

Proposition de sujet de thèse 2026-2029

Description du sujet de thèse

Intitulé : Effets de traitements thermo-mécano-chimiques sur la microstructure et sur la fonctionnalisation de surface par anodisation d'alliages de titane biocompatibles

Mots clés : alliages de titane, traitement de surface, microstructure, anodisation, grenaillage ultrasonique, transformation de phase

Contexte, problématique et objectifs

Le choix du biomatériau ainsi que sa stratégie de fonctionnalisation de surface sont cruciaux pour garantir à la fois une stabilité mécanique et une biocompatibilité accrue tout en permettant une meilleure adhésion des cellules environnantes à la surface.

Les techniques de fabrication additive métallique trouvent, depuis plusieurs années, un essor important dans la réalisation des pièces à partir de poudres métalliques, et ce dans plusieurs domaines (aérospatial, aéronautique, médical, ...). Le procédé de « fusion laser sélective sur lit de poudre » ou LPBF (Laser Powder Bed Fusion) est privilégié dans le secteur médical car il offre la possibilité de réaliser des pièces de géométrie complexe et sur-mesure spécifiquement adaptées à la situation du patient. Les caractéristiques inhérentes à cette technique, comme les fortes vitesses de refroidissement ou la fusion couche par couche, impliquent l'obtention de pièces présentant des propriétés différentes de celles obtenues traditionnellement par usinage, et notamment une surface plus rugueuse pouvant atteindre un Ra de plusieurs dizaines de microns en fonction des paramètres appliqués lors de la fabrication. Des études récentes ont démontré qu'une légère rugosité de surface s'avère intéressante pour favoriser les mécanismes d'adhésion cellulaire dans les conditions *in vitro* [1] et *in vivo* [2]. Ces résultats sont plutôt encourageants mais les surfaces des pièces LPBF pourraient être optimisées via des traitements de surface pour renforcer cette adhésion et participer à la réussite de la restauration.

L'état de l'art actuel ne permet pas de statuer sur une solution de traitement de surface idéale mais l'oxydation anodique (ou anodisation) s'avère prometteuse [3].

L'**originalité de ce projet** est d'investiguer la fonctionnalisation par anodisation de surfaces smatées d'un alliage complètement biocompatible (TiNb) élaboré de manière *in situ* en LPBF. Cette méthode d'élaboration nous permettra de moduler la composition chimique et de s'affranchir de la contrainte des nuances de poudres de titane commercialement disponibles.

Ce présent projet doctoral vise ainsi à investiguer un couplage entre deux traitements de surfaces : chimio-mécanique d'une part via un grenaillage ultrasonique (SMAT pour Severe Mechanical Attrition Treatment) et électrochimique (anodisation) d'autre part. Le SMAT permet de modifier la micro-rugosité de surface, ce qui faciliterait la formation et la croissance des nanotubes en surface par anodisation. Le projet permettra également d'explorer une autre piste : la capacité du SMAT à optimiser la chimie de surface en intégrant des éléments favorisant la catalyse et la germination des nanotubes en surface. Enfin, si voie SMAT+anodisation s'avère concluante en termes de fonctionnalisation de surface, ce couplage permettra de se passer de l'étape chronophage d'usinage/rectification traditionnellement effectuée sur une pièce brute LPBF.

Pour ce faire, **le projet possède trois volets complémentaires** visant à améliorer la croissance de nanotubes en surface. Les deux premiers (paramétrie d'anodisation et optimisation de la chimie de surface par SMAT) se rejoindront dans un 3^{ème} volet où sera investigué le couplage SMAT+anodisation et l'étude de compréhension des mécanismes de croissance nanotubulaire afin de mettre à profit les avantages de chaque technique, favorisant ainsi la nanostructuration des surfaces. Dans chacune de ces sous-parties les résultats seront comparés à ceux issus de pièces usinées obtenues traditionnellement par fonderie.

Concernant **le 1^{er} volet sur l'anodisation**, un projet ANR 2026 (OdonTi-Nob), porté par Wafa Elmay, a été déposé sur la fonctionnalisation de surfaces par anodisation des pièces en alliage de titane biocompatible élaborées *in situ* en LPBF pour une application prothétique en odontologie. En parallèle du projet ANR, le doctorant de la présente thèse investiguerait dans ce volet la compréhension de la formation des mécanismes de croissance des nanotubes en lien avec la microstructure/texture du substrat. En effet, de récents travaux [3] ont mis en évidence la faisabilité d'anodiser des surfaces de pièces polies miroir en TA6V – LPBF pour former des nanotubes en surface. L'influence des paramètres du protocole d'anodisation sur la croissance des nanotubes a été étudiée [3], montrant un impact non négligeable de la microstructure inhérente du procédé. Une modulation de la composition chimique et/ou l'application de traitements thermiques adéquats seront étudiées afin d'obtenir la formation de la microstructure favorisant la croissance des nanotubes en surface.

Concernant **le 2^{ème} volet sur le SMAT**, l'ANR ICARUS FALL (débutée en mars 2025) possède une partie d'étude consacrée à la modification de la chimie de surface par SMAT en vue de faciliter le dépôt et la croissance de nanofils de ZnO. Il est déjà établi que cette technique du SMAT diminue fortement la rugosité de surface des pièces fabriquées par SLM en supprimant la présence de particules de poudres infondues, tout en augmentant la résistance en fatigue par la création de contraintes de compression en sous-surface [4]. La thèse de Leila Naïm qui commence en novembre 2025 permettra de modifier la configuration de la chambre de SMAT afin de pouvoir choisir la chimie du matériau à incruster en surface (soit par modification de la chimie des billes de grenaillage, soit en ajoutant de la poudre d'un matériau tiers dans la chambre). Le doctorant du présent projet utilisera alors cette chambre modifiée pour améliorer chimiquement la surface des pièces afin de favoriser la germination et la croissance des nanotubes. Ainsi, la « pollution chimique » de la surface due aux billes deviendra un atout en servant de catalyseur à la réaction.

Ce volet du présent projet vise donc à sélectionner d'une part le meilleur élément catalyseur, à l'introduire de manière uniforme par SMAT en surface et sous-surface des échantillons, à étudier son effet sur les microstructures (formation de précipités, stabilité de phases,

nanocristallisation...) avant et après traitements thermiques et enfin à maîtriser les propriétés mécaniques induites en surface comparées à celles à cœur de l'échantillon.

En fin de thèse, **un 3^{ème} et dernier volet de modélisation et d'optimisation du couplage alliage+procédé+SMAT+anodisation**. Dans ce volet, les surfaces optimisées seront soumises à l'anodisation afin de créer des nanotubes. La qualité de cette couche de nanotube sera corrélée à la microstructure sous-jacente du substrat. En effet, le SMAT entraîne une nanostructuration de la surface grenailée accompagnée ou non de transformation de phase en fonction de la chimie de l'alliage. La forme et la croissance des nanotubes sur le substrat étant fortement dépendante de sa microstructure (réseau de Bravais, orientation, texture...) [3], cette partie de l'étude doctorale portera sur le lien microstructure/qualité du dépôt. La modélisation de l'effet des valeurs d'entrée des différents paramètres mènera à la création d'une fonction objective pondérant la performance finale du dépôt. La finalité du projet doctoral devra être de sélectionner les paramètres les plus intéressants pour chaque procédé et proposer ainsi les pistes les plus prometteuses pour de futures recherches.

Bibliographie :

- [1] Y. Guo et al. In vitro behaviour of human gingival fibroblasts cultured on 3D-printed titanium alloy with hydrogenated TiO₂ nanotubes. *J. Mater. Sci. Mater. Med.* 33, 27 (2022)
- [2] L. A. Roth et al. The Potential Role of a Surface-Modified Additive-Manufactured Healing Abutment on the Expression of Integrins $\alpha 2$, $\beta 1$, αv , and $\beta 6$ in the Peri-Implant Mucosa: A Preliminary Human Study. *Life Basel Switz.* 12, 937 (2022)
- [3] M. Crenn, et al. Anodized SLM Ti6Al4V surfaces: influence of surface characteristics on NTs growth and resulted surfaces properties, *J. Mater. Chem. B* 12, 11502 (2024)
- [4] T. Sola, L. Weiss, P. Laheurte, E. Fleury, Improvement of the fatigue life of lattice structures covered by a thin envelope for biomedical applications, *Proceeding ICSP14*, 2022

Profil du candidat

Le/la candidat(e) devra justifier d'un diplôme universitaire (Ingénieur et/ou Master) ouvrant l'accès à une inscription en thèse de doctorat et d'une connaissance approfondie en science des matériaux (métallurgie, mécanique) et des moyens de caractérisation associés. L'aspect multidisciplinaire du projet dans son ensemble (conception, matériaux, microstructure, mécanique, surface) nécessitera de bonnes connaissances théoriques dans disciplines, une certaine autonomie, une capacité de synthèse ainsi qu'un sens de la coordination et de la planification. Un goût prononcé pour l'expérimentation et un esprit d'équipe permettant de s'intégrer dans l'équipe de recherche et interagir facilement avec différents interlocuteurs sont des atouts supplémentaires pour mener à bien cette thèse. Une bonne expression orale et écrite en langue anglaise est indispensable.

Equipe d'accueil et partenaires

La thèse se déroulera au sein du LEM3 - Laboratoire d'Etudes des Microstructures et de Mécanique des Matériaux à Metz et s'inscrit dans ses projets de développement et de recherche. Le LEM3 est une unité mixte de recherche (UMR) rattachée à l'Université de Lorraine, au CNRS et aux Arts et Métiers. Son activité est organisée en trois départements scientifiques :

Département 1 MMSV- Mécanique des matériaux, des structures et du vivant ;

Département 2 IMPACT -Ingénierie des microstructures, procédés, anisotropie, comportement ;

Département 3 TPRIOM -Thermomécanique des procédés et des interactions outil-matière.

Le/la doctorant(e) émergera dans l'axe "Développement et optimisation de procédés en lien avec les microstructures" du département 2 (IMPACT).

Nature de financement : contrat doctoral ministériel

Salaire : 2300 € brut/mois + possibilité de donner jusqu'à 64h d'enseignement (43,50 € brut/h)

Date de début de thèse : 1^{er} octobre 2026

Encadrement :

Directeur de thèse : Laurent Weiss - laurent.weiss@univ-lorraine.fr

Co-directrice de thèse : Wafa Elmay - wafa.elmay@univ-lorraine.fr

Ecole doctorale

En tant que doctorant, en France, vous serez inscrit à l'Université de Lorraine et ferez partie de l'école doctorale C2MP (Chimie, Mécanique, Matériaux, Physique : Chimie, Mécanique, Matériaux, Physique). Vous aurez l'opportunité de bénéficier d'un large éventail de formations au cours de votre doctorat.

Candidature :

Les candidatures devront être envoyées aux encadrants par mail avant le lundi 6 avril 2026. Le mail devra impérativement comprendre un CV, la copie des relevés de note de master/ingénieur (sauf dernier semestre en cours de validation à la date de candidature) ainsi qu'une lettre de motivation en lien avec le poste.