Lubrification sèche et autolubrification, 40 ans de recherches pour l'horlogerie

Michel MAILLAT, Laboratoire Dubois
Alexis-Marie-Piaget 50
2300 La Chaux-de-Fonds

Des travaux de recherche et des développements sont menés depuis 4 décennies dans l'idée de fournir des solutions pour se passer des huiles dans les montres mécaniques. Après avoir passé en revue les difficultés et problèmes que l'on peut rencontrer lors de l'emploi des huiles, on montrera un historique des travaux de tribologie réalisés sur l'autolubrification, entre autres, au LSRH, puis au CSEM, puis au Laboratoire Dubois. On présentera quelques exemples de solutions qui ont donné des résultats intéressants.

Un journaliste a voulu faire du sensationnel en annonçant la mort de la lubrification dans les montres mécaniques. Ses collègues des autres revues d'horlogerie n'ont pas voulu paraître timorés, ils ont repris l'expression : « supprimer la lubrification ». Il en résulte que le concept paraît presque normal à présent. Pourtant, il n'y a pas et il n'y aura jamais de montre sans lubrification. La montre mécanique a besoin de lubrifications soignées et étudiées pour pouvoir fonctionner avec précision. Bien sûr, cette lubrification peut être obtenue sans huile. La lubrification sèche existe depuis longtemps, elle est souvent plus difficile à maîtriser que la lubrification liquide. Les mécanismes spatiaux ont été les premiers à utiliser de la lubrification solide [1]. A présent que les exigences en matière de durée de vie, de charge spécifique augmentent, ces mécanismes spatiaux ont été obligés d'intégrer des lubrifiants liquides et de maîtriser leur migration [2]. L'horlogerie cherche à présent à supprimer ou à diminuer la présence des lubrifiants liquides car ceux-ci peuvent être la source de difficultés et de soucis.

Difficultés et problèmes rencontrés avec les huiles et les graisses

Difficultés au départ

Avant d'utiliser une graisse ou une huile dans une montre, on va se poser des questions, faire des calculs, consulter le fournisseur, un ancien plan d'huilage, une personne expérimentée, un tribologue, tout cela pour l'opération délicate du **choix du lubrifiant liquide**. Les **calculs** portent sur les vitesses instantanées, les vitesses mini, les pressions de contact, la durée de vie sous sollicitation qui est visée. Il est important que les calculs prennent en compte les cas les pires possibles et non pas le cas parfait moyen. Les faux alignements des paliers non olivés engendrent des pressions locales très élevées. Il faut aussi considérer la matière en surface : l'acier est rarement nu, il y a souvent une couche de nickel pour protéger de la corrosion. Sur d'autres mobiles, on trouvera une couche d'or. Les huiles classiques ne sont pas faites pour lubrifier ces matériaux.

Ensuite, on devra résoudre la question du **stockage** de l'huile, le lieu, la température, le renouvellement du stock. Il faudra aussi définir le **mode d'application**, manuel, automatique? Il faut aussi, à cette occasion, définir combien on va en mettre. Le tribologue répond : il faut mettre la **quantité maximale** compatible avec la tenue en place. Cela conduit à se demander s'il faut un **épilame** là où on met l'huile, à côté ? Le tribologue répond : il faut poser l'huile sur un épilame silicone ou utiliser un épilame fluoré que l'on enlève là où l'huile doit rester (c'est plus facile à dire qu'à faire). Ensuite, on va avoir des soucis avec **la contamination** de l'huile et par l'huile.

Si on n'y a pas pensé lors du choix des viscosités, on va se soucier du **comportement au froid**, surtout pour les huiles et au comportement **à chaud**, surtout pour les graisses. Au froid, les huiles peuvent se retrouver avec des paillettes et

des cristaux qui nagent dans le reste de l'huile encore liquide, cela peut venir de certains additifs qui ne sont plus dissous au froid sans que la température soit très basse. Ces phénomènes disparaissent en montant la température et en agitant, mais la température de disparition est bien plus élevée que celle de l'apparition. Avec les graisses, ces phénomènes à froid sont moins visibles. A chaud, les graisses peuvent montrer une séparation accélérée entre le liant et l'huile.

Difficultés sur la durée

***Très vite* : l'huile a disparu**

En observant le mécanisme après quelques jours ou semaines de fonctionnement ou même sans fonctionner, on ne trouve plus les gouttes d'huile qui devraient être présentes aux points de frottement. On n'est plus certain si l'huilage a été fait correctement, on se pose des questions. Certains disent que l'huile s'est évaporée. En fait, il n'en est rien. Les huiles actuelles disponibles ont des faibles tensions de vapeur et ne peuvent pas s'évaporer sous cette échelle de temps et de température. En fait, l'huile disparaît par étalement ou par pulvérisation. Une goutte d'huile qui s'étale devient invisible, sauf si elle contient des traceurs UV en quantité suffisante et si on éclaire avec une lampe UV. Avec l'éclairement classique, sur une surface lisse, on arrive à deviner la présence d'une goutte d'huile si on sait où elle a été placée. Sur une surface structurée, on ne voit rien. L'huile disparaît aussi par pulvérisation lors des mouvements des mobiles, lors des chocs et lors des ouvertures des contacts mécaniques. Des micro-gouttes d'huile se forment et sont dispersées. Elles se déposent ensuite sur d'autres pièces. Là, si la surface est épilamée, on peut les voir, sinon elles restent invisibles. C'est en observant les gouttes dispersées que l'on peut avoir une idée de l'ampleur du phénomène de pulvérisation. Ce fractionnement de l'huile est plus prononcé quand l'huile est posée sur une surface épilamée, l'huile colle alors moins aux surfaces et gicle plus facilement.

***Après 3 mois à un an :* l'huile a rougi**

Ce rougissement est parfois dû à la présence de particules d'usure oxydées, mais il peut se présenter même sans particules d'usure. Dans ce cas, l'huile rougit, elle se gélifie, elle perd ses propriétés anti-usure. Lors du frottement, l'acier s'use, donne alors des particules d'usure. Au début ces particules sont noires, ensuite elles s'oxydent, deviennent brunes, assèchent le lubrifiant, ce qui amplifie l'usure, le cercle infernal s'accélère. Le rougissement de l'huile avant l'apparition des particules d'usure est dû à une dégradation de l'huile ou de ses additifs par réaction avec des composés volatiles présents dans l'environnement. Selon les cas qui se sont manifestés chez les clients du Laboratoire Dubois, cela peut se produire dans des locaux tout neufs, avec des emballages tout neufs, des vapeurs sur l'établi, des papiers antirouille, des élastomères ou des colles dans la montre fermée. La dégradation des huiles par des vapeurs extérieures n'est pas un problème récent. Paul Woog a étudié vers 1936 l'« Influence de certaines émanations sur l'altérabilité des lubrifiants » [3]. Dans sa première référence, il cite une publication de Henri Robert, qui déjà en 1852 avait constaté une dégradation des huiles suite à une exposition à des vapeurs.

***Après plusieurs années :* l'huile a gommé**

L'huile ou certains de ses composants peuvent s'oxyder ou polymériser et se transforment en une colle. Cela se produisait autrefois avec les huiles d'origine animale ou végétale. Les huiles totalement minérales ou synthétiques ne gomment pas. De nos jours il existe peu de lubrifiants liquides qui contiennent des composés animaux ou végétaux. Les peintures à base d'huile de lin que l'on met sur les murs utilisent ce principe : on applique la peinture liquide, elle sèche et durcit par oxydation, elle sent le rance pendant plusieurs semaines puis donne un enduit dur, solide et sans odeur.

Tout le chapitre qui précède représente bien des soucis pour quelques micro-grammes de liquide. On comprend donc qu'une lubrification sans les huiles ou graisses posées lors du montage intéresse les horlogers depuis longtemps.

Quelques recherches de solutions autolubrifiantes pour l'horlogerie, historique

Le Laboratoire Suisse de Recherches Horlogères, organisme communautaire à la disposition du secteur industriel horloger dans son ensemble, selon Hélène Pasquier [4], s'est intéressé, entre autres, aux métaux, alliages, céramiques et aux huiles de 1932 à 1969.

Pour les frottements secs et l'autolubrification, les informations historiques qui suivent sont basées sur des documents accumulés, sauvés ou retrouvés par M. Maillat au sujet de travaux du temps du LSRH puis du CSEM. Seuls quelques éléments publiés sont présentés ici. La plupart des développements réalisés appartiennent aux partenaires industriels qui supportaient ces recherches, ils sont confidentiels et restent leur propriété, même après passablement d'années.

Au Laboratoire Suisse de Recherches horlogères, l'emploi de tribomètres a démarré très tôt pour chiffrer les frottements et les usures et essayer de comprendre les phénomènes. Samuel Steinemann [5] utilisait avant 1962 un tribomètre à

4 billes pour comparer les performances des huiles. En 1968, H. E. Hintermann [6] parlait déjà d'« une décennie de progrès réalisés au LSRH par la recherche dans le frottement et l'usure ».

Vers 1965, les développements ont commencé à s'orienter vers les frottements secs. Le Nickel-Phosphore a fait l'objet d'une thèse [7]. Cette couche permettait de réduire l'usure en frottement sec contre de l'acier. Des couches dures comme le TiC ont commencé à être réalisées par CVD [8]. Les frottements secs ont tout de suite intéressé les techniques spatiales. En 1969, le LSRH présentait déjà un tribomètre sous ultravide et montrait des combinaisons de matières autolubrifiantes dans ces conditions très difficiles [9] ; cette présentation a été réalisée lors d'un Colloque International de Chronométrie dans l'idée d'intéresser les horlogers aux frottements secs.

Au LSRH de 1965 à 1971, les travaux sur les frottements secs avaient un caractère exploratoire en vue d'utilisations pour le spatial et/ou pour l'horlogerie mécanique. Les frottements sont mesurés en détail sur des couches dures comme le TiC [10] ou des couches de Chrome [11] ou des « couches » de diffusion comme les borurations qui donnent de grandes duretés de surface [12]. Des telles couches dures sont même réalisées sur des pivots horlogers (fig. 1). Des bronzes autolubrifiants [13] et des alliages tendres et autolubrifiants comme Au-Ti, Ag-In [14] sont développés sous forme massive. Ag-In est même réalisé sous forme de couche électrochimique.

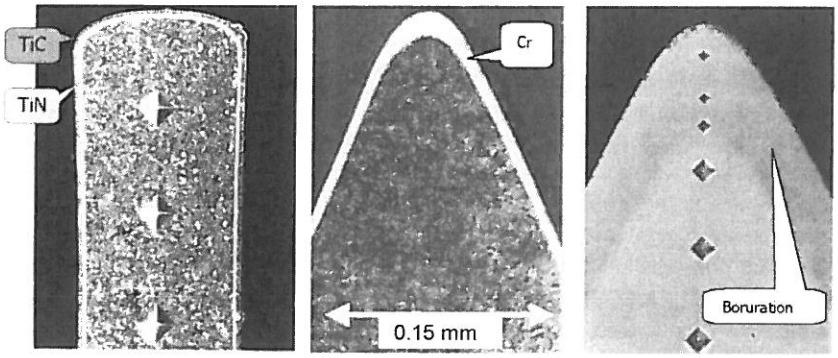

Fig. 1 : Pivots avec traitement CVD. Même échelle pour les trois coupes
a) couche de TiC sur sous-couche de TiN ; b) couche de Chrome ; c) zone borurée

Dès 1971, une partie des projets de recherche du LSRH est orientée vers les souhaits d'un partenaire industriel important: ASUAG, qui deviendra plus tard le Swatch Group. ASUAG s'intéresse à la lubrification sèche, à l'autolubrification et à toute forme de lubrification nouvelle qui peut être appliquée avant le montage des pièces dans la montre mécanique. Pour ce partenaire, F. Aubert du LSRH réalise en 1972 une étude de la littérature de l'époque sur toutes les techniques potentiellement intéressantes pour cette autolubrification. Cette étude de 62 pages, devait déboucher sur un projet de développements l'année suivante. Non seulement le projet a bien eu lieu, mais en plus, les projets de ce type n'ont pas cessé au moins au cours des 22 années suivantes au LSRH puis au CSEM. Les buts et exigences de l'époque sont les mêmes que ceux d'aujourd'hui : l'autolubrification doit être appliquée avant le montage des pièces, elle doit supporter un lavage horloger, elle ne doit pas être sensible aux variations de l'environnement. Le seul critère qui a changé, c'est qu'à l'époque il fallait une : « Réalisation industriellement et économiquement possible ». De nos jours, il n'est plus nécessaire que les solutions soient réalisables en très grande série. De plus, le prix n'est plus un frein (on a même l'impression qu'un prix élevé devient un atout supplémentaire).

L'ASUAG supportait des recherches au LSRH et réalisait ses propres développements à l'interne. Tous ces travaux sont confidentiels, les personnes du Swatch Group devraient consulter les documents de l'époque et pourraient y trouver de l'inspiration pour des solutions actuelles. De 1974 à 1981, une partie des efforts sur ce sujet s'appelait Projet **GAMA** : **G**roupe **A**SUAG **M**ontre **A**utolubrifiée. Parmi les sujets abordés, il y avait des amortisseurs de choc et des échappements en matière plastique, le Nickel chimique, l'utilisation de couches dures du LSRH comme le TiC en frottement sur le TiN et le MoS_2 sous forme de poudre ou sous forme de couches PVD réalisées chez ASUAG.

Pendant ce temps, de 1976 à 1981, la FH organisait un grand projet : « Lubrification par des huiles et graisses de la montre mécanique et électromécanique ainsi que de dispositifs comprenant un mouvement apparenté. Optimalisation des lubrifiants et de leurs conditions d'emploi en fonction de leurs supports ». Le titre montre clairement qu'à l'époque on savait qu'il y avait d'autres systèmes de lubrification que les huiles et les graisses. Ce projet a permis d'améliorer les huiles d'horlogerie. Un des points faibles qui avait été trouvé grâce à des mesures sur un Microtribomètre axe - palier diamètre 0.12 mm, c'est l'effet très défavorable de l'humidité sur les frottements à basse vitesse. De nouveaux additifs

optimalisés en quantité ont permis de supprimer cet effet défavorable. Les huiles ainsi formulées sont encore utilisées de nos jours.

Au LSRH, puis au CSEM, de 1973 à 1995, les projets sur les frottements secs et l'autolubrification se sont succédés. Certains projets, comme le développement de revêtements, avaient le soutien financier de la Confédération, au début sans partenaire industriel, puis avec un, puis avec plusieurs partenaires. Pour les recherches sur les frottements secs et l'autolubrification, les partenaires industriels étaient au début ASUAG seule, ensuite, les manufactures horlogères se sont fortement impliquées dans ces travaux. Des fournisseurs de revêtements, des sociétés de l'aéronautique et du spatial participaient également à ces projets multipartenaires. Outre des développements originaux (avec le soutien de la CTI), les travaux portaient sur de la documentation et la caractérisation de produits existants. La littérature spécialisée était analysée, copiée, commentée, les nouveaux produits étaient testés et comparés aux autres solutions existantes ou développées. Cette partie des travaux ne bénéficiait pas du soutien de la Confédération, le financement était assuré par les partenaires industriels. Les sociétés ou associations qui ont participé depuis le début à ces travaux disposent à présent d'une banque de données tribologiques très étoffée. De tous ces travaux, on montre quelques aspects originaux ci-après.

De 1973 à 1980, les travaux au LSRH ont porté (ou continué à porter sur) le dépôt et la caractérisation de couches dures de TiC, TiN, Cr-C, HfC, de borurations. Des comportements très intéressants en frottement et en usure ont été obtenus avec la combinaison TiC contre TiN [15,16]. Des couches de Co et des couches composites de Ni avec inclusions de PTFE, BN, SiC, SiO_2, TiO_2, Cr_2O_3 ont été développées. Des couches tendres comme le PTFE par photopolymérisation ont également été réalisées.
Pour caractériser ces couches, et étudier les frottements, des appareils et des méthodes de test ont été développés, comme le Microtribomètre, le Microbalisaomètre, le Variocouple, les Tribomètres type bille-disque et les Scratch tests. Ces deux derniers ont été vendus sur la planète entière et continuent à bien se vendre.

De 1980 à 1984 (fin du LSRH), des travaux importants ont été réalisés sur les couches de MoS_2 déposées par PVD. Le MoS_2 classique par PVD présente quelques difficultés à l'air humide [17]. Le frottement et la durée favorable en frottement sont les plus mauvais vers 70% d'humidité relative (fig. 2 et 3). Pour le spatial, ce défaut est maîtrisable si on limite les tests à humidité ambiante.

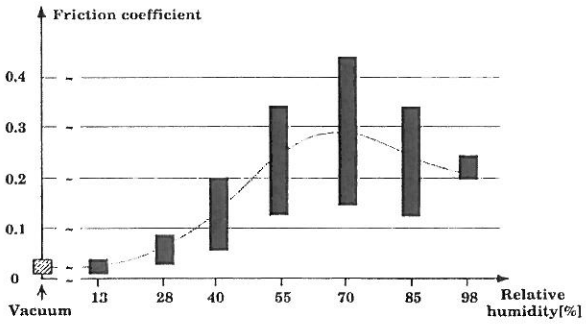

Fig. 2 : Effet de l'humidité sur le comportement tribologique de couches PVD de MoS_2 ; coefficient de frottement en glissement contre de l'acier en fonction de l'humidité relative ou du vide [17]

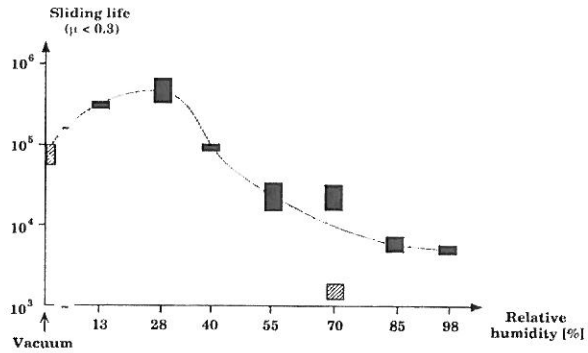

Fig. 3 : Effet de l'humidité sur le comportement tribologique de couches PVD de MoS_2 ; durée du fonctionnement favorable en glissement contre de l'acier en nombre de tours jusqu'à un coefficient de frottement de 0.3 [17]

Pour des applications en horlogerie, diverses voies ont été explorées pour éviter l'effet néfaste de l'humidité. Des additifs comme : S, Sb, Sb_2S_3, S+Pb, Ag, PTFE, PbO ont été co-déposés dans la couche. Passablement de sous-couches ont été testées à l'état brut ou après modification par plasma. Les meilleurs résultats ont été obtenus avec une couche intermédiaire de Rhodium sulfurée par plasma avant la déposition d'une couche de MoS_2-PTFE, voir le résumé des résultats tribologiques dans le tableau 1 [18]. Les frottements étaient mesurés avec une bille en rubis, ce qui montre le souci de fournir des solutions pour l'horlogerie. Avec la couche développée et sa sous-couche spéciale, on arrive à éviter les mauvais comportements du MoS_2 à l'air humide. Du MoS_2 épais et à structure compacte [19], a également été développé. Ce type de MoS_2 présente un meilleur comportement à l'air humide que le MoS_2 classique par PVD. Pour certains types de structure de la couche, la durée favorable en frottement est proportionnelle à l'épaisseur (fig. 4) [20].

Humidité relative	Nombre de tours jusqu'à un coefficient de frottement de		
	0.1	0.2	0.3
< 20 %	284'000	284'000	284'000
52 %	-	> 4'005'000	-
> 97 %	422'600	660'000	660'000

Tab. 1 : Comportement en frottement de couches de MoS_2-PTFE déposées sur une sous-couche de Rh chimiquement activée par plasma en présence de H_2S [18]. Frotteur : bille en rubis diamètre 6 mm, charge 5N, vitesse : 1 cm/s

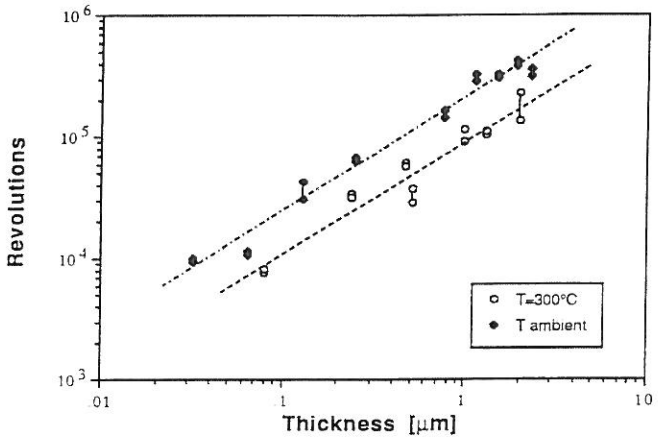

Fig. 4 : Durée du frottement favorable en nombre de tours jusqu'à un coefficient de frottement de 0.3, en fonction de l'épaisseur. Frotteur bille en acier 100Cr6, air sec, dépositions réalisées avec des échantillons maintenus à température ambiante ou chauffés à 300°C [20]

Des couches composites MoS_2-Au ont également été réalisées et montraient un comportement à l'air humide meilleur que celui du MoS_2 classique. Ces couches étaient encore plus performantes sur sous-couche de Rhodium (avec un frotteur en rubis) [21].

L'usure, le frottement et la résistance électrique de contact ont été étudiés pour des couches destinées à des contacts électriques. La composition de la couche a pu ainsi être optimalisée [22].

Une forme originale d'autolubrification ou de lubrification avant montage a été trouvée : on lubrifie le contact mécanique avec une couche qui renferme de l'huile sous la forme de micro-gouttes dispersées. On utilise ainsi l'usure pour attraper l'huile incluse, cette huile permet de diminuer le frottement et l'usure juste là où cela est nécessaire [23]. Sur la figure 5, on voit le principe de cette lubrification. Cette manière de lubrifier avant montage a été mise en pratique tout d'abord avec des liants organiques. Ensuite, on l'a appliquée à des couches métalliques et plus tard, à des élastomères. Les développements de couches métalliques à inclusions d'huile ont débuté au LSRH puis continué au CSEM. Avec un liant organique, il suffit de choisir une huile qui se retrouve non dissoute dans le liant une fois que celui-ci a durci [24]. On peut utiliser des huiles fluorées insolubles ou des huiles silicone ou paraffiniques à faible dissolution. Dans ce cas, la quantité doit être supérieure à la limite de solubilité [25] (fig. 6). Les vernis ainsi lubrifiés sont nettement plus performants que les solutions classiques à lubrifiants secs (fig. 7).

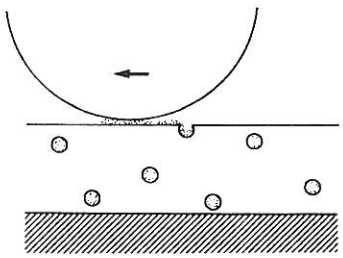

Fig. 5 : Autolubrification par des gouttes d'huile non dissoutes, dispersées dans un liant. Le liant s'use jusqu'à ce que de l'huile soit libérée. L'usure permet de diminuer l'usure [23,24]

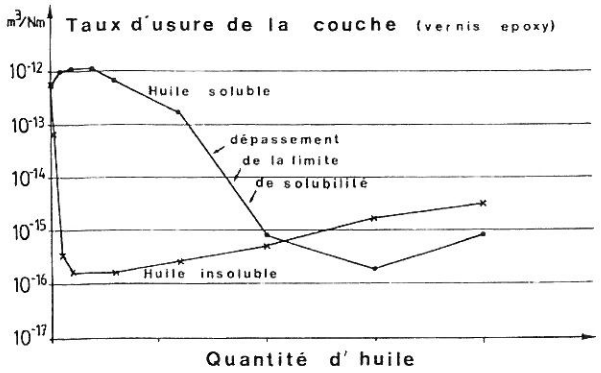

Fig. 6 : Effet de l'insolubilité dans le liant sur l'usure en frottement de couches composites vernis + huile [25]

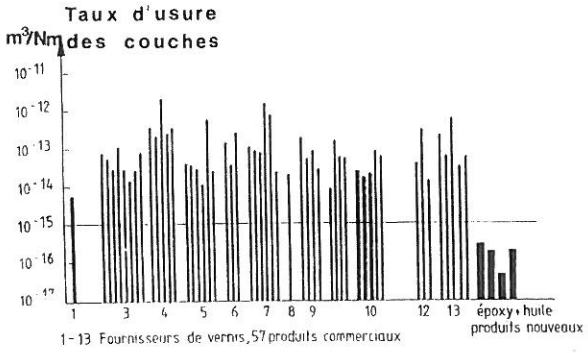

Fig. 7 : Comparaison en frottement contre de l'acier entre des vernis à inclusions d'huile et 57 vernis de glissement commerciaux [25]

De 1985 à 1995 au CSEM, les développements pour l'autolubrification se sont poursuivis. Dès 1986, des échantillons de couches de carbone amorphe (ou DLC, diamond-like carbon ou a-C:H) ont été obtenus et testés. Les résultats tribologiques intéressants ont incité un des partenaires à se lancer dans ce type de déposition. Cela a permis de tester ses couches sous passablement de conditions. L'un des résultats les plus intéressants a été obtenu en frottant la couche de carbone amorphe contre du TiC poli : le coefficient de frottement est faible et n'est pas sensible à l'environnement [26] (fig. 8). L'usure est faible sous vide et à l'air pour toutes les humidités. L'usure totale est même un ordre de grandeur plus faible qu'avec du MoS_2 PVD classique (fig. 9).

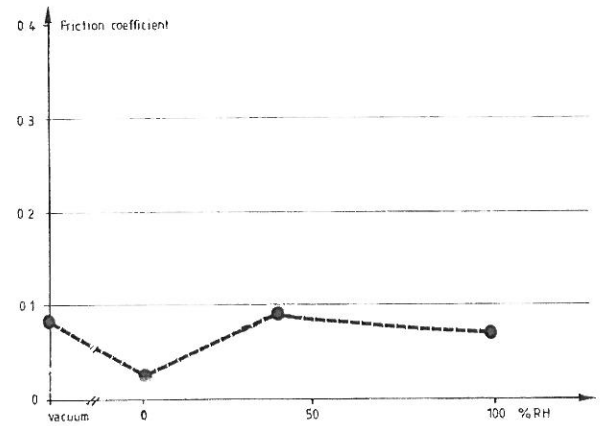

Fig. 8 : Coefficient de frottement sous vide et à l'air sous différentes humidités dans le cas d'une bille en acier revêtue de TiC, polie, en frottement contre une couche de DLC [26]. Test avec 5N, 10 cm/s, bille diamètre 6 mm. (Cette figure est à comparer avec la fig. 2)

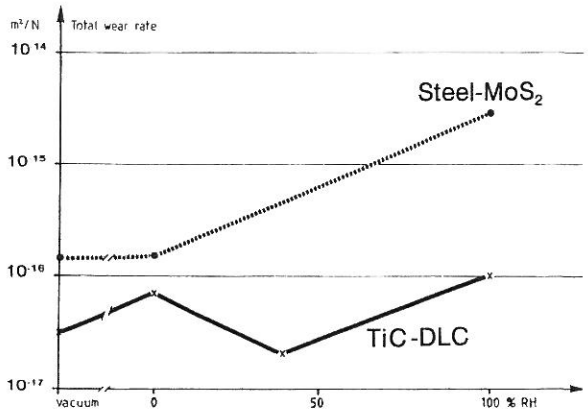

Fig. 9 : Comparaison de l'usure totale finale obtenue sous vide et à l'air sous différentes humidités avec, d'une part, une bille en acier revêtue de TiC, polie, en frottement contre une couche de DLC et, d'autre part, une bille en acier contre une couche de MoS_2 PVD classique [26]. Tests avec 5N, 10 cm/s, billes diamètre 6 mm

Les **alliages cuivreux** étaient difficiles à lubrifier. Avec une huile ou une graisse, même appropriée, le frottement reste élevé, irrégulier, l'usure est rapide et donne une grande quantité de particules qui assèchent rapidement le lubrifiant liquide. Des solutions en frottement sec ont été cherchées. Après passablement de travaux, une solution très performante a été trouvée [27]. Sur le laiton ou le CuBe, il suffit de mettre une couche de Ni chimique (Ni-P), de la couvrir d'un flash d'or et de faire un traitement thermique pour durcir le Ni-P. Lors du frottement, le flash d'or agit comme un 3ème corps malléable, tendre, qui se re-soude un peu plus loin et ainsi s'utilise un grand nombre de fois. Sur la figure 10, on trouve le coefficient de frottement et le taux d'usure suivant les matériaux utilisés [28]. La solution

développée permet d'avoir un frottement équivalent à celui de la graisse et une usure qui est d'un ordre de grandeur plus faible. Si le frotteur a une surface en Chrome, l'usure diminue encore fortement. Cette solution est employée dans passablement de mobiles horlogers. Le traitement thermique peut être effectué à la fin ou avant la déposition du flash d'or. Cela complique un peu les opérations, mais le comportement en usure est un peu meilleur comme on le voit sur la figure 11.

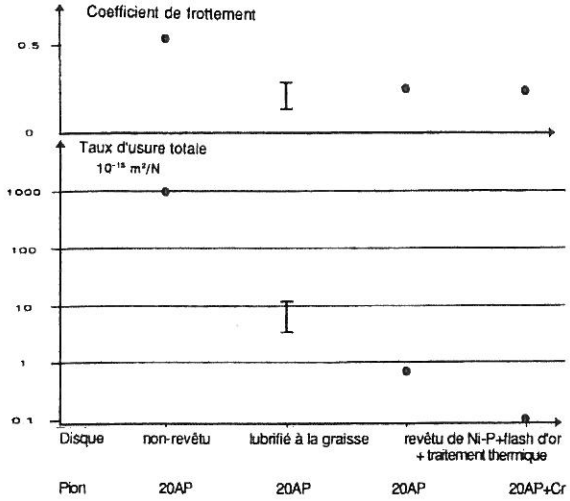

Fig. 10 : Frottement et usure avec des disques en laiton testés sous différentes conditions avec une charge de 1N, des pions de diamètre 3 mm, une vitesse de 1 cm/s [28]

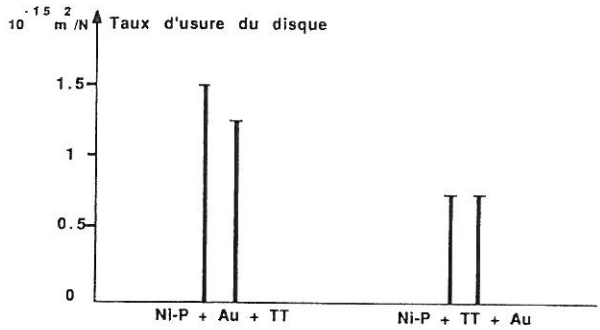

Fig. 11 : Effet de l'ordre des opérations sur l'usure des disques en laiton avec revêtement, testés avec une charge de 1N, des pions de diamètre 3 mm, une vitesse de 1 cm/s

Pour l'horlogerie, l'autolubrification a été cherchée également au niveau des paliers en céramique. Après passablement de travaux tribologiques sur des céramiques à base de zircone ou d'alumine, des céramiques composites ont pu être développées grâce à Comadur au Locle. Les meilleurs comportements [29] ont été obtenus avec une céramique poreuse à structure très fine et dont les pores sont en partie constitués de graphite (fig. 12). De l'huile est imprégnée sous vide dans les pores et dans le graphite. Comme les pores ne sont pas totalement ouverts, la surface de la céramique n'est pas trop abrasive vis à vis d'un frotteur, même de petite taille.

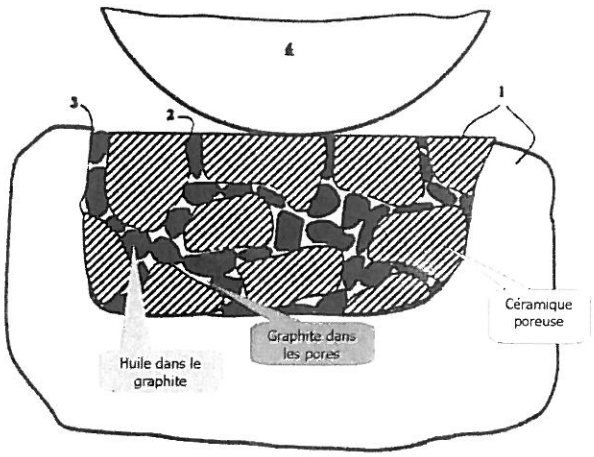

Fig. 12 : Céramique autolubrifiante [29]

Passablement de couches composites autolubrifiantes ont été réalisées et testées. Les matrices métalliques étaient le plus souvent en Ni-P ou Co, les inclusions variées : Ag, CaF_2, graphite, PTFE, BN, huile ; le tout à l'état brut ou couvert d'un flash Au ou Ag.

Ces travaux sur les co-dépositions ont permis de réaliser des revêtements métalliques composites contenant de l'huile. Des couches fines, adhérentes, solides (malgré les inclusions d'huile), ont été obtenues, testées et améliorées [30]. Pour co-déposer de l'huile liquide dans une couche métallique, la meilleure solution était d'enfermer l'huile dans un polymère. On réalise des microcapsules comme on en voit sur la figure 13. Des couches de 3 µm d'épaisseur (fig. 14), renfermaient l'huile nécessaire à la future lubrification. Les couches composites se sont également avérées très favorables pour les contacts électriques glissants. Des inclusions de poudre de PTFE, matière qui est pourtant isolante, ont permis d'avoir un frottement faible et stable et une résistance électrique du contact faible. Cela semble paradoxal, mais la résistance électrique en glissement augmente fortement dès qu'il y a des micro-grippages car le contact s'interrompt. Avec le PTFE, il n'y a pas de grippage et la couche isolante est extrêmement fine, d'où une faible résistance électrique.

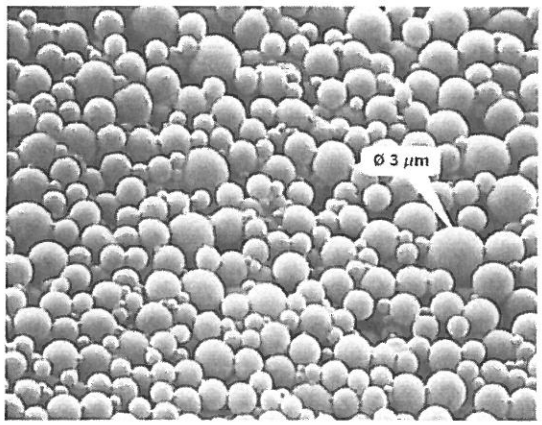

Fig. 13 : Microcapsules contenant de l'huile destinées à être co-déposées dans une couche de Ni-P, [30]

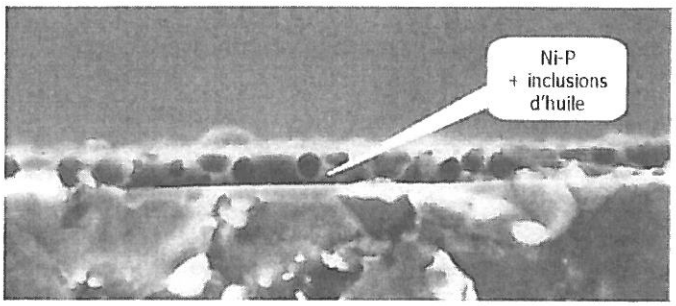

Fig. 14 : Couche composite autolubrifiante, épaisseur 3 µm, [30]

Le projet AUTOLUB mené par l'ASRH a fait le point sur les meilleures solutions possibles en 1995 pour se passer de lubrification liquide. Des résultats intéressants ont été obtenus avec des couches de carbone amorphe. M. Maillat avait montré que les meilleures performances étaient obtenues avec une couche de carbone amorphe et de l'huile. Personne n'a voulu essayer en horlogerie. C'est pourtant ce qui est utilisé pour les moteurs de F1 qui ne pourraient pas fonctionner sans cela.

Après 1995, le CSEM a continué quelques travaux sur des couches composites PVD pour applications tribologiques. Les entreprises horlogères ont commencé à développer leurs propres méthodes de lubrification sèche. Pour ces travaux, tout reste secret jusqu'à ce que le résultat apparaisse dans la presse horlogère. L'emploi de pièces en Mimétal ou en silicium, de même que les couches de diamant lisses de chez Diamaze ou les pièces en diamant massif offrent de nouvelles possibilités.

De 1997 à 2001, le Laboratoire Dubois, lors d'un projet multipartenaires a trouvé différentes formes de lubrification pour les élastomères [31]. Grâce à la société Biwi, des joints refermant de l'huile ont pu être réalisés. L'huile est introduite par malaxage mécanique dans la matière première déjà formulée, avant la mise en forme et la vulcanisation.

De **2004 à 2008**, passablement de combinaisons de revêtements et de matières massives à la fois esthétiques et efficaces ont été sélectionnées pour assurer une autolubrification des systèmes du type came-suiveur dans les complications. Ces solutions trouvées sur tribomètre ont été testées sur des pièces horlogères et ont donné à sec des comportements voisins de ceux de solutions graissées. Les participants à l'étude disposent de tous les résultats, les autres ne peuvent les connaître.

Il en est de même pour l'étude multipartenaires « La tribologie pratique du silicium » qui se termine début **2009**.

Pour réussir une autolubrification, suite à toute l'expérience accumulée et en partie décrite ci-dessus, on peut suggérer deux **recommandations** importantes.

Pour avoir **un frottement faible**, il faut un troisième corps qui nécessite peu d'énergie pour être cisaillé, par exemple, les produits organiques, les couches très fines d'or, le MoS_2 avec sa structure lamellaire.

Un faible frottement ne sert pas à grand chose si la durée d'efficacité n'est pas assez longue. Pour avoir de **longues durées de vie** en autolubrification plusieurs voies existent.

Le produit lubrifiant ne doit pas être perdu entre deux passages. Les micro-gouttes d'huile, les particules d'usure du MoS_2, du carbone amorphe ou des couches d'or se déposent sur le frotteur puis sont déposées ou soudées plus loin sur le chemin de frottement. Ce collage ou soudage est parfois en contradiction avec le faible frottement par cisaillement, c'est ce qui fait la difficulté du procédé.

Si le produit lubrifiant risque d'être perdu au fur et à mesure des passages, on peut contourner la difficulté avec des réservoirs plus importants de produit lubrifiant, par exemple de l'huile dans la matière sous la surface, des couches de MoS_2 plus compactes et plus épaisses.

Le produit lubrifiant peut aussi être renouvelé par l'environnement. Des couches d'oxyde se forment au fur et à mesure qu'elles s'usent, comme sur le silicium. Des produits organiques sont captés au point de frottement avec des matières comme le Rhodium ou le Palladium.

Conclusion

La lubrification reste un souci majeur pour l'horlogerie mécanique.
La lubrification sans huile apportée au moment du montage fait l'objet de recherches depuis plus de 40 ans.
La suppression de l'huile est possible dans certains cas. Les recherches permettent de multiplier les combinaisons de matières ou de revêtements donnant une certaine forme d'autolubrification, même sans huile.

Références

[1] PATIN J.-F., MAILLAT M., HINTERMANN H. E. « Use of MoS_2 applied by PVD in space mechanisms ». ESA SP-231, p. 173

[2] PRAT P. « Contribution à l'étude de la lubrification fluide en ambiance spatiale. Approche expérimentale de la réalimentation ». Thèse 97 ISAL0018

[3] WOOG P., GIVAUDON J. « Influence de certaines émanations sur l'altérabilité des lubrifiants ». *CIC 1937*- 69

[4] PASQUIER H. « La Recherche & Développement dans l'industrie horlogère suisse 1900-1970 ». *Bulletin SSC n°*58, septembre 2008, p. 47

[5] STEINEMANN S. « The Role of Physics in the Chemistry of Lubricants ». *La Suisse horlogère et Revue internationale d'horlogerie 77* [International Edition in English], Août 1962, n°2, p. 29

[6] HINTERMANN H. E. « Une décennie de progrès réalisés au LSRH par la recherche dans le frottement et l'usure ». *La Suisse Horlogère,* 1968, n°29, p. 1077

[7] RANDIN J.-P., HINTERMANN H. E. « Influence de la teneur en phosphore sur les propriétés mécaniques des revêtements de nickel déposés par voie chimique ». *Journal Suisse d'Horlogerie* [édition suisse], 1967, n° 5/6, p 211

[8] HINTERMANN H. E. « La déposition chimique en phase gazeuse ». *La Suisse Horlogère 82*, 1967, n° 22, p. 687

[9] HINTERMANN H. E., GASS H. « Comportement comparatif au frottement et à l'usure de nouveaux matériaux utilisés dans l'ultravide ». *Actes du Colloque International de Chronométrie*, Paris, septembre 1969. C21

[10] HINTERMANN H. E., AUBERT F. « Comportement au frottement et à l'usure des revêtements de TiC déposés par CVD ». *Bulletin de la SSC & LSRH*, 1973, vol. VI, p. 435

[11] LSRH, « Chromisation d'axes en acier à pivots coniques pour instruments ». *La Suisse Horlogère, 1975, vol. 2*

[12] HINTERMANN H. E., BONETTI R., BREITER H. « CVD of Boron ». *Chemical Vapour Deposition, Fourth International Conference*, 8-11 October 1974

[13] HINTERMANN H. E., TRIQUET C. « Bronzes autolubrifiants élaborés par frittage des poudres coprécipitées et coréduites ». *Journal Suisse d'Horlogerie* [édition suisse], 1968, n° 11/12, p.399

[14] AUBERT F., GASS H., HINTERMANN H. E. « Alliage Autolubrifiant Argent-Indium ». *Bulletin de la SSC & LSRH*, 1973, vol. VI, p. 447

[15] HINTERMANN H. E. « Reibung-und veschleissmindernde Schichten nach PVD und CVD ». *VDI-Berichte*, 1984, Nr. 506

[16] MAILLAT M., HINTERMANN H. E. « Inventaire des revêtements autolubrifiants, durs, tendres, composites et successifs ». *Polysurface Mécanique '93*, 5ème colloque franco-suisse AFTS-ARETS-SST, 24 septembre 1993, Neuchâtel

[17] MAILLAT M., MENOUD C., HINTERMANN H. E., PATIN J.-F. « Tribological Properties of PVD-Applied MoS_2 Coatings used on Space Mechanisms ». *Proc. Fourth European Symposium on Space Mechanisms and tribology*, Cannes, France, 20-22 September 1989 (ESA SP-299, March 1990), p. 53

[18] MAILLAT M., NIEDERHÄUSER P., HINTERMANN H. E. « Revêtements autolubrifiants à base de MoS_2 conçus pour résister à l'humidité ». *Société Suisse de Chronométrie, 58ème Congrès*, Bienne, 14-15 octobre 1983, p. 65

[19] MÜLLER C., MENOUD C., MAILLAT M., HINTERMANN H. E. « Thick and Compact MoS_2 Coatings ». *Proc. Fourth European Symposium on Space Mechanisms and tribology*, Cannes, France, 20-22 September 1989 (ESA SP-299, March 1990), p. 267

[20] MAILLAT M., CHOLLET L., HINTERMANN H. E., COSTA D., LEVY F. « Tribology of MoS_2 : Effect of film Thickness ». *Proc. Fourth European Symposium on Space Mechanisms and tribology.* Cannes, France, 20-22 September 1989 (ESA SP-299, March 1990), p. 295

[21] MENOUD C., ZEMING G., KOCHER H., HINTERMANN H. E. « Morphology and lifetime investigations of dry-lubricating MoS_2-based composite films deposited by RF-Sputtering ». *IPAT'87,* GB-Brighton, 27-29 May 1987

[22] MAILLAT M., PUIPPE J.-C., HINTERMANN H. E. « Tribological Behaviour of Pd-Ni-Co Electrodeposited Alloys ». *Proc. 13th International Conference on Electrical Contacts*, Lausanne, 1986, p.468

[23] MAILLAT M. « Vernis Lubrifiants à très Hautes Performances ». *Proc. Eurotrib*, Lyon, 9-12 septembre 1985

[24] MAILLAT M. Brevet CH 661 523, EU 0 132 716, JP 1 450 900, US 4 937 010

[25] MAILLAT M. « Revêtements autolubrifiants à inclusions d'huile ». *La Technique Moderne*, Mars-Avril 1987

[26] MAILLAT M., HINTERMANN H. E. « New Tribocoating Combination for Vacuum Operation ». *Proc. Fifth European Space Mechanisms and Tribology Symposium*, ESTEC Noordwijk, The Netherlands, 28-30 October 1992 [ESA SP-334], April 1993, p. 23

[27] MAILLAT M., MICHE M.-A., ESTOPPEY R. « Procédé de réalisation d'une composition lubrifiante sur une pièce micromécanique ». Brevet CH 681 370

[28] MAILLAT M., HINTERMANN H. E. « Lubrification et Autolubrification en Horlogerie ». *Actes de la Journée d'Etudes de la SSC*, 1993, Neuchâtel, p.3

[29] MAILLAT M., FAIVRE C., MICHE M.-A. « Matériau autolubrifiant et procédé de fabrication de pièces microtechniques en un tel matériau ». Brevet CH 683 479

[30] CIUREA L. « Revêtements autolubrifiants à base de Ni-P + inclusions d'huile, tests tribologiques et horlogers ». *Société Suisse de Chronométrie Actes du 63ème Congrès,* Grenchen, 20-21 octobre 1995, p. 23

[31] MAILLAT M. et SAVY P. « Lubrification et autolubrification des joints pour l'horlogerie ». *Actes de la Journée d'Etudes de la SSC,* 2001, Neuchâtel, p. 27