



HAL
open science

Pour une approche thermodynamique en tribologie

Karl Delbé

► **To cite this version:**

Karl Delbé. Pour une approche thermodynamique en tribologie: En vue de l'obtention de l'HABILITATION A DIRIGER DES RECHERCHES DE L'UNIVERSITE DE TOULOUSE. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université de Toulouse - Institut National Polytechnique de Toulouse (INPT), 2021. tel-04488222

HAL Id: tel-04488222

<https://hal.science/tel-04488222>

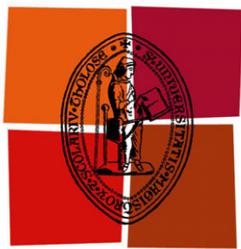
Submitted on 4 Mar 2024

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

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



Distributed under a Creative Commons Attribution - NonCommercial - NoDerivatives 4.0 International License



Université
de Toulouse

MÉMOIRE

En vue de l'obtention de

L'HABILITATION À DIRIGER DES RECHERCHES DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par : *l'Institut National Polytechnique de Toulouse (Toulouse INP)*

Présentée et soutenue le 16/03/2021 par :

KARL DELBÉ

Pour une approche thermodynamique
en tribologie

JURY

P. MONTMITONNET
Y. DESPLANQUES
J. CAYER-BARRIOZ
C. BOHER
J. DENAPE

Directeur de recherche
Professeur d'Université
Directrice de recherche
Maître assistant (HDR)
Professeur Émérite

Mine Paris Tech
Université de Lille
École Centrale de Lyon
IMT Mines-Albi
ÉNI de Tarbes

École doctorale et spécialité :

SDM : Sciences et génie des matériaux - CO034

Unité de Recherche :

Laboratoire Génie de Production

Correspondant :

Jean Denape

Rapporteurs :

Yannick Desplanques, Juliette Cayer-Barrioz et Christine Boher

Pour une approche thermodynamique
en tribologie

Karl DELBÉ

Sommaire

Sommaire	iv
Préface	vii
Synthèse de la carrière	ix
Avis du directeur	xv
Introduction	5
1 Période doctorale	7
2 Période académique	13
Introduction	33
3 Activités de recherche pré-académique	35
4 Activités de recherche académique	41
5 Projet scientifique	119
Annexes	133
A Production scientifique	133
B Encadrement doctoral et scientifique	143
C Responsabilités collectives	149
D Activités d'expertises	151
E Diffusion scientifique	153
F Rayonnement international	155
G Activités avec l'environnement socio-économique	157
Liste des acronymes	163
Table des figures	172

Liste des tableaux	173
Bibliographie	175
Table des matières	196

Résumé

CE manuscrit contient mes contributions les plus significatives en matière de tribologie. J'ai orienté mes activités de recherche principalement vers la formulation de premiers corps pour des applications tribologiques, l'analyse physico-chimique du troisième corps et la caractérisation thermique du tribosystème. Dans la lignée de Godet, Berthier et Denape, ces recherches m'ont amené à étendre le concept de circuit tribologique au moyen des systèmes ouverts en thermodynamique et à soumettre une proposition de bilan énergétique. Ces deux aspects constituent la base de mon projet scientifique pour l'avenir. Ce document rassemble une synthèse de mes activités pédagogiques à l'ÉNIT et de mes travaux scientifiques au LGP. Il décrit de manière exhaustive ma production scientifique, mon encadrement doctoral et les responsabilités que j'ai pu assumer depuis mon arrivée en 2009 jusqu'à fin 2020.

MOTS-CLEFS : Circuits tribologiques, mécanismes d'accommodation, Spectrométrie Raman, Bilan thermodynamique.

For a thermodynamic approach in tribology

Abstract

TIS manuscript contains my most significant contributions in tribology. I tailored my research activities mainly towards the formulation of first bodies for tribological applications, the physicochemical analysis of the third body and the tribosystem thermal characterization. In the line of Godet, Berthier and Denape, this research led me to extend the concept of tribological circuit with the mean of the open systems in thermodynamic and to submit a proposition for an energy balance. These two aspects constitute the basis of my scientific project to the future. This document brings together a synthesis of my pedagogical activities at ÉNIT and scientific works at LGP. It exhaustively describes my scientific production, my doctoral supervision and the responsibilities I have been able to assume since my arrival in 2009 until the end of 2020.

KEYWORDS : Tribological circuits, Accommodation mechanisms, Raman spectrometry, Thermodynamic balance.

Habilitation à Diriger des Recherches préparée au Laboratoire Génie de Production (E.A. 1905) Toulouse INP - ENI de Tarbes - 47 avenue d'Azereix - 65000 - Tarbes

Préface

La rédaction de ce manuscrit marque une étape dans ma carrière d'enseignant-chercheur. Il ne s'agit pas d'un travail individuel. J'ai pu l'accomplir dans un environnement bienveillant accompagné par de nombreux collègues qui ont avec moi un point commun la passion pour l'enseignement ou la recherche. Vous verrez apparaître ça et là leur nom dans ce manuscrit. Qu'il y trouve une expression de ma gratitude.

Ce document est à la destination de mes rapporteurs et examinateurs. Il rassemble les compétences que j'ai pu acquérir à travers la pratique d'un métier à multiples faces : la pédagogie, la recherche, et l'administration. Il est souvent écrit à la première personne, soit du singulier, soit du pluriel, puisque c'est un dossier qui doit faire apparaître ma contribution. Celle-ci n'a pu avoir lieu et avoir du sens qu'au sein d'une activité collective.

À travers un plan simple, j'espère avoir fourni les éléments qui permettront de vérifier la cohérence de mon parcours et de valider les exigences nécessaires à la direction de mon projet de recherche.

Deux parties constituent ce manuscrit qui débute avec une brève synthèse de ma carrière.

La première partie présente mes activités pédagogiques en suivant un rythme chronologique, depuis mes débuts, en doctorat, jusqu'à aujourd'hui. Cette partie comporte aussi des éléments qui ont trait aux responsabilités administratives et aux innovations didactiques auxquelles j'ai participé.

La seconde partie rassemble mes activités scientifiques les plus pertinentes. Elle décrit d'abord les travaux menés avant ma prise de fonction en tant que maître de conférences. Puis, elle contient les thématiques qui m'ont particulièrement intéressé depuis mon arrivée au Laboratoire Génie de Production et pour lesquelles j'ai fourni une contribution significative.

Le lecteur trouvera en fin de document des annexes typiques d'un dossier de suivi de carrière : avec des données relatives à la production scientifique, l'encadrement doctoral, les responsabilités collectives, et les activités de diffusion et de rayonnement. Enfin, un glossaire détaille les nombreuses abréviations utilisées dans ce manuscrit.

Synthèse de la carrière

Karl Delbé né le 20 décembre 1976 à Thiais (94)
Marié à Olivia Delbé,
une fille, Inès, née le 4 mai 2008,
et un fils, Guillaume, né le 1^{er} juillet 2016



Adresse personnelle : 11 ter rue du onze novembre,
65690, BARBAZAN-DEBAT

Maître de Conférences	École Nationale d'Ingénieurs de Tarbes
Nomination : 01/09/2009	Institut Nationale Polytechnique de Toulouse
Échelon 7	47 avenue d'Azereix, BP 1629, 65016
Classe normale	TARBES CEDEX
Activités de recherche	au Laboratoire Génie de Production
	47 avenue d'Azereix, BP 1629, 65016
	TARBES CEDEX

Tel : + 33 (0)6 37 03 10 13 ; Courriel : karl.delbe@enit.fr

Diplômes

- 1998 **Diplôme d'Études Universitaires Générales** Science de la Matière, Unité de Formation et de Recherche Sciences Exactes et Naturelles, Université des Antilles et de la Guyane (UAG).
- 2000 **Licence** de physique appliquée, UFR SEN, UAG.
- 2001 **Maîtrise** de physique appliquée, UFR SEN, UAG.
- 2002 **Diplôme d'Études Approfondies** en science des matériaux, Faculté de sciences, Université de Nantes.
- 2008 **Doctorat** en physique de l'UAG.

Parcours professionnelle

- 2000 **Stage de maîtrise** en physique appliquée (2 mois) au Groupe de Technologie des Surfaces et Interfaces (GTSI), EA 2432.
Calculs de structure de bandes des lubrifiants solides.
- 2000-2001 **Stage de recherche** (10 mois) au GTSI
Étude des interactions électroniques dans les lubrifiants à structure lamellaire.
- 2001 **Stage de recherche** (2 mois) au GTSI.
Étude des influences environnementales sur les expériences de tribologie : cas des lubrifiants solides.
- 2002 **Stage de Diplôme d'Études Approfondies** (5 mois) au Laboratoire de Chimie du Solide de l'Institut des Matériaux de Jean Rouxel.
Simulations de spectres ELNES et XANES par l'utilisation des premiers principes.
- 2002-2008 **Doctorat** en tribologie au GTSI, à l'UAG.
Contribution à la compréhension des propriétés tribologiques intrinsèques de composés lamellaires : Application aux composés d'intercalation du graphite.
- 2002-2005 **Moniteur** du Centre d'Initiation à l'Enseignement Supérieur Aquitaine-Outremer à l'UFR SEN, UAG.
- 2005-2006 **Attaché temporaire d'enseignement et de recherche de jouvence** à l'UAG
- 2006-2007 **ATER** à l'UAG
- 2007-2008 **ATER** à l'Institut Universitaire de Formation des Maîtres de Guadeloupe
- Depuis 2009 **Maître de Conférences** à l'ÉNIT, membre de l'équipe Interfaces et Matériaux Fonctionnels au Laboratoire Génie de Production

Activités pédagogiques

Depuis mon recrutement à l'École Nationale d'Ingénieurs de Tarbes (ÉNIT), mon service d'enseignement représente en moyenne 272 heures équivalents travaux dirigés (HETD). Sur les quatre dernières années, cette moyenne a été ramenée à **240 HETD**.

Depuis 2010, **responsable d'enseignements** : de thermodynamique, de théorie vibratoire et ondulatoire, sur les composites à matrice inorganique et à matrice biosourcée, de tribologie et de technique de caractérisation des matériaux.

En 2009 et 2019, **président du jury de BAC**.

De 2010 à 2020, **Rédacteur de sujets et correcteur du concours GEIPI POLYTECH**.

en 2016 et 2017, l'université de Pitești m'a accueilli en tant que **professeur invité** pour mener des enseignements sur les matériaux composites.

De septembre 2012 à août 2016, **responsable pédagogique** à l'ÉNIT du cursus du huitième semestre. Sur la même période, j'ai été **responsable l'unité d'enseignement (UE) associée aux projets tutorés**, et qui représente une gestion de 50 projets par an pour une centaine d'étudiants avec parfois des profils internationaux.

Depuis janvier 2014, **coordinateur académique de la mobilité internationale** auprès de la Direction de la Formation et de la Vie Étudiante (DFVE) à l'ÉNIT.

Activités de recherche

J'effectue depuis 2009 des recherches dans le domaine de la tribologie. Je suis accueilli au Laboratoire Génie de Production (LGP) dans l'équipe Interfaces et Matériaux Fonctionnels (IMF). Mes activités sont menées en compagnie du Pr Jean Denape, du Dr Jean-Yves Paris et du Dr Malik Yahiaoui. Mes travaux sont axés sur la **contribution à l'élaboration de matériaux aux propriétés tribologiques renforcées**, à la **caractérisation des mécanismes d'accommodation tribologique** par les méthodes spectroscopiques et en particulier la **spectroscopie Raman**. Je m'intéresse également à l'**évolution du champ thermique dans le tribosystème** afin d'en étudier le bilan d'énergie.

Articles dans des revues avec comité de lecture	16
Chapitre d'ouvrages	1
Communication orales sur invitation	1
Séminaires sur invitation	2
Communications avec actes dans des congrès internationaux	19
Communications avec actes dans des congrès nationaux	10
Communications orales sans acte	29
Communication par affiche	10

Une thèse soutenue, co-encadrée à 50 % et **deux thèses en cours**, co-dirigées à 50 % . J'ai également dirigé à 100 % **six étudiants de master 2**.

Examineur dans le jury de la thèse d'Élodie Cabrol.

Évaluateur dans le cadre de 2 appels d'offres : séminaires scientifiques Université franco-allemande (UFA) et un projet Évaluation-orientation de la COopération Scientifique (ECOS).

Expertises d'une quarantaine articles dans des journaux tel que Carbon, Wear, Tribology Letters, Polymers, Materials et Metals.

Participant à 2 projets européens (140 k€), et plusieurs projets régionaux dont 1 en tant que porteur, 1 en tant que participant, 1 en tant que responsable académique et 2 comme responsable scientifique . Contribution **3 projet locaux** (51,5 k€) dont 2 en tant que porteur.

Porteur 10 contrats de recherche dont 2 CIFRE (30 k€ et 60 k€)

Responsabilités collectives

De septembre 2011 à septembre 2019, **président de la Commission Électorale de l'ÉNIT.**

De décembre 2015 à décembre 2019, **membre suppléant au Conseil National des Universités (CNU) section 33** puis depuis décembre 2019, **membre titulaire au CNU section 33.**

En 2017, **membre du jury de recrutement** pour les académies de Bordeaux et de Toulouse de deux techniciens d'information documentaire et de collections patrimoniales.

En 2018, **président du jury de recrutement** pour les académies de Bordeaux et de Toulouse d'un gestionnaire des ressources humaines.

Depuis novembre 2019, **représentant élu** des maîtres de conférences au conseil du LGP.

Formations professionnelles

Depuis 2012, **Habilitation électrique BE essais.**

Depuis 2014, **Prévention aux risques chimiques.**

Depuis 2015, **Équipier de première intervention.**

Depuis septembre 2020, **Sauveteur secouriste du travail.**

Avis du directeur de l'unité de recherche

Lettre de Soutien

A la demande d'autorisation d'inscription de M. Karl DELBE
à l'Habilitation à Diriger des Recherches

Directeur

Jean-Yves FOURQUET
Tél. : 05 62 44 27 01
Mél. directeur@enit.fr

**Directrice Générale
des Services**

Laurence COURNOT
Tél. : 05 62 44 27 70
Mél. dgs@enit.fr

**Directeur de la Recherche
et du LGP**

Jean DENAPE
Tél. : 05 62 44 27 28
Mél. jean.denape@enit.fr

Directeur adjoint du LGP

Bernard ARCHIMEDE
Tél. : 05 62 44 27 34
Mél. bernard.archimede@enit.fr

Je connais très bien Karl DELBE pour avoir régulièrement travaillé avec lui depuis qu'il a intégré l'ENIT et le LGP en septembre 2009 en tant que maître de conférences. Il avait préalablement obtenu un doctorat de l'Université des Antilles et de Guyane en 2008, spécialité physique, dans le domaine de la tribologie. Il est actuellement membre de l'équipe de recherche Interfaces et Matériaux Fonctionnels (IMF) et travaille dans le groupe tribologie des interfaces que j'ai fondé lors de la naissance du laboratoire. Karl apporte à l'équipe une contribution importante dans le domaine de la physique expérimentale et plus particulièrement dans les analyses par spectrométrie Raman. Cette contribution permet d'approfondir les modèles de flux d'accommodation de matière décrivant l'usure des matériaux en conditions non lubrifiées, modèle central développé par le groupe depuis des années.

Après avoir été en support des thèses en tribologie de l'équipe, Karl a ensuite occupé une place prépondérante dans la thèse de S. Lafon-Placette (CIFRE, soutenue en 2015) et conduit celle de M. Doumeng (CD, depuis 2018) et celle de L. Rodriguez (CIFRE, depuis 2019) en bénéficiant d'une dérogation de l'ED SdM pour en assurer la codirection. Sa production scientifique est de 13 publications dans des journaux internationaux ou des *special issues* et 46 communications dans des congrès nationaux ou internationaux.

Karl est très investi à la fois dans la recherche et dans l'enseignement. Il a participé à 3 projets partenariaux (un projet Région, un Interreg avec l'Aragon et un CTP avec le Pays Basque espagnol). Il a depuis été porteur d'un projet soutenu par la Région et partenaire d'un autre avec l'IRT St-Exupéry. De plus, il a mené activement l'acquisition d'un tribomètre commercial en 2018 (140 k€) dans le cadre du dernier CPER. Coté enseignement, il est très apprécié par les étudiants, s'investit dans des méthodes pédagogiques innovantes et s'est engagé dans des responsabilités pédagogiques, en particulier sur la mobilité internationale des étudiants. Coté rayonnement, il a été invité à participer au jury d'une thèse (Toulouse 2015), a été évaluateur de 2 appels d'offre et a réalisé plus d'une vingtaine de relectures critiques pour des revues internationales.

Au final, Karl possède toutes les qualités humaines, de disponibilité et de dynamisme attendues d'un enseignant chercheur accompli. Il est capable de porter une thématique scientifique et attirer vers lui des collègues. Cet ensemble justifie ma volonté d'accompagner sans réserve Karl DELBE dans sa demande d'autorisation d'inscription à l'Habilitation à Diriger des Recherches.

Tarbes, le 18 juin 2019

Pr. Jean DENAPE
Directeur de la Recherche et du LGP



Activités Pédagogiques

"When one teaches, two learn."
Robert Heinlein

Introduction

Mes activités pédagogiques démarrent avec ma thèse de doctorat. Dès 2002, j'ai l'occasion de réaliser un contrat de **moniteur avec le Centre d'Initiation à l'Enseignement Supérieur (CIES)** d'Aquitaine Outremer. Mon service reposait sur un service de 64 heures équivalents travaux dirigés (HETD) dispensées à l'Unité de Formation et de Recherche (UFR) aux Sciences Exactes et Naturelles (SEN) de l'Université des Antilles et de la Guyane (UAG)¹.

J'ai continué des activités d'enseignement comme **Attaché temporaire d'enseignement et de recherche (ATER) de jouvence** de 2005 à 2006 puis **ATER**, de 2006 à 2007. Ces emplois correspondaient alors à un travail à temps partiel de 96 HETD. Le public concerné participait au cursus de premier, second et troisième cycle universitaire de l'UFR aux SEN à l'UAG.

Enfin, entre 2007 et 2008, j'ai accompli un contrat d'**ATER à temps plein à l'Institut Universitaire de Formation des Maîtres (IUFM)** de l'académie de Guadeloupe². Mes cours s'adressaient aux étudiants des classes préparatoires au concours du certificat d'aptitude au professorat de l'enseignement du second degré (CAPES) de physique-chimie.

La rentrée universitaire de septembre 2009 marque le début de mon activité académique à l'ÉNIT comme **maître de conférences de classe normale**. Je produis mes premiers cours magistraux et je prends la responsabilité de quelques enseignements. Je coopère avec des membres de laboratoire installé sur le site, le Laboratoire Génie de Production (LGP), et plus particulièrement ceux de l'équipe Interfaces et Matériaux Fonctionnels (IMF). Cette équipe anime à la fois des thématiques de recherche en lien avec les matériaux et les cours assimilés. Mon service contient statutairement 192 HETD. Je dépasse régulièrement ce quota, compte tenu du faible taux d'encadrement à l'ÉNIT. Depuis 2009, j'ai une moyenne de 270 HETD. J'ai pu réduire cette moyenne est à 240 HETD, de 2016 à 2020, grâce au soutien de mes collègues enseignants et des équipes administratives.

Depuis mon arrivée à l'ÉNIT, mes leçons s'adressent aux élèves en formation d'ingénieurs, soit sous statut d'étudiant, soit sous statut d'apprenti. J'interviens aussi régulièrement dans l'encadrement de stages, soit en tant que tuteur académique ou dans le rôle du tuteur industriel. J'effectue aussi des missions administra-

1. depuis 2015, Université des Antilles

2. depuis 2013, École Supérieure du Professorat et de l'Éducation (ÉSPÉ) de Guadeloupe, puis en 2019 Institut National Supérieur du Professorat et de l'Éducation (INSPÉ) de Guadeloupe

tives pour la DFVE de l'ÉNIT. Ainsi, j'ai pris la **responsabilité du huitième semestre** entre 2012 et 2016 et je suis le **coordinateur pédagogique pour la mobilité internationale** depuis janvier 2014. J'ai également eu l'occasion d'enseigner à l'internationale en 2016 et 2017 au sein de l'université de Pitești comme **professeur invité**.

1 Période doctorale

À partir de 2002, j'ai effectué des activités d'enseignement à l'UFR SEN. Cette faculté de sciences exactes est située sur le campus universitaire de Fouillole en Guadeloupe. Il est de coutume que les jeunes chercheurs n'interviennent pas dans en cours magistraux (CM). Mon service a donc fait l'objet principalement de travaux dirigés (TD) ou de travaux pratiques (TP). Les classes comprenaient la première année de licence¹ jusqu'à la première année de master². Jusqu'en 2006, les disciplines que j'enseignais étaient majoritairement tournées vers la physique appliquée.



FIGURE 1.1 : Université des Antilles, pôle Guadeloupe.

En 2007, j'ai participé à la préparation au concours du CAPES de physique-chimie à l'IUFM de la Guadeloupe. J'y ai assuré des enseignements orientés vers la pédagogie des sciences. J'aidais les élèves à élaborer des montages de physique et je leur indiquais des critiques constructives. Je leur proposais un accompagnement pour les épreuves sur dossier.

1.1 Moniteur du Centre d'Initiation à l'Enseignement Supérieur Aquitaine-Outremer de 2002 à 2005

Dès mes premières années de thèse, l'équipe de recherche du Groupe de Technologie des Surfaces et Interfaces (GTSI) et l'équipe pédagogique de l'UFR SEN de l'UAG m'ont proposé d'effectuer des enseignements variés. Leur démarche était fondée sur l'idée que les études doctorales devaient permettre de former des chercheurs, mais aussi des enseignants-chercheurs. Mon directeur de thèse, le Pr Jean-

1. À ce moment-là, intitulé le Diplôme d'Études Universitaires Générales (DEUG)

2. À l'époque, nommée la licence



FIGURE 1.2 : Institut Universitaire de Formation des Maîtres de Guadeloupe.

Louis Mansot m'a naturellement invité à présenter ma candidature en tant que moniteur du CIES Aquitaine-Outremer. J'étais réticent à accepter cette occasion, car la charge de 64 HETD pouvait agir négativement sur mon activité de recherche. Mais, il m'offrait aussi la meilleure manière de progresser : en enseignant.

Les 64 heures du contrat de moniteur étaient réparties en TD et de TP. Ces heures étaient dédiées aux premières et deuxièmes années de DEUG *Science de la Matière (SM)* et *Mathématiques, Informatique et Applications aux Sciences (MIAS)* ainsi qu'aux étudiants de maîtrise de *science physique*. Dès lors, je n'ai plus arrêté d'enseigner, car c'est l'une de mes plus grandes sources de plaisir dans ce métier.

La liste qui suit déroule les enseignements produits pendant cette période :

- Optique (entre 14 et 26,7 HETD), TP en DEUG SM 1^{re} année ;
- Mécanique du point (16 HETD) TP en SM 1^{re} année ;
- Mécanique relativiste (12 HETD jusqu'en 2004) TD en MIAS 1^{re} année ;
- Électromagnétisme (18 h) TD en SM 2^e année.

Ma participation périodique aux ateliers du monitorat proposés par le CIES m'a permis de suivre une formation pédagogique qui s'est avérée très utile pour le reste de ma carrière, en particulier ceux animés par le metteur en scène Claude Antoniazzi. J'ai contribué en outre à la rédaction de deux documents à diffusion limitée : le premier, sur le thème du métier de l'enseignant-chercheur à destination des autres doctorants [1], le second, sur la mobilité administrative des enseignants-chercheurs [2].

1.2 Attaché temporaire d'enseignement et de recherche de jouvence de 2005 à 2006

J'ai bénéficié d'un contrat d'ATER de jouvence à l'UAG à temps partiel. Ce dispositif devait permettre le rajeunissement et l'élargissement du vivier destiné au recrutement des maîtres de conférences. Il accompagnait la création exceptionnelle de 1000 postes réservés à la recherche universitaire en 2005. Mon service statutaire

comprenait 96 HETD partagées en séances de TD et de TP pour la première, la deuxième année de DEUG et de licence de physique. Pendant ce contrat, j'ai commencé mes interventions auprès des étudiants de second cycle de l'UFR SEN.

Le service était réparti comme suit :

- Optique (40 HETD), TP en DEUG SM 1^{re} année ;
- Mécanique du point (16 HETD) TP en SM 1^{re} année ;
- Électromagnétisme(18 HETD) TD en SM 2^e année ;
- Méthodologie (19,3 HETD) TD et TP en licence.

1.3 Attaché temporaire d'enseignement et de recherche de 2006 à 2007

En 2006, je me présente au poste d'ATER à l'UAG à temps partiel. Les séances de travaux dirigés alternent avec les travaux pratiques. Le public provient des premières, deuxièmes et troisièmes années de licence. Les 96 HETD sont réparties sur des enseignements d'optique, d'électricité, de mécanique du point et d'électromagnétisme.

Je dispense les enseignements suivants :

- Optique (8 HETD) TP en Licence 1 ;
- Optique et électricité (8 HETD) TP en Licence 2 ;
- Mécanique du point (10 HETD) TP en Licence 2 ;
- Électromagnétisme (14 HETD) TD en Licence 2 ;
- Méthodologie (19 HETD) TD et TP en Licence 3 ;
- Outil Informatique et Multimédia (12 HETD) TD en Licence 3 ;
- Projet Personnel Encadré (10 HETD) TD et TP en Licence 3.

1.4 Attaché temporaire d'enseignement et de recherche de 2007 à 2008

À l'IUFM de la Guadeloupe, j'ai été ATER à temps plein. D'une part, je suis intervenu dans des classes de première année de licence à l'UAG au titre de la coopération avec l'IUFM à propos de la connaissance du système éducatif et l'exercice des métiers de l'éducation. D'autre part, les séances de montages de physique, de critiques de montage, d'épreuves sur dossier et de critiques représentaient la majorité du service. La promotion, dont j'avais la charge, préparait le CAPES de Physique/Chimie.

Cette expérience à l'IUFM se différencie des précédentes à la faculté de sciences : les apprenants envisageaient d'accéder aux fonctions d'enseignant par le biais du concours. Les attentes des candidats devenaient plus importantes. Je ne formais plus uniquement des étudiants, mais des aspirants à l'enseignement. Les postulants

faisaient preuve d'une grande motivation et d'une volonté de réussite considérable, que j'ai plus rarement en faculté de science. De plus, les matières telles que la critique de montage faisaient appel non seulement à toute la physique expérimentale, mais aussi, à la pertinence didactique des séquences proposées par chaque prétendant au concours.

Bilan des cours effectués sur l'année universitaire 2007-2008 :

- Optique géométrique (4,5 HETD), préparation écrite au CAPES de Physique/Chimie ;
- Montage de Physique (17 HETD), préparation orale au CAPES de Physique/Chimie ;
- Épreuve orale sur dossier et critique (13 HETD), préparation orale au CAPES de Physique/Chimie ;
- Connaissance du système éducatif (6 HETD) TP en Licence 1.

1.5 Bilan pédagogique de la période doctorale

Mes années de moniteur du CIES puis d'ATER à l'Unité de Formation et de Recherche (UFR) m'ont beaucoup apportée, surtout grâce à l'équipe d'encadrement et en particulier, le P^r Jean-Louis Mansot et la P^r Laurence Romana.

Le tableau 1.1 présente un bilan de tous les cours réalisés durant la période doctorale.

Mon service d'enseignement était inférieur à 64 HETD lorsque j'ai été moniteur de 2002 à 2005. Il n'a pas atteint les 192 HETD durant la période où j'ai recruté en tant qu'ATER, de 2005 à 2008.

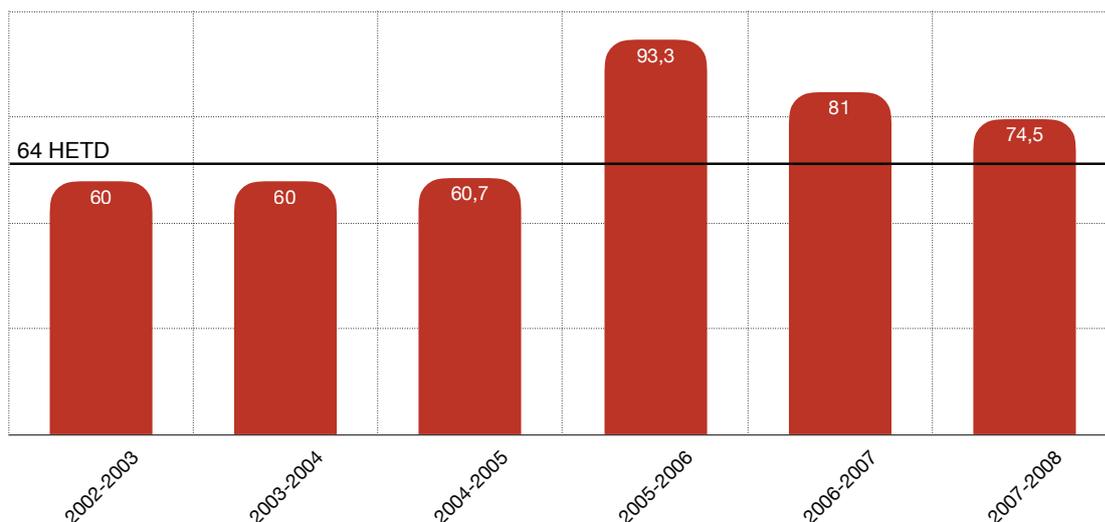


FIGURE 1.3 : Évolution des heures d'enseignement de 2002 à 2008. La ligne horizontale indique un niveau de 64 HETD.

Enseignement	Période	Typologie	Niveau de formation
Optique	2002-2007	TP	DEUG SM 1, Licence 1
Mécanique relativiste	2002-2004	TD	DEUG MIAS 1
Mécanique du point	2003-2007	TP	DEUG SM 1, Licence 1 et 3
Électromagnétisme	2003-2007	TD	DEUG SM 2
Projet Personnel Encadré	2005-2006	2/3 TD, 1/3 TP	Licence 3
Méthodologie	2005-2006	2/3 TD, 1/3 TP	DEUG SM 1
Electricité	2005-2006	TP	DEUG SM 1, Licence 3
Outil Informatique et Multimédia	2006-2007	2/3 TD, 1/3 TP	Licence 2
Optique géométrique	2007-2008	Préparation écrite	CAPES de physique-chimie
Montages de physique	2007-2008	TP et préparation orale	CAPES de physique-chimie
Épreuve sur dossier et critiques	2007-2008	Préparation orale	CAPES de physique-chimie
Critique de montage	2007-2008	Préparation orale	CAPES de physique-chimie
Connaissance du système éducatif et exercice d'un métier de l'éducation	2007-2008	TD	Licence 1

TABLE 1.1 : Bilan des cours réalisés durant la période doctorale

2 Période académique

Avant de décrire le détail de ma contribution académique dans cet établissement, il convient de souligner la structure de la formation d'ingénieur mise en place à l'ÉNIT. Cet établissement public à caractère administratif (EPA) fondé en 1963 fait parti du groupe des écoles publiques d'ingénieurs à préparation intégrée (GEIPI) et du réseau des écoles d'ingénieurs polytechniques publiques des universités (POLYTECH). L'école fut dirigée à mon arrivée par le P^r Jacques-Alain Petit. En 2010, le P^r Talal Masri lui a succédé. Après être passé par la direction du LGP, le P^r Jean-Yves Fourquet a la direction de l'ÉNIT depuis 2016.



FIGURE 2.1 : École Nationale d'Ingénieurs de Tarbes.

Le réseau POLYTECH propose un concours pour l'admission en première année. L'ÉNIT compte 1214 étudiants au premier semestre de l'année universitaire 2018-2019¹. Le cursus peut être suivi avec le statut d'étudiant avec une intégration par la voie du concours après l'obtention du baccalauréat (BAC). L'accès est aussi possible sur dossier au niveau BAC+2 à BAC+4. Les étudiants désireux d'une formation par alternance avec l'entreprise peuvent suivre le circuit de l'apprentissage. À la fin de l'année universitaire 2017-2018, l'ÉNIT a sanctionné 212 étudiants du diplôme d'ingénieur habilité par la Commission des titres d'ingénieur (CTI).

1. Source : Conseil pédagogique de l'ÉNIT du 13 novembre 2018

Les sections 2.1 et 2.2 rendent compte respectivement des cours produits pour les étudiants inscrits en Formation d'ingénieur sous statut d'étudiant (FISE) et en Formation d'ingénieur sous statut d'apprenti (FISA) avec les contenus des enseignements et un bilan qui clarifie de manière synthétique les services effectués. La section 2.3 décrit les cours effectués durant mes mobilités internationales à l'université de Pitești en Roumanie. Le détail de mes responsabilités administratives fait l'objet de la section 2.5. Le paragraphe 2.6 indique les améliorations et les innovations que j'ai intégrées à certaines de mes leçons. Enfin, la section 2.7 présente les autres missions à caractère pédagogique que j'ai remplies. Un bilan conclut cette partie avec une description de mon projet pédagogique.

2.1 Formation d'ingénieur sous statut d'étudiant

Sous le statut d'étudiant, l'obtention du diplôme s'effectue en 5 ans, soit dix semestres, et elle permet l'acquisition de 300 crédits de l'European Credit Transfer Scale (ECTS)². L'étudiant suit donc un socle commun de disciplines au cours des trois premières années, et durant lesquels il reçoit une formation sur les sciences de base, les sciences de l'ingénieur et les sciences humaines, économiques et sociales.

L'admission se fait à plusieurs niveaux :

- Niveau BAC, admission sur concours du GEIPI POLYTECH ;
- Niveau BAC+2, admission sur dossier ou sur concours au quatrième semestre des étudiants admis sur titre (AST) ou S4 AST ;
- Niveau BAC+3, admission sur dossier au cinquième semestre des étudiants AST ou S5 AST ;
- Niveau BAC+4, admission sur dossier au septième semestre ;

La semestrialisation est intégrale sur l'année universitaire : on note *semestre A* la période de septembre à janvier et *semestre B*, la période de février à juin. Si un étudiant redouble à la fin de son semestre A, il tentera de valider les crédits manquants dès le semestre B suivant. Chaque enseignement est donc reproduit deux fois par an.

À partir du septième semestre, cinq voies optionnelles accompagnent le socle commun et représentent 20 % du parcours pédagogique. Ces disciplines optionnelles coïncident avec les thématiques de recherche du LGP :

- Bâtiments et travaux publics (BTP) ;
- Conception des systèmes intégrés (CSI) ;
- Génie industriel (GI) ;
- Génie mécanique (GM) ;
- Génie des matériaux, des structures et des procédés (GMSP).

La formation est ponctuée de période en entreprise : à la fin de la deuxième année, les étudiants participent à un stage d'approche industrielle. Au sixième

2. le système européen de transfert et d'accumulation de crédits

Enseignement	Période	Typologie	Niveau de formation
Thermodynamique 1	2009-2011	CM et TD	1 ^{er} semestre
Thermodynamique 2	depuis 2009	CM et TD	2 ^e et 3 ^e semestre
Thermodynamique*	2016-2020	CM et TD ♣	4 ^e semestre AST
Machines thermiques	depuis 2016	CM , TD et TP	4 ^e semestre
Vibration et propagation	2009-2016	CM , TD et TP	4 ^e semestre
Le mémoire matériaux	2009-2016	apprentissage par projet	5 ^e semestre
Les composites à matrice inorganique	2005-2016	CM et TD ♣	8 ^e semestre
Les composites biosourcés et à matrice inorganique	depuis 2016	CM et TD ♣	8 ^e semestre
Surfaces et propriétés fonctionnelles	depuis 2016	CM et TD	9 ^e semestre
techniques de caractérisation des matériaux	depuis 2016	CM et TD ♣	9 ^e semestre
Science friction	depuis 2016	CM et TD	9 ^e semestre

TABLE 2.1 : Bilan des cours proposé en FISE. Les enseignements dont j'ai eu la responsabilité sont suivies du symbole ♣. * ce cours est intitulé "Physique" dans la charte.

semestre, ils effectuent un stage d'application. Au dernier semestre, les étudiants préparent leur projet de fin d'étude (PFE). Ces périodes d'activités pratiques sont menées dans une entreprise ou un laboratoire académique tel que le LGP.

Le tableau 2.1 décrit les CM, TD et TP effectués en FISE. Il s'agit de cours de thermodynamique en première et deuxième année et sur les oscillateurs et les ondes en troisième année. En quatrième et cinquième année, je réalise des enseignements en relation forte avec mes thématiques de recherche : sur les matériaux composites à matrice inorganique, les surfaces, les techniques de caractérisation et la tribologie. Compte tenu des réformes pédagogiques, des unités d'enseignement sont parfois modifiées par regroupement ou scission.

2.2 Formation d'ingénieur sous statut d'apprenti

Les étudiants peuvent obtenir le diplôme d'ingénieur par la voie de l'apprentissage. C'est le parcours FISA, dont le D^r Bernard Lorrain a la responsabilité. La formation s'étend sur trois ans à partir du cinquième semestre. L'alternance entre l'entreprise et l'ÉNIT rythme le cursus qui contient un socle commun comme la FISE. Au sixième semestre, les apprentis choisissent une option qui représente 15 % du programme pédagogique, soit en génie des matériaux, soit en bâtiments et travaux publics. Un enseignant-référent ou tuteur d'apprentissage est désigné à

l'ÉNIT. Il suivra l'apprenti tout au long de son parcours jusqu'à sa soutenance de projet de fin d'études au dixième semestre.

J'ai fourni un effort significatif au démarrage de cette formation en 2010 en créant quatre cours : deux cours en thermodynamique, un troisième, sur la théorie des oscillateurs et le quatrième sur la propagation des ondes. Des unités d'enseignement ont parfois été modifiées en fonction des réformes pédagogiques. Le tableau 2.2 résume les enseignements dispensés en FISA.

Enseignement	Période	Typologie	Niveau de formation
Thermodynamique	2010-2011	CM et TD ♣	9 ^e semestre
Thermodynamique 1	2011-2015	CM et TD ♣	7 ^e semestre
Thermodynamique 2	2010-2016	CM et TD ♣	8 ^e semestre
Phénomènes vibratoires	2010-2017	CM et TD ♣	7 ^e semestre
Phénomènes ondulatoires	2010-2019	CM et TD ♣	8 ^e semestre

TABLE 2.2 : Bilan des cours proposé en FISA. Les enseignements dont j'ai eu la responsabilité sont suivies du symbole ♣.

2.3 Enseignement à l'international

En 2016 et 2017, j'ai réalisé un enseignement portant sur les composites à matrice inorganique auprès des étudiants de **master 2 de l'université de Pitești** sur invitation du P^r Gabriela Plaiasu et du P^r Daniel-Constantin Anghel. Il s'agissait d'une exportation du cours réalisé à l'ÉNIT. Les séances représentaient un volume total de 8 HETD pour une vingtaine d'élèves.

2.4 Bilan des enseignements effectués à l'ÉNIT

J'interviens dans la FISE et la FISA en tant qu'enseignant. J'ai contribué pendant mes premières années à l'ÉNIT à introduire des enseignements sur la thermodynamique et la physique vibratoire et ondulatoire auprès des étudiants en apprentissage.

J'ai réduit mon service auprès de ce public afin de diminuer ma charge d'enseignement. Pour cela, j'ai partagé certains de mes cours avec mon partenaire de recherche, le D^r Jean-Yves Paris. Avec le recrutement du D^r Malik Yahiaoui, j'ai pu transmettre une partie des cours théoriques sur les vibrations. Depuis les dernières réformes du programme de la FISA, je n'interviens plus dans ce cursus. En 2019, ma charge d'enseignement reste supérieure d'environ 50 HETD par rapport à mon service statutaire. Cela du fait de l'augmentation régulière des effectifs et des réformes des enseignements au niveau master et à ma volonté de participer à des cours fortement corrélés à mes activités de recherche : la *tribologie* et la *caractérisation des matériaux*.

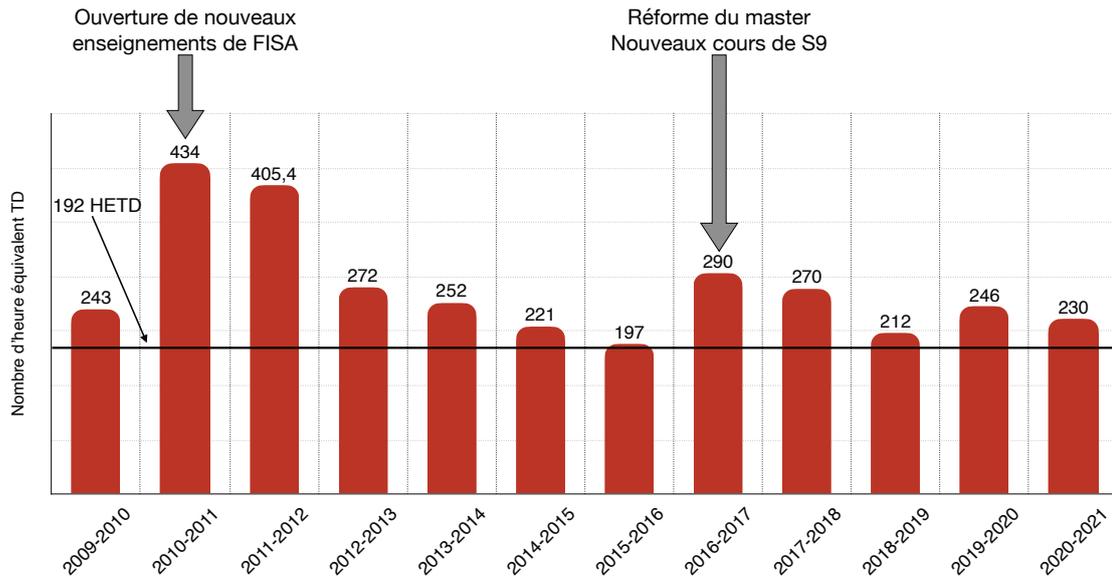


FIGURE 2.2 : Évolution des heures d'enseignement de 2009 à 2020. La ligne horizontale indique le niveau de 192 HETD. Les pics d'activité sont lié à l'ouverture des enseignements de thermodynamique, de théorie vibratoire et ondulatoire de FISA.

2.5 Responsabilités administratives

Je m'implique dans des responsabilités administratives en complément de mes missions d'enseignement et de recherche, à la fois auprès de la Direction de la Formation et de la Vie Étudiante (DFVE) et de la direction des relations internationales (DRI). Ainsi, j'ai été **responsable pédagogique du huitième semestre** et je suis encore **coordinateur académique pédagogique**.

2.5.1 Responsable pédagogique du 8^e semestre

J'ai **élaboré des emplois du temps** d'une promotion de 80 à 120 étudiants par semestre ainsi que leurs devoirs surveillés de 2012 à 2016. Cette planification a lieu deux fois par an compte tenu de la semestrialisation intégrale. J'étais en relation avec le directeur des études et l'équipe des responsables pédagogiques de l'ÉNIT, qui comprend une dizaine de personnes.

En tant que responsable pédagogique, j'ai **participé aux travaux de la commission programme**. Cette dernière est chargée de reformer le cursus de la formation en fonction du projet d'innovation pédagogique de l'école et des recommandations de la CTI. Cette mission nécessite un sens aigu de la gestion du temps, de la communication et de la gestion des conflits. Elle nécessite un contact régulier avec les enseignants de l'école et les vacataires qui constituent plus d'un tiers du vivier d'enseignant du 8^e semestre.

Je devais transmettre à la DFVE les heures de services envisagées en début de semestre. J'effectuais le bilan du service fait, ce qui permettait d'identifier les écarts dans les charges d'enseignement lisser les services entre enseignants. J'animais en coopération avec le directeur de l'ÉNIT et de directeur de la DFVE le jury du 8^e semestre représenté par tous les intervenants du cursus.

Le semestre 8 accueille un apprentissage par projet : le **projet tutoré**. En conséquence, le responsable de semestre est aussi **responsable de cette UE** que je décris dans la section 2.6.1. Cette expérience m'a apporté beaucoup du point de vue humain et relationnel. Elle m'a aussi permis de découvrir les arcanes de mon établissement de tutelle.

2.5.2 Coordinateur pédagogique de la mobilité

Depuis janvier 2014, j'exerce la fonction de **coordinateur pédagogique de la mobilité**. Depuis 2016, l'ÉNIT oblige ses étudiants à réaliser au moins une mobilité internationale durant leur cursus. De ce fait, tous les étudiants séjournent au moins seize semaines à l'étranger, soit dans le cadre d'un semestre de cours, d'un stage, ou d'un double diplôme. Je joue un rôle charnière entre la direction des relations internationales (DRI) et la DFVE.

Les missions sont orientées vers plusieurs actions :

- **orienter les étudiants** entrants sur les offres de formation de l'ÉNIT et vérifier les conditions d'acceptation ;
- **conseiller, suivre et valider les contrats d'étude** des étudiants entrants et sortants ;
- **suivre des emplois du temps** des étudiants entrants en collaboration avec les responsables pédagogiques des semestres concernés ;
- **participer aux jurys de sélection** et de **validation du semestre** des étudiants sortants ;
- **participer à la commission de financement** pour les départs à l'étranger, c'est un dispositif original qui fournit une aide financière aux étudiants en mobilité sortante.

Je mène ces missions en compagnie du personnel de la DRI :

- des directeurs successifs : le D^r Thierry Vidal, puis la D^r Carmen Martin,
- la responsable administrative : Mme Corinne Lahille ;
- la chargée des étudiants sortant hors Europe : Mme Élodie Cassiau puis Mme Corinne Sumantri et enfin Noémie Claverie ;
- la chargée des étudiants entrants en semestre des cours : Mme Ximena Lacroix ;
- la chargée des étudiants entrants en European project semester (EPS) : d'abord Sandra Mandon, puis Mme Caroline Marrant.

Cette mission nécessite une bonne connaissance des enseignements (liste des partenaires, format, volume horaire, nombre de crédits de l'ECTS, syllabus, mode d'évaluation). Je participe ainsi à la sélection de départ en mars et en août et à la validation des stages des étudiants entrants avec la Direction des affaires industrielles (DAI) et le Laboratoire Génie de Production (LGP).

Je **recherche de nouveaux partenaires** afin de faire croître notre vivier d'établissements à l'international. J'y contribue grâce à mes compétences linguistiques en anglais et en espagnol, ainsi que ma curiosité pour les autres cultures. Je communique donc régulièrement avec les responsables des directions internationales de l'Institut National Polytechnique de Toulouse (TOULOUSE INP) et du groupe des Écoles Nationales d'Ingénieurs (ÉNI). Je me rends annuellement au forum international European Association for International Education (EAIE) depuis septembre 2017. Je prépare et propose à la signature des *Memorandum of Understanding* (MOU) et des accords de partenariat ; je contribue à certains appels à projets pour la mobilité internationale. Récemment, je travaillais en coopération avec la directrice et la responsable administrative de la DRI sur un **projet de mobilité internationale de crédits (MIC) de l'Union Européenne** avec l'Académie Internationale d'Aviation Civile (AIAC) au **Maroc pour un financement total de 351 k€**. Il permet la mobilité des étudiants, des enseignants, des enseignants-chercheurs et du personnel administratif entre nos deux établissements.

2.6 Innovations pédagogiques

Le Conseil national de l'innovation pour la réussite éducative (CNIRÉ) définit une pratique innovante comme une action pédagogique caractérisée par l'attention soutenue portée aux élèves, au développement de leur bien-être et à la qualité des apprentissages. J'ai tenté de mettre en œuvre cette pratique à travers les enseignements sous ma responsabilité. J'ai participé à l'**évolution des projets tutorés de semestre 8** quand j'en étais le responsable pédagogique. D'autre part, à la suite de formations proposées par la DFVE, j'ai introduit une part d'**apprentissage par problème et par projet** dans mes séances de CM, TD et TP. Enfin, dès son lancement à l'ÉNIT, j'ai pris possession de la **plateforme numérique Moodle**. Pendant la crise sanitaire de 2020 et la période de confinement, j'ai intégré le groupe des **formateurs de Moodle** pour aider mes collègues à tirer le meilleur de cette plateforme numérique.

2.6.1 Responsable des projets tutorés du huitième semestre

J'ai entrepris de refondre le projet tutoré dès mon installation en tant que responsable pédagogique de semestre 8. Cette matière représente 5 ECTS sur les 30 du semestre 8. Il s'agit d'une UE de 64 heures. Ces heures d'enseignement ont la singularité de ne pas être programmées dans l'emploi du temps des élèves ou des tuteurs. Mon objectif était d'augmenter sa visibilité et la transparence des activités qui y étaient réalisées. Je souhaitais en faire une vitrine des savoir-faire des étudiants, des enseignants et des enseignants-chercheurs de l'ÉNIT. Auparavant, un appel à projets était transmis aux enseignants afin qu'ils proposent un sujet autour des disciplines enseignées à l'ÉNIT. Il pouvait s'agir de projets issus des enseignants ou des enseignants-chercheurs. Dans ce dernier cas, des travaux s'effectuaient au LGP. Deux livrables étaient remis aux tuteurs de stage : un rapport écrit et un oral. Cette présentation était généralement effectuée en présence du tuteur ou des tuteurs du projet. Ils évaluaient les étudiants avant la fin du semestre

selon une grille similaire à celle des soutenances de stage.

Lors de ma prise de fonction, j'ai vérifié le processus existant et je l'ai testé pendant un semestre. Pour le modifier, j'ai enquêté auprès des porteurs de projet et des étudiants. J'ai pu identifier les atouts et les handicaps de cet enseignement. J'ai demandé alors de l'aide auprès de trois pédagogues de l'école pour former un groupe de travail. La D^r Agnès Letouzey, que le D^r Cédric Béler et P^r François Grizet ont répondu à mon invitation. Nous avons ensemble décrit et amélioré le processus. Nous avons édité et diffusé un calendrier. Nous avons rédigé et émis auprès de la communauté de l'ÉNIT un appel à projets. Enfin, nous avons constitué un comité de suivi. Le comité vérifiait le bon déroulement du processus et évaluait la pertinence des projets lors d'une commission d'évaluation. En effet, à la suite de l'appel à projets, les sujets sont identifiés en fonction des champs disciplinaires de l'ÉNIT. Les projets hors sujets étaient évincés. Ce comité a été dissous au bout de trois ans, une fois le processus stabilisé et les critères de sélection maîtrisés. Nous avons ouvert l'appel à projets aux étudiants, en particulier, à ceux impliqués dans la préparation du Gala de l'ÉNIT. Cette manifestation d'ampleur, qui rassemble plus de 1500 personnes à chaque fin d'année au Parc des expositions de Tarbes, prend un temps considérable aux élèves. Il provoque souvent leurs absences intempestives durant les mois de novembre et décembre. Cette situation a tendance à créer des tensions entre les équipes pédagogiques et les élèves. J'espérais réduire ces crispations en impliquant les enseignants et des élèves dans un projet commun autour du Gala. Je voulais réduire l'absentéisme en donnant plus de temps aux élèves. Le projet tutoré a pu jouer ce rôle aisément puisqu'il fait appel à des compétences transversales. Les élèves ont proposé des sujets sur la conception des structures de décoration automatisée ou la confection d'outil gestion des stocks, par exemple. Les enseignants ont retrouvé aisément les champs disciplinaires qui les concernaient.

L'appel à projets a aussi été proposé aux entreprises en relation avec l'ÉNIT. Pour l'exemple, des projets ont régulièrement été déposés par la société Lynxter, spécialisée dans l'impression 3D. Ces projets ont participé à son développement et lui ont permis d'atteindre sa dimension actuelle.

Nous avons imposé également le binôme de tuteur, car au cours de mes enquêtes, les élèves avaient relevé des discontinuités et un manque de régularité dans l'encadrement de certains projets. Dans la foulée, nous avons réclamé la tenue à des moments précis du semestre la tenue d'une réunion de lancement (ou *kickoff meeting*), et de réunions périodiques. Chacune des réunions donnait lieu à la rédaction par les étudiants d'un rapport contresigné par les tuteurs. Ce fichier d'une à deux pages était ensuite transmis aux tuteurs et au responsable du huitième semestre. Cette action a produit des effets bénéfiques sur la communication entre les tuteurs et les élèves et a permis d'anticiper ou de résoudre régulièrement des conflits. Le binôme de tuteurs a aussi permis d'améliorer la qualité et la périodicité du soutien apporté par les pédagogues.

Enfin, j'ai mis en place des soutenances publiques accompagnées d'un jury. Le comité de suivi a fourni des critères et une grille d'évaluation qui ont été communi-

quées aux étudiants. Les soutenances ont été programmées dans les amphithéâtres de l'ÉNIT sur une demi-journée. Les sessions ont été regroupées en fonction des disciplines associées aux projets. Chaque session rassemblait 4 à 5 projets et environ une dizaine de tuteurs. Les rapports étaient expertisés par des tuteurs d'autres projets. Un président de jury était nommé par consensus et animait la session. Le rapporteur communiquait aux étudiants son expertise de leur document écrit. En rendant publiques les soutenances, j'ai accru la visibilité des projets. Un moment de convivialité autour de boissons chaudes et de viennoiseries produisait un intermède durant la demi-journée et ainsi encourageait les échanges entre étudiants, enseignants et représentants des entreprises partenaires.

J'ai transmis l'ensemble du processus à mon successeur, le D^r Thierry Vidal lorsque j'ai interrompu la charge de responsable du 8^e semestre en 2016.

2.6.2 Réfection des salles de TP

À mon arrivée, j'ai intégré l'équipe des enseignants du laboratoire physique, dont la mission répond au besoin d'organisation des travaux pratiques. Or, la situation de l'époque ne permettait pas d'aborder les travaux pratiques de thermodynamique dans les conditions nécessaires à la sécurité et la réussite de nos élèves. En effet, le parc de machines thermiques était insuffisant et obsolète. De nombreuses pannes provoquaient l'arrêt des séances. De plus, la surface dédiée à ces travaux pratiques conduisait à une promiscuité inadéquate au bon déroulement des enseignements. Nous réalisions des sessions avec des groupes de 12 élèves sur trois machines distinctes. Parfois, cette salle était partagée avec d'autres activités pédagogiques, ce qui conduisait à une surpopulation dans les locaux en fonction des programmations des cours.

En 2014, nous avons élaboré un projet de déménagement des salles vers des locaux plus adaptés et mieux équipés, en compagnie des D^r Bouhra Hassoune-Rhabbour et Jean-Yves Paris. La direction des études a accepté ce projet et les investissements d'un montant de 25 k€. Nous avons acquis du mobilier et de nouvelles machines pour l'enseignement de thermodynamique. Il s'agit de deux maquettes pédagogiques : une turbine à action et une machine frigorifique. Ce projet nous a permis de faire évoluer notre méthode pédagogique en basculant progressivement vers un apprentissage par projet.

2.6.3 Apprentissage par projet et par problème

En 2016, la DFVE, sous la direction du D^r Abdallah Habbadi, a proposé aux enseignants une formation portant sur l'*apprentissage par problème et par projet*. M. Benoit Raucens accompagné de ces collègues originaires de L'Université de Louvain en Belgique était intervenu auprès d'un panel d'enseignant de l'ÉNIT. La formation a eu un impact sur les apprentissages réalisés en séance de TD et de TP de propagation des ondes et de machines thermiques. Cette approche tend à aligner les apprentissages visés, les évaluations et les activités conduites en équipe par les élèves. En pratique, cette méthode didactique joue sur les activités en groupe qui ne sont pas une évidence pour nos élèves. Ces derniers confondent souvent le

travail en équipe et le travail d'individu en parallèle dans une équipe. En outre, la pression sociale qu'exerce le collectif sur chaque individu favorise leur motivation à mener à bien une activité commune. Elle tend à responsabiliser les élèves vis-à-vis de leurs apprentissages. J'ai été convaincu par cette approche, car les résultats ont suivi, du point de vue académique et au niveau de l'ambiance durant les séances.

Je continue de convertir la plupart de mes cours à cette démarche en coopération avec Jean-Yves Paris et Malik Yahiaoui. Nous y intégrons régulièrement nos jeunes chercheurs désireux d'être initiés l'enseignement supérieur.

2.6.4 Innovation numérique : la plateforme Moodle

Depuis son installation, j'**exploite la plateforme numérique Moodle**. Pour en apprendre le fonctionnement, j'ai réalisé de l'auto-formation puisque les utilisateurs francophones de Moodle sont nombreux et échange beaucoup d'informations sur les forums. J'ai aussi participé à des formations proposées par la DFVE et animées par le D^r Lionel Arnaud et le P^r Fabien Bellouvet. J'ai déposé sur la plateforme mes fascicules de cours et des travaux dirigés dans un premier temps. j'ai systématisé cette démarche pour les enseignements suivants :

- la thermodynamique, en deuxième puis troisième semestre ;
- les machines thermiques, en troisième puis quatrième semestre ;
- la physique, pour les étudiants de quatrième semestre AST ;
- les composites à matrice inorganique, devenue ensuite composites biosourcés et inorganiques, en huitième semestre ;
- les surfaces et leurs propriétés fonctionnelles, devenues par la suite, les techniques de caractérisation des matériaux au neuvième semestre ;
- la tribologie, au neuvième semestre ;

J'ai ensuite préparé des banques de questions en mélangeant des questionnaires à choix multiple (QCM), des questions glissées-déposées ou des questions à réponses calculées. Je construis alors des tests aléatoires posés régulièrement aux étudiants. C'est la partie la plus chronophage. Elle nécessite de créer une grande variété de questions pour accroître l'aléa lors de la création des tests et limiter la fraude.

Les devoirs sur Moodle m'ont permis de faire un suivi plus précis de la remise de rapports de TP ou de devoirs. J'ai intégré l'outil numérique à mes apprentissages par problème et par projet. J'ai été surpris de la réaction des étudiants qui ont pu trouver un autre moyen de s'entraîner et de se préparer au devoir surveillé. Mes échanges avec les étudiants par mails ou pendant les cours se sont accrus dès la mise en place des tests périodiques et qui correspondent aux étapes clés de l'enseignement. J'ai pu constater rapidement une amélioration notable des résultats sur l'ensemble des promotions qui a pu bénéficier de cet outil. Depuis 2017, je partage ce travail avec le D^r Jean-Yves Paris et les jeunes chercheurs en formation doctorale qui interviennent en TP de thermodynamique. Moodle participent ainsi au dynamisme de notre enseignement non seulement avec les étudiants, mais aussi avec les enseignants. La plateforme numérique permet la capitalisation et la transmission des progressions associées à un enseignement et son contenu.

J'ai pu exposer, lors de la première journée pédagogique de l'ÉNIT organisée par le D^r Daniel Dixneuf, l'état de mes travaux en corrélation avec la plateforme Moodle durant une communication orale [3].

En mars 2020, la crise sanitaire provoquée par la Covid-19 et le confinement décrété par le gouvernement nous ont imposé de modifier radicalement notre approche didactique. J'ai décidé en accord avec mes partenaires pédagogiques de structurer des cours totalement asynchrones. Ce choix a aussi été dû à des raisons familiales puisque le travail en situation de confinement n'est pas du télétravail. Comme pour beaucoup d'entre nous, j'ai pris soin de ces proches tout en assurant la continuité de mes activités pédagogiques et des projets de recherche dont j'avais la responsabilité. Dans ce sens, j'ai produit des vidéos de mes cours que j'ai mises en ligne sur la Moodle. J'ai restructuré les fascicules afin d'adapter le découpage des séances. J'ai fabriqué des exercices et des tests pour évaluer les élèves, soit de manière formative, soit certificatives et vérifier les apprentissages acquis. J'ai généralisé les forums pour répondre aux étudiants sur les difficultés rencontrées.

2.6.5 Stimuler l'enthousiasme durant un apprentissage

Mes échanges avec mes collègues sur leurs pratiques pédagogiques sont une source d'inspiration et d'innovation. En particulier avec la D^r Jenny Boufette, qui intervient en métallurgie. Parmi ses outils, Jenny Boufette mets en place des QCM sur table de quinze minutes à la fin de certaines séances de cours. Elle *remobilise* ainsi les connaissances et compétences vues durant la séance et les séances précédentes. J'ai trouvé cette idée intéressante, et j'ai voulu la mettre en œuvre, sans que cela ne devienne trop chronophage. J'ai recherché les outils numériques qui permettent de produire des QCM rapidement.

Lors d'un staff week, proposée par l'un de nos partenaires finlandais, l'université de science appliquée HAMK, j'ai découvert un **outil de sondage approprié : Kahoot !** L'équipe du P^r Alf Inge Wang de l'université norvégienne de science et de technologie a mis au point ce programme en ligne. Après une phase de programmation intuitive de questions, on peut créer des sondages ou des QCM de quelques minutes. Les élèves se connectent avec leurs smartphones au questionnaire qui s'affiche sur l'écran de la salle. Il s'en suit une série de questions auxquelles les étudiants peuvent répondre individuellement ou en groupe. Je ne compte plus les explosions d'émotions que peuvent provoquer ces tests sur les thèmes du premier principe ou de l'entropie.

Avec la même idée, je mets également à profit le programme conçu par Alexis Bienvenüe, nommé Auto Multiple Choice (AMC). Bien que moins ludique, ce code permet la fabrication et la correction rapide des QCM sur table avec un mélange des questions et des réponses entre les copies. J'échange régulièrement avec mes collègues, les D^r Emmanuel de Luycker, Amevi Tongne, Malik Yahiaoui et Mourad Benoussaad sur la pratique de cet outil. Il nous octroie un gain de temps significatif puisqu'il permet une correction automatique des questions. Je l'utilise durant des séances de TD ou durant des devoirs surveillés. En effet, il permet d'éditer un espace libre pour répondre à des questions ouvertes. Je corrige *a posteriori* la

réponse grâce à un barème codé et j'utilise ensuite la correction automatique pour à nouveau gagner du temps. Dans la foulée, il est possible de publier les résultats aux élèves individuellement.

Le bilan de ces actions est positif. Il a nécessité un temps d'apprentissage incompressible, mais m'a permis d'avoir une vision plus factuelle du travail à effectuer hors présentiel par mes élèves. Je mobilise périodiquement leur connaissance. Je les rassure sur ce qu'ils ont appris et ce qu'il leur reste à apprendre grâce à des feedbacks nombreux et réguliers.

2.7 Autres activités pédagogiques

2.7.1 Président du jury de baccalauréat

J'ai assuré la **présidence du jury de BAC** à deux reprises en 2009 et 2019. Le hasard a voulu que ces deux jurys aient lieu dans le même établissement : le Lycée général Théophile Gauthier à Tarbes. Cette fonction s'articule autour de 3 axes³ :

- élargement des procès-verbaux et relevés de notes ;
- régularité des corrections et des interrogations ;
- animation des débats : recherche des causes d'écart entre les notations, et harmonisation des échelles de notation.

2.7.2 Concours GEIPI POLYTECH

L'ÉNIT est un membre du groupe des écoles publiques d'ingénieurs à préparation intégrée (GEIPI) et du réseau des écoles d'ingénieurs polytechniques publiques des universités (POLYTECH). Les bacheliers participent à un concours pour intégrer la première année de ce réseau. L'épreuve est à la fois écrite et orale. À cette fin, je corrige des copies du concours depuis 2009. Et j'ai mené des **entretiens de recrutement du concours entre 2009 et 2016**. Je participe de 2010 à 2020 à la **rédaction du concours du GEIPI et des POLYTECH** en coopération avec le service d'admission de l'ÉNIT.

Le Pr Éric Landfried de l'université de Lorraine anime ce groupe qui se réunit une fois par an pour préparer un sujet de quinze à vingt questions, accompagné d'une correction. Le sujet porte sur la physique. Je construis des exercices sur la mécanique, la thermodynamique, les phénomènes vibratoires et ondulatoires. Avec mes pairs, nous évaluons puis sélectionnons trois sujets de physique et un sujet de chimie. Cette mission est reconnue comme une vacation avec l'Université de Lorraine.

3. Note de l'académie de Toulouse sur le fonctionnement des délibérations du jury et rôle des présidents

2.7.3 Accompagnements méthodologiques individualisés

De 2011 à 2016, j'ai participé aux accompagnements méthodologiques individualisés (AMI) auprès des élèves de premier semestre. Ce programme consiste à **aider les étudiants par une prise de conscience de leurs difficultés** et de leurs lacunes. Des groupes de discussion sont constitués avec un binôme d'enseignants et 2 à 3 étudiants dans un premier temps. En fonction des difficultés de l'élève, une seconde séance individuelle est proposée toujours avec le binôme d'enseignant. J'ai suivi des formations suggérées par le DFVE pour préparer et animer ces séances : elles ont un trait aux émotions et à l'écoute active dans une relation interpersonnelle.

2.7.4 Encadrement de stagiaires de courte durée

Encadrement de stagiaires de la FISE

Les étudiants de l'ÉNIT se forment également hors des murs de l'école d'ingénieurs. Ils effectuent :

- un stage d'approche industrielle pendant 10 semaines à la fin du troisième semestre (S3) ;
- un stage d'application industrielle pendant 20 semaines, soit toute la durée du sixième semestre (S6) ;
- un projet de fin d'étude (PFE) pendant les vingt semaines que dure le dernier semestre .

Un **enseignant-référent de l'ÉNIT** et un tuteur industriel l'encadrent. Le tuteur ÉNIT peut parfois jouer le rôle de médiateur si nécessaire. J'évalue des stagiaires pendant leurs activités en entreprise sous la coordination de la Direction des affaires industrielles (DAI) sous le direction de Gilbert Rotgé. Je rends compte de mes rencontres industrielles auprès du P^r Guillaume Mazenc, qui a remplacé en 2017 le P^r Pascal Ducour à la fonction de responsable pédagogique des stagiaires. J'ai pu à cette occasion rencontrer des tuteurs industriels et visiter des industries de la région Occitanie. Ces stages sont parfois réalisés dans des laboratoires académiques, et en particulier au LGP. Plus ponctuellement, ils sont accomplis à l'étranger dans le cadre de la mobilité internationale. Je fournis un soutien à la rédaction du rapport et à la préparation de la soutenance orale. J'ai participé aux jurys de stage, aux corrections de rapports et aux soutenances.

Dès 2009, j'ai participé périodiquement à l'encadrement d'au moins trois stagiaires par semestre. Depuis 2016, je limite mon activité d'encadrement de stagiaire à un par an et uniquement dans le cadre de mes projets de recherche. Je propose cette charge, de manière limitée, aux doctorants que j'encadre et toujours en relation avec les travaux de recherche. Cette tâche permet aux jeunes chercheurs, au moins en 2^e année, d'acquérir des compétences dans le domaine du suivi de personnel technique. Nos stagiaires sont un soutien considérable à nos activités de recherche. Nous les motivons à participer à nos communications orales et nos actes de congrès. À plus forte raison, ils sont co-auteurs des articles que nous publions dans les revues avec un comité de lecture (cf. Annexe A et B).

Encadrement d'apprentis de la FISA

Il est possible de participer au **suivi d'apprentis** à partir du cinquième semestre et jusqu'au dernier semestre. J'ai organisé des rencontres régulières avec l'apprenti et le tuteur d'entreprise. J'aide à la formulation du sujet de projet de fin d'études qui doit respecter les standards de l'école d'ingénieurs. Je fournis un soutien à la rédaction du rapport et à la préparation de la soutenance orale. J'évalue le stagiaire pendant son activité en entreprise et j'échange avec le tuteur industriel. Je réalise en 2020 mon dernier encadrement d'apprenti. J'ai réduit progressivement cette activité afin de passer plus de temps sur des encadrements en lien avec mes travaux de recherche.

2.7.5 Formateur Moodle à l'ÉNIT

Le confinement sanitaire décrété mi-mars 2020 a provoqué un basculement des pratiques pédagogiques vers les outils numériques. J'ai fait partie d'un **groupe de formateurs** pour aider mes collègues à maîtriser les instruments de la plateforme numérique Moodle. Le groupe comprend Mourad Bennoussad, Daniel Dixneuf et les P^r Fabien Bellouvet, Patrice Ransan. Nous avons organisé des séances d'initiation et de perfectionnement pour présenter en ligne la gestion des participants et des groupes, le dépôt de fascicule, la création de devoirs et de tests, le paramétrage d'une banque de question.

Pour capitaliser les moyens mis en œuvre sur Moodle et compte tenu des incertitudes qui pèsent sur la rentrée, nous maintenons l'activité de formation et de conseil pour l'année 2020-2021.

2.8 Perspectives en enseignement

À court terme, je veux stabiliser ma charge d'enseignement vers les 220 HETD plus ou moins 10 heures. C'est la raison pour laquelle depuis trois ans j'ai interrompu la responsabilité pédagogique de semestre 8, je n'interviens plus en FISA et je n'encadre qu'à titre exceptionnel des étudiants en stage. Je ne propose plus de sujet de projet tutoré. Mon équipe pédagogique⁴ soutient cet objectif. Nous tentons chaque année de lisser nos charges pour équilibrer nos activités pédagogiques avec nos travaux de recherche.

Je souhaite ainsi consacrer plus de temps à l'encadrement des étudiants désireux de connaître les métiers de la recherche, quel que soit leur niveau universitaire, et plus particulièrement en master ou en thèse.

Je veux également poursuivre ma mission de coordinateur pédagogique de la mobilité pour participer au développement et au rayonnement de l'ÉNIT à l'international. Je souhaite ainsi continuer à représenter l'ÉNIT et promouvoir l'échange

4. Les membres de l'équipe IMF forment le noyau de mon équipe pédagogique. Elle compte aussi parmi ces membres Jenny Boufette, le P^r Xavier Daraignez, des enseignants-chercheurs de l'équipe M2SP, des vacataires et des jeunes chercheurs. Ces derniers sont souvent en formation doctorale ou des postdoctorants.

non seulement de nos étudiants dans les institutions académiques partenaires, mais aussi mes collègues enseignants et enseignants-chercheurs. Toutefois, ce projet doit être mis en cohérence avec la nouvelle donne imposée par la Covid-19.

À moyen terme, je désirerais avoir un impact sur le cursus proposé par l'ÉNIT. J'ai constaté que l'acquisition de compétences liées aux sciences de base par les élèves ingénieurs est dégradée au profit des sciences de l'ingénieur. C'est une tendance que je voudrais faire évoluer, par exemple en promouvant les apprentissages par projet qui mélangeraient les 2 aspects. Mon opinion est motivée par le constat suivant : la conception d'un produit de haute technologie doit être étayée par des connaissances fondamentales robustes.

Je reste curieux et ouvert aux méthodes didactiques innovantes, je veux donc continuer à suivre des formations dans ce sens, développer l'usage des plateformes électroniques et des contenus à distance. Je pense traduire la plupart de mes cours en anglais pour les rendre accessibles à un public plus large, sous la forme de fascicules ou de vidéos en ligne.

Je veux aussi contribuer à réduire la charge d'enseignement à l'ÉNIT. Actuellement, le grand nombre d'heures qui doivent être dispensées limite la possibilité des enseignants de proposer une pédagogie innovante. Je souhaite débattre avec tous les acteurs de l'école et participer à la construction d'une solution collective et pérenne.

Activités de recherche

"La science est une aventure collective. Elle n'avance qu'avec quelques uns, mais elle ne peut le faire sans le concours de tous."
Laurent Lemine in "Marie Curie".

Introduction

Les prochains chapitres synthétisent mon activité de recherche de 1998 à nos jours.

Le chapitre 3 aborde mes activités de recherche pré-académique. La section 3.1 décrit donc ma période pré-doctorale de 1998 à 2002. La section 3.2 fait état des recherches doctorales de 2002 à 2008 au GTSI. Si ces activités n'avaient pas donné lieu à une production scientifique notable, je ne l'aurais pas intégrée.

Le chapitre 4 décrits mes actions de recherche académique en tant que Maître de conférences (MCF) au LGP de 2009 à aujourd'hui. J'y présente les résultats les plus significatifs qui ont essentiellement porté sur la **formulation des 1^{ers} corps**, la **caractérisation physicochimique des interfaces** et **l'étude des champs de température dans le tribosystème**.

À la fin de chaque chapitre, une synthèse de la production scientifique est proposée avec les articles dans des revues internationales ou nationales avec comité de lecture (ACL), les communications avec actes dans un congrès international (ACTI), les communications avec actes dans un congrès national (ACTN), les communications orales sans actes dans un congrès international ou national (COM) et les communications par affiche dans un congrès international ou national (AFF).

3 Activités de recherche pré-académique

3.1 Activités de recherche pré-doctorales de 2000 à 2002

3.1.1 Travaux d'étude et de recherche au GTSI

Mon implication dans la recherche scientifique débute avant ma thèse de doctorat. Cette période marque des années primordiales pour mon initiation en laboratoire et donne du sens à la suite de mon cursus. Durant cette première partie de mon parcours, j'ai reçu une formation à la caractérisation des matériaux, aux calculs de structure de bandes et à la tribologie. De 2000 à 2001, j'ai réalisé trois travaux d'étude et de recherche au GTSI de l'UAG. Tous se sont déroulés sous la direction du P^r Jean-Louis Mansot (de 2000 à 2001). J'étais aussi sous la codirection du D^r Robert Mauricot en 2000 ou du P^r Philippe Thomas en 2001.

Les travaux se positionnent systématiquement à l'échelle des lubrifiants solides qui peuvent jouer le rôle de 3^e corps artificiellement ajouté dans l'interface. Une corrélation entre la configuration électronique de matériaux et leurs performances tribologiques est explorée dans un contact hertzien entre un plan et une bille en acier. Les matériaux d'intérêt étaient, des composés à structure lamellaire, tels que le graphite ou le MoS₂. Ces matériaux ont une microstructure assimilable à un empilement de feuillets qui expliquerait leurs propriétés réductrices de frottement [4]. Cependant, cette interprétation structurale ne suffit pas à expliquer la variété des comportements observés [5]. Ce constat est vérifié aisément expérimentalement. En effet, durant cette étude, nous avons préparé des essais tribologiques avec des conditions opératoires similaires et à l'air ambiant. Les lubrifiants solides sont étalés comme du beurre sur les plans en acier. Les coefficients de frottement mesurés pendant les premiers cycles de glissement sont : $\mu_{gr} = 0,18$ et $\mu_{MoS_2} = 0,04$, respectivement pour le graphite et le bisulfure de molybdène. La microstructure n'explique pas à elle seule cet écart des résultats.

Dans un premier temps, les activités du stage consistaient à réaliser des calculs de structure de bandes avec la méthode LMTO [6]. Les matériaux sont sélectionnés parmi des dichalcogénures de métaux de transition (MoS₂, TiS₂, NbSe₂ . . .) et quelques-uns de leurs composés d'intercalation. Ce choix permet d'utiliser judicieusement la propriété d'intercalation dans les composés lamellaires pour modifier de manière contrôlée la microstructure. Les conséquences sont alors attendues à la fois sur la structure électronique et sur les performances tribologiques. Une corrélation

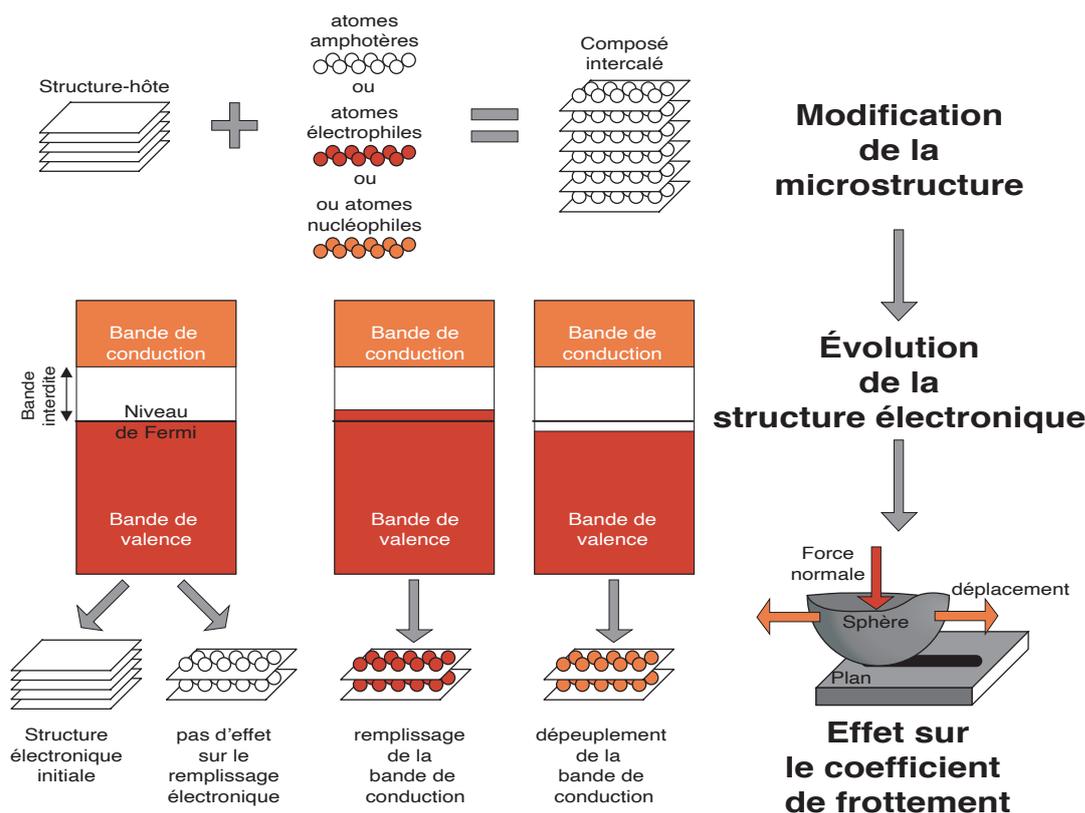


FIGURE 3.1 : Des composés d'intercalation sont fabriqués à partir de plusieurs structure-hôtes lamellaires de référence. Le code linear muffin-tin orbital (LMTO) permet de calculer la structure de bandes électroniques. Les modifications de la microstructure et de la structure électronique sont comparées aux coefficients de frottement mesurés lors d'essais tribologiques bille/plan en acier et à l'air ambiant.

entre l'effet du remplissage électronique des états de valence et les propriétés lubrifiantes observées fût proposée. Ces calculs ont aussi été utilisés pour la simulation des seuils enregistrés en spectroscopie de perte d'énergie des électrons transmis (ou energy loss electron spectroscopy) (EELS).

Par la suite, au cours d'un second stage de 10 mois, j'ai pu poursuivre mon initiation dans le domaine du calcul de structure de bandes. J'ai étudié une collection plus importante de structure-hôtes (dont le graphite et le nitrure de bore), et leurs composés d'intercalation. Un intérêt particulier a été porté sur la nature des orbitales mises en jeu dans le recouvrement entre les feuillets des composés choisis comme structure-hôtes et la modification de ces recouvrements par les procédés d'intercalation des structure-hôtes.

Enfin, un troisième stage m'a permis d'étudier expérimentalement l'effet de différentes atmosphères sur les propriétés tribologiques de cette collection de composés.

Ces travaux ont donné lieu à la publication de **3 rapports à diffusion limitée** [7–9], et à **5 COM : 3 internationales** [10–12] et **2 nationales** [13, 14].

3.1.2 Stage de DEA à l'Institut des Matériaux Jean Rouxel

En 2002, j'ai effectué un stage de 5 mois en relation avec la validation de mon Diplôme d'Études Approfondies (DEA) en science des matériaux. Ce stage fut mené à l'Institut des Matériaux de Jean Rouxel (IMN) de l'université de Nantes sous la co-direction du D^r Florent Boucher et D^r Philippe Moreau. J'ai pu approfondir mes compétences dans le domaine du calcul intensif. J'ai aussi manipulé régulièrement sur un microscope électronique à transmission (MET) équipé de l'EELS.



FIGURE 3.2 : Institut des Matériaux Jean Rouxel à Nantes (IMN)

Les algorithmes de calcul que je mettais en œuvre sont l'aboutissement de la théorie de la fonctionnelle de la densité (ou Density functional theory (DFT)) qui vise à résoudre l'équation de Schrödinger pour l'état solide. Ces codes de calcul étaient issus de méthode Full-Potential Linearized Augmented Planewave (FLAPW) et pseudo-potential tel que le code Wien2k et le VASP. Pendant ce stage, j'ai effectué des simulations de spectres Energy Loss Near Edge Structure (ELNES) et X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES) pour des composés de type $\text{Li}_{1+x}\text{V}_3\text{O}_8$, conçus pour les électrodes de batterie intensivement étudiés dans la recherche sur le stockage d'énergie.

Les structures de bandes électroniques fournissent des informations précises et fiables sur les niveaux électroniques. Ainsi, lorsque ces niveaux électroniques sont affectés par l'insertion du lithium, les structure de bandes permettent d'évaluer le transfert d'électron entre le lithium et la structure-hôte. Plusieurs techniques de spectroscopie sont connues pour être très sensibles au degré d'oxydation et donc à l'échange d'électron. Durant le stage, nous avons mis à profit la spectroscopie d'absorption des rayons X (XAS) et l'EELS. Nous avons réalisé une comparaison systématique des données expérimentales avec les résultats de calculs de structure de bandes.

Les structures de bandes ont été calculées avec le code Wien2K pour les compositions LiV_3O_8 ; $\text{Li}_{1,2}\text{V}_3\text{O}_8$; $\text{Li}_4\text{V}_3\text{O}_8$ et $\text{Li}_5\text{V}_3\text{O}_8$. Plusieurs échantillons avec des teneurs différentes en lithium ont été étudiés par EELS pour suivre le seuil K de l'oxygène et les seuils L du vanadium. Le XAS a été réalisé avec la source de lumière produite par l'anneau du Laboratoire pour l'Utilisation du Rayonnement Electromagnétique (LURE) sur le campus d'Orsay. Durant cette mission d'une semaine, nous avons enregistré les évolutions du seuil K du vanadium pour notre lot entier d'échantillons. Le seuil K de l'oxygène est fortement affecté par l'intercalation du lithium. Cette variation est en bon accord avec les simulations déduites

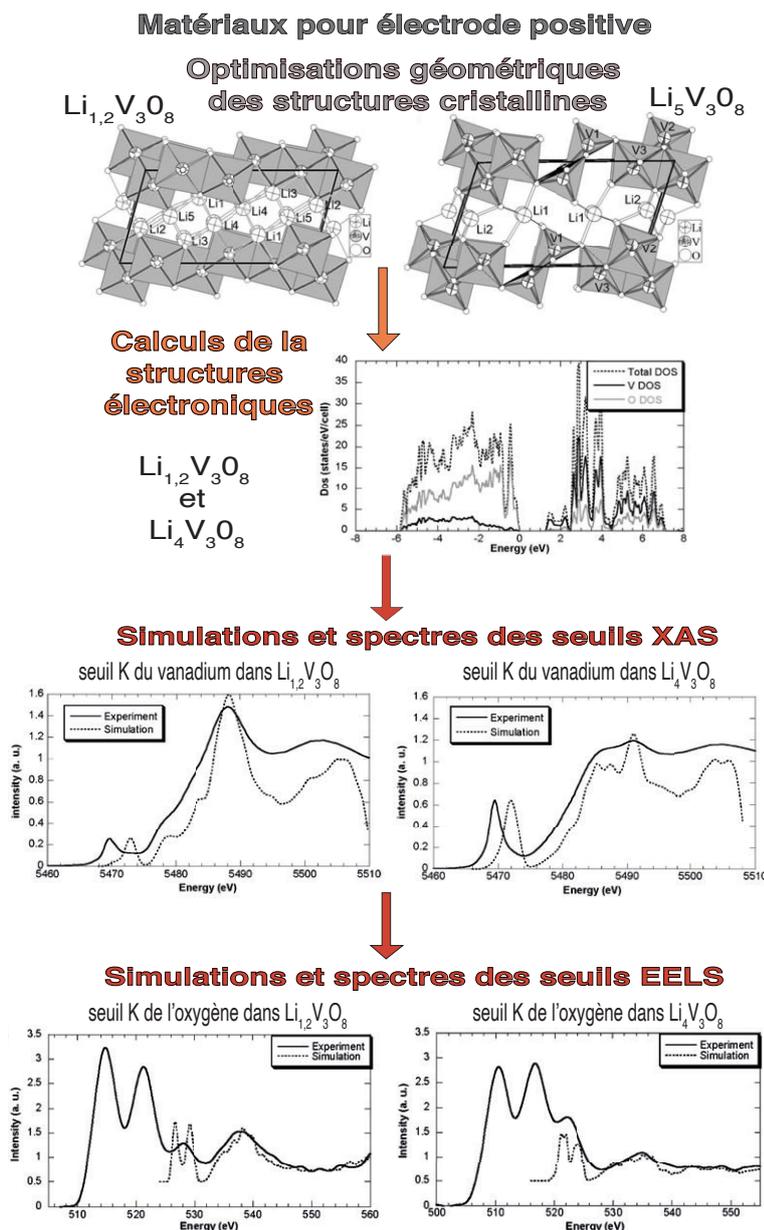


FIGURE 3.3 : Résumé graphique sur les matériaux pour électrode de batterie. Les travaux ont porté sur l'étude de plusieurs composés avec différents taux d'intercalation. Leurs structures cristallines ont été optimisées et leurs structures électroniques calculées. Des spectres X-ray Absorption Spectroscopy (XAS) et EELS sont enregistrés. Une corrélation significative est déduite entre les spectres enregistrés et les spectres simulés. Cette étude permet d'affiner la compréhension des mécanismes d'intercalation et de désintercalation lors de la décharge et la charge des batteries.

des calculs de structure de bandes et prouve que les orbitales de l'oxygène participent au processus de transfert de charge.

Ces travaux ont conduit à la publication d'1 rapport à diffusion limitée [15], 1 ACL [16] et 1 COM nationale [17].

3.2 Activité de recherches doctorales au GTSI de 2002 à 2008

J'ai par la suite effectué ma thèse de doctorat entre septembre 2002 et juin 2008 dans le Groupe de Technologie des Surfaces et Interfaces (Université des Antilles et de la Guyane) sous la direction du Pr Jean-Louis Mansot et la codirection du Pr Philippe Thomas. Cette thèse a été financée à la fois par le Conseil Régional de la Guadeloupe et le Fond Social Européen.

Le sujet de la thèse est dans la continuité de mes stages précédents au GTSI et à l'IMN. Pour approfondir la compréhension des mécanismes responsables de la réduction du frottement dans ces matériaux, nous avons mis à profit la possibilité de modifier de façon contrôlée leurs structures et leurs propriétés électroniques, par intercalation ou insertion d'espèces chimiques particulières. Le graphite est la structure-hôte la plus prolifique pour élaborer des composés d'intercalation. De plus, c'est une structure relativement simple. Elle se prête donc idéalement aux objectifs d'une recherche fondamentale et pédagogique.

Pour l'élaboration des lots d'échantillons, nous avons alors pris contact avec l'équipe du Pr Denis Billaud au Laboratoire de Chimie du Solide Minérale de l'Université de Nancy et le Pr André Hamwi de l'Institut de Chimie de Clermont-Ferrand à l'Université Clermont Auvergne.

Les tests tribologiques sont corrélés aux propriétés électroniques des composés, estimées grâce à des codes de calcul issus de méthodes élaborées à partir de la théorie de la fonctionnelle de la densité. Tous les composés d'intercalation du graphite (CIG), qu'ils soient obtenus avec des alcalins (nucléophiles) ou des halogénures tels que des chlorures ou des fluorures (électrophiles), ainsi que les graphites fluorés, montrent une amélioration des propriétés réductrices du frottement par rapport au graphite vierge.

Dans le cas des composés d'intercalation du graphite avec des chlorures métalliques, l'augmentation de la distance entre les plans de graphène conduit à une diminution des interactions de van der Waals, de plus, les calculs de structure de bandes ont révélé qu'il existe de très faibles recouvrements entre les états électroniques de l'intercalant et ceux de la structure-hôte. Il en résulte l'existence de plans de cisaillement privilégiés dans la structure favorable au clivage des feuillets au cours du frottement.

Les calculs réalisés pour les composés d'intercalation du graphite avec des alcalins mettent en évidence la présence de recouvrement entre les états électroniques de l'alcalin et de la structure-hôte du même ordre de grandeur que ceux présents dans le graphite. Toutefois, les interactions présentes dans ce matériau sont globalement plus faibles que celles présentes dans le graphite vierge car les interactions de van der Waals y sont réduites du fait de l'augmentation des distances entre les feuillets de graphène dans ces composés. Ceci a pour conséquence l'amélioration des propriétés réductrices de frottement par rapport à celles du graphite. La tribosynthèse d'un CIG (LiC_6) a été menée à bien dans le contact au cours du frottement. Cette synthèse in situ est accompagnée d'une chute du coefficient de frottement, et confirme la réduction du frottement par le CIG non désintercalé.

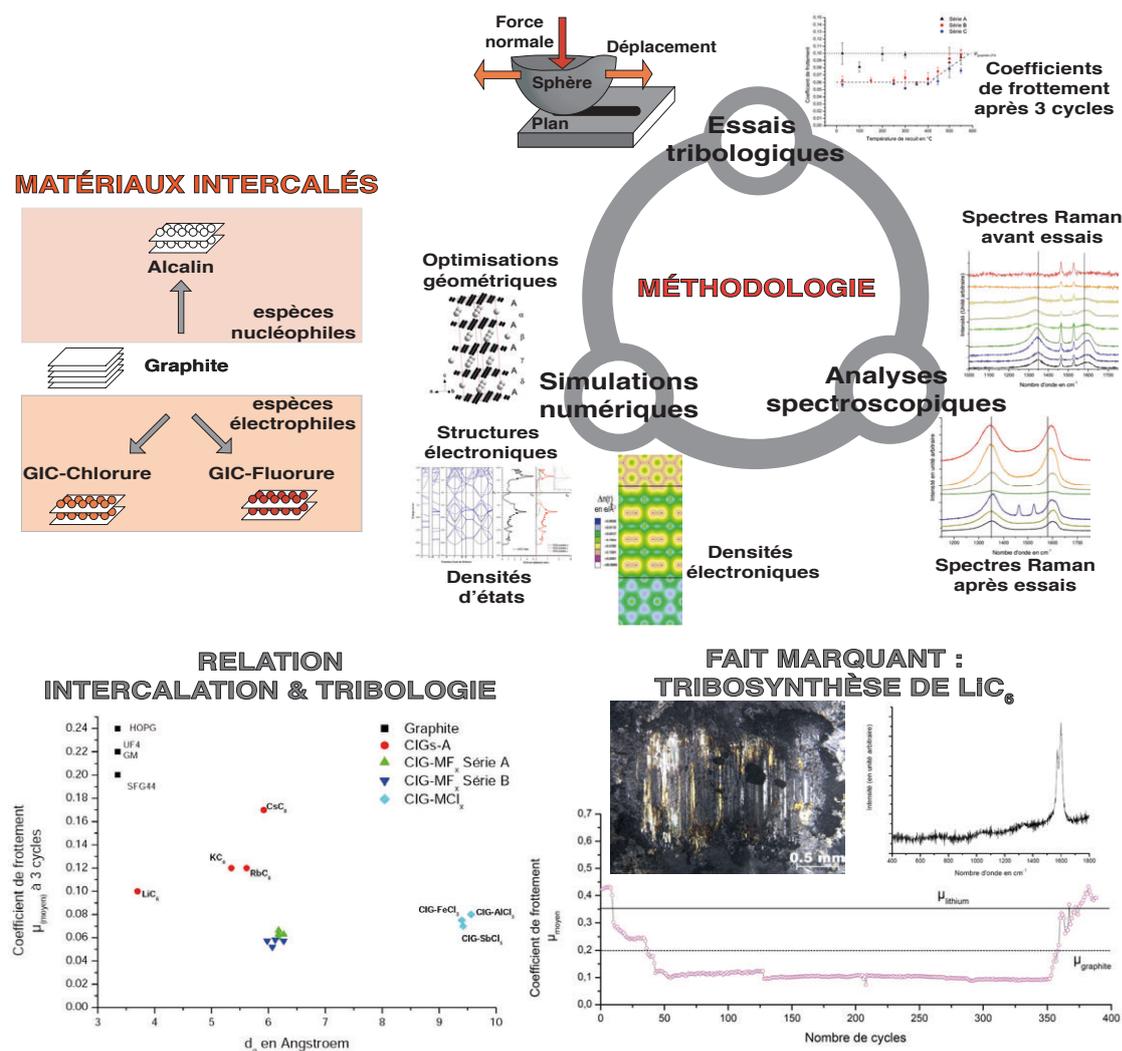


FIGURE 3.4 : Résumé graphique de la thèse de doctorat. Les composés d'intercalation du graphite fournissent une famille intéressante de matériaux pour étudier de manière contrôlée l'influence d'une modification à l'échelle moléculaire sur la réduction du frottement par un lubrifiant solide. Une méthodologie fondée sur une campagne d'essais tribologiques, une étude de la structure électronique et des analyses spectroscopiques, a permis de mettre en évidence l'effet de l'insertion d'espèces chimiques nucléophile et électrophile sur les performances tribologiques. Des phénomènes de désintercalation des composés sont généralement observés. Nous avons en outre mis en évidence de la tribosynthèse du LiC₆.

La réaction de fluoration du graphite conduit à la production de CIG, de composés perfluorés ou de structures biphasées. Les essais tribologiques réalisés sur ces composés ont montré une amélioration des propriétés réductrices de frottement par rapport au graphite d'origine. L'évolution de la structure des films tribologiques en cours de frottement a été suivie par microspectrométrie Raman et corrélée à l'évolution des coefficients de frottement. Il est ainsi mis en évidence que la présence d'espèces intercalées et de liaisons semi-ioniques entre le carbone et le fluor permet l'obtention de tribofilms ayant des performances et une durabilité remarquables.

Ces travaux ont généré 3 rapports à diffusion limitée, 4 ACL [18–21], 12 COM internationales [22–34] et 8 COM nationales [35–42].

4 Activités de recherche académique

Les travaux engagés sur la formulation des premiers corps et notre contribution pour les optimiser dans l'objectif d'améliorer leurs applications en tribologie ont été l'objet de nombreuses études durant ces 10 dernières années.

Nous avons pu ainsi fournir une contribution tant au niveau de l'innovation industrielle qu'à celui de la compréhension fondamentale des mécanismes qui sont à l'œuvre lors d'une expérience tribologique. Nous avons participé principalement au choix de matériaux pour la réduction du frottement ou la résistance à l'usure en travaillant en coopération avec des experts des matériaux composites.

L'intégration de la spectroscopie vibrationnelle aux côtés de l'analyse élémentaire a permis de renforcer les scénarios proposés pour les circuits tribologiques ou ceux des mécanismes d'accommodation qui accompagnent régulièrement nos productions scientifiques. Nous avons de cette façon suivi le transfert de matière, les réactions chimiques, l'évolution des microstructures, ou encore celle des contraintes mécaniques superficielles à l'échelle du contact.

Notre approche expérimentale est complétée par un suivi des phénomènes thermiques qui ont lieu pendant un essai. Cette voie nous permet de compléter l'analyse du contact au-delà du suivi des forces et du déplacement, et d'y inclure une estimation crédible de la température dans le contact. Nous tentons ainsi de relier l'écoulement de l'énergie thermique dans le système avec nos scénarios tribologiques. Autrement dit, nous cherchons à associer au bilan de matière un bilan d'énergie dans les tribosystèmes.

En collaboration avec toutes les équipes dans lesquelles j'ai pu évoluer, j'ai réalisé une contribution scientifique matérialisée par une production qui comprend : **16 articles** dans des revues internationales ou nationales avec comité de lecture, **1 chapitre d'ouvrage**, **1 conférence internationale sur invitation** et **2 séminaires nationaux sur invitation**. J'ai aussi effectué **19 communications avec actes dans des congrès internationaux** et **10 dans des congrès nationaux**, **29 communications orales** et **10 communications par affiche**.

J'ai pu également former et participer à la formation de jeunes chercheurs avec **1 thèse soutenue**, co-encadré à 50 %. J'ai actuellement **2 thèses en cours**, co-dirigée à 50 %, **6 étudiants de master 2** encadrés à 100 % et **6 étudiants en formation d'ingénieur** encadrés à 100 % .

4.1 Environnement de recherche

J'ai été recruté en 2009 à l'École Nationale d'Ingénieurs de Tarbes comme enseignant-chercheur. Dans le même temps, j'ai intégré le Laboratoire Génie de Production (LGP) (Fig. 4.1) d'abord sous la conduite du P^r Daniel Noyes, puis celle du P^r Jean-Yves Fourquet de 2013 à 2016.



FIGURE 4.1 : Le laboratoire Génie de Production à Tarbes (LGP)

Entre 2016 et 2020, le P^r Jean Denape supervise l'unité. Depuis septembre 2020, le P^r Bernard Archimède lui a succédé. C'est une Équipe d'Accueil (EA) 1905, labellisée jusqu'au 1^{er} janvier 2020 par le Ministère de l'enseignement supérieur, de la recherche et de l'innovation.

Quatre équipes forment le LGP :

- Systèmes Décisionnels et Cognitifs (SDC) ;
- Décision, interopérabilité pour la dynamique des systèmes (DIDS) ;
- Mécanique des Matériaux, des Structures et des Procédés (M2SP) ;
- Interfaces et Matériaux Fonctionnels (IMF).

J'effectue mes recherches dans l'équipe IMF (Fig. 4.2) animée à mon arrivée par le P^r Jean Denape jusqu'en 2016, puis par la P^r Valérie Nassiet de 2016 à 2020 et depuis septembre 2020, par le P^r Joël Alexis. Au moment de l'évaluation du contrat 2014/2019 par le Haut Conseil de l'évaluation de la recherche et de l'enseignement supérieur (HCÉRES), onze enseignants-chercheurs permanents forment cette équipe, soit trois professeurs d'université et huit maîtres de conférences. Ces membres sont répartis sur deux sections du CNU : neuf en 33^e section, qui s'intéressent à la chimie des matériaux et deux en 60^e section, qui porte sur la mécanique.

L'équipe IMF vise à comprendre les transferts de matière et d'énergie entre les matériaux et leur environnement. Elle s'intéresse à toutes les familles de matériaux : aux métaux, aux céramiques, aux polymères et à leurs composites. Elle

réfléchit ses problématiques en intégrant l'aspect multiéchelle et se préoccupe des phénomènes aux interfaces et aux interphases. Elle accorde une attention particulière aux matériaux composites, puisqu'ils autorisent le renforcement des propriétés intrinsèques, et même l'émergence, parfois, de nouvelles propriétés.



FIGURE 4.2 : L'équipe Interfaces et Matériaux Fonctionnels (IMF) en 2015. De gauche à droite : Tipahine Mérian*, Julie Tarrieu, Joël Alexis*, Miguel Villar Montoya, Valérie Nassiet*, Bouchra Hassoune-Rhabbour*, Corentin Delebarre, Jean Denape*, France Chabert*, Arthur Visse, Karl Delbé*, Loïc Lacroix*, Thibaut Fourcade, Jean-Yves Paris*, Yannick Balcaen*. L'astérisque (*) indique les membres permanents de l'équipe. Malik Yahiaoui et Morgane Mokhtari, recrutés respectivement en 2019 et 2020, n'apparaissent pas sur cette photo.

L'équipe tient compte significativement du procédé et présente régulièrement ses projets avec le triptyque : structure - procédé - propriété. La recherche de fiabilité est le thème récurrent des travaux engagés par l'équipe. Ainsi, les études portent souvent sur l'identification des défaillances, la compréhension de leur occurrence dans des conditions environnementales et durant une période données. Les modèles générés promettent la prédiction du comportement des matériaux dans son système et son environnement d'exploitation. Deux thèmes structurent les activités de l'équipe IMF :

Thème 1 : les procédés multiéchelles d'assemblages de matériaux avancés.

Thème 2 : la caractérisation mécanique et physicochimique des interfaces statiques et dynamiques sous contraintes environnementales.

Grâce à l'équipe IMF, je mène des travaux cohérents avec les compétences acquises lors de ma formation doctorale. Mes travaux sont associés au second thème et plus précisément à l'axe : Tribologie, Matériaux et Dynamiques des Interfaces (TMDI). Ainsi, je continue à m'intéresser à la tribologie et à la caractérisation des matériaux. Cependant, je ne réalise plus de calculs de premier principe. La majorité des travaux que j'ai menés depuis ont porté sur des matériaux composites et des revêtements pour fiabiliser les mécanismes et les équipements, principalement dans le domaine du transport aérien.

Dans les locaux qui accueillent les équipements de tribologie, je procède à des expérimentations sur des couples de matériaux dans les conditions d'utilisation proches des conditions de services. Ainsi, j'acquiers des données sur des échantillons soumis à des sollicitations de glissement sec et occasionnellement, en présence de

lubrifiants solides. Cela représente des champs d'application pour lesquelles la lubrification liquide est absente ou défailante. Il peut s'agir de systèmes tribologiques dans des environnements sévères, tels que le vide ou les hautes températures. Les campagnes de recherche prennent souvent une forme expérimentale et exploratoire.

En outre, mes études participent couramment à des projets pour l'innovation industrielle. En effet, j'accompagne des partenaires industriels dans leur démarche de modernisation et de fiabilisation des systèmes sous contraintes tribologiques (Fig. 4.3). Parmi eux, on compte des sociétés implantées dans les Hautes-Pyrénées, comme Technacol et Bigorre Ingénierie, ou dans la Nouvelle-Aquitaine, comme la plateforme Canoë. Je travaille également avec des partenaires de taille nationale comme les sociétés Boostec, Cyclam, Vesuvius, et plus récemment, la société de Galvanoplastie Industrielle Toulousaine (GIT). Des projets ont également été accomplis avec des groupes industriels de taille internationale : l'Instituto Tecnológico de Aragón à Saragosse en Espagne, et les groupes français Mersen et Liebherr-Aerospace Toulouse SAS.

Je coopère régulièrement avec des partenaires académiques dans des actions pour lesquelles nos savoirs et nos savoir-faire se complètent : le Centre d'Élaboration de Matériaux et d'Études Structurales (CEMES), l'Institut de mécanique et d'ingénierie (I2M), le Centre Inter-universitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux (CIRIMAT), l'Institut Clément Ader (ICA) d'Albi, le Centre des matériaux des Mines d'Alès (C2MA), et dernièrement avec l'Institut de Recherche Technologique (IRT) Saint-Exupéry. Ces partenariats académiques ont parfois pris une dimension internationale avec le concours l'Université de Pitești en Roumanie et la Mondragon Goi Eskola Politeknikoa (MGEP) de l'université de Mondragón en Espagne.

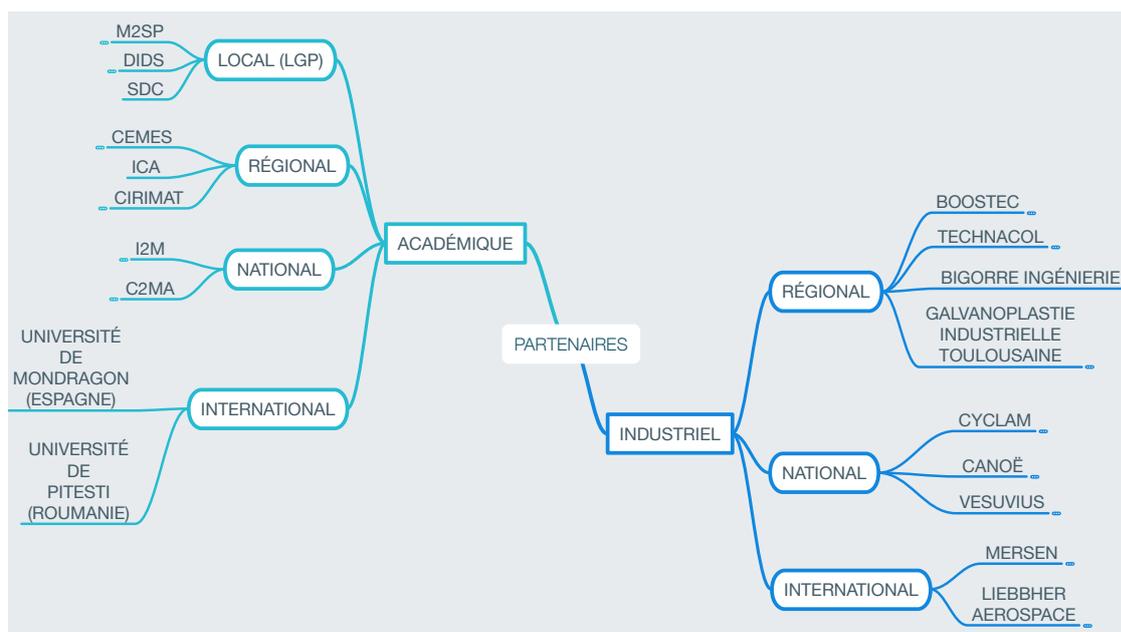


FIGURE 4.3 : Carte heuristique des partenariats avec des structures académiques ou industrielles.

Vue d'ensemble des projets de recherche

Cette section présente brièvement mes thématiques de recherche, les projets et les personnes qui y ont participé. Je me dois de décrire ma contribution scientifique en citant les personnalités qui y ont joué un rôle clef. Les détails de chaque programme sont présentés en annexe G avec le type de projet, les porteurs, les partenaires, et les montants attribués.

Je contribue à la formation par la recherche en accueillant régulièrement au LGP des étudiants qui effectuent leur stage d'application, leur projet de fin d'études, ou leur stage de master. Depuis 2011 et jusqu'à maintenant, j'encadre des doctorants qui sont inscrits à l'École Doctorale Sciences de la Matière (ED-SDM) référencée ED 482. Les actions de recherche accomplies avec ces jeunes chercheurs sont tournées vers l'étude tribologique des composites. J'ai pu explorer des matériaux à matrice métallique, graphite, ou polymère. À chaque fois, j'ai cherché à comprendre l'effet du renfort sur les performances tribologiques. En particulier quand il s'était question d'un lubrifiant solide tel que le bisulfure de tungstène, le graphite ou le nitrure de bore hexagonal.

Ainsi de 2009 à 2015, j'ai pu considérer des composites à matrice métallique (CMM) renforcés avec des particules lubrifiantes ou métalliques en participant aux projets SPLASMAP, CHAR-BIAX et TINOV. Nous avons mené le projet SPLASMAP en coopération avec le I2M, le CEMES et Liebherr aerospace. Avec l'expertise du Pr Alain Couret et du Dr Jean-Philippe Monchoux, nous avons exploré les possibilités offertes par le frittage flash pour formuler de matériaux inédits. Les produits étaient destinés aux structures aéronautiques produites par Liebherr et en ce sens le Dr Nadia Vialas nous a épaulés durant toute la durée du programme. J'ai recruté et encadré sur cette thématique de recherche 6 stagiaires, essentiellement à travers des formations en master de recherche.

En 2011, j'ai initié des travaux avec la société Boostec. En relation avec Marc Ferrato et Dominique Gaveau du groupe Mersen, nous avons élaboré un projet de recherche que j'ai co-encadré avec le Pr Jean Denape. Il s'agissait d'une thèse régie par une convention industrielle de formation et de recherche (CIFRE). Nous avons alors recruté en 2012 Stéphanie Lafon-Placette qui a obtenu son grade de docteur en 2015. L'étude portait alors sur les performances tribologiques d'un couple d'anneaux : le premier en carbure de silicium et le second en composite à base de carbone. Un procédé d'imprégnation consolide le carbone poreux en y incorporant des matériaux qui visent à renforcer soit les propriétés de volume, soit celles de surface.

En 2016, en coopération avec le Dr France Chabert de l'équipe IMF, j'ai mené une série d'expériences sur le PEEK pur et son composite chargé de fibre de verre. Le Dr Chabert est une spécialiste des procédés de fabrication des polymères et de leur renforcement par insertion de dispersoïdes. Elle a envisagé d'augmenter les propriétés de conduction thermique de ces matériaux en y ajoutant du graphite ou du nitrure de bore. Dans ce projet exploratoire, nous avons aussi voulu vérifier si l'ajout de charge céramique, comme l'alumine ou le carbure de silicium, a un

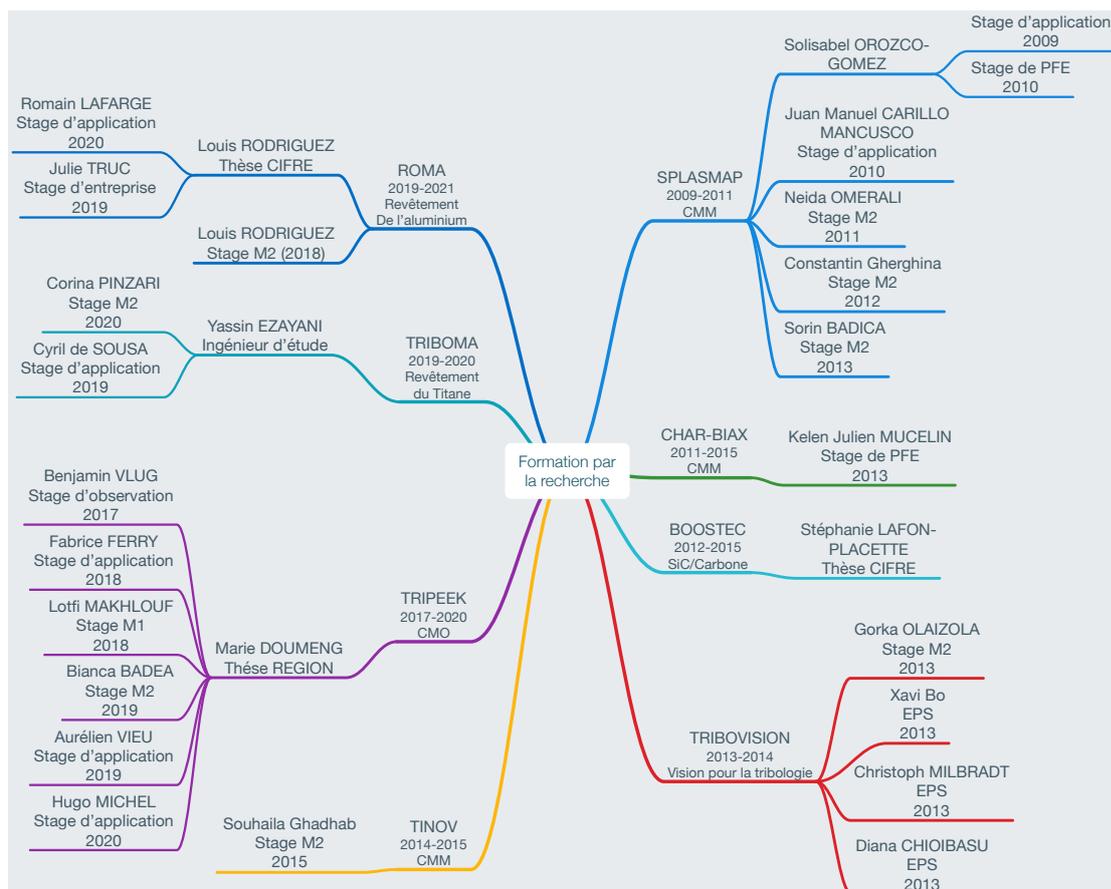


FIGURE 4.4 : Carte heuristique des formations par la recherche.

effet sur les propriétés intrinsèques et les propriétés tribologiques. Le but consistait à accroître aussi les propriétés de volume du PEEK et de constater l'effet sur le frottement et l'usure. J'ai ainsi porté auprès de la région Occitanie le projet TRIPEEK pour approfondir l'étude des propriétés tribologiques de ces matériaux. Nous avons obtenu le label du Groupement de recherche (GDR) Polynano, puisque nous avons de plus souhaité examiner l'effet de la taille du renfort. Nous voulions nous associer dans notre démarche à des spécialistes de la spectroscopie Raman et du procédé d'injection de polymère. Nous nous sommes alors rapprochés d'Olivier Marsan du CIRIMAT de Toulouse et du D^r Florentin Berthet de l'ICA d'Albi. Nous avons recruté en 2017 Marie Doumeng qui a soutenu sa thèse le 29 janvier 2021. Pour cette thèse, j'ai obtenu de l'École Doctorale Sciences de la Matière (ED-SDM) une dérogation de l'Habilitation à Diriger des Recherches (HDR) afin de pouvoir co-diriger la thèse avec le P^r Denape. Ce projet a été l'occasion de former six étudiants à la recherche durant des stages et de développer les compétences d'encadrement de notre doctorante.

Dernièrement, j'ai monté un projet READYNOV avec la société Galvanoplastie Industrielle Toulousaine (GIT). Ce projet intitulé ROMA est supporté par la région Occitanie. Il est labellisé par le Pôle européen de la Céramique et Aerospace Valley. Marion Balsarin et Philippe Combes le portent au niveau industriel, j'en suis le responsable au niveau académique. Le P^r Denape et le D^r Jean-Yves Paris coopèrent avec moi. Pour ces travaux, qui s'intéressent aux performances réductrices

de frottement et anti-usure de revêtements pour des alliages d'aluminium, nous avons engagé un ingénieur d'étude, Yassin Ezayani et un stagiaire de Master 2, Louis Rodriguez. À l'issue du stage, l'entreprise a souhaité s'impliquer sur le long terme et nous avons décidé de construire une CIFRE de l'Association Nationale Recherche Technologie (ANRT). Avec l'entreprise, nous avons alors choisi de recruter M. Rodriguez pour commencer en 2019 une thèse de doctorat.

4.2 Objectifs scientifiques

Dans le domaine du glissement sec, une proposition récurrente est avancée pour résoudre la problématique de la réduction du frottement et de l'usure :

*Est-il possible de contrôler le frottement et l'usure
en agissant uniquement sur les premiers corps ?*

Ainsi, durant les premiers instants du déplacement, des débris se détachent des premiers corps et forment le 3^e corps. Ces débris circulent entre les deux pièces antagonistes et progressivement les séparent. En tenant compte de ce mécanisme, il devient intéressant d'émettre des particules qui joueront le rôle de lubrifiant solide dans l'espace entre les deux premiers corps. Elles permettront ainsi de réduire les interactions entre les 1^{ers} corps et concentreront les efforts dans le troisième corps.

La formulation d'un couple de matériaux est un domaine vaste et complexe. À chaque étape des travaux que j'ai engagés, j'ai été aidé par des spécialistes du domaine des matériaux concernés. J'ai ainsi pu mieux appréhender les spécificités de chaque famille de composés pour proposer une stratégie visant à améliorer les performances du tribosystème étudié. À chaque fois, j'utilise les outils méthodologiques que constituent *le triplet tribologique*, *les mécanismes d'accommodation* et *le circuit tribologique*.

L'idée d'employer des premiers corps qui alimentent favorablement l'interface de contact n'est pas neuve. Elle est bien mise à profit industriellement avec beaucoup d'empirisme. Cependant, les combinaisons de couple de matériaux réalisables sont vastes et comme nous ne disposons pas de lois fondamentales du frottement et de l'usure, il reste indispensable de tester le comportement des couples en fonction des applications visées.

Les sections suivantes présentent les travaux réalisés sur différents couples de matériaux avec l'objectif de comprendre et d'optimiser les performances des tribosystèmes engagés.

Au préalable, je présente les outils méthodologiques et les instrumentations que j'ai mis en œuvres pour mener à bien mes travaux (§ 4.3).

Dans les sections 4.4 et 4.5, j'ai rassemblé les études qui concernent de nouveaux matériaux en remplacement du graphite dans un palier lisse soumis à des températures élevées. À l'époque de ce projet, nous avons envisagé l'utilisation de

composites à matrice métallique (CMM) chargés avec des lubrifiants solides, le bisulfure de tungstène (WS_2) et le nitrure de bore hexagonal (h-BN). Cette stratégie cherche à produire dans l'interface un matériau avec des propriétés de cisaillement faibles. La matrice initialement choisie est un acier inoxydable. Par la suite, nous avons proposé d'utiliser une matrice plus résistante vis-à-vis des contraintes thermiques élevées.

Dans la section 4.6, nous présentons les travaux menés sur un couple de carbure de silicium (SiC) homogène de dureté très élevée. Cette configuration extrême s'avère fragile et trop sévère. Les résultats montrent l'importance de mettre en action un duo de matériaux hétérogène et accommodant, afin d'éviter le fonctionnement d'un duo de premiers corps trop sensible à la rupture. Nous l'avons donc remplacé par un couple carbographe/carbure de silicium. Cette modification change profondément les contraintes résiduelles à la surface des premiers corps.

Ensuite, dans la section 4.7, avec le même couple hétérogène carbographe/carbure de silicium, nous avons réfléchi à orienter les propriétés du matériau par le procédé d'imprégnation. Nous espérons ainsi contrôler les propriétés du couple tribologique. Le carbographe est un matériau poreux qui offre la possibilité d'y injecter des éléments tiers. Ainsi, nous avons imaginé la possibilité de modifier les mécanismes de production de débris dans l'espace interfaciale et de stabiliser le débit interne. Nous avons testé l'effet de cette imprégnation du carbographe avec trois types de matériaux différents qui augmentent soit la rigidité, soit l'émission de débris favorables au cisaillement.

Enfin, la section 4.8 contient les recherches sur les composites à matrice organique (CMO) élaborés en partenariat avec mes collègues polyméristes. Nous avons formulé au LGP des polyétheréthercétone (PEEK) chargés de matériaux lamellaires comme le graphite et le h-BN, ou encore avec des charges granulaires, telles que le SiC ou l'alumine (Al_2O_3). Il nous a semblé intéressant d'explorer l'idée que des premiers corps comme les polymères, peuvent encaisser une fraction de l'énergie dissipée dans le tribosystème par de la déformation élastique ou plastique, plutôt que par du cisaillement uniquement. Nous nous sommes efforcés de traiter deux voies d'amélioration. La première considère, comme précédemment, l'effet du matériau lamellaire qui peut venir jouer le rôle de lubrifiant solide dans l'interface. La seconde vise à renforcer les propriétés mécaniques du polymère avec des particules de carbure de silicium ou d'alumine. De cette manière, les mécanismes d'accommodation par déformations élastique et plastique seraient contrôlés par le taux de charge dans la matrice.

Mes investigations scientifiques portent donc essentiellement sur trois domaines :

Domaine 1 : la formulation et mise en œuvre du premier corps pour fiabiliser le tribosystème ;

Domaine 2 : L'enrichissement des modèles descriptifs grâce à la caractérisation physicochimique des interfaces à l'échelle du contact et en particulier avec la spectroscopie Raman.

Domaine 3 : L'étude des champs thermiques à travers le système tribologique pour

initier une approche énergétique systémique.

4.3 Méthodologie et outils en tribologie

4.3.1 Approche systémique de la tribologie

La méthodologie scientifique que j'ai adoptée durant ma thèse a été renforcée par ma rencontre avec Jean Denape. Ce dernier est un ardent promoteur du concept de *troisième corps* introduit par le P^r Maurice Godet et du circuit tribologique du P^r Yves Berthier. Dans les sections qui suivent, je présente le modèle et les concepts qui sont utilisés comme base de notre démarche scientifique. Il s'agit du *triplet tribologique*, du *circuit tribologique* et des *mécanismes d'accommodation*. Les termes et les notations que j'y introduirai seront ensuite repris pour décrire mes travaux.

a) Le triplet tribologique

Le P^r Maurice Godet propose de tenir compte d'un système qu'il nomme *le triplet tribologique* pour décrire les phénomènes qui se produisent dans une interface dynamique sans lubrification liquide [43]. Ce système est constitué de trois parties (Fig. 4.5) :

- le *dispositif* ou mécanisme ;
- les *premiers corps* ;
- le *troisième corps*.

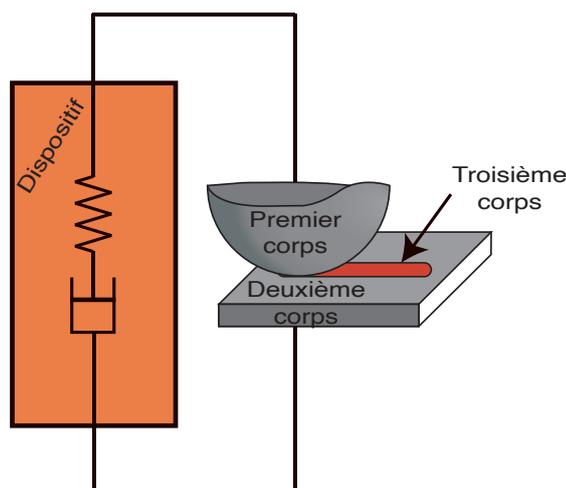


FIGURE 4.5 : Le triplet tribologique modélisé selon Godet avec le dispositif, les premiers corps et le troisième corps.

Le *dispositif* est l'instrument qui produit le contact dynamique. C'est lui qui impose les conditions de fonctionnement et transmet les charges et le type de sollicitation. Les turbines, les perceuses ou les pompes sont des mécanismes dans lesquels interviennent des parties frottantes, au même titre que les paliers ou les rivetages. Dans ce dernier cas, le frottement est quasi-statique. Il peut

s'agir d'un instrument de laboratoire, d'un prototype ou d'un appareil industriel. À l'échelle du laboratoire, ce sont les tribomètres. Ces simulateurs ont un niveau de finition plus ou moins standardisé. Ils permettent de reproduire un contact simplifié avec un contrôle de la cinématique du mouvement et de la charge appliquée. Lorsqu'ils enregistrent les efforts normaux et tangentiels au moyen de capteurs de force, ils permettent de calculer le coefficient de frottement, sinon, ce sont des machines d'usure.

Un prototype instrumenté de capteur de forces peut être un tribomètre. Cependant, il est souvent complexe de positionner ces capteurs sur la machine sans en modifier fortement la conception, et en particulier sa rigidité. C'est d'ailleurs la différence entre les tribomètres de laboratoire et les appareils industriels : leurs structures possèdent une rigidité et donc des modes propres très différents les uns des autres. Le passage d'une étude de laboratoire vers un produit industriel doit donc se faire en employant une échelle de niveau de maturité semblable au Technology Readiness Level (TRL)(Fig. 4.6), désormais répandue dans les appels d'offres de recherche.

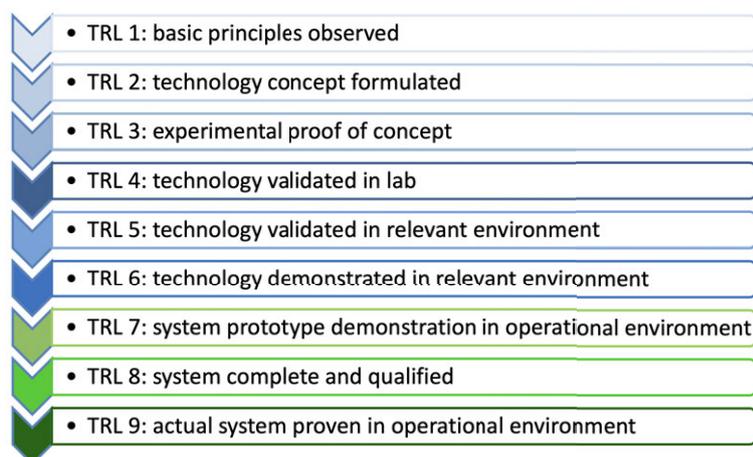


FIGURE 4.6 : Échelle de maturité ou TRL selon le site du Ministère de l'enseignement supérieur, de la recherche et de l'innovation (MESRI) et tel qu'il est présenté dans le programme Horizon 2020.

Les pièces en contact forment les *premiers corps*. C'est elles qui subissent les sollicitations du dispositif et réagissent par des transformations volumiques ou superficielles. Leurs géométries conditionnent le caractère hertzien du contact ou non et amènent à un contact fermé ou ouvert. Leurs compositions chimiques, leurs microstructures ainsi que leurs propriétés intrinsèques telles que la dureté, la ténacité ou encore le module d'Young sont aussi des paramètres essentiels.

Le *troisième corps* est le produit des réactions mécaniques et chimiques à l'interface entre les premiers corps. Il est initialement absent du contact et se constitue progressivement durant le déplacement des parties mobiles. Le troisième corps transmet les contraintes, sépare partiellement ou complètement les premiers corps et s'écoule en accommodant la majeure partie de la différence de vitesse entre les deux pièces en contact. Il est non seulement une réalité du point de vue cinématique, mais aussi chimique. Il est nécessairement constitué

des particules émises par les premiers corps et qui circulent dans l'espace entre les deux surfaces. Les propriétés d'adhésion et leur rhéologie ont un rôle central dans le comportement tribologique d'un système frottant.

b) Les sites et les modes d'accommodation

Le P^r Berthier propose une description des mécanismes d'accommodation qui accompagnent l'apparition des débits de matière durant le contact dynamique [44]. Il s'agit des mécanismes locaux permettant le déplacement. On distingue ainsi des sites et des modes d'accommodation.

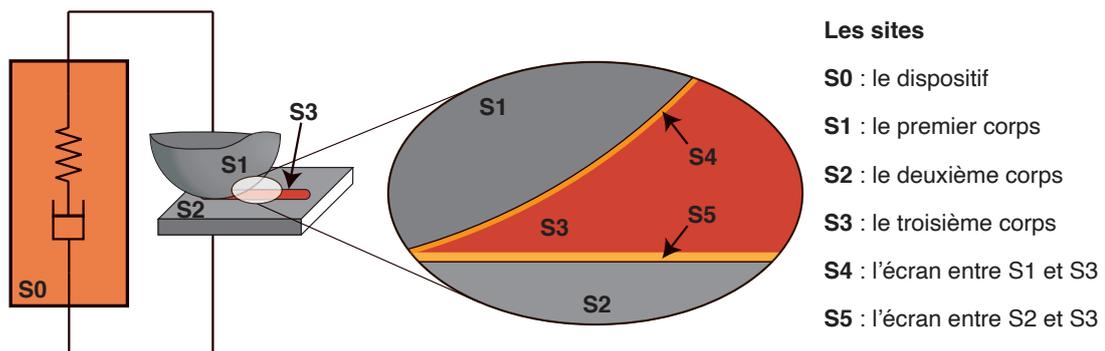


FIGURE 4.7 : Les sites d'accommodation tribologique proposés initialement par Berthier et modifiés par Denape.

Les sites d'accommodation sont les lieux où l'énergie est dissipée. On en dénombre cinq (Fig. 4.7) et se distinguent de la manière suivante selon la nomenclature initiée par Berthier et modifiés par Denape. En effet, Berthier numérote les sites ainsi : S_1 , le premier corps ; S_2 : l'écran entre le premier corps et le troisième corps ; S_3 , le troisième corps ; S_4 , l'écran entre le deuxième corps et le troisième corps ; S_5 , le deuxième corps. S_0 n'apparaît pas initialement comme un site d'accommodation. La nomenclature que nous adoptons dans nos travaux est la suivante :

- S_0 : le dispositif ou mécanisme ;
- S_1 et S_2 : les deux premiers corps ;
- S_3 : le troisième corps ;
- S_4 et S_5 : les *écrans* qui créent une interface entre le premier corps et le troisième corps (S_4) ou entre le deuxième et le troisième corps (S_5).

Dans la suite de l'exposé, S_1 sera systématiquement associé au 1^{er} corps placé sur la partie supérieure de nos tribomètres. S_1 désigne donc le plus souvent le frotteur. Et S_2 , le 2^e corps est situé sur la partie inférieure. S_2 se réfère donc le plus souvent à l'échantillon.

Pendant un contact frottant, tous les sites interviennent dans l'accommodation, mais en suivant des modes variés qui change selon la nature des éléments mis en jeu et des conditions opératoires. Berthier et Denape dénombrent finalement 5 modes d'accommodation [45, 46]. Puisque Denape introduit le mode M_1 plastique, et renvoie la notation M_0 pour le mode élastique :

- M_0 : la *déformation élastique* ;
- M_1 : la *déformation plastique* ;
- M_2 : la *rupture* ;
- M_3 : le *cisaillement* ;
- M_4 : le *roulement*.

Les mécanismes d'accommodation peuvent apparaître à différents moments du contact, parfois en même temps dans un site, et évoluent avec la cinématique du frottement.

En identifiant ainsi les sites et les modes d'accommodation, on dispose d'un outil puissant pour scénariser la vie du phénomène tribologique. Il devient aisé de les nommer par une combinaison du site et du mode, par exemple, S_0M_0 , qui est la déformation élastique du dispositif pendant l'essai, ou encore S_3M_1 , la déformation plastique du troisième corps.

Dans la pratique, en ne tenant pas compte des modes élastiques (modes non dissipatifs) et pour des raisons de symétrie, huit mécanismes prépondérants sont observés : 3 dans les premiers corps (S_1M_1 , S_1M_2 , S_1M_3), 4 dans le troisième corps (S_3M_1 , S_3M_2 , S_3M_3 le plus courant, S_3M_4) et 1 dans les écrans (S_4M_3).

c) Le circuit tribologique

Yves Berthier décrit pour un contact sans lubrifiant le bilan de matière entre les premiers corps, le troisième corps et le milieu extérieur [47]. Les *débris* issus des premiers corps forment le troisième corps grâce à des débits de matière notés *débits sources internes* (Q_s^i) provenant des premiers corps S_1 et/ou S_2 . Ils peuvent être accompagnés d'un *débit source externe* (Q_s^e). Il peut s'agir de grains de sable pendant un essai d'érosion. Ainsi, le débit source est tel que :

$$Q_s = Q_{s1}^i + Q_{s2}^i + Q_s^e \quad (4.1)$$

Berthier introduit un débit environnemental (Q_s^{env}) qui prend en compte les échanges gazeux avec l'atmosphère, et qui peut aussi être identifié comme un débit source externe. Ce débit nous a paru particulièrement pertinent durant les travaux de thèse de Stéphanie Lafon-Placette [48, 49].

La circulation dans l'interface du troisième corps se nomme alors le *débit interne* (Q_i) et l'éjection de particules, le *débit externe* (Q_e). Lorsque ces particules ont la possibilité de revenir dans le contact, on parle de *débit de recirculation* (Q_r). Si cette matière est définitivement éjectée de l'interface, on la désigne comme le *débit d'usure* ou plus simplement l'*usure*, (Q_u).

$$Q_e = Q_r + Q_u \quad (4.2)$$

À partir de ces considérations, Yves Berthier propose une application du principe de conservation de la matière au contact tribologique, soit :

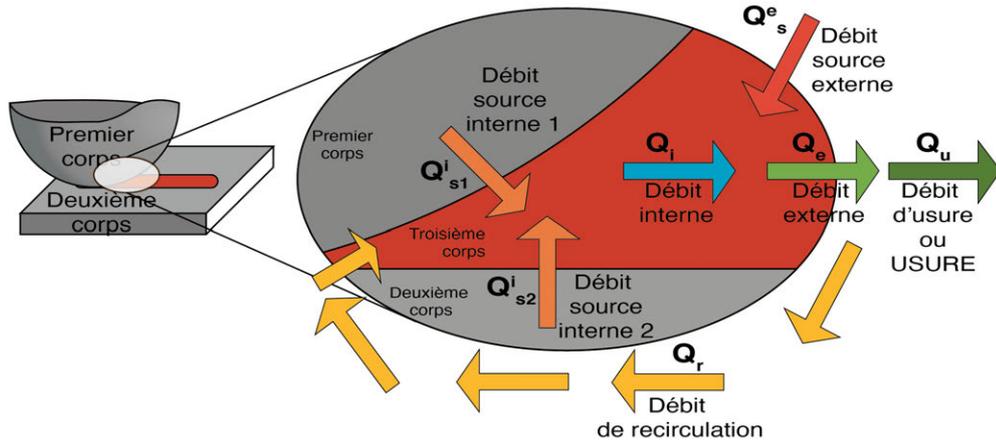


FIGURE 4.8 : Le circuit tribologique développé par Berthier.

$$Q_i = \frac{dM_i}{dt} = Q_s - Q_u \quad (4.3)$$

où M_i est la quantité de particules constituant le 3^e corps.

Il convient de distinguer la situation d'un contact ouvert et celle d'un contact fermé. Dans le cas d'un contact ouvert, les débits sources gouvernent la dynamique du circuit tribologique, alors que dans celui du contact fermé, ce sont les débits externes.

Les travaux de Fillot en 2005 apportent une contribution significative pour la construction de modèles de débits d'accommodation [50, 51]. Il étudie les débits sources avec des simulations numériques et des expériences modèles (Fig. 4.9).

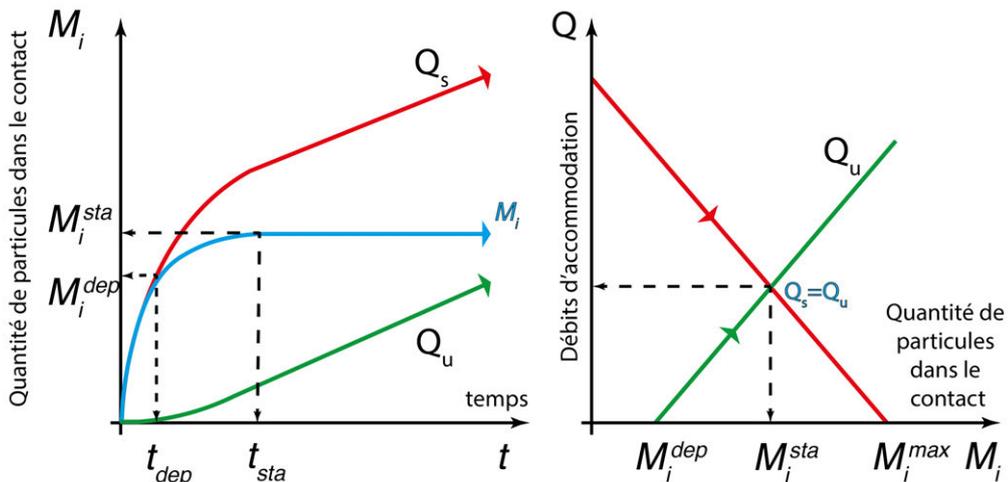


FIGURE 4.9 : Compétition entre Q_s et Q_u . On note M_i^{dep} la quantité minimale de 3^e corps nécessaire avant l'éjection de matière à t_{dep} . M_i^{sta} est la quantité de matière vers laquelle tend le 3^e corps qui atteint le régime stationnaire à t_{sta} . M_i^{max} est la quantité de matière contenue dans le 3^e corps alors qu'il n'y pas de débit d'usure, comme par exemple dans les contacts fermés.

La circulation des particules qui participent à la construction du 3^e corps M_i est évaluée au cours du temps et en association avec le débit source Q_s et le

débit d'usure Q_u .

Pendant une phase initiale ($t < t_{dep}$), les premières particules du 3^e corps apparaissent dans l'interface avec le débit source des premiers corps. Les contraintes sont alors relayées des premiers corps vers le troisième corps.

Dans une seconde phase ($t > t_{dep}$), au départ des premières particules vers l'extérieur, le débit d'usure s'amorce.

- Si le contact est ouvert, le régime permanent s'établit une fois que le 3^e corps est stabilisé (M_i^{sta}) pour $t > t_{sta}$.
- Si le contact est fermé, il n'y a pas de débit d'usure et les particules qui circulent à l'interface tendent vers une quantité maximale M_i^{max} .

Nous considérons que le 3^e corps est un acteur indispensable dans la compréhension des phénomènes liés au frottement et à l'usure. Nous avons donc adopté cette méthodologie qui reprend le triplet tribologique, les sites et les modes d'accommodation et le circuit tribologique dans tous nos travaux. Le 3^e corps devient un enjeu, car il peut piloter la durée de vie du mécanisme et diminuer sa consommation énergétique.

4.3.2 Les tribomètres

La réponse du système tribologique dépend entre autres du dispositif (S_0) mis en jeu. Ainsi, le tribosystème qui nous intéresse se trouve parfois dans un équipement opérationnel et en service. Il peut aussi s'agir d'un prototype plus ou moins instrumenté, d'un simulateur dédié à une application, ou encore, d'un équipement standardisé. En laboratoire, ces instruments autorisent le pilotage et l'enregistrement d'expériences tribologiques représentatives. Ces expériences sont par nature complexes puisqu'elles mettent en jeu un grand nombre de paramètres qui peuvent être regroupés en trois catégories : les paramètres opératoires, les paramètres environnementaux et les paramètres liés aux matériaux. Les instruments sont tout aussi complexes et variés [52].

Un instrument de mesure tribologique est construit de sorte qu'il permet l'enregistrement en temps réel des grandeurs telles que les forces agissant sur les matériaux en contact, la température, le bruit ou les vibrations. On en déduit le coefficient de frottement et l'énergie dissipée. Après l'ouverture du contact, au terme de l'expérience, les premiers corps (S_1 et S_2) et le troisième corps (S_3) sont analysés du point de vue morphologique, topographique et physicochimique. L'expérimentateur peut alors calculer des taux d'usure et comparer l'état des pièces avec leur état initial.

Au LGP, le groupe de tribologie possède plusieurs variétés de tribomètres parmi les exemples cités. Deux bancs d'essai tribologiques ont été exploités au long de mes années de recherche. Le premier fut conçu avant mon arrivée avec l'objectif d'effectuer le contact d'un pion sur un disque dans des conditions environnementales sévères. Le second est un équipement commercial acquis au moyen du contrat de plan État Région. Son évolutivité permet de réaliser des essais fondamentaux

dans de nombreuses configurations élémentaires. Ces bancs se différencient par leurs conceptions et leurs spécifications.

Le tribomètre environnemental

Le premier tribomètre est de type pion/disque (Fig. 4.10, à gauche). C'est un tribomètre dédié aux essais de simulation et pour la validation de couple de matériaux dans des conditions extrêmes de température et de vide. Il est le fruit d'une collaboration entre le LGP et le CIRIMAT [53–55]. Il permet le contrôle de 3 paramètres environnementaux : la température, la nature de l'atmosphère et le niveau de vide.

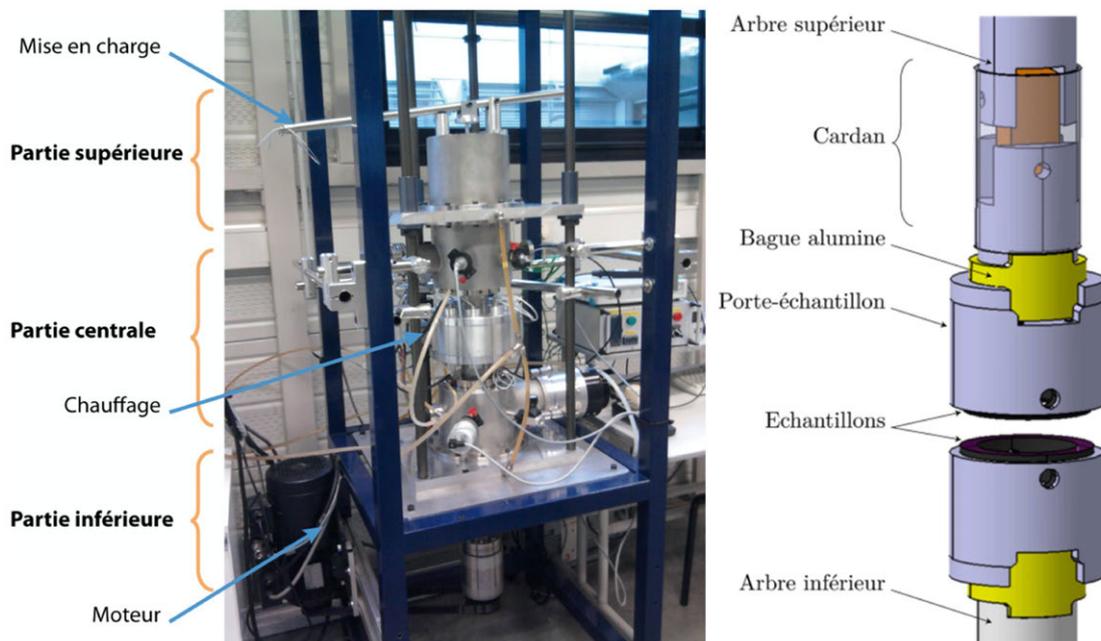


FIGURE 4.10 : Tribomètre environnemental (à gauche). Des accessoires furent conçus pour cet équipement dans le but de travailler sur des couples anneaux-anneaux. Un cardan (à droite) fut ajouté pour optimiser la planéité.

Le tableau 4.1 résume les paramètres opératoires accessibles.

Configuration	Pion sur disque ou anneau-anneau
Type de mouvement	glissement rotation continue
Charge appliquée	de 0,5 à 500 N
Vitesse	de 0,1 à 2 m/s
Température	de l'ambiante à 900 °C
Environnement	ambient, air sec, gaz neutre, vide primaire et secondaire

TABLE 4.1 : Conditions opératoires du tribomètre environnemental

Le tribomètre comprend trois parties :

- La partie inférieure, c'est la partie motrice où le moteur met en rotation l'arbre inférieur ;

- La partie centrale, les échantillons y sont mis en contact et l’atmosphère y est contrôlée. L’échantillon inférieur est mis en rotation par l’intermédiaire d’un accouplement magnétique. L’isolation avec l’extérieur est ainsi assurée. Un four radiatif construit avec de 8 ampoules halogènes de 1 kW, situées aux foyers de logements elliptiques polis et réfléchissants, permet d’atteindre des températures jusqu’à 900 °C en quelques minutes ;
- La partie supérieure contient un capteur qui mesure à la fois le couple et la force normale. Cette dernière est appliquée par gravité via un bras de levier.

Conçu initialement pour mener des essais pion/disque, il a été modifié pour réaliser des essais anneau/anneau. Pour les études accomplies avec des contacts anneau/anneau, un cardan d’accouplement a été inséré dans le tribomètre pour assurer le parallélisme entre les surfaces de contact (Fig. 4.10, à droite). Les recherches sur les CMM (§ 4.4 et 4.5), des garnitures mécaniques industrielles¹ et les couples carbographe/SiC (§ 4.6 et 4.7) ont été réalisés avec cet équipement.

Le Tribolab

Un second tribomètre a été acquis afin de réaliser des essais plus en amont de l’échelle TRL. Il s’agit de l’UMT Tribolab de Bruker. Il est dédié aux essais sur des géométries de contact simple, comme les essais bille/plan ou pion/disque. Sa conception permet de réaliser à la fois des essais en rotation ou en translation. Cet équipement permet aussi la préparation d’essais spécifiques ou standardisés. Des géométries de type plan/plan, cylindre/plan ou segment/chemise peuvent être installées. Récemment, nous avons préparé en association avec le P^r Pierre Ouagne et le D^r Emmanuel de Luycker des essais de mèches de textile ou de fibres de carbone [56]. Des fours peuvent être implanté temporairement pour atteindre des températures jusqu’à 1000 °C. Les échantillons de frottement peuvent aussi être enfermés dans une enceinte à humidité contrôlée.

Le tableau 4.2 résume les paramètres opératoires accessibles.

Configuration	Pion sur disque ou anneau-anneau
Type de mouvement	glissement rotation continue ou translation réciproque
Charge appliquée	de 0,2 à 2000 N
Vitesse	de 0,1 à 5000 tour par minute
Fréquence	de 0,1 à 60 Hz, en translation réciproque
Température	de l’ambiante à 1000 °C
Environnement	ambient, air sec, gaz neutre
Humidité	de 5 à 85 % à température ambiante

TABLE 4.2 : Conditions opératoires de l’UMT Tribolab.

1. Contrat de recherche avec la société Cyclam sur les garnitures de petites dimensions.



FIGURE 4.11 : UMT Tribolab de Bruker

Les études sur les composites à matrice organique (CMO) (§ 4.8), des revêtements anti-usure² ou des matériaux réfractaires³ ont été effectués avec cet équipement.

Paramètres opératoires particuliers

Les tests suivent parfois des procédures exploratoires : ils sont effectués par exemple, à une charge constante tandis que la vitesse augmente par paliers successifs (§ 4.4). Avec la même idée, nous pouvons bloquer la vitesse et effectuer des paliers consécutifs de charge (§ 4.5). Les grandeurs tribologiques qui seront déduites de ces essais par paliers devront prendre en considération cette particularité.

Dans d'autres campagnes d'essais, il a été nécessaire de tenir compte des charges applicables ou des vitesses admises (§ 4.6 et 4.7). Nous avons proposé alors des protocoles avec plusieurs pressions de contact et plusieurs vitesses de glissement. Un plan d'expérience complet peut alors devenir imposant. Pour limiter le nombre d'essais, nous avons construit des campagnes d'essais autour du produit de la pression avec la vitesse, PV , qui donne une idée de la sévérité énergétique du contact. Avec ce produit, il est alors possible de distinguer la contribution de la compression des premiers corps par rapport au cisaillement du troisième corps en sélectionnant différents doublets (pression, vitesse) avec un produit PV identique.

2. Projet Readynov en partenariat avec la société GIT, intitulé ROMA et thèse CIFRE, en cours.

3. Contrat de recherche avec la société Vesuvius.

4.3.3 Détermination des grandeurs tribologiques

Le coefficient de frottement

Le coefficient de frottement⁴ qui nous intéresse est celui dont la formulation est attribuée à Coulomb, c'est le coefficient de frottement de glissement. Dans le cas d'un contact pion/disque, le coefficient de frottement, noté μ , est le rapport entre la force tangentielle et la charge normale :

$$\mu = \frac{F_T}{F_N} \quad (4.4)$$

Dans le cas d'un essai anneau/anneau, le calcul du coefficient de frottement doit tenir compte de la géométrie des pièces. Le couple de frottement et la charge appliquée μ enregistrées tout au long des tests permettent de déduire le coefficient de frottement avec l'équation 4.5 :

$$\mu = \frac{3}{2} \times \frac{C_r}{F_N} \times \left(\frac{r_1^2 - r_2^2}{r_1^3 - r_2^3} \right) \quad (4.5)$$

où :

μ , le coefficient de frottement ;

C_r , le couple résistant (N·m) ;

F_N , la force normale (N) ;

r_1 et r_2 , les rayons extérieur et intérieur en (m).

Dans la configuration des études présentées en § 4.6 et 4.7, l'expression du coefficient de frottement est alors donnée par :

$$\mu = 0,38 \times \frac{C_r}{F_N} \quad (4.6)$$

Le coefficient de frottement est généralement représenté en fonction du temps, du nombre de cycles ou de la distance parcourue. Ce qui permet l'identification des régimes transitoire ou stationnaire. Le coefficient de frottement peut aussi être figuré en fonction des lots de matériaux et par comparaison avec une référence ou en fonction de propriétés intrinsèques des matériaux. Cette représentation n'implique pas forcément de corrélation directe avec les propriétés intrinsèques du matériau, mais peut révéler le rôle du troisième corps pour l'interprétation des résultats.

L'usure

En considérant le *circuit tribologique*, la matière qui provient des débits sources, qui a circulé dans l'interface et qui est expulsée *définitivement* du contact représente l'usure. Cette usure doit donc être distinguée de l'endommagement des premiers corps sans perte de matière.

4. Le coefficient de frottement est un rapport de deux grandeurs de même dimension. Au sens strict du terme, ce rapport devrait être nommé *facteur de frottement*. Le terme de coefficient reste employé dans la communauté par habitude.

La quantité de matière perdue est mesurable par différentes méthodes : soit par la perte de masse ou par des analyses dimensionnelles des échantillons. Il est notable que les mesures doivent être effectuées sur les 2 premiers corps afin de se rendre compte de l'usure du *couple de matériaux* puisque comme le coefficient de frottement, il ne s'agit pas d'une propriété intrinsèque, mais d'une propriété du système tribologique.

Dans le cas de la perte de masse, le poids des échantillons est mesuré avant et après les expériences sur une balance avec un degré de précision élevé⁵. Nous déduisons ensuite le taux d'usure linéaire, c'est-à-dire la masse perdue, m_u divisée par la distance de glissement, que nous notons u en $\mu\text{g}/\text{m}$.

$$u = \frac{m_u}{L} \quad (4.7)$$

Le taux d'usure a définitivement été formulé par Archard [57, 58]. Il est défini à partir du volume d'usure V_u , de la force normale appliquée F_N et de la distance totale parcourue par l'échantillon mobile L , soit :

$$k = \frac{V_u}{F_N \cdot L} \quad (4.8)$$

Pour obtenir le volume d'usure, la trace est analysée avec un profilomètre optique. À partir des topographies enregistrées sur la surface, nous déterminons une surface de référence sur une zone intacte de l'échantillon. Le volume positif, V_+ , au-dessus du plan de référence est extrait. Le volume négatif, noté V_- , est déduit par analogie.

Si la différence $V_- - V_+$ est positive alors le volume correspond à la quantité de matière perdue par l'échantillon à la suite de l'essai. C'est un volume d'usure V_u que l'on injecte dans la formule d'Archard.

$$V_u = V_- - V_+ > 0 \quad (4.9)$$

Si la différence $V_- - V_+$ est négative, alors cela ne correspond pas à une perte de matière du 1^{er} corps. En effet, le volume positif V_+ est dans ce cas supérieur au volume négatif V_- , ce qui ne peut être résolu du point de vue de la conservation de la matière qu'en prenant en considération l'apport de matière du 2^e corps en vis-à-vis du 1^{er}. Il s'agit donc de la matière transférée du 2^e corps vers 1^{er} corps et dont les résidus restent adhérents à la surface à la suite de l'ouverture du contact. Il conviendrait alors de parler de taux de transfert plutôt que de taux d'usure. Nous utiliserons la formule d'Archard pour identifier les *taux de matière déplacée*. Nous différencierons le taux d'usure, quand $V_- - V_+$ sera positif, au taux de matière transférée⁶ quand $V_- - V_+$ sera négatif.

Afin de suivre les performances tribologiques d'un matériau en fonction de la vitesse de déplacement ou de la charge appliquée, nous présentons des protocoles d'essais durant lesquelles nous effectuons des paliers successifs de vitesses ou de

5. Pour les travaux présentés plus loin, nous utilisons une balance modèle R1809, 95 de Sartorius Research avec une précision de 0,01 mg (§ 4.6 et § 4.7.)

6. ou encore *taux de transfert*

charges. Nous avons ainsi procédé à un balayage des vitesses admises dans les applications visées en suivant les paliers de vitesse décrits dans le tableau 4.3. La

Palier	1	2	3	4	5	6	7
Vitesse (m/s)	0,1	0,25	0,5	0,75	1	1,25	1,5

TABLE 4.3 : Paliers de vitesses pour les essais à charge constante et vitesses cumulées.

formule du taux d'usure k est alors adaptée à notre essai pour prendre en compte les paliers successifs de vitesse comme suit :

$$k = \frac{V_u}{F_N \cdot \sum_{i=1}^7 V_i \cdot t_i} \quad (4.10)$$

avec :

F_N : la charge normale appliquée sur le frotteur ;

V_i : la vitesse durant le i -ème palier ;

t_i : la durée du i -ème palier.

Nous en avons fait de même lorsque nous travaillons avec des paliers consécutifs de charges (Tab. 4.4) Compte tenu des conditions opératoires, le taux d'usure est

Palier	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Charge (N)	2,5	5	7,5	10	12,5	15	17,5	20	22,5	25	30	35	40

TABLE 4.4 : Paliers de charge pour les essais à vitesse constante et charges cumulées.

calculé selon l'équation 4.11 :

$$k = \frac{V_u}{L_T \cdot \sum_{i=1}^7 F_{N_i}} \quad (4.11)$$

avec :

F_{N_i} : la charge normale appliquée sur le frotteur durant le i - palier ;

L_T : la distance totale parcourue durant tout l'essai.

Dans certains protocoles, les essais ont été interrompus à des intervalles de temps réguliers pour mesurer l'usure par intermittence (§ 4.8). Nous en déduisons alors une cinétique d'usure.

L'énergie dissipée et la température

L'énergie mécanique dissipée lors du frottement du 1^{er} corps sur le 2^e corps dépend des conditions de contact, du coefficient de frottement et de la durée de l'essai :

$$E_d = \int \mu F_n V dt \quad (4.12)$$

L'énergie dissipée pendant le frottement l'est en grande partie sous la forme de chaleur. Il est donc essentiel de connaître le champ de température du tribosystème et tout particulièrement de l'interface. Nous avons mis en œuvre deux stratégies pour accéder aux données thermiques du tribosystème : la mesure par conduction thermique et celle par rayonnement.

Mesures de la température de contact par conduction thermique Cette méthode a été mise en place sur des contacts anneau/anneau en rotation continue. Nous avons pu estimer la température de contact et son évolution au cours d'un essai tribologique. L'anneau fixe est équipé de 4 thermocouples de type K plongés à différentes profondeurs dans le matériau. La température est alors mesurée à 4,5 ; 7,5 ; 10,5 et 13,5 mm de la surface de contact avec l'autre anneau. (Fig. 4.12).

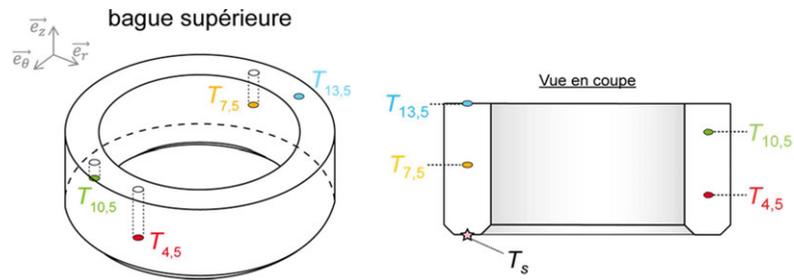


FIGURE 4.12 : Anneau avec l'emplacement des thermocouples.

À partir de ces quatre mesures de température et grâce à la résolution de l'équation de la chaleur, nous calculons la température de contact à chaque instant, $T_s(t)$. Nous nous plaçons pour cela dans les conditions de Neumann, pour lesquelles un flux de chaleur constant est imposé à l'interface (Eq. 4.13) [59, 60], soit :

$$T_s(t) = T_\infty + \frac{T_z - T_\infty}{\sqrt{\pi} \operatorname{ierfc}\left(\frac{z}{2\sqrt{at}}\right)} \quad (4.13)$$

avec z , la distance entre le thermocouple et le contact,
 a , la diffusivité thermique de l'anneau carbone-graphite,
 T_s , la température de contact,
 T_∞ , la température ambiante,
 T_z , la température mesurée par le thermocouple à la position z .

La diffusivité thermique qui n'est pas connue et qui évolue pendant l'essai est d'abord calculée à partir des mesures de température entre deux thermocouples. Ce calcul est réalisé entre tous les thermocouples pour obtenir à l'instant t une moyenne de la diffusivité et la réintroduire dans l'équation 4.13 pour obtenir la température de contact à l'instant t , $T_s(t)$.

Mesures du rayonnement thermique Une caméra infrarouge vient filmer la scène dans laquelle se trouvent les pièces en contact durant les tests tribologiques. L'objectif n'est pas tant de mesurer une température absolue, mais plutôt de qualifier et quantifier le gradient de température entre la source de chaleur et les premiers corps.

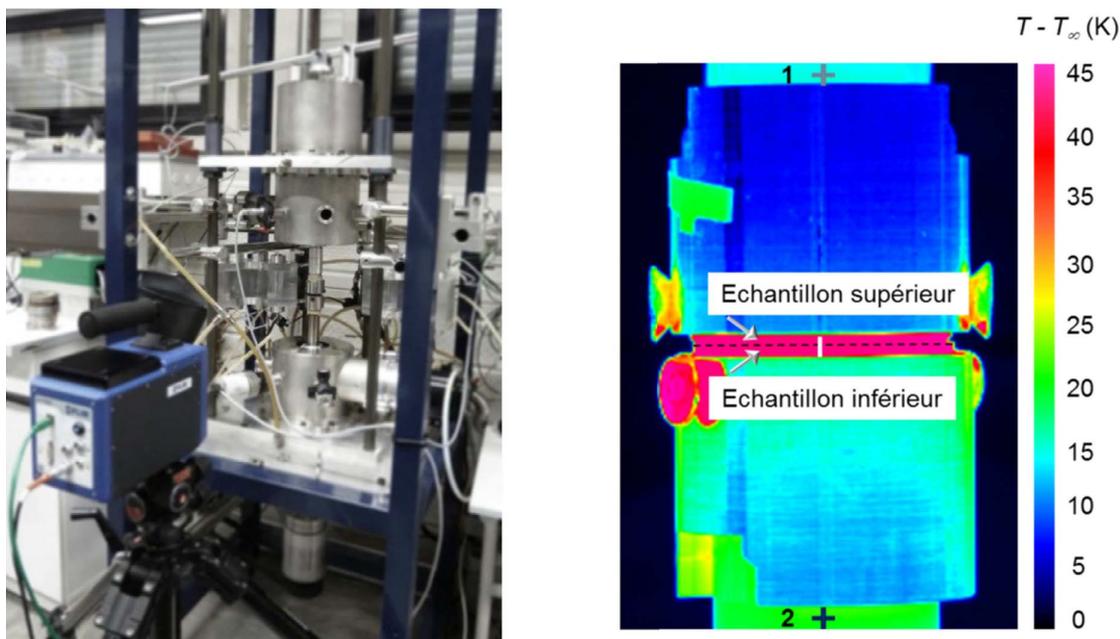


FIGURE 4.13 : Montage de la caméra infrarouge avec le tribomètre (à gauche) et scène vue par la caméra infrarouge. La scène contient les bagues de frottement en SiC en bas et carbographe en haut. Elles apparaissent en rouge sur l'image. Au-dessus et en dessous, on observe les porte-échantillons avec les vis de fixation sur les côtés.

La figure 4.13 montre la caméra infrarouge à grande vitesse, équipée d'un capteur en InSb, pour suivre le champ de température à la surface de l'échantillon et autour. La résolution thermique est d'environ 20 mK, et la fréquence d'acquisition, de 102 images par seconde. Nous définissons un coefficient de partage α_{1-2} qui sera calculé en utilisant 2 points de la scène.

$$\alpha_{1-2} = \frac{T_1}{T_1 + T_2} \quad (4.14)$$

avec T_1 , et T_2 , les températures mesurées respectivement sur les parties supérieure (point 1) et inférieure (point 2) du porte-échantillon, lors des essais de glissement (Fig. 4.13, à droite). Les points 1 et 2 sont chacun situés à 45 mm de l'interface de contact et sur les parties en alumine à une émissivité de 0,8. Nous faisons l'hypothèse de la constance de l'émissivité bien qu'elle évolue en fonction de la température.

Ce coefficient de partage α_{1-2} est différent de celui classiquement défini en fonction de la puissance dissipée entre les deux pièces en contact, soit :

$$\alpha = \frac{\phi_1}{\phi_1 + \phi_2} \quad (4.15)$$

En effet, une partie de l'énergie est également dissipée par convection thermique avant d'atteindre ces deux points. Cependant, α_{1-2} exprime une information intéressante sur la répartition du flux d'énergie résiduel.

Caractérisation physicochimique des interfaces à l'échelle du contact par spectroscopie Raman

Les modes d'accommodation tiennent compte de la déformation élastique (M_0) et plastique (M_1), de la rupture (M_2), du cisaillement (M_3) et du roulement (M_4).

Ces modes peuvent être identifiés au moyen d'instrument comme la microscopie optique ou électronique quand nous scrutons des morphologies typiques. Dans la plupart de nos travaux, l' spectroscopie à rayon X à dispersion d'énergie ou Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) vient compléter avantageusement ces observations, car elle nous instruit sur d'éventuels transferts de matière d'une pièce de frottement à l'autre ou sur les effets de l'environnement (Q_s^e). Cette analyse élémentaire est parachevée parfois avec l'X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) ou l'EELS dans le but de mettre en évidence les degrés d'oxydation de ces éléments et d'imaginer une hypothétique réaction chimique. La diffraction peut également aider à traduire des changements de structure cristalline.

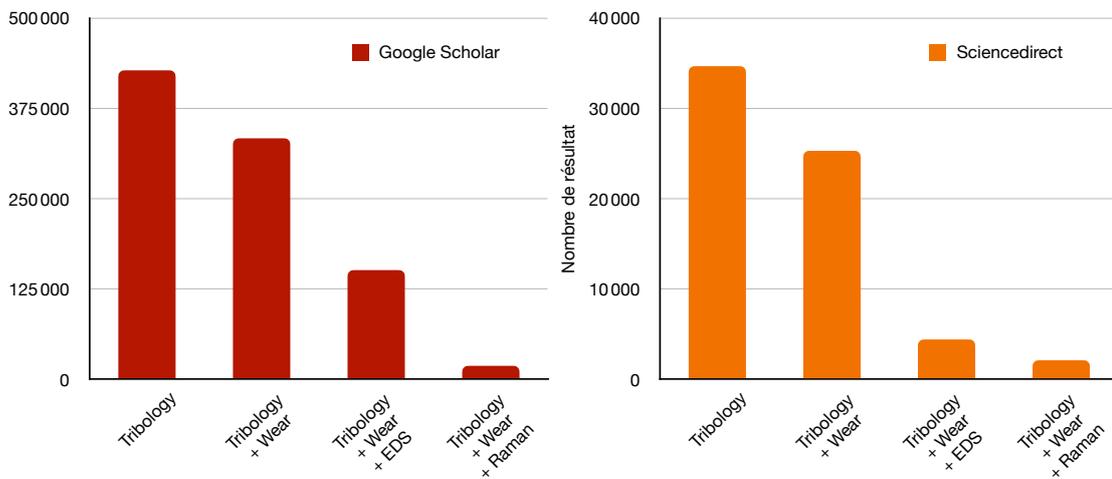


FIGURE 4.14 : Bibliométrie sur la tribologie et la spectroscopie Raman - première partie : résultats des recherche lorsque les mots "tribology", "wear", "EDS" ou "Raman" sont utilisés dans le moteur Google Scholar, à gauche, ou le moteur ScienceDirect, à droite.

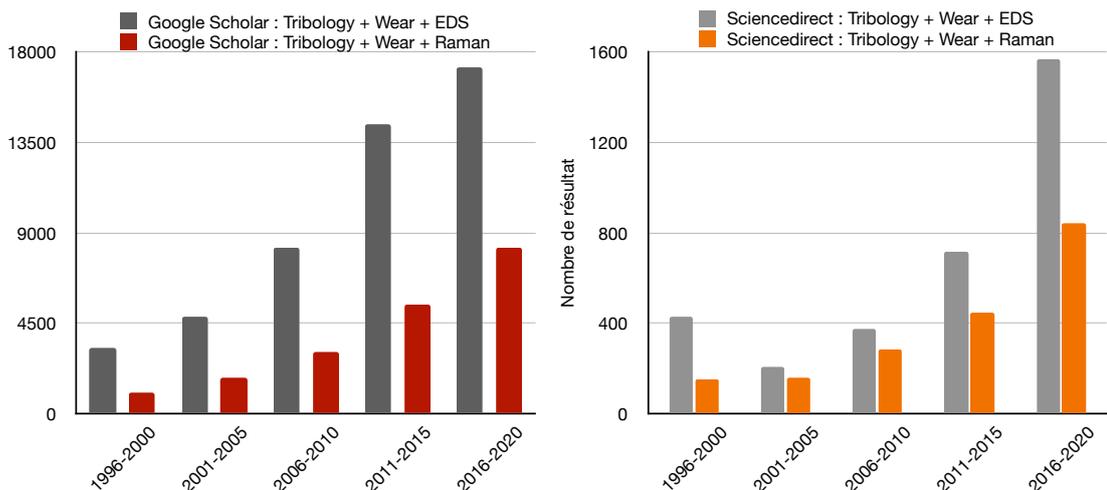


FIGURE 4.15 : Bibliométrie sur la tribologie et la spectroscopie Raman - seconde partie : évolution tous les 5 ans des résultats des recherches lorsque les mots "tribology", "wear", "EDS" ou "Raman" sont utilisés dans le moteur Google Scholar, à gauche, ou le moteur ScienceDirect, à droite.

Lors de mes études doctorales, j'ai été initié à ces moyens d'analyse. Je m'y suis spécialisé pour collecter des informations de nature physico-chimique sur les

surfaces et les interfaces que j'examine. C'est la microspectrométrie Raman qui m'a le plus attirée. Pratiquée avec précaution, elle est non destructive et autorise des investigations avec une sonde laser dont la taille est bien inférieure à celle d'une cicatrice d'usure.

Cette technique n'est pas aussi répandue que l'EDS dans le domaine. Toutefois, son intérêt croît significativement dans la communauté des tribologues, comme le montre la bibliométrie non exhaustive rapportée dans les figures 4.14 et 4.15.

Un spectre enregistré avec un spectromètre Raman peut contenir plusieurs pics correspondants à des modes de vibration d'un groupement moléculaire, ou plus simplement un mode. La *position des modes* permet d'identifier un groupement et plus largement une espèce chimique. L'*intensité de pic* est proportionnelle à la concentration du mode dans la fraction de matière analysée. La *largeur à mi-hauteur*⁷ s'affine d'autant plus que le matériau est fortement cristallisé. Le *déplacement ou décalage du mode* par rapport à sa position de référence indique que le groupement vibrationnel subit soit une contrainte de tension, soit à une contrainte de compression (Fig. 4.16) [61].

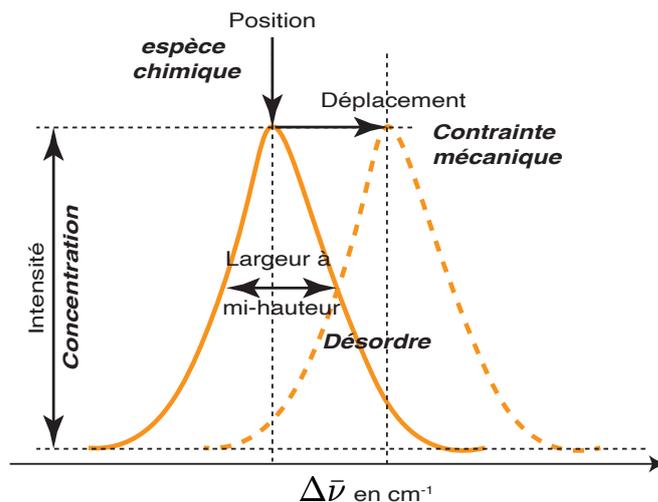


FIGURE 4.16 : Un mode de vibration en spectroscopie Raman. Ces caractéristiques : la position, l'intensité, la FWHM, et le décalage peuvent être interprétés respectivement par la nature du groupement moléculaire activé, sa concentration, son degré d'ordre et la contrainte mécanique à laquelle il est soumis [61].

La caractérisation est donc qualitative, semi-quantitative et surtout local. Elle fournit des informations chimiques, structurales et mécaniques. L'instrument est couplé à un microscope confocal, d'où le terme parfois utilisé de *microspectrométrie*. Cela permet ainsi d'enregistrer des spectres dont l'ordre de grandeur est inférieur à celui de la trace. Lorsque l'échantillon est installé sur une platine tri-dimensionnelle, une cartographie est envisageable. Elle peut éventuellement être accompagnée d'une mesure topographique.

7. La largeur à mi-hauteur sera noté avec l'acronyme anglais full width at half maximum (FWHM) dans la suite du manuscrit.

Nous avons mis la plupart de ces fonctionnalités en jeu dans les études menées ces dernières années, en particulier lors de travaux sur le carbure de silicium, le graphite et le PEEK. Les sections suivantes contiennent des analyses par spectroscopie Raman importants qui complètent pertinemment les scénarios d'accommodation tribologiques.

4.4 Le couple acier/composites à matrice acier

L'insertion d'un lubrifiant solide dans un matériau composite afin de réduire le frottement et l'usure est déjà largement envisagée en utilisant la méthode de frittage classique [62–64]. Les approches nécessitent des ajustements afin de ne pas dégrader le lubrifiant. En effet, H. Sliney répertorie systématiquement les études sur les dichalcogénures de métaux de transition et d'autres lubrifiants solides dans son article de 1982. Il montre d'une manière générale que leur emploi au-delà d'une certaine température aboutit à de l'oxydation et une détérioration des propriétés tribologiques. Dans le cas du graphite, cette détérioration apparaît à 400 °C [65], alors que le nitrure de bore hexagonal peut être manié jusqu'à 900 °C [66]. Chen et ses collaborateurs fabriquent des composites à matrice de cuivre avec du graphite ou du nitrure de bore hexagonal. Les essais tribologiques montrent une modification significative en fonction du type de lubrifiant et de sa teneur dans la matrice [67]. Bolton et Gantont ont tenté une préparation avec l'acier. Ils y ajoutent des particules de carbure de titane et de niobium ainsi que deux lubrifiants solides tels que le sulfure de manganèse et le fluorure de calcium [68]. Les combinaisons semblent innombrables. Mais les procédés de fabrication conduisent à des limites technologiques importantes.

En effet, avant l'apparition de procédés innovants de frittage, certains alliages restent inaccessibles avec les procédés classiques de métallurgie des poudres. Dans les années 60, K. Inoue a l'idée d'assister la densification des pièces en utilisant un plasma généré par des décharges électriques [69, 70]. Le procédé, nommé frittage flash ou spark plasma sintering (SPS), permet de produire des alliages traditionnels en quelques minutes, avec une densité proche de la densité théorique. La température peut être pilotée jusqu'à 2000 °C et une pression uniaxiale participe la phase de frittage. Elle peut atteindre 200 MPa [71]. Le procédé donne alors accès à des formulations inédites.

Les paragraphes suivants brossent un tableau des matériaux, des équipements et des conditions opératoires mis en œuvre pour nos campagnes d'expériences. Les coefficients de frottement et les taux d'usure sont présentés pour toutes les nuances de CMM étudiés. Les caractérisations ultérieures, comme la microscopie électronique ou la EDS, étaient un scénario qui décrit les mécanismes d'accommodation de ces matériaux.

4.4.1 Présentation des matériaux

Les CMM ont été préparés avec un alliage d'acier austénitique inoxydable, l'acier 18-10⁸. Il contient 18 % de chrome et 10 % de nickel. La poudre d'acier à une granulométrie de 45 μm . Les renforts sont des poudres de lubrifiants solides, soit du bisulfure de tungstène, WS_2 , soit du nitrure de bore hexagonal, h-BN. Les conditions de frittage SPS ont été ajustées pour réaliser une densification du matériau et atteindre la densité la plus élevée possible en évitant le dégazage du lubrifiant dans l'enceinte de frittage. Les différents échantillons produits sont présentés dans le tableau 4.5 avec leur dureté Vickers respective.

Matériaux	Dureté (HV_{30})
Acier 18-10	81 ± 1
A8 WS_2	233 ± 16
A12 WS_2	210 ± 4
A10BN	98 ± 1
A20BN	128 ± 2

TABLE 4.5 : Matériaux et dureté Vickers (HV_{30}) des différents composites à matrice acier.

Nous considérons comme la référence de cette étude l'acier 10-18 sans lubrifiant solide, et préparé par frittage flash. Les micrographies enregistrées au microscope électronique à balayage (Fig. 4.17, à gauche) ont montré que le WS_2 se situe à la périphérie des grains d'acier. Des échantillons pour essais tribologiques contenant 8 % et 12% de fraction volumique de WS_2 ont aussi été frittés.

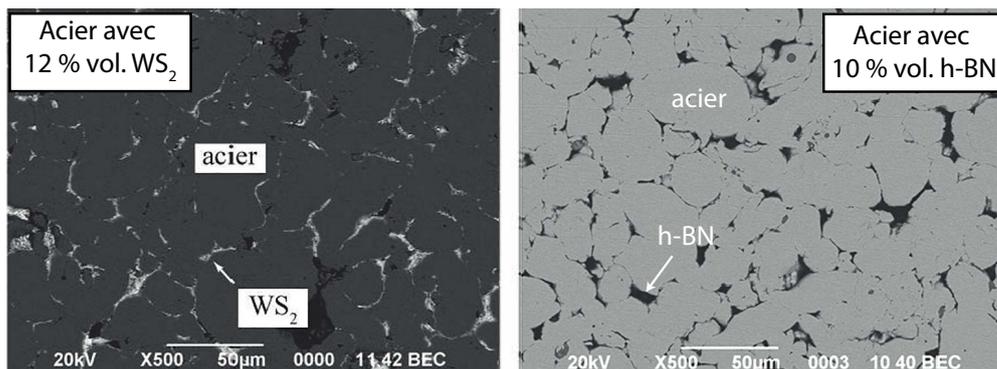


FIGURE 4.17 : Microstructure des composites à matrice acier avec du WS_2 (à gauche) et avec du h-BN (à droite). Le lubrifiant solide est localisé à l'interface entre les grains d'acier. Des spectres EDS ponctuels ont montré que le nitrure de bore se disposait en lamelles à l'interface séparant deux grains, en sombre, sur la micrographie. On remarque la présence de nombreuses porosités.

Le compactage du composite renforcé au h-BN s'est révélé difficile. Un dégazage considérable a été observé en début de frittage. Parfois, ce phénomène a conduit à l'explosion des matrices. Il semble que ce dégazage soit lié au h-BN,

8. l'acier 18-10 est aussi nommé EN X2CrNi18-10 ou AISI 304 selon les normes.

car les échantillons d'acier pur ou avec le WS_2 n'ont pas produit un tel effet. Les matériaux ainsi obtenus ayant été de médiocre consistance, une étape de dégazage sous faible pression a été ajoutée dans le cycle SPS. Pour cela, nous avons réduit à 100 kN la charge appliquée pendant le frittage, ce qui équivaut à une pression de 0,8 MPa. Avec cette précaution, le dégazage a été limité, mais les matériaux obtenus contiennent tout de même de nombreuses porosités. Des composites avec 10 % et 20 % de nitrure de bore ont ainsi pu être synthétisés. L'observation de la microstructure (Fig. 4.17, à droite) révèle la présence de lubrifiant à l'interface entre les grains d'acier, de manière analogue aux composites contenant du WS_2 .

Des cylindres de CMM produits par SPS sont usinés de telle sorte que la surface frottante présente un diamètre de 37 mm. La dureté est mesurée avec un indenteur de type Vickers (Tab. 4.5). Cette propriété mécanique évolue nettement avec la nature du renfort et la quantité de renfort mise en jeu dans le composite. Elle est supérieure à 200 HV_{30} lorsque le matériau contient du WS_2 et de l'ordre de 100 à 130 HV_{30} avec le h-BN. Ces valeurs sont plus élevées que celle évaluée pour l'alliage d'acier fritté par SPS, quel que soit le lubrifiant solide considéré, puisque l'acier 18-10 fritté présente une dureté de 81 HV_{30} .

4.4.2 Résultats des essais de frottement

Les essais tribologiques sont menés sur le banc le tribomètre environnemental (cf. § 4.3.2) avec une charge constante de 15 N et des paliers de vitesse de 0,1 à 1,5 m/s à une température de 450 °C.

Le coefficient de frottement moyen est représenté pour chaque composite à matrice acier. Les composites chargés avec le WS_2 sont rassemblés dans la figure 4.18, à gauche, et ceux avec le nitrure de bore hexagonal, à droite. Chacune de ces figures contient les résultats pour l'acier fritté sans lubrifiant afin qu'il soit comparé aux composites.

Le coefficient de frottement de l'acier correspond environ à 0,5. Il varie peu en fonction de la vitesse de l'essai et atteint une valeur minimale de 0,35 pour la vitesse de 1,5 m/s.

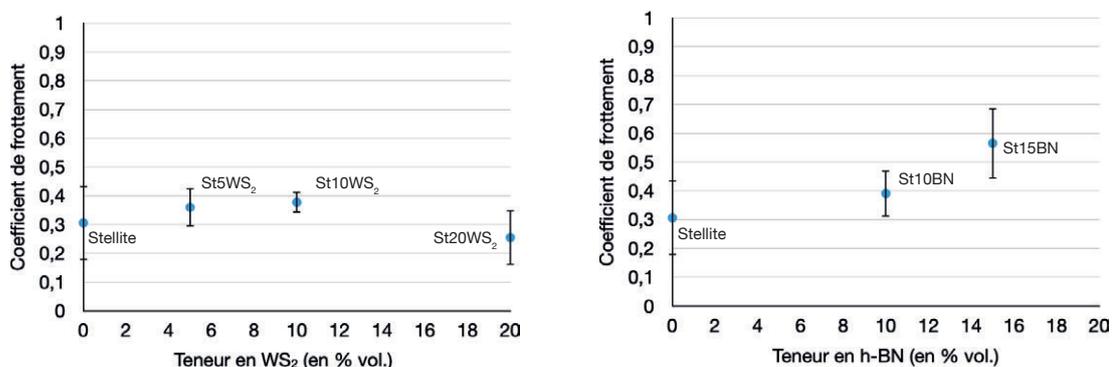


FIGURE 4.18 : Coefficient de frottement des composites à matrice acier contenant du WS_2 , à gauche et du h-BN, à droite.

L'ajout de WS_2 modifie les coefficients de frottement enregistrés. Avec 8 % de WS_2 , le coefficient de frottement augmentent à des valeurs proches de 0,6. Quand le composite contient 12 % de WS_2 , le coefficient de frottement est en moyenne de 0,4. On note que ces valeurs dispersent beaucoup en fonction de la vitesse. Pendant certains essais, les mesures atteignent un minimum de 0,26 pour le composite A12 WS_2 .

L'ajout de h-BN dans la matrice acier conduit à des coefficients de frottement plus élevés que ceux de l'acier fritté. Les valeurs de μ se trouvent toutes dans un intervalle qui va de 0,6 et 0,9. Avec le composite A10BN, l'usure s'avère catastrophique.

Le paragraphe suivant détaille d'ailleurs les taux de matière déplacée mesurés (Fig. 4.19). L'acier a un taux négatif, ce qui signifie que dans cette configuration le frotteur ramène de la matière sur le disque. Ce taux est important, $-7,4 \cdot 10^2 \mu m^3 \cdot N^{-1} \cdot m^{-1}$, par rapport aux composites contenant du WS_2 .

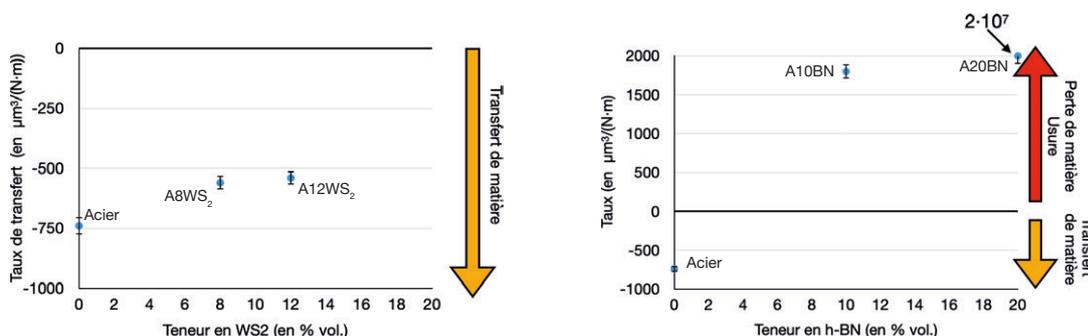


FIGURE 4.19 : Taux d'usure des composites à matrice acier.

Les essais ont généralement conduit à un important déplacement de la matière dans le contact. Les composites contenant du WS_2 ont aussi des taux négatifs (Fig. 4.19, à gauche). Il s'agit encore d'un transfert de matière du frotteur en acier vers le disque en composite. Les taux sont calculés pour les composites contenant du WS_2 autour de $-5,5 \cdot 10^2 \mu m^3 \cdot N^{-1} \cdot m^{-1}$.

Les deux composites préparés avec du h-BN ont des taux d'usure très élevés : soit $1,8 \cdot 10^2 \mu m^3 \cdot N^{-1} \cdot m^{-1}$ pour A10BN, et jusqu'à $2 \cdot 10^7 \mu m^3 \cdot N^{-1} \cdot m^{-1}$ pour A20BN (Fig. 4.19, à droite). Ces pièces ont été endommagées de façon catastrophique avec des traces profondes supérieures au millimètre.

Les films interfaciaux ont été extraits de la surface du disque en acier ou en composite grâce à un film adhésif en carbone. Les micrographies prises au microscope électronique à balayage (MEB) révèlent une différence morphologique entre les tribofilms en relation avec le type et la teneur en lubrifiant dans la matrice. Les troisièmes corps extraits de l'acier 18-10 montrent des films brisés de poudre compacte avec des zones de cisaillement (Fig. 4.20).

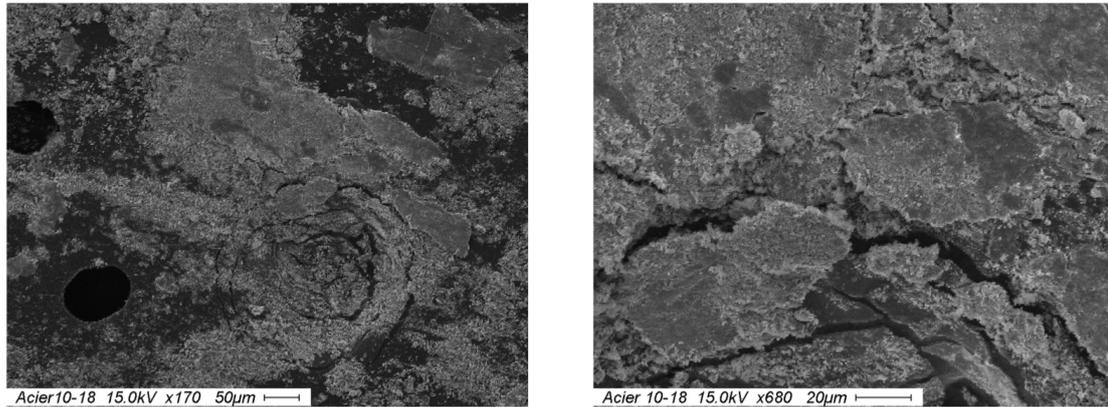


FIGURE 4.20 : Particules d'usure observées au MEB provenant du couple acier/acier fritté par SPS

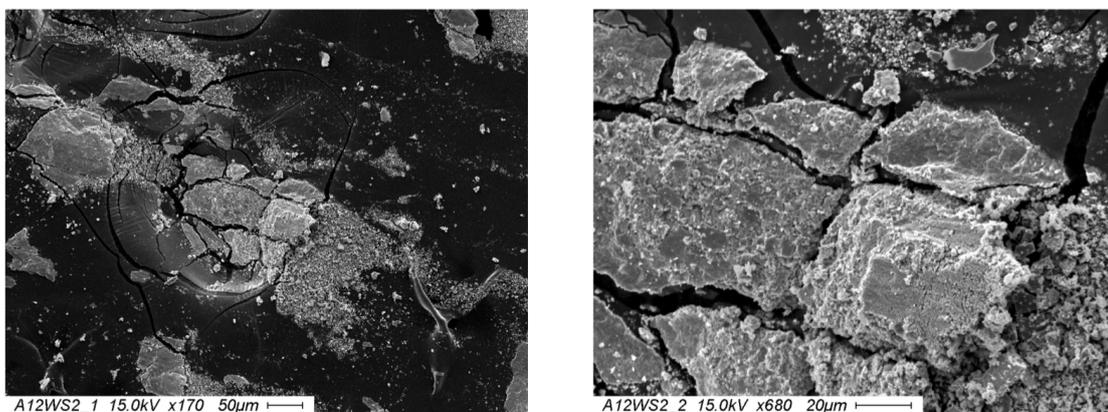


FIGURE 4.21 : Particules d'usure observées au MEB provenant du couple acier/composites à matrice acier avec WS_2 .

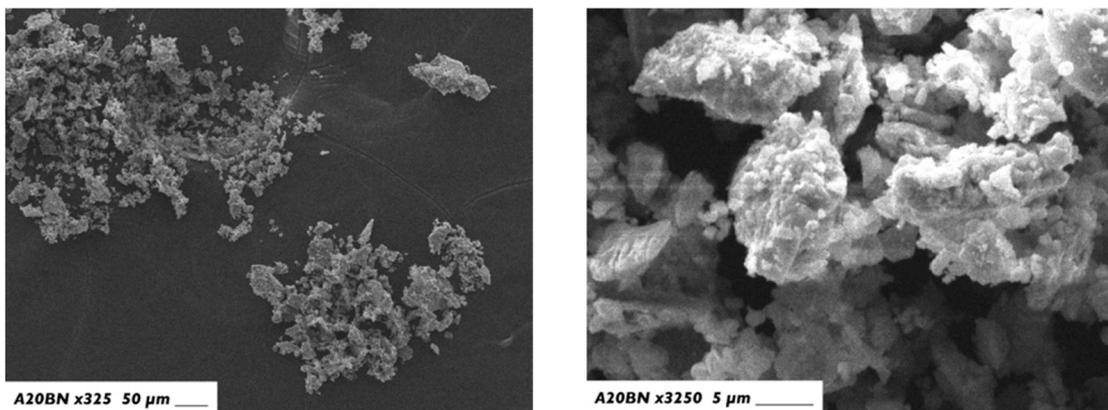


FIGURE 4.22 : Particules d'usure observées au MEB provenant du couple acier / composites à matrice acier avec h-BN.

Les tribofilms issus des composites contenant du WS_2 ressemblent aux ceux observés sur l'acier 18-10 avec des particules compactes et des couches de 3^e corps fortement cisailées (Fig. 4.21). Enfin, ceux extraits des CMM contenant du h-BN, A10BN montrent aussi des agglomérations compactes de débris, mais également des particules plus dispersées (Fig. 4.22).

Les analyses EDS sur les surfaces frottées des composites en acier- WS_2 mettent en évidence la présence dans le contact de tous les éléments initialement dans les matériaux : ceux des lubrifiants solides, le tungstène et le soufre et ceux de la matrice, le fer, le nickel et le chrome. De plus, on remarque une augmentation importante de l'oxygène dans la piste par rapport à la surface initiale dans les zones pauvres en WS_2 ce qui suggère une forte oxydation de la matrice fer. On constate également l'oxydation du frotteur ainsi que la présence de WS_2 sur sa surface.

4.4.3 Discussion

L'ajout de h-BN ou WS_2 dans la matrice en acier augmente la dureté du matériaux. Cette augmentation de la dureté n'est pas en relation avec le coefficient de frottement ou le taux de matière déplacée (Fig.4.23).

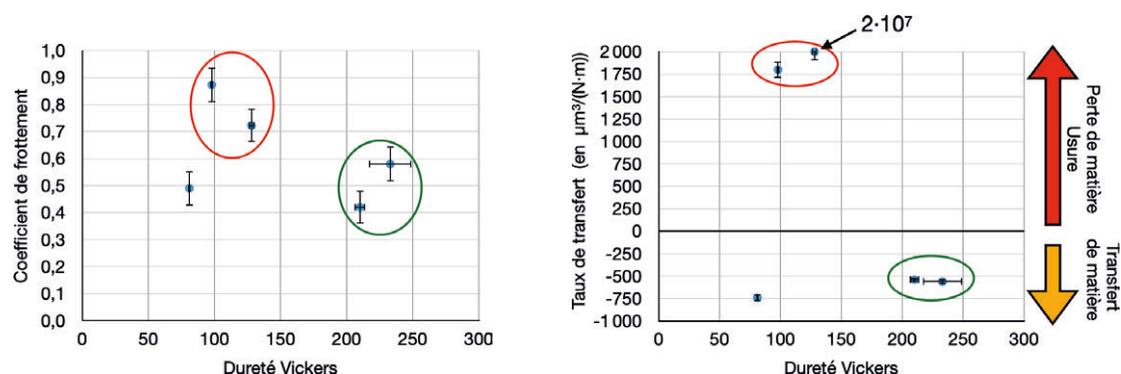


FIGURE 4.23 : Coefficient de frottement et taux de matière déplacée en fonction de la dureté. Les composites chargés en h-BN sont encerclés en rouge, ceux incluant du WS_2 , en vert.

La compréhension des phénomènes mis en jeu ne peut donc pas s'appuyer sur cette propriété, mais plutôt sur les mécanismes d'émission de débris et d'équilibre du 3^e corps.

Les analyses topographiques, morphologiques, et chimiques ont indiqué la formation systématique d'un 3^e corps pendant les essais de frottement à 450 °C. D'une manière générale, les deux premiers corps émettent de la matière pour construire le 3^e corps. Le tribofilm se compose la plupart du temps d'un mélange d'oxydes métalliques et du lubrifiant solide. En effet, l'atmosphère oxyde les matériaux du tribosystème d'autant plus que la température est élevée.

Dans le couple de référence acier/acier 18-10, les mécanismes de déformation plastique et de cisaillement (M_1 et M_3) conduisent à l'abrasion des premiers corps. Le frotteur en acier (S_1) émet une grande quantité de particules (Q_{S_1}). Ces débris se mélangent aux particules émises en moindre proportion par l'acier fritté (Q_{S_2}) et génèrent un tribofilm avec une morphologie compacte, cohésive, et des plans de glissement marqués.

L'ajout du lubrifiant solide dans la matrice conduit à deux effets différents sur les performances tribologiques. Quand le composite contient du WS_2 , le frottement et l'usure sont réduits ($Q_u \downarrow$). Le tribofilm demeure stable et plus cohésif ($Q_i =$) et sa recirculation dans le contact est améliorée ($Q_r \uparrow$). Ainsi, il peut effectivement

protéger les surfaces de glissement d'une part, en s'adaptant par déformation plastique (S_3M_2) et en supportant la majeure partie des efforts de cisaillement transmise par les premiers corps (S_3M_3). Le 3^e corps n'est pas déstabilisé par le gradient de vitesse entre les deux premiers corps en contact. Le lubrifiant solide WS_2 donne une cohésion plus élevée au tribofilm comparé à l'action du h-BN. C'est d'ailleurs là le point faible de ce composite.

Pour les composites A10BN et A20BN, dans l'interface entre les premiers corps, pendant la circulation dans le contact, h-BN limite fortement les interactions entre les débris en acier ce qui empêche la formation d'un 3^e corps stable. La déformation plastique n'intervient pas et les mécanismes sont dominés par le cisaillement. Ces contraintes de cisaillement sont directement transmises aux surfaces de glissement, et principalement à celle du composite (S_2M_3), qui est alors sollicité sans interruption et émet des débris (Q_{s_2}) continuellement. Le tribofilm ne forme pas une structure cohésive et aucune protection n'est assurée aux surfaces frottantes. Le débit interne est médiocre ($Q_i \Downarrow$) et la recirculation est quasiment inexistante ($Q_r \Downarrow$). Le frottement s'avère haut et le débit d'usure est très élevé ($Q_u \Uparrow$) puisque les particules d'usure sont facilement éliminées de la piste. Le tableau 4.6 rassemble de manière synoptique les variations de débit observées à la suite des essais tribologiques.

Matériaux	Q_s^e	Q_{s_1}	Q_{s_2}	Q_i	Q_u	Q_r
Acier + WS_2	=	↓	↑	=	↓	↑
Acier + h-BN	=	↓↓	↑↑	↓↓	↑↑	↓↓

TABLE 4.6 : Tableau des débits du circuit tribologique pour le couple acier (S_1) avec le composite à matrice acier (S_2). L'acier est ici pris comme référence de comparaison (=). La simple flèche indique une variation du débit significative; la double flèche, une variation excessive.

4.4.4 Conclusion

Ces premiers travaux soulignent le rôle ambigu du lubrifiant solide lorsqu'il est ajouté dans une matrice métallique. Le WS_2 semble être une bonne alternative pour favoriser la formation d'un tribofilm contrairement au nitrure de bore, puisque ce dernier ne permet pas d'obtenir une microstructure avec des grains correctement liés entre eux. Le nitrure de bore n'assure pas la stabilité de ce matériau interfacial qui est alors incapable de supporter les efforts de cisaillement et d'assurer l'accommodation du gradient de vitesse entre les premiers corps. Dans ces conditions, les débris émis sont nombreux et inefficaces. Contrairement au bisulfure de tungstène qui produit un 3^e corps qui agit comme un relais pour résister aux conditions de fonctionnement en raison de meilleures interactions adhésives avec les débris métalliques, ce qui limite le débit d'usure.

Ces travaux ont donné lieu à 1 ACL [72], 1 ACTI [73], 1 COM internationale [74] et la rédaction d'un rapport à diffusion limité [75].

4.5 Le couple acier/composites à matrice Stellite

Des améliorations nous sont parues possibles en choisissant une matrice qui offrirait une meilleure interaction avec le renfort et plus résistante à l'oxydation. En effet, dans tous les essais précédents, nous avons constaté une oxydation de l'acier aggravée par l'effet thermique de l'environnement (Q_s^e).

Les résultats précédents nous ont encouragés à poursuivre avec la gamme de renfort que nous avons sélectionnée précédemment. La nouvelle série de composites devra avoir une microstructure avec des grains plus cohésifs. Elle devra mieux supporter les contraintes de cisaillement et favoriser la circulation du tribofilm dans l'interface de contact. Cette fois-ci, le choix de la matrice tiendra compte aussi de l'aspect environnemental.

Nous avons sélectionné un alliage de cobalt contient 30 % de chrome et 5 % de tungstène, le Stellite 6. Il présente une résistance aux hautes températures et à la corrosion avérée. Un échantillon de Stellite 6 pur, fritté par SPS, sert de référence pour cette partie de l'étude. Cinq échantillons à 5 %, 10 %, 20 %, 25 % et 30 % de WS_2 et deux à 10 % et 15 % d'h-BN ont été élaborées (Tab. 4.7).

Matériaux	Dureté (HV_{30})
Stellite	452 ± 14
St5WS_2	537 ± 6
St10WS_2	541 ± 8
St20WS_2	569 ± 14
St10BN	383 ± 18
St15BN	304 ± 27

TABLE 4.7 : Dureté Vickers (HV_{30}) des différents composites à matrice Stellite.

La dureté du Stellite fritté vaut $452 HV_{30}$. L'ajout de WS_2 dans la matrice de Stellite augmente la dureté jusqu'à $569 HV_{30}$ quand on y ajoute 20 % vol. Par contre, la dureté chute avec la charge d'h-BN et plus cette charge est importante, plus la dureté décroît : 10 % vol. conduit à une dureté de $383 HV_{30}$ et 15 %, $304 HV_{30}$.

Comme dans le cas des composites à matrice acier, le lubrifiant se positionne entre les grains de l'alliage de cobalt. Pour les fortes teneurs en lubrifiant, les grains de la matrice de cobalt forment de moins en moins de ponts de frittage entre eux. C'est le cas, comme on peut le voir dans la figure 4.24, pour le composé St20 WS_2 . Cependant, pour la plupart de ces composés, et en particulier pour cette composition avec 20 % de WS_2 , la microstructure montre une diffusion du lubrifiant solide dans les grains de Stellite.

Les éprouvettes à fort taux de particules de WS_2 , soit 25 % et 30 % n'ont pu être testées en frottement. L'usinage a provoqué la rupture prématurée des pièces.

Ceci est dû à la perte de résistance du squelette de la matrice constituée de grains de cobalt trop isolés les uns des autres par les particules de lubrifiant solide.

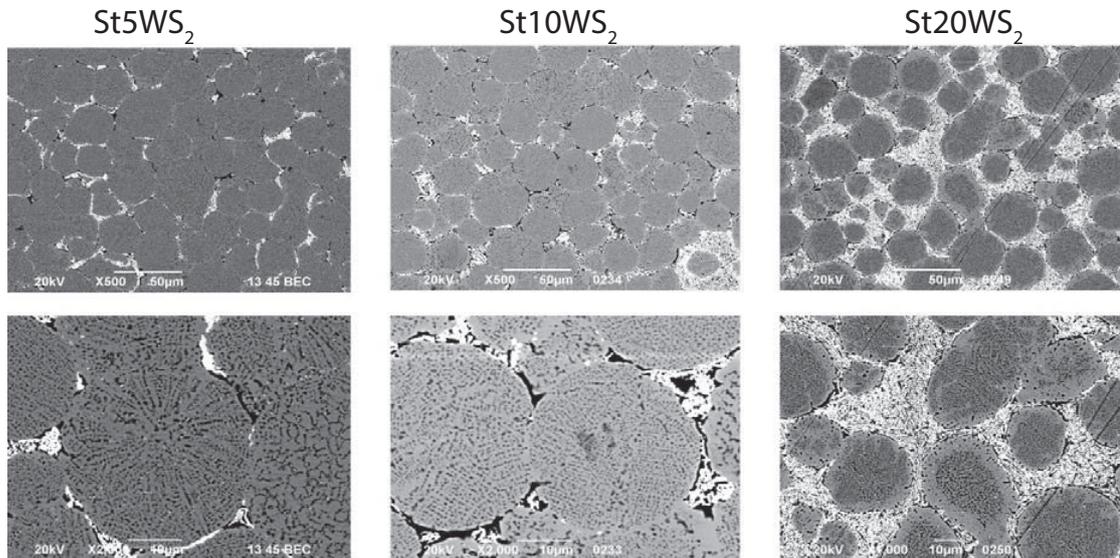


FIGURE 4.24 : Microstructures des composites à matrice cobalt. De gauche à droite, les composites avec 5 %, 10 % et 20 % de WS_2 . Les images du bas sont des détails des images en haut. La soudure entre les grains est bien visible dans les composites St5 WS_2 et St10 WS_2 tandis que le lubrifiant sépare les grains à partir de 20 %. Sur ce dernier composite, on observe aisément une zone de diffusion du WS_2 sur la partie extérieure des grains de Stellite.

4.5.1 Résultats des essais de frottement

Les composites sont testés sur le tribomètre environnemental (cf. § 4.3.2) avec des essais à vitesse constante de 2,5 m/s et des paliers de charges de 2,5 à 40 N et une température de 450 °C. Avec le couple acier/Stellite fritté, le coefficient de frottement est maximal à 0,6 pour une charge appliquée de 2,5 N et décroît jusqu'à 0,1. Ce minimum est atteint pour une charge de 17,5 N. En moyenne, sur l'ensemble des charges testées, le coefficient de frottement vaut 0,31 (Fig. 4.25, à gauche). Par comparaison avec les travaux précédents, nous constatons une plus faible dissipation d'énergie avec ce couple de matériaux.

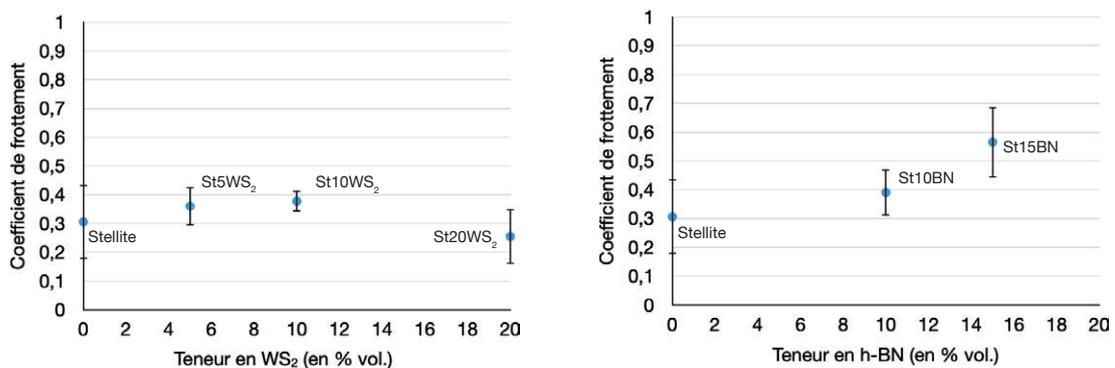


FIGURE 4.25 : Coefficient de frottement des composites à matrice Stellite contenant du WS_2 , à gauche et du h-BN à droite.

L'ajout de WS_2 dans le Stellite n'améliore pas significativement ses performances en matière de réduction de frottement. À 5 %, le coefficient de frottement varie entre 0,5 et 0,3 et à 10 %, entre 0,45 et 0,4. C'est avec un taux de 20 % de WS_2 que l'on évalue un abaissement notable du coefficient de frottement de l'ordre de 0,4 à 0,2 et parfois jusqu'à un minimum à 0,1.

Avec une charge de 10 % de nitrure de bore (Fig. 4.25, à droite), les performances, du point de vue de la réduction du frottement, sont du même ordre de grandeur que celles enregistrées avec le Stellite, $\mu \approx 0,5$. Un minimum de 0,2 est mesuré lorsque la charge appliquée est de 12,5 N. Les valeurs de μ augmentent quand la matrice contient 15 % de nitrure de bore. La hausse de la teneur en h-BN provoque donc une déficience du film construit.

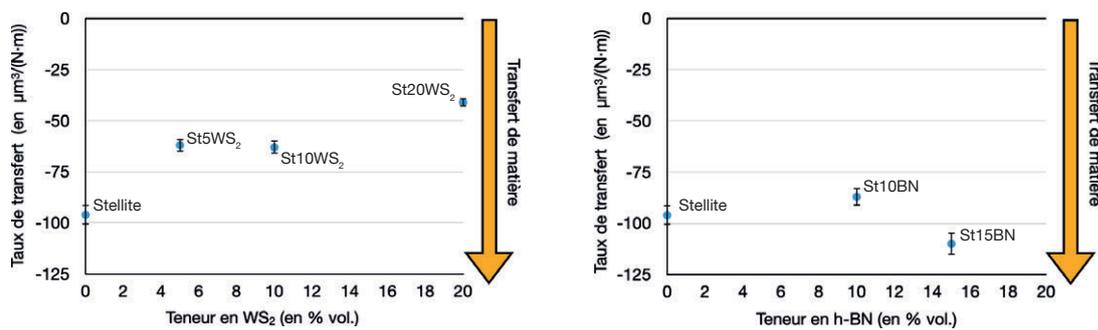


FIGURE 4.26 : Taux de transfert des composites à matrice Stellite.

Globalement, la matrice de Stellite produit une usure du couple de frottement acier/Stellite mais cette usure est préférentiellement reportée vers le pion en acier. Du côté des disques à base de Stellite, on observe plutôt un transfert de matière que de la perte de matière. Le tribofilm est donc formé majoritairement de débris d'acier. La quantité de matière mise en commun par le couple de matériaux est plus faible que dans le cas d'un couple acier/composite acier.

On note un taux de matière déplacée de $-96 \mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ pour le couple acier/Stellite. Parmi les composites à matrice Stellite, les taux d'usure les plus proches de zéro sont acquis avec ceux contenant du WS_2 , et en particulier pour le composite détenant la plus forte concentration de WS_2 , soit 20 %. Dans ce cas, le taux est égal à $-41 \mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$. Les usures catastrophiques observées avec le nitrure de bore hexagonal dans la matrice acier ne sont plus constatées avec la matrice Stellite. Le taux de matière déplacée est comparable à celui du couple acier/Stellite, voire plus bas, $-110 \mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$, avec 15 % d'h-BN.

Les images des traces sur les disques montrent en général la présence d'un lit de débris et des traces d'abrasion (Fig 4.27 à 4.29). On observe la présence d'un film discontinu et compact sur la surface du disque. Les spectres EDS révèle la présence des éléments du pion et du composite dans le film, c'est-à-dire du fer, du cobalt et aussi des charges lubrifiantes, le soufre et le tungstène.

Dans le cas du h-BN, l'EDS ne permet pas de distinguer avec une grande fiabilité la présence de l'azote ou du bore. Cependant, avec les images prises par le détecteur d'électrons rétrodiffusés, la présence de ces éléments n'est pas exclue dans

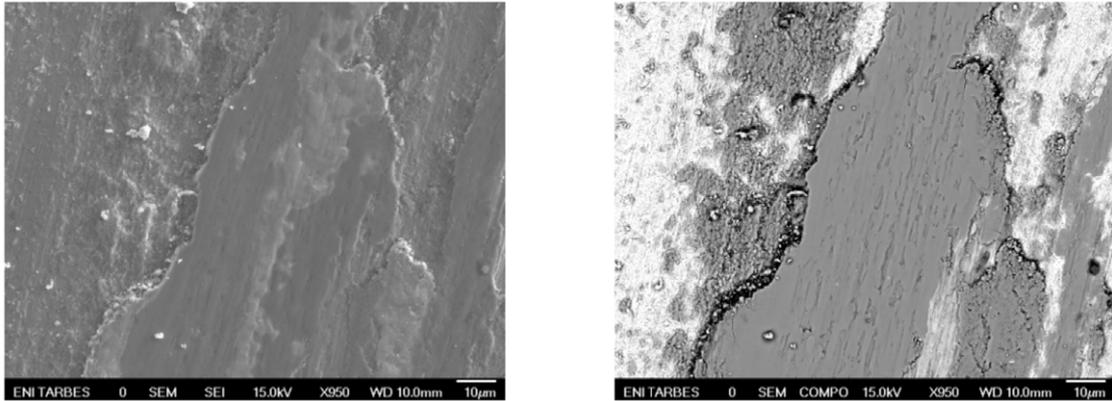


FIGURE 4.27 : Particules d'usure observées au MEB provenant du couple acier / de l'alliage de cobalt fritté par SPS. À droite, l'image obtenue avec les électrons secondaires, à gauche, l'image avec les électrons rétrodiffusés.

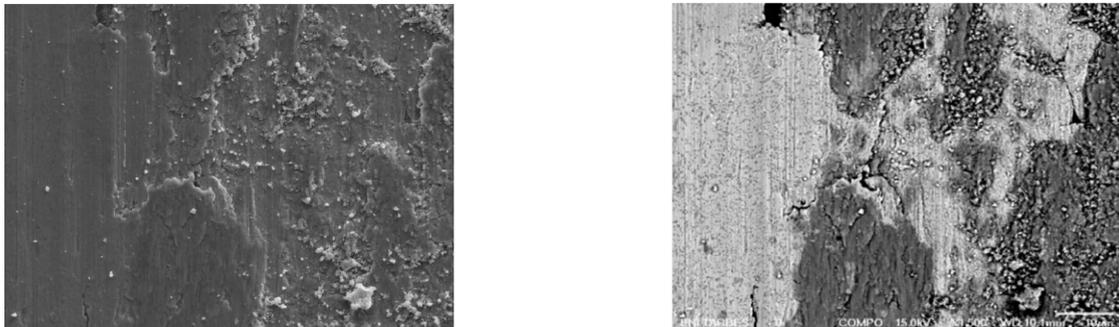


FIGURE 4.28 : Particules d'usure observées au MEB provenant du couple acier / composites à matrice cobalt avec WS_2 . À droite, l'image obtenue avec les électrons secondaires, à gauche, l'image avec les électrons rétrodiffusés.

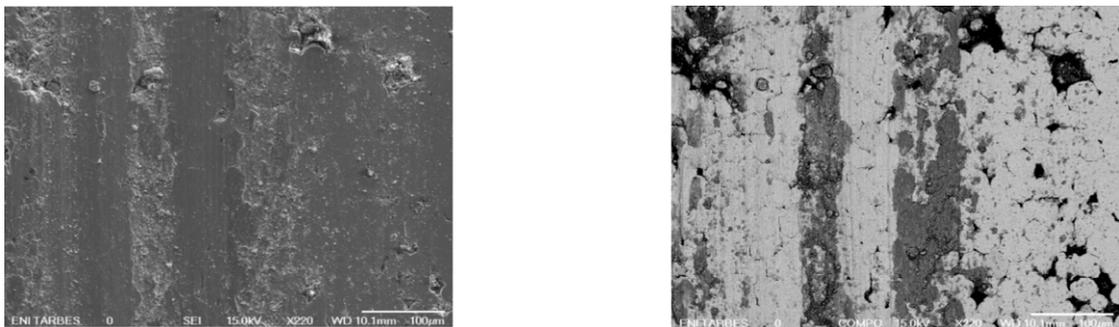


FIGURE 4.29 : Particules d'usure observées au MEB provenant du couple acier / composites à matrice cobalt avec h-BN. À droite, l'image obtenue avec les électrons secondaires, à gauche, l'image avec les électrons rétrodiffusés.

le tribofilm. On identifie sur ces images le cisaillement (S_3M_3) et la déformation plastique (S_3M_1) du 3^e corps. Les débris sont vraisemblablement émis par ces mêmes mécanismes à partir des premiers corps.

4.5.2 Discussion

Le changement de matrice a permis d'atteindre plusieurs objectifs. D'une part, la dureté du composite à matrice Stellite est plus élevée que celui à matrice acier.

Toutefois, par rapport au Stellite fritté, soit la dureté diminue avec le taux d'h-BN, soit elle augmente avec la présence de WS_2 . Le squelette de Stellite est donc fragilisé par la présence dans l'espace intergranulaire du nitrure de bore hexagonal, alors que le bisulfure de tungstène participe à sa consolidation. Le phénomène de diffusion du WS_2 dans les grains de Stellite contribue à ce durcissement. D'autre part, la réactivité des surfaces vis-à-vis de l'environnement est plus faible et l'oxydation est réduite. Cet effet est d'autant plus notable que les expériences sont menées à $450\text{ }^\circ\text{C}$. On bénéficie là des propriétés réfractaires à haute température de l'alliage de cobalt qui réduit l'effet du débit source extérieur (Q_s^e).

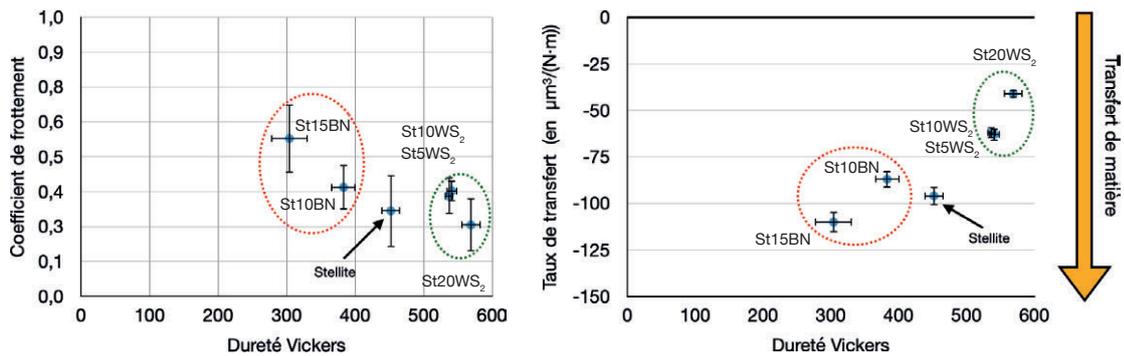


FIGURE 4.30 : Coefficient de frottement (à gauche) et taux de transfert (à droite) en fonction de la dureté des composites à matrice Stellite

Le coefficient de frottement des composites à matrice Stellite tend à diminuer avec l'augmentation de la dureté des matériaux alors que le taux de transfert tend vers zéro quand la dureté croît (Fig. 4.30). Dans le détail, la présence du nitrure de bore hexagonal réduit la dureté du composite. Ce dernier est donc en mesure de produire des débris, mais en moindre quantité que le pion. Ces débris se mélangent à ceux du pion en acier pour former le troisième corps. Ce tribofilm dissipe plus d'énergie que dans le cas d'un couple acier/Stellite, puisque l'on mesure $\mu_{St15BN} > \mu_{St10BN} > \mu_{Stellite}$. À 15 % de h-BN, cette dissipation est d'autant plus importante que le nitrure de bore ne favorise pas la stabilité du 3^e corps qui s'évacue du contact. Cette instabilité nécessite un apport ininterrompu de matière pour permettre le mouvement de l'interface, ce qui conduit à donc un taux de transfert supérieur à celui du Stellite. Ce phénomène est limité avec une teneur de 10 % de h-BN.

À une teneur de 20 %, le WS_2 réduit notablement la dissipation d'énergie. Le taux de transfert compris entre -40 et $-65\ \mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ indique que le 3^e corps produit grâce à l'amalgame des débris provenant du pion et du disque nécessite moins de matière et est plus stable.

Cette différence de comportement entre le nitrure de bore hexagonal et le bisulfure de tungstène est certainement liée à leurs propriétés électroniques. En effet, bien que ces deux matériaux présentent une structure lamellaire, les interactions qu'ils peuvent réaliser avec leur environnement dépendent des liaisons qui apparaissent perpendiculairement à la structure en feuillet. Les travaux sur la structure

de bande de ces matériaux de Falin [76] ou de Yelgel [77] mettent bien en évidence cette différence. Le WS_2 est plus propice à la formation de liaison que l'h-BN. De plus, les liaisons produites par les feuillets de WS_2 ont une énergie plus élevée. L'intensité des liaisons produites avec le WS_2 ou l'h-BN est en relation avec l'environnement. Dans les cas que nous avons étudiés, les interactions entre le renfort et la matrice semblent plus fortes dans le cas d'un composite à matrice Stellite que dans un composite à matrice acier, ce qui justifierait la différence de performance entre ces deux familles de CMM. Ceci mériterait d'être confirmé par des approches complémentaires comme la spectroscopie, EELS ou XPS, pour évaluer les énergies de liaison.

Ainsi, dans le cas du composite à matrice Stellite contenant du WS_2 , tous les débits sources sont réduits ($Q_{s_1} \downarrow$ et $Q_{s_2} \downarrow$, Tab.4.8) par rapport un couple tribologique acier/Stellite frittée. Le 3^e corps est plus stable dans l'interface ($Q_i \uparrow$) et les débris qui sortent du contact peuvent alimenter de nouveau l'interface ($Q_r \uparrow$) du fait d'un bon maintien du tribofilm, tant à la surface du disque qu'à celle du plan. L'une dans l'autre, ces évolutions impliquent une réduction de l'usure dans ce tribosystème ($Q_u \downarrow$).

L'interaction entre le renfort et la matrice est modérément dégradée par l'addition d'h-BN. Là aussi, l'usure est réduite dans le contact ($Q_u \downarrow$) par une meilleure tenue dans l'interface ($Q_i \uparrow$) et une recirculation améliorée ($Q_r \uparrow$) par rapport à ce qui a pu être vu dans les composites à matrice acier. Mais la différence de stabilité du 3^e corps induite par les faibles interactions h-BN/matrice ou h-BN/3^e corps dégrade les résultats en ce qui concerne la réduction du frottement ou de l'usure par rapport à ceux observés avec du WS_2 .

Matériaux	Q_s^e	Q_{s_1}	Q_{s_2}	Q_i	Q_u	Q_r
Stellite + WS_2	\downarrow	\downarrow	\downarrow	\uparrow	\downarrow	\uparrow
Stellite + h-BN	\downarrow	\downarrow	\downarrow	\uparrow	\downarrow	\uparrow

TABLE 4.8 : Tableau des débits du circuit tribologique pour le couple acier (S_1) avec le composite à matrice cobalt (S_2). Le couple acier/Stellite fritté est ici pris comme référence (=). La simple flèche désigne une variation du débit significative ; la double flèche, une variation plus élevée.

D'une manière générale, nous avons constaté une augmentation de la dureté, d'abord avec l'ajout de lubrifiant solide dans la matrice acier, puis dans la matrice Stellite (Fig. 4.31). Ce durcissement du composite permet de réduire son usure en limitant l'émission de débris. Cependant, ce sont les propriétés du tribofilm qui conduisent à la baisse du coefficient de frottement et pilotent l'émission de débris du couple acier/CMM. En agissant à la fois sur la matrice du composite et sa charge en lubrifiant solide, nous comprenons mieux les possibilités de contrôler les mécanismes d'accommodation et les débits de matière.

Alors que le nitrure de bore déstabilise l'interface et même le volume du composite à matrice acier, en empêchant les interactions entre les grains, le bisulfure de tungstène favorise l'équilibre du mélange de particules dans l'interface et le

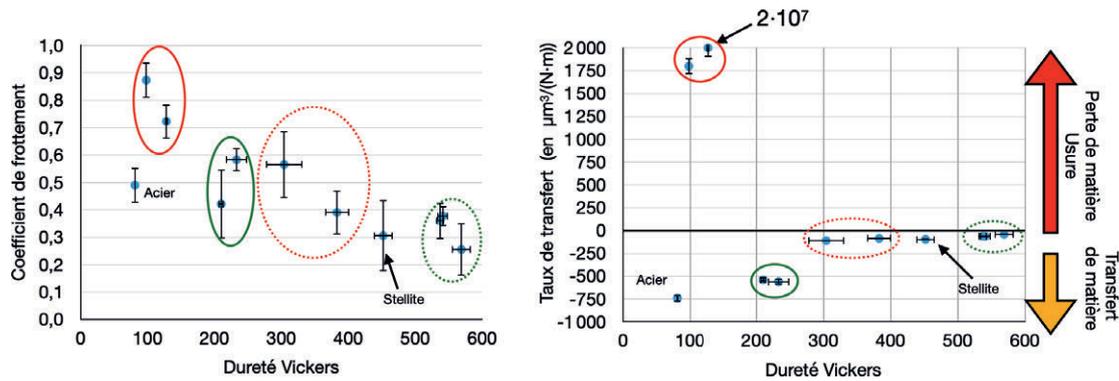


FIGURE 4.31 : Coefficient de frottement (à gauche) et taux de transfert (à droite) en fonction de la dureté des composites à matrice métallique. Les composites à matrice acier sont en trait plein, ceux à matrice Stellite, en pointillés. Les composites chargés en h-BN sont encerclés en rouge, ceux avec du WS₂ en vert.

maintien du 3^e corps. Avec les couples acier/composites à matrice Stellite, les mécanismes d'accommodation ne changent pas fondamentalement par rapport aux couples acier/composites à matrice acier. Il s'agit toujours de cisaillement des premiers corps et, dans une moindre mesure, de déformation plastique ($S_1M_{1,3}$ et $S_2M_{1,3}$). Toutefois, dans les composites à matrice Stellite, l'intensité de la déformation et du cisaillement des premiers corps est réduite par rapport à celles observées avec les composites à matrice acier. C'est le pion en acier qui produit la majorité des débris et alimente ainsi le 3^e corps. Ces débris se mélangent bien avec le lubrifiant solide du composite et permet une bonne dissipation de l'énergie entre les deux premiers corps grâce à un cisaillement plus important du 3^e corps (S_3M_3).

4.5.3 Conclusion

Il nous semble donc intéressant de progresser dans cette logique et de vérifier si un changement plus prononcé des mécanismes d'accommodation donnerait accès à de meilleures performances. Nous pouvons ainsi tenter de privilégier des modes d'accommodation par déformation plastique (M_1) ou par rupture (M_2) pour distribuer différemment l'énergie dissipée.

En outre, la nature de l'interface renfort/matrice est aussi d'un intérêt fondamental : elle doit permettre une bonne liaison intergranulaire dans le volume du composite et une fois émise dans l'interface un maintien du 3^e corps avec un cisaillement important.

Nous avons expérimenté ces possibilités, d'abord, avec des composites à matrice organique afin de forcer les phénomènes de déformation plastique (section 4.8), puis avec des matériaux plus durs comme des céramiques et des carbographites (sections 4.6 et 4.7).

Les travaux présentés dans cette section ont donné lieu à **1 ACL** [78] et **un rapport à diffusion limitée** [79].

4.6 Le couple de carbure de silicium/carbo-graphite

De nombreux articles prétendent améliorer les propriétés tribologiques des systèmes dynamiques en employant des matériaux plus durs. C'est une idée judicieuse puisqu'elle a l'avantage de réduire considérablement les modes d'accommodation par la déformation plastique (M_1) et par le cisaillement (M_3). En suivant cette idée, le carbure de silicium qui fait partie des céramiques les plus performantes, devient un matériau de choix. Par exemple, la conception de bagues d'étanchéité utilise déjà largement ce produit. Dans ces dispositifs, une bague de frottement et une contre-bague forment le contact d'un anneau sur un anneau et réalisent une séparation entre deux compartiments où résident des environnements différents. Un arbre transmet alors un mouvement de rotation suivant l'axe des anneaux, on parle alors d'une garniture mécanique. Toutefois, les paramètres de pression et de vitesse qui autorisent cette étanchéité doivent être correctement ajustés pour assurer la fonction de l'appareil. Le choix de matériaux doit veiller aux paramètres de fonctionnement [80]. De plus, en l'absence de lubrifiant, ces matériaux doivent combiner de bonnes propriétés tribologiques, une résistance aux contraintes mécaniques fiable et conduire la chaleur efficacement [81].

Nous avons eu la possibilité d'étudier ce type d'assemblage de matériaux extrêmement rigides. Cependant, une grande rigidité et une grande dureté sont souvent associées à une grande fragilité. Et bien que les modes de déformation plastique et de cisaillement puissent être affaiblis, ceux de rupture (M_2) pourraient dominer toute la dynamique du contact. La participation d'un 3^e corps stable dans l'interface, générer par les débris du carbure devient alors essentiel à la survie des pièces puisqu'il permettra de relayer les contraintes et les vitesses entre les deux pièces.

Une solution pour limiter la production de débris consiste à utiliser un couple de matériaux hétérogènes. On choisit alors de sacrifier la surface de l'un des premiers corps dans l'espoir de produire un tribofilm efficace, c'est-à-dire avec un débit interne Q_i constant, une usure Q_u faible et une recirculation Q_r la plus importante possible. Le carbo-graphite est un matériau qui peut apporter des mécanismes de cisaillement et la production de débris de graphite, lubrifiants, pour construire le 3^e corps.

Nous présentons dans les paragraphes qui suivent les recherches menées sur des couples d'anneaux homogènes, SiC/SiC, et des couples hétérogènes C_{n-i} /SiC dans lesquels l'une des bagues en carbure est remplacée par une bague en carbo-graphite.

4.6.1 Matériaux étudiés

Les pièces en graphite doivent nécessairement être renforcées. En effet, bien qu'à une échelle microscopique, les liaisons dans le maillage hexagonal soient intenses, les liaisons entre les feuillets de graphène sont faibles. La caractérisation par Bragg au moyen de la diffraction lui a d'ailleurs laisser supposer que les propriétés lubrifiantes du graphite pouvaient être attribuées à sa structure en feuillet [82]. Mais les médiocres performances du graphite dans des atmosphères sèches ou dans le vide ont prouvé l'insuffisance de cette interprétation [83–86].

Les empilements de graphène forment des cristallites. Le matériau se graphitise plus ou moins aisément selon la teneur initiale, les dimensions et l'orientation des cristallites [87]. On évite d'utiliser le graphite seul à cause de sa fragilité. Les industriels le mélangent avec du carbone amorphe, et fournissent ainsi du carbographe. Ce matériau contient des porosités ouvertes et fermées.

Le groupe Mersen produit des bagues d'étanchéité en carbographe à Gennevilliers en France. La préparation aboutit à un matériau d'une masse volumique de 1680 kg/m^3 . Sa résistance à la flexion équivaut à $78,5 \text{ MPa}$ et sa dureté Shore A est comprise entre 105 et 109. Nous noterons ce carbographe C_{n-i} ⁹ (Tab. 4.9).

	unité	SiC	C_{n-i}
Masse volumique	kg/m^3	3150	1680
Taille de grain	nm	10^4	$1,45^a$
Résistance à la flexion	MPa	400	78,5
Dureté	GPa	2200^b	$105-109^c$
Conductivité	$\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$	180	7-15
Coefficient de dilatation	10^{-6} K^{-1}	100	-

TABLE 4.9 : Propriétés mécaniques et thermiques du SiC et du carbographe (C_{n-i}).^a Cette valeur est déterminée par spectroscopie Raman. ^b La dureté du SiC est déterminée par la méthode Vickers. ^c La dureté du carbographe est déterminée par une méthode plus adaptée, Shore A.

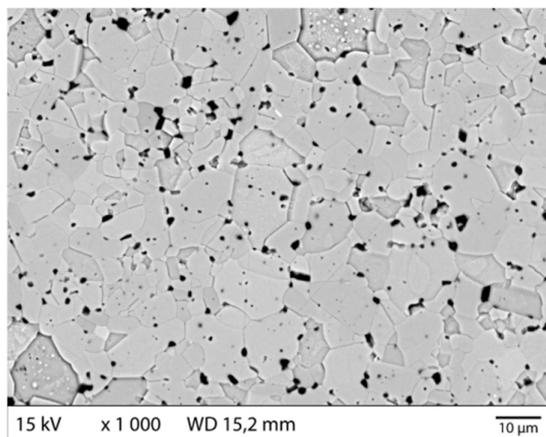


FIGURE 4.32 : Microstructure du SiC.

Dans le couple hétérogène, une contreface en carbure de silicium s'oppose à celle en carbographe. La société Boostec, une filiale de Mersen, fritte à pression atmosphérique cette céramique sur son site de production à Bazet (Hautes-Pyrénées, France). La figure 4.32 montre la microstructure du SiC. Les grains clairs, majoritaires, sont du carbure de silicium ; les grains d'un gris plus soutenu sont des carbures de bore, B_4C et les tâches noires sont du pyrographite issus des conditions

9. n-i désigne le terme non imprégné qui prendra tout son sens dans la suite de ce manuscrit.

de frittage en excès de carbone. La porosité est faible, inférieur à 2 %.

Le SiC est plus lourd que le carbographe. Sa masse volumique vaut 3150 kg/m^3 . C'est un matériau à haute performance mécanique en raison de sa résistance à la flexion de 400 MPa et de sa dureté de $2200 \text{ HV}_{0,5}$. Sa conductivité thermique est élevée : $180 \text{ W/(m}\cdot\text{K)}$. Son coefficient de dilatation est faible à $100 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Le SiC résiste aux attaques chimiques et aux chocs thermiques.

4.6.2 Résultats des essais de frottement

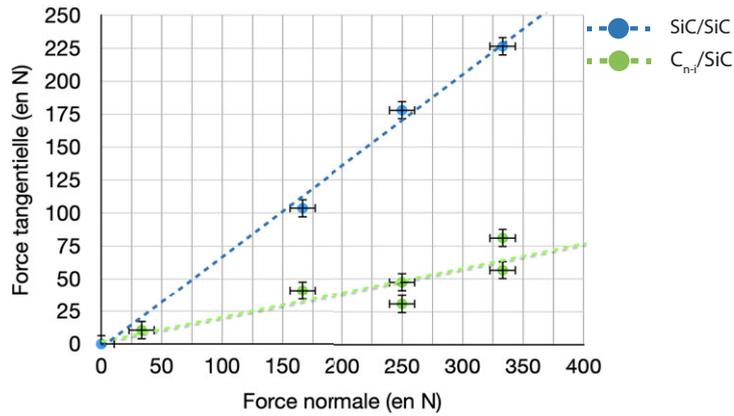
Nous avons réalisé une série d'essais avec le tribomètre environnemental décrit dans le § 4.3.2 en tenant compte de la sévérité des conditions opératoires. Le protocole expérimental est basé sur le produit de la pression de contact et de la vitesse PV . Les essais sont menés sur des couples homogènes SiC/SiC et des couples hétérogènes C_{n-i} /SiC pour des pressions 0,1 ; 0,5 ; 0,75 et 1 MPa, la vitesse vaut 0,23 ou 0,46 m/s. Néanmoins, nous n'avons pas pu conduire les tests avec une pression de 0,23 m/s et 1 MPa au terme des 2 heures initialement envisagées dans le cas du duo SiC/SiC. L'essai s'interrompt alors au bout d'environ 2000 secondes. De plus, lorsque nous avons effectué des essais avec une vitesse deux fois plus élevée, de 0,46 m/s et une pression de 1 MPa, le couple SiC/SiC a produit une usure catastrophique des anneaux. La figure 4.33 montre un exemple des dégâts observés à la suite de ces essais et la perte de matière par un écaillage important au niveau des arêtes des anneaux.



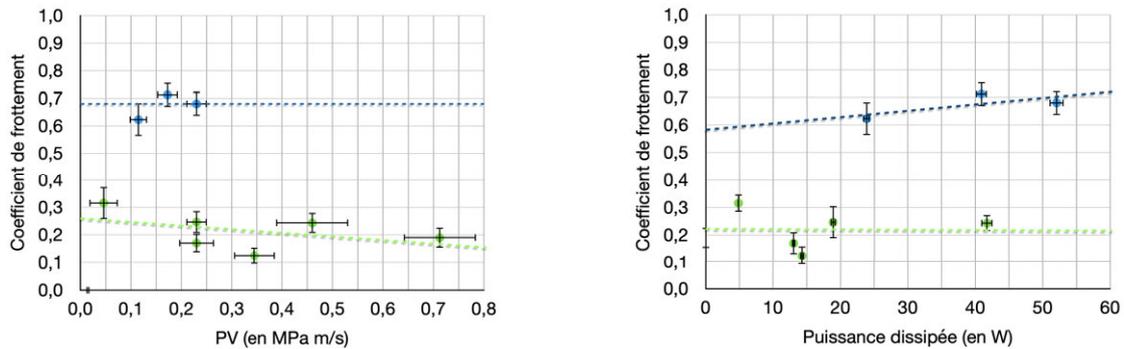
FIGURE 4.33 : Anneaux de carbure de silicium endommagé après un essai tribologique.

Le coefficient de frottement du couple homogène d'anneaux en SiC est compris entre 0,6 et 0,8. En moyenne, pour des essais pratiqués avec trois charges différentes, le coefficient de frottement équivaut à $0,68 \pm 0,01$, comme le montre la figure 4.34 et la série en bleu.

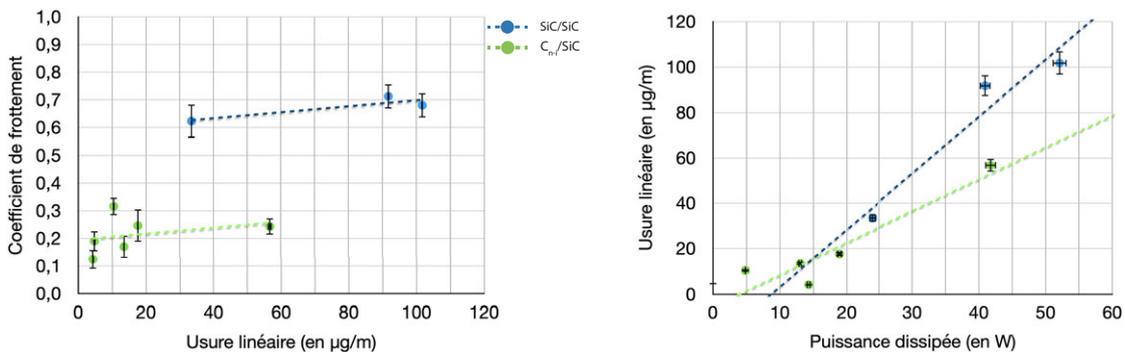
Le remplacement d'un des anneaux par une pièce en carbographe permet de réaliser l'ensemble des conditions opératoires prévues dans la campagne d'essais. Le rapport entre la force de frottement et la force normale est représenté dans la figure 4.34 par la série de points en vert. En tenant compte de tous les essais, nous aboutissons à un coefficient de frottement moyen de 0,19, plus de trois fois plus faible que celui du couple SiC/SiC. Nous en déduisons une réduction du coefficient de frottement pour le tandem C_{n-i} /SiC.

FIGURE 4.34 : Coefficient de frottement pour les couples SiC/SiC et C_{n-i}/SiC.

On remarque que le coefficient de frottement du couple SiC/SiC varie peu avec le produit PV et la puissance dissipée (Fig. 4.35). Le couple C_{n-i}/SiC supporte mieux la sévérité du contact en dissipant moins d'énergie pendant les essais.

FIGURE 4.35 : Coefficient de frottement en fonction de PV , à gauche, et de la puissance dissipée, à droite pour le couple SiC/SiC, en bleu, et C/SiC, en vert.

Nous avons mis en évidence que pour ces 2 couples de matériaux l'usure linéaire croît avec le coefficient de frottement, mais l'intensité de l'usure du couple C/SiC est réduite (Fig. 4.36, à gauche).

FIGURE 4.36 : Coefficient de frottement en fonction de l'usure linéaire, à gauche, et usure linéaire en fonction de la puissance dissipée, à droite pour le couple SiC/SiC, en bleu, et C_{n-i}/SiC, en vert.

D'ailleurs, la quantité de matière définitivement perdue lors des essais augmente bien avec la puissance dissipée, quel que soit le couple testé, mais avec une tendance plus faible pour le couple C_{n-i}/SiC (Fig. 4.36, à droite). On note que l'usure de la bague en SiC est devenu négligeable devant celle de la bague en carbo-graphite. Généralement, on assiste en plus à un transfert de matière vers la bague en SiC. La bague en carbure de silicium est donc peu affectée par le frottement. La bague en C_{n-i} reprend la majorité des contraintes.

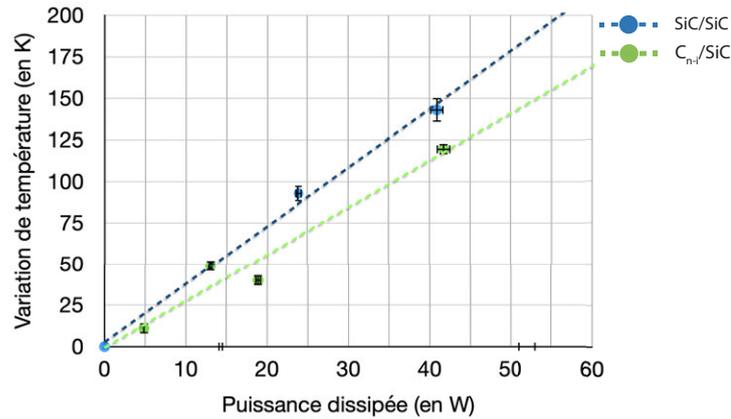


FIGURE 4.37 : Température de contact en fonction de la puissance dissipée, à droite pour le couple SiC/SiC, en bleu, et C_{n-i}/SiC , en vert.

Les estimations de la température de contact et son évolution au cours des essais ont aussi permis de prouver que le couple C_{n-i}/SiC limite l'augmentation de la température de contact par rapport à ce que l'on peut enregistrer avec un duo SiC/SiC (Fig. 4.37).

Le couple de matériaux homogène le plus dur ne parvient donc pas à supporter les conditions opératoires les plus sévères. Au contraire, c'est un couple de matériaux hétérogène et avec un anneau plus tendre qui permet de réduire l'usure et l'énergie dissipée. C'est le 3^e corps produit dans l'interface qui agit en faveur du couple C_{n-i}/SiC .

Nous avons exploré les différentes morphologies des débris et du tribofilms à la fin des essais que nous avons complétées avec des analyses spectroscopiques. Les bagues ont une décoloration à la surface qui passe du gris au marron. Des débris s'accumulent en périphérie de la zone de frottement. Ces débris ont la forme de plaques fines agglomérées (Fig. 4.38).

Au centre de la bague, la couche du 3^e corps est répartie sur toute la largeur. Le dépôt est étroit et concentrique. Il est orienté dans la direction du glissement. Le 3^e corps est formé de petits débris issus de la surface qui se sont agglomérés et conduisent à des morceaux épais et denses dans l'interface. Ces débris circulent progressivement de l'interface vers les arêtes interne ou externe de la bague, d'où ils sont éjectés par plaques. Ce type de configuration anneau/anneau élimine la possibilité d'une recirculation des débris ($Q_r=0$), comme cela était possible avec un contact pion/disque ou bille/plan. Le débit de recirculation ne sera donc pris

en compte dans les circuits tribologiques que nous élaborerons dans les parties suivantes.

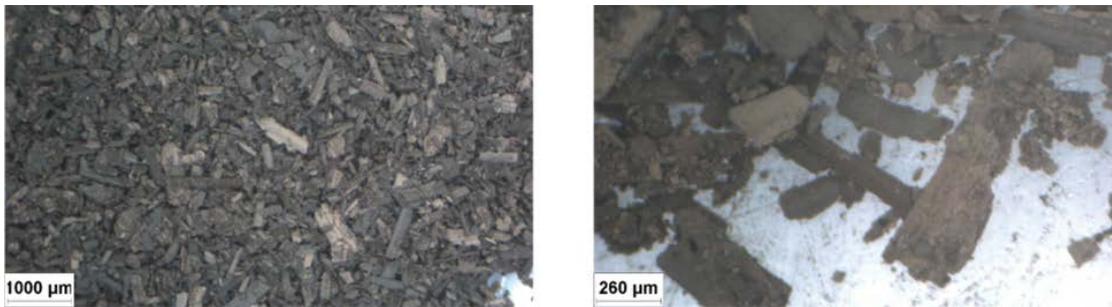


FIGURE 4.38 : Débris issus d'un essai SiC/SiC.

L'analyse élémentaire par EDS signale la présence de silicium, de carbone, d'oxygène, et de bore dans le 3^e corps apparu après les essais tribologiques (Fig. 4.39). Les mesures témoignent d'une forte proportion d'oxygène par rapport à la surface initiale en SiC. Les cartographies élémentaires mettent bien en évidence la présence de l'oxygène dans des débris et sur le tribofilm.

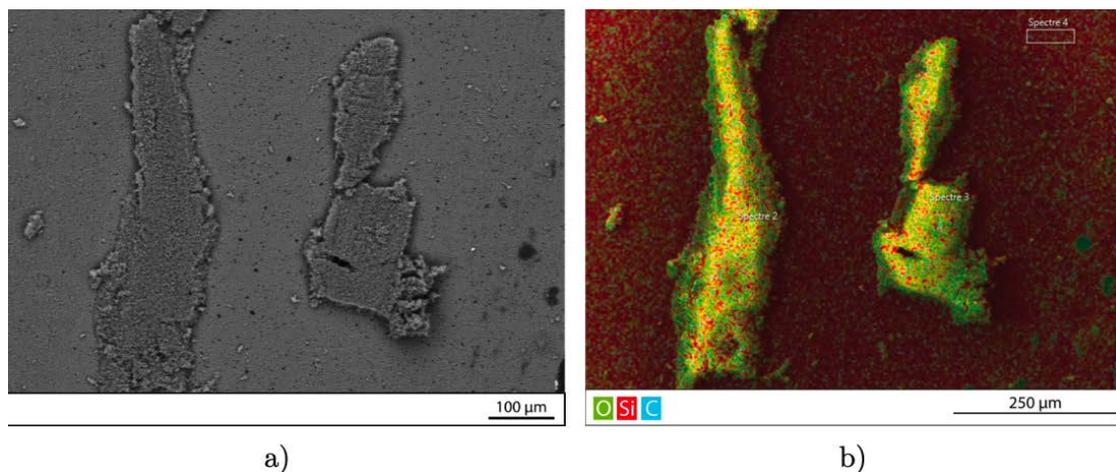


FIGURE 4.39 : Micrographie (a) et cartographie élémentaire (b) de débris après un essai SiC/SiC. Le tribofilm forme des paquets chargés en oxygène.

Ses analyses élémentaires sont complétées par la spectroscopie Raman qui pointe la présence de graphite faiblement cristallisé dans le tribofilm (cf. section 4.7.3). L'analyse des contraintes superficielles, toujours par spectroscopie Raman, enseigne que la surface du SiC est initialement sous contrainte de traction. Après le glissement, la surface du SiC a subi des efforts de cisaillement qui ont accentué la contrainte de traction superficielle, puis provoqué la rupture des aspérités de surface. Nous observons d'ailleurs sur certains échantillons des fissures superficielles typiques d'un mode d'accommodation par fissuration (M_2).

À l'ouverture du contact C/SiC, on remarque que la matière adhère à la surface de la bague en carbure de silicium. Un film noir s'est déposé et forme des traits concentriques plus ou moins contrastés. Les profils de l'état de surface montrent

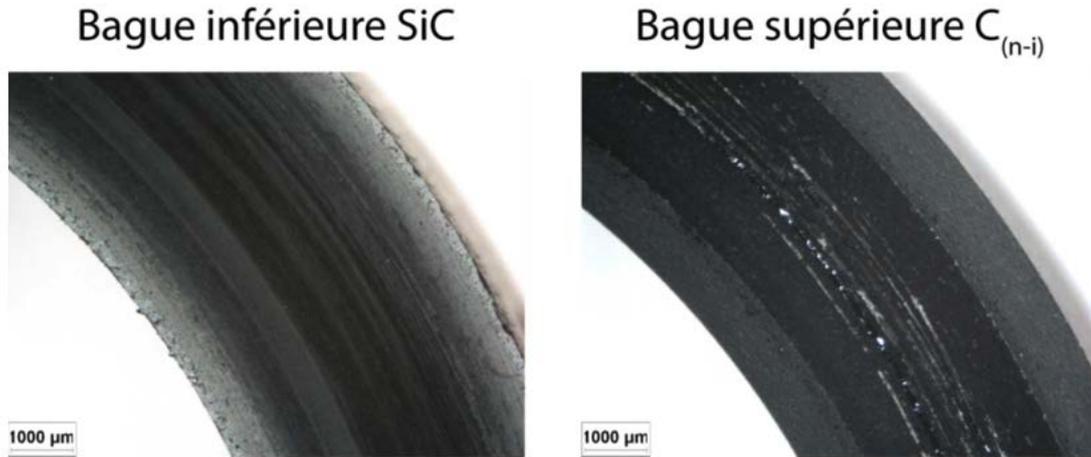


FIGURE 4.40 : Images des bagues en SiC et en C_{n-i} après un test tribologique.

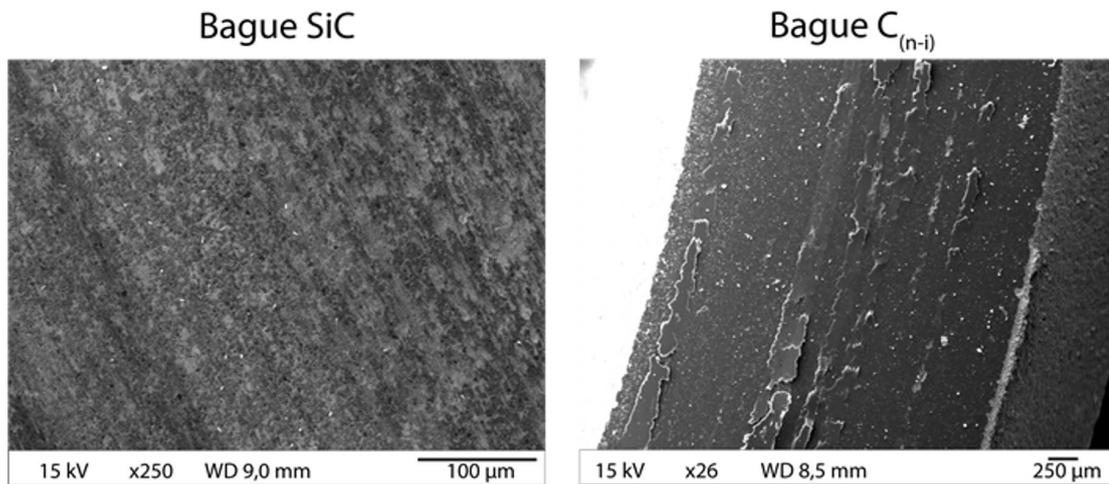


FIGURE 4.41 : Micrographies du tribofilm après un essai C_{n-i}/SiC . À gauche, la surface de la bague en SiC, au centre et à droite, sur la bague en carbographe. Le tribofilm se décolle par endroit et présente des boursouffures.

que la bague en carbure de silicium est recouverte d'un film fin de carbographe, le film semble se décoller de la surface par endroits. Cela est bien mis en évidence par les images au MEB et doit correspondre à un phénomène de boursouffure (ou "blistering") [88, 89]. On note parfois des cassures à l'endroit du décollement du film.

L'analyse élémentaire révèle la contribution forte du carbographe à la surface des deux bagues. Cela prouve la participation importante du carbone dans le mécanisme d'accommodation et le recouvrement de la bague de carbure de silicium par un film essentiellement en carbone. On ne détecte pas de silicium sur la bague en C_{n-i} ni dans le tribofilm. L'émission de particules du carbure de silicium n'intervient donc pas dans le mécanisme d'accommodation et de formation du 3^e corps. La bague en carbure de silicium est donc préservée. Le taux d'oxygène est de l'ordre de 10 % dans la bague en SiC, et inférieur à 5 % sur la bague en C_{n-i} . On a donc aussi limité l'effet de l'environnement.

À la fin de l'essai, les contraintes de traction sont moins intenses que celles observées à la fin de l'essai SiC/SiC. Le remplacement par la bague en carbographe a donc permis de les réduire. En outre, les spectres Raman mettent en évidence une contrainte de compression à la surface des bagues en carbographe avant les tests tribologiques (cf. section 4.7.3 pour plus de détail). Nous avons vérifié que cette contrainte de compression est accentuée à la fin de tests. D'une part, cette augmentation de la contrainte superficielle est certainement à l'origine de l'émission de débris par la bague de C_{n-i} . D'autre part, la diminution de la contrainte de traction sur la bague en SiC amenuise fortement sa fissuration.

4.6.3 Discussion et conclusion

La mise en œuvre d'un couple homogène de carbure de silicium (Fig. 4.42) réduit considérablement les modes de déformation plastique (M_1), mais il laisse place des mécanismes d'accommodation par rupture (S_1M_2 et S_2M_2).

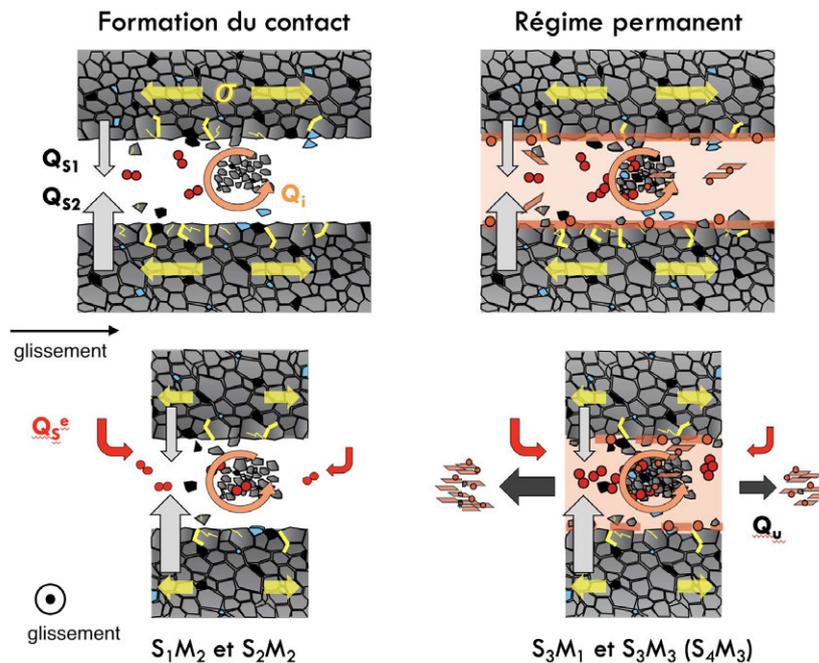


FIGURE 4.42 : Circuit tribologique pour le couple SiC/SiC.

Ces ruptures multiples alimentent le 3^e corps ($Q_{s1} \uparrow$, $Q_{s2} \uparrow$, et $Q_{s3} \uparrow$) mais la circulation de débris s'accompagne d'une augmentation de l'énergie dissipée puisque le coefficient de frottement est élevé (Tab 4.10). Ces céramiques supportent mal les contraintes élevées et les pièces peuvent rapidement perdre leur intégrité.

Le couple hétérogène C_{n-i} /SiC répartit les contraintes entre les deux pièces et le circuit tribologique est modifié (Tab. 4.43). Ainsi, les mécanismes de rupture de la pièce en carbure de silicium sont fortement amoindris ($S_2M_2 \downarrow$). Une plus grande partie de l'énergie, initialement dédiée à la rupture de la céramique, est désormais dissipée vers la pièce en carbographe (S_1). Sur cette dernière apparaissent des mécanismes de cisaillement et de rupture ($S_1M_{2,3} \uparrow$). Les débris générés proviennent en majorité de la pièce en carbographe ($Q_{s1} > Q_{s2}$) et le 3^e corps est

Couple de matériaux	Q_s^e	Q_{s_1}	Q_{s_2}	Q_i	Q_u	Q_r
SiC/SiC	=	↑	↑	↓	↑	-

TABLE 4.10 : Tableau des débits du circuit tribologique pour le couple SiC/SiC (S_1 et S_2) par rapport au couple carbographe (S_1) et SiC (S_2). Le couple C_{n-i}/SiC est pris comme référence (=) dans cette partie et pour la section 4.7 à venir. La simple flèche désigne une variation du débit significative; la double flèche, une variation excessive. Dans cette étude, la configuration anneau/anneau du tribomètre n'autorise pas la recirculation (-).

plus performant (Q_i) puisqu'il dissipe bien mieux l'énergie. Le coefficient de frottement mesuré est plus bas qu'avec le couple homogène. Cela est rendu possible par la survenue de mécanismes de cisaillement, de déformation plastique, de rupture dans le carbographe (1^{er} corps), de cisaillement dans le tribofilm (S_3M_3 ↑) qui sépare efficacement les surfaces.

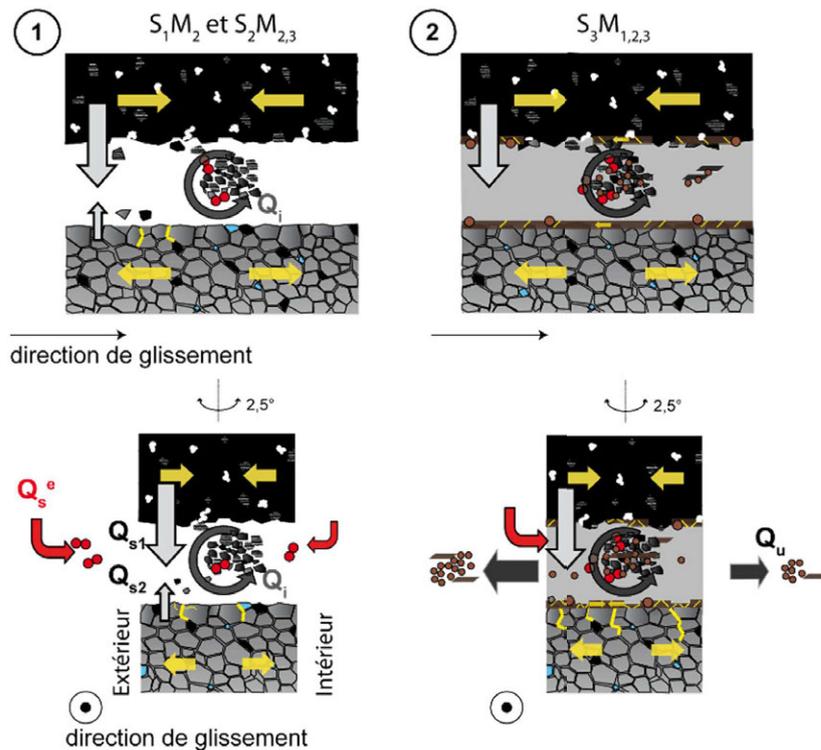


FIGURE 4.43 : Circuit tribologique pour le couple C_{n-i}/SiC .

À la suite de ces travaux, nous avons eu les moyens d'optimiser les performances de la bague en carbographe et du 3^{e} corps. La stratégie consiste à ajouter par imprégnation dans les porosités du carbographe des molécules qui affecteront les propriétés mécaniques du matériau et la nature des débris émis dans l'interface.

Ces travaux ont permis de produire **trois ACTI** [90–92], **un ACTN** [93], **une COM** [94] et **une AFF** [95].

4.7 Les couples de carbure de silicium/carbographites imprégnés

Les résultats précédents montre l'utilité d'apporter dans le système tribologique des matériaux judicieux pour limiter la dégradation sévère des premiers corps et pour modifier les mécanismes d'accommodation. La bague en carbographe émet des débris dans l'interface qui dissipe l'énergie mécanique plus efficacement que dans le cas d'un couple homogène SiC/SiC.

Les propriétés des pièces fabriquées avec ces carbographites peuvent être ajustées par l'imprégnation de renforts dans les porosités [96]. Cette stratégie peut donc être utilisée pour piloter le circuit tribologique et les mécanismes d'accommodation. Nous avons choisi de mettre en œuvre trois options pour renforcer les propriétés des bagues de carbone d'un point de vue tribologique :

- en augmentant la rigidité de la pièce pour limiter les mécanismes de déformation, de rupture et de cisaillement ;
- en augmentant sa conductivité thermique dans le but de dissiper à travers le tribosystème l'énergie consommée par le contact ;
- en générant des débris pour amorcer la circulation d'un 3^e corps stable dans l'interface ;
- en réduisant le débit source extérieur c'est-à-dire l'effet de l'atmosphère.

4.7.1 Matériaux étudiés

Trois imprégnations sont étudiées pour ajuster les performances tribologiques. Il s'agit de carbographites imprégnés¹⁰ de résine phénolique (PF¹¹), d'antimoine (Sb) ou de polytétrafluoroéthylène (PTFE). Nous symboliserons dans la suite du manuscrit ces matériaux avec les sigle C_{PF} , C_{Sb} et C_{PTFE} , respectivement.

L'imprégnation de résine phénolique conduit à une augmentation des propriétés mécaniques comme la résistance à la flexion qui passe de 78,5 MPa dans C_{n-i} à 91,8 MPa (Tab. 4.11). Le C_{Sb} possède aussi des propriétés significativement améliorées avec une résistance à la flexion de 128 MPa et une conductivité de 60 W/(K m). Enfin, l'imprégnation par le PTFE ne génère pas de modification notable par rapport au matériau de base. Toutefois, on note que l'introduction du polytétrafluoroéthylène permettra de limiter la réactivité du matériau avec l'environnement compte tenu de son inertie chimique. En outre, l'émission de débris contenant le PTFE pourrait apporter dans le 3^e corps un lubrifiant solide dont l'efficacité est déjà bien identifié [97, 98]

Les cartes EDS de la figure 4.44 montrent la répartition des différents matériaux imprégnés à l'intérieur de la matrice carbone-graphite. L'analyse par EDS permet de détecter la présence des agents d'imprégnation qui favorisent l'introduction du renfort à travers les porosités ouvertes du carbographe. Il s'agit du

10. J'utiliserai parfois la notation C_i pour désigner de manière générale les carbographites imprégnés et C_i/SiC quand il forme un couple de frottement avec le carbure de silicium.

11. La résine phénolique est aussi appelé résine phénol-formaldéhyde, d'où la notation PF.

sodium dans la bague de C_{PF} , de cuivre, dans la bague C_{Sb} mais également de soufre et d'oxygène. Ces 2 derniers éléments se retrouvent aussi dans la bague C_{PTFE} .

	unité	C_{n-i}	C_{PF}	C_{Sb}	C_{PTFE}
Masse volumique	kg/m ³	1680	1800	2330	1670
Taille de grain ^a	nm	1,45	1,61	1,60	1,62
Résistance à la flexion	MPa	78,5	91,8	128	79
Conductivité thermique	W/(m·K)	7-15	7-15	60	7-15

TABLE 4.11 : Propriétés mécaniques et thermiques du carbographe et des carbographites imprégnés.

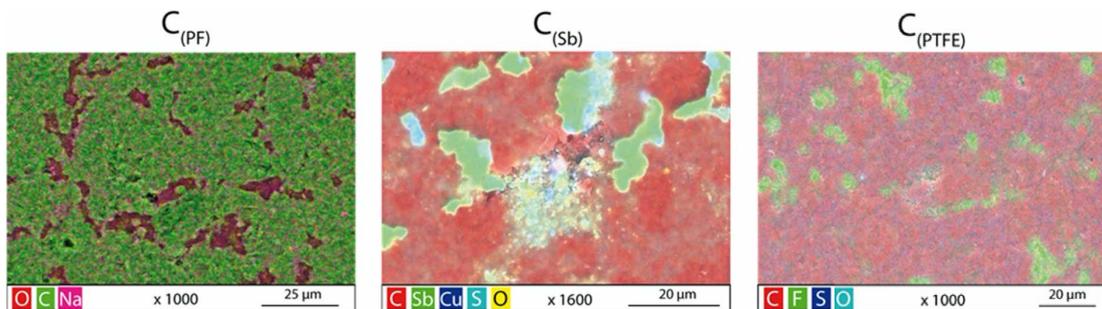


FIGURE 4.44 : Cartes EDS du matériau imprégné à l'intérieur de la matrice carbographe.

4.7.2 Résultats des essais de frottement

Le banc d'essai que nous employons pour les tests est le tribomètre environnemental (cf. § 4.3.2). Les conditions opératoires sont les mêmes que celles présentées dans la section précédente. Les essais durent tous deux heures. Par rapport au couple SiC/SiC, les propriétés tribologiques du contact évoluent avec l'imprégnation. La figure 4.45 regroupe les forces de frottement mesurées en fonction de la force normale. Le rapport entre les forces évolue clairement, par comparaison avec le couple C/SiC, le coefficient de frottement est augmenté ou réduit. Ainsi avec les couples C_{PF}/SiC et C_{Sb}/SiC , le coefficient de frottement moyen est de 0,28 et 0,23 respectivement, ce qui est donc plus élevé que le couple C/SiC, pour lequel nous avons mesuré $\mu=0,18$ en moyenne.

Le coefficient de frottement moyen le plus bas est mesuré pour le couple C_{PTFE}/SiC . Bien que certaines conditions opératoires produisent des valeurs très dispersées, nous obtenons en moyenne un coefficient de 0,13, avec parfois des minimums à 0,10. Toutes les mesures sont inférieures aux valeurs acquises avec le couple SiC/SiC.

D'une manière générale, le remplacement de la bague en carbographe par une bague imprégnée réduit à la fois l'usure et le coefficient de frottement (fig. 4.46). Le coefficient de frottement est abaissé de 0,4 jusqu'à 0,1 avec les duos d'anneaux

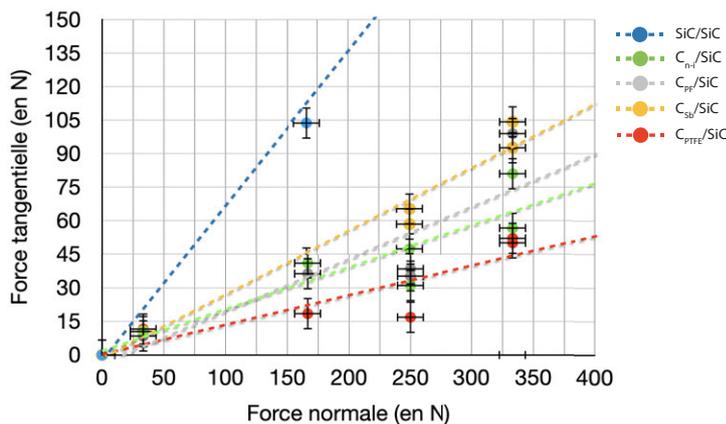


FIGURE 4.45 : Rapport entre la force normale et la force tangentielle pour les couples SiC/SiC, C_{n-i} /SiC et C_i /SiC.

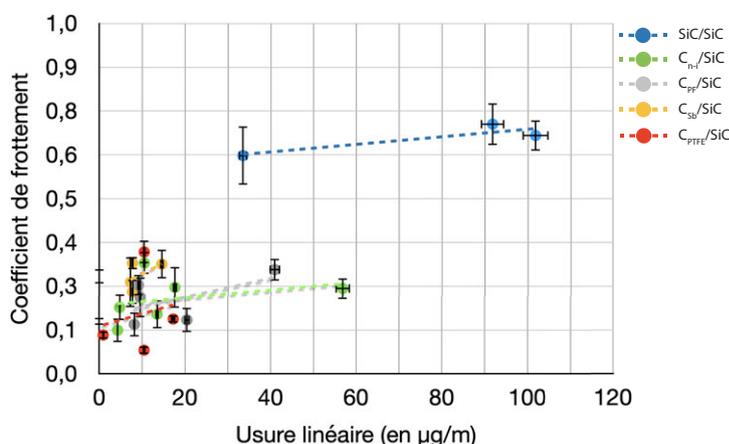


FIGURE 4.46 : Coefficient de frottement en fonction de l'usure linéaire pour tous les couples de SiC et de carbographites.

C_{n-i} /SiC, tout en limitant l'usure linéaire qui reste à des valeurs inférieures à $0,20 \mu\text{g}/\text{m}$. Pour les essais effectués avec la pression et la vitesse les plus sévères, le couple C_{PF} /SiC conduit à une usure linéaire de l'ordre de $0,4 \mu\text{g}/\text{m}$. Ces usures restent plus faibles que celles mesurées pour le couple C/SiC dans les mêmes conditions.

Toute cette série, C_{n-i} /SiC, montre des valeurs du coefficient de frottement relativement stables lorsqu'ils sont représentés en fonction du produit PV , et donc de la sévérité du contact (Fig. 4.47 à gauche). L'augmentation de la sévérité du contact favorise la baisse du coefficient de frottement avec l'usage du couple C_{PTFE} /SiC. Il semble que plus l'énergie dissipée est élevée et plus le 3e corps produit avec ce couple relaye efficacement les contraintes.

Les usures linéaires des couples C/SiC et C_{PF} /SiC sont du même ordre de grandeur (Fig. 4.47, à droite). Dans le même temps, les couples construits avec du carbographe imprégné d'antimoine et de PTFE réduisent significativement l'usure. Pour la condition opératoire, $PV = 0,46$, soit $P = 1 \text{ MPa}$ et $V = 0,46 \text{ m/s}$, l'usure est systématiquement plus élevée pour les couples C/SiC et C_{PF} /SiC. Cette association agit négativement sur le tribosystème et produit une réponse du tri-

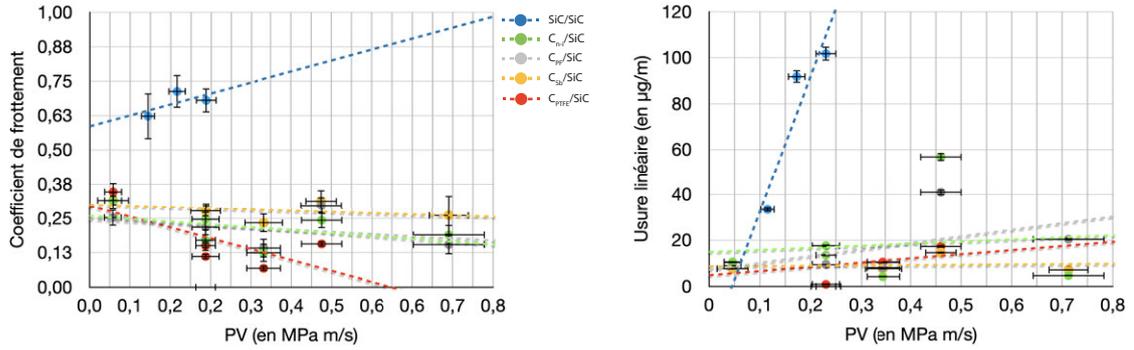


FIGURE 4.47 : Coefficient de frottement, à gauche, et usure linéaire, à droite, en fonction de PV pour tous les couples de SiC et de carbographites.

bomètre qui s'ajoute à la sévérité des conditions opératoires. Pour ces mêmes conditions, nous n'observons pas cette augmentation de l'usure linéaire avec les couples C_{Sb}/SiC et C_{PTFE}/SiC . Les 3^e corps émis dans l'interface à partir de ces matériaux réagissent mieux à l'augmentation de la pression et du cisaillement. Les premiers corps émettent des débris de façon limitée et plus stable.

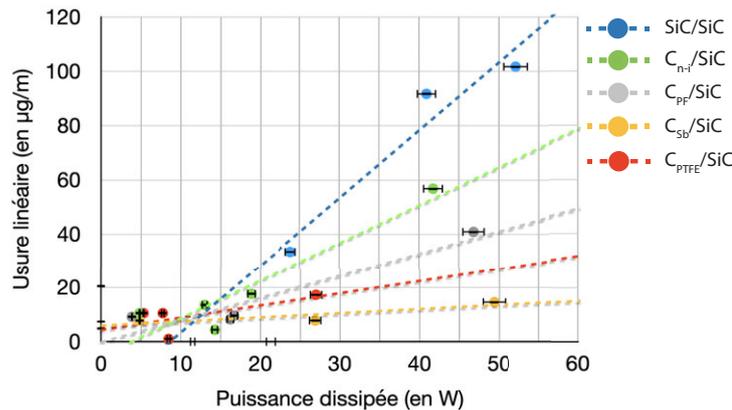


FIGURE 4.48 : Usure linéaire en fonction de la puissance dissipée pour tous les couples de SiC et de carbographites.

L'imprégnation a donc tendance à réduire le rapport entre la matière définitivement perdue par le contact et la puissance dissipée (Fig. 4.48). Les tendances les plus faibles sont obtenues avec les bagues imprégnées d'antimoine.

Les 3 voies d'amélioration que nous avons envisagées sont donc viables. Elles permettent d'exploiter une configuration anneau/anneau pour des conditions opératoires tout aussi sévères que celles mises en œuvre avec les bagues qui n'ont pas été imprégnées et avec des endommagements réduits. Toutefois, les causes de ces améliorations ne sont pas toutes identiques. Nous devons tenir compte du type d'imprégnation et des propriétés du 3^e corps généré dans le contact. Dans le cas des bagues contenant de la résine phénolique c'est bien l'augmentation de rigidité du matériau qui entre en jeu. Dans le cas des 2 autres imprégnations, ce sont les débris et leur impact sur le cisaillement qui favorise certain des modes d'accommodation.

La chaleur produite pendant les essais engendre une élévation de température que nous avons mesurée pendant toute la durée du test. Généralement, cette température évolue de façon exponentielle au début du test. Cette augmentation initiale de la température marque un régime transitoire qui progresse vers un régime stationnaire avant la fin du test.

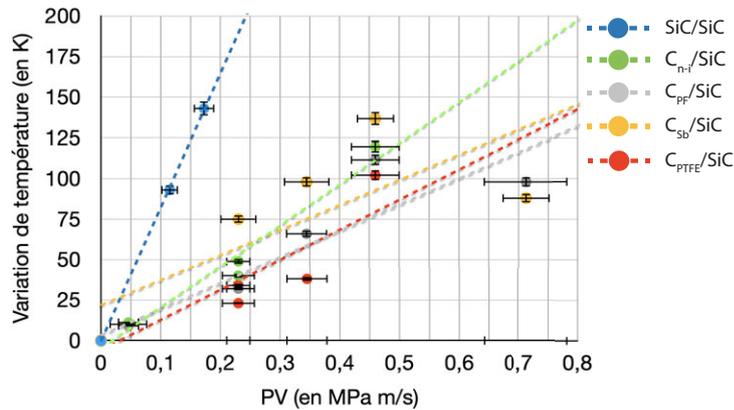


FIGURE 4.49 : Variation entre la température du contact et la température extérieure en fonction de PV pour tous les couples de SiC et de carbographites.

Au terme des essais, nous avons relevé la température finale. L'écart de température entre le début et la fin des essais en fonction du produit PV est réduit avec l'imprégnation (Fig. 4.49). Cet effet est du même ordre de grandeur pour les bagues qui contiennent du PTFE ou de la résine phénolique. Ces bagues ont d'ailleurs une conductivité thermique similaire. La droite qui représente cette évolution de la température du couple C_{Sb}/SiC en fonction de PV a la pente la plus faible de la série. Cela est probablement lié à la conductivité thermique plus élevée de ces bagues imprégnées d'antimoine.

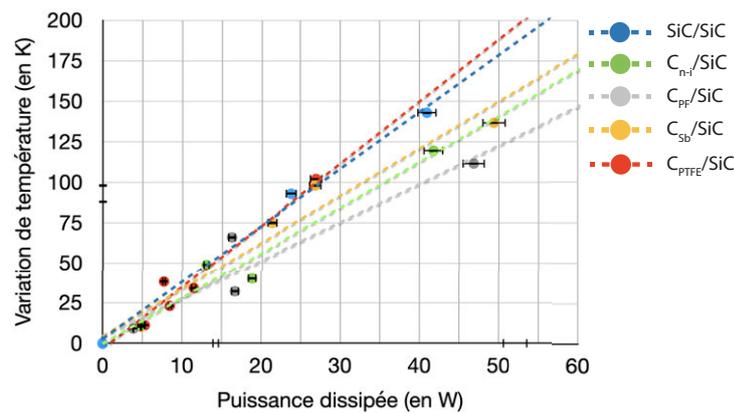


FIGURE 4.50 : Variation entre la température du contact et la température extérieure en fonction de la puissance dissipée pour tous les couples de SiC et de carbographites.

Quand cet écart de température est rapporté à la puissance dissipée (Fig. 4.50), nous rassemblons nos couples en 2 catégories. La première regroupe les couples C_{n-i}/SiC , C_{Sb}/SiC et C_{PF}/SiC qui présentent les tendances les plus basses, respectivement de l'ordre de 2,8 K/W, 2,9 K/W et 2,4 K/W. La seconde catégorie

rassemble le SiC/SiC et C_{PTFE}/SiC avec une élévation de l'ordre de 3,6 K/W. Dans cette deuxième catégorie, le couple C_{PTFE}/SiC produit une élévation de température importante avec une dissipation d'énergie faible ce qui le rapproche du couple SiC/SiC ; le PTFE est certainement activé par l'émission de chaleur dans le contact qui modifie sa rhéologie et le rend plus mobile. En participant au 3^e corps, il réduit ainsi les efforts par un cisaillement à plus faible énergie.

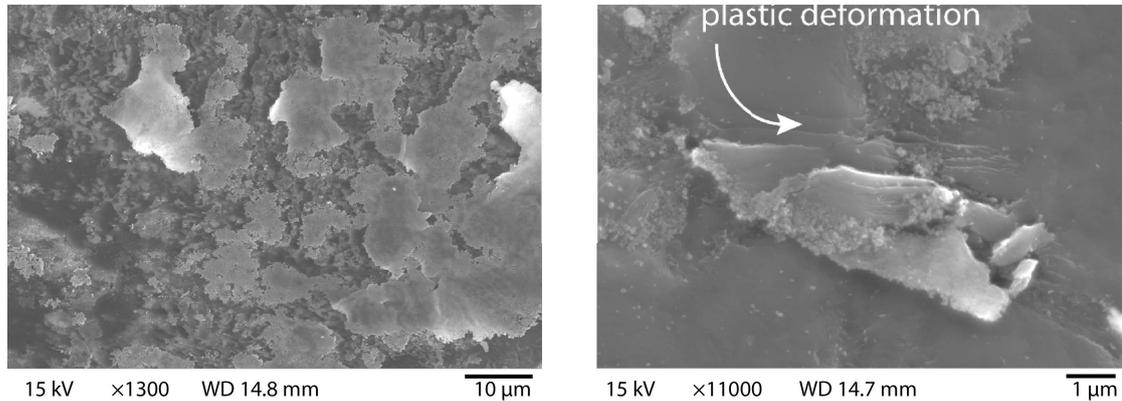


FIGURE 4.51 : Tribofilms observés au MEB pour le couple C_{Sb}/SiC . À gauche, le film à la surface du SiC et à droite, à la surface du carbographe imprégné d'antimoine.

Les observations des surfaces usées montrent la formation de tribofilms et fournit des indications quant à la manière dont le contact s'adapte pendant le glissement. En général, des particules ont été émises par l'abrasion des surfaces de carbographe. Elles forment un tribofilm qui s'étend dans le sens du glissement. Des morphologies bien différenciées ont été observées.

Pour la paire C_{Sb}/SiC (Fig. 4.51), le tribofilm est visible sur les deux surfaces et sa réparation est homogène sur la largeur de la piste d'usure. Des fragments de tribofilm sont également observés sur l'anneau de C_{PF} et celui de C_{PTFE} . Les fragments de tribofilm sont cisailés (S_3M_1) et déformés plastiquement (S_3M_3). Par endroit, sur le tribofilm issu des bagues en C_{PTFE} (Fig. 4.52) des débris se présentent sous forme de rouleaux (S_3M_4). Avec le C_{PF} et le C_{PTFE} , nous notons que des morceaux de tribofilm sont éparpillés sur la surface du SiC et semblent y adhérer difficilement.

L'analyse EDS fait ressortir les transferts de matière d'un anneau à l'autre. Dans ces spectres et les cartographies qui suivent, le fluor joue le rôle de marqueur pour le PTFE, tandis que le sodium est celui de la résine phénolique (Fig. 4.53).

On remarque que certains agents d'imprégnation résiduels sont détectés sur les spectres EDS. Il s'agit du sodium dans les anneaux imprégnés de résine phénolique, du cuivre dans les imprégnations à l'antimoine ou du soufre dans les bagues contenant du PTFE.

D'une manière générale, les résultats confirment le transfert de débris contenant de l'antimoine vers les bagues en carbure de silicium avec une bonne répartition sur la surface. Par contre, après l'essai tribologique, le sodium et le fluor sont

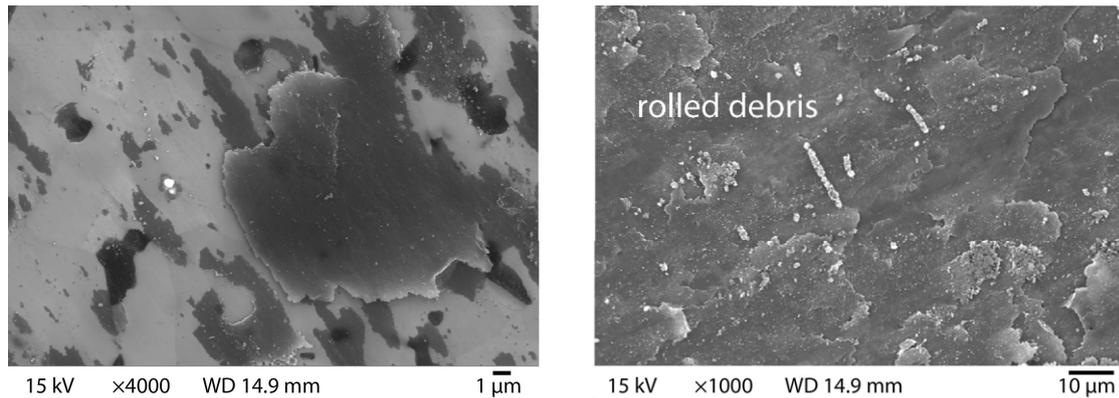


FIGURE 4.52 : Tribofilms observés au MEB pour le couple C_{PTFE}/SiC . À gauche, le film à la surface du SiC et à droite, à la surface du carbographe imprégné de PTFE.

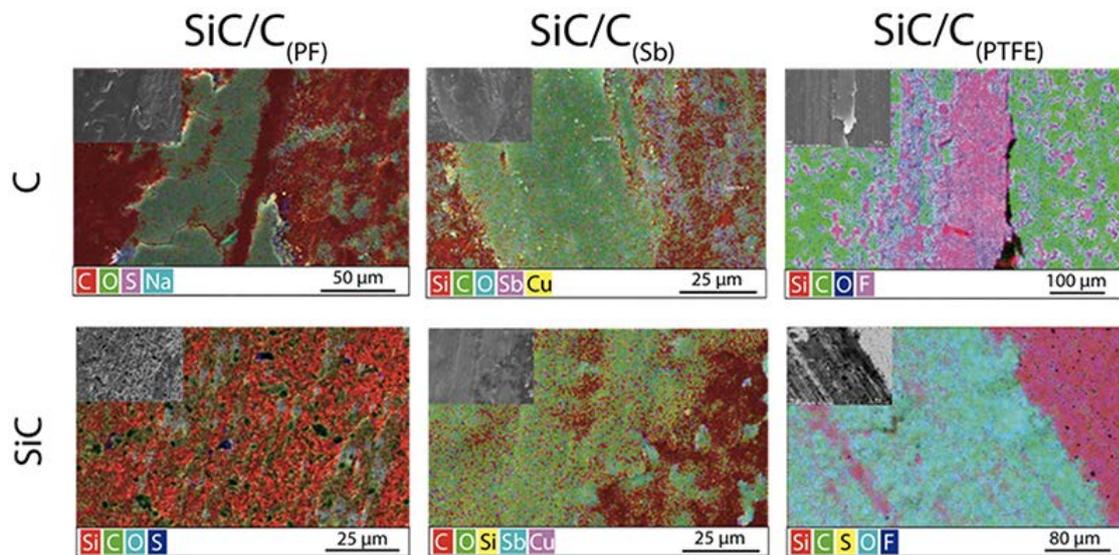


FIGURE 4.53 : Cartographies élémentaires à la surface des 3 couples de matériaux. De gauche à droite : C_{PF}/SiC , C_{Sb}/SiC , C_{PTFE}/SiC .

faiblement détectés respectivement dans les couples C_{PF}/SiC et C_{PTFE}/SiC . Ces films ne semblent pas avoir une bonne affinité avec la surface de SiC et n'y adhère pas ou peu.

De plus, l'oxygène est moins présent dans les tribofilms formés à partir des couples C_{PF}/SiC et C_{PTFE}/SiC . Ces composés limitent donc l'effet de l'environnement. Cette tendance est opposée à la concentration relativement élevée en oxygène mesurée dans le 3^e corps qui est produit avec des bagues en C_{Sb} . La spectroscopie Raman en rend possible l'identification d'un phénomène d'oxydation dans le contact en apportant une preuve de l'influence de l'atmosphère dans l'interface dynamique et donc du débit source associé à l'environnement.

À l'analyse des interfaces issus du glissement entre des bagues de SiC et de carbographe imprégné d'antimoine, C_{Sb} , nous avons relevé la présence de modes de vibration supplémentaires. Les positions de ces modes sont confrontées à la littérature. Il s'agit de la sénarmontite [99, 100], un oxyde de l'antimoine, dont la stœchiométrie est Sb_2O_3 . On note la persistance du mode A_{1g} de l'antimoine

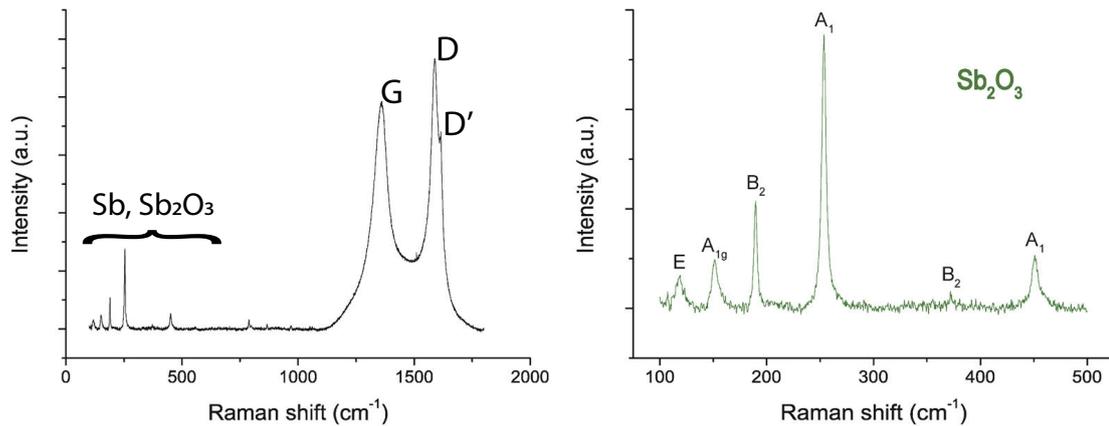


FIGURE 4.54 : Spectre enregistré sur le tribofilm obtenu après un essai de SiC contre du carbo-graphite imprégné d'antimoine. La présence des modes de la sénarmonite, Sb_2O_3 , implique que l'antimoine métallique a réagi avec l'environnement en vertu des conditions thermodynamiques de l'essai.

qui indique que le métal est partiellement oxydé. L'apparition de cet oxyde est attribuée à une réaction d'oxydation de l'antimoine. Cette réaction est favorisée sous l'effet combiné de l'atmosphère, des contraintes mécaniques et de la chaleur dans l'interface de contact.

4.7.3 Évolution des contraintes mécaniques à l'échelle du contact

Les essais tribologiques provoquent des variations significatives des contraintes résiduelles à la surface des matériaux. Cependant, ces contraintes ne sont souvent pas quantifiées. En effet, les traces d'usure sont généralement difficiles à analyser par des méthodes traditionnelles comme la diffraction des rayons X (DRX) : la zone affectée est réduite par rapport à la taille du faisceau et la profondeur analysée.

Nous pouvons cependant profiter de la résolution latérale de la spectroscopie Raman pour détecter des variations de contrainte superficielle sur nos échantillons. Une étude des couples carbure de silicium et carbo-graphite illustre bien les possibilités de cette méthode.

Les travaux de Vohra et ces collaborateurs nous ont été d'une grande aide pour accéder aux informations associées aux contraintes mécaniques subies par les matériaux que nous avons étudiés.

Nous présentons les résultats de nos recherches dans les deux paragraphes suivants et leurs impacts sur la description des mécanismes d'accommodation. Nous avons effectué des cartographies d'environ $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$ sur les surfaces de carbure de silicium. Ces spectres sont enregistrés avant les essais de frottement puis, après les essais, contre des bagues en carbo-graphite non imprégnée ou imprégnée.

Liu et Vohra propose une équation qui relie la contrainte subie par le carbure de silicium et la position du mode à $789,2 \text{ cm}^{-1}$. En effet, les contraintes mécaniques σ ¹² sont liées au déplacement de la position du mode par l'équation de Liu et

12. σ est en GPa dans ces équations (4.16) et (4.17).

Vohra (Eq. 4.16) pour le carbure de silicium [101], centrée sur le pic le plus élevé de SiC-6H :

$$\text{SiC} : \bar{\nu}_{TO} \text{ (cm}^{-1}\text{)} = 789,2 + 3,11 \sigma - 0,009 \sigma^2 \quad (4.16)$$

À partir de cette équation, nous avons pu corrélérer une cartographie représentant les déplacements de la bande à $789,2 \text{ cm}^{-1}$ avec la contrainte mécanique superficielle du carbure de silicium.

Nous en avons fait de même en employant l'équation de Schindler et Vohra (Eq. 4.17) pour les échantillons de carbone [102], centrée sur le mode G à 1580 cm^{-1} .

$$\text{C} : \bar{\nu}_{(E_{2g})} \text{ (cm}^{-1}\text{)} = 1580 + 4,32 \sigma - 0,0408 \sigma^2 \quad (4.17)$$

Selon les équations 4.16 et 4.17, et en suivant la convention de signe utilisée en spectroscopie Raman, la compression est notée positivement alors que la traction, négativement. Les premiers résultats se présentent sous la forme d'une cartographie de l'échantillon qui montre à la fois les déplacements du mode et les contraintes superficielles associées en GPa (Fig. 4.55).

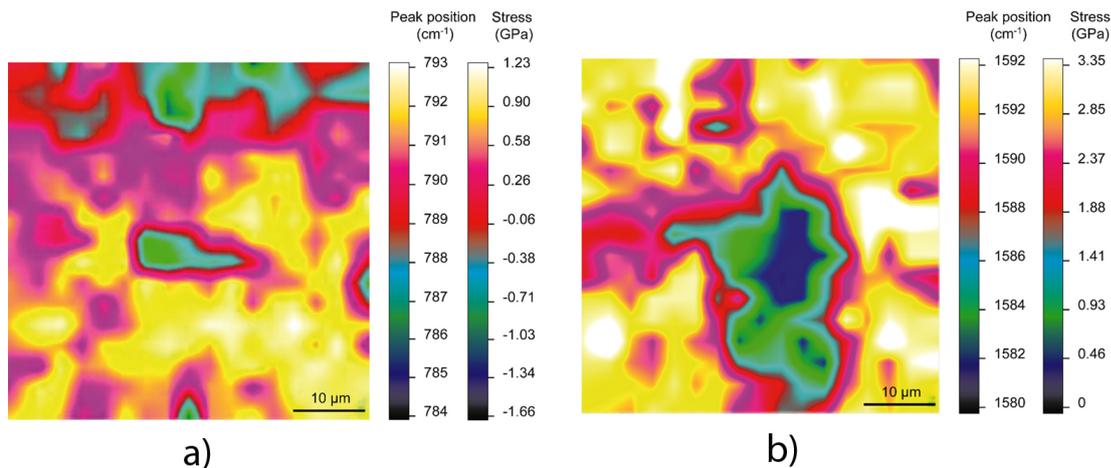


FIGURE 4.55 : Cartographie des contraintes mécaniques à la surface d'une bague de SiC, à gauche et à la surface du bague de carbographe imprégné de résine phénolique, à droite (conventions Raman $\sigma < 0$: traction et $\sigma > 0$: compression).

Nous avons ensuite représenté la distribution des contraintes sur les surfaces de toutes les bagues : en SiC et en carbographe. D'une part, avant le test tribologique, la distribution des contraintes sur les bagues en SiC montre une courbe gaussienne centrée vers $-0,1 \text{ GPa}$ (Fig. 4.56). Le matériau est donc initialement sous tension.

À la suite de l'essai de frottement, contre les bagues en carbographe, cette tension sur le SiC augmente. Elle est importante sur les bagues testées contre du carbographe non imprégné ou du carbographe contenant de la résine phénolique. La tension est moins considérable lorsque le SiC est testé contre le C_{Sb} ou le C_{PTFE} . De plus, nous avons remarqué que la variation entre la contrainte finale

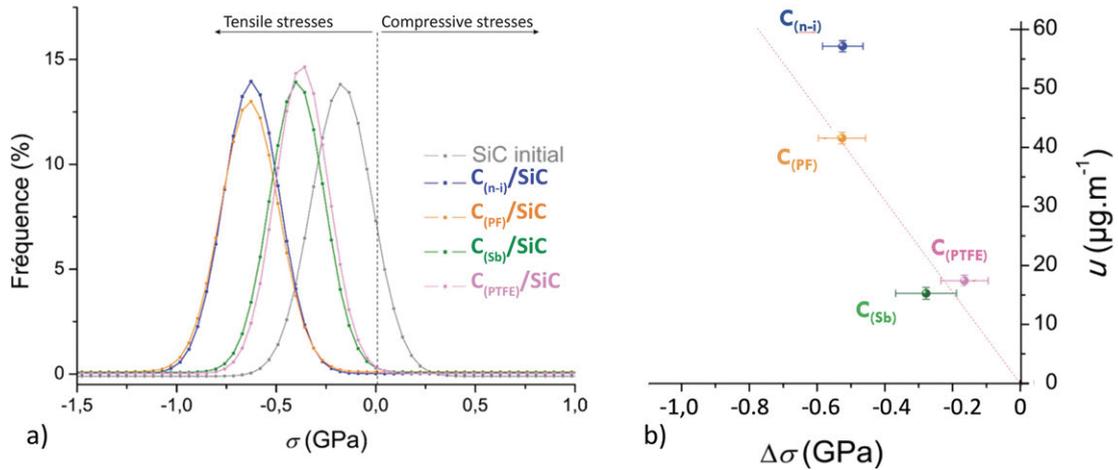


FIGURE 4.56 : Variation de la contrainte mécanique due au frottement : a) comparaison du champ de contrainte initialement pour les anneaux en SiC et après le tribotest contre les anneaux en C_{n-i} , C_{PF} , C_{Sb} et C_{PTFE} ; b) usure linéaire en fonction de la variation du champ de contrainte après frottement (conventions Raman $\sigma < 0$: traction et $\sigma > 0$: compression).

et la contrainte initiale, $\Delta\sigma$, tend à augmenter avec l'usure linéaire du SiC.

En plus, sur la bague en carbographe, nous mesurons les contraintes superficielles initiales. Il s'agit dans l'ensemble d'une compression de l'ordre de 2,5 GPa sur le C_{n-i} . Après frottement, la contrainte de compression augmente pour atteindre 3,76 GPa en moyenne sur la surface.

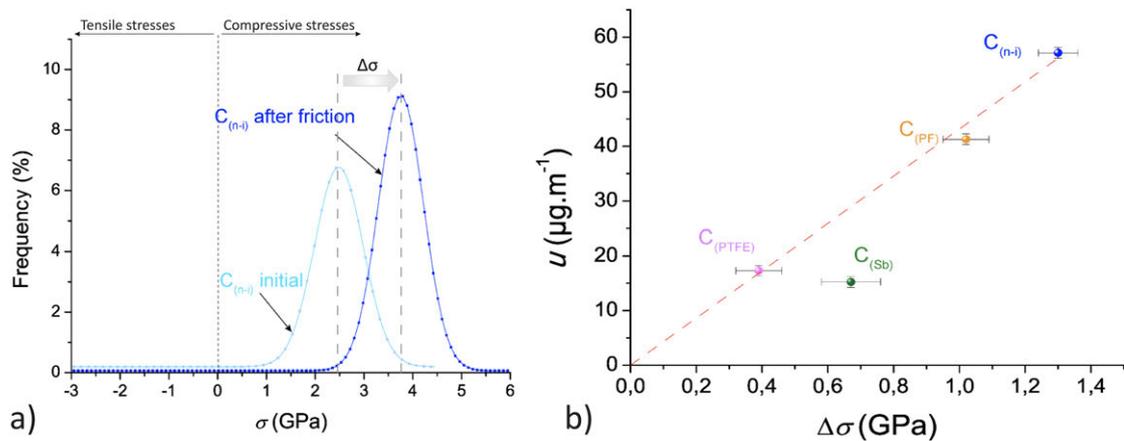


FIGURE 4.57 : Variation de la contrainte mécanique due au frottement : a) comparaison du champ de contrainte après frottement et initialement pour le tribotest C_{n-i}/SiC ; b) usure linéaire en fonction de la variation du champ de contrainte après frottement (conventions Raman $\sigma < 0$: traction et $\sigma > 0$: compression).

Comme avec le SiC, nous comparons les variations de contrainte des autres carbographites entre le début et la fin des tests tribologiques. La variation de la contrainte est modérée sur les bagues en carbographe contenant du PTFE et de l'antimoine, alors que cette variation est élevée sur les bagues qui contiennent de la résine phénolique ou qui ne sont pas imprégnées.

En général, sur les carbographites, les contraintes superficielles de compression ont augmenté avec l'usure linéaire. Nous supposons donc que le tribofilm contenant du PTFE ou de l'antimoine limite l'augmentation de la contrainte mécanique superficielle. Les troisièmes corps générés avec ces matériaux limitent donc la dégradation des surfaces, et relayent efficacement les contraintes lors du mouvement des bagues l'une contre l'autre.

La spectroscopie Raman a donc permis d'identifier les espèces chimiques dans l'interface de contact, de vérifier leur répartition et de prouver l'occurrence de réactions tribochimiques. Nous avons mis à profit l'étude de la microstructure pour enrichir nos scénarios de mécanismes d'accommodation. Nous avons quantifié les contraintes mécaniques à la surface des matériaux pour compléter nos scénarios de dégradation.

4.7.4 Essais complémentaires

Dans ces travaux, l'imprégnation est employée pour générer un troisième corps dans l'interface avec des modes efficaces d'accommodation. Nous avons aussi misé sur les propriétés thermiques distinctes des carbographites imprégnés pour améliorer l'écoulement de chaleur à travers le tribosystème et aider à la dissipation d'énergie sous forme thermique. Nous souhaitons donc vérifier la corrélation entre les propriétés thermiques des matériaux sélectionnés dans cette étude et leurs comportements tribologiques.

Pour cela, nous avons utilisé la campagne d'essais tribologiques et les conditions opératoires fixées comme suit : la force normale est de 250 N, ce qui conduit à une pression de contact de 0,75 MPa ; la vitesse est de 0,46 m/s. Les tests sont réalisés dans les conditions environnementales du laboratoire pendant 2 heures. Des thermocouples et une caméra infrarouge ont enregistré des mesures par conduction et par rayonnement :

- afin de suivre l'élévation de la température en différents points de contact ;
- pour remonter à la température de contact par l'intermédiaire du calcul de la diffusivité thermique ;
- pour vérifier avec la caméra thermique le coefficient de partage entre les deux bagues ;
- et aussi pour essayer d'observer la cause des variations brutales du coefficient de frottement.

Les résultats sont synthétisés dans la figure 4.58. Le tableau 4.12 regroupe les différents paramètres tribologiques et thermiques issus de ces essais.

Le couple $C_{\text{PTFE}/\text{SiC}}$ présente le coefficient de frottement le plus faible ($\mu = 0,18$) et donc la puissance dissipée minimale de la série (18,4 W). Le couple $C_{\text{Sb}/\text{SiC}}$ a les valeurs maximales, soit $\mu = 0,31$ et une puissance dissipée de 35,7 W. Les taux d'usure sont élevés pour les couples C_{n-i}/SiC et C_{PF}/SiC avec des valeurs de $108 \cdot 10^{-6}$ et $67 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ respectivement, alors que les couples $C_{\text{PTFE}}/$

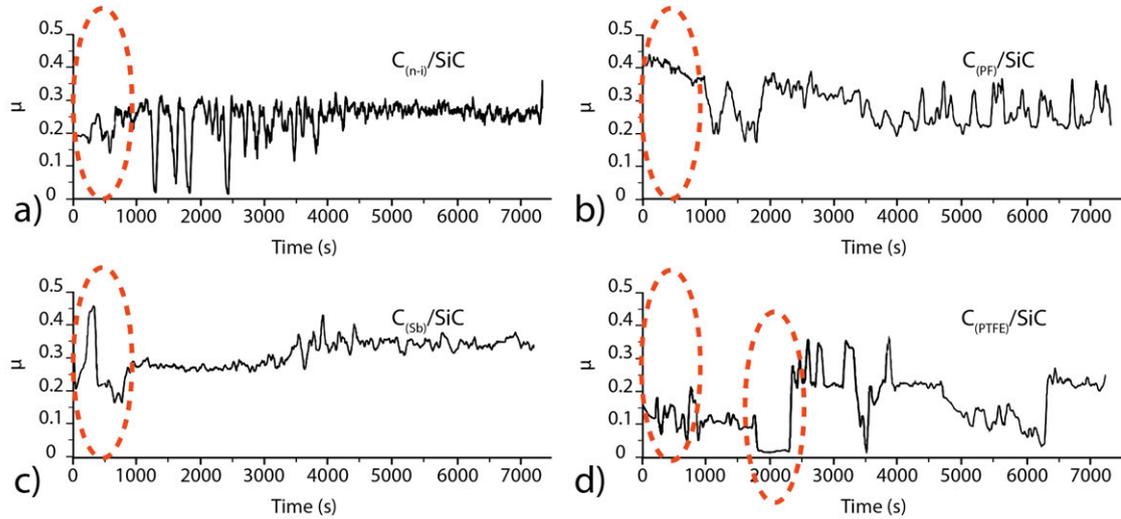


FIGURE 4.58 : Détail du coefficient de frottement pour les quatre couples de SiC et de carbo-graphites imprégnés : a) C_{n-i}/SiC , b) C_{PF}/SiC , c) C_{Sb}/SiC et d) C_{PTFE}/SiC . Il existe une similitude remarquable entre ces courbes et celles représentant la variation de la température de contact en fonction du temps. Les zones marquées en rouge ne suivent pas la variation de la température en fonction du temps de la figure 4.59.

SiC et C_{Sb}/SiC ont des taux réduits : $30 \cdot 10^{-6}$ et $19 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ resp.

	C_{n-i}/SiC	C_{PF}/SiC	C_{Sb}/SiC	C_{PTFE}/SiC
midrule μ	0,23	0,29	0,31	0,16
k ($10^{-6} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$)	108	67	19	30
a (m^2/s)	0,40	0,42	0,68	0,18
ΔT (K)	120	112	137	102
α (%)	19/44	16/42	21/45	9/40

TABLE 4.12 : Récapitulatif du coefficient de frottement (μ), des taux d'usure (k), de la diffusivité thermique (a), de la variation de la température de contact (δT) et du coefficient de partage (α) pour les 4 couples C/SiC. Le coefficient de partage présente 2 valeurs : la valeur en début d'essai et la valeur finale.

Nous avons suivi l'évolution de la température au cours du temps (Fig. 4.59). Nous avons aussi calculé la variation de la température au cours du temps. Cette variation est remarquablement similaire à la courbe du coefficient de frottement, quel que soit le couple étudié. Cela va de pair avec le fait que la majorité de l'énergie dissipée est sous forme thermique.

Ainsi, la température croît rapidement pendant les premiers instants, c'est le régime transitoire. Puis, elle tend de manière asymptotique vers une constante, que nous noterons T_∞ . Les températures finales atteintes sont différentes en fonction du couple de matériaux. La variation de température ΔT , la plus basse entre la température ambiante et T_∞ , soit 102 K étant atteinte pour le couple C_{PTFE}/SiC , la plus élevée (137 K), pour C_{Sb}/SiC .

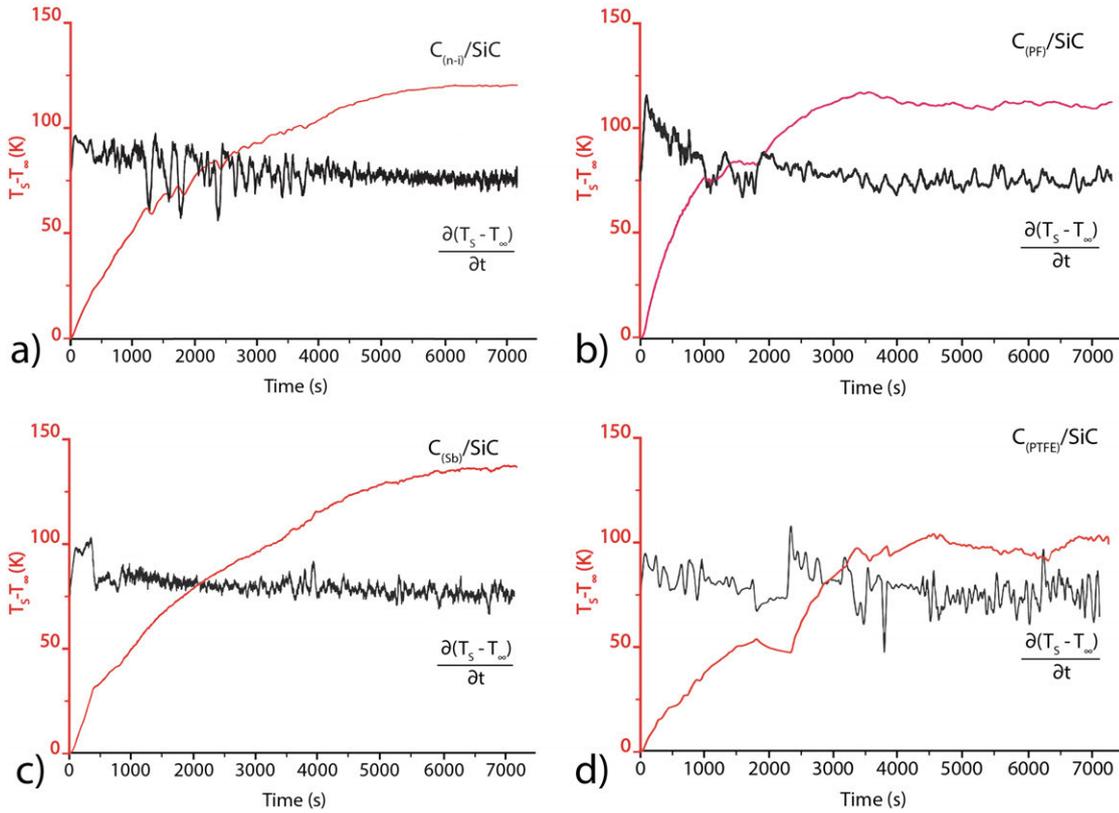


FIGURE 4.59 : Évolution de la température de contact et de sa dérivée temporelle pour les quatre tribopaires : a) C_{n-i}/SiC , b) C_{PF}/SiC , c) C_{Sb}/SiC et d) C_{PTFE}/SiC . Les zones marquées en rouge dans la figure 4.58 ne suivent pas la variation de la température en fonction du temps. Il doit s'agir de périodes durant lesquelles l'énergie dissipée n'est plus majoritairement sous forme de conduction thermique. D'autres phénomènes doivent intervenir impliquant une dissipation non thermique ou par convection ou par rayonnement ou non mesuré.

Le coefficient de partage (α), mesuré par caméra thermique entre le début et la fin des expériences, montre que α augmente, quel que soit le matériau. En général, tous les couples étudiés conduisent à un coefficient de partage compris entre 40 et 45 % à la fin de l'essai. C'est au début des tests que les différences sont notables avec des coefficients de partage bien séparés. Le carbographe contenant du PTFE a une valeur d' α de 9 % alors que celui contenant de l'antimoine est de 21 %.

Le coefficient de partage tend à croître avec la diffusivité thermique du matériau et avec la puissance dissipée comme le montrent les graphiques de la figure 4.60. La relation entre variation de température entre le début et la fin de l'essai et la diffusivité thermique suit la même tendance et peut donc aussi être reliée à la puissance dissipée par le matériau (Fig. 4.61).

Ainsi, plus le matériau dissipe l'énergie issue du tribosystème et plus sa température s'élève. Cependant, le taux d'usure ne suit pas nécessairement cette tendance (Fig. 4.62) puisque l'emploi d'un carbographe contenant du PTFE conduit à une usure réduite et celui contenant de l'antimoine à une usure encore plus faible. D'autres mécanismes que la dissipation d'énergie par conduction thermique sont à l'œuvre. Ces écarts sont des marqueurs du mode d'accommodation ou des débits de matière qui sont à l'œuvre dans le tribosystème, par exemple : les débits sources

4.7. COUPLE DE CARBURE DE SIC/CARBOGRAPHITES IMPRÉGNÉS101

(Q_s) et le débit interne (Q_i), ou les débits externes (Q_e).

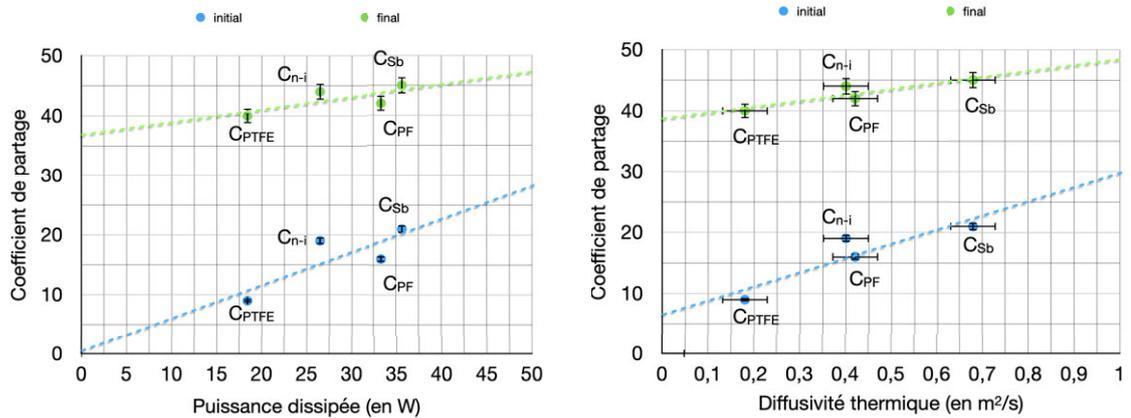


FIGURE 4.60 : Coefficient de partage en fonction de la puissance dissipée, à gauche, et de la diffusivité des carbographites, à droite.

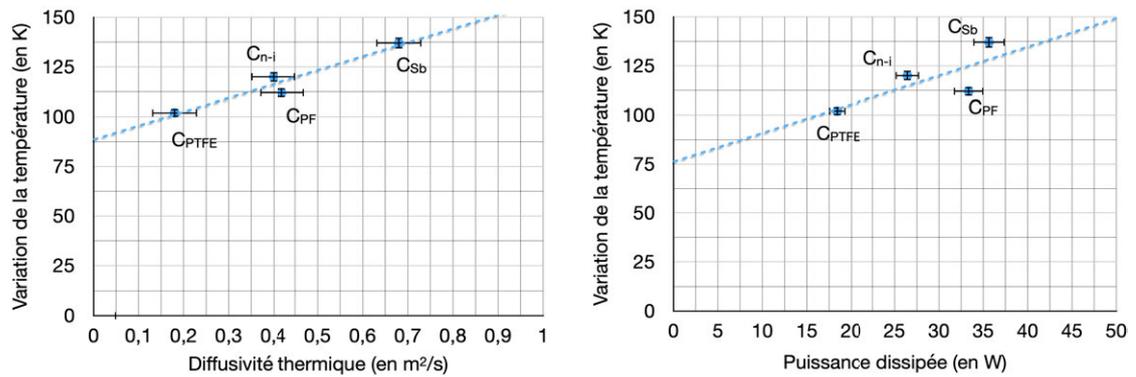


FIGURE 4.61 : Variation de la température de contact en fonction de la diffusivité des carbographites, à gauche, et de la puissance dissipée, à droite.

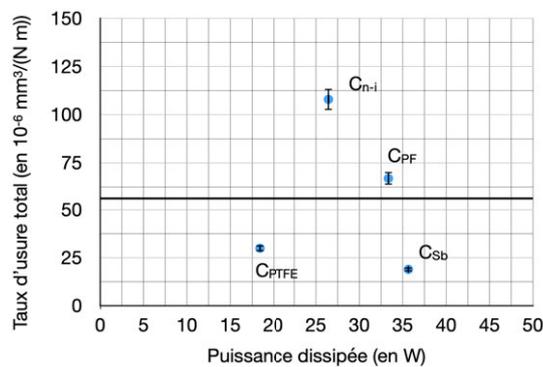


FIGURE 4.62 : Taux d'usure en fonction de la puissance dissipée.

Il convient donc de tenir compte de la rhéologie du troisième corps et du circuit tribologique en plus des propriétés thermiques pour interpréter ces comportements. Là encore intervient l'aspect multiphysique de la tribologie pour laquelle il ne suffit pas de s'attarder à des aspects mécaniques ou thermiques, ou chimiques pour

aboutir à un scénario cohérent. Il faut faire intervenir des informations multifactorielles de manière imbriquée, complémentaire.

Les développements expérimentaux que j'envisage à l'avenir devront permettre de tenir compte des aspects thermiques¹³ couplés avec les mesures de forces traditionnelles le plus souvent possibles.

Ce type d'expérience multifactoriel foisonne de renseignements à même d'enrichir notre compréhension. À titre d'exemple, c'est le cas de l'essai suivant qui correspond à un test tribologique pour lequel nous avons ajouté une caméra thermique et suivi finement la cinématique du débit d'usure.

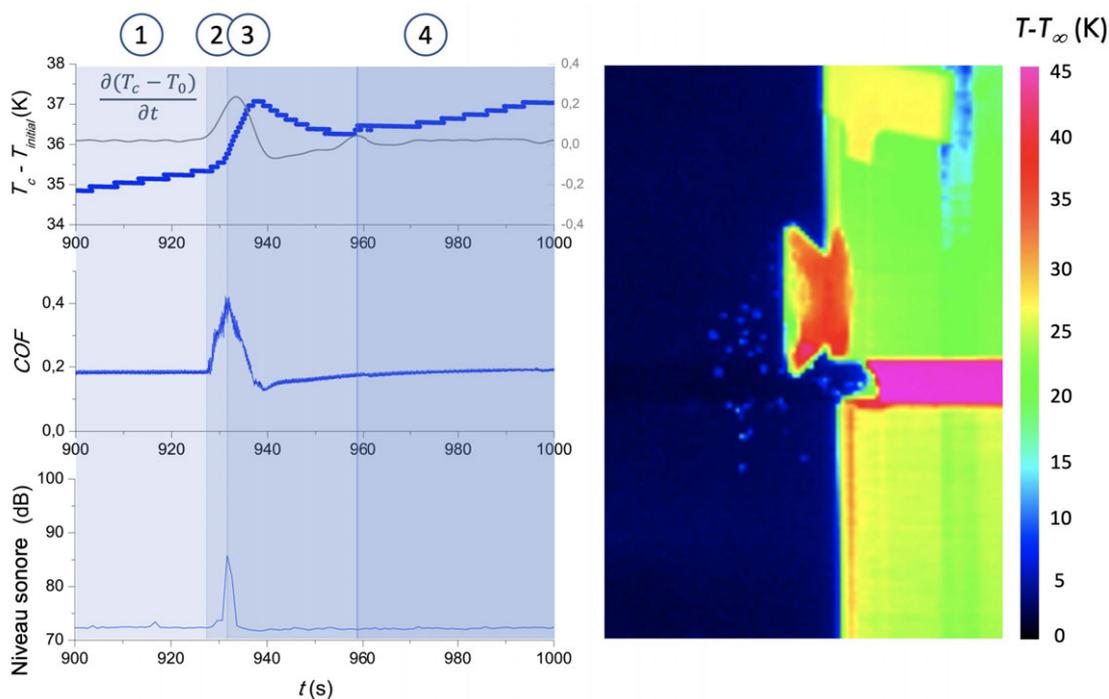


FIGURE 4.63 : Image et mesures couplées d'un essai tribologique couplé à une caméra thermique.

La figure 4.63 contient une image et des données issues d'un essai enregistré avec le tribomètre couplé à une caméra thermique. Ce test est mené avec un couple C_{n-i}/SiC et peut être transposé aux autres couples. L'image est accompagnée de données synchronisées du coefficient de frottement, de la température, et du niveau sonore. Sur l'image, des débris sont éjectés à l'extérieur du contact ($Q_e \uparrow$) et en la corrélant aux données enregistrées simultanément, nous identifions 4 étapes :

1. Le 3^e corps est stable, le coefficient de frottement est constant ($\mu=0,2$), ainsi que l'émission sonore (75 dB). La température croit de façon monotone.
2. Des particules apparaissent à l'image et sont éjectées hors du contact. Dans le même temps, la température augmente ($\Delta T=1,5$ K) ainsi que le coefficient de frottement ($\mu=0,4$). Un pic sonore apparaît (88 dB).
3. Plus aucun débris n'est émis vers l'extérieur, le coefficient de frottement revient à sa valeur initiale, et la température décroît.

13. et physicochimique, avec l'usage de la spectroscopie également.

4.7. COUPLE DE CARBURE DE SIC/CARBOGRAPHITES IMPRÉGNÉS¹⁰³

4. On retrouve à nouveau la situation initiale, la température continue à croître de manière monotone.

En considérant ces étapes du point de vue du circuit tribologique, on peut faire correspondre la seconde étape d'élévation concomitante du coefficient de frottement, de la température et de l'émission sonore à une instabilité du débit interne ($Q_i \Downarrow$). Il intervient une désorganisation du 3^e corps et son éjection de l'interface ($Q_e \Uparrow$).

- Dans le même temps, le débit source de la bague en cartographie est activé. La bague émet de la matière dans l'interface ($Q_s \Uparrow$).
- À l'étape 3, la diminution de la température est associée à la réorganisation du 3^e corps ($Q_i \Uparrow$) et au tarissement du débit source ($Q_s \Downarrow$)
- L'étape 4 est associée à la circulation du 3^e corps à nouveau stabilisée dans l'interface ($Q_i =$).

Bien qu'il faille tenir compte du temps de réponse des thermocouples¹⁴, ces observations et ces mesures synchronisées montrent que les variations brutales du coefficient de frottement et de la température peuvent non seulement être reliées à la dissipation d'énergie sous forme thermique (par conduction, par convection et par rayonnement), mais aussi à des débits de matière, des destructions et des régénérations de 3^e corps.

4.7.5 Discussion et conclusion

Le circuit tribologique ne change pas fondamentalement avec l'imprégnation des bagues en carbographe (cf § 4.6.3 et Fig. 4.43). Par contre l'imprégnation a un effet significatif sur l'usure et l'énergie dissipée par les pièces. L'étude des mécanismes d'accommodation fournit une interprétation de ces changements (Tab. 4.13).

Couple de matériaux	Q_s^e	Q_{s_1}	Q_{s_2}	Q_i	Q_u	Q_r
C_{PF}/SiC	\uparrow	\downarrow	$=$	$=$	$=$	-
C_{Sb}/SiC	\Uparrow	\Downarrow	$=$	\uparrow	\downarrow	-
C_{PTFE}/SiC	\downarrow	\downarrow	$=$	\uparrow	\downarrow	-

TABLE 4.13 : Tableau des débits du circuit tribologique pour le couple SiC (S_1) et les carbographites imprégnés (S_2). Le couple C_{n-i}/SiC (cf. § 4.6.3, Tab. 4.10) est pris comme référence. La simple flèche désigne une variation du débit significative ; la double flèche, une variation excessive. Dans cette étude, la configuration anneau/anneau du tribomètre n'autorise pas la recirculation (-).

Le cisaillement qui agit sur la bague de carbographe est réduit quelle que soit l'imprégnation. Cependant, l'intensité de cet effet est plus faible avec la résine phénolique ($S_1M_3 \downarrow$) alors qu'il est bien prononcé avec l'antimoine et le PTFE ($S_1M_3 \Downarrow$). On note aussi une diminution de l'émission de débris par la bague en carbure de silicium. Les mécanismes de rupture sont donc moins présents ($S_2M_2 \downarrow$). Tout ceci est la conséquence des performances du 3^e corps généré par les bagues C_{Sb}

14. Dans notre cas ce temps de réponse est de l'ordre de la seconde.

et C_{PTFE} qui favorisent un bon débit interne ($Q_i \uparrow$) grâce à la combinaison des mécanismes de déformation plastique, de rupture et de cisaillement ($S_3M_{1,2,3} \uparrow$).

Cependant, avec le PTFE, bien que les débris présents dans l'interface de contact réduisent le frottement et limitent l'usure significativement, on constate une forte instabilité du tribofilm qui à moyen terme manque d'endurance.

Nous avons produit à la suite de ces travaux **un ACL** [49], **un ACTI** [103], **un ACTN** [104] et **deux COM** [105, 106].

4.8 Le couple acier/composites à matrice PEEK

D'une manière générale, pendant le contact glissant, la grande majorité de l'énergie est dissipée sous forme de chaleur. Le tribosystème doit donc pouvoir évacuer cette énergie de l'interface (S_3) vers le dispositif (S_0). En employant un couple de frottement acier/polymère, les propriétés très différentes des matériaux provoquent une nouvelle répartition de cette énergie thermique dans le tribosystème, le métal (S_1) jouant le rôle de puits thermique. De plus, l'écart important entre les propriétés mécaniques va conduire à une accommodation préférentiellement sur un des deux corps : le polymère (S_2), et laisser indemne l'acier. Cela implique que le polymère et le tribofilm doivent pouvoir supporter une grande partie de l'énergie dissipée lors de l'accommodation. On passe ainsi d'un composite à matrice acier dans lequel la déformation plastique est faible devant le cisaillement ($M_1 < M_3$) à un composite à matrice polymère pour lequel la déformation plastique est importante devant le cisaillement ($M_1 > M_3$). On s'intéressera principalement aux interactions entre la charge et la matrice de polymère, ainsi que leur influence sur la microstructure. Nous espérons mieux comprendre l'effet de la charge sur les propriétés du composite et ses conséquences sur les propriétés tribologiques.

4.8.1 Le PEEK et ses composites

Comme matrice, nous avons sélectionné le polyétheréthérétonne. Le PEEK fait partie de la famille des thermoplastiques hautes performances largement utilisée dans l'industrie des composites organiques. Ce matériau a été commercialisé par l'Imperial Chemical Industry dans les années 80 [107, 108].

Par rapport aux autres matériaux de la même famille, sa faible réactivité chimique, sa résistance à la chaleur et son module d'Young élevé le rend attractif [109–112]. Il possède une température de transition vitreuse (T_g), égale à 152,5 °C, une température de cristallisation (T_c) à 300,3 °C et une température de fusion (T_f) de 343,1 °C. Ce qui permet de l'exploiter à des températures de service supérieures à 200 °C.

Les caractéristiques du PEEK sont fortement dépendantes de sa microstructure. Ce polymère thermoplastique peut être distingué à l'échelle moléculaire par son caractère semi-cristallin : la phase cristalline coexiste avec la phase amorphe jusqu'à un taux de cristallinité χ_c allant de 0 à 45 %. Les propriétés physiques

et particulièrement, les propriétés mécaniques évoluent avec le taux de cristallinité. Par exemple, lorsqu'il est amorphe, la masse volumique du PEEK vaut $\rho_a = 1,263 \text{ g/cm}^3$. Nous avons déterminé que la phase cristalline devrait avoir une masse volumique théorique telle que $\rho_c = 1,642 \text{ g/cm}^3$. Ce qui reste en bon accord avec les travaux antérieurs [113].

L'ajout de charge dans le PEEK pour former un composite à un effet sur la microstructure du polymère. En effet, des interactions plus ou moins adhésives sont attendues à l'interface entre les deux phases. Ces interactions peuvent aussi générer une interphase. Il devient nécessaire de vérifier la présence de cette interphase et sa contribution à la consolidation ou à l'affaiblissement du solide. À partir de l'interface charge/matrice, la germination de la phase cristalline du PEEK peut donc être exaltée par un effet de nucléation. Au contraire, les charges peuvent produire un effet de blocage qui atténuera la croissance de la phase cristalline. Enfin, nous devons vérifier si la taille des charges a également un impact sur l'interface charge/matrice, la présence de l'interphase ou encore l'effet de nucléation ou de blocage.

Les échantillons de PEEK vierge sont préparés au LGP à partir de granules par thermocompression à $380 \text{ }^\circ\text{C}$. Les plaques sont comprimées avec une charge appliquée de 40 kN pendant 5 minutes, puis refroidies jusqu'à $200 \text{ }^\circ\text{C}$ à une vitesse de 4 K/min. Il en découle une dureté de 74,7 (Shore D), une masse volumique de $1,3 \text{ g/cm}^3$ et une conductivité thermique de $0,29 \text{ W/(K m)}$. Nous obtenons un taux de cristallinité χ_c équivalent à 25 %.

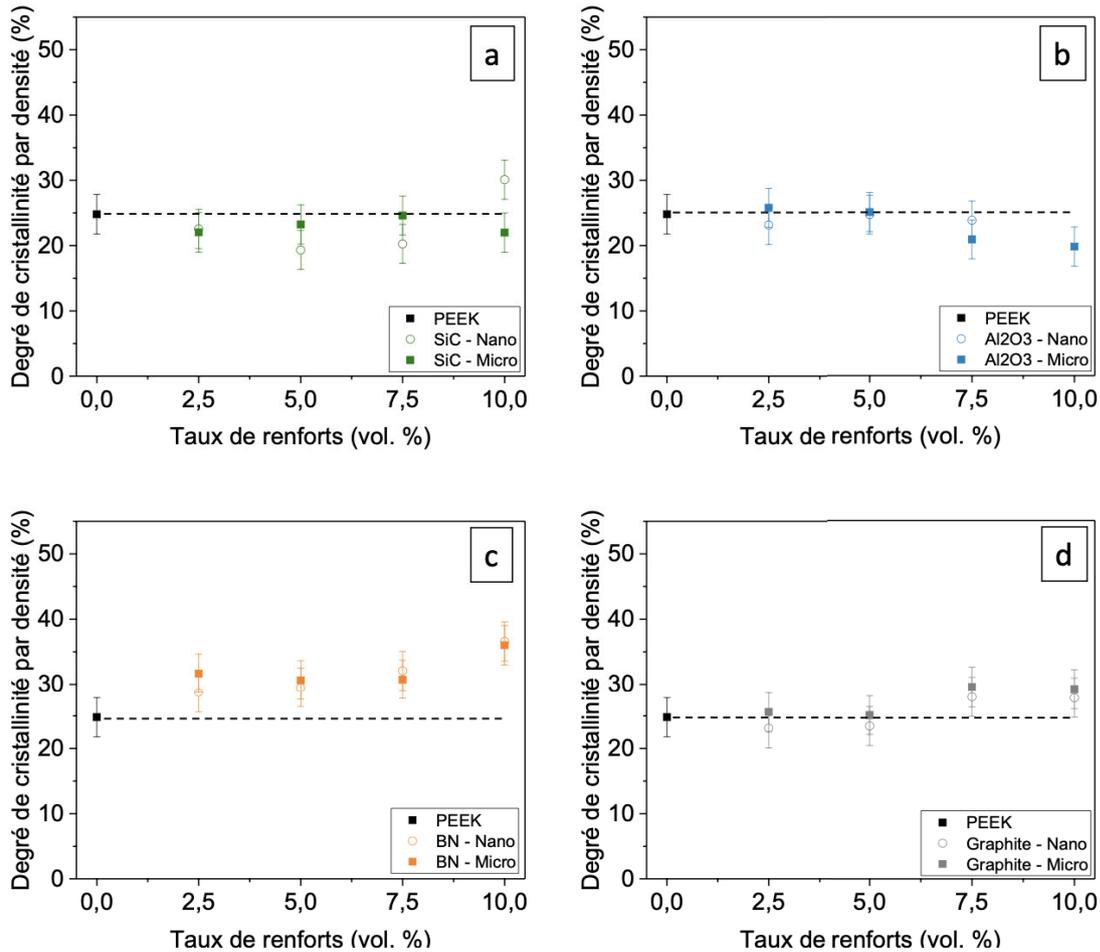


FIGURE 4.64 : Taux de cristallinité χ_c dans le PEEK et composites chargés en particules granulaires (en haut) et lamellaires (en bas) en fonction du taux de renfort.

Les charges choisies pour synthétiser les composites ont une structure lamellaire ou granulaire. Les particules lamellaires sont adoptées pour favoriser l'émission de débris et la construction d'un 3^e corps idoine. Nous avons opté pour le graphite et le nitrure de bore hexagonal. Les particules granulaires doivent renforcer les propriétés volumiques et surfaciques du 1^{er} corps. L'alumine et le carbure de silicium sont sélectionnés pour ce groupe de charges granulaires. De plus, nous avons voulu vérifier l'effet de la taille du renfort sur le comportement du composite. Les renforts ont des tailles supérieures à $1 \mu\text{m}$ ¹⁵, ou des dimensions inférieures à $1 \mu\text{m}$ ¹⁶. À chaque fois, nous avons préparé des lots d'échantillons avec 4 teneurs différentes : 2,5 % ; 5 % ; 7,5 % et 10 % vol. Le composite avec 10 % vol. d'Al₂O_{3(n)} n'a pas pu être synthétisé malgré nos tentatives d'optimisation du procédé de fabrication. En comptant le PEEK, comme référence nous avons travaillé avec 32 matériaux différents.

En général, l'ajout de charge ne provoque pas une exaltation de la cristallinité du PEEK. Il y a donc un effet bloquant des particules granulaires ou lamellaires sur la croissance de la phase cristalline. Ce n'est que pour des taux supérieurs à

15. Les renforts dont la taille supérieure à $1 \mu\text{m}$ sont notés *micro* ou l'indice (*m*).

16. Les renforts dont la taille inférieure à $1 \mu\text{m}$ auront l'indication *nano* ou l'indice (*n*).

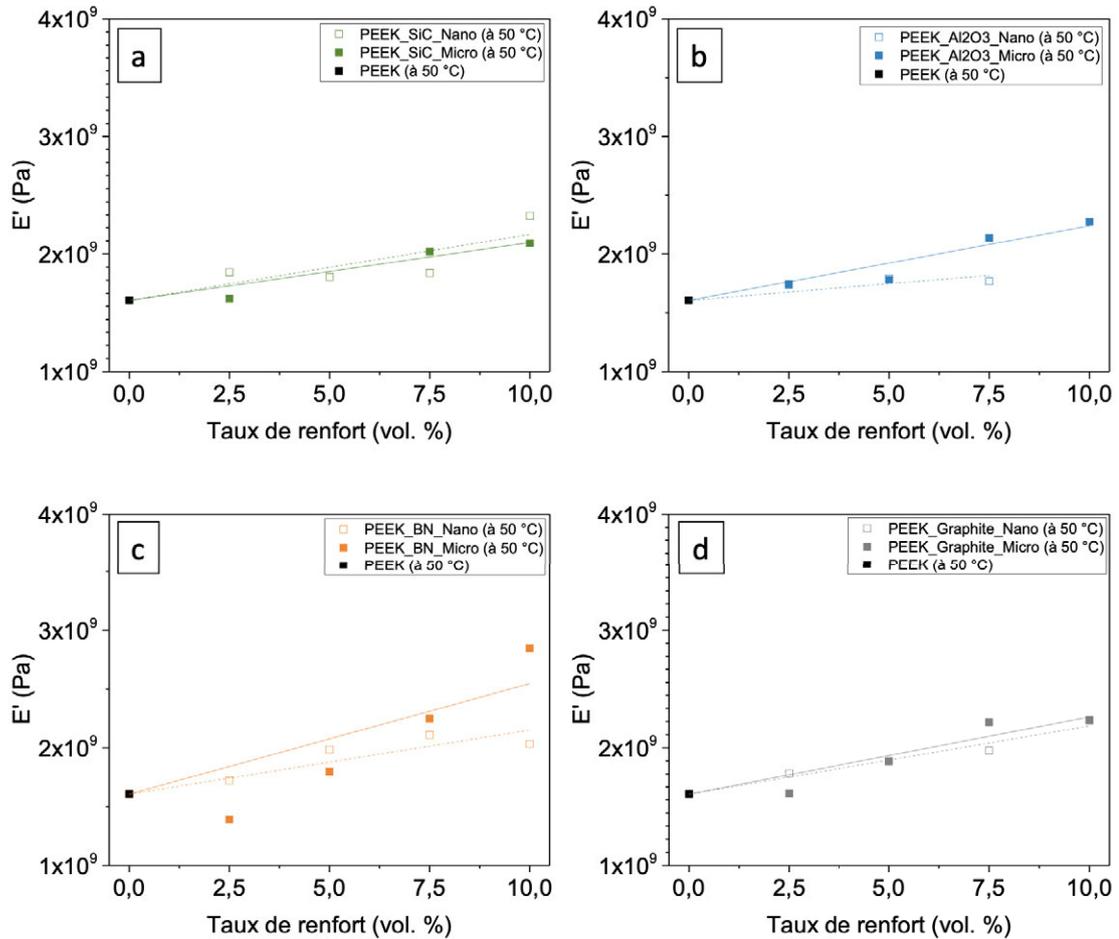


FIGURE 4.65 : Module de conservation E' dans les composites chargés en particules granulaires (en haut) et lamellaires (en bas) en fonction du taux de renfort.

5 % d'h-BN que χ_c augmente significativement (Fig. 4.64). Dans notre série de composite, le nitrure de bore est donc la seule charge qui entraîne un effet de nucléation remarquable.

Les composites sont caractérisés avec l'analyse mécanique dynamique (DMA)¹⁷. Le module de conservation, E' , le module de perte, E'' , et le facteur de perte¹⁸, $\tan \delta$, sont extraits de la DMA en fonction de la température. E' indique la capacité du matériau à stocker puis restituer l'énergie, E'' , sa capacité à dissiper l'énergie mécanique par écoulement ou sous la forme de chaleur¹⁹. Le facteur d'amortissement $\tan \delta$, qui est le rapport de E'' sur E' mesure la dissipation d'énergie sous la forme de chaleur, mais ce facteur est indépendant du type de sollicitation.

Pour notre série de composites, E' décroît avec l'ajout de 2,5 et 5 % d'h-BN²⁰. Pour les autres charges E' reste du même ordre de grandeur que celui du PEEK, soit 1,6 GPa. On note que l'h-BN à 7,5 et 10 % provoque une augmentation du

17. Dynamic Mechanic Analysis

18. Le facteur de perte $\tan \delta$ est parfois nommé facteur d'amortissement ou noté avec la lettre grecque η dans la littérature.

19. Les chaînes moléculaires sont mobiles et le frottement interne produit de la chaleur.

20. Toutes les valeurs E' , E'' et $\tan \delta$ sont présentées pour une température de 50 °C

module de conservation jusqu'à 3 GPa (Fig. 4.65).

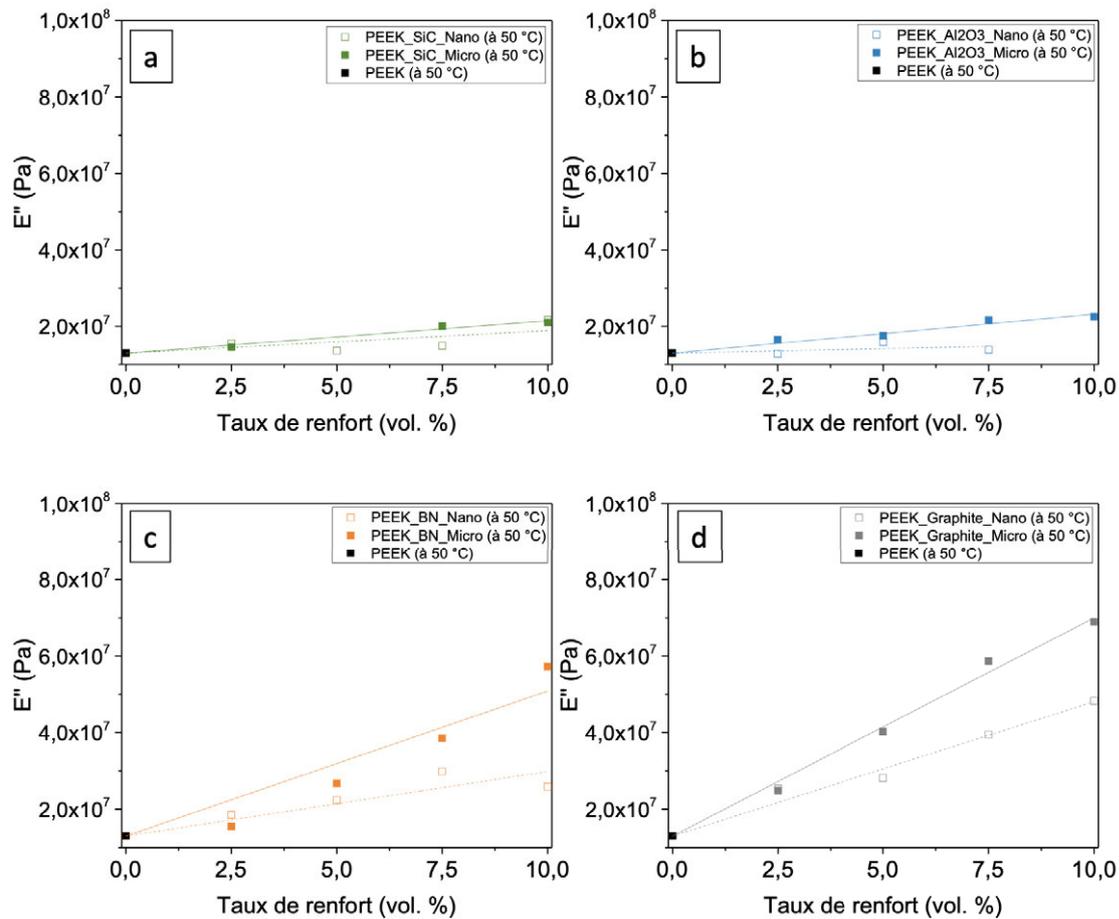


FIGURE 4.66 : Module de conservation E'' dans les composites chargés en particules granulaires (en haut) et lamellaires (en bas) en fonction du taux de renfort.

Le module de perte E'' augmente avec l'apport de charge. De 13 MPa dans le PEEK, il croît modérément avec les charges granulaires, jusqu'à 20 MPa avec du SiC ou de l'Al₂O₃, jusqu'à 60 MPa avec 10 % de graphite ou d'h-BN (Fig. 4.66).

L'analyse du facteur d'amortissement permet la perte ou le gain de mobilité moléculaire consécutif à l'addition de charge. Pour les particules granulaires, la mobilité n'évolue pas. Nous en déduisons alors qu'il n'y a pas d'interphase générée entre la charge et la matrice. Par contre, avec les charges lamellaires, la mobilité diminue et est d'autant plus faible que le taux de charge est grand. Il y a donc une interphase.

En outre, en nous appuyant sur les travaux de Boluk [114], qui emploie le ratio entre le module de perte du composite et celui de la matrice, nous pouvons confirmer que l'adhésion Al₂O₃/PEEK et SiC/PEEK est plus forte que l'adhésion graphite/PEEK ou h-BN/PEEK. Notamment, l'inertie chimique du nitrure de bore réduit encore les interactions avec la matrice en limitant la construction de liaison avec le polymère.

Enfin, en accord avec les publications de Kubàt [115] et Crosby [116], nous

avons vérifié que la taille des charges conduit à une adhésion entre la charge et la matrice plus élevée quel que soit le type de charge, compte tenu de l'augmentation de la surface spécifique interfaciale.

Nous souhaitons vérifier l'impact de l'ajout de charge de type et de taille différente sur les propriétés tribologiques des composites à matrice PEEK, puisque si la microstructure agit sur les propriétés mécaniques du polymère alors elles doivent aussi avoir des conséquences sur les propriétés tribologiques.

La section suivante (§ 4.8.2) présente donc les résultats de frottement et d'usure sur des composites en tenant compte de l'interaction charge/matrice lorsqu'il s'agit de particules lamellaires. La section 4.8.3 en fait de même avec les particules granulaires. Enfin, la section 4.8.4 propose une analyse par spectrométrie Raman dans le but d'évaluer l'évolution spatiale de la cristallinité dans les traces d'usure, et temporelle, en vérifiant sur des essais tribologiques interrompus la cinétique de ce changement.

4.8.2 Résultats des essais de frottement sur les composites à charges lamellaires

Les essais tribologiques ont permis d'enregistrer les coefficients de frottement pour le PEEK et les différents composites à matrice PEEK étudiés dans cette partie. À la suite des essais, les traces sont mesurées puis observées pour identifier les modes d'accommodation et la présence de débris.

La profondeur p d'une trace peut être comparée à sa largeur l . Pour tous nos essais, ces valeurs peuvent être mises en contraste avec celles obtenues en suivant le profil d'une gouttière circulaire de rayon R (Eq. 4.18).

$$p = R - \sqrt{R^2 - \frac{l^2}{4}} \quad (4.18)$$

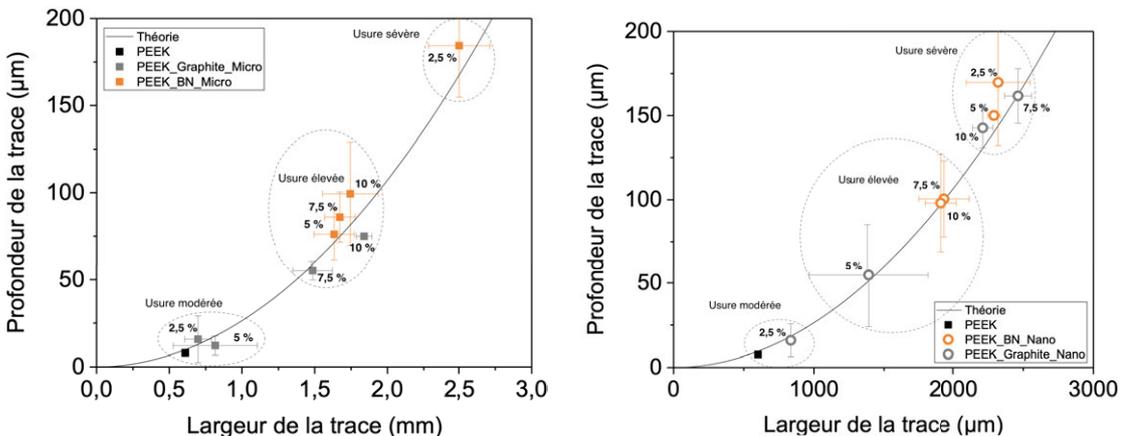


FIGURE 4.67 : Évolution de la profondeur en fonction de la largeur de la trace d'usure pour le PEEK et les composites chargés de particules lamellaires. Les composites avec des microcharges sont présentés à gauche, ceux avec les nanocharges, à droite.

Dans la figure 4.67, trois groupes de composites peuvent être mis en relief. Celui situé en bas à gauche représente une *usure modérée* de la surface. Il rassemble le PEEK, et les composites à base de graphite_(m) à 2,5 et 5 % ainsi que le graphite_(n) à 2,5 %. Deux autres groupes représentent des *usures élevées à sévères*. Ce dernier groupe contient des traces dont les largeurs sont supérieures à 2 mm. les composites à faible teneur en h-BN (2,5 % *micro*, 2,5 % et 5 % *nano*) ou à forte teneur en graphite_(n) (7,5 et 10 %) font partie des matériaux présentant une usure sévère.

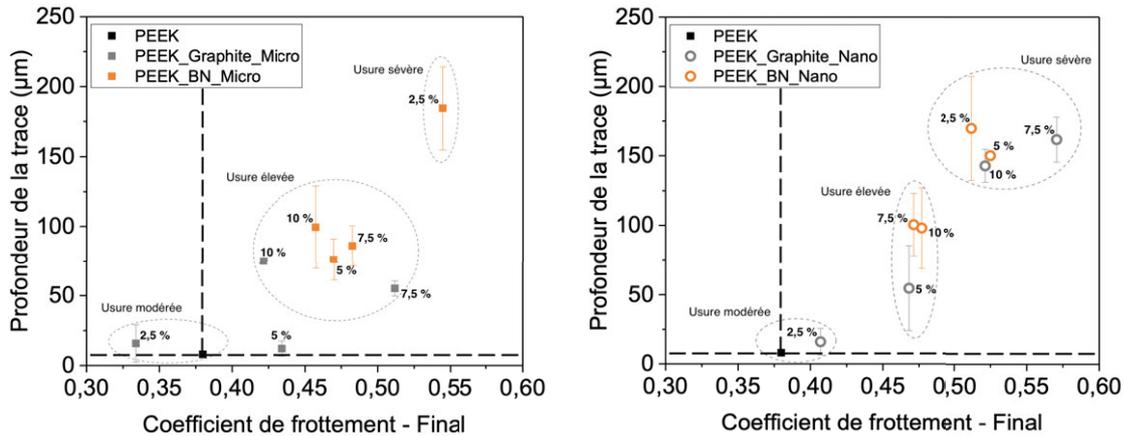


FIGURE 4.68 : Évolution de la profondeur en fonction du coefficient de frottement pour le PEEK et les composites chargés de particules lamellaires. Les composites avec des microcharges sont présentés à gauche, ceux avec les nanocharges, à droite.

D'après la figure 4.68, lorsque les matériaux dissipent peu d'énergie durant les essais tribologiques ($0,3 < \mu < 0,45$), cela conduit à une trace d'usure réduite. Quand $\mu > 0,45$; les traces sont de grandes dimensions. La répartition des teneurs et des types de charge est la même que celle observée dans la figure 4.67. Les composites contenant le taux le plus faible de graphite ont le coefficient de frottement et les traces de plus petites dimensions. Les plus faibles taux d'h-BN ont les coefficients de frottement les plus grands et les usures les plus sévères.

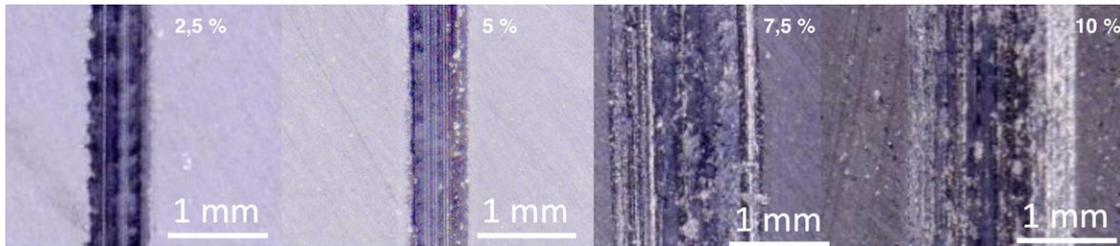


FIGURE 4.69 : Traces d'usure du PEEK chargé de graphite_(m), de gauche à droite, 2,5 %, 5 %, 7,5 % et 10 %.

Les traces d'usure du PEEK chargé de graphite présentent deux morphologies différentes (Fig. 4.69) : la première correspond à une trace d'usure de taille réduite avec à l'intérieur des traits dans la direction de glissement et des motifs périodiques. Ces motifs sont des vagues de Schallamach que l'on observe sur les composites avec 2,5 % de graphite (*micro* et *nano*) et également sur le PEEK vierge après plusieurs minutes d'essais. Ces motifs prennent forme quand l'adhésion entre la bille et le plan en polymère permet d'étirer la matière de manière irréversible [117–119]. Les vagues s'estompent lorsque la teneur augmente à 5 % et disparaissent à 7,5 % et 10 % pour laisser la place à des traces striées dans le sens du glissement. La dispersion du coefficient de frottement pour les régimes d'usure modéré est réduite alors que quand l'usure est élevée ou sévère la dispersion augmente. L'arrachement de matière et la production de débris et donc la source de cette dissipation d'énergie erratique.

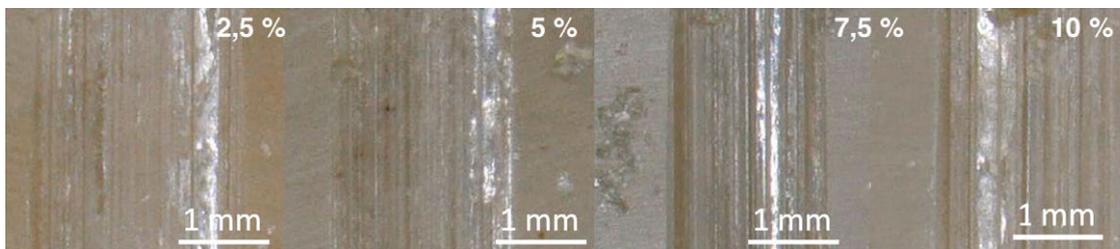


FIGURE 4.70 : Traces d'usure du PEEK chargé h-BN_(m), de gauche à droite, 2,5 %, 5 %, 7,5 % et 10 %.

En aucun cas, ces vagues ne sont observées sur les composites chargés de nitrure de bore hexagonal (Fig. 4.70). Dans ces matériaux, le glissement de la bille laisse la place à des marques d'abrasion profondes. Là encore, nous corrélons les fluctuations très irrégulières du coefficient de frottement à la production abondante de débris et à un mécanisme dissipatif considérable.

Nous constatons donc l'apparition de deux mécanismes différents sur ces PEEK chargés de particules lamellaires : le premier correspond à une abrasion sévère et apparaît avec le nitrure de bore dès les plus faibles teneurs, ou le graphite quand il est en quantité importante dans la matrice PEEK. Le second s'apparente à une usure abrasive qui génère des vagues de Schallamach et n'est observée que pour de faibles teneurs en graphite.

Il semble que les modes d'accommodation soient fortement pilotés par l'interphase produite entre la matrice PEEK et les charges lamellaires. Cette interphase ne favorise pas la cohésion du matériau et permet le détachement important de débris. De plus, le module de perte E'' augmente significativement avec l'ajout de particules lamellaires et s'exacerbe pour des teneurs de plus en plus importantes. Ce qui amplifie l'accommodation par la déformation plastique, la rupture et le cisaillement ($S_2M_{1,2,3}$) dans le composite. Les teneurs réduites en graphite, inférieures à 5 %, limitent ce phénomène. Dans le cas d'h-BN, l'interaction charge/matrice est mauvaise dès 2,5 %. Pourtant, les débris émis doivent protéger modérément la trace en limitant une dégradation plus sévère par l'intervention du troisième corps accommodant ($S_3M_{1,3}$). C'est la raison pour laquelle une usure sévère et de larges traces ne sont pas distinguées avec de fortes teneurs en h-BN (5 % ; 7,5 % et 10 %).

4.8.3 Résultats des essais de frottement sur les composites à charges granulaires

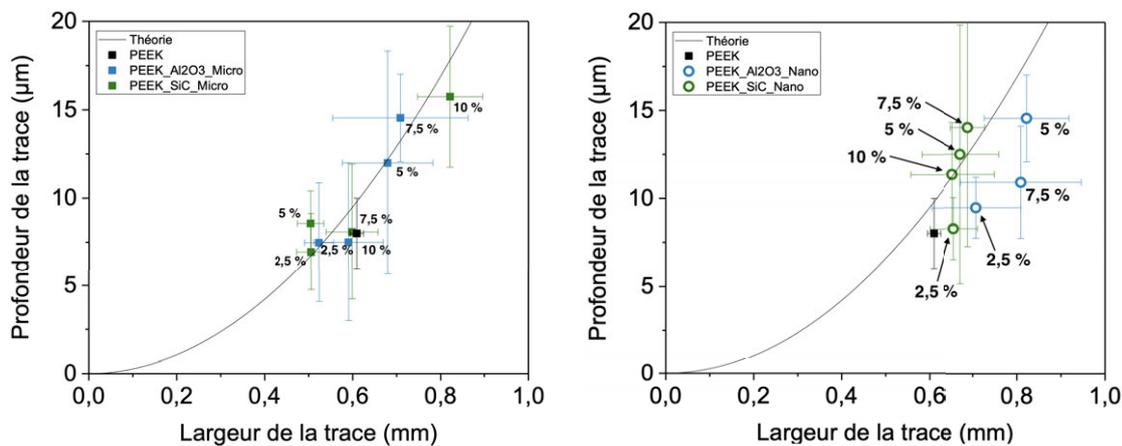


FIGURE 4.71 : Évolution de la profondeur en fonction de la largeur de la trace d'usure pour le PEEK et les composites chargés de particules granulaires. Les composites avec des microcharges sont présentés à gauche, ceux avec les nanocharges, à droite.

Avec les PEEK additionnés de particules granulaires, les dimensions des traces sont toutes regroupées autour du PEEK (Fig. 4.71). Cela correspond à un domaine que nous avons associé précédemment à l'*usure modérée* (cf. § 4.8.2). Les matériaux ont donc pu conserver une tenue mécanique avec l'ajout des charges granulaires en limitant l'ouverture et l'approfondissement du sillon provoqué par le passage de la bille. Le premier corps ne s'effondre pas sous l'effet de la sollicitation tribologique, ce qui s'accorde bien avec une variation réduite du module de conservation, E' , du module de perte, E'' , et du facteur d'amortissement $\tan \delta$ par

rapport à ceux du PEEK.

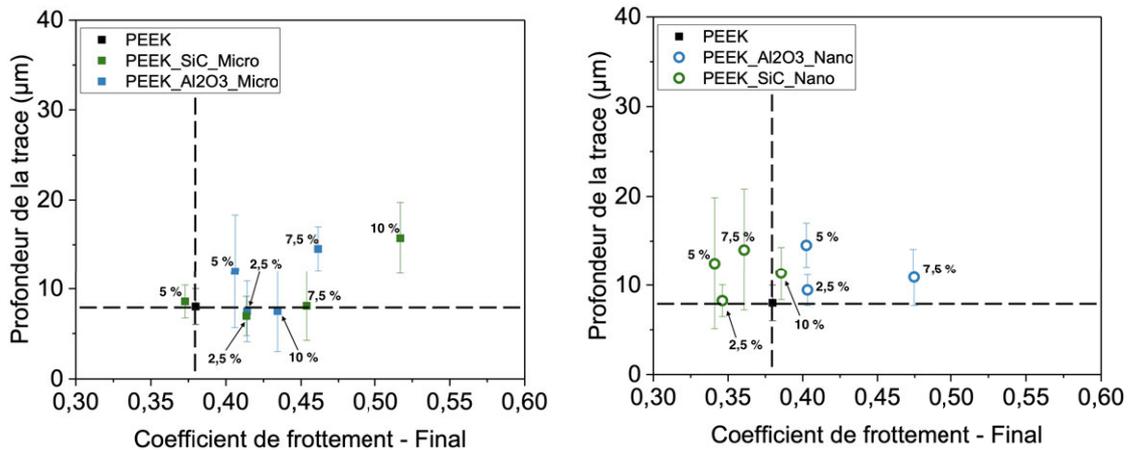


FIGURE 4.72 : Évolution de la profondeur en fonction du coefficient de frottement pour le PEEK et les composites chargés de particules granulaires. Les composites avec des microcharges sont présentés à gauche, ceux avec les nanocharges, à droite.

Les profondeurs des traces sur les composites à charges granulaires ne sont pas en relation directe avec le coefficient de frottement (Fig. 4.72). Dans ces cas, l'énergie dissipée doit participer à l'activation d'autre mode d'accommodation.

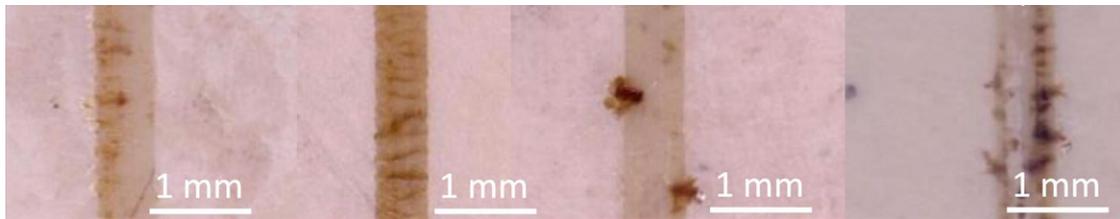


FIGURE 4.73 : Traces d'usure du PEEK chargé d'alumine_(m), de gauche à droite, 2,5 %, 5 %, 7,5 % et 10 %.

Les traces photographiées sur les PEEK chargé d'Al₂O₃ sont généralement fines avec quelques traces brunes pour le taux de 2,5 %. De vagues marrons apparaissent clairement sur le composite chargé de 5 % d'alumine, puis disparaissent après 7,5 %. À la place, on observe des débris sur les bords latéraux des traces d'usure, très nombreux à 10 %. Nous vérifions sur les billes en acier la présence de débris marron et de rayures. La bille est endommagée et émet de la matière qui s'oxyde. Elle participe désormais à la formation du troisième corps. Les particules d'alumine contribuent à dégrader la bille en acier. L'émission de débris qui en résulte peut expliquer la différence d'énergie dissipée et du coefficient de frottement entre les matériaux à faible teneur $\leq 5\%$ et ceux à forte teneur, supérieur à 5 % d'Al₂O₃.

Des observations similaires sont effectuées sur les composites à matrices PEEK et chargé en SiC (Fig. 4.74). Bien que l'emploi de particules très abrasives provoque l'émission de débris de la bille, nous trouvons avec cette série de matériaux une usure modérée. L'interface charge/matrice est solide et résiste bien mieux à la déformation plastique et au cisaillement.

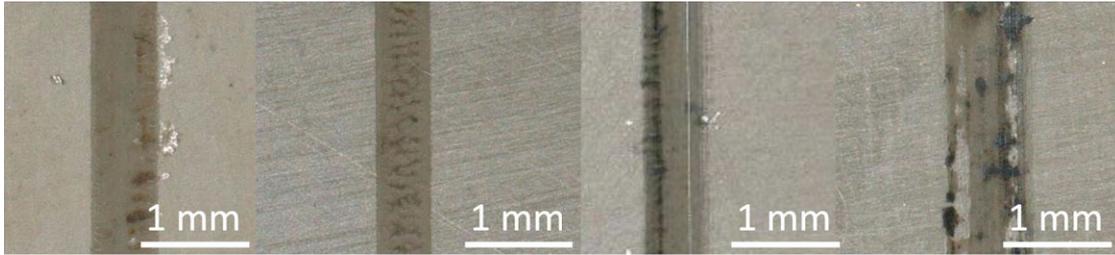


FIGURE 4.74 : Traces d'usure du PEEK chargé de $\text{SiC}_{(m)}$, de gauche à droite, 2,5 %, 5 %, 7,5 % et 10 %.

4.8.4 Évolution microstructurale du PEEK sous contraintes tribologiques

Pour aller plus loin, nous avons voulu vérifier si la microstructure du PEEK était affectée par les contraintes tribologiques. Nous avons analysé l'évolution du degré de cristallinité au cours des essais par spectrométrie Raman et à l'échelle de la trace d'usure.

Les propriétés mécaniques du PEEK sont dépendantes de sa microstructure. Pour rappel, c'est un matériau semi-cristallin dont le degré de cristallinité, χ_c , dépend de la proportion de phases amorphes et de phases cristallines. Ce degré de cristallinité peut être caractérisé par diverses méthodes : il peut s'agir de la mesure de la densité par la méthode d'Archimède ; de la calorimétrie différentielle à balayage ; ou encore de la DRX. Toutefois, ces techniques sont des analyses de volume. Elles ne permettent pas de mesures locales. Ce qui est limitant pour analyser des variations de la microstructure dans les traces de quelques micromètres, produites à la suite d'essais tribologiques.

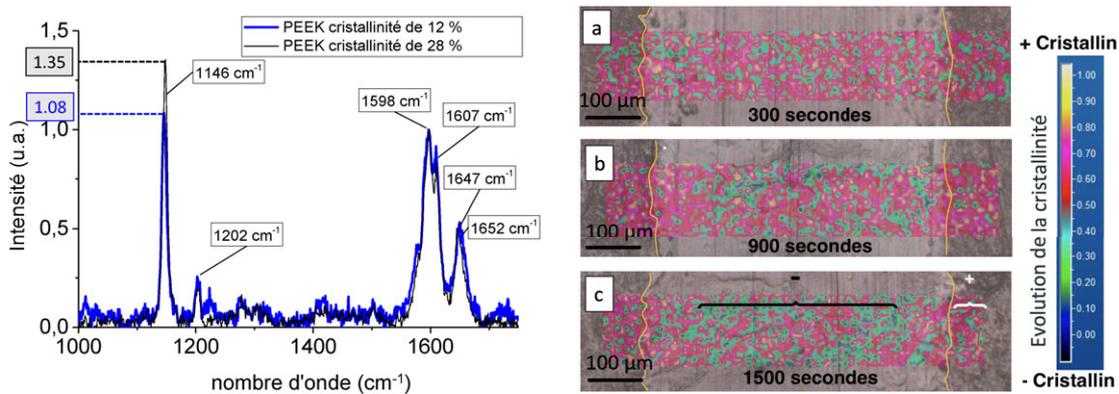


FIGURE 4.75 : Spectre Raman du PEEK semi-cristallin à 12 et 24 % (à gauche) et cartographies du PEEK avec 2,5 % de $\text{SiC}_{(m)}$ (à droite). De haut en bas, les essais tribologiques ont duré respectivement 300, 900 et 1500 s.

Dans les années 90, de nombreux auteurs ont proposé l'assignation des modes de vibration du PEEK (Fig.4.75), puis des indicateurs de χ_c . On citera en particulier Agbeyenga, Stuart et Briscoe et Ellis [120–124].

Nous avons vérifié le facteur de corrélation des indicateurs proposés antérieurement et de nouveaux indicateurs avec nos équipements actuels [125]. Le but

est d'utiliser l'indicateur le mieux corrélé à χ_c pour vérifier les évolutions microstructurales consécutives à un essai de frottement. Nous avons ainsi sélectionné l'indicateur $A_{C=O}$ qui correspond au ratio des aires du mode à 1647 cm^{-1} sur la somme des aires des modes à 1647 cm^{-1} et à 1652 cm^{-1} . Des cartographies ont alors été enregistrées sur une zone traversant la trace d'usure et comprenant également une portion de polymère intact. chaque cartographie comprend entre 2000 et 5000 spectres qui ont nécessité 2 à 3 jours pour fixer les données compte tenu des paramètres d'acquisition.

Grâce à ces travaux, nous avons mis en évidence des mécanismes d'amorphisation du PEEK et des composites à une échelle locale et fonction de la durée de la sollicitation tribologique. Les cartographies Raman montrent une augmentation du désordre microstructural plus importante au centre de la trace qu'en bordure. Compte tenu du profil de la pression de contact dans un essai bille/plan, nous associons cette variation locale de la cristallinité aux contraintes mécaniques subies par le premier corps. Plus ces contraintes sont importantes, et moins le matériau est cristallin. Nous avons ainsi une preuve de la déformation plastique et du cisaillement subi irréversiblement par le premier corps.

Plus précisément, nous avons pu constater que les vagues de Schallamach ont un taux de cristallinité plus bas que le reste de la trace. C'est tout à fait cohérent avec les mécanismes de cisaillement et de déformations plastiques qui en provoquent la formation.

Les graphiques contenus dans la figure 4.76 montrent l'évolution de l'indicateur $A_{C=O}$ et donc de la cristallinité, dans le PEEK vierge, et le PEEK chargé de 2,5 % de $\text{SiC}_{(m)}$. Nous observons les mêmes tendances, c'est-à-dire d'une chute de la cristallinité au cours des essais tribologiques.

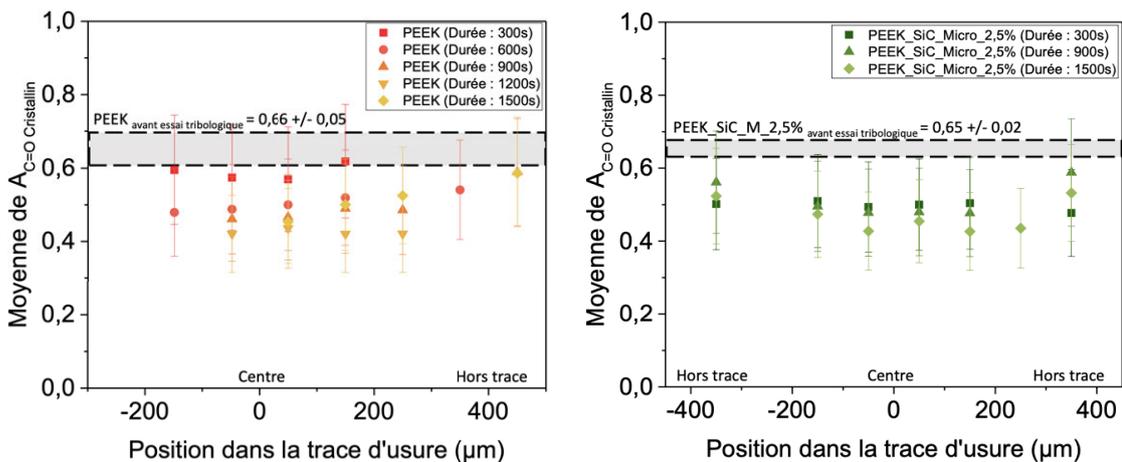


FIGURE 4.76 : Évolution du taux de cristallinité du PEEK (à gauche) et du PEEK chargé de 2,5 % de $\text{SiC}_{(m)}$ (à droite) après des essais de glissement de 300 à 1500 s. La cristallinité augmente avec l'indicateur $A_{C=O}$.

Le remplacement du $\text{SiC}_{\text{micro}}$ par du SiC_{nano} ne semble pas modifier cette tendance (Fig4.77, à gauche). Par contre, l'ajout de 10 % de SiC_{nano} provoque dans un premier temps une forte chute de la cristallinité puis une augmentation

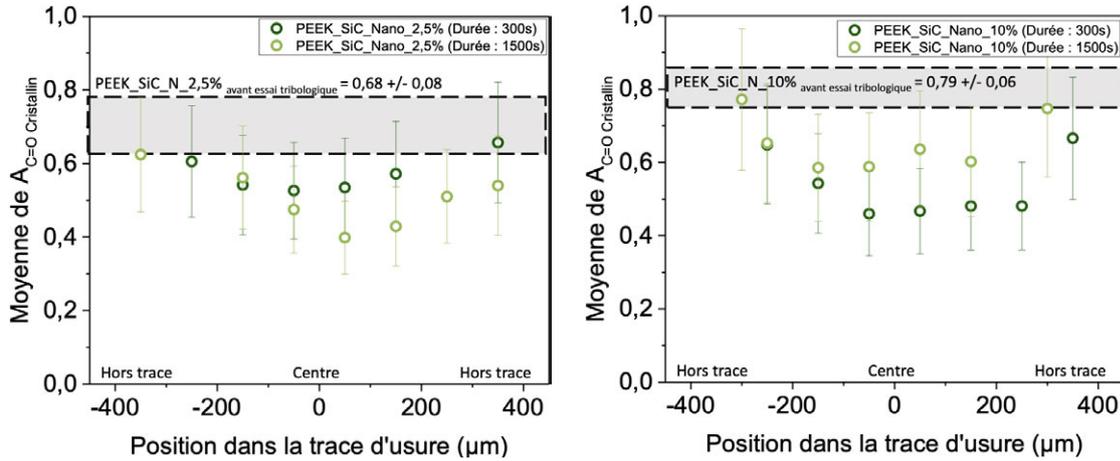


FIGURE 4.77 : Évolution du taux de cristallinité du du PEEK chargé de 10 % de SiC_(n) (à gauche) et du PEEK chargé de 2,5 % de SiC_(m) (à droite) après des essais de glissement contre une bille en acier et durant 300 et 1500 s. La cristallinité augmente avec l'indicateur $A_{C=O}$.

au centre de la trace. Il est probable que l'on ait affaire à un renouvellement de la surface du composite par l'action décapante des particules de SiC et d'oxyde de fer. Mais cette proposition doit encore être confirmée.

4.8.5 Discussion et conclusion

Les mécanismes d'accommodation sont profondément différents par rapport au cas des CMM ou au couple carbographe/SiC. Comme nous l'avons envisagé, les mécanismes de déformation plastique (S_2M_1) sont prépondérants à la surface du PEEK pur. La bille en acier (S_1) n'est pas affectée pendant l'essai ($Q_{s_1} = 0$), et un film de transfert de polymère est détecté à sa surface.

Nous remarquons que le cisaillement du PEEK (S_2M_3) est bien identifié lors des essais en particulier par la présence de vagues de Schallamach et de l'évolution microstructurale. On détecte des débris en forme de rouleaux déposés à l'extérieur de la trace d'usure sur la bille (S_3M_4).

Matériaux	Q_s^e	Q_{s_1}	Q_{s_2}	Q_i	Q_u	Q_r
Acier/PEEK-lamellaires	0	↑	↓	↑	↓	
Acier/PEEK-granulaires	↑	↑	↓	↑	↓	=

TABLE 4.14 : Tableau des débits du circuit tribologique pour le couple acier (S_1) avec le composite à matrice PEEK (S_2). Le couple acier-PEEK est ici pris comme référence (=). La simple flèche désigne une variation du débit significative; la double flèche, une variation excessive. Le zéro signifie que le débit n'est pas détecté. Dans le cas des couples acier/PEEK et acier/PEEK-lamellaires, les débits Q_s^e et Q_{s_1} sont nuls.

Avec les pièces contenant du nitrure de bore, ou de fortes teneurs en graphite (>5 %), les mécanismes sur la bille en acier sont absents. Il n'y a pas de débit source de la bille ($Q_{s_1} = 0$), ni d'effet d'oxydation ($Q_s^e = 0$) par contre, l'usure du composite est excessive. Les particules lamellaires ont réduit la déformation

plastique ($S_2M_1 \downarrow$), mais la circulation et la stabilité du 3^e corps n'est pas assurée ($Q_i \downarrow$). Le tribofilm ne protège pas la surface du composite qui émet constamment de gros débris ($Q_{s2} \uparrow$) qui sont périodiquement éjectés hors de la trace ($Q_u \uparrow$). La force tangentielle augmente ($S_2M_3 \uparrow$) alors jusqu'à la rupture d'un morceau de la surface ($S_2M_2 \uparrow$). Ce débris (S_3) reste collé à la bille qui le transporte jusqu'au bout de trace ($S_3M_3 \uparrow$) où il sera déposé et poussé par les débris suivants. Cet enchaînement répété continuellement est certainement à l'origine du coefficient de frottement très perturbé que l'on mesure pendant les essais. En effet, μ augmente subitement puis chute tout aussi brutalement et de façon irrégulière sur les enregistrements. Ce mécanisme de production abondante de débris est piloté par l'interphase entre la charge et la matrice et les faibles interactions charges/matrice.

Le taux de renfort semble toutefois avoir un effet intéressant sur le débit interne. L'usure du composite contenant 5, 7,5 ou 10 % d'h-BN est modérée par rapport à celui qui en renferme 2,5 %. La forte teneur en lubrifiant solide doit améliorer le débit interne ($Q_i \uparrow$) et ainsi limiter le débit source ($Q_{s1} \downarrow$) et, de fait, le débit d'usure ($Q_u \downarrow$). Notons que cette amélioration est toute relative, car en comparaison du PEEK pur et du PEEK chargé de particules granulaires, l'usure reste très élevée.

Les charges granulaires de SiC et d' Al_2O_3 rendent le matériau plus rigide, elle limite sa déformation plastique ($S_2M_1 \downarrow$) ainsi que la formation de débris ($Q_{s2} \downarrow$). Cela a pour conséquence de réduire le débit d'usure ($Q_u \downarrow$). D'autre part, l'analyse des débris ne révèle plus la présence de rouleaux ($S_3M_4 \downarrow$). Par contre, les particules d'alumine et de carbure de silicium introduisent de nouveaux mécanismes d'accommodation et affectent désormais la bille en acier. En effet, on remarque ainsi des stries d'abrasion bien marquées sur la bille ($S_1M_1 \uparrow$) et la présence de débris d'acier et d'oxyde dans la trace. Le débit source provenant de la bille est donc activé ($Q_{s1} \uparrow$) et l'environnement intervient dans la réaction ($Q_s^e \uparrow$).

Avec une dissipation d'énergie comparable au PEEK, l'ajout de la d' Al_2O_3 ou de SiC réduit significativement l'usure, mais fait intervenir de nouveaux mécanismes qui ne devraient pas être négligés selon l'application visée.

Au final, des configurations optimisées peuvent être proposées en employant des composites PEEK chargé avec 2,5 ou de carbure de silicium ou d'Alumine. L'effet de la taille des particules ne sera pas significatif. Cependant il faudra tenir compte de l'usure de la bille. Une formule avec moins 2,5 à 5 % de graphite micrométrique évitera la dégradation de la bille.

Les travaux sur cette thématique ont donné lieu à **2 ACL** [78, 125], **un ACTI** [126], **deux ACTN** [127, 128], **trois COM** [129–131], **une AFF** [132] et **un rapport à diffusion limitée** [133].

5 Projet scientifique

Actuellement, le circuit tribologique consiste en un bilan qui permet d'identifier les débits de matière entre les différents corps considérés et de vérifier la conservation de la masse dans le système tribologique. Une approche typique de la thermodynamique des systèmes ouverts permet de compléter ce modèle. Pour aller plus loin, un circuit tribologique de l'énergie et de l'entropie doit venir en complément, puisque nous traitons d'un phénomène dissipatif par essence. Il doit nécessairement être vérifié expérimentalement, être décrit de manière analytique et initier des approches numériques. Je propose donc ici d'utiliser une approche thermodynamique pour renforcer la description et la compréhension du tribosystème, ce qui constituera la socle de mon projet.

5.1 Bilan de masse

Le concept de triplet tribologique définit le système tribologique comme un ensemble de sous-systèmes. les 3 sous-systèmes sont (1) le mécanisme, (2) 2 premiers corps et (3) le 3e corps, on considèrera ici que les deux premiers corps et le troisième corps circulant à l'intérieur du contact. Du point de vue de la thermodynamique, il est possible d'associer chacun de ces sous-systèmes à un volume de contrôle (VC). Je choisis en première approximation de ne prendre en considération ni le dispositif expérimental ni l'environnement dans ce modèle. Je propose en plus un 4^e VC pour représenter le débit externe, c'est-à-dire les particules du 3^e corps éjectées du contact et dont une fraction peut circuler de nouveau dans le contact.

Chaque système est représenté dans un VC (Fig. 5.1) que l'on note de la manière suivante :

- VC_1 , le premier corps ;
- VC_2 , le deuxième corps ;
- VC_3 , le troisième corps ;
- VC_4 , le volume de contrôle pour les débits externes : usure et recirculation.

Les volumes de contrôle sont séparés deux à deux par des surfaces de contrôle :

- Σ_1 , entre le premier corps et le troisième corps ;
- Σ_2 , le deuxième corps et le troisième corps ;
- Σ_3 , le troisième corps et les particules éjectées ;

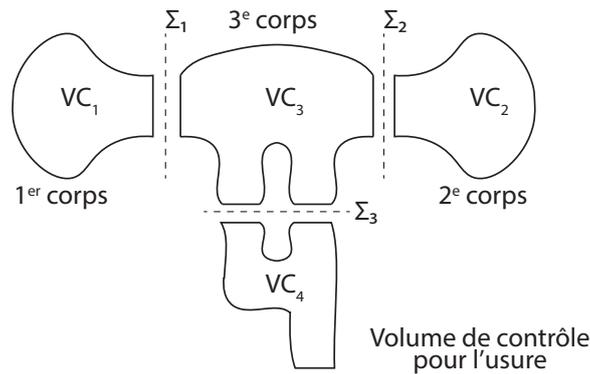


FIGURE 5.1 : Les volumes et surfaces de contrôle.

La figure 5.2 schématise les entrées et sorties de chaque volume de contrôle. Chaque volume de contrôle dispose d'entrées et de sorties répertoriées de la façon suivante :

- VC_1 , une sortie, notée s ;
- VC_2 , une sortie, notée s ;
- VC_3 , trois entrées et une sortie notées respectivement, notées e_1 , e_2 , e_3 et s ;
- VC_4 , une entrée et deux sorties, notées e , s_1 et s_2 .

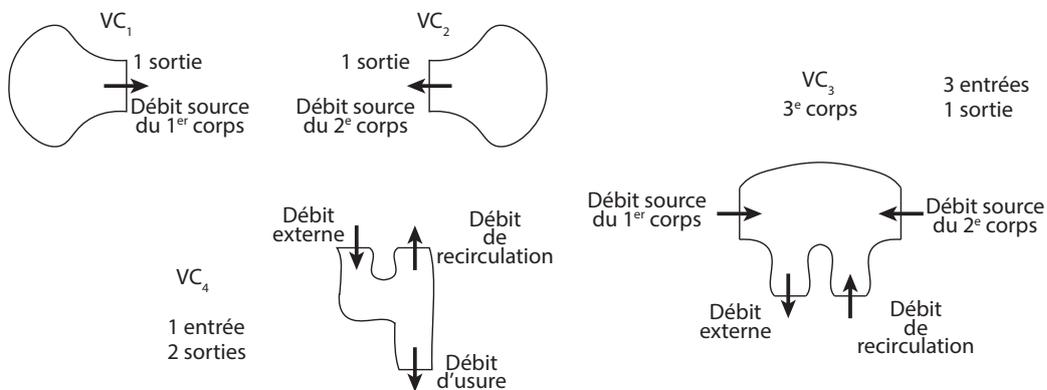


FIGURE 5.2 : Les entrées et les sorties de chaque volume de contrôle et vers le milieu extérieur.

J'admets que dans les premiers corps, il n'y a pas d'entrée. Autrement dit, il n'y a pas de mode de transfert de matière vers les 1^{ers} corps et la matière ne pourra donc pas circuler du 3^e corps vers les 1^{ers} corps. Les premiers corps ne peuvent pas prendre de masse.

Dans le cas du 3^e corps, les entrées permettent de recevoir la matière provenant des 1^{ers} corps et de modéliser les débits sources Q_{s1} et Q_{s2} décrits dans le circuit tribologique de Berthier. Ainsi, l'entrée e_1 relie le 1^{er} corps et le 3^e corps. L'entrée e_2 relie le 2^e corps et le 3^e corps. La sortie s du 3^e corps est identifiable au débit externe Q_e et représente la matière qui s'échappe du troisième corps vers l'extérieur du contact, VC_4 . Enfin, la troisième entrée e_3 permet de rendre compte du débit de recirculation, Q_r , c'est-à-dire la matière qui revient dans le 3^e corps après

en être sortie par s .

Le VC_4 permet de matérialiser le débit externe, l'usure et la recirculation. Il dispose d'une ouverture e d'où pénètre le débit externe du troisième corps. La première sortie s_1 renvoie la matière dans le troisième corps. Tandis que la seconde, s_2 , évacue définitive de la matière vers le milieu extérieur.

D'une manière générale, la variation de matière dans le volume de contrôle équivaut à la différence entre la matière qui y pénètre et celle qui en sort.

$$\Delta m_{VC} = \sum_e \Delta m_e - \sum_s \Delta m_s \quad (5.1)$$

Si l'on ramène cette variation à la durée de l'expérience Δt , cela conduit à :

$$\frac{\Delta m_{VC}}{\Delta t} = \sum_e \frac{\Delta m_e}{\Delta t} - \sum_s \frac{\Delta m_s}{\Delta t} \quad (5.2)$$

En considérant une courte durée d'essai, il est possible d'obtenir la variation de la masse dans le volume de contrôle en fonction du débit de matière :

$$\frac{dm_{VC}}{dt} = \sum_e \dot{m}_e - \sum_s \dot{m}_s \quad (5.3)$$

Il est alors envisageable d'appliquer ce bilan de masse à chaque volume de contrôle du système tribologique. Dans le cas des deux premiers corps, on obtient :

$$\frac{dm_{VC_1}}{dt} = -\dot{m}_{1s} \quad (5.4)$$

Ce qui signifie que la variation de la masse du 1^{er} corps, $\frac{dm_{VC_1}}{dt}$, correspond au débit de matière sortant vers le 3^e corps, \dot{m}_{1s} . C'est également le cas pour le 2^e corps, puisque :

$$\frac{dm_{VC_2}}{dt} = -\dot{m}_{2s} \quad (5.5)$$

Dans le cas du 3^e corps, la variation de matière, que l'on nomme par ailleurs le débit interne, est :

$$\frac{dm_{VC_3}}{dt} = \dot{m}_{3e_1} + \dot{m}_{3e_2} + \dot{m}_{3e_3} - \dot{m}_{3s} \quad (5.6)$$

En ce qui concerne VC_4 , le bilan massique est tel que :

$$\frac{dm_{VC_4}}{dt} = \dot{m}_{4e} - \dot{m}_{4s_1} - \dot{m}_{4s_2} \quad (5.7)$$

Dans ce modèle, toujours par soucis de simplification, la matière éjectée peut être définitivement perdue vers l'extérieur ou remise dans le 3^e corps. Elle ne remplit pas un quelconque réservoir de matière. Ainsi, la masse du 4^e volume de contrôle ne varie pas :

$$\frac{dm_{VC_4}}{dt} = 0 \quad (5.8)$$

alors,

$$\dot{m}_{4e} - \dot{m}_{4s_1} - \dot{m}_{4s_2} = 0 \quad (5.9)$$

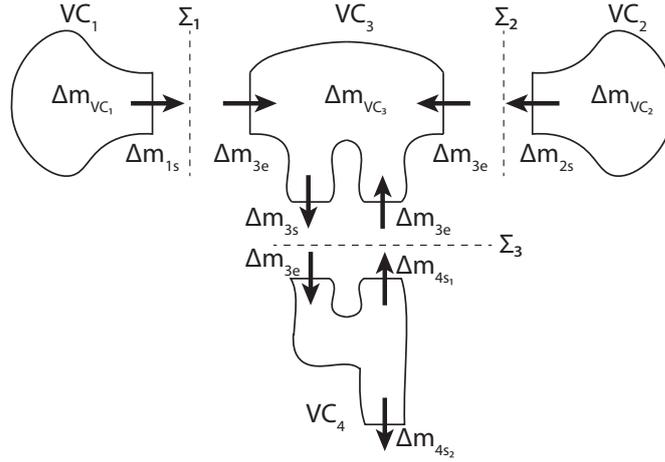


FIGURE 5.3 : Les variations de la quantité de matière pour chaque volume de contrôle entre eux et vers le milieu extérieur.

La figure 5.3 représente les débits d'entrée et de sortie de chaque volume de contrôle, avec :

- \dot{m}_{1_s} , le débit massique sortant du 1^{er} corps, c'est le premier débit source ;
- \dot{m}_{2_s} , le débit massique sortant du 2^e corps, c'est le second débit source ;
- $\dot{m}_{3_{e1}}$, le premier débit entrant dans le 3^e corps et qui provient du 1^{er} corps ;
- $\dot{m}_{3_{e2}}$, le deuxième débit entrant dans le 3^e corps et qui provient du 2^e corps ;
- $\dot{m}_{3_{e3}}$, ce troisième débit massique entre dans le 3^e corps. La matière arrive du 4^e volume de contrôle, c'est le débit de recirculation ;
- \dot{m}_{3_s} , le débit massique sortant du 3^e corps vers le 4^e volume de contrôle, c'est le débit externe ;
- \dot{m}_{4_e} , le débit massique entrant dans le 4^e volume de contrôle et provenant du 3^e corps ;
- $\dot{m}_{4_{s1}}$, le débit massique sortant du 4^e volume de contrôle et qui recircule vers le 3^e corps ;
- $\dot{m}_{4_{s2}}$, le débit massique sortant du 4^e volume de contrôle et qui est évacué définitivement vers l'extérieur. C'est l'usure.

Les débits d'entrée de certains corps peuvent être identifiés à ceux d'autres corps, ainsi :

$$\dot{m}_{1_s} = \dot{m}_{3_{e1}} \quad (5.10)$$

$$\dot{m}_{2_s} = \dot{m}_{3_{e2}} \quad (5.11)$$

Ce qui représente la matière perdue par les 1^{ers} corps et qui alimente le 3^e.

$$\dot{m}_{3_{e3}} = \dot{m}_{4_{s1}} \quad (5.12)$$

$$\dot{m}_{3_s} = \dot{m}_{4_e} \quad (5.13)$$

La fraction de la matière perdue par le 3^e corps peut être réintroduite dans le contact par recirculation. On peut d'ailleurs définir un facteur d'usure massique,

noté κ ainsi qu'un facteur de recirculation qui lui est complémentaire : $1 - \kappa$. Avec le facteur d'usure massique :

$$\kappa = \frac{\dot{m}_{4s2}}{\dot{m}_{4e}} = \frac{\dot{m}_{4s2}}{\dot{m}_{3s}} \quad (5.14)$$

et le facteur de recirculation massique :

$$\kappa = \frac{\dot{m}_{4s1}}{\dot{m}_{4e}} = \frac{\dot{m}_{3s3}}{\dot{m}_{3s}} \quad (5.15)$$

Ces identifications des débits autorisent l'expression du débit du troisième corps en fonction du débit de VC₁, VC₂ et VC₄. Soit :

$$\frac{dm_{VC_3}}{dt} = \dot{m}_{1s} + \dot{m}_{2s} + \dot{m}_{4s1} - \dot{m}_{4e} \quad (5.16)$$

Or, d'après l'équation 5.9,

$$\dot{m}_{4s2} = \dot{m}_{4e} - \dot{m}_{4s1} \quad (5.17)$$

ce qui conduit à

$$\frac{dm_{VC_3}}{dt} = \dot{m}_{1s} + \dot{m}_{2s} - \dot{m}_{4s2} \quad (5.18)$$

L'évolution de la matière dans le 3^e corps dépend de la masse perdue par les 2 premiers corps et de la matière définitivement éjectée vers l'extérieur. Cette équation a déjà été mis à profit par Y. Berthier. Elle est retrouvée ici par la conservation de la masse dans les systèmes ouverts. Ce bilan massique permet alors de passer à une autre étape : l'étude énergétique du système tribologique.

5.2 Bilan énergétique

Appliquons le premier principe de la thermodynamique à notre système tribologique. Sur une durée dt , la variation d'énergie totale dans un volume de contrôle VC_{*i*} et associé au bilan net d'énergie total correspondent aux énergies thermiques \dot{Q}_i et non thermique \dot{W}_i échangée avec l'environnement, soit :

$$\frac{dE_{VC_i}}{dt} + \sum_s \dot{m}_{i_s} \varepsilon_{i_s} - \sum_e \dot{m}_{i_e} \varepsilon_{i_s} = \dot{W}_i + \dot{Q}_i \quad (5.19)$$

avec,

- E_{VC_i} : l'énergie totale dans un volume de contrôle VC_{*i*} ;
- $\sum_s \dot{m}_{i_s} \varepsilon_{i_s} - \sum_e \dot{m}_{i_e} \varepsilon_{i_s}$: bilan net d'énergie total, qui contient l'énergie totale entrant dans le volume de contrôle et celle qui en sort.

On note :

- ε_{i_e} : l'énergie totale massique entrant dans le volume de contrôle VC_{*i*} ;
- ε_{i_s} : l'énergie totale massique sortant du le volume de contrôle VC_{*i*} ;
- \dot{W}_i : la puissance non thermique ;
- \dot{Q}_i : la puissance thermique.

Avec l'aide des considérations faites en décrivant le bilan massique (cf. sec. 5.1), ce bilan énergétique est appliqué à chaque volume de contrôle (Fig. 5.4) :

— Pour le 1^{er} corps :

$$\frac{dE_{VC_1}}{dt} + \dot{m}_{1s}\varepsilon_{1s} = \dot{W}_1 + \dot{Q}_1 \quad (5.20)$$

— Pour le 2^e corps :

$$\frac{dE_{VC_2}}{dt} + \dot{m}_{2s}\varepsilon_{2s} = \dot{W}_2 + \dot{Q}_2 \quad (5.21)$$

— Pour le 3^e corps :

$$\frac{dE_{VC_3}}{dt} + \dot{m}_{3s}\varepsilon_{3s} - \dot{m}_{3e1}\varepsilon_{3e1} - \dot{m}_{3e2}\varepsilon_{3e2} - \dot{m}_{3e3}\varepsilon_{3e3} = \dot{W}_3 + \dot{Q}_3 \quad (5.22)$$

— Pour l'usure :

$$\frac{dE_{VC_4}}{dt} + \dot{m}_{4s1}\varepsilon_{4s1} - \dot{m}_{4s2}\varepsilon_{4s2} - \dot{m}_{4e}\varepsilon_{4e} = \dot{W}_4 + \dot{Q}_4 \quad (5.23)$$

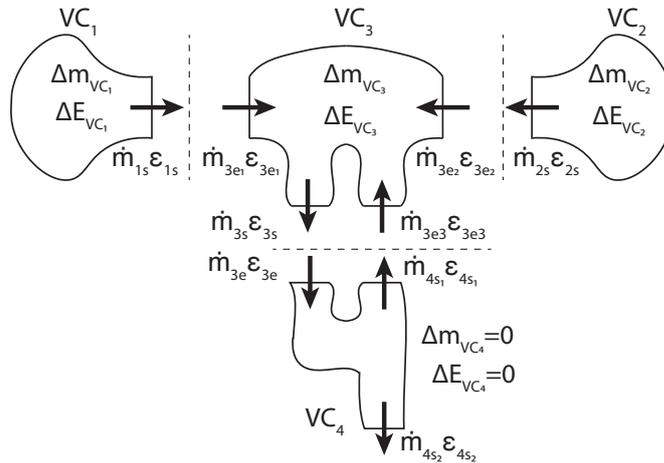


FIGURE 5.4 : Le diagramme représente les variations d'énergie pour chaque volume de contrôle et les débits d'énergie totale entre eux.

À l'heure actuelle, je propose donc de positionner ce problème dans un cas particulier et d'y apporter des éléments de simplification :

- Les énergies cinétiques et potentielles sont négligées. Les énergies totales des volumes de contrôle s'expriment donc uniquement en fonction de leurs énergies internes : $\varepsilon = u$,
Toutefois, l'énergie cinétique du premiers corps est conservé car, elle est à l'origine du mouvement relatif entre les deux pièces dans ce modèle : $\varepsilon_1 = \varepsilon_{c1s} + u_{c1s}$.
- Il n'y a pas de réactions chimiques modélisées ici et donc le potentiel chimique n'est pas pris en considération.
- Il n'y pas de variation d'énergie dans quatrième volume de contrôle (le débit externe) :

$$\frac{dE_{VC_4}}{dt} = 0 \quad (5.24)$$

- Tous les modes d'accommodation (déformations élastique et plastique, cisaillement, rupture ou roulement) s'expriment à travers les puissances non thermiques, \dot{W}_i . Ces mécanismes sont identifiés dans les premiers corps, dans le 3^e corps mais pas dans le débit externe (VC_4).

On en déduit que :

$$\dot{W}_i = \sum_j w_j \text{ avec } i = 1, 2, 3 \quad (5.25)$$

L'indice i est associé aux sites d'accommodation. L'indice j varie de 0 à 4 et correspond aux modes d'accommodations (cf. § 4.3.1).

$$\text{de plus, } \dot{W}_4 = 0 \quad (5.26)$$

- Le tribosystème est considéré comme calorifugé et donc la puissance thermique totale échangée (\dot{Q}_T) avec le milieu extérieur est nulle,
 - en conséquence :

$$\dot{Q}_T = \sum_i \dot{Q}_i = \dot{Q}_1 + \dot{Q}_2 + \dot{Q}_3 + \dot{Q}_4 = 0 \quad (5.27)$$

- On admet que le 3^e corps est une source de chaleur et que la puissance thermique se propage donc du 3^e corps vers les 1^{ers} corps et VC_4 .
Ce qui donne :

$$\dot{Q}_3 = -\dot{Q}_1 - \dot{Q}_2 - \dot{Q}_4 < 0 \quad (5.28)$$

- Comme la puissance thermique est partagée par le 3^e corps vers les autres volumes de contrôle, alors on peut définir des coefficients de partage pour indiquer la distribution du flux de chaleur.

On notera α , le coefficient de partage entre le 3^e corps et le 1^{er} corps et β celui entre le 3^e corps et le 2^e corps.

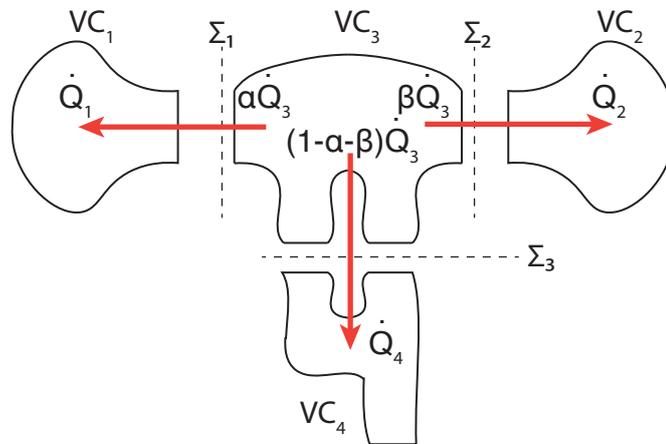


FIGURE 5.5 : Dissipation de la chaleur dans le système tribologique.

Ainsi, la puissance thermique transmise du 3^e corps vers le 1^{er} corps s'écrit (Fig. 5.5) :

$$\dot{Q}_1 = -\alpha \dot{Q}_3 \quad (5.29)$$

Celle du 3^e corps vers le 2^e corps :

$$\dot{Q}_2 = -\beta \dot{Q}_3 \quad (5.30)$$

Enfin, celle transmise du 3^e corps vers l'usure :

$$\dot{Q}_4 = -(1 - \alpha - \beta) \dot{Q}_3 \quad (5.31)$$

Ainsi, toutes les puissances thermiques sont exprimées uniquement en fonction de la source de chaleur : le 3^e corps.

On peut donc réécrire les bilans précédents :

— Pour le 1^{er} corps :

$$\frac{dE_{VC1}}{dt} + \dot{m}_{1s} (\varepsilon_{c1s} + u_{1s}) = \dot{W}_1 - \alpha \dot{Q}_3 \quad (5.32)$$

Ce qui signifie que le premier corps libère une partie de son énergie cinétique ε_{c1s} ¹ dans le troisième corps durant le frottement. Cette énergie est convertie en chaleur et lui est en partie restituée sous forme thermique ($-\alpha \dot{Q}_3$) et non thermique (\dot{W}_1).

— Pour le 2^e corps :

$$\frac{dE_{VC2}}{dt} + \dot{m}_{2s} u_{2s} = \dot{W}_2 - \beta \dot{Q}_3 \quad (5.33)$$

Le second corps reçoit aussi une fraction de l'énergie provenant du 3^e corps : sous forme thermique ($-\beta \dot{Q}_3$) et non thermique (\dot{W}_2).

— Pour le 3^e corps :

$$\frac{dE_{VC3}}{dt} + \dot{m}_{3s} u_{3s} - \dot{m}_{3e1} u_{3e1} - \dot{m}_{3e2} u_{3e2} - \dot{m}_{3e3} u_{3e3} = \dot{W}_3 + \dot{Q}_3 \quad (5.34)$$

Le troisième corps convertit la portion d'énergie cinétique reçue du premier corps, une partie participe au mécanisme d'accommodation (\dot{W}_3) et le reste est transmis dans son environnement vers les deux premiers corps (\dot{Q}_3) et vers l'usure ($\dot{m}_{3s} u_{3s}$).

— Enfin, dans le cas de l'usure :

$$\dot{m}_{4s1} u_{4s1} = \dot{m}_{4e} u_{4e} - \dot{m}_{4s2} u_{4s2} - (1 - \alpha - \beta) \dot{Q}_3 \quad (5.35)$$

L'énergie est évacuée vers le milieu extérieur, sous forme thermique $[(1 - \alpha - \beta) \dot{Q}_3]$ et dans les débris ($\dot{m}_{4s1} u_{4s1}$). Une partie de ces débris peuvent recirculer dans le contact et y ramener une fraction d'énergie ($\dot{m}_{4s2} u_{4s2}$)

1. J'identifie ici ε_{c1s} à l'énergie dissipée E_d dans l'équation 4.12 et qui dépend de μ

Ces considérations sont bien connues des tribologues. Elles expriment finalement la manière dont les flux d'énergie sont dissipés dans le tribosystème. Les équations précédentes posent un cadre mathématique à la circulation de matière et d'énergie. Elles clarifient également l'idée selon Berthier que le coefficient de frottement "*est indépendant de tout . . . alors qu'il dépend de tout*" : le coefficient de frottement est la manifestation amalgamée des énergies thermiques est non thermiques dissipés dans le tribosystème. Chacune des équations précédentes détaille son contenu. Il me semble intéressant de les utiliser pour structurer mes prochaines études.

Le bilan massique impose de suivre la circulation des débris émis lors des essais. Il implique de passer d'une approche phénoménologique et qualitative à une approche, en plus, quantitative de l'usure.

Le bilan énergétique relève l'importance du choix des matériaux, de l'identification des mécanismes d'accommodation et du suivi thermique des essais. Les expérimentations devront faire appel non seulement à des analyses *ante* et *post mortem*, mais aussi *in situ*, car étudier un contact dynamique à l'arrêt cela s'apparente plus à une autopsie qu'à une biographie.

Après avoir posé les bilans de conservation de la matière et de l'énergie, il reste à évoquer le bilan entropique pour clore une description thermodynamique complète. Je ne l'ai pas posé dans ce manuscrit par manque de temps et de réflexion. Je garde les mois à venir pour l'explicitier. Ce dernier me semble essentiel puisque nous avons affaire à un phénomène dissipatif et une source de désordre. Son expression et son application permettraient de tenir compte de l'impact de l'environnement extérieur sur les flux d'énergie. De plus, j'ai la conviction qu'il ouvrirait la voie à la prédiction analytique des phénomènes tribologiques.

5.3 Perspectives scientifiques

À court terme, mon projet de recherche est construit sur le renforcement des thématiques précédentes, l'élaboration d'instrumentations innovantes et l'accompagnement de jeunes chercheurs. Je souhaite poursuivre ma contribution dans le domaine de l'élaboration de composites innovants pour des applications tribologiques, en particulier avec France Chabert, Florentin Berthet et Olivier Marsan. Nos travaux en cours sur les CMO et la thèse de Marie Doumeng ont révélée une synergie de nos compétences enthousiasmantes.

Je m'intéresse aussi aux revêtements céramiques. En compagnie de Jean Denape et de Jean-Yves Paris, nous dirigeons les travaux de la thèse de Louis Rodriguez avec la société GIT. Le projet porte sur le développement de nouveaux revêtements céramiques préparés par oxydation microarc sur les alliages d'aluminium. Une contribution similaire est en cours de développement avec l'institut de recherche et technologies Saint-Exupéry sur les alliages de titane.

À moyen terme, je désire acquérir et développer des instrumentations permettant non seulement des analyses *ante* et *post mortem* de nos matériaux d'étude, et y associer en plus des caractérisations *in situ*. Cela passera par le couplage à nos tribomètres d'instruments de mesures thermiques comme les caméras thermiques et les thermocouples déjà mis en œuvre avec le D^r Hélène Weleman. Nous avons fait des progrès dans le domaine de la vision avec le D^r Philippe Fillatreau et celui de l'émission acoustique avec le D^r Malik Yahiaoui. Ses méthodes ont déjà prouvé leur efficacité pour alimenter notre conception des mécanismes tribologiques.

Il me semble prometteur d'y ajouter des analyses *in situ* avec la spectroscopie Raman et la coopération d'Olivier Marsan du CIRIMAT. En outre, dans le cadre du Contrat de plan État-Région (CPER) portant sur le centre de recherche et de technologie sur les composites innovants (CRTCI), nous avons réceptionné un spectromètre Raman à la fin de l'année 2020. J'espère, pendant les 4 à 5 prochaines années, pouvoir apparier efficacement cet équipement à nos tribomètres pour systématiquement enrichir l'analyse des contacts dynamiques.

Je voudrais également interagir avec mes collègues dans le domaine de la simulation numérique pour participer à l'affinement des phénomènes thermiques en alimentant leur modèle. De premiers travaux ont été engagés avec le D^r Amevi Tongne.

En outre, la grande quantité de données générées lors d'un essai tribologique est une source de dissipation d'informations. Nous n'exploitons pas la totalité des données et nous nous limitons souvent à les réduire à des moyennes. Notre association avec des chercheurs impliqués dans le domaine des *big data*, comme le P^r Kamal Medjaher, le D^r Raymond Houé et le D^r Khanh Nguyen, me paraît être une perspective qui étoffera notre méthodologie.

Sur le long terme, je veux développer l'approche thermodynamique en tribologie. Aujourd'hui, peu d'études montrent un intérêt simultané à l'aspect dynamique, thermique et physico-chimique. La proposition d'un bilan de matière typique des systèmes ouverts et d'un bilan énergétique spécifique est une première étape. Proposer un bilan énergétique plus général, et un bilan entropique serait un défi scientifique enthousiasmant. Ce dernier point serait un pas vers la prévision de l'état final d'un essai tribologique.

Enfin, la nature énigmatique du contact et notre incapacité à l'observer directement pendant un essai me donnent l'intuition qu'il s'agit d'un système comparable à ce que j'ai pu rencontrer pendant mes premières années de recherche. Dans ce domaine, pour résoudre la structure de bande d'un solide ou la complexité du cortège électronique d'un atome, des approches statistiques sont mises en œuvre. Le contact représente pour moi un jeu de possibilités qui s'exprime différemment selon les conditions qu'on lui affecte. C'est ce que l'on rencontre en thermodynamique statistique.

À l'avenir, les équipes avec lesquelles je travaillerai, les projets que je porterai, les jeunes chercheurs que j'accompagnerai, pourraient alimenter **une approche thermodynamique statistique des phénomènes tribologiques**.

Annexes

A Production scientifique

Ma production scientifique est rassemblée dans cette annexe. Afin de la rendre lisible, plusieurs annotations ont été ajoutées : mon nom est en gras, il est accompagné d'une enveloppe (✉) quand j'ai eu le rôle d'auteur correspondant. Les étudiants en thèse de doctorat ou en master que j'ai encadrés sont soulignés. Dans le cas des communications orales, le présentateur est systématiquement indiqué en premier auteur.

A.1 Revues internationales indexées

Articles dans des revues avec comité de lecture : **16**

- ACL-1** Dubois, Marc and Guérin, Katia and Giraudet, Jérôme and Pilichowski, Jean-François and Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Mansot, Jean-Louis and Hamwi, André. Direct fluorination of poly (p-phenylene). *Polymer*, 46(18) :6736–6745, 2005
- ACL-2** Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Himmel, David and Mansot, Jean-Louis and Cadoré, Franck and Guérin, Katia and Dubois, Marc and Delabarre, Céline and Hamwi, André. Tribological properties of low-temperature graphite fluorides. Influence of the structure on the lubricating performances. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 67(5-6) :1095–1099, 2006
- ACL-3** Boucher, Florent and Bourgeon, Nelly and **Delbé, Karl** and Moreau, Philippe and Guyomard, Dominique and Ouvrard, Guy. Study of $\text{Li}_{1+x}\text{V}_3\text{O}_8$ by band structure calculations and spectroscopies. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 67(5-6) :1238–1242, 2006
- ACL-4** Bilas, Philippe. and Romana, Laurence and Bade, François and **Delbé, Karl** and Mansot, Jean-Louis. Speed and Atmosphere Influences on Nanotribological Properties of NbSe_2 . *Tribology Letters*, 34(1) :41–48, 2009
- ACL-5** **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Himmel, David and Mansot, Jean-Louis and Dubois, Marc and Guérin, Katia and Delabarre, Céline and Hamwi, André. Tribological properties of room temperature fluorinated graphite heat-treated under fluorine atmosphere. *Tribology letters*, 37(1) :31, 2010
- ACL-6** Orozco Gomez, Solisabel and **Delbé, Karl** (✉) and Benitez, Alberto and Paris, Jean-Yves and Denape, Jean. High temperature tribological behaviour of metal matrix composites produced by SPS. *Key Engineering Materials*, 482 :89–100, 2011

- ACL - 7** Delbé, Karl and Mansot, Jean-Louis and Thomas, Philippe and Baranek, Philippe and Boucher, Florent and Vangelisti, René and Billaud, Denis. Contribution to the understanding of tribological properties of graphite intercalation compounds with metal chloride. *Tribology Letters*, 47(3) :367–379, 2012
- ACL - 8** Delbé, Karl (✉) and Orozco-Gomez, Solisabel and Carrillo Mancuso, Juan Manuel and Paris, Jean-Yves and Denape, Jean. Tribological behaviour of stellite matrix composites for high temperatures applications. *Key Engineering Materials*, 498 :89–101, 2012
- ACL - 9** Yahiaoui, Malik and Gerbaud, Laurent and Paris, Jean-Yves and Delbé, Karl and Denape, Jean and Dourfaye, Alfazazi. A Study on PDC Drill Bits Quality. *Wear*, 298 - 299 :32 – 41, 2013
- ACL - 10** Lafon-Placette, Stéphanie and Delbé, Karl (✉) and Denape, Jean and Ferrato, Marc. Tribological characterization of silicon carbide and carbon materials. *Journal of the European Ceramic Society*, 35(4) :1147–1159, 2015
- ACL - 11** Yahiaoui, Malik and Paris, Jean-Yves and Delbé, Karl and Denape, Jean and Gerbaud, Laurent and Colin, Christophe and Ther, Olivier and Dourfaye, Alfazazi. Quality and wear behavior of graded polycrystalline diamond compact cutters. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 56 :87–95, 2016
- ACL - 12** Yahiaoui, Malik and Paris, Jean-Yves and Delbé, Karl and Denape, Jean and Gerbaud, Laurent and Dourfaye, Alfazazi. Independent analyses of cutting and friction forces applied on a single polycrystalline diamond compact cutter. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 85 :20–26, 2016
- ACL - 13** Sahnoune, Mohamed and Kaci, Mustapha and Taguet, Aurélie and Delbé, Karl and Mouffok, Samir and Abdi, Said and Lopez-Cuesta, José-Marie and Focke, Walter W. Tribological and mechanical properties of polyamide-11/halloysite nanotube nanocomposites. *Journal of Polymer Engineering*, 39(1) :25 – 35, 2018
- ACL - 14** Doumeng, Marie and Ferry, Fabrice and Delbé, Karl (✉) and Mérian, Tiphaine and Chabert, France and Berthet, Florentin and Marsan, Olivier and Nassiet, Valérie and Denape, Jean. Evolution of crystallinity of PEEK and glass-fibre reinforced PEEK under tribological conditions using Raman spectroscopy. *Wear*, 426-427 :1040 – 1046, 2019
- ACL - 15** Salem, Mohamed Medhat and De Luycker, Emmanuel and Delbé, Karl and Fazzini, Marina and Ouagne, Pierre. Experimental investigation of vegetal and synthetic fabrics cohesion in order to prevent the tow sliding defect via frictional and pull-out test. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 139 :106083, 2020
- ACL - 16** Doumeng, Marie and Makhlof, Lotfi and Berthet, Florentin and Marsan, Olivier and Delbé, Karl (✉) and Denape, Jean and Chabert, France. A comparative study of the crystallinity of Polyetheretherketone by using density, DSC, XRD, and Raman spectroscopy techniques. *Polymer testing*, 2020. accepted

A.2 Actes de colloques et congrès internationaux et nationaux à comité de lecture

A.2.1 Congrès Internationaux

Communications avec actes dans des congrès internationaux : 19

- ACTI-1** Césaire, Thierry and V. Jeanne-Rose, **Delbé, Karl** and Largette, Lucie and Rehr, John J. and Mansot, Jean-Louis. Near edges structures calculations and interpretations in EELS spectra of ill organized materials : application to the study of the pyrolysis of natural carbonaceous materials. In *XIVth meeting of Caribbean Academy of Science*, Trinidad, Trinidad and Tobago, 2004
- ACTI-2** **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Himmel, David and Mansot, Jean-Louis and Billaud, Denis. Tribological behaviour of SbCl_5 graphite intercalated compounds : influence of the intercalation rate. In *XIVth meeting of Caribbean Academy of Science*, Trinidad, Trinidad and Tobago, 2004
- ACTI-3** Mansot, Jean-Louis and **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Romana, Laurence and Boucher, Florent and Moreau, Philippe. Charge Transfer Evidence by EELS in Intercalated lamellar Compound : Correlation to Tribological Properties. In *XIVth meeting of Caribbean Academy of Science*, Trinidad, Trinidad and Tobago, 2004
- ACTI-4** Bilas, Philippe and Romana, Laurence and **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Mauricot, Robert and Mansot, Jean-Louis. Influence of atmospheric environment on nanotribologic properties of NbSe_2 lamellar compounds. In *32th Leeds Lyon Symposium on Tribology & Tribochemistry Forum 2005*, Lyon, France, september 2005
- ACTI-5** Thomas, Philippe and Mansot, Jean-Louis and Célestine, Brigitte and **Delbé, Karl**. Influence of oxygen on the tribological properties of lamellar solid lubricants : the case of NiPS_3 . In *32th Leeds Lyon Symposium on Tribology & Tribochemistry Forum 2005*, Lyon, France, september 2005
- ACTI-6** Bilas, Philippe and Romana, Laurence and Bade, François and **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Mansot, Jean-Louis. Nano friction of low dimensional compounds using Atomic and Lateral Force Microscopy : toward an atomic interpretation. In *XVth meeting of Caribbean Academy of Science*, Guadeloupe, France, may 2006
- ACTI-7** **Delbé, Karl** and Thomas, Phillippe and Emery, Nicolas and Hérold, Claire and Boucher, Florent and Buisson, Jean-Pierre and Lagrange, Philippe and Mansot, Jean-Louis. Band structure calculations applied to structural determination of graphite intercalation compounds : the case of CaC_6 . In *XVth meeting of Caribbean Academy of Science*, Guadeloupe, France, may 2006
- ACTI-8** Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Himmel, David and Mansot, Jean-Louis and Delabarre, Céline and Dubois, Marc and Guérin, Katia and Hamwi, André. Lubricating performances of room temperature highly fluorinated graphites heat-treated under fluorine atmosphere. In *Carbon 2007*, Seattle, U.S.A., 2007

- ACTI-9** Mansot, Jean-Louis and **Delbé, Karl** and Himmel, David and Thomas, Philippe and Bercion, Yves. Tribo-synthesis of lithium intercalated graphite compounds. In *Abstracts of Papers of the American Chemical Society*, New Orleans, U.S.A., 2008
- ACTI-10** Nomède Martyr, Nadiège and Himmel, David and **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Mansot, Jean-Louis. Influence of oxygen on the tribological properties of lamellar solid lubricants : The case of nickel thiophosphate NiPS₃. In *Abstracts of Papers of the American Chemical Society*, New Orleans, U.S.A., 2008
- ACTI-11** Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Himmel, David and Mansot, Jean-Louis and Dubois, Marc and Guérin, Katia and Hamwi, André. Tribological properties of fluorinated carbon nanofibres. In *Abstracts of Papers of the American Chemical Society*, New Orleans, U.S.A., 2008
- ACTI-12** **Delbé, Karl** and Himmel, David and Himmel, Jean-Louis and Thomas, Philippe and Bercion, Yves and Boucher, Florent and Billaud, Denis. Tribological properties of graphite intercalation compound : Correlation to their electronic structure. In *Abstracts of Papers of the American Chemical Society*, New Orleans, U.S.A., 2008
- ACTI-13** **Delbé, Karl** and Mansot, Jean-Louis and Thomas, Philippe and Bercion, Yves and Boucher, Florent and Billaud, Denis. Tribological properties of graphite intercalation compounds : correlation to their electronic structure. In *STLE annual meeting*, Las Vegas, U.S.A., may 2010
- ACTI-14** Yahiaoui, Malik and Gerbaud, Laurent and Paris, Jean-Yves and **Delbé, Karl** and Denape, Jean and Dourfaye, Alfazazi. Analytical and experimental study on PDC drill bits quality. In *3rd European Conference on Tribology, ECOTRIB 2011*, Vienna, Austria, 2011
- ACTI-15** **Delbé, Karl** and Paris, Jean-Yves and Denape, Jean. Tribological behaviour of solid lubricant inserted in steel matrix composites. In *International Symposium on Aircraft Materials, ACMA 2012*, Fez, Marroco, 2012
- ACTI-16** Mansot, Jean-Louis and **Delbé, Karl** and Baranek, Philippe and Thomas, Philippe and Boucher, Florent and Vangelisti, René and Billaud, Denis. Experimental and theoretical investigations of friction properties of graphite intercalated compounds. In *40th Leeds-Lyon Symposium on Tribology & Tribochemistry Forum*, Lyon, France, september 2013
- ACTI-17** Lafon-Placette, Stéphanie and **Delbé, Karl** and Weleman, Hélène and Denape, Jean and Ferrato, Marc. Thermal behavior of silicon carbide/-carbon tribological tests. In *International Symposium on Aircraft Materials, ACMA 2014*, Marrakech, Marocco, 2014
- ACTI-18** **Delbé, Karl** and Lafon-Placette, Stéphanie and Denape, Jean and Ferrato, Marc. Effect of impregnant on tribological behavior of silicon carbide and carbon-graphite pairs. In *20th Conference on Wear of Materials, WOM 2015*, Toronto, Canada, April 2015
- ACTI-19** Brunetière, Noel and Andasmas, Mohamed and **Delbé, Karl**. Experimental analysis of surface coating influence on the performance of a mechanical seal. In *23th Internationale Conference on fluid sealing*, Manchester, United Kingdom, march 2016

A.2.2 Congrès nationaux

Communications avec actes dans des congrès nationaux : **10**

- ACTN - 1** Mansot, Jean-Louis and **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Golabkan, Vanyana and Moreau, Philippe and Ouvrard, Guy. Composés de basse dimensionalité : tentative de corrélation propriétés tribologiques – structure électronique. In *Congrès annuel du Groupement Français des Composés d'Intercalation, GFECI*, Murol, France, 2003
- ACTN - 2** Mansot, Jean-Louis and Thomas, Philippe and Mauricot, Robert and Golabkan, Vanyana and **Delbé, Karl** and Boucher, Florent. Propriétés tribologiques des composés d'intercalation de NbSe₂ et MoS₂. Corrélation avec l'évolution de leurs structures électroniques. In *Congrès annuel du Groupement Français des Composés d'Intercalation, GFECI*, Murol, France, 2003
- ACTN - 3** **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Himmel, Davis and Mansot, Jean-Louis and Haelman, Levi and Billaud, Denis. Les composés d'intercalation du graphite : étude du comportement tribologique intrinsèque. In *Congrès annuel du Groupement Français des Composés d'Intercalation, GFECI*, Lacanau, France, 2004
- ACTN - 4** **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Mansot, Jean-Louis and Guérin, Katia and Dubois, Marc and Hamwi, André. Propriétés tribologiques de graphites intercalés : corrélation avec la structure électronique. In *Congrès annuel du Groupement Français des Composés d'Intercalation, GFECI*, Clermont-Ferrand, France, 2005
- ACTN - 5** **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Mansot, Jean-Louis and Dailly, Anne and Billaud, Denis. Propriétés électroniques de graphites intercalés : étude des propriétés tribologiques intrinsèques. In *Congrès annuel du Groupement Français des Composés d'Intercalation, GFECI*, Clermont-Ferrand, France, 2005
- ACTN - 6** Guérin, Katia and Delabarre, Céline and Dubois, Marc and Giraudet, Jérôme and Hamwi, André and Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Mansot, Jean Louis. Propriétés électrochimiques et tribologiques de fluorures de graphite préparés à basse température. In *Groupe Français d'Étude des Carbones, GFEC*, Saint-Agnan-en-Morvan, France, 2005
- ACTN - 7** Guérin, Katia and Dubois, Marc and Delabarre, Céline and Giraudet, Jérôme and Chamssedine, Fadel and Claves, Daniel and Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Mansot, Jean-Louis and Yazami, Rachid and Hamwi, André. Nouvelles générations de carbones fluorés. In *Matériaux 2006*, Dijon, France, 2006
- ACTN - 8** Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Mansot, Jean-Louis and Boucher, Florent and Billaud, Denis. Étude des performances tribologiques de composés d'intercalation du graphite : une nouvelle voie pour aborder la compréhension des propriétés réductrices de frottement des matériaux lamellaires. In *Congrès annuel du Groupement Français des Composés d'Intercalation, GFECI*, Saint-Dié-des-Vosges, France, 2007
- ACTN - 9** **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Himmel, David and Mansot, Jean-Louis and Guérin, Katia and Delabarre, Céline and Hamwi, An-

dré. Propriétés tribologiques de graphites fluorés synthétisés à basse température : influence de la structure sur les propriétés réductrices de frottement. In *Congrès annuel du Groupement Français des Composés d'Intercalation, GFECI*, Saint-Dié-des-Vosges, France, 2007

ACTN - 10 Doumeng, Marie and Ferry, Fabrice and **Delbé, Karl** and Chabert, France and Berthet, Florentin and Marsan, Olivier and Denape, Jean. Étude tribologique de PEEK vierges et de PEEK renforcés avec des fibres de verre (PEEK-GF30). In *Journées Internationales Francophones de Tribologie, JIFT 2018*, Sophia Antipolis, France, may 2018

A.3 Congrès Internationaux sur invitation

Communications sans actes dans des congrès internationaux sur invitation : 1

COM-INV - 1 **Delbé, Karl** and Denape, Jean and Paris, Jean-Yves and Yahiaoui, Malik. The Interest of a Systemic Approach to Understanding Tribological Phenomena. In *10th International Conference on Materials for Advanced Technologies*, Singapore, june 2019

A.4 Communications orales sans actes

Communications sans actes dans des congrès internationaux et nationaux : 29

COM - 1 Golabkan, Vanyana and Mansot, Jean-Louis and Thomas, Philippe and A .M. Marie, Golub, Alexandre S. and Danot, Michel and Boucher, Florent and **Delbé, Karl** and Moreau, Philippe. Charge transfer evidence by EELS in intercalated low dimensional compounds : correlation to tribological properties. In *SALSA 2002*, Guadeloupe, France, mai 2002

COM - 2 Guérin, Katia and Delabarre, Céline and Dubois, Marc and Giraudet, Jérôme and Hamwi, André and Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Mansot, Jean-Louis and Cadoré, Franck. Propriétés électrochimiques et tribologiques de fluorures de graphite préparés à basse température. In *Groupe Français d'Étude des Composés d'Insertion*, Saint-Aignan-en-Morvan, France, mars 2005

COM - 3 Mansot, Jean-Louis and **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Bilas, Philippe and Romana, Laurence and Boucher, Florent and Mauricot, Robert and Dailly, Anne and Billaud, Denis. Tribological properties of pristine and intercalated material. In *ISIC 13*, Clermont-Ferrand, France, june 2005

COM - 4 Césaire, Thierry and Jeanne-Rose, Valérie and **Delbé, Karl** and Largitte, Lucie and Mansot, Jean-Louis. A Near edges structures calculations approach for the interpretation of EELS spectra of ill organized materials : application to the study of structural evolution of natural carbonaceous materials during pyrolysis. In *8th Inter American Committee of Electron Microscopy Societies 2005*, La Habana, Cuba, september 2005

COM - 5 **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Himmel, David and Mansot, Jean-Louis and Guérin, Katia and Dubois, Marc and C. Delabarre and

- Hamwi, André. Scanning Electron Microscopy and Raman Microscopy investigations of the transformations of fluorinated graphites under friction. In *8th Inter American Committee of Electron Microscopy Societies*, La Habana, Cuba, september 2005
- COM-6** Mansot, Jean-Louis and **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Romana, Laurence and Boucher, Florent and Moreau, Philippe. EELS Investigation of intercalant Charge Transfer in Intercalated TiS₂ Compounds : Correlation to their Friction Properties. In *8th Inter American Committee of Electron Microscopy Societies 2005*, La Habana, Cuba, september 2005
- COM-7** Bilas, Philippe and Romana, Laurence and **Delbé, Karl** and Bade, François and Mansot, Jean-Louis. Mesoscale and nanoscale investigations of friction properties of low dimensional compounds using atomic and lateral force microscopy : Influence of velocity and energy losses. In *8th Inter American Committee of Electron Microscopy Societies 2005*, La Habana, Cuba, september 2005
- COM-8** Guérin, Katia and Delabarre, Céline and Dubois, Marc and Chamsse-dine, Fadel and Claves, Daniel and Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Mansot, Jean-Louis and Rachid Yazami and Hamwi, André . Nouvelles générations de carbones fluorés. In *Matériaux 2010*, Dijon, France, november 2006
- COM-9** **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Emery, Nicolas and Hérold, Claire Boucher, Florent and Buisson, Jean-Pierre and Lagrange, Pierre and Mansot, Jean Louis. Composés d'intercalation du graphite : approche structurale par calcul de structure de bandes. In *Congrès annuel du Groupement Français des Composés d'Intercalation, GFECI*, Grenoble, France, 2006
- COM-10** Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Himmel, David and Bilas, Philippe and Mansot, Jean-Louis and Zhang, Wei and Dubois, Marc and Guérin, Katia and Hamwi, André. Tribologic properties of fluorinated carbon nano / micro particles. In *Theoretical Modeling and Experimental Simulation in Tribology*, Cargese, France, 2010
- COM-11** **Delbé, Karl** and Himmel, David and Mansot, Jean-Louis and Thomas, Philippe and Bercion, Yves and Boucher, Florent and Billaud, Denis. Tribological properties of graphite intercalation compounds : correlation to their electronic structure. In *Theoretical Modeling and Experimental Simulation in Tribology*, Cargese, France, 2010
- COM-12** **Delbé, Karl** and Mansot, Jean-Louis and Thomas, Philippe and Billaud, Denis and Boucher, Florent and Baranek, Philippe. Correlation of the tribologic properties of various Graphite Intercalation Compounds to their electronic structure. In *Carbon 2011*, Shanghai, China, july 2011
- COM-13** **Delbé, Karl** and Orozco-Gomez, Solisabel and Benitez, Alberto and Paris, Jean-Yves and Denape, Jean. Nouveaux composites à matrice métalliques pour applications tribologiques à chaud. In *Journées Internationales Francophones de Tribologie*, Obernai, France, 2011
- COM-14** Yahiaoui, Malik and Gerbaud, Laurent and Paris, Jean-Yves and **Delbé, Karl** and Denape, Jean and Dourfaye, Alfazazzi. Diamond/WC-Co drill bit cutters quality : mechanical performances and material considerations. In *39th Leeds-Lyon Symposium on Tribology*, Leeds, England, 2012

- COM-15** Yahiaoui, Malik and Gerbaud, Laurent and Paris, Jean-Yves and **Delbé, Karl** and Denape, Jean and Dourfaye, Alfazazzi. Établissement d'un critère de qualité des taillants diamant WC-Co pour l'excavation de formations rocheuses. In *Journées Internationales Francophones de Tribologie*, Aix-en-Provence, France, 2012
- COM-16** Martinez, Francisco Javier and Canales, Margarita and Alcalà, Noelia and Jiménez, Miguel Angel and Yahiaoui, Malik and Ural, Aydemir Güralp and Paris, Jean-Yves and **Delbé, Karl** and Denape, Jean. Analysis of wear mechanism in TPU-steel contact pair by means of long stroke tribometer tests. In *LubMat'12*, Bilbao, Spain, 2012
- COM-17** Lafon-Placette, Stéphanie and **Delbé, Karl** and Denape, Jean and Ferrato. Dry sliding friction of silicon carbide against carbon-graphite in severe conditions. In *ECERS XIII*, Limoges, France, june 2013
- COM-18** Thomas, Philippe and Mansot, Jean-Louis and **Delbé, Karl** and Sauldubois, Audrey and Bilas, Philippe and Romana, Laurence and Legras, Laurent and Dubois, Marc and Guérin, Katia and Hamwi, André. Friction properties of fluorinated carbons. In *World Tribology Congress, WTC 2013*, Torino, Italy, 2013
- COM-19** Lafon-Placette, Stéphanie and **Delbé, Karl** and Weleman, Hélène and Denape, Jean and Ferrato, Marc and Chéreau, Patrick. Tribological behavior of a silicon carbide/carbonate dry contact. In *World Tribology Congress, WTC 2013*, Torino, Italy, 2013
- COM-20** Lafon-Placette, Stéphanie and **Delbé, Karl** and Weleman, Hélène and Denape, Jean and Ferrato, Marc. Corrélation entre dégradation tribologique et dissipation thermique dans un couple carbure de silicium et carbone-graphite. In *Matériaux 2014*, Montpellier, France, nov 2014
- COM-21** **Delbé, Karl** and Lafon-Placette, Stéphanie and Denape, Jean and Ferrato, Marc. Évolution des propriétés mécaniques de surface suivie par spectrométrie Raman sur des couples en carbure de silicium et en carbones imprégnés. In *Matériaux 2014*, Montpellier, France, nov 2014
- COM-22** Mansot, Jean-Louis and **Delbé, Karl** and Baranek, Philippe and Boucher, Florent and Thomas, Philippe. On the Friction Properties of Lamellar Compounds. In *CAS biannual meeting*, Tobago, Trinidad and Tobago, nov 2014
- COM-23** Barros, Renato and **Delbé, Karl** and Denape, Jean and Rodrigues, Humberto and Abdalla, Jorge. Parameter evaluation of variations for treatment of CO₂ laser carburizing over AISI 4340 steel. In *XXXVIth Brazilian Congress on Vacuum Applications in Industry and Science, CBRAVIC*, Vitória, Brazil, sep 2015
- COM-24** **Delbé, Karl** and Lafon-Placette, Stéphanie and Denape, Jean and Ferrato, Marc. How impregnation can modify tribological performances of a pair of rings in silicon carbide and carbon-graphite during dry sliding. In *16th European Conference on Applications of Surface and Interface Analysis (ECASIA '15)*, Granada, Spain, sep 2015
- COM-25** Brunetière, Noël and Andasmas, Mohamed and **Delbé, Karl**. Experimental analysis of surface coating influence on the performance of a mecha-

nical seal. In *23rd International Conference on Fluid Sealing*, Manchester, United Kingdom, march 2016

COM-26 Chabert, France and **Delbé, Karl** and Nassiet, Valérie. Élaboration de nanocomposites et effet des nanocharges sur les propriétés d'usage. In *Rencontre du GDR Polynano*, Paris, France, jul 2017

COM-27 Doumeng, Marie and Ferry, Fabrice and **Delbé, Karl** and Mérian, Tiphaine and Chabert, France and Berthet, Florentin and Marsan, Olivier and Nassiet, Valérie and Denape, Jean. Évolution de la cristallinité sous contraintes tribologiques dans le PEEK et le PEEK chargé de fibres de verre. In *Matériaux 2018*, Strasbourg, France, nov 2018

COM-28 Doumeng, Marie and **Delbé, Karl** and Chabert, France and Ferry, Fabrice and Marsan, Olivier and Berthet, Florentin and Denape, Jean. Evolution of Crystallinity of PEEK and Glass-Fibre Reinforced PEEK Under Tribological Conditions Using Raman Spectroscopy. In *22nd International Conference on Wear of Materials*, Miami, U.S.A., apr 2019

COM-29 **Delbé, Karl** and Lafon-Placette, Stéphanie and Wellemane, Hélène and Denape, jean. Influence des imprégnations du carbone-graphite sur les performances tribologiques d'un couple de frottement C/SiC. In *24^e Congrès Français de Mécanique*, Brest, France, august 2019

A.5 Communications par affiche

Communications par affiche dans des congrès internationaux et nationaux : **10**

AFF-1 Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Mansot, Jean-Louis and Cadore, Franck and Guérin, Katia and Dubois, Marc and Hamwi, André. Tribological properties of low temperature graphite fluorides. Influence of the structure on the lubricating performances. In *ISIC 13*, Clermont-Ferrand, France, june 2005

AFF-2 Dubois, Marc and Guérin, Katia and Giraudet, Jérôme and Hamwi, André and Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Mansot, Jean-Louis. Direct fluorination of polyparaphenylene. In *17th International Symposium on Fluorine Chemistry*, Shanghai, China, july 2005

AFF-3 Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Himmel, David and Mansot, Jean-Louis and Delabarre, Céline and Dubois, Marc and Guérin, Katia and Hamwi, André. Lubricating performances of room temperature highly fluorinated graphite heat-treated under fluorine atmosphere. In *Carbon*, Aberdeen, U.K., 2006

AFF-4 Dubois, Marc and Guérin, Katia and Hamwi, André and Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Mansot, Jean-Louis and Delabarre, Céline. Propriétés tribologiques de nanofibres de carbone fluorées. In *Journées scientifiques du Groupe Français d'Étude des Carbones 2007*, Carcans-Maubuisson, France, mars 2007

AFF-5 Yahiaoui, Malik and Gerbaud, Laurent and Paris, Jean-Yves and **Delbé, Karl** and Denape, Jean and Dourfaye, Alfazazzi. Introduction à la modélisation mécanique des efforts de coupe et de frottement sur les inserts de forage

de type PDC. In *Journées Internationales Francophones de Tribologie*, Albi, France, 2010

- AFF - 6** Delbé, Karl and Lafon-Placette, Stéphanie and Wellemane, Hélène and Denape, Jean and Ferrato, Marc. Corrélation entre dégradations tribologiques et dissipation thermique dans une couple carbure de silicium et carbone-graphite. In *Matériaux*, Montpellier, France, 2014
- AFF - 7** Delbé, Karl and Lafon-Placette, Stéphanie and Denape, Jean and Ferrato, Marc. Effect of impregnant on tribological behavior of silicon carbide and carbon-graphite pairs. In *Wear of Material*, Toronto, Canada, 2015
- AFF - 8** Barros, Renato and Delbé, Karl and Denape, Jean and Rodrigues, Humberto and Abdalla, Jorgei. Assessment of parameters variations for treatment of CO₂ laser carburizing over AISI 4340 steel. In *Journées Internationales Francophones de Tribologie*, Nantes, France, 2015
- AFF - 9** Doumeng, Marie and Makhlouf, Lotfi and Vieu, Aurélien and Delbé, Karl and Chabert, France and Berthet, Florentin and Marsan, Olivier and Mérian, Tiphaine and Nassiet, Valérie and Denape, Jean. Étude tribologique de PEEK renforcé en nanoparticules et microparticules de carbure de silicium. In *Journées Internationales Francophones de Tribologie*, Tours, France, 2019
- AFF - 10** Laveissière, Marie and Cerda, Hélène and De Sousa, Cyril and Ezayani, Yassin and Delbé, Karl and Paris, Jean-Yves and Denape, Jean. Revêtement du titane par oxydation micro arcs : relation entre le procédé et les propriétés tribologiques. In *Journées Internationales Francophones de Tribologie*, Tours, France, 2019

A.6 Séminaires invités

Participation à des séminaires sur invitation : **2**

- SEM-INV - 1** Delbé, Karl and Denape, Jean. Problème d'usure dans les matériaux industriels. In *Atelier Innovation I-Trans*, Amiens, France, october 2017
- SEM-INV - 2** Delbé, Karl and Denape, Jean and Paris, Jean-Yves and Yachiaoui, Malik. Frottement et usure dans les matériaux industriels. In *Indentation et Rayage Instrumentés, Caractérisation Mécanique Multiéchelles, État de l'Art et Nouveautés*, Rennes, France, april 2018

A.7 Activité éditoriale

Participation à **1** l'édition des actes de congrès.

- OS - 1** Karama, Moussa and Delbé, Karl and Denape, Jean. *Tribological aspects in modern aircraft industry*. Trans Tech Publications, 2015

B Encadrement doctoral et scientifique

Entre 2012 et 2015, j'ai encadré la thèse de doctorat de Mme Stéphanie Lafon-Placette sous la direction du Pr Jean Denape. Depuis 2018, je participe à la co-direction de la thèse de Mme Marie Doumeng pour laquelle j'ai demandé une dérogation d'encadrement sans HDR auprès de l'ED-SDM. Enfin, en 2019, M Louis Rodriguez a démarré une thèse que j'encadre avec Jean-Yves Paris et Jean Denape et pour laquelle j'ai aussi demandé une dérogation à l'ED-SDM.

B.1 Thèse soutenue

En 2012, à la suite de sa prise de contrôle par le groupe Mersen, la société Boostec a souhaité explorer de nouvelles voies d'application pour ses produits à base de SiC fritté. Il s'agit d'une céramique très pur, sans aucune phase secondaire et aux propriétés mécaniques élevées. Le SiC est employé comme matériau de structure pour l'instrumentation optique ou en pharmacie.

Dans le même temps, Mersen fabrique sur le site de Gennevilliers des composites à matrice carbone-graphite. Les propriétés physico-chimiques de ce composite évoluent avec le procédé d'imprégnation qui consiste à remplir les porosités ouvertes de la matrice carbone-graphite. Des polymères ou des métaux mous, tels que l'antimoine, sont sélectionnés pour le renforcement mécanique.

Il restait à étudier les propriétés tribologiques d'une bague d'étanchéité construite à partir d'un couple d'anneaux, dont le premier serait en carbone-graphite imprégné, et le second, en SiC. C'est ainsi qu'avec Marc Ferrato et Jean Denape, nous avons construit une CIFRE et recruté Stéphanie Lafon-Placette. Nous avons piloté des études tribologiques qui tiennent compte des différents couples de matériaux, des conditions opératoires et environnementales subies par ces bagues d'étanchéité. Des analyses spectroscopiques Raman ont fourni des données précieuses sur les matériaux en contact et les débris produits dans l'interface.

À ce moment, Mersen a maîtrisé l'imprégnation du PTFE dans le carbone-graphite. L'étude intègre ce matériau prometteur et révèle des propriétés de réduction du frottement et de résistance à l'usure remarquables.

Thèse du Dr LAFON-PLACETTE Stéphanie

Descriptif : Performances tribologiques d'un carbure de silicium pour paliers d'étanchéité dynamique fonctionnant en conditions sévères.

Directeur de Thèse : Jean Denape, co-encadrant : Karl Delbé à 50 %
inscrite à TOULOUSE INP

Date de soutenance : 5 mars 2015

Objectifs : Cette thèse correspond à un besoin industriel qui repose sur la caractérisation et le comportement de matériaux sous sollicitations tribologiques tels que le carbure de silicium et le carbone-graphite imprégné. Pour cela, des essais de frottement ont été réalisés sur un tribomètre à glissement rotatif, dans une configuration de type anneau/anneau et pour différents jeux des paramètres opératoires (pression de contact, vitesse de glissement et température du milieu ambiant) définis dans un cahier des charges industriel.

Principaux résultats : Les expérimentations sur le couple SiC/SiC ont confirmé des coefficients de frottement et des taux d'usure en moyenne élevés ($\mu = 0,7$ et $k > 80 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$). Le remplacement d'un des anneaux par du carbone-graphite devient un bon compromis puisqu'il mène à un niveau de frottement plus bas ($\mu < 0,3$) tout en réduisant l'usure des premiers corps. L'imprégnation à l'antimoine baisse considérablement l'usure des matériaux, mais elle ne permet pas d'amoinrir le frottement et elle peut même le dégrader lorsque la température environnementale est élevée. L'imprégnation au PTFE, un polymère à faible énergie de surface, produit les meilleurs résultats. Sa présence dans l'interface de contact favorise le déclin des interactions entre les parois et réduit l'usure en consommant modérément le carbone-graphite. Jusqu'à 200 °C ses performances sont accrût. Au-delà, sa dégradation le rend toxique.

La spectroscopie Raman complète les inévitables observations MEB et EDS des faciès d'usure. Cela a permis de caractériser en plus de la composition chimique, le polytypisme du SiC, la longueur de cristallites de graphite et les contraintes mécaniques superficielles.

1 ACL, 2 ACTI, 6 COM et 2 AFF.

B.2 Thèse en cours

La compréhension des procédés de fabrication des composites à matrice polymère et leur influence sur leurs propriétés physico-chimiques ont fait l'objet de plusieurs études doctorales. Notamment, le mélange dans la matrice des particules nanométriques, qui jouent le rôle de renfort, peut conduire à des phases hétérogènes. Leurs caractéristiques mécaniques deviennent anisotropes et déficientes. Les travaux de Valérie Nassiet et France Chabert ont permis de lever cet obstacle dans le cas des polymères de la famille des polyaryléthercétone (PAEK). Depuis, nous maîtrisons au sein du LGP toutes les étapes d'élaboration du PEEK renforcé avec des particules nanométriques ou micrométriques. Les activités de la thèse de Marie Doumeng s'intéressent aux propriétés tribologiques de polymères chargés de particules de céramiques ou de lubrifiants solides. L'étude s'intéresse particulièrement à l'influence de la taille des particules sur le frottement et l'usure : une comparaison

systematique est réalisée à la fois avec les matrices microchargés ou nanochargés. Chaque année, les progrès de ces explorations sont présentés au GDR sur les Polymères nanochargés (POLYNANO).

Thèse de DOUMENG Marie

Descriptif : Compatibilité tribologique de nanocomposites à matrice thermoplastique PEEK.

Directeur de Thèse : Jean Denape, co-directeur : Karl Delbé à 50 % (dérogation de l'ED-SDM)

inscrite à TOULOUSE INP

Date du début de la thèse : octobre 2017

Objectifs : Cette thèse vise à comprendre les propriétés tribologiques des nanocomposites dans le but d'étendre leur utilisation. La thèse a pour ambition de répondre à des questions fondamentales sur le lien entre la cristallinité et le comportement en frottement, entre la nature chimique, la taille et le taux de nanoparticules et les propriétés tribologiques. L'étude est justifiée d'un point de vue applicatif par l'utilisation croissante des composites à matrice thermoplastique de type PEEK. La finalité de la thèse est de quantifier le frottement et l'usure engendrée par les nanoparticules dans le procédé d'injection.

2 ACL, 1 ACTN, 2 COM et 1 AFF.

Thèse de RODRIGUEZ Louis

Descriptif : Contribution à la compréhension des propriétés tribologiques de revêtements d'alliage d'aluminium réalisés par oxydation micro-arc.

Directeur de Thèse : Jean Denape, co-directeur : Karl Delbé à 50 % (demande de dérogation en cours auprès de l'ED-SDM)

TOULOUSE INP

Date du début de la thèse : mars 2019

Objectifs : Ces travaux visent à limiter les rebut et les coûts de production de revêtement d'alliage l'aluminium préparé par OMA. Cela passe non seulement par l'affinement des paramètres d'élaboration, mais aussi ceux de la reprise mécanique. L'amélioration du procédé coïncide avec l'exploration des caractéristiques tribologiques. Nous vérifierons sur les différents lots fabriqués à chaque étape du projet jusqu'à quels points les propriétés anti-usure et réductrice de friction varient. À terme, les couches protectrices seront confectionnées en fonction des applications visées. La thèse est ainsi centrée autour de la problématique suivante : comment l'OMA et la reprise mécanique affectent-elles les propriétés de frottement et d'usure des revêtements sur des alliages d'aluminium ?

B.3 Encadrement de Master

Six étudiants de master 2 ont effectué des travaux de recherche sous ma direction. Parmi eux, quatre étudiants sont issus de l'université de Pitești et ont accompli des analyses tribologiques au LGP dans le cadre du master franco-roumain de Sciences et Technologie des Matériaux (STM). Les viviers du master 2 Matériaux pour les Structures et l'Énergie (MSE) de l'Institut National des Sciences et Techniques Nucléaires (INSTN) à Saclay et de master 2 Matériaux : Élaboration, Caractérisation et Traitement de Surface (MECTS) de l'Université Paul Sabatier (UPS) à Toulouse ont fourni le reste de l'effectif. À noter qu'actuellement, Louis Rodriguez du master 2 MECTS poursuit ces investigations à travers une thèse (CIFRE) sous la co-direction de Jean Denape et moi. Enfin, un étudiant de master 1 en Sciences et Génie des Matériaux (SGM) de l'Université de Pau et des Pays de l'Adour (UPPA) a apporté une contribution importante sur les activités associés aux polymères renforcés.

Nom et prénom	Période	Diplôme
<i>Sujet et production scientifique associée</i>		
Omerali Neida	du 15/03/2011 au 31 /07/2011	Master 2 STM de Toulouse INP
<i>Comportement en micro-glisement de palier de frottements innovants obtenus par frittage flash pour des dispositifs de régulation d'air sur réacteur aéronautiques</i>		
Gherghina Constantin	du 15/03/2012 au 15/07/2012	Master 2 STM de Toulouse INP
<i>Propriétés de frottement et d'usure de composites à matrice métallique</i>		
Badica Sorin	du 01/02/2013 au 01/07/2013	Master 2 STM de Toulouse INP
<i>Caractérisations tribologique de matériaux composites à Matrice métallique et d'un couple SiC/métal</i>		
Ghadhab Souhaila	du 01/02/2015 au 01/07/2015	Master 2 MSE de l'INSTN à Saclay
<i>Élaboration d'alliage de titane renforcé en Spark Plasma Sintering et caractérisation tribologique du matériau</i>		
Makhlouf Lotfi	du 01/02/2018 au 01/07/2018	Master 1 SGM de l'UPPA
<i>Caractérisation tribologique des matériaux composites à matrice organique (PEEK) chargé de nano et microparticules : cas du renforcement par le SiC une AFF</i>		
Rodriguez Louis	du 01/02/2018 au 01/07/2018	Master 2 MECTS de l'UPS à Toulouse
<i>Élaboration et caractérisation tribologique du revêtement d'oxydation micro-arc (OMA) et comparaison avec le revêtement d'oxydation anodique dure</i>		
Badea Bianca	du 01/02/2019 au 01/07/2019	Master 2 STM de Toulouse INP
<i>Study of the wear resistance of boron nitride reinforced PEEK</i>		

B.4 Stages d'approche industrielle, Stages d'application et Projets de fin d'étude

Depuis 2009, j'ai encadré six stagiaires inscrits dans des années antérieures au master durant ses périodes d'initiation à la recherche. Ces stages ont parfois conduit à la composition de plusieurs communications orales ou par des affiches. En particulier, les études réalisées avec Mme Orozco-Gomez et M. Mancusco Gomez ont donné lieu aux premiers articles dans des revues internationales avec un comité de lecture, rédigés pendant mes premières années à l'ÉNIT.

Nom et Prénom	Période	Stage
<i>Sujet et production scientifique associée</i>		
Solisabel Orozco-Gomez	01/03/2009 au 15/07/2009	Stage d'application de l'ÉNIT
<i>Caractérisation tribologique à haute température de matériaux composites à matrice métallique.</i>		
Un rapport de stage		
Solisabel Orozco-Gomez	01/03/2010 au 15/07/2010	PFE de l'ÉNIT
<i>Étude du comportement tribologique à haute température de composites à matrice stellite préparé par frittage flash et renforcés avec des lubrifiants solides.</i>		
Deux ACL, un ACTN, deux COM et un rapport de PFE		
Juan Manuel Carrillo Mancusco	01/03/2010 au 15/07/2010	Stage d'application de l'ÉNIT
<i>Caractérisation tribologique à haute température de composites à matrice acier préparé par frittage flash et renforcés avec des lubrifiants solides.</i>		
Un ACL et un rapport de stage		
Kelen Juliane Mucelin	12/02/2013 au 27/06/2013	PFE de l'ÉNIT
<i>Élaboration de test tribologiques à hautes température et caractérisation du frottement et de l'usure de pièces métallique en mouvement dynamique.</i>		
Un ACL et un rapport de PFE		
Benjamin Vlug	18/04/2017 au 23/06/2017	Stage d'approche industrielle de l'ÉNIT
<i>Caractérisation tribologique de matériaux composites à matrice organique.</i>		
Un rapport de stage		
Fabrice Ferry	01/09/2018 au 15/01/2019	Stage d'application de l'ÉNIT
<i>Caractérisation tribologique d'éprouvettes de PA11 chargé en carbone et de PEEK chargé en fibre de verre.</i>		
Une ACL, une ACTI, deux ACTN et un rapport de stage		
Aurélien Vieu	01/02/2019 au 30/06/2019	Stage d'application de l'ÉNIT
<i>Étude tribologique du PEEK renforcé en nanoparticules et microparticules de carbure de silicium.</i>		
Une AFF et un rapport de stage		
Julie Truc	13/05/2019 au 06/07/2019	Stage d'entreprise du lycée Polyvalent Rouvière
<i>Étude de la résistance à l'usure de revêtements innovants obtenus par oxydation micro-arc.</i>		
Un rapport de stage		
Cyril de Sousa	18/02/2019 au 19/06/2019	Stage d'application de l'ÉNIT
<i>Caractérisation du comportement tribologique de revêtements élaborés par oxydation micro arcs sur alliage de titane TA6V pour des applications aéronautiques.</i>		
Une AFF et un rapport de stage		

C Responsabilités collectives

C.1 Participation à des conseils d'unités ou d'établissements

Depuis novembre 2019, **représentant élu** des maîtres de conférences au conseil du LGP.

C.2 Responsabilités d'Enseignement

De 2010 à 2012, **responsable d'enseignement : Thermodynamique** pour les étudiants en FISA, niveau Master 1 (M1), conception des cours magistraux, des travaux dirigés et des sujets d'examen.

De 2010 à 2017, **responsable d'enseignement : Théorie vibratoire** pour les étudiants en FISA, niveau M1, conception des cours magistraux, des travaux dirigés et des sujets d'examen.

De 2010 à 2017, **responsable d'enseignement : Théorie ondulatoire** pour les étudiants en FISA, niveau M1 et Master 2 (M2), conception des cours magistraux, des travaux dirigés et des sujets d'examen.

Depuis 2015, **responsable d'enseignement : Composites à matrice inorganique et à matrice biosourcé** pour les étudiants en FISE, niveau M2, identification des compétences pédagogiques en partenariat avec les membres de l'équipe pédagogique. Conception des cours magistraux, des travaux dirigés et des sujets d'examen. Intégration à la plateforme numérique Moodle de l'ÉNIT.

Depuis 2019, **responsable d'enseignement : Tribologie** pour les étudiants en FISE, niveau M2, identification des compétences pédagogiques en partenariat avec les membres de l'équipe pédagogique. Conception des cours magistraux, des travaux dirigés et des sujets d'examen. Intégration à la plateforme numérique Moodle de l'ÉNIT.

Depuis 2019, **responsable d'enseignement : Technique de caractérisation des matériaux** pour les étudiants en FISE, niveau M2, identification des compétence pédagogique en partenariat avec les membres de l'équipe pédagogique. Conception des cours magistraux, des travaux dirigés et des sujets d'examen. Intégration à la plateforme numérique Moodle de l'ÉNIT.

C.3 Autres responsabilités

De septembre 2011 à septembre 2019, **président de la Commission Électorale** de l'ÉNIT suivi des élections des conseils d'administration, pédagogique et scientifique et édition de la note de cadrage relative à la nomination du directeur de l'ÉNIT en collaboration étroite avec la Directrice Générale des Services

De Septembre 2012 à aout 2016, **responsable pédagogique** à l'ÉNIT du cursus du huitième semestre, en collaboration avec la direction des études et les responsables pédagogiques, j'ai programmé les enseignements des étudiants du huitième semestre. Communiquer et ajuster les plannings de l'équipe enseignante constituée de professeurs agrégés, d'enseignants-chercheurs et de vacataires.

Depuis janvier 2014, **coordinateur académique de la mobilité internationale** auprès de la DFVE à l'ÉNIT. À ce titre, je contrôle et valide les contrats d'étude des étudiants entrants et sortants. J'expose à l'ÉNIT les offres de mobilité internationale pour les étudiants, les enseignants et les enseignants-chercheurs. Je participe au jury de validation de semestre passé à l'étranger. J'interviens aussi dans comité d'attribution de l'Aide financière pour élèves ingénieurs en mobilité internationale (AFÉMI).

Fait marquant : j'ai participé à l'élaboration du projet de MIC avec l'AIAC à hauteur de 351 k€ sur 36 mois et qui est entré dans sa phase active en septembre 2019.

En 2017, **membre du jury de recrutement** pour les académies de Bordeaux et de Toulouse. Il s'agissait de recruter deux techniciens d'information documentaire et de collections patrimoniales de classe normal de la branches d'activité professionnelle (BAP) F - information, documentation, culture, communication, édition, Technologies de l'Information et de la Communication pour l'Enseignement (TICE)

En 2018, **président du jury de recrutement** pour les académies de Bordeaux et de Toulouse d'un gestionnaire des ressources humaines. Il s'agissait de recruter trois techniciens de classe normal de la BAP J - Gestion et pilotage

D Activités d'expertises

D.1 Participation à des instances d'évaluation

De 2015 à 2019, **membre suppléant au CNU section 33**.

Depuis décembre 2019, **membre titulaire au CNU section 33**.

D.2 Participation à des jurys de thèse

Examineur dans le jury de la thèse d'Élodie CABROL, *Étude et compréhension des mécanismes d'endommagement de surface de matrices de forgeage à chaud revêtues*.

Thèse de doctorat de l'UNIVERSITÉ INP, soutenue le 11 décembre 2015.

D.3 Expertises de projets ou d'articles

D.3.1 Expertises de projets

1. **Évaluateur** dans le cadre de l'appel d'offres *séminaires scientifiques 2015 pour l'Université franco-allemande* - demande de soutien pour un séminaire, 2014.
2. **Évaluateur** dans le cadre de l'appel d'offres : *Évaluation-orientation de la COopération Scientifique* - demande de soutien pour un séminaire, 2018.
3. **Expert** intervenant pour le crédit d'impôt recherche, domaine d'activité scientifique "B - Sciences et techniques industrielles, physique" depuis 2020.

D.3.2 Expertises d'articles

1. **Deux revues d'articles** dans *Journal of Key Engineering Materials*, ed. Trans Tech Publications (2013-2014) ISSN : 978-3-03785-165-4.
2. **Deux revues d'articles** dans *Advances in Mechanical Engineering*, ed. Sage publishing (2015-2019) ISSN : 1687-8140.

3. **Une revue d'article** dans *Petit x*, ed. IREM de Grenoble (2015) ISSN : 0759-9188.
4. **Trois revues d'articles** dans *Journal of materials Engineerings and Performance*, ed. Springer (2018) ISSN :1059-9495
5. **Six revues d'articles** dans *Materials*, ed. MDPI (2018) ISSN : 1996-1944
6. **Cinq revues d'articles** dans *Metals*, ed. MDPI (2018) ISSN : 2075-4701
7. **Deux revues d'articles** dans *Tribology letters*, ed. Springer (2018) ISSN : 1023-8883
8. **Une revue d'article** dans *Polymers*, ed. MDPI (2018) ISSN : 2073-4360
9. **Une revue d'article** dans *Proceedings of the Institute of the Mech. Eng., Part J : J. of Engineering Tribology*, ed. Sage publishing (2018) ISSN : 1350-6501

E Diffusion scientifique

E.1 Organisation ou participation au comité scientifique de manifestations

- 2003** Participation à l'organisation, à la rédaction et l'édition des actes de la première journée scientifique de l'UFR Sciences exactes et naturelles de l'Université des Antilles et de la Guyane en juin 2003.
- 2006** Participation à l'organisation du congrès, à la rédaction et l'édition des actes du Congrès international de la Caribbean Academy of Sciences *Science and Technology in a Caribbean Environment 2006*, avec 159 participants en provenance de 8 nations.
- 2014** International symposium on Aircraft Material (ACMA) , du 23 au 26 avril 2014 à Marrakech (Maroc), Membre du comité d'organisation et chairman de la session de la session "Tribological Aspects in Aircraft Applications and More"

E.2 Vulgarisation scientifique

De 2002 à 2008

Participation à la *Fête de la science* comprenant la mise en œuvre d'activités pédagogiques expérimentales à l'Université des Antilles et de la Guyane.

De 2005 à 2006

Participation à la *Fête de la science* comprenant la mise en œuvre d'activités pédagogiques expérimentales à l'école primaire Germaine LENTIN du Gosier et l'organisation d'une manifestation scolaire.

De 2009 à aujourd'hui

Participation périodique aux *journées portes ouvertes* de l'ÉNIT.

De 2018 à aujourd'hui

Participation comité d'animation du LGP. Organisation de 6 séminaires par an avec les jeunes chercheurs et les enseignants-chercheurs du laboratoire ou invités.

F Rayonnement international

Je participe périodiquement à des programmes d'échanges internationaux. Ils sont menés avec l'université de Pitești en Roumanie à travers le Soutien à la mobilité internationale (SMI) ou le programme européen ERASMUS +. Durant ces séjours, je propose des enseignements sur les matériaux composites à matrice métallique aux étudiants de deuxième année du master Science et technologie des matériaux. Nous accueillons aussi à des intervalles répétés des partenaires d'université de Pitești et ponctuellement, nous avons reçu un enseignant-chercheur de l'université de Marmara.

Pour l'instant, ces partenariats favorisent les échanges d'enseignants-chercheurs et d'étudiants de troisième cycle. Nous envisageons de leur donner une dimension plus importante en initiant des projets de recherche communs.

- 2016** Séjour dans un laboratoire étranger, SMI 2016, échange avec l'université de Pitești - Roumanie : Compréhension des propriétés tribologiques, 2 semaines.
- 2017** Séjour dans un laboratoire étranger, SMI 2017, échange avec l'université de Pitești - Roumanie : Mise en œuvre d'une méthodologie systémique sur les propriétés tribologiques, 1 semaine.
- 2018** Accueil de chercheur étranger : Dr Daniel ANGHEL de l'université de Pitești, Roumanie, Programme ERASMUS +, 1 mois.
- 2018** Accueil de chercheur étranger : Dr Oguzhan GUNDUNZ de l'université de Marmara, Turquie, Programme ERASMUS +, 2 mois.

G Activités en interaction avec l'environnement social, économique et culturel

Ces programmes m'ont permis de faire connaissance avec les acteurs du développement économique local, régional et transfrontalier. Ainsi, durant mes premières années au LGP, j'ai travaillé dans le cadre de deux projets transfrontaliers avec l'Instituto Tecnológico de Aragón (ITA) et l'université de Mondragon. Puis, j'ai contribué au projet interrégional entre l'Aquitaine et les Midi-Pyrénées impliquant deux constructeurs majeurs de l'aéronautique : Safran Helicopter Engines et Liebherr-Aerospace. Mon rôle de porteur a débuté avec des projets locaux financés à travers des préciputs de l'Agence Nationale de la Recherche (ANR) du LGP ou des appels à projets Toulouse Tech Interlabs (TTIL). J'ai régulièrement satisfait à des demandes d'expertise sous la forme de contrat de recherche envers les industriels. Plus récemment, je me suis fortement investi avec la société GIT pour examiner les propriétés anti-usure des pièces élaborées avec l'oxydation microarc. Avec cette entreprise, j'ai répondu à un appel à projets READYNOV et j'ai dans le même temps lancé une CIFRE. En tenant compte des études faites avec la société Mersen Boostec, cela porte à deux le nombre de CIFRE que j'ai encadré.

G.1 Projets européens

J'ai participé à 2 projets à l'échelle européenne.

- 2010-2012** **RICAT+**
Partenaire dans le programme régional Consolidacion de la Red de Investigacion Cooperativa Aplicada Transpirenaica : extension a mecatronica y tribologia (INTERREG POCTEFA IV-A), en partenariat avec l'ITA en Espagne
Coordinateur : ITA, Budget : 140 k€
- 2011-2015** **CHARBIAX**
Partenaire dans le programme régional pour le développement de techniques de caractérisations rhéologiques et tribologiques de matériaux métalliques à haute température, CTP en partenariat avec l'université de Mondragon en Espagne
Budget LGP : 6,4 k€

G.2 Projets régionaux

Je suis intervenu dans 5 projets à l'échelle régionale.

- 2009-2011** **SPLASMAP**
Partenaire dans le programme régional Spark Plasma Sintering : mise en œuvre d'un outil innovant pour l'élaboration de matériaux aéronautiques plus performants, Action interrégionale Aquitaine & Midi-Pyrénées en partenariat avec Safran Helicopter Engines, Liebherr-Aerospace, le CEMES (UPR CNRS 8011) et le LAMEFIP (aujourd'hui I2M, UMR CNRS 5295)
Budget LGP : 6,5 k€
- 2017** **CPER-CRTCI**
Responsable scientifique pour l'achat d'un équipement associé au CPER dédié au CRTCI : acquisition d'un tribomètre.
Budget : LGP 135 k€
- 2017-2020** **TriPEEK**
Porteur de l'APR sur l'étude tribologique des nanocomposites à matrice de PAEK en partenariat avec l'ICA d'Albi et le CIRIMAT (UMR CNRS 5085) de Toulouse
Budget LGP : 5 k€
- 2019-2021** **ROMA**
Responsable académique dans l'appel à projets de la région Occitanie READYNOV : matériaux et procédés pour l'aéronautique et les industries de pointe. Partenaires : GIT S.A.S. (porteur)
Budget : LGP 163 k€
- 2021** **CPER-CRTCI**
Responsable scientifique pour l'achat d'un équipement associé au CPER dédié au CRTCI : acquisition d'un spectromètre Raman
Budget : LGP 180 k€

G.3 Projets locaux

J'ai porté 2 projets à l'échelle locale et j'ai été partenaire d'un autre.

- 2013-2014** TRIBOVISION
Porteur du projet issu du Préciput ANR LGP : TRIBologie et VISION artificielle : Une autre approche pour la caractérisation de l'usure des pièces en mouvement dynamique
Budget LGP : 6,5 k€
- 2014-2015** TINOV
Porteur du projet issu du TTIL : Propriétés tribologiques renforcées d'alliages de titane innovants élaborés par frittage flash en partenariat avec le CIRIMAT (UMR CNRS 5085)
Budget LGP : 9 k€
- 2019-2020** TribOMA
Partenaire dans le projet TREMPLIN de la fondation STAE, Tribologie de revêtements OMA, Partenaires : IRT Saint-Exupéry (porteur)
Budget LGP : 36 k€

G.4 Partenariats institutionnels ou industriels

J'ai préparé 10 contrats de gré à gré avec des industriels dont 2 thèses avec une CIFRE.

- | | |
|-----------|---|
| 2012 | Contrat de recherche avec la société BOOSTEC.
Budget : 2,7 k€ |
| 2012-2015 | Accompagnement CIFRE de la thèse de Stéphanie Lafon-Placette par la société BOOSTEC.
Budget : 30 k€ |
| 2013 | Contrat de recherche avec le laboratoire du CIRIMAT.
Budget : 3 k€ |
| 2014 | Contrat de recherche pour CYCLAM S.A.S.
Budget : 10 k€ |
| 2018 | Contrat de recherche pour TECHNACOL.
Budget : 1,3 k€ |
| 2019 | Contrat de recherche pour l'IPREM
Budget : 2,5 k€ |
| 2019 | Contrat de recherche pour VESUVIUS.
Budget : 5,7 k€ |
| 2019 | Contrat de recherche pour l'IRT Saint-Exupéry.
Budget : 9 k€ |
| 2019 | Contrat de recherche pour TECHNACOL.
Budget : 1,7 k€ |
| 2019-2021 | Accompagnement de la CIFRE de la thèse de Louis Rodriguez par la société GIT S.A.S.
Budget : 60 k€ |

Liste des acronymes

ACL articles dans des revues internationales ou nationales avec comité de lecture

ACLN articles dans des revues avec comité de lecture non répertoriées

ACTI communications avec actes dans un congrès international

ACTN communications avec actes dans un congrès national

AIAC Académie Internationale d'Aviation Civile

AISI American Iron and Steel Institute

AFÉMI Aide financière pour élèves ingénieurs en mobilité internationale

AFF communications par affiche dans un congrès international ou national

AFNOR Association française de normalisation

AMC Auto Multiple Choice

AMI accompagnements méthodologiques individualisés

ANR Agence Nationale de la Recherche

ANRT Association Nationale Recherche Technologie

AP Autres productions. Bases de données, logiciels enregistrés, comptes rendus d'ouvrages, rapports de fouilles, guides techniques, catalogues d'exposition, rapports intermédiaires de grands projets internationaux, etc.

APR Appel à Projet de Recherche

ASCL articles dans une sans comité de lecture

AST admis sur titre

ATER Attaché temporaire d'enseignement et de recherche

BAC baccalauréat

BAP branches d'activité professionnelle

BTP Bâtiments et travaux publics

CAPES certificat d'aptitude au professorat de l'enseignement du second degré

CEMES Centre d'Élaboration de Matériaux et d'Études Structurales

CHAR-BIAX

CIES Centre d'Initiation à l'Enseignement Supérieur

CIFRE convention industrielle de formation et de recherche

CIG composés d'intercalation du graphite

CIRIMAT Centre Inter-universitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux

- CM** cours magistraux
- CMM** composites à matrice métallique
- CMO** composites à matrice organique
- CNIRé** Conseil national de l'innovation pour la réussite éducative
- CNU** Conseil National des Universités
- CNRS** Conseil National de la Recherche Scientifique
- COM** communications orales sans actes dans un congrès international ou national
- CPER** Contrat de plan État-Région
- CRTCI** centre de recherche et de technologie sur les composites innovants
- CSI** Conception des systèmes intégrés
- CTI** Commission des titres d'ingénieur
- CTP** Communauté de Travail des Pyrénées
- C2MA** Centre des matériaux des Mines d'Alès
- DAI** Direction des affaires industrielles
- DEA** Diplôme d'Études Approfondies
- DEUG** Diplôme d'Études Universitaires Générales
- DFVE** Direction de la Formation et de la Vie Étudiante
- DFT** Density functional theory
- DIDS** Décision, interopérabilité pour la dynamique des systèmes
- DMA** analyse mécanique dynamique
- DRI** direction des relations internationales
- DRX** diffraction des rayons X
- DSC** calorimétrie différentielle à balayage
- EA** Équipe d'Accueil
- EAIE** European Association for International Education
- ECTS** European Credit Transfer Scale
- ECOS** Évaluation-orientation de la COopération Scientifique
- ED-SDM** École Doctorale Sciences de la Matière
- ED** École Doctorale
- EDS** spectroscopie à rayon X à dispersion d'énergie ou Energy Dispersive Spectroscopy
- EELS** spectroscopie de perte d'énergie des électrons transmis (ou energy loss electron spectroscopy)
- ELNES** Energy Loss Near Edge Structure
- ÉNI** Écoles Nationales d'Ingénieurs
- ÉNIT** École Nationale d'Ingénieurs de Tarbes
- EPA** établissement public à caractère administratif

EPS European project semester

ÉSPÉ École Supérieure du Professorat et de l'Éducation

FISA Formation d'ingénieur sous statut d'apprenti

FISE Formation d'ingénieur sous statut d'étudiant

FLAPW Full-Potential Linearized Augmented Planewave

FWHM full width at half maximum

GDR Groupement de recherche

GEIPI groupe des écoles publiques d'ingénieurs à préparation intégrée

GI Génie industriel

GIT Galvanoplastie Industrielle Toulousaine

GM Génie mécanique

GMSP Génie des matériaux, des structures et des procédés

GTSI Groupe de Technologie des Surfaces et Interfaces

HCÉRES Haut Conseil de l'évaluation de la recherche et de l'enseignement supérieur

HDR Habilitation à Diriger des Recherches

HETD heures équivalents travaux dirigés

ICA Institut Clément Ader

IMF Interfaces et Matériaux Fonctionnels

IMN Institut des Matériaux de Jean Rouxel

Toulouse INP Institut Nationale Polytechnique de Toulouse

INSPÉ Institut National Supérieur du Professorat et de l'Éducation

INSTN Institut National des Sciences et Techniques Nucléaires

INV Conférences données à l'invitation du Comité d'organisation dans un congrès national ou international

IPREM Institut des Sciences Analytiques et de Physico-Chimie pour l'Environnement et les Matériaux

IRT Institut de Recherche Technologique

ITA Instituto Tecnológico de Aragón

IUFM Institut Universitaire de Formation des Maîtres

I2M Institut de mécanique et d'ingénierie

LAMEFIP Laboratoire Matériaux Endommagement Fiabilité et Ingénierie des Procédés

LGP Laboratoire Génie de Production

Liebherr-Aerospace Liebherr-Aerospace Toulouse

LMTO linear muffin-tin orbital

- LURE** Laboratoire pour l'Utilisation du Rayonnement Electromagnétique
- MCf** Maître de conférences
- MIAS** Mathématiques, Informatique et Applications aux Sciences
- MEB** microscope électronique à balayage
- MECTS** Matériaux : Élaboration, Caractérisation et Traitement de Surface
- MESRI** Ministère de l'enseignement supérieur, de la recherche et de l'innovation
- MET** microscope électronique à transmission
- MGEP** Mondragon Goi Eskola Politeknikoa
- MIC** mobilité international de crédits
- MoU** Memorandum of Understanding
- MSE** Matériaux pour les Structures et l'Énergie
- M2SP** Mécanique des Matériaux, des Structures et des Procédés
- M1** Master 1
- M2** Master 2
- OMA** oxydation microarc
- PAEK** polyaryléthercétone
- PEEK** polyétheréthercétone
- PFE** projet de fin d'étude
- POCTEFA** Programme européen de Coopération territoriale Espagne-France-Andorre
- Polynano** Polymères nanochargés
- POLYTECH** écoles d'ingénieurs polytechniques publiques des universités
- PTFE** polytétrafluoroéthylène
- PV** Publications de vulgarisation
- QCM** questionnaires à choix multiple
- READYNOV**
- ROMA** Reprise mécanique de l'Oxydation Micro Arc
- SAS** société par actions simplifiée
- SEN** Sciences Exactes et Naturelles
- SDC** Systèmes Décisionnels et Cognitifs
- SGM** Sciences et Génie des Matériaux
- SM** Science de la Matière
- SMI** Soutien à la mobilité internationale
- SPS** spark plasma sintering
- SPLASMAP** Spark PLASma Sintering : Mise en œuvre d'un outil innovant pour l'élaboration de Matériaux Aéronautiques plus Performants

STAE Sciences et Technologies pour l'Aéronautique et l'Espace

STM Sciences et Technologie des Matériaux

TD travaux dirigés

TH Thèses de doctorat

TICE Technologies de l'Information et de la Communication pour l'Enseignement

TINOV Alliages de Titane inNOVants élaborés par frittage flash : relation entre le renfort, la microstructure et les propriétés tribologiques

TMDI Tribologie, Matériaux et Dynamiques des Interfaces

TP travaux pratiques

TTIL Toulouse Tech Interlabs

TRL Technology Readyness Level

TRIPEEK Etude tribologique des nanocomposites à matrice thermoplastique PAEK : Réduction du coefficient de frottement et de l'usure par la compréhension de l'influence de la nature chimique, de la taille et du taux de renfort

UAG Université des Antilles et de la Guyane

UE unité d'enseignement

UFA Université franco-allemande

UFR Unité de Formation et de Recherche

UMR Unité Mixte et de Recherche

UPPA Université de Pau et des Pays de l'Adour

UPR Unité Propre et de Recherche

UPS Université Paul Sabatier

VASP The Vienna Ab initio Simulation Package

VC volume de contrôle

XANES X-ray Absorption Near Edge Structure

XAS X-ray Absorption Spectroscopy

XPS X-ray Photoelectron Spectroscopy

Table des figures

1.1	Université des Antilles, pôle Guadeloupe	7
1.2	Institut Universitaire de Formation des Maîtres de Guadeloupe.	8
1.3	Évolution des heures d’enseignement de 2002 à 2008	10
2.1	École Nationale d’Ingénieurs de Tarbes	13
2.2	Évolution des heures d’enseignement de 2009 à 2020	17
3.1	Résumé graphique des études pré-doctorales	36
3.2	Institut des Matériaux Jean Rouxel à Nantes	37
3.3	Résumé graphique sur les matériaux pour électrode de batterie	38
3.4	Résumé graphique de la thèse de doctorat	40
4.1	Le laboratoire Génie de Production à Tarbes	42
4.2	L’équipe Interfaces et Matériaux Fonctionnels en 2015	43
4.3	Carte heuristique des partenariats	44
4.4	Carte heuristique des formations par la recherche	46
4.5	Le triplet tribologique	49
4.6	Échelle de maturité	50
4.7	Les sites d’accommodation tribologique	51
4.8	Le circuit tribologique	53
4.9	Compétition entre Q_s et Q_u	53
4.10	Tribomètre environnemental et cardan	55
4.11	UMT Tribolab de Bruker	57
4.12	Anneau avec l’emplacement des thermocouples	61
4.13	Montage de la caméra infrarouge avec le tribomètre	62
4.14	Bibliométrie sur la tribologie et la spectroscopie Raman - 1	63
4.15	Bibliométrie sur la tribologie et la spectroscopie Raman - 2	63
4.16	Un mode de vibration en spectroscopie Raman	64
4.17	Microstructure des composites à matrice acier avec du WS_2 et du h-BN	66
4.18	Coefficient de frottement des composites à matrice acier contenant du WS_2 et du h-BN	67
4.19	Taux d’usure des composites à matrice	68
4.20	Particules d’usure observées au MEB provenant du couple acier/acier fritté par SPS	69
4.21	Particules d’usure observées au MEB provenant du couple acier/composites à matrice acier avec WS_2	69
4.22	Particules d’usure observées au MEB provenant du couple acier / composites à matrice acier avec h-BN	69

4.23	Coefficient de frottement et taux de matière déplacée en fonction de la dureté	70
4.24	Microstructures des composites à matrice cobalt	73
4.25	Coefficients de frottement des composites à matrice Stellite contenant du WS ₂ et d'h-BN	73
4.26	Taux de transfert des composites à matrice Stellite	74
4.27	Particules d'usure observées au MEB provenant du couple acier / de l'alliage de cobalt fritté par SPS	75
4.28	Particules d'usure observées au MEB provenant du couple acier / composites à matrice cobalt avec WS ₂	75
4.29	Particules d'usure observées au MEB provenant du couple acier / composites à matrice cobalt avec h-BN	75
4.30	oefficient de frottement et taux de transfert en fonction de la dureté des composites à matrice Stellite	76
4.31	Coefficient de frottement et taux de transfert en fonction de la dureté des composites à matrice métallique	78
4.32	Microstructure du SiC	80
4.33	Anneaux de carbure de silicium endommagé après un essai tribologique	81
4.34	Coefficient de frottement pour le couple SiC/SiC et C _{n-i} /SiC	82
4.35	Coefficient de frottement en fonction de <i>PV</i> et de la puissance dissipée pour le couple SiC/SiC et C/SiC	82
4.36	Représentations graphiques du coefficient de frottement en fonction de l'usure linéaire et usure linéaire en fonction de la puissance dissipée pour le couple SiC/SiC et C _{n-i} /SiC	82
4.37	Température de contact en fonction de la puissance dissipée pour le couple SiC/SiC et C _{n-i} /SiC	83
4.38	Débris issus d'un essais SiC/SiC	84
4.39	Micrographie et cartographie élémentaire de débris après un essais SiC/SiC	84
4.40	Images des bagues en SiC et en C _{n-i} après un test tribologique	85
4.41	Micrographies du tribofilm après un essais C _{n-i} /SiC	85
4.42	Circuit tribologique pour le couple SiC/SiC	86
4.43	Circuit tribologique pour le couple C _{n-i} /SiC	87
4.44	Cartes EDS du matériau imprégné à l'intérieur de la matrice carbographe.	89
4.45	Rapport entre la force normale et la force tangentielle pour les couples SiC/SiC, C _{n-i} /SiC et C _i /SiC	90
4.46	Coefficient de frottement en fonction de l'usure linéaire pour tous les couples de SiC et de carbographites	90
4.47	Coefficient de frottement et usure linéaire en fonction de <i>PV</i> pour tous les couples de SiC et de carbographites	91
4.48	Usure linéaire en fonction de la puissance dissipée pour tous les couples de SiC et de carbographites	91
4.49	Variation entre la température du contact et la température extérieure en fonction de <i>PV</i> pour tous les couples de SiC et de carbographites	92

4.50	Variation entre la température du contact et la température extérieure en fonction de la puissance dissipée pour tous les couples de SiC et de carbographites	92
4.51	Tribofilms observés au MEB pour le couple C_{Sb}/SiC	93
4.52	Tribofilms observés au MEB pour le couple C_{PTFE}/SiC	94
4.53	Cartographies élémentaires à la surface des 3 couples de matériaux, C_{PF}/SiC , C_{Sb}/SiC , C_{PTFE}/SiC	94
4.54	Spectres Ramans du tribofilm après un essai C_{Sb}/SiC	95
4.55	Cartographie des contraintes mécaniques	96
4.56	Variation de la contrainte mécanique due au frottement-1	97
4.57	Variation de la contrainte mécanique due au frottement-2	97
4.58	Détail du coefficient de frottement pour les quatre couples de SiC et de carbographites imprégnés	99
4.59	Évolution de la température de contact et de sa dérivée temporelle pour les quatre tribopaires	100
4.60	Coefficient de partage en fonction de la puissance dissipée et de la diffusivité des carbographites	101
4.61	Variation de la température de contact en fonction de la diffusivité des carbographites et de la puissance dissipée	101
4.62	Taux d'usure en fonction de la puissance dissipée.	101
4.63	Mesures et image couplées d'un essai tribologique couplé à une caméra thermique	102
4.64	Taux de cristallinité χ_c dans le PEEK et les composites	106
4.65	Module de conservation E' dans les composites	107
4.66	Module de conservation E'' dans les composites	108
4.67	Évolution de la profondeur en fonction de la largeur de la trace d'usure pour le PEEK et ses composites chargés de particules lamellaires	109
4.68	Évolution de la profondeur en fonction du coefficient de frottement pour le PEEK et ses composites chargés de particules lamellaires	110
4.69	Traces d'usure du PEEK chargé de graphite _(m)	111
4.70	Traces d'usure du PEEK chargé h-BN _(m)	111
4.71	Évolution de la profondeur en fonction de la largeur de la trace d'usure pour le PEEK et ses composites chargés de particules granulaires	112
4.72	Évolution de la profondeur en fonction du coefficient de frottement pour le PEEK et ses composites chargés de particules granulaires	113
4.73	Traces d'usure du PEEK chargé d'alumine _(m)	113
4.74	Traces d'usure du PEEK chargé de SiC _(m)	114
4.75	Spectre Raman du PEEK semi-cristallin à 12 et 24 % et cartographies du PEEK avec 2,5 % de SiC _(m)	114
4.76	Évolution du taux de cristallinité du PEEK et du PEEK-SiC pendant un essai tribologique	115
4.77	Évolution du taux de cristallinité du PEEK SiC en fonction de la taille du renfort et à la suite d'essais tribologiques	116
5.1	Les volumes et surfaces de contrôle	120
5.2	Les entrées et les sorties de chaque VC	120

5.3	Variation de la quantité de matière dans le système tribologique . .	122
5.4	Diagramme d'énergie du système tribologique	124
5.5	Dissipation de la chaleur dans le système tribologique	125

Liste des tableaux

1.1	Bilan des cours réalisés durant la période doctorale	11
2.1	Bilan des cours proposé en FISE	15
2.2	Bilan des cours proposé en FISA	16
4.1	Conditions opératoires du tribomètre environnemental	55
4.2	Conditions opératoires de l'UMT Tribolab	56
4.3	Paliers de vitesses pour les essais à charge constante	60
4.4	Paliers de charge pour les essais à vitesse constante	60
4.5	Matériaux et duretés Vickers des différents composites à matrice acier	66
4.6	Tableau des débits du circuit tribologique pour le couple acier avec le composite à matrice acier	71
4.7	Dureté Vickers des différents composites à matrice Stellite	72
4.8	Tableau des débits du circuit tribologique pour le couple acier avec le composite à matrice cobalt	77
4.9	Propriétés mécaniques et thermiques du SiC et du carbographe	80
4.10	Tableau des débits du circuit tribologique pour le couple SiC/SiC et C _{n-i} /SiC	87
4.11	Propriétés mécaniques et thermiques du carbographe et des car- bographites imprégnés	89
4.12	Récapitulatif de μ , k , a , δT et α initial et final pour les 4 couples C/SiC.	99
4.13	Tableau des débits du circuit tribologique pour le couple C _{n-i} /SiC .	103
4.14	Tableau des débits du circuit tribologique pour le couple acier avec le composite à matrice PEEK	116

Bibliographie

- [1] **Delbé, Karl**. Le métier d'enseignants-chercheurs : un parcours du doctorat à l'éméritat. Technical report, CIES Aquitaine Outremer, Université des Antilles Guyane, 2005. Rapport d'atelier.
- [2] **Delbé, Karl**. La mobilité dans l'enseignement supérieur. Technical report, CIES Aquitaine Outremer, Université des Antilles Guyane, 2005. Rapport d'atelier.
- [3] **Delbé, Karl** and Doumeng, Marie and Jlaiel, Khouloud and Paris, Jean-Yves. Améliorer l'interaction étudiants/enseignants pour renforcer l'acquisition de compétences : Cas des TP de thermodynamique à l'ÉNIT. In *Journée pédagogique de l'ÉNIT*, Tarbes, France, june 2019.
- [4] Robert H. Savage. Graphite lubrication. *Journal of Applied Physics*, 19(1) :1–10, 1948.
- [5] **Delbé, Karl**. *Contribution à la compréhension des propriétés tribologiques intrinsèques de composés lamellaires : application aux composés d'intercalation du graphite*. PhD thesis, Université des Antilles-Guyane, 2008.
- [6] O. K. Andersen, Z. Pawlowska, and O. Jepsen. Illustration of the linear-muffin-tin-orbital tight-binding representation : Compact orbitals and charge density in si. *Phys. Rev. B*, 34 :5253–5269, Oct 1986.
- [7] **Delbé, Karl**. Calculs de structure de bandes des lubrifiants solides. Master's thesis, Université des Antilles et de la Guyane, 2000.
- [8] **Delbé, Karl**. Étude des interactions électroniques dans les lubrifiants à structure lamellaire. Technical report, Université des Antilles et de la Guyane, 2001.
- [9] **Delbé, Karl**. Étude des influences environnementales des expériences de tribologie sur des lubrifiants solides. Technical report, Université des Antilles et de la Guyane, 2001.
- [10] Golabkan, Vanyna and Mansot, Jean-Louis and Thomas, Philippe and A .M. Marie, Golub, Alexandre S. and Danot, Michel and Boucher, Florent and **Delbé, Karl** and Moreau, Philippe. Charge transfer evidence by EELS in intercalated low dimensional compounds : correlation to tribological properties. In *SALSA 2002*, Guadeloupe, France, mai 2002.

- [11] Mansot, Jean-Louis and **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Romana, Laurence and Boucher, Florent and Moreau, Philippe. Charge Transfer Evidence by EELS in Intercalated lamellar Compound : Correlation to Tribological Properties. In *XIVth meeting of Caribbean Academy of Science*, Trinidad, Trinidad and Tobago, 2004.
- [12] Thomas, Philippe and Mansot, Jean-Louis and Célestine, Brigitte and **Delbé, Karl**. Influence of oxygen on the tribological properties of lamellar solid lubricants : the case of NiPS₃. In *32th Leeds Lyon Symposium on Tribology & Tribochemistry Forum 2005*, Lyon, France, september 2005.
- [13] Mansot, Jean-Louis and **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Golabkan, Vanyana and Moreau, Philippe and Ouvrard, Guy. Composés de basse dimensionalité : tentative de corrélation propriétés tribologiques – structure électronique. In *Congrès annuel du Groupement Français des Composés d’Intercalation, GFECI*, Murol, France, 2003.
- [14] Mansot, Jean-Louis and Thomas, Philippe and Mauricot, Robert and Golabkan, Vanyana and **Delbé, Karl** and Boucher, Florent. Propriétés tribologiques des composés d’intercalation de NbSe₂ et MoS₂. Corrélation avec l’évolution de leurs structures électroniques. In *Congrès annuel du Groupement Français des Composés d’Intercalation, GFECI*, Murol, France, 2003.
- [15] **Delbé, Karl**. Simulation des spectres de ELNES et XANES par l’utilisation des premiers principes. Application à l’étude du système Li_{1+x}V₃O₈. Master’s thesis, Université de Nantes, France, 2002.
- [16] Boucher, Florent and Bourgeon, Nelly and **Delbé, Karl** and Moreau, Philippe and Guyomard, Dominique and Ouvrard, Guy. Study of Li_{1+x}V₃O₈ by band structure calculations and spectroscopies. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 67(5-6) :1238–1242, 2006.
- [17] Moreau, Philippe and Mauchamp, Vincent and Boucher, Florent and Monconduit, Laure and Doublet, Marie-Liesse and Diaz, Pilar and Sandu, I. and **Delbé, Karl** and Guyomard, Dominique and Ouvrard, Guy and García-Alvarado, Flaviano. Apports de la spectroscopie de perte d’énergie des électrons à l’étude de matériaux pour batteries au lithium. In *Matériaux 2006*, Dijon, France, 2006.
- [18] Dubois, Marc and Guérin, Katia and Giraudet, Jérôme and Pilichowski, Jean-François and Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Mansot, Jean-Louis and Hamwi, André. Direct fluorination of poly (p-phenylene). *Polymer*, 46(18) :6736–6745, 2005.
- [19] Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Himmel, David and Mansot, Jean-Louis and Cadoré, Franck and Guérin, Katia and Dubois, Marc and Delabarre, Céline and Hamwi, André. Tribological properties of low-temperature graphite fluorides. Influence of the structure on the lubricating performances. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 67(5-6) :1095–1099, 2006.

- [20] Bilas, Philippe. and Romana, Laurence and Bade, François and **Delbé, Karl** and Mansot, Jean-Louis. Speed and Atmosphere Influences on Nanotribological Properties of NbSe₂. *Tribology Letters*, 34(1) :41–48, 2009.
- [21] **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Himmel, David and Mansot, Jean-Louis and Dubois, Marc and Guérin, Katia and Delabarre, Céline and Hamwi, André. Tribological properties of room temperature fluorinated graphite heat-treated under fluorine atmosphere. *Tribology letters*, 37(1) :31, 2010.
- [22] Bilas, Philippe and Romana, Laurence and **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Mauricot, Robert and Mansot, Jean-Louis. Influence of atmospheric environment on nanotribologic properties of NbSe₂ lamellar compounds. In *32th Leeds Lyon Symposium on Tribology & Tribochemistry Forum 2005*, Lyon, France, september 2005.
- [23] Bilas, Philippe and Romana, Laurence and Bade, François and **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Mansot, Jean-Louis. Nano friction of low dimensional compounds using Atomic and Lateral Force Microscopy : toward an atomic interpretation. In *XVth meeting of Caribbean Academy of Science*, Guadeloupe, France, may 2006.
- [24] **Delbé, Karl** and Thomas, Phillippe and Emery, Nicolas and Hérold, Claire and Boucher, Florent and Buisson, Jean-Pierre and Lagrange, Philippe and Mansot, Jean-Louis. Band structure calculations applied to structural determination of graphite intercalation compounds : the case of CaC₆. In *XVth meeting of Caribbean Academy of Science*, Guadeloupe, France, may 2006.
- [25] Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Himmel, David and Mansot, Jean-Louis and Delabarre, Céline and Dubois, Marc and Guérin, Katia and Hamwi, André. Lubricating performances of room temperature highly fluorinated graphites heat-treated under fluorine atmosphere. In *Carbon 2007*, Seattle, U.S.A., 2007.
- [26] Mansot, Jean-Louis and **Delbé, Karl** and Himmel, David and Thomas, Philippe and Bercion, Yves. Tribo-synthesis of lithium intercalated graphite compounds. In *Abstracts of Papers of the American Chemical Society*, New Orleans, U.S.A., 2008.
- [27] Nomède Martyr, Nadiège and Himmel, David and **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Mansot, Jean-Louis. Influence of oxygen on the tribological properties of lamellar solid lubricants : The case of nickel thiophosphate NiPS₃. In *Abstracts of Papers of the American Chemical Society*, New Orleans, U.S.A., 2008.
- [28] Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Himmel, David and Mansot, Jean-Louis and Dubois, Marc and Guérin, Katia and Hamwi, André. Tribological properties of fluorinated carbon nanofibres. In *Abstracts of Papers of the American Chemical Society*, New Orleans, U.S.A., 2008.

- [29] **Delbé, Karl** and Himmel, David and Himmel, Jean-Louis and Thomas, Philippe and Bercion, Yves and Boucher, Florent and Billaud, Denis. Tribological properties of graphite intercalation compound : Correlation to their electronic structure. In *Abstracts of Papers of the American Chemical Society*, New Orleans, U.S.A., 2008.
- [30] Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Himmel, David and Bilas, Philippe and Mansot, Jean-Louis and Zhang, Wei and Dubois, Marc and Guérin, Katia and Hamwi, André. Tribologic properties of fluorinated carbon nano / micro particles. In *Theoretical Modeling and Experimental Simulation in Tribology*, Cargese, France, 2010.
- [31] **Delbé, Karl** and Himmel, David and Mansot, Jean-Louis and Thomas, Philippe and Bercion, Yves and Boucher, Florent and Billaud, Denis. Tribological properties of graphite intercalation compounds : correlation to their electronic structure. In *Theoretical Modeling and Experimental Simulation in Tribology*, Cargese, France, 2010.
- [32] **Delbé, Karl** and Mansot, Jean-Louis and Thomas, Philippe and Bercion, Yves and Boucher, Florent and Billaud, Denis. Tribological properties of graphite intercalation compounds : correlation to their electronic structure. In *STLE annual meeting*, Las Vegas, U.S.A., may 2010.
- [33] Mansot, Jean-Louis and **Delbé, Karl** and Baranek, Philippe and Thomas, Philippe and Boucher, Florent and Vangelisti, René and Billaud, Denis. Experimental and theoretical investigations of friction properties of graphite intercalated compounds. In *40th Leeds-Lyon Symposium on Tribology & Tribochemistry Forum*, Lyon, France, september 2013.
- [34] Mansot, Jean-Louis and **Delbé, Karl** and Baranek, Philippe and Boucher, Florent and Thomas, Philippe. On the Friction Properties of Lamellar Compounds. In *XVth meeting of Caribbean Academy of Science*, Tobago, Trinidad and Tobago, november 2014.
- [35] **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Himmel, Davis and Mansot, Jean-Louis and Haelman, Levi and Billaud, Denis. Les composés d'intercalation du graphite : étude du comportement tribologique intrinsèque. In *Congrès annuel du Groupement Français des Composés d'Intercalation, GFECI*, Lacanau, France, 2004.
- [36] **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Mansot, Jean-Louis and Guérin, Katia and Dubois, Marc and Hamwi, André. Propriétés tribologiques de graphites intercalés : corrélation avec la structure électronique. In *Congrès annuel du Groupement Français des Composés d'Intercalation, GFECI*, Clermont-Ferrand, France, 2005.
- [37] **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Mansot, Jean-Louis and Dailly, Anne and Billaud, Denis. Propriétés électroniques de graphites intercalés : étude des propriétés tribologiques intrinsèques. In *Congrès annuel du Groupement Français des Composés d'Intercalation, GFECI*, Clermont-Ferrand, France, 2005.

- [38] Guérin, Katia and Delabarre, Céline and Dubois, Marc and Giraudet, Jérôme and Hamwi, André and Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Mansot, Jean Louis. Propriétés électrochimiques et tribologiques de fluorures de graphite préparés à basse température. In *Groupe Français d'Étude des Carbones, GFEC*, Saint-Agnan-en-Morvan, France, 2005.
- [39] **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Emery, Nicolas and Hérold, Claire Boucher, Florent and Buisson, Jean-Pierre and Lagrange, Pierre and Mansot, Jean Louis. Composés d'intercalation du graphite : approche structurale par calcul de structure de bandes. In *Congrès annuel du Groupement Français des Composés d'Intercalation, GFECI*, Grenoble, France, 2006.
- [40] Guérin, Katia and Dubois, Marc and Delabarre, Céline and Giraudet, Jérôme and Chamssedine, Fadel and Claves, Daniel and Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Mansot, Jean-Louis and Yazami, Rachid and Hamwi, André. Nouvelles générations de carbones fluorés. In *Matériaux 2006*, Dijon, France, 2006.
- [41] Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Mansot, Jean-Louis and Boucher, Florent and Billaud, Denis. Étude des performances tribologiques de composés d'intercalation du graphite : une nouvelle voie pour aborder la compréhension des propriétés réductrices de frottement des matériaux lamellaires. In *Congrès annuel du Groupement Français des Composés d'Intercalation, GFECI*, Saint-Dié-des-Vosges, France, 2007.
- [42] **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Himmel, David and Mansot, Jean-Louis and Guérin, Katia and Delabarre, Céline and Hamwi, André. Propriétés tribologiques de graphites fluorés synthétisés à basse température : influence de la structure sur les propriétés réductrices de frottement. In *Congrès annuel du Groupement Français des Composés d'Intercalation, GFECI*, Saint-Dié-des-Vosges, France, 2007.
- [43] Maurice Godet. The third-body approach : a mechanical view of wear. *Wear*, 100(1-3) :437–452, 1984.
- [44] Yves Berthier. *Mécanismes et tribologie*. PhD thesis, Lyon, INSA, 1988.
- [45] J Denape, Yves Berthier, and L Vincent. Wear particle life in a sliding contact under dry conditions : third body approach. In *Fundamentals of tribology and bridging the gap between the macro-and micro/nanoscales*, pages 393–411. Springer, 2001.
- [46] Jean Denape. Third body concept and wear particle behavior in dry friction sliding conditions. In *key engineering materials*, volume 640, pages 1–12. Trans Tech Publ, 2015.
- [47] Y Berthier, L Vincent, and M Godet. Velocity accommodation sites and modes in tribology. *European journal of mechanics. A. Solids*, 11(1) :35–47, 1992.

- [48] Lafon-Placette, Stéphanie. *Performances tribologiques d'un carbure de silicium pour paliers d'étanchéité dynamique fonctionnant en conditions sévères*. PhD thesis, Université de Toulouse, 2015. production scientifique issues de la thèse : 1 ACL, 1 ACTI, 2 ACTN et 2 COM.
- [49] Lafon-Placette, Stéphanie and **Delbé, Karl** (✉) and Denape, Jean and Ferrato, Marc. Tribological characterization of silicon carbide and carbon materials. *Journal of the European Ceramic Society*, 35(4) :1147–1159, 2015.
- [50] Nicolas Fillot, Ivan Iordanoff, and Yves Berthier. Simulation of wear through mass balance in a dry contact. *J. Trib.*, 127(1) :230–237, 2005.
- [51] Nicolas Fillot, Ivan Iordanoff, and Yves Berthier. Modelling third body flows with a discrete element method—a tool for understanding wear with adhesive particles. *Tribology International*, 40(6) :973–981, 2007.
- [52] Tribomètres et essais tribologiques. référence, TRI2010 V1 Paris, Techniques de l'ingénieurs.
- [53] Adib Soufiane Adamou, Jean Denape, Jean-Yves Paris, and Éric Andrieu. Mise au point d'un tribomètre environnemental : application l'étude d'un alliage base nickel. *Tribologie et conception mécanique, JIFT*, 2006 :95–106, 2004.
- [54] Adib Soufiane Adamou. *Comportement tribologique et réactivité de l'alliage 718 en atmosphère contrôlée et à haute température*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2005.
- [55] Jean-Claude Salabura, Adib Soufiane Adamou, Jean Denape, Jean-Yves Paris, and Éric Andrieu. Conception d'un tribomètre environnemental pour l'étude de la réactivité des surfaces frottantes. *Mécanique & industries*, 7(3) :311–315, 2006.
- [56] Salem, Mohamed Medhat and De Luycker, Emmanuel and **Delbé, Karl** and Fazzini, Marina and Ouagne, Pierre. Experimental investigation of vegetal and synthetic fabrics cohesion in order to prevent the tow sliding defect via frictional and pull-out test. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 139 :106083, 2020.
- [57] G Amontons. Du frottement de diverses matières les unes contre les autres - histoire de l'académie royale des sciences. In *Mémoire de Mathématique et de Physique*, pages 105–110. Imprimerie Royal-Paris.
- [58] John Frederick Archard. Contact and rubbing of flat surfaces. *Journal of Applied Physics*, 24 :918–988, 1953.
- [59] Jean Denape and Najib Laraqi. Aspect thermique du frottement : mise en évidence expérimentale et éléments de modélisation. *Mécanique & industries*, 1(6) :563–579, 2000.
- [60] D Foulon, M Watremez, JP Bricout, and J Oudin. Caractérisation thermomécanique de disques de frein ferroviaires multimatériaux. *Matériaux & Techniques*, 83(10-11) :3–12, 1995.

- [61] P. Colomban. Imagerie raman de matériaux et dispositifs nano/microhétérogènes. volume base documentaire : TIB186DUO. Editions T.I., 2015. fre.
- [62] THC Childs. The sliding wear mechanisms of metals, mainly steels. *Tribology international*, 13(6) :285–293, 1980.
- [63] Yoshitada Watanabe. Contact characteristics of new self-lubricating composite materials. *IEICE TRANSACTIONS on Electronics*, 77(10) :1662–1667, 1994.
- [64] Y Pauleau, N Marechal, P Juliet, A Rouzaud, C Zimmermann, and R Gras. Sputter-deposited lubricant thin films for high-temperature applications. *Lubrication engineering*, 52(6), 1996.
- [65] Harold E. Sliney. Solid lubricant materials for high temperatures—a review. *Tribology International*, 15(5) :303–315, 1982.
- [66] Alfred Lipp, Karl A Schwetz, and Klaus Hunold. Hexagonal boron nitride : fabrication, properties and applications. *Journal of the European Ceramic Society*, 5(1) :3–9, 1989.
- [67] Baiming Chen, Qinling Bi, Jun Yang, Yanqiu Xia, and Jingcheng Hao. Tribological properties of solid lubricants (graphite, h-bn) for cu-based p/m friction composites. *Tribology international*, 41(12) :1145–1152, 2008.
- [68] JD Bolton and AJ Grant. Liquid phase sintering of metal matrix composites containing solid lubricants. *Journal of materials processing technology*, 56(1-4) :136–147, 1996.
- [69] Inoue Kiyoshi. Apparatus for electrically sintering discrete bodies, May 10 1966. US Patent 3,250,892.
- [70] Inoue Kiyoshi. Electric-discharge sintering, March 22 1966. US Patent 3,241,956.
- [71] Claude Estournes. Mise en forme de matériaux par frittage flash.
- [72] Orozco Gomez, Solisabel and **Delbé, Karl** (✉) and Benitez, Alberto and Paris, Jean-Yves and Denape, Jean. High temperature tribological behaviour of metal matrix composites produced by SPS. *Key Engineering Materials*, 482 :89–100, 2011.
- [73] **Delbé, Karl** and Paris, Jean-Yves and Denape, Jean. Tribological behaviour of solid lubricant inserted in steel matrix composites. In *International Symposium on Aircraft Materials, ACMA 2012*, Fez, Marroco, 2012.
- [74] **Delbé, Karl** and Orozco-Gomez, Solisabel and Benitez, Alberto and Paris, Jean-Yves and Denape, Jean. Nouveaux composites à matrice métalliques pour applications tribologiques à chaud. In *Journées Internationales Françaises de Tribologie*, Obernai, France, 2011.

- [75] Orozco-Gomez, Solisabel. Caractérisation tribologique á haute température de matériaux composites á matrice métallique. Technical report, École Nationale d'ingénieurs de Tarbes, France, 2009. Rapport de stage d'application.
- [76] Aleksey Falin, Qiran Cai, Elton JG Santos, Declan Scullion, Dong Qian, Rui Zhang, Zhi Yang, Shaoming Huang, Kenji Watanabe, Takashi Taniguchi, et al. Mechanical properties of atomically thin boron nitride and the role of interlayer interactions. *Nature communications*, 8(1) :1–9, 2017.
- [77] C. Yelgel, Ö. C. Yelgel, and O. Gülseren. Structural and electronic properties of mos_2 , ws_2 , and ws_2/mos_2 heterostructures encapsulated with hexagonal boron nitride monolayers. *Journal of Applied Physics*, 122(6) :065303, 2017.
- [78] **Delbé, Karl** (✉) and Orozco-Gomez, Solisabel and Carrillo Mancuso, Juan Manuel and Paris, Jean-Yves and Denape, Jean. Tribological behaviour of stellite matrix composites for high temperatures applications. *Key Engineering Materials*, 498 :89–101, 2012.
- [79] Orozco-Gomez, Solisabel. Étude du comportement tribologique á haute température de composites á matrice stellite préparé par frittage flash et renforcés avec des lubrifiants solides. Master's thesis, École Nationale d'ingénieurs de Tarbes, France, 2010. Rapport de projet de fin d'étude.
- [80] Association des roulements des transmissions de l'étanchéité et de la mécanique. Garnitures mécaniques d'étanchéité - technologie. In *Techniques de l'ingénieur*. Éditions T.I., 2012.
- [81] Michael Huebner and Lionel A. Young. *Materials for Mechanical Seals*, pages 2173–2184. Springer US, Boston, MA, 2013.
- [82] Bragg, William Henry. *An introduction to crystal analysis*. ltd., 1928.
- [83] Vasilis Lavrakas. Textbook errors : Guest column. xii : The lubricating properties of graphite. *Journal of chemical education*, 34(5) :240, 1957.
- [84] H Zaidi, D Paulmier, A Jeanmaire, and H Nery. Behaviour of graphite in friction under various environments : Connection with the surface reactivity. *Surface science*, 251 :778–781, 1991.
- [85] Philippe Stempflé and Jürgen von Stebut. Nano-mechanical behaviour of the 3rd body generated in dry friction—feedback effect of the 3rd body and influence of the surrounding environment on the tribology of graphite. *Wear*, 260(6) :601–614, 2006.
- [86] N Kumar, S Dash, AK Tyagi, and Baldev Raj. Super low to high friction of turbostratic graphite under various atmospheric test conditions. *Tribology international*, 44(12) :1969–1978, 2011.
- [87] Mohamed Gouider. *Tribologie des composites Carbone/Carbone : Échelles et contributions relatives de la mécanique et de la physico-chimie*. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2004.

- [88] K Wakely. Mechanical seals : some developments in face materials. *Tribology international*, 19(4) :198–203, 1986.
- [89] GA Jones. On the tribological behaviour of mechanical seal face materials in dry line contact : Part ii. bulk ceramics, diamond and diamond-like carbon films. *Wear*, 256(3-4) :433–455, 2004.
- [90] Lafon-Placette, Stéphanie and Delbé, Karl and Denape, Jean and Ferrato. Dry sliding friction of silicon carbide against carbon-graphite in severe conditions. In *ECERS XIII*, Limoges, France, june 2013.
- [91] Lafon-Placette, Stéphanie and Delbé, Karl and Weleman, Hélène and Denape, Jean and Ferrato, Marc and Chéreau, Patrick. Tribological behavior of a silicon carbide/carbon dry contact. In *World Tribology Congress, WTC 2013*, Torino, Italy, 2013.
- [92] Lafon-Placette, Stéphanie and Delbé, Karl and Weleman, Hélène and Denape, Jean and Ferrato, Marc. Thermal behavior of silicon carbide/carbon tribological tests. In *International Symposium on Aircraft Materials, ACMA 2014*, Marrakech, Morocco, 2014.
- [93] Delbé, Karl and Lafon-Placette, Stéphanie and Denape, Jean and Ferrato, Marc. Corrélation entre dégradations tribologiques et dissipation thermique dans une couple carbure de silicium et carbone-graphite. In *Matériaux 2014*, Montpellier, France, 2014.
- [94] Lafon-Placette, Stéphanie and Delbé, Karl and Weleman, Hélène and Denape, Jean and Ferrato, Marc. Corrélation entre dégradation tribologique et dissipation thermique dans un couple carbure de silicium et carbone-graphite. In *Matériaux 2014*, Montpellier, France, nov 2014.
- [95] Delbé, Karl and Lafon-Placette, Stéphanie and Denape, Jean and Ferrato, Marc. Effect of impregnant on tribological behavior of silicon carbide and carbon-graphite pairs. In *Wear of Material*, Toronto, Canada, 2015.
- [96] S Chinowsky. Friction and wear of carbon-graphite materials. *ASM International, ASM Handbook*, 18 :816–819, 1992.
- [97] Richard W Bemmam . Method of making a teflon bearing, november 1961. US Patent 3,155,441 A.
- [98] Chaokang Chu and James R. Hanrahan. Low friction, abrasion-resistant bearing materials, february 2004. US Patent 7,147,378 B2.
- [99] G Mestl, P Ruiz, B Delmon, and H Knozinger. Sb₂O₃/Sb₂O₄ in reducing/oxidizing environments : an in situ raman spectroscopy study. *The Journal of Physical Chemistry*, 98(44) :11276–11282, 1994.
- [100] DW Zeng, CS Xie, BL Zhu, and WL Song. Characteristics of Sb₂O₃ nanoparticles synthesized from antimony by vapor condensation method. *Materials Letters*, 58(3-4) :312–315, 2004.

- [101] J. Liu and Y. K. Vohra. Raman modes of 6H polytype of silicon carbide to ultrahigh pressures : A comparison with silicon and diamond. *Phys Rev Lett*, 72(26) :4105–4108, 1994.
- [102] T.L. Schindler and Y. K. Vohra. A micro-Raman investigation of high-pressure quenched graphite. *J Phys-Condens Mat*, 7(47) :L637, 1995.
- [103] **Delbé, Karl** and Lafon-Placette, Stéphanie and Denape, Jean and Ferrato, Marc. How impregnation can modify tribological performances of a pair of rings in silicon carbide and carbon-graphite during dry sliding. In *16th European Conference on Applications of Surface and Interface Analysis, ECASIA 15*, Grenada, Spain, 2015.
- [104] **Delbé, Karl** and Lafon-Placette, Stéphanie and Denape, Jean and Ferrato, Marc. Evolution des propriétés mécaniques de surface suivie par spectrométrie Raman sur des couples en carbure de silicium et en carbones imprégnés. In *Matériaux 2014*, Montpellier, France, 2014.
- [105] **Delbé, Karl** and Lafon-Placette, Stéphanie and Denape, Jean and Ferrato, Marc. Évolution des propriétés mécaniques de surface suivie par spectrométrie Raman sur des couples en carbure de silicium et en carbones imprégnés. In *Matériaux 2014*, Montpellier, France, nov 2014.
- [106] **Delbé, Karl** and Lafon-Placette, Stéphanie and Denape, Jean and Ferrato, Marc. How impregnation can modify tribological performances of a pair of rings in silicon carbide and carbon-graphite during dry sliding. In *16th European Conference on Applications of Surface and Interface Analysis (ECASIA '15)*, Granada, Spain, sep 2015.
- [107] TE Attwood, PC Dawson, JL Freeman, LRJ Hoy, JB Rose, and PA Staniland. Synthesis and properties of polyaryletherketones. *Polymer*, 22(8) :1096–1103, 1981.
- [108] JB Rose and PA Staniland. Thermoplastic aromatic polyketones. *European Patent 0001879B2*, 22, 1978.
- [109] FJ Medellin-Rodriguez and PJ Phillips. Crystallization and structure-mechanical property relations in poly (aryl ether ether ketone)[peek]. *Polymer Engineering & Science*, 30(14) :860–869, 1990.
- [110] Steven M Kurtz and John N Devine. Peek biomaterials in trauma, orthopedic, and spinal implants. *Biomaterials*, 28(32) :4845–4869, 2007.
- [111] Marco Regis, Alex Lanzutti, Pierangiola Bracco, and Lorenzo Fedrizzi. Wear behavior of medical grade PEEK and CFR PEEK under dry and bovine serum conditions. *Wear*, 408-409 :86–95, may 2018.
- [112] Abid Haleem and Mohd Javaid. Polyether ether ketone (peek) and its manufacturing of customised 3d printed dentistry parts using additive manufacturing. *Clinical Epidemiology and Global Health*, 7(4) :654–660, 2019.

- [113] DJ Blundell and BN Osborn. The morphology of poly (aryl-ether-ether-ketone). *Polymer*, 24(8) :953–958, 1983.
- [114] MY Boluk and HP Schreiber. Interfacial interactions and the properties of filled polymers : I. dynamic-mechanical responses. *Polymer composites*, 7(5) :295–301, 1986.
- [115] J Kubat, M Rigdahl, and M Welander. Characterization of interfacial interactions in high density polyethylene filled with glass spheres using dynamic-mechanical analysis. *Journal of Applied Polymer Science*, 39(7) :1527–1539, 1990.
- [116] Alfred J Crosby and Jong-Young Lee. Polymer nanocomposites : the “nano” effect on mechanical properties. *Polymer reviews*, 47(2) :217–229, 2007.
- [117] A. Schallamach. A theory of dynamic rubber friction. *Wear*, 6(5) :375–382, 1963.
- [118] S.M. Aharoni. Wear of polymers by roll-formation. *Wear*, 25(3) :309–327, 1973.
- [119] B. Best and P. Meijers and A.R. Savkoor. The formation of schallamach waves. *Wear*, 65(3) :385–396, 1981.
- [120] J K Agbenyega, G Ellis, P J Hendra, W F Maddams, C Passingham, H A Willis, and J Chalmers. Applications of Fourier Transform Raman spectroscopy in the synthetic polymer field. *Spectrochimica Acta Part A : Molecular Spectroscopy*, 46(2) :197–216, 1990.
- [121] B.J. Briscoe, B.H. Stuart, P.S. Thomas, and D.R. Williams. A comparison of thermal- and solvent-induced relaxation of poly(ether ether ketone) using Fourier transform Raman spectroscopy. *Spectrochimica Acta Part A : Molecular Spectroscopy*, 47(9-10) :1299–1303, January 1991.
- [122] B H Stuart and B J Briscoe. A Fourier transform Raman spectroscopy study of poly (ether ether ketone)/polytetrafluoroethylene (PEEK/PTFE) blends. *Spectrochimica Acta Part A : Molecular Spectroscopy*, 50(11) :2005–2009, 1994.
- [123] B H Stuart. Polymer crystallinity studied using Raman spectroscopy. *Vibrational Spectroscopy*, 10(2) :79–87, 1996.
- [124] G Ellis, M Naffakh, C Marco, and P J Hendra. Fourier transform Raman spectroscopy in the study of technological polymers Part 1 : poly(aryl ether ketones), their composites and blends. *Spectrochimica Acta Part A : Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 53(13) :2279–2294, 1997.
- [125] Doumeng, Marie and Makhlof, Lotfi and Berthet, Florentin and Marsan, Olivier and **Delbé, Karl** (✉) and Denape, Jean and Chabert, France. A comparative study of the crystallinity of Polyetheretherketone by using density, DSC, XRD, and Raman spectroscopy techniques. *Polymer testing*, 2020. accepted.

- [126] Doumeng, Marie and Ferry, Fabrice and **Delbé, Karl** and Mérian, Tiphaine and Chabert, France and Berthet, Florentin and Marsan, Olivier and Nassiet, Valérie and Denape, Jean. Evolution of crystallinity of PEEK and glass-fibre reinforced PEEK under tribological conditions using Raman spectroscopy. In *22nd International Conference on Wear of Materials*, Miami, U.S.A., may 2019.
- [127] Doumeng, Marie and Ferry, Fabrice and **Delbé, Karl** and Chabert, France and Berthet, Florentin and Marsan, Olivier and Denape, Jean. Étude tribologique de PEEK vierges et de PEEK renforcés avec des fibres de verre (PEEK-GF30). In *Journées Internationales Francophones de Tribologie, JIFT 2018*, Sophia Antipolis, France, may 2018.
- [128] Doumeng, Marie and Ferry, Fabrice and **Delbé, Karl** and Mérian, Tiphaine and Chabert, France and Berthet, Florentin and Marsan, Olivier and Nassiet, Valérie and Denape, Jean. Évolution de la cristallinité sous contraintes tribologiques dans le PEEK et le PEEK chargé de fibres de verre. In *Matériaux 2018*, Strasbourg, France, 2018.
- [129] Chabert, France and **Delbé, Karl** and Nassiet, Valérie. Élaboration de nanocomposites et effet des nanocharges sur les propriétés d'usage. In *Rencontre du GDR Polynano*, Paris, France, jul 2017.
- [130] Doumeng, Marie and Ferry, Fabrice and **Delbé, Karl** and Mérian, Tiphaine and Chabert, France and Berthet, Florentin and Marsan, Olivier and Nassiet, Valérie and Denape, Jean. Évolution de la cristallinité sous contraintes tribologiques dans le PEEK et le PEEK chargé de fibres de verre. In *Matériaux 2018*, Strasbourg, France, nov 2018.
- [131] Doumeng, Marie and **Delbé, Karl** and Chabert, France and Ferry, Fabrice and Marsan, Olivier and Berthet, Florentin and Denape, Jean. Evolution of Crystallinity of PEEK and Glass-Fibre Reinforced PEEK Under Tribological Conditions Using Raman Spectroscopy. In *22nd International Conference on Wear of Materials*, Miami, U.S.A., apr 2019.
- [132] Doumeng, Marie and Makhlouf, Lotfi and Vieu, Aurélien and **Delbé, Karl** and Chabert, France and Berthet, Florentin and Marsan, Olivier and Mérian, Tiphaine and Nassiet, Valérie and Denape, Jean. Étude tribologique de PEEK renforcé en nanoparticules et microparticules de carbure de silicium. In *Journées Internationales Francophones de Tribologie*, Tours, France, 2019.
- [133] Makhlouf, Lotfi. Caractérisation tribologique des matériaux composites à matrice organique (PEEK) chargés de nano et microparticules : cas du renforcement par le SiC. Master's thesis, Université de Pau et des Pays de l'Adour, Pau, France, 2018.
- [134] **Delbé, Karl** and Mansot, Jean-Louis and Thomas, Philippe and Baranek, Philippe and Boucher, Florent and Vangelisti, René and Billaud, Denis. Contribution to the understanding of tribological properties of graphite intercalation compounds with metal chloride. *Tribology Letters*, 47(3) :367–379, 2012.

- [135] Yahiaoui, Malik and Gerbaud, Laurent and Paris, Jean-Yves and **Delbé, Karl** and Denape, Jean and Dourfaye, Alfazazzi. A Study on PDC Drill Bits Quality. *Wear*, 298 - 290 :32 – 41, 2013.
- [136] Yahiaoui, Malik and Paris, Jean-Yves and **Delbé, Karl** and Denape, Jean and Gerbaud, Laurent and Colin, Christophe and Ther, Olivier and Dourfaye, Alfazazi. Quality and wear behavior of graded polycrystalline diamond compact cutters. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 56 :87–95, 2016.
- [137] Yahiaoui, Malik and Paris, Jean-Yves and **Delbé, Karl** and Denape, Jean and Gerbaud, Laurent and Dourfaye, Alfazazi. Independent analyses of cutting and friction forces applied on a single polycrystalline diamond compact cutter. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 85 :20–26, 2016.
- [138] Sahnoune, Mohamed and Kaci, Mustapha and Taguet, Aurélie and **Delbé, Karl** and Mouffok, Samir and Abdi, Said and Lopez-Cuesta, José-Marie and Focke, Walter W. Tribological and mechanical properties of polyamide-11/halloysite nanotube nanocomposites. *Journal of Polymer Engineering*, 39(1) :25 – 35, 2018.
- [139] Doumeng, Marie and Ferry, Fabrice and **Delbé, Karl** (✉) and Mérian, Tiphaine and Chabert, France and Berthet, Florentin and Marsan, Olivier and Nassiet, Valérie and Denape, Jean. Evolution of crystallinity of PEEK and glass-fibre reinforced PEEK under tribological conditions using Raman spectroscopy. *Wear*, 426-427 :1040 – 1046, 2019.
- [140] Césaire, Thierry and V. Jeanne-Rose, **Delbé, Karl** and Largitte, Lucie and Rehr, John J. and Mansot, Jean-Louis. Near edges structures calculations and interpretations in EELS spectra of ill organized materials : application to the study of the pyrolysis of natural carbonaceous materials. In *XIVth meeting of Caribbean Academy of Science*, Trinidad, Trinidad and Tobago, 2004.
- [141] **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Himmel, David and Mansot, Jean-Louis and Billaud, Denis. Tribological behaviour of SbCl_5 graphite intercalated compounds : influence of the intercalation rate. In *XIVth meeting of Caribbean Academy of Science*, Trinidad, Trinidad and Tobago, 2004.
- [142] Yahiaoui, Malik and Gerbaud, Laurent and Paris, Jean-Yves and **Delbé, Karl** and Denape, Jean and Dourfaye, Alfazazi. Analytical and experimental study on PDC drill bits quality. In *3rd European Conference on Tribology, ECOTRIB 2011*, Vienna, Austria, 2011.
- [143] **Delbé, Karl** and Lafon-Placette, Stéphanie and Denape, Jean and Ferrato, Marc. Effect of impregnant on tribological behavior of silicon carbide and carbon-graphite pairs. In *20th Conference on Wear of Materials, WOM 2015*, Toronto, Canada, April 2015.

- [144] Brunetière, Noel and Andasmas, Mohamed and **Delbé, Karl**. Experimental analysis of surface coating influence on the performance of a mechanical seal. In *23th Internationale Conference on fluid sealing*, Manchester, United Kingdom, march 2016.
- [145] **Delbé, Karl** and Denape, Jean and Paris, Jean-Yves and Yahiaoui, Malik. The Interest of a Systemic Approach to Understanding Tribological Phenomena. In *10th International Conference on Materials for Advanced Technologies*, Singapore, june 2019.
- [146] Guérin, Katia and Delabarre, Céline and Dubois, Marc and Giraudet, Jérôme and Hamwi, André and Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Mansot, Jean-Louis and Cadoré, Franck. Propriétés électrochimiques et tribologiques de fluorures de graphite préparés à basse température. In *Groupe Français d'Étude des Composés d'Insertion*, Saint-Aignan-en-Morvan, France, mars 2005.
- [147] Mansot, Jean-Louis and **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Bilas, Philippe and Romana, Laurence and Boucher, Florent and Mauricot, Robert and Dailly, Anne and Billaud, Denis. Tribological properties of pristine and intercalated material. In *ISIC 13*, Clermont-Ferrand, France, june 2005.
- [148] Césaire, Thierry and Jeanne-Rose, Valérie and **Delbé, Karl** and Largitte, Lucie and Mansot, Jean-Louis. A Near edges structures calculations approach for the interpretation of EELS spectra of ill organized materials : application to the study of structural evolution of natural carbonaceous materials during pyrolysis. In *8th Inter American Committee of Electron Microscopy Societies 2005*, La Habana, Cuba, september 2005.
- [149] **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Himmel, David and Mansot, Jean-Louis and Guérin, Katia and Dubois, Marc and C. Delabarre and Hamwi, André. Scanning Electron Microscopy and Raman Microscopy investigations of the transformations of fluorinated graphites under friction. In *8th Inter American Committee of Electron Microscopy Societies*, La Habana, Cuba, september 2005.
- [150] Mansot, Jean-Louis and **Delbé, Karl** and Thomas, Philippe and Romana, Laurence and Boucher, Florent and Moreau, Philippe. EELS Investigation of intercalant Charge Transfer in Intercalated TiS₂ Compounds : Correlation to their Friction Properties. In *8th Inter American Committee of Electron Microscopy Societies 2005*, La Habana, Cuba, september 2005.
- [151] Bilas, Philippe and Romana, Laurence and **Delbé, Karl** and Bade, François and Mansot, Jean-Louis. Mesoscale and nanoscale investigations of friction properties of low dimensional compounds using atomic and lateral force microscopy : Influence of velocity and energy losses. In *8th Inter American Committee of Electron Microscopy Societies 2005*, La Habana, Cuba, september 2005.
- [152] Guérin, Katia and Delabarre, Céline and Dubois, Marc and Chamseddine, Fadel and Claves, Daniel and Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and

- Mansot, Jean-Louis and Rachid Yazami and Hamwi, André . Nouvelles générations de carbones fluorés. In *Matériaux 2010*, Dijon, France, november 2006.
- [153] **Delbé, Karl** and Mansot, Jean-Louis and Thomas, Philippe and Billaud, Denis and Boucher, Florent and Baranek, Philippe. Correlation of the tribologic properties of various Graphite Intercalation Compounds to their electronic structure. In *Carbon 2011*, Shanghai, China, july 2011.
- [154] Yahiaoui, Malik and Gerbaud, Laurent and Paris, Jean-Yves and **Delbé, Karl** and Denape, Jean and Dourfaye, Alfazazzi. Diamond/WC-Co drill bit cutters quality : mechanical performances and material considerations. In *39th Leeds-Lyon Symposium on Tribology*, Leeds, England, 2012.
- [155] Yahiaoui, Malik and Gerbaud, Laurent and Paris, Jean-Yves and **Delbé, Karl** and Denape, Jean and Dourfaye, Alfazazzi. Établissement d'un critère de qualité des taillants diamant WC-Co pour l'excavation de formations rocheuses. In *Journées Internationales Francophones de Tribologie*, Aix-en-Provence, France, 2012.
- [156] Martinez, Francisco Javier and Canales, Margarita and Alcalà, Noelia and Jiménez, Miguel Angel and Yahiaoui, Malik and Ural, Aydemir Güralp and Paris, Jean-Yves and **Delbé, Karl** and Denape, Jean. Analysis of wear mechanism in TPU-steel contact pair by means of long stroke tribometer tests. In *LubMat'12*, Bilbao, Spain, 2012.
- [157] Thomas, Philippe and Mansot, Jean-Louis and **Delbé, Karl** and Sauldubois, Audrey and Bilas, Philippe and Romana, Laurence and Legras, Laurent and Dubois, Marc and Guérin, Katia and Hamwi, André. Friction properties of fluorinated carbons. In *World Tribology Congress, WTC 2013*, Torino, Italy, 2013.
- [158] Mansot, Jean-Louis and **Delbé, Karl** and Baranek, Philippe and Boucher, Florent and Thomas, Philippe. On the Friction Properties of Lamellar Compounds. In *CAS biannual meeting*, Tobago, Trinidad and Tobago, nov 2014.
- [159] Barros, Renato and **Delbé, Karl** and Denape, Jean and Rodrigues, Humberto and Abdalla, Jorge. Parameter evaluation of variations for treatment of CO₂ laser carburizing over AISI 4340 steel. In *XXXVIth Brazilian Congress on Vacuum Applications in Industry and Science, CBRAVIC*, Vitória, Brazil, sep 2015.
- [160] Brunetière, Noël and Andasmas, Mohamed and **Delbé, Karl**. Experimental analysis of surface coating influence on the performance of a mechanical seal. In *23rd International Conference on Fluid Sealing*, Manchester, United Kingdom, march 2016.
- [161] **Delbé, Karl** and Lafon-Placette, Stéphanie and Wellemane, Hélène and Denape, Jean. Influence des imprégnations du carbone-graphite sur les performances tribologiques d'un couple de frottement C/SiC. In *24^e Congrès Français de Mécanique*, Brest, France, august 2019.

- [162] Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Mansot, Jean-Louis and Cadoré , Franck and Guérin, Katia and Dubois, Marc and Hamwi, André. Tribological properties of low temperature graphite fluorides. Influence of the structure on the lubricating performances. In *ISIC 13*, Clermont-Ferrand, France, june 2005.
- [163] Dubois, Marc and Guérin, Katia and Giraudet, Jérôme and Hamwi, André and Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Mansot, Jean-Louis. Direct fluorination of polyparaphenylene. In *17th International Symposium on Fluorine Chemistry*, Shanghai, China, july 2005.
- [164] Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Himmel, David and Mansot, Jean-Louis and Delabarre, Céline and Dubois, Marc and Guérin, Katia and Hamwi, André. Lubricating performances of room temperature highly fluorinated graphite heat-treated under fluorine atmosphere. In *Carbon*, Aberdeen, U.K., 2006.
- [165] Dubois, Marc and Guérin, Katia and Hamwi, André and Thomas, Philippe and **Delbé, Karl** and Mansot, Jean-Louis and Delabarre, Céline. Propriétés tribologiques de nanofibres de carbone fluorées. In *Journées scientifiques du Groupe Français d'Étude des Carbones 2007*, Carcans-Maubuisson, France, mars 2007.
- [166] Yahiaoui, Malik and Gerbaud, Laurent and Paris, Jean-Yves and **Delbé, Karl** and Denape, Jean and Dourfaye, Alfazazzi. Introduction à la modélisation mécanique des efforts de coupe et de frottement sur les inserts de forage de type PDC. In *Journées Internationales Francophones de Tribologie*, Albi, France, 2010.
- [167] **Delbé, Karl** and Lafon-Placette, Stéphanie and Wellemane, Hélène and Denape, Jean and Ferrato, Marc. Corrélation entre dégradations tribologiques et dissipation thermique dans une couple carbure de silicium et carbone-graphite. In *Matériaux*, Montpellier, France, 2014.
- [168] Barros, Renato and **Delbé, Karl** and Denape, Jean and Rodrigues, Humberto and Abdalla, Jorgei. Assessment of parameters variations for treatment of CO₂ laser carburizing over AISI 4340 steel. In *Journées Internationales Francophones de Tribologie*, Nantes, France, 2015.
- [169] Laveissière, Marie and Cerda, Hélène and De Sousa, Cyril and Ezayani, Yassin and **Delbé, Karl** and Paris, Jean-Yves and Denape, Jean. Revêtement du titane par oxydation micro arcs : relation entre le procédé et les propriétés tribologiques. In *Journées Internationales Francophones de Tribologie*, Tours, France, 2019.
- [170] **Delbé, Karl** and Denape, Jean. Problème d'usure dans les matériaux industriels. In *Atelier Innovation I-Trans*, Amiens, France, october 2017.
- [171] **Delbé, Karl** and Denape, Jean and Paris, Jean-Yves and Yahiaoui, Malik. Frottement et usure dans les matériaux industriels. In *Indentation et Rayage Instrumentés, Caractérisation Mécanique Multiéchelles, État de l'Art et Nouveautés*, Rennes, France, april 2018.

- [172] Karama, Moussa and **Delbé, Karl** and Denape, Jean. *Tribological aspects in modern aircraft industry*. Trans Tech Publications, 2015.

Table des matières

Sommaire	iv
Préface	vii
Synthèse de la carrière	ix
Avis du directeur	xv
Introduction	5
1 Période doctorale	7
1.1 Moniteur du CIES de 2002 à 2005	7
1.2 ATER de jouvence de 2005 à 2006	8
1.3 ATER de 2006 à 2007	9
1.4 ATER de 2007 à 2008	9
1.5 Bilan pédagogique de la période doctorale	10
2 Période académique	13
2.1 Formation d'ingénieur sous statut d'étudiant	14
2.2 Formation d'ingénieur sous statut d'apprenti	15
2.3 Enseignement à l'international	16
2.4 Bilan des enseignements effectués à l'ÉNIT	16
2.5 Responsabilités administratives	17
2.5.1 Responsable pédagogique du 8 ^e semestre	17
2.5.2 Coordinateur pédagogique de la mobilité	18
2.6 Innovations pédagogiques	19
2.6.1 Responsable des projets tutorés du huitième semestre	19
2.6.2 Réfection des salles de TP	21
2.6.3 Apprentissage par projet et par problème	21
2.6.4 Innovation numérique : la plateforme Moodle	22
2.6.5 Stimuler l'enthousiasme durant un apprentissage	23
2.7 Autres activités pédagogiques	24
2.7.1 Président du jury de baccalauréat	24
2.7.2 Concours GEIPI POLYTECH	24
2.7.3 Accompagnements méthodologiques individualisés	25
2.7.4 Encadrement de stagiaires de courte durée	25
2.7.5 Formateur Moodle à l'ÉNIT	26
2.8 Perspectives en enseignement	26

Introduction	33
3 Activités de recherche pré-académique	35
3.1 Activités de recherche de 2000 à 2002	35
3.1.1 Travaux d'étude et de recherche au GTSI	35
3.1.2 Stage de DEA à l'Institut des Matériaux Jean Rouxe	37
3.2 Activité de recherches doctorales de 2002 à 2008	39
4 Activités de recherche académique	41
4.1 Environnement de recherche	42
4.2 Objectifs scientifiques	47
4.3 Méthodologie et outils en tribologie	49
4.3.1 Approche systémique de la tribologie	49
4.3.2 Les tribomètres	54
4.3.3 Détermination des grandeurs tribologiques	58
4.4 Le couple acier/composites à matrice acier	65
4.4.1 Présentation des matériaux	66
4.4.2 Résultats des essais de frottement	67
4.4.3 Discussion	70
4.4.4 Conclusion	71
4.5 Le couple acier/composites à matrice Stellite	72
4.5.1 Résultats des essais de frottement	73
4.5.2 Discussion	75
4.5.3 Conclusion	78
4.6 Le couple de carbure de SiC/carbographite	79
4.6.1 Matériaux étudiés	79
4.6.2 Résultats des essais de frottement	81
4.6.3 Discussion et conclusion	86
4.7 Couple de carbure de SiC/carbographites imprégnés	88
4.7.1 Matériaux étudiés	88
4.7.2 Résultats des essais de frottement	89
4.7.3 Évolution des contraintes mécaniques à l'échelle du contact	95
4.7.4 Essais complémentaires	98
4.7.5 Discussion et conclusion	103
4.8 Le couple acier/composites à matrice PEEK	104
4.8.1 Le PEEK et ses composites	104
4.8.2 Résultats des essais de frottement sur les composites à charges lamellaires	109
4.8.3 Résultats des essais de frottement sur les composites à charges granulaires	112
4.8.4 Évolution microstructurale du PEEK sous contraintes tribologiques	114
4.8.5 Discussion et conclusion	116
5 Projet scientifique	119
5.1 Bilan de masse	119
5.2 Bilan énergétique	123
5.3 Perspectives scientifiques	128

Annexes	133
A Production scientifique	133
A.1 Revues internationales indexées	133
A.2 Actes de colloques et de congrès	135
A.2.1 Congrès Internationaux	135
A.2.2 Congrès nationaux	137
A.3 Congrès Internationaux sur invitation	138
A.4 Communications orales sans actes	138
A.5 Communications par affiche	141
A.6 Séminaires invités	142
A.7 Activité éditoriale	142
B Encadrement doctoral et scientifique	143
B.1 Thèse soutenue	143
B.2 Thèse en cours	144
B.3 Encadrement de Master	146
B.4 Stages et Projets de fin d'étude	147
C Responsabilités collectives	149
C.1 Participation à des conseils d'unités ou d'établissements	149
C.2 Responsabilités d'Enseignement	149
C.3 Autres responsabilités	150
D Activités d'expertises	151
D.1 Participation à des instances d'évaluation	151
D.2 Participation à des jurys de thèse	151
D.3 Expertises de projets ou d'articles	151
D.3.1 Expertises de projets	151
D.3.2 Expertises d'articles	151
E Diffusion scientifique	153
E.1 Organisation ou participation au comité scientifique de manifestations	153
E.2 Vulgarisation scientifique	153
F Rayonnement international	155
G Activités avec l'environnement socio-économique	157
G.1 Projets européens	158
G.2 Projets régionaux	159
G.3 Projets locaux	160
G.4 Partenariats institutionnels ou industriels	161
Liste des acronymes	163
Table des figures	172
Liste des tableaux	173
Bibliographie	175

Table des matières

196

Habilitation à diriger des recherches

présentée par Karl Delbé

Résumé

CE manuscrit contient mes contributions les plus significatives en matière de tribologie. J'ai orienté mes activités de recherche principalement vers la formulation de premiers corps pour des applications tribologiques, l'analyse physico-chimique du troisième corps et la caractérisation thermique du tribosystème. Dans la lignée de Godet, Berthier et Denape, ces recherches m'ont amené à renforcer le circuit tribologique au moyen des systèmes ouverts en thermodynamique et à soumettre une proposition de bilan énergétique. Ces deux aspects constituent la base de mon projet scientifique pour l'avenir. Ce document rassemble une synthèse de mes activités pédagogiques à l'ÉNIT et de mes travaux scientifiques au LGP. Il décrit de manière exhaustive ma production scientifique, mon encadrement doctoral et les responsabilités que j'ai pu assumer depuis mon arrivée en 2009 jusqu'à fin 2020.

Mots-clefs

Circuits tribologique, mécanismes d'accommodation, Spectrométrie Raman, Bilan énergétique.

Abstract

THIS manuscript contains my most significant contributions in tribology. I tailored my research activities mainly towards the formulation of first bodies for tribological applications, the physicochemical analysis of the third body and the tribosystem thermal characterization. In the line of Godet, Berthier and Denape, this research led me to strengthen the tribological circuit with the mean of the open systems in thermodynamic and to submit a proposition for an energy balance. These two aspects constitute the basis of my scientific project to the future. This document brings together a synthesis of my pedagogical activities at ÉNIT and scientific works at LGP. It exhaustively describes my scientific production, my doctoral supervision and the responsibilities I have been able to assume since my arrival in 2009 until the end of 2020.

Keywords

Tribological circuits, accommodation mechanisms, Raman spectrometry, energy balance.