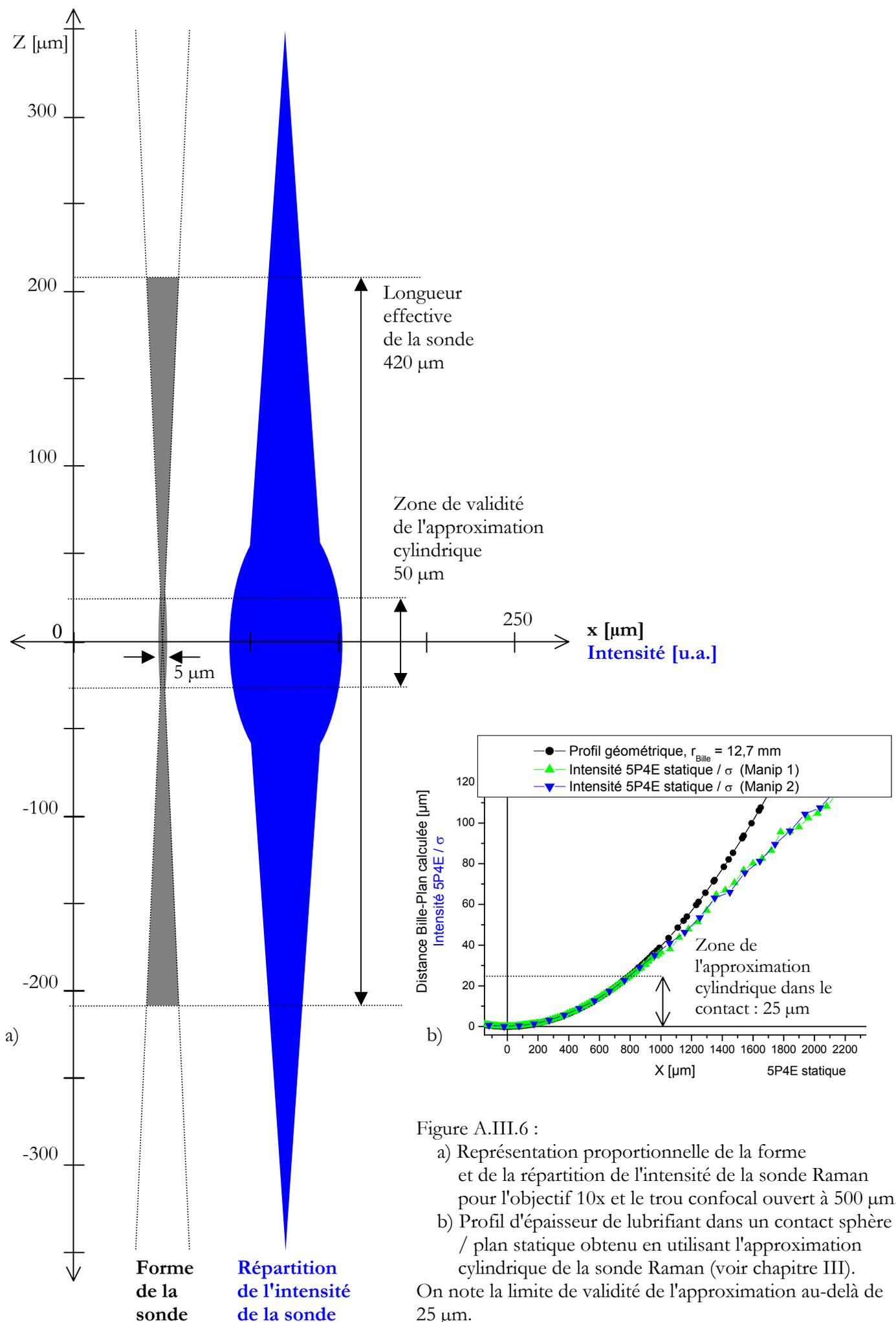


Figure A.III.6 :

- a) Représentation proportionnelle de la forme et de la répartition de l'intensité de la sonde Raman pour l'objectif 10x et le trou confocal ouvert à $500\ \mu\text{m}$.
- b) Profil d'épaisseur de lubrifiant dans un contact sphère / plan statique obtenu en utilisant l'approximation cylindrique de la sonde Raman (voir chapitre III).

On note la limite de validité de l'approximation au-delà de $25\ \mu\text{m}$.

Annexe IV : Programmes de contrôle, d'acquisition et de traitement des données

A.IV.I Logiciel de contrôle des machines et d'acquisition automatique des spectres

Le tribomètre EHD est piloté par un micro-ordinateur par l'intermédiaire d'une interface d'acquisition de la société National Instruments[®]. Le programme de pilotage est réalisé sous l'environnement Labview[®] (figure A.IV.1) , programme de cette même société. Il permet de contrôler les vitesses des deux moteurs pas à pas du tribomètre EHD et d'enregistrer la force normale imposée dans le contact bille /disque. Il commande également les platines de positionnement XYZ, platines de la société Microcontrôle[®], pour l'acquisition automatique des spectre images.

Un sous-programme sous Labview a été développé pour permettre la synchronisation entre le programme de contrôle du spectromètre Raman (Labspec[®]) et le programme de déplacements des tables de positionnement (figure A.IV.2). Contrôlées par le PC, la table micrométrique déplace le tribomètre aux points de mesure souhaités. Après chaque déplacement le spectromètre enregistre un spixel Raman.

Sans automatisation la réalisation d'une spectre image serait difficile dans la mesure ou un spectre image constitué de 1600 (40 x 40) spixels nécessite un temps d'acquisition de plusieurs dizaine d'heures.



Figure A.IV.1 : Programme principal de pilotage de la machine EHD

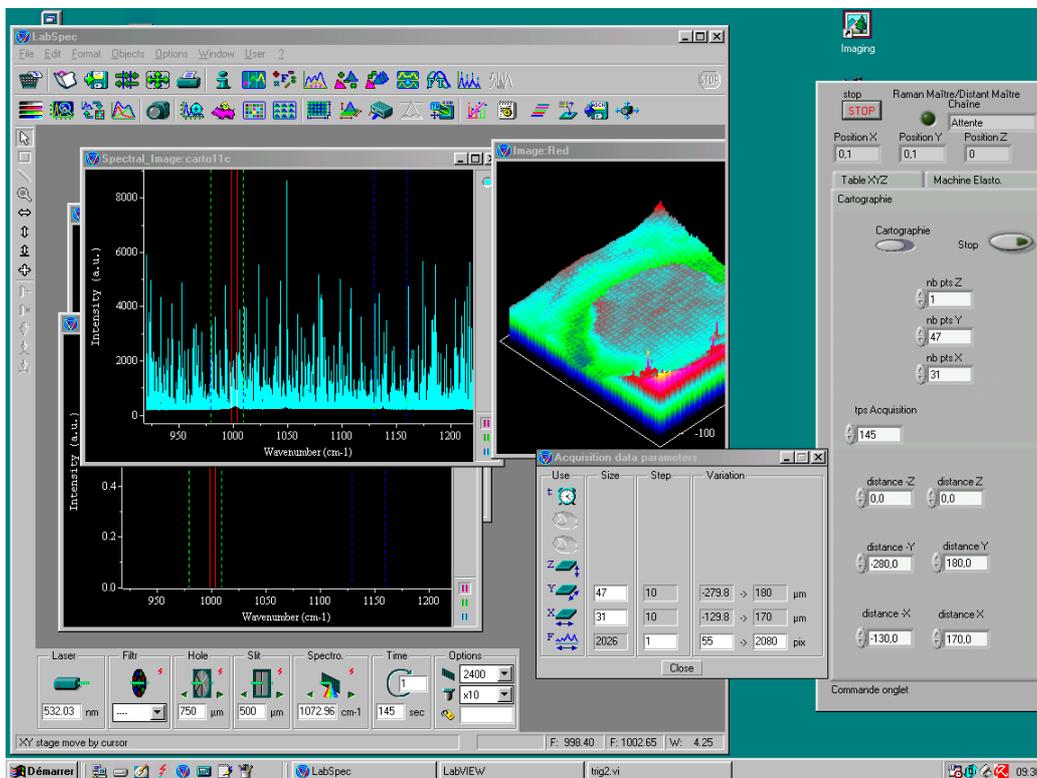


Figure A.IV.2 :

- À gauche, le programme LabSpec© (Contrôle du spectromètre Raman),
- à droite, l'interface de synchronisation Labview© pour la réalisation de spectre images.

A.IV.II Logiciel d'analyse "Ramanfit" / Traitement automatique des spectre images

Comme nous l'avons vu dans ce travail, l'extraction de cartographies de paramètres régnant dans le contact passe par le traitement spixel par spixel des spectre images, pouvant être constituées de plusieurs milliers de spixels.

Un traitement manuel serait fastidieux et peu efficace. Pour cette raison nous avons développé un programme de traitement automatique des spectre images "RamanFit".

Ce logiciel est conçu à partir de programme Origin Labtalk® [<http://originlab.com>]. Il s'exécute depuis une interface graphique (figure A.IV.3) dans un Projet d'Origin®.

Chaque spixel contient une ou plusieurs bandes Raman d'intérêt qui sont ajustées soit avec une courbe gaussienne, soit avec une lorentzienne.

Traitement d'un spectre image à l'aide du logiciel "Ramanfit"

Après l'importation des données ASCII du spectromètre Raman, l'utilisateur choisi le tribomètre ainsi que les matériaux utilisés et rentre les paramètres de l'expérience (vitesses, température, étalons, etc.). A partir d'une base de données contenant les paramètres physico-chimiques et spectroscopiques des machines, des matériaux et des lampes spectrales, le logiciel exécute les calculs théoriques de base.

Pour le traitement des spixels plusieurs routines différentes sont offertes, utilisant les fortes possibilités d'Origin [SHR02], mais toujours avec un contrôle maximal de l'utilisateur qui garde la main sur l'ensemble des décisions, surtout sur les ajustements des bandes différentes de chaque spixel.

Après les ajustements le logiciel autorise par exemple la prise en compte des calibrations externes (lampe spectrale) ou internes (nouveau additif) et offre beaucoup des aides pour extraire et comparer les différentes caractéristiques spectroscopiques dans les différentes zones du spectre image.

Finalement on peut facilement créer les représentations graphique que l'on désire incluant une légende spécifique et automatique.

Le Logiciel rend possible l'exploitation d'une multitude de données et la détermination de relations entre elles.

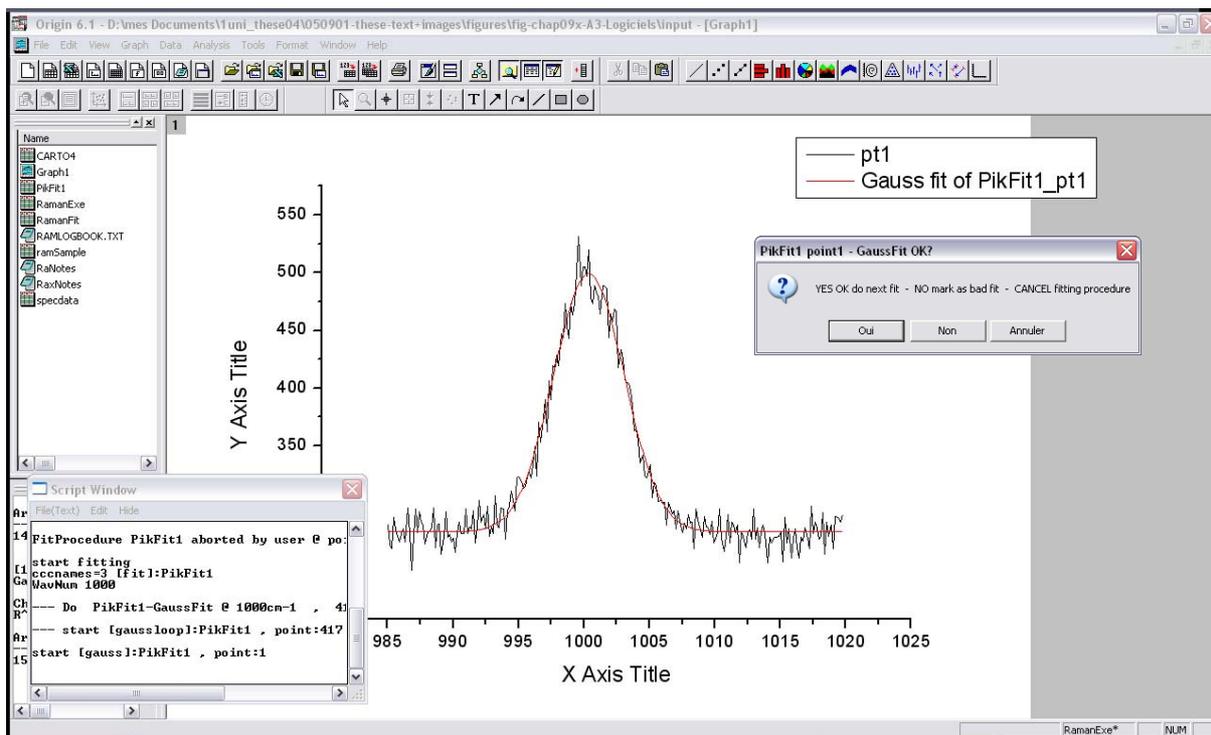
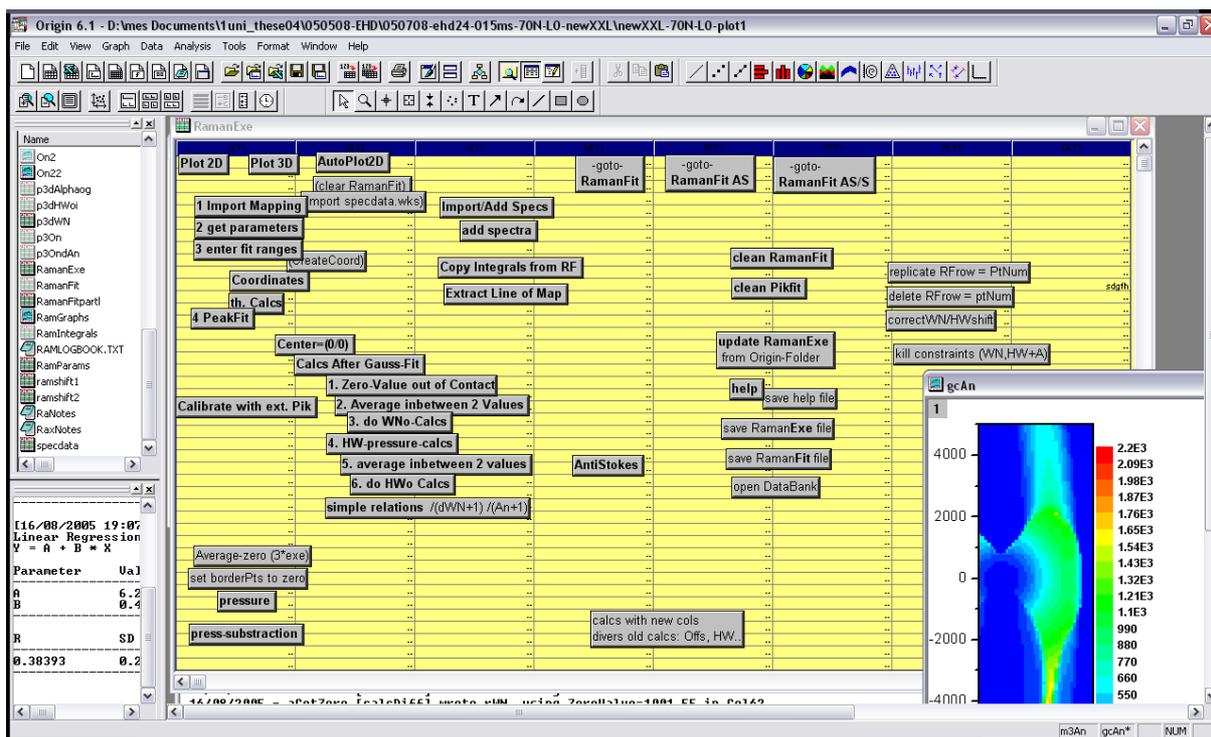


Figure A.IV.3 : Masques d'entrée des données dans le logiciel d'évaluation « RamanFit ».

