

École doctorale n°104 : Science de la Matière, du Rayonnement et de l'Environnement

Thèse de doctorat

Mise en forme par frittage ultra-rapide de composites co-continus UHMWPE/Métal : de l'élaboration à la caractérisation

Thèse préparée et soutenue publiquement par :

Michèle Laville ZEMO FOTEU

Le 16 Décembre 2025

Pour obtenir le grade de :

Docteur de l'Université de Lille

Spécialité : Milieux denses, matériaux et composants

Présentée devant le jury composé de :

Pr.	Luc SALVO	SIMaP, Phelma Grenoble INP	Président du Jury
Dr.	Sylvie CASTAGNET	Institut Pprime, Université de Poitiers	Rapporteuse
Pr.	René FULCHIRON	IMP, Université Claude Bernard Lyon 1	Rapporteur
MCF	Renaud RINALDI	MateIS, INSA de Lyon	Examineur
Pr.	Cyrille SOLLOGOUB	PIMM, CNAM Paris	Examineur
MCF	Tiana DEPLANCKE	UMET, Université de Lille	Encadrante de thèse
Pr.	Valérie GAUCHER	UMET, Université de Lille	Directrice de thèse
Pr.	David BALLOY	UMET, Université de Lille	Co-directeur de thèse
MCF	Cosmin GRUESCU	UMET, Université de Lille	Invité

Remerciements

Cette thèse n'aura pas été qu'une histoire de frittage, de polymères et de structures métalliques. Elle aura aussi été un long processus de frittage personnel : sous pression, parfois, mais toujours avec un peu de chaleur humaine pour maintenir la cohésion. Maintenant, il est temps de remercier tous ceux qui ont contribué à ce beau processus.

Je tiens à remercier sincèrement les membres du jury qui ont accepté de lire et d'évaluer ce travail de thèse : **Cyrille Sollogoub, René Fulchiron, Sylvie Castagnet, Luc Salvo et Renaud Rinaldi**. Je leur suis très reconnaissante pour le temps consacré à l'examen de ce manuscrit. Merci encore **Renaud**, pour toutes les discussions enrichissantes autour de cette classe fascinante de matériaux que sont les matériaux architecturés.

Je souhaite remercier l'équipe encadrante de cette thèse : **Tiana Deplancke, Valérie Gaucher et David Balloy**. Si cette thèse était à refaire avec vous je le referais sans aucun doute.

Tiana... que dire. Tu es la première à avoir cru en moi, d'abord en me donnant la chance d'effectuer mon stage de Master 2 sur ce sujet, puis en me proposant de poursuivre l'aventure en thèse. Ces trois années et demie, nous les avons pratiquement vécues côte à côte. Je me souviens qu'au tout début, tu m'as appris toutes ces petites manip (densification) qui, avec le temps, sont devenues mon quotidien. C'est toi qui as façonné chez moi l'esprit du chercheur : la rigueur, la curiosité, la persévérance. Tu m'as toujours poussée à me dépasser, à me remettre en question, et je t'en remercie profondément. Tu as été d'une disponibilité incroyable tout au long de cette thèse. Pendant la rédaction, tes mots "on va y arriver" résonnaient et m'ont souvent redonné l'énergie nécessaire pour continuer. Au-delà de la recherche, je garde avec toi de nombreux souvenirs heureux : nos voyages pour les conférences (Anglet, Kerkrade, Naples), les repas partagés, les moments de stress avant les présentations en conf où tu me rappelais de manger ou de boire de l'eau, et tant d'autres petits instants qui resteront gravés. Je ne te dirai jamais assez merci pour tout ce que tu m'as transmis.

Valérie, rien que d'écrire ton prénom me fait sourire. Durant toute cette thèse, le simple fait de t'avoir à mes côtés m'apaisait. Tu es, à mes yeux, l'incarnation du positivisme. Ton expertise et ta rigueur scientifique ont rendu chacun de nos échanges à la fois stimulants et enrichissants. Merci de t'être toujours rendue disponible pour moi, malgré un emploi du temps souvent bien chargé. Tu as toujours su trouver les mots pour me dire les choses, avec beaucoup de bienveillance. Tu m'as toujours encouragée pour chaque petite victoire. On ne le dit pas assez, mais ce sont ces petites choses qui permettent d'avancer, même quand c'est difficile. Merci pour tout Valérie.

David, je tiens à te remercier tout particulièrement pour ton expertise en métallurgie. Sans toi, les choses auraient sans doute été plus compliquées. Que ce soit à Polyetch, au C6 ou même par téléphone, nous avons toujours trouvé le moyen d'échanger sur les différents résultats et d'avancer. Merci aussi pour ton calme rassurant et pour tes encouragements constants.

Cosmin, tu fais partie, d'une certaine façon, de cette équipe. Merci pour ta disponibilité, ta gentillesse et toutes les explications que tu m'as apportées sur les procédés de fonderie.

Ma thèse s'inscrit dans le cadre du projet ANR ARMURES, et je souhaite remercier les autres collaborateurs du laboratoire MATEIS à Lyon. **Olivier Lame**, merci pour ton expertise et pour toutes les discussions enrichissantes que nous avons eues au fil de nos différentes réunions. **Mathieu Salse**, je n'ai aucun doute que tu feras une belle thèse et que tes travaux nous permettront d'en apprendre encore davantage sur cette fameuse "explosion à la fusion", inhérente à nos travaux.

Je souhaite également remercier toutes les personnes qui ont rendu possibles les nombreuses manipulations expérimentales réalisées au cours de cette thèse. **Adeline**, merci pour ton aide précieuse dans tout ce qui concerne la DSC et l'utilisation de traction environnementale. **Jocelyn**, merci pour toutes les heures passées ensemble au sous-sol autour de l'induction. Ces moments me manqueront certainement car ils étaient toujours accompagnés de discussions très intéressantes. **Damien**, tu es une personne solaire. Ta bonne humeur, ta disponibilité, tes encouragements et tes explications sur l'utilisation des polisseuses, tronçonneuses, et tant d'autres appareils... Je ne sais même plus sur quoi je ne t'ai pas embêté ! J'avais tendance à venir te voir pour tout et n'importe quoi, et tu as toujours répondu présent, avec patience et bienveillance. Mille mercis. Je tiens aussi à remercier **Jérôme** pour son aide en tomographie RX, **Nicolas** à Polyetch, ainsi que **Vincent** pour son aide concernant l'utilisation d'ANSYS.

Un grand merci à tous : sans vous, je n'y serais tout simplement pas arrivée.

Je remercie aussi les permanents de mon laboratoire. D'abord ceux de mon équipe polymère : **Gregory, Sophie, Jean-François Brun, Corinne, Jean-François Tahon**. Puis ceux de mon équipe métallurgie : **Ingrid, Matthieu** (très heureuse de te voir à chaque fois que je venais chercher Tiana), **Franck, Adil et Manon**.

Tous les autres permanents : **Patrick Cordier** (nos discussions m'ont beaucoup motivé), **Damien Jacob, Julien Lam, Julien Chantel, Sebastien, Corinne Henry, Isabelle et Anne-Marie. Ahmed**, je t'adresse un merci tout particulier. Dès mon arrivée au laboratoire, tu as fait preuve d'une grande gentillesse et d'une bienveillance naturelle. Tes encouragements m'ont beaucoup portée tout au long de cette thèse. Je garde de très beaux souvenirs de nos moments partagés : les fléchettes (c'est une chance que ma tête soit encore intacte !), les restaurants et les verres dans Lille. Merci pour ta bonne humeur constante et ton amitié.

Que serait un laboratoire sans ses doctorants et post-doctorants ?

Merci aux tout premiers que j'ai rencontrés : **Sylvain**, pour ta gentillesse naturelle ; **Mélanie**, ma "best", je suis ravie que tu sois restée une année de plus à mes côtés. On devrait vraiment reprendre nos séances de sport maintenant que c'est fini ! **Thibaut**, mon meilleur pote et allié de thèse... te voilà déjà docteur, et je suis tellement fière de toi ! Avoir partagé nos galères rendait l'aventure bien plus agréable. **Hélène**, avec toi, impossible d'oublier de manger ; merci pour ton affection (et pour la piscine !). **Léo**, j'aurais aimé te rencontrer plus tôt : tu es quelqu'un d'exceptionnel. **Roberto**, merci pour ta sympathie et ta bonne humeur. Je suis heureuse de tous vous compter aujourd'hui parmi mes amis.

À tous les autres doctorants, anciens doctorants et post-doctorants : **Mouloud, Cédric, Grégoire, Kévin, François, Jules, Cyril, Sree, Jorge** (on l'a bien sentie, cette rédaction !), **Chloé** (MPGM), **Yanis, Renata, Loïc, Chloé** (MTP), **Pauline, Zeinab, Dona** (tu as désormais la machine pour toi toute seule) et **Caroline**, merci pour tous les échanges, les fous rires et les bons moments partagés au labo.

J'ai eu l'opportunité d'encadrer plusieurs stagiaires au cours de ma thèse. Je tiens à remercier tout particulièrement **Kévin Henouille** pour son aide précieuse dans l'optimisation de la coulée des pièces métalliques.

Par ailleurs, la majeure partie de mon cursus universitaire s'est déroulée à l'Université de Yaoundé I, où j'ai eu la chance d'être formée par des enseignants remarquables. Je remercie tout particulièrement les professeurs **Jean-Marie Ndjaka** et **Serge Zekeng** (une mention spéciale pour vous), ainsi que les docteurs **Martin Ottou** et **Ariel Teyou**.

En dehors des personnes du labo, ma plus grande force a sans aucun doute été mon entourage constitué de ma famille et de mes amis.

Papa (Maître Cyriaque Zemo) et **Maman (Laure Foteu)**, je pourrai écrire tout un livre ou mieux encore refaire une autre thèse juste pour vous dire merci. Quand bien même, les mots ne suffiraient pas. Si j'ai pu aller jusqu'au bout, c'est grâce à vous. Malgré la distance, vous avez toujours été présents. Papa, tu m'as appelée tous les soirs vers la fin de la rédaction : tu voulais savoir si tout allait bien, tu trouvais toujours les mots pour me rassurer, me consoler, me transmettre de la force et de l'amour. Maman (toujours avec papa), ta bonne humeur et ton optimisme m'ont portée tout au long de ces années. Cette thèse, je vous la dédie, mes très chers parents, en signe de reconnaissance et d'amour, mais aussi comme l'aboutissement de tous vos efforts constants depuis ma naissance.

Je souhaite remercier tout particulièrement mon très cher **Romaric Tekem**, pour ton soutien indéfectible, ton amour et ta patience. Je sais que cela n'a pas toujours été facile, toi qui as parfois dû subir mes sautes d'humeur et mes moments de découragement. Pourtant, tu as toujours été présent, bienveillant, et tu as su m'encourager au moment où j'en avais le plus besoin. Merci d'être si exceptionnel, si constant et si vrai.

Ensuite je remercie mes petits frères **Longin et Nathan**, mes grands frères **Viville et Roche** (pour ton amour et ton soutien), **Yvan** (pour ton aide et ton amitié tout au long de ce parcours et bien avant même), **Levine** (pour les bons plats et ton soutien inconditionnel : le stress était beaucoup plus surmontable avec toi à mes côtés), **Morelle** (pour tes appels toujours apaisants), **Vanessa** (merci de la personne que tu es), **Hornella** (pour ta présence chaque midi), ainsi que **Loïc, Marie, Durande, Ange, Jorel, Mahéva, Flora, Martin, Ingrid, Kristel, Merveille et Kelly** pour votre soutien.

Je remercie également ces personnes-là qui ont toujours été là pour moi : **Jeanne** (merci pour ton accueil), **Halif** (merci pour la façon si spéciale que tu as de motiver), **Fred, Parfait, Mbato, Steeve** (pour toutes les fois où on a dû rentrer tard parce qu'on essayait de comprendre le fonctionnement de Ansys), **Boris, Borel, t Alain, Dan, Christian, Auriane, Florian, Stéphane, Stéphane Franck, Vanessa, Nadia, D'Aquin...** Plus globalement le **GECLI** (Groupe d'Etudiants Camerounais de Lille) dont j'ai été présidente pendant les 2 premières années de ma thèse.

Enfin à toute ma famille : **Zemo (Benjamine en particulier), Tontsa (t Clotilde en particulier), Bouking, Foteu (t Lina en particulier), Gang (Abigaïl, tu es une sœur incroyable), Tekam (maman Odile merci), couple Guemadji, t Basile** et sa femme je vous dis à tous merci infiniment pour vos prières et votre soutien.

Je n'ai certainement pas pu citer tout le monde individuellement, mais sachez que je n'oublie personne.

À vous tous, un grand merci. Chacun, à sa manière, a contribué à rendre cette aventure plus belle !!!

Résumé

Le Polyéthylène à Ultra Haute Masse molaire (UHMWPE) est un polymère ductile reconnu pour ses remarquables propriétés de résistance à l'usure et aux chocs, liées à ses longues chaînes macromoléculaires. Cette structure moléculaire lui confère également une viscosité si élevée à l'état fondu que seuls des procédés de mise en forme de type frittage (inspirée de la métallurgie des poudres) peuvent être utilisés. Dans le cas particulier des poudres natives d'UHMWPE, le frittage peut s'effectuer sur des temps courts (de l'ordre de ~ 1 min) grâce à un phénomène appelé « explosion à la fusion ». Malgré ses nombreux atouts, l'UHMWPE présente un module d'élasticité relativement faible (quelques centaines de MPa) et nécessite d'être renforcé pour un certain nombre d'applications.

Dans ce contexte, l'objectif de cette thèse est de développer de nouveaux matériaux composites co-continus UHMWPE/métal, élaborés par frittage ultra-rapide par induction. Le choix d'un métal est motivé par deux exigences. D'un point de vue mécanique, la rigidité élevée et la ductilité du métal permettront de compenser la faible raideur du polymère tout en conservant une bonne ductilité à l'échelle du composite. D'un point de vue mise en forme, la nature électriquement conductrice du métal en fait un matériau particulièrement adapté à la chauffe par induction.

Dans une première étape, des matériaux architecturés métalliques tridimensionnels en aluminium et en fonte sont fabriqués par un procédé de fonderie à modèle perdu. Ces structures à cellules cubiques sont ensuite remplies de poudre native d'UHMWPE, puis chauffées par induction. Les matériaux architecturés métalliques servent alors de vecteur de chauffe par induction.

Les résultats montrent que la chauffe rapide et homogène du polymère est directement liée à la configuration co-continue du composite. En effet, la présence d'un double réseau interconnecté métal/polymère favorise un transfert thermique efficace par conduction du métal vers l'ensemble du polymère. Par ailleurs, les simulations numériques, en complément des observations expérimentales, ont permis de mieux comprendre les cinétiques de chauffe au sein du composite et de confirmer que la rapidité du frittage peut être ajustée par la géométrie de la structure métallique et par la nature du métal utilisé.

Les essais en compression uniaxiale montrent que les composites co-continus combinent la rigidité de la structure métallique avec la ductilité du polymère. En outre, la caractérisation microstructurale par tomographie aux rayons X a révélé que le polymère induit un changement des modes de rupture de la structure métallique au sein des composites.

Ce travail démontre ainsi la faisabilité du frittage ultra-rapide par induction comme voie d'élaboration de composites co-continus UHMWPE/métal et ouvre la voie à la conception de nouveaux matériaux aux propriétés diversifiées.

Mots-clés : UHMWPE, frittage rapide, induction, matériaux co-continus, composites, matériaux architecturés, simulation numérique, propriétés mécaniques, tomographie RX.

Abstract

Ultra-High Molecular Weight Polyethylene (UHMWPE) is a ductile polymer known for its remarkable wear and impact resistance, which is associated to its long macromolecular chains. This molecular structure also results in such a high melt viscosity that only sintering type process (originated from powder metallurgy) can be used. In the specific case of nascent UHMWPE powder, sintering can be processed over short durations (around ~1 minute) thanks to a phenomenon called “melting explosion.” Despite its many advantages, UHMWPE has a relatively low elastic modulus (a few hundred MPa) and needs to be reinforced for various applications.

In this context, the objective of this work is focused on the development of new co-continuous UHMWPE/metal composites processed by ultra-fast induction sintering. The choice of metal is motivated by two requirements: from a mechanical point of view, the high stiffness and ductility of metals help compensate for the low stiffness of the polymer while maintaining good overall ductility. From a processing, the electrical conductivity of metals makes them particularly suitable for induction heating.

In a first step, three-dimensional architected metallic structures made of aluminum and cast iron are manufactured by investment casting. These cubic-cell structures are then filled with nascent UHMWPE powder and subsequently heated by induction. The architected metallic network thus acts as a heat conductor during sintering.

The results show that the rapid and homogeneous heating of the polymer is directly linked to the co-continuous configuration of the composite. The presence of an interpenetrated metal/polymer network promotes efficient heat transfer by conduction throughout the entire polymer. Furthermore, numerical simulations, in addition to the experimental observations, provided a better understanding of the heating kinetics within the composite and confirmed that the sintering rate can be tuned by the geometry of the metallic structure and by the nature of the metal used.

Mechanical characterization demonstrates that the co-continuous composites successfully combine the stiffness of the metallic structure with the ductility of the polymer. In addition, X-ray tomography analysis reveals that the polymer modifies the failure modes of the metallic architecture.

This work demonstrates the feasibility of rapid induction sintering as an efficient processing route for the manufacturing of co-continuous UHMWPE/metal composites, opening new ways for the design of new materials with tailored and multifunctional properties.

Keywords: UHMWPE; ultra-fast sintering; induction heating; co-continuous materials; composites; architected materials; numerical simulation; mechanical properties; X-ray tomography.

Sommaire

INTRODUCTION GENERALE DE THESE	9
CHAPITRE 1 : ETAT DE L'ART	13
INTRODUCTION	14
I. LES POLYMERES	14
1. <i>Polymère à l'état fondu</i>	15
a. Conformation des chaînes macromoléculaires	15
b. Dynamique des chaînes macromoléculaires	16
c. Cristallisation à partir du fondu	18
2. <i>Morphologie des polymères à l'état semi-cristallin</i>	19
3. <i>Comportement mécanique des polymères semi-cristallins déformés entre Tg et Tf</i>	20
4. <i>Polyéthylène à ultra haute masse molaire (UHMWPE)</i>	21
5. <i>Mise en forme par frittage</i>	23
a. Frittage dans le cas des polymères semi-cristallins	23
b. Frittage conventionnel : application à l'UHMWPE	24
c. Autres techniques de frittage	26
CONCLUSION PARTIELLE	27
II. LES COMPOSITES	28
1. <i>Utilisation des composites à matrice organique pour l'optimisation des propriétés</i>	28
a. Optimisation des propriétés mécaniques	29
b. Optimisation des propriétés électriques et thermiques	29
2. <i>Composites à matrice UHMWPE</i>	30
3. <i>Propriétés mécaniques des composites</i>	32
Théorie des mélanges	32
III. LES MATERIAUX TREILLIS METALLIQUES	34
1. <i>Définition et classification</i>	34
a. Définition	34
b. Classification selon la géométrie	36
2. <i>Mise en forme des matériaux architecturés</i>	37
a. La fabrication additive	37
b. La fonderie	39
3. <i>Propriétés mécaniques des matériaux architecturés</i>	40
a. Comportement typique en compression des matériaux architecturés en treillis	40
b. Prédiction de la réponse mécanique d'un matériau architecturé en treillis	42
4. <i>Optimisation des matériaux architecturés</i>	45
a. La gradation fonctionnelle et l'hybridation des structures	45
b. L'utilisation d'un matériau de remplissage	46
ANALYSE DE LA LITTERATURE ET APPROCHE METHODOLOGIQUE DE L'ETUDE	47
STRATEGIE ET OBJECTIFS	48
CHAPITRE 2 : TECHNIQUES DE CARACTERISATION ET MATERIAUX	50
INTRODUCTION DU CHAPITRE	51
I. TECHNIQUES DE CARACTERISATION	51
1. <i>Mesures Physiques</i>	51
a. Détermination du taux de cristallinité par DSC	51
b. Détermination de la température de dégradation par ATG	54
c. Détermination de la masse volumique	54
d. Mesure de la température par thermographie infrarouge (IR)	56
2. <i>Tomographie rayons X</i>	57
a. Interaction rayonnement-matière	58
b. Principe de fonctionnement	59
c. Reconstruction tomographique	62

3.	<i>Analyse microstructurale par microscopie</i>	63
a.	Microscopie optique	63
b.	Microscopie électronique à balayage (MEB)	63
4.	<i>Caractérisation mécanique : compression uniaxiale</i>	65
	Méthodologie expérimentale	65
II.	MATERIAUX	66
1.	<i>UHMWPE</i>	66
2.	<i>Alliage AlSi₉Cu₃</i>	69
	Composition chimique et influence des éléments de l'Alliage	70
	CONCLUSION DU CHAPITRE	73
CHAPITRE 3 : MISE EN FORME DE COMPOSITE UHMWPE/ALUMINIUM		75
	INTRODUCTION DU CHAPITRE	76
I.	FABRICATION DES MATERIAUX ARCHITECTURES	76
1.	<i>Design 3D</i>	78
2.	<i>Impression 3D</i>	79
3.	<i>Moulage</i>	80
a.	Assemblage des pièces sous forme d'arbre de coulée	80
b.	Fabrication des moules	82
4.	<i>Coulée</i>	84
5.	<i>Démoulage</i>	85
II.	CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE DES MATERIAUX ARCHITECTURES.....	87
III.	MISE EN FORME DES COMPOSITES.....	91
1.	<i>Densification</i>	91
a.	Dispositif expérimental	91
b.	Densification d'échantillons d'UHMWPE seul	92
c.	Densification des composites.....	93
2.	<i>Chauffe par induction</i>	98
a.	Principes physiques du chauffage par induction	99
b.	Dispositif expérimental du chauffage par induction	101
c.	Résultats et discussions.....	102
d.	Simulation numérique.....	111
3.	<i>Protocole final de frittage : Frittage sous pression</i>	118
	CONCLUSION DU CHAPITRE	122
CHAPITRE 4 : CARACTERISATIONS MECANIQUE ET MICROSTRUCTURALE		125
	INTRODUCTION DU CHAPITRE	126
I.	LES MATERIAUX ARCHITECTURES	126
1.	<i>Réponse mécanique en compression</i>	127
a.	Influence de la géométrie	129
b.	Influence de la fraction volumique de métal	131
2.	<i>Modèles classiques de prédiction du module d'élasticité E</i>	132
3.	<i>Prédiction des mécanismes de déformation</i>	136
4.	<i>Observation des mécanismes de déformation par tomographie RX</i>	137
II.	LES COMPOSITES	141
1.	<i>Réponse mécanique en compression</i>	141
2.	<i>Modèles classiques de prédiction du module d'élasticité E</i>	144
3.	<i>Observation des mécanismes de déformation par tomographie RX</i>	145
	CONCLUSION DU CHAPITRE	150
CHAPITRE 5 : APPLICATION A LA FONTE		152
	INTRODUCTION DU CHAPITRE	153
I.	GENERALITES SUR LES FONTES.....	154
1.	<i>Définition et composition</i>	154

2.	<i>Classification des fontes graphitiques</i>	155
a.	Fonte à graphite lamellaire (GL).....	155
b.	Fonte à graphite sphéroïdal (GS).....	156
c.	Fonte à graphite vermiculaire (GV)	157
3.	<i>Matériau d'étude</i>	158
a.	Préparation métallographique	159
b.	Observation microstructurale	159
c.	Composition chimique	160
II.	FABRICATION DES MATERIAUX ARCHITECTURES	160
III.	ANALYSES MICROSTRUCTURALES POST-COULEE.....	162
IV.	MISE EN FORME DE COMPOSITES UHMWPE/FONTE	163
	<i>Chauffe par induction</i>	163
a.	Profils de chauffe de la partie métallique dans les composites	164
b.	Profils de chauffe de la partie polymère dans les composites	168
V.	CARACTERISATION MECANIQUE.....	174
1.	<i>Caractérisation des matériaux architecturés</i>	174
a.	Réponse mécanique en compression.....	174
b.	Modèles classiques de prédiction du module et des mécanismes de déformation.....	177
c.	Observations par microscopie de la microstructure des matériaux architecturés en fonte	178
2.	<i>Caractérisation des composites</i>	188
	Réponse mécanique en compression	188
	CONCLUSION DU CHAPITRE	191
	CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES.....	192
	RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	196

Introduction générale de thèse

L'amélioration des performances mécaniques des matériaux passe souvent par la recherche d'un compromis entre plusieurs propriétés clés telles que rigidité, ductilité, résilience ou encore légèreté. Or, ces propriétés sont rarement réunies au sein d'un seul et même matériau. Cette limitation a conduit depuis plusieurs décennies à explorer des stratégies composites, qui combinent deux ou plusieurs matériaux (de natures différentes) afin de tirer parti de leurs complémentarités^{1,2}.

Dans ce contexte, le polyéthylène à ultra-haute masse molaire (UHMWPE) est un candidat de choix. Ce polymère semi-cristallin est connu pour sa ductilité, son exceptionnelle résistance à l'usure et aux impacts, sa grande stabilité chimique et sa biocompatibilité³⁻¹¹. Grâce à cet ensemble de propriétés, il est largement utilisé dans des domaines tels que le biomédical, la protection balistique, l'industrie textile ou encore les transports. Malgré ces propriétés remarquables que lui confèrent ses longues chaînes macromoléculaires (masse molaire supérieure à 3Mg.mol^{-1}), la mise en forme de l'UHMWPE par les procédés classiques (injection, extrusion, moulage...) est impossible en raison de sa viscosité très élevée à l'état fondu. En effet, ces procédés exigent un polymère présentant une viscosité suffisamment faible pour pouvoir s'écouler à des températures inférieures à la température de dégradation.

Pour dépasser ces difficultés, un procédé inspiré de la métallurgie des poudres a été mis en place : le frittage. Le principe consiste à chauffer le polymère au-dessus de sa température de fusion afin de permettre l'interpénétration des chaînes macromoléculaires au travers des interfaces, conduisant à la consolidation du matériau. Le frittage repose ainsi sur les mécanismes de diffusion des chaînes, analogue à ceux observés lors du soudage ou de la guérison des fissures dans les polymères^{12,13}. Classiquement, cette diffusion est décrite par la théorie de la reptation, selon laquelle le temps nécessaire à une chaîne pour diffuser dépend au premier ordre de la longueur des chaînes et est inversement proportionnel à la température¹⁴⁻¹⁷. À titre d'exemple, le temps de reptation d'une chaîne de 10Mg.mol^{-1} à 150°C est estimé à environ 40 heures. Cependant, plusieurs études sur l'UHMWPE ont montré que les poudres natives (obtenues directement après polymérisation) présentent un comportement particulier lors de la fusion^{18,19}. En raison de la cristallisation simultanément à la polymérisation, les chaînes dans les poudres natives sont dans un état hors équilibre. Pendant la fusion, les chaînes retrouvent très rapidement leur conformation d'équilibre sous forme de pelote statistique. Ce retour à l'équilibre, beaucoup plus rapide que celui prévu par la théorie de la reptation (de l'ordre de la minute contre plusieurs heures), a été désigné par P.G. De Gennes sous le terme d'« explosion à la fusion »^{20,21}. Ce phénomène offre un

avantage considérable dans les processus de frittage rapide en réduisant considérablement le temps nécessaire à une consolidation efficace. Il existe déjà plusieurs procédés de chauffage rapide appliqués aux polymères, mais la plupart reposent sur un contact direct avec l'échantillon^{22,23}. Dans le cas de pièces massives, ces approches peuvent conduire à des gradients de température importants au sein de la pièce.

Pour contourner ce problème, cette étude propose le recours au frittage ultra-rapide par induction, une méthode de chauffage rapide, localisé et sans contact. Cette technique exploite la conductivité électrique des matériaux conducteurs, qui s'échauffent lors de l'application d'un champ magnétique²⁴. Les polymères n'étant pas conducteurs, leur chauffe par induction nécessite généralement l'ajout de charges conductrices, telles que des particules métalliques. Toutefois, cette approche se heurte à un verrou majeur : la dispersion homogène de ces charges dans une matrice polymère est difficile à obtenir et influence directement les propriétés mécaniques finales du composite^{25,26}.

Dans ce travail, nous proposons de développer des matériaux composites co-continus associant l'UHMWPE à des matériaux architecturés métalliques formant un réseau tridimensionnel continu. Ces structures métalliques, souvent élaborées par des procédés de fabrication additive²⁷⁻²⁹ sont envisagées pour jouer deux rôles : d'une part servir de vecteur de chauffe par induction, et d'autre part servir de renfort mécanique, en apportant la rigidité au composite.

L'objectif de ce travail est donc de tirer parti des propriétés uniques des poudres natives d'UHMWPE pour développer une approche de fabrication de composites co-continus UHMWPE/Métal par frittage ultra-rapide par induction. Le chauffage rapide du réseau métallique devrait favoriser le phénomène d'« explosion à la fusion » dans la poudre polymère permettant sa consolidation. Un aspect essentiel de cette étude repose également sur l'utilisation de la simulation numérique par éléments finis, afin de mieux comprendre les transferts thermiques entre le matériau métallique et le matériau polymère lors de la chauffe. Cette démarche combinant expérimentation et simulation permettra d'identifier les paramètres clés du procédé, afin d'optimiser les conditions de frittage et de relier la microstructure finale aux propriétés mécaniques du composite.

Ce manuscrit est organisé comme suit :

Le **chapitre 1** présente l'état de l'art. Il aborde d'abord les polymères, et plus particulièrement l'UHMWPE, en insistant sur ses propriétés spécifiques et sur les procédés de mise en forme par frittage. Il s'intéresse ensuite aux composites en général, puis à ceux à base d'UHMWPE, en détaillant leur composition, les différentes méthodes de fabrication et les principales

propriétés qui en résultent. Enfin, une dernière partie est consacrée aux matériaux architecturés métalliques, avec leur définition, leur classification et leurs caractéristiques mécaniques.

Le **chapitre 2** décrit les matériaux étudiés et les différentes techniques expérimentales mises en œuvre pour leur caractérisation.

Le **chapitre 3** est consacré à la mise en forme des composites UHMWPE/Aluminium par frittage ultra-rapide par induction. Il présente dans un premier temps l'élaboration des structures métalliques architecturées, puis décrit la fabrication des composites, en détaillant les conditions expérimentales retenues et les principaux résultats obtenus.

Le **chapitre 4** est dédié aux caractérisations mécaniques et microstructurales des matériaux architecturés métalliques en aluminium ainsi que des composites UHMWPE/Aluminium. Les résultats obtenus sont ensuite analysés et discutés à la lumière de différents modèles théoriques afin d'établir des relations entre l'évolution microstructurale et les propriétés mécaniques.

Le **chapitre 5** illustre l'application de la démarche développée à des composites UHMWPE/fonte, dans le but d'évaluer l'application de ce procédé à d'autres métaux. Il vise également à analyser les différences induites par le changement de métal, tant du point de vue des conditions de mise en forme que des propriétés mécaniques obtenues.

Enfin, une conclusion générale récapitule les principaux apports de ce travail et des perspectives sont proposées pour la poursuite de cette thématique de recherche.

Chapitre 1 :

Etat de l'Art

Chapitre 1 : Etat de l'art

Table des matières

INTRODUCTION	14
I. LES POLYMERES.....	14
1. <i>Polymère à l'état fondu</i>	15
a. Conformation des chaînes macromoléculaires	15
b. Dynamique des chaînes macromoléculaires	16
c. Cristallisation à partir du fondu.....	18
i. La germination	18
ii. La croissance cristalline : le développement des lamelles	19
2. <i>Morphologie des polymères à l'état semi-cristallin</i>	19
3. <i>Comportement mécanique des polymères semi-cristallins déformés entre Tg et Tf</i>	20
4. <i>Polyéthylène à ultra haute masse molaire (UHMWPE)</i>	21
5. <i>Mise en forme par frittage</i>	23
a. Frittage dans le cas des polymères semi-cristallins.....	23
b. Frittage conventionnel : application à l'UHMWPE	24
c. Autres techniques de frittage.....	26
i. Frittage Laser Sélectif (Selective Laser Sintering ou SLS).....	26
ii. Frittage Spark Plasma (Spark Plasma Sintering ou SPS).....	27
CONCLUSION PARTIELLE	27
II. LES COMPOSITES.....	28
1. <i>Utilisation des composites à matrice organique pour l'optimisation des propriétés</i>	28
a. Optimisation des propriétés mécaniques	29
b. Optimisation des propriétés électriques et thermiques	29
2. <i>Composites à matrice UHMWPE</i>	30
3. <i>Propriétés mécaniques des composites</i>	32
Théorie des mélanges	32
III. LES MATERIAUX TREILLIS METALLIQUES.....	34
1. <i>Définition et classification</i>	34
a. Définition.....	34
b. Classification selon la géométrie	36
2. <i>Mise en forme des matériaux architecturés</i>	37
a. La fabrication additive	37
La Fabrication additive métallique	38
b. La fonderie	39
3. <i>Propriétés mécaniques des matériaux architecturés</i>	40
a. Comportement typique en compression des matériaux architecturés en treillis	40
b. Prédiction de la réponse mécanique d'un matériau architecturé en treillis	42
i. Comportement dominé par la flexion	43
iii. Comportement dominé par l'étirement.....	44
4. <i>Optimisation des matériaux architecturés</i>	45
a. La gradation fonctionnelle et l'hybridation des structures	45
b. L'utilisation d'un matériau de remplissage	46
ANALYSE DE LA LITTERATURE ET APPROCHE METHODOLOGIQUE DE L'ETUDE	47
STRATEGIE ET OBJECTIFS	48

Introduction

Ce chapitre propose un état de l'art qui s'articule d'abord autour des polymères thermoplastiques. L'accent sera mis sur le Polyéthylène à Ultra haute masse molaire (UHMWPE), sa mise en forme par frittage, ses propriétés mécaniques et ses principaux domaines d'application.

La deuxième partie sera consacrée à la présentation générale des matériaux composites. Une attention particulière sera portée aux composites UHMWPE/Métal et à leurs domaines d'applications.

La troisième et dernière partie sera dédiée aux métaux, en particulier aux matériaux architecturés métalliques. Nous présenterons leur classification, leurs méthodes de fabrication, leur optimisation et enfin leurs propriétés mécaniques.

I. Les Polymères

Un polymère est un matériau constitué de longues chaînes macromoléculaires formées par la répétition de petites unités structurales appelées monomères, qui peuvent être toutes de même nature (homopolymères) ou de nature différente (copolymères). Les monomères d'une même chaîne sont reliés par des liaisons covalentes tandis que les chaînes peuvent être reliées entre elles par des nœuds chimiques ou des nœuds physiques appelés enchevêtrements³⁰. Dans cette étude, nous nous intéressons uniquement aux polymères thermoplastiques dont les chaînes sont reliées entre elles par des enchevêtrements. De tels polymères peuvent être amorphes ou semi-cristallins, selon différents paramètres dont la régularité de la chaîne macromoléculaire et les conditions de mise en œuvre.

Lorsqu'un polymère est chauffé, il subit plusieurs transitions thermiques : la transition vitreuse marque le passage de la phase amorphe d'un état rigide et vitreux vers un état plus souple et caoutchoutique. Elle est située aux environs de -100 °C pour le Polyéthylène (PE). À une température plus élevée, les polymères semi-cristallins atteignent la fusion de leurs zones cristallines. Pour le PE, la température de fusion est située entre 100 et 140 °C, dépendant de l'épaisseur des lamelles cristallines.

À l'état fondu, les chaînes sont alors reliées entre elles par des enchevêtrements, responsables de la viscosité importante des polymères. Dans la suite, nous nous intéresserons donc aux polymères à l'état fondu.

1. Polymère à l'état fondu

Cette section se divisera en deux parties distinctes. Dans un premier temps, nous explorerons la conformation des chaînes dans un polymère à l'état fondu. Ensuite, nous aborderons la dynamique des chaînes macromoléculaires, en décrivant les mécanismes par lesquels elles deviennent mobiles à l'état fondu sous l'effet de la température par exemple.

a. Conformation des chaînes macromoléculaires

A l'état fondu, une chaîne polymère adopte une conformation sous forme de pelote statistique³¹ (figure 1.1). Cette conformation correspond à une vision idéalisée de la chaîne macromoléculaire.

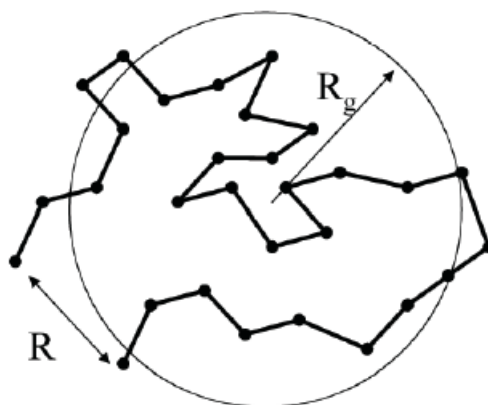


Figure 1.1 : Représentation schématique d'une pelote statistique avec R la distance entre extrémités et R_g le rayon de giration³².

Pour comprendre ce concept de pelote statistique, on peut se référer à l'idée d'une « marche aléatoire brownienne ». La chaîne est alors modélisée par un ensemble de segments appelés segments de Kuhn. La longueur de ce segment dépend de la rigidité de la chaîne et correspond à la plus petite séquence physique de monomères le long de la chaîne au-delà de laquelle la molécule peut être considérée comme librement jointe. Chaque segment peut alors se positionner dans n'importe quelle direction, sans orientation préférentielle par rapport à ses voisins^{31,33}.

Cette conformation en pelote statistique peut donc être visualisée comme une sphère de rayon R_g au sein de laquelle les segments de chaînes s'orientent de manière aléatoire. R_g est appelé rayon de giration de la chaîne, et mesure la dispersion des segments de la chaîne autour du centre de masse de la chaîne. On définit aussi la distance quadratique moyenne

entre bouts de chaîne $\langle R^2 \rangle$, qui fournit une autre mesure de sa dimension spatiale moyenne. Ces paramètres sont des grandeurs statistiques et sont définis par :

$$\langle R^2 \rangle = N \cdot b^2 \quad \text{et} \quad \langle Rg^2 \rangle = \frac{Nb^2}{6} \quad (E1)$$

où b représente la longueur d'un segment de Kuhn (1,265 nm pour un PE et équivaut à un segment constitué de 10 groupes CH₂) et N désigne le nombre de segments de Kuhn par chaîne³⁴.

Lorsqu'on a plusieurs chaînes à l'état fondu, les chaînes conservent la conformation de pelote statistique et forment des enchevêtrements entre elles. On définit alors la masse molaire entre enchevêtrements, qui dépend de la rigidité de la chaîne. Elle est estimée à 2500 g.mol⁻¹ pour le PE³⁴.

b. Dynamique des chaînes macromoléculaires

La dynamique des chaînes macromoléculaires à l'état fondu est étudiée depuis plusieurs décennies et a suscité un grand intérêt. Des travaux fondateurs, notamment ceux de Flory³⁵, Edwards³⁶, Rouse³⁷ ou De Gennes¹⁴, ont permis de décrire les mécanismes microscopiques gouvernant le mouvement des chaînes dans les polymères fondus. Dans ce contexte, nous nous intéressons ici au comportement des polymères à très longues chaînes macromoléculaires, en particulier aux mouvements associés à la formation des enchevêtrements.

Lorsque les polymères sont à l'état fondu, les chaînes macromoléculaires possèdent une certaine liberté de mouvement et les enchevêtrements peuvent se faire et se défaire. Néanmoins, pour un matériau à l'équilibre, la densité d'enchevêtrements reste globalement constante sans application de contrainte extérieure. Différents modèles théoriques ont été proposés pour décrire les mécanismes de déplacement relatifs des chaînes au sein d'un polymère fondu. Parmi eux, les modèles de Rouse³⁷ et de De Gennes¹⁴ que nous présenterons ici.

Le premier modèle décrivant la dynamique des chaînes polymères à l'état fondu est celui proposé par Rouse^{37,38}. Ce modèle correspond à un écoulement de chaînes libres, c'est-à-dire non contraintes par des enchevêtrements. Il s'applique donc aux chaînes courtes, pour lesquelles le nombre d'enchevêtrements par chaîne est faible, ainsi qu'aux chaînes longues mais uniquement aux temps courts, lorsque les mouvements de portions de chaînes se font sans « percevoir » les enchevêtrements. Dans le modèle de Rouse, les segments de chaîne se

déplacent quasi indépendamment, avec un temps de relaxation qui croît comme N^2 , avec N le nombre de segments de Kuhn. Ce temps appelé temps de Rouse est donné par :

$$\tau_{Rouse} = \frac{\zeta N^2 b^2}{3\pi^2 k_B T} \quad (E2)$$

On retrouve dans cette expression les paramètres N et b qui décrivent la longueur de la chaîne, le coefficient de friction monomérique ζ , la constante de Boltzman k_B , et la température T .

Pour les polymères à longues chaînes macromoléculaires, la dynamique est décrite par le modèle de reptation. Proposé initialement par Pierre-Gilles De Gennes dans les années 1970¹⁴, ce modèle décrit comment une chaîne polymère se déplace à travers un réseau d'autres chaînes, en étant contrainte par les chaînes avoisinantes³⁶. Cela crée un effet de confinement où la chaîne polymère est contrainte de se déplacer le long de sa propre longueur, à l'intérieur d'un tube imaginaire. Le tube représente alors les contraintes topologiques dues à la présence des autres chaînes et des enchevêtrements. Par conséquent la chaîne polymère ne peut en sortir que par les bouts et à mesure que la chaîne se déplace, des portions du tube apparaissent et disparaissent. La figure 1.2 illustre un tube de reptation.



Figure 1.2 : Illustration d'un tube de reptation³⁹.

Le temps nécessaire pour qu'une chaîne polymère sorte complètement de son tube initial et explore un nouveau volume de l'espace est appelé « temps de reptation ». Il est donné par :

$$\tau_{Reptation} = \frac{\zeta N^3 b^4}{\pi^2 k_B T a^2} \quad (E3)$$

Avec a qui représente le diamètre du tube de reptation et correspond à la distance entre enchevêtrements. On observe une dépendance importante aux paramètres de Kuhn ($N^3 b^4$) qui sont liés à la longueur de la chaîne, ce qui signifie que les polymères avec de très longues

chaînes (et donc beaucoup d'enchevêtrements) prennent beaucoup plus de temps pour se mouvoir. Ainsi, connaissant les caractéristiques d'une chaîne polymère, il est possible de déterminer son temps de reptation. À 150°C, il est estimé à quelques dizaines de secondes pour une chaîne PE de $0,6 \text{ Mg.mol}^{-1}$ contre 40 h environ pour une chaîne de 10 Mg.mol^{-1} .

c. Cristallisation à partir du fondu

De façon générale, la cristallisation des polymères à partir de l'état fondu a lieu par repliement de chaîne. À noter cependant que des cristaux à chaînes étendues peuvent être obtenus pour une cristallisation induite par étirement ou lors de la cristallisation sous très fortes pressions^{30,40,41}. Les polymères n'atteignent jamais une cristallinité totale en raison de la présence des enchevêtrements et d'irrégularités telles que des branchements ou des bouts de chaînes par exemple. La cristallisation des polymères semi-cristallins à partir du fondu est un processus qui repose sur deux étapes principales : la germination et la croissance des cristaux.

i. La germination

La germination correspond à la formation de germes, qui constituent les noyaux des futurs cristaux. Selon l'origine des germes, on distingue deux types principaux de germination : la germination homogène, lorsque les germes se forment à partir du fondu et la germination hétérogène, lorsqu'ils apparaissent à la surface d'un substrat ou d'un cristal déjà existant. La figure 1.3 illustre les différents types de germe. On distingue alors des germes primaires (dans le fondu), secondaires (sur une surface étrangère) et tertiaires (sur deux surfaces étrangères).

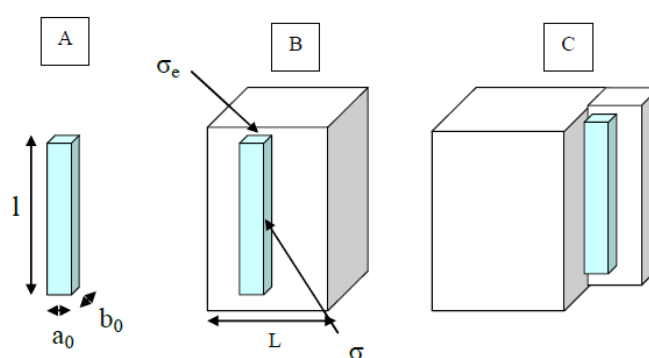


Figure 1.3 : Types de germes cristallins : A-germe primaire, B-germe secondaire, C-germe tertiaire⁴².

Dans les modèles théoriques classiques (germination homogène), un germe est représenté par un parallélépipède de dimensions (l, a_0, b_0) . Sa formation est gouvernée par une enthalpie libre, exprimée par :

$$\Delta G = -V(\Delta g) + 2\sigma_e S_b + 4\sigma S_L \quad (E4)$$

Avec V le volume du cristal, Δg la variation d'enthalpie libre de fusion par unité de volume qui dépend de la température, S_b la surface de la base du cristal, S_L la surface latérale du cristal, σ est l'énergie de surface latérale du germe et σ_e est l'énergie de surface des repliements. La germination n'est stable que si le germe dépasse une taille critique (l^*); sinon, il disparaît spontanément. Le taux de nucléation augmente fortement avec l'augmentation de la surfusion ($\Delta T = T_f^0 - T_x$ où T_f^0 est la température de fusion à l'équilibre thermodynamique et T_x la température de cristallisation).

ii. La croissance cristalline : le développement des lamelles

Une fois formés, les germes croissent par ajout successif de segments de chaînes pour former des lamelles cristallines. Selon la théorie de Lauritzen–Hoffman, la croissance dépend également de la surfusion ⁴³ : à faible ΔT , la croissance est limitée par la diffusion des chaînes qui doivent atteindre la surface de la lamelle. A ΔT intermédiaire, la croissance lamellaire a lieu par nucléation secondaire sur la surface de la lamelle (cf cas b. de la figure 1.3). La vitesse de croissance est alors maximale dans ce régime. Enfin, à forte ΔT , la diffusion est très lente conduisant à une vitesse de croissance très faible. Outre la température, le processus de croissance est également contrôlé par la vitesse de reptation des chaînes qui dépend de la masse molaire. Ainsi, une masse molaire élevée tend à ralentir la vitesse de repliement. Le taux de cristallinité, la microstructure finale et les propriétés résultantes dépendent donc des conditions de cristallisation et de la masse molaire.

2. Morphologie des polymères à l'état semi-cristallin

En cristallisant, la matière va se structurer à plusieurs niveaux d'échelles allant de la maille cristalline jusqu'aux agrégats polycristallins en passant par l'empilement des lamelles cristallines et amorphes (voir figure 1.4)³⁰.

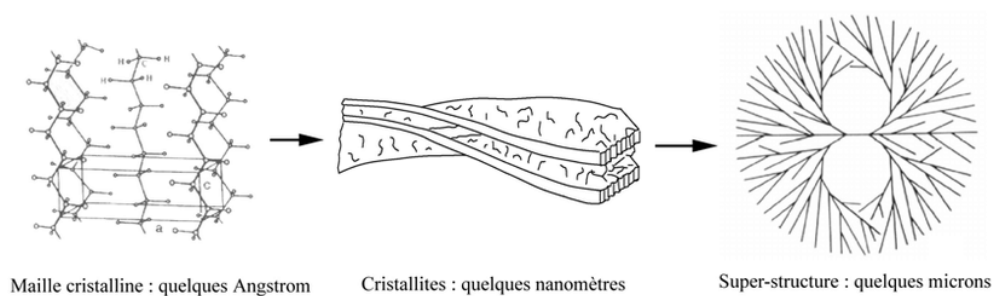


Figure 1.4 : Morphologie multi-échelle des polymères semi-cristallins³⁰.

La maille cristalline (quelques Ångströms) va dépendre de la structure chimique de la chaîne polymère (monomères). Dans le cas du PE, la maille est orthorhombique avec $a=7,41 \text{ Å}$, $b=4,94 \text{ Å}$ et $c=2,54 \text{ Å}$. L'assemblage de plusieurs mailles cristallines va former des lamelles cristallines qui ont des épaisseurs de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres. Il convient de souligner que les lamelles cristallines sont interconnectées grâce à des molécules liantes, ces dernières traversant deux lamelles cristallines successives (voir figure 1.5). Enfin, l'empilement des lamelles cristallines et amorphes conduit à la formation de super-structures appelées sphérolites (qui peuvent atteindre plusieurs dizaines de microns). À noter que dans le cas de refroidissement rapide ou d'un polymère très visqueux à l'état fondu (cas des ultra hautes masses)^{30,44}, la cristallisation peut être limitée et le matériau peut ne pas former de sphérolites bien définies.

De façon générale, les polymères semi-cristallins sont constitués de phases amorphes et cristallines en proportion variable caractérisée par le taux de cristallinité. On peut également définir la longue période L_p , qui correspond à l'épaisseur de l'empilement d'une lamelle cristalline et d'une lamelle amorphe successive comme illustré sur la figure 1.5.

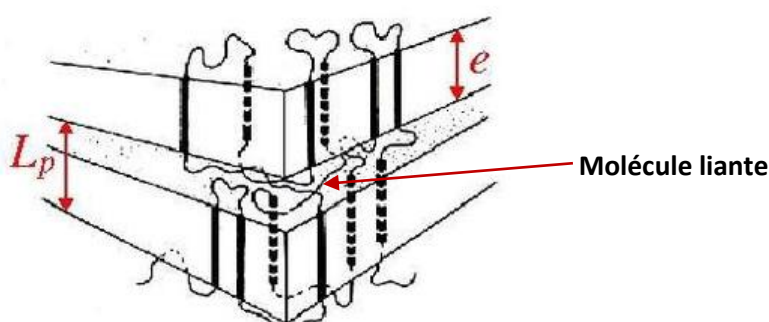


Figure 1.5 : illustration de l'empilement des lamelles cristallines et lamelles amorphes⁴⁵.

3. Comportement mécanique des polymères semi-cristallins déformés entre T_g et T_f

Le comportement mécanique des polymères semi-cristallins déformés entre T_g et T_f résulte de leur microstructure, constituée de lamelles cristallines séparées par des zones amorphes caoutchoutiques dans lesquelles les molécules liantes et les enchevêtrements lorsqu'ils permettent de relier 2 lamelles cristallines assurent le rôle de transmetteurs de contraintes entre les cristallites. La figure 1.6 illustre la réponse caractéristique d'un polymère semi-cristallin déformé en traction uniaxiale entre T_g et T_f .

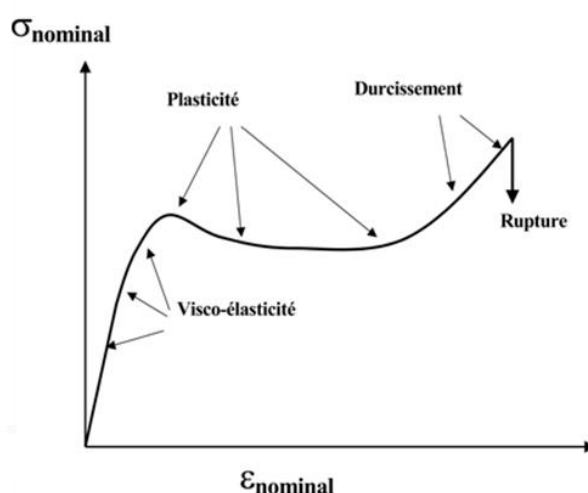


Figure 1.6 : Représentation schématique de la réponse mécanique d'un polymère semi-cristallin⁴⁶.

A température ambiante, la phase amorphe caoutchoutique se déforme de manière viscoélastique^{47,48}, du fait de son faible module comparé à celui de la phase cristalline. Ainsi, à faibles déformations, le matériau va être d'autant plus rigide que son taux de cristallinité est grand. Selon l'orientation des empilements lamellaires par rapport à la direction de la sollicitation, deux mécanismes principaux interviennent⁴⁹ : le glissement interlamellaire, qui correspond à un cisaillement parallèle entre deux lamelles cristallines, et la séparation interlamellaire, où la distance entre lamelles cristallines augmente.

À partir du seuil de plasticité, les lamelles cristallines vont se déformer⁵⁰ par glissement cristallin et fragmentation des lamelles cristallines en blocs cristallins plus petits. Ce stade correspond à la transformation de la structure sphérolitique en structure fibrillaire. Elle est caractérisée par un adoucissement plus au moins prononcé au niveau de la courbe $\sigma_n = f(\epsilon_n)$. En particulier, dans le cas des matériaux très enchevêtrés, l'adoucissement est peu marqué lié au nombre de transmetteurs de contraintes important (molécules liantes et enchevêtrements lorsqu'ils permettent de relier 2 lamelles cristallines entre-elles).

Enfin, pendant le stade de durcissement, les chaînes constituant les blocs cristallins se déplient augmentant encore l'étirabilité du matériau avant d'atteindre sa rupture.

4. Polyéthylène à ultra haute masse molaire (UHMWPE)

Le polyéthylène à ultra haute masse molaire (UHMWPE) est un polymère semi-cristallin composé de chaînes linéaires extrêmement longues, avec une masse molaire moyenne

dépassant 3 Mg.mol^{-1} contre des masses de l'ordre de $0,2 \text{ Mg.mol}^{-1}$ pour les PE classiques. Sa synthèse repose sur la polymérisation de l'éthylène ($\text{CH}_2=\text{CH}_2$) par des techniques catalytiques de type Ziegler-Natta durant laquelle la cristallisation se produit simultanément à la polymérisation⁵¹. Il en résulte des poudres natives d'UHMWPE très cristallines ($X_c \approx 60$ à 70%)^{51,52} et peu enchevêtrées. Des avancées récentes dans le contrôle de la cinétique de polymérisation ont permis de moduler la topologie des chaînes, offrant des poudres natives de UHMWPE sur mesure (plus ou moins enchevêtrées)⁵³⁻⁵⁷.

De par sa structure semi-cristalline et la longueur extrême de ses chaînes, l'UHMWPE associe faible densité, inertie chimique, très faible coefficient de frottement, haute résistance à l'usure et bonne tenue aux chocs⁵⁸. Ces propriétés expliquent son usage pour différentes applications. Il est utilisé depuis les années 1950 dans divers domaines, notamment pour les revêtements de trémies, les glissières de lignes d'embouteillage, ainsi que les protections pour navires et infrastructures portuaires³⁻⁵. Sa ductilité et sa capacité d'absorption d'énergie avant rupture sont recherchées pour la protection balistique et les vêtements anti-coupure^{6-8,59}. Dans le domaine médical, l'UHMWPE s'est imposé grâce à sa biocompatibilité, sa solidité et sa résistance à l'usure, qui en font un matériau clé pour les dispositifs implantables^{10,11,60}. Depuis plusieurs décennies, il est largement utilisé comme composant de friction dans les prothèses articulaires⁹. Enfin, sous forme de membranes microporeuses, il sert de séparateur de batteries Li-ion grâce à son inertie chimique, sa résistance à la perforation et sa stabilité dimensionnelle⁶¹⁻⁶³.

Par ailleurs, en raison de ses longues chaînes, l'UHMWPE présente une forte viscosité à l'état fondu⁶⁴. En effet, la viscosité est étroitement liée à la longueur des chaînes. En l'occurrence, dans le cas de PE classique, des observations expérimentales ont clairement montré qu'à température fixée, la viscosité newtonienne est proportionnelle à $M_w^{3.5}$ où M_w est la masse molaire en poids des chaînes macromoléculaires⁶⁵. Cette forte viscosité vient du fait que plus la masse molaire est élevée, plus le nombre d'enchevêtrements par chaîne à l'état fondu est grand. À titre d'exemple, à l'équilibre, l'UHMWPE à 10 Mg.mol^{-1} compte environ 50 fois plus d'enchevêtrements qu'un PE classique.

De façon générale, la viscosité diminue avec l'élévation de la température ce qui favorise l'écoulement du matériau. Toutefois, si les chaînes sont très longues (comme dans le cas du UHMWPE), la viscosité demeure très importante jusqu'à la température de dégradation de sorte qu'aucun écoulement n'est observé entre sa température de fusion et celle de dégradation (figure 1.7). Ainsi, le plateau caoutchoutique est alors beaucoup plus long pour l'UHMWPE que pour un PE classique.

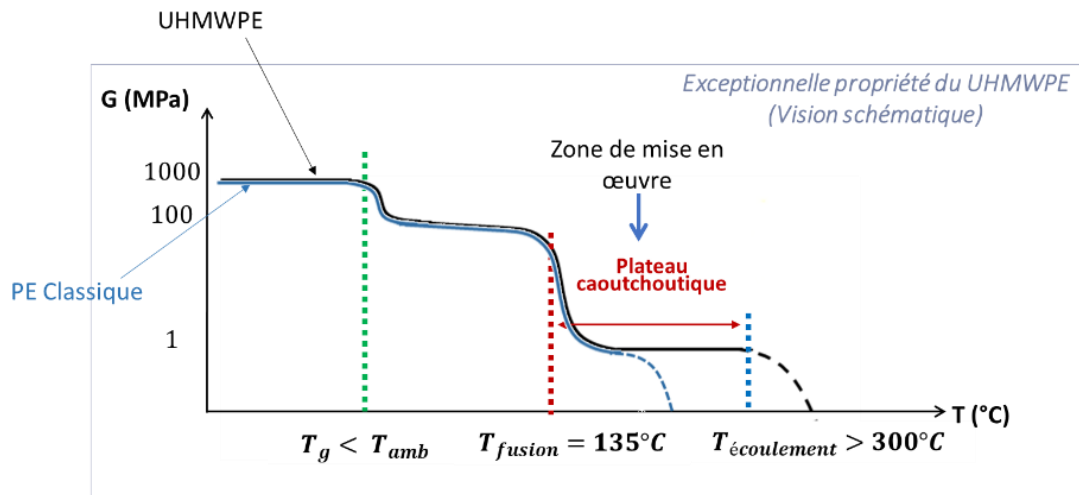


Figure 1.7 : Représentation schématique de la variation du module de cisaillement de l'UHMWPE en fonction de la température³².

La mise en forme de l'UHMWPE devient donc impossible par les procédés conventionnels (injection, extrusion, moulage...) qui nécessitent l'écoulement du polymère à des températures inférieures à sa dégradation. Pour contourner cette problématique, des méthodes alternatives inspirées de la métallurgie des poudres, telles que le frittage, ont été développées. Ces procédés exploitent la plage de températures correspondant au plateau caoutchoutique (135 °C à 300 °C) pour mettre en forme le matériau.

5. Mise en forme par frittage

a. Frittage dans le cas des polymères semi-cristallins

De façon générale, le frittage est un processus activé thermiquement, historiquement issu de la métallurgie des poudres, qui permet la transformation d'un empilement de particules individuelles (poudre) en un matériau compact plus ou moins dense⁶⁶. En métallurgie, le frittage s'effectue en-dessous du point de fusion du matériau. Le processus se fait par diffusion de matière au travers des interfaces solides entre particules adjacentes, ce qui conduit progressivement à la consolidation du matériau.

Dans le cas des polymères semi-cristallins à longues chaînes, l'appellation *frittage* est utilisée par analogie, bien que le procédé soit réalisé au-dessus de la température de fusion. Toutefois, comme précisé précédemment, le matériau demeure loin de l'état d'écoulement en raison de sa très forte viscosité due au nombre élevé d'enchevêtrements par chaîne.

De façon concrète, le procédé de frittage pour les semi-cristallins est réalisé au-dessus de la température de fusion ce qui permet aux chaînes de diffuser au travers des interfaces et de former des enchevêtrements. Cette étape est donc fortement dépendante de la capacité de la chaîne à diffuser au travers des interfaces, mécanisme décrit par la théorie de reptation vu précédemment¹⁴⁻¹⁷. Les mécanismes de frittage sont similaires à ceux décrits dans les procédés de soudage des polymères et de guérison de fissures^{12,13}. Ces derniers reposent sur l'idée que la consolidation maximale de l'interface est atteinte lorsqu'on ne peut plus distinguer l'interface à l'échelle moléculaire^{13,67-70}. On définit ainsi une distance d'interpénétration moyenne D des chaînes dépendant du temps de reptation :

$$D = R_g \sqrt{\frac{t}{\tau_{reptation}}} \quad (E5)$$

Avec R_g , le rayon de giration de la chaîne, t le temps de mise en contact des interfaces à l'état fondu et $\tau_{reptation}$ le temps de reptation. On considère que le soudage est complet c'est-à-dire que les chaînes sont totalement enchevêtrées et l'interface totalement disparue lorsque la distance moyenne d'interpénétration D est égale au rayon de giration R_g (pour $t = \tau_{reptation}$).

Plusieurs variantes de frittage ont été développées au cours de ces dernières décennies et seront discutées dans les sections suivantes.

b. Frittage conventionnel : application à l'UHMWPE

Le frittage de l'UHMWPE s'inscrit à priori dans le cadre des mécanismes diffusifs étudiés précédemment pour les polymères semi-cristallins. Deplancke et al ont mis sur pied un protocole de frittage de poudres natives d'UHMWPE et l'ont divisé en trois étapes³² : la densification puis diffusion des chaînes au travers des interfaces et réenchevêtrement, et enfin le refroidissement pendant lequel on a cristallisation et cocrystallisation (voir figure 1.8). La cocrystallisation^{71,72} désigne ici la formation de cristaux à l'interface entre deux grains, où des segments de chaînes polymères provenant de chaque grain s'organisent pour former une lamelle cristalline commune. L'optimisation de ces étapes a permis d'obtenir des matériaux denses à 100 % pour des températures de frittage comprises entre 150 et 250 °C et des durées allant de 15 min à 100 h.

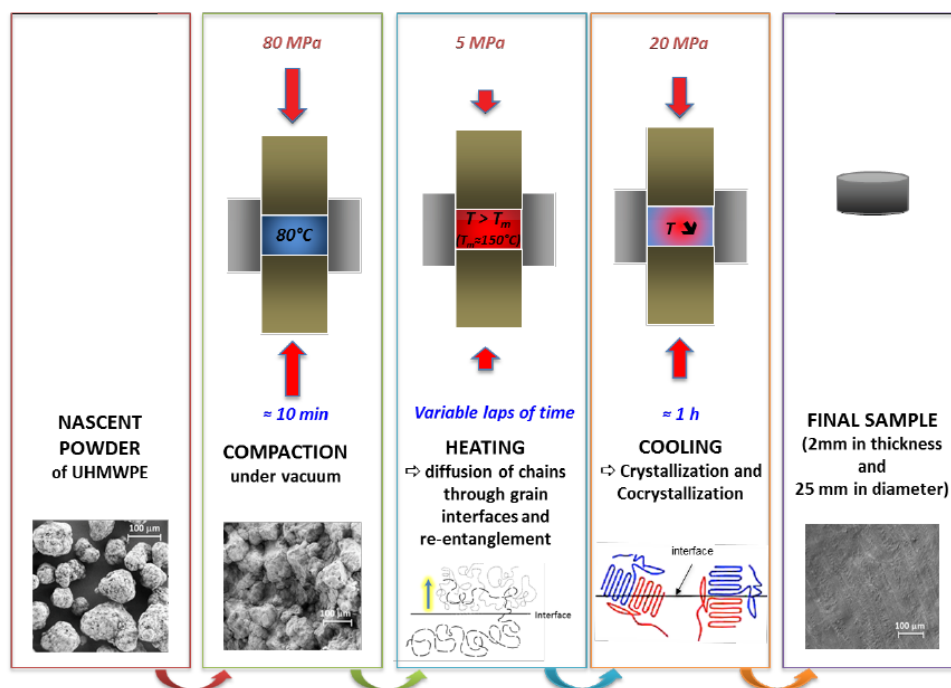


Figure 1.8 : Protocole de frittage du UHMWPE développé par Deplancke et al.¹⁹

Par ailleurs, il a été observé que pour un grade de UHMWPE de masse molaire donnée, les propriétés mécaniques mesurées à l'état caoutchoutique (au-dessus de la température de fusion) sont quasi inchangées⁵⁹ quelle que soit la durée de frittage comprise entre 15 min et 100 h. Cela contraste fortement avec les prévisions théoriques de la reptation par les bouts de chaîne, selon lesquelles des temps beaucoup plus longs que 15 min (environ 40h à 150°C pour 10 $Mg.mol^{-1}$ par exemple) seraient nécessaires pour permettre aux chaînes polymères de diffuser suffisamment à travers les interfaces et de former des enchevêtrements.

Pour expliquer ce phénomène, les auteurs attribuent ce réenchevêtrement rapide au phénomène « d'explosion à la fusion » : lors de la fusion, les chaînes polymères initialement peu enchevêtrées et sous forme de cristaux à chaînes repliées (en orange sur le schéma de la figure 1.9) retrouvent très rapidement une conformation proche de leur équilibre sous forme de pelote statistique (voir figure 1.9).

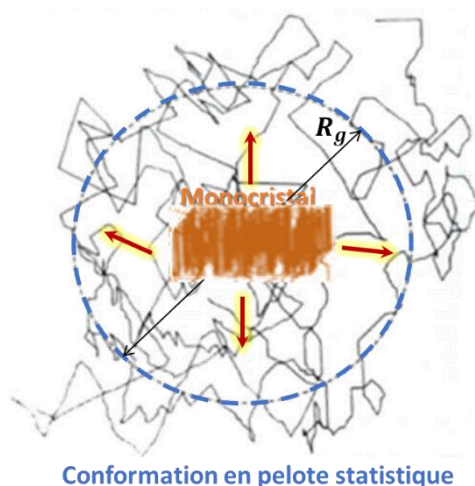


Figure 1.9 : Illustration de l'explosion à la fusion²¹.

Ce phénomène a été mis en évidence pour la première fois par Barham et Sadler²¹, à partir d'expériences de diffusion de neutrons réalisées sur des monocristaux de polyéthylène, et a ensuite été interprété par De Gennes²⁰. Plus récemment, cette idée a été remise au centre des recherches sur l'UHMWPE désenchevêtré pour lequel il a été montré que le réseau d'enchevêtrements se reconstitue en un temps ultra-court (de l'ordre de quelques minutes) dès le bref passage au-dessus de la température de fusion⁷³. Concernant les paramètres de frittage, Wang et al (2024) ⁷⁴ soulignent que la vitesse de chauffe joue également un rôle déterminant : pour des vitesses supérieures à $1^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, la diffusion rapide des chaînes favorise l'« explosion à la fusion » et accélère ainsi la formation du réseau d'enchevêtrements.

L'ensemble de ces observations met en évidence l'intérêt majeur des procédés de frittage rapide pour la mise en forme de poudres natives de UHMWPE.

c. Autres techniques de frittage

i. Frittage Laser Sélectif (Selective Laser Sintering ou SLS)

Contrairement au procédé de frittage classique précédemment décrit, le SLS est une fabrication additive sur lit de poudre : le lit est pré-chauffé près de la température de fusion, puis un laser balaie la poudre pour souder localement les particules et construire la pièce couche par couche. Pour l'UHMWPE, la faisabilité a été démontrée dès les années 2000 pour des pièces poreuses à visée clinique, mais avec des résistances mécaniques modestes^{22,75–77}. Plusieurs études rapportent des porosités élevées (60–65 % selon les réglages), qui dégradent fortement les propriétés et imposent parfois des post-traitements (densification, recuit...). Le chauffage localisé crée en outre des gradients thermiques qui limitent la fidélité des formes :

les géométries simples sont réalisables, mais les structures complexes restent difficiles à obtenir, et certaines pièces sont tellement poreuses que leurs propriétés mécaniques ne sont pas mesurables dans des conditions standard⁷⁵.

ii. Frittage Spark Plasma (Spark Plasma Sintering ou SPS)

Le SPS fait partie des frittages dits « flash » en raison de la rapidité du procédé. Il repose sur un courant continu sur des temps courts (pulsé) qui produit un échauffement par effet Joule. Dans le procédé SPS, la poudre polymère est dans un moule généralement en graphite soumis à un courant ; le polymère étant isolant, le courant circule dans le moule uniquement. Ce dernier va chauffer le polymère par conduction. L'intérêt de ce procédé a été démontré sur des polymères techniques tel que le PEEK (polyétheréthercétone) pour lequel des densités supérieures à 99 % ont été atteintes⁷³. Pour l'UHMWPE et ses composites, des consolidations rapides par SPS ont été rapportées, tout en soulignant des défis à maîtriser en particulier concernant des gradients thermiques importants⁷⁹ dans le cas de pièces massives.

Conclusion partielle

Cette première partie a présenté les généralités sur les polymères, puis sur l'UHMWPE. Sa structure, faite de chaînes macromoléculaires très longues lui confère de très bonnes propriétés en termes de résistance à l'usure et de résistance aux impacts. Ces mêmes chaînes macromoléculaires rendent sa mise en forme impossible par les procédés classiques et le frittage offre alors une voie de mise en forme des poudres natives de UHMWPE. En effet, ces poudres natives d'UHMWPE sont constituées de chaînes dont la conformation est hors équilibre, très cristallines et peu enchevêtrées. Lors de la mise en forme par frittage, le matériau subit une fusion, puis une recristallisation à partir d'un état fondu contenant cette fois beaucoup plus d'enchevêtrements. La mobilité restreinte des chaînes dans cet état limite la formation de lamelles cristallines, ce qui conduit à un taux de cristallinité plus faible que celui des poudres natives. La rigidité du matériau reste faible, de l'ordre de quelques centaines de MPa, ce qui limite son utilisation pour un certain nombre d'applications. Pour dépasser ce verrou, la suite explore la « voie composite » comme moyen d'augmenter la rigidité de l'UHMWPE.

II. Les composites

Les matériaux composites sont constitués d'au moins deux composants distincts, issus de différentes classes de matériaux, afin de combiner leurs meilleures propriétés et d'optimiser les performances du matériau final. Ce sont souvent des matériaux à très hautes performances mécaniques, électriques, thermiques... de manière à obtenir les propriétés souhaitées en faisant un choix approprié des constituants⁸⁰.

Typiquement, un composite se compose d'une matrice, qui agit comme matériau porteur et continu, et d'un renfort/charge, choisi pour ses caractéristiques exceptionnelles telles que la rigidité, la conductivité... La matrice lie les renforts, les protège des agressions extérieures et transmet les charges appliquées, tandis que les renforts améliorent les performances globales du matériau. Cette complémentarité permet aux composites de se démarquer par leur modularité et leur aptitude à répondre à des besoins spécifiques, les rendant particulièrement prisés dans des secteurs variés tels que l'aéronautique, l'automobile, la construction ou l'électronique⁸¹.

Les matériaux composites se classent en trois grandes familles selon la nature de leur matrice. Les composites à matrice organique, se distinguent par leur coût réduit et leur adaptation à la production en série. Les composites à matrice céramique qui eux sont privilégiés pour des environnements où la résistance aux hautes températures est primordiale (aérospatial, militaire, nucléaire...). Enfin, les composites à matrice métallique, généralement à base d'Aluminium, de Zinc ou de Magnésium, trouvent leur utilité dans des domaines tels que l'automobile ou l'électronique⁸². Parmi toutes ces catégories, les composites à matrice organique occupent une place prépondérante en raison de leur polyvalence et de leur coût abordable et feront l'objet de cette étude.

1. Utilisation des composites à matrice organique pour l'optimisation des propriétés

Dans l'optimisation des propriétés des composites à matrice organique (CMO), différents types de renforts sont utilisés pour répondre aux exigences spécifiques des applications. Ces renforts sont classiquement sous forme fibrillaire ou particulaire... et leur choix dépend des propriétés ciblées, qu'elles soient mécaniques, thermiques ou autres.

a. Optimisation des propriétés mécaniques

Les fibres de verre et de carbone sont des renforts couramment utilisés dans les CMOs (illustration figure 1.10.a), pour leur résistance élevée à la traction et leur légèreté^{83,84}. Le transfert de charge dépend surtout de l'orientation des fibres⁸⁵⁻⁸⁷ et de leur fraction volumique⁸⁸ : aligner les fibres dans la direction de sollicitation et augmenter leur fraction volumique accroît la résistance. Au-delà d'un optimum (variable selon les systèmes), on note généralement une baisse des performances mécaniques car elles agissent alors comme des défauts⁸⁹.

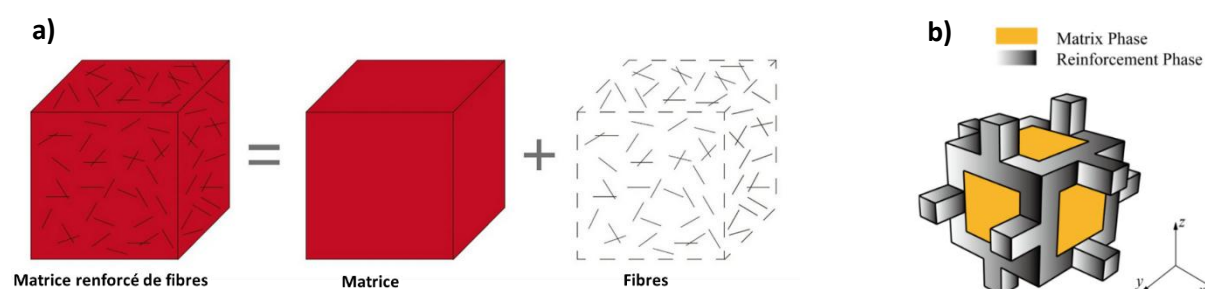


Figure 1.10 : Illustration d'un composite ; a) à fibres, b) co-continu⁹⁰.

Ces composites sont largement utilisés pour la fabrication de coques de bateaux, de pièces de carrosserie ou de composants d'avions. Les fibres de verre et de carbone sont généralement intégrées dans la matrice polymère sous forme de toiles, de nappes ou de filaments, et peuvent être enroulées, tissées ou stratifiées (sandwich) selon les besoins spécifiques de l'application. Les méthodes de fabrication les plus courantes pour ces composites incluent le moulage par compression, l'injection et la stratification⁹¹.

Lorsqu'on veut associer rigidité, légèreté et grande capacité d'absorption d'énergie, on peut recourir à des composites à phases interpénétrées ou co-continus (figure 1.10.b). Dans ces matériaux, les deux phases sont chacune continues et forment des réseaux imbriqués, souvent obtenus par fabrication additive⁸⁷⁻⁹⁰. Dans ce type de composite, la phase renforçante est généralement un matériau cellulaire (détaillée dans la partie suivante). Le choix du matériau et de la géométrie de l'architecture dépend de l'application visée.

b. Optimisation des propriétés électriques et thermiques

Lorsqu'il s'agit d'améliorer la conductivité thermique ou électrique de la matrice polymère, on ajoute des charges conductrices⁹⁵. Ces particules peuvent être des métaux⁹⁶ (cuivre, aluminium...) ou du carbone (graphite, fibres/nanotubes)⁹⁷. Les composites polymère/graphite sont par exemple utilisés dans des applications telles que les dissipateurs

thermiques ou les composants électroniques⁹⁸. La dispersion des charges se fait en général par mélange en phase fondu (extrusion), en solution ou par pulvérisation. L'enjeu pour ce type de composite est une dispersion uniforme et un taux de charge suffisant pour atteindre le seuil de percolation ; sinon, le gain de conductivité reste faible.

Au-delà des propriétés mécaniques, thermiques et électriques, les CMOs sont hautement polyvalents. On peut leur conférer des réponses piézoélectriques (grâce à l'ajout de charges céramiques piézoélectriques type Plomb Zirconate Titanate par exemple) pour capteurs et actionneurs⁹⁹. L'ajout de charges de type (Si, Ti, Zr...) permet d'améliorer la résistance aux rayons UV par exemple^{100,101}, de charges magnétiques (ferrites, Fe/Fe₃O₄) apportent la perméabilité magnétique^{101,102}. Selon le besoin, il est donc possible d'ajuster le type, le taux, la dispersion et la géométrie des charges.

Cette première partie a montré que les composites à matrice organique (CMO) présentent une grande diversité de structures et de propriétés, adaptées à de nombreuses applications. Le renforcement des propriétés mécaniques repose généralement sur l'ajout de charges sous forme de fibres de verre ou de carbone. Toutefois, ces approches dépendent fortement de l'orientation et de la fraction volumique des fibres dans la matrice polymère ; au-delà d'un certain seuil, ces dernières peuvent même agir comme des défauts et dégrader les performances mécaniques. La section suivante s'intéresse à l'état de l'art concernant les composites à matrice UHMWPE, afin d'identifier les principales tendances et les limites actuelles de ces systèmes.

2. Composites à matrice UHMWPE

Les composites à base de polyéthylène à ultra haute masse molaire (UHMWPE) continuent de faire l'objet de nombreuses recherches en raison de leur potentiel dans des applications diverses, allant des prothèses biomédicales aux équipements de protection individuelle. L'UHMWPE, connu pour sa résistance à l'usure et aux chocs, et sa biocompatibilité, présente néanmoins des limitations intrinsèques, notamment une rigidité insuffisante.

L'évolution récente des composites UHMWPE a vu l'introduction de nanorenforts comme les nanotubes de carbone (CNTs) et le graphène^{103,104}. Ces nanomatériaux offrent des modules d'élasticité exceptionnels (jusqu'à 1 TPa pour les CNTs) et des capacités supérieures de transfert de charge. Par exemple, l'ajout de 1 % à 5 % de CNTs peut augmenter le module d'élasticité de 25 % à 80 %, selon la qualité de dispersion et les traitements appliqués¹⁰⁴. Le graphène, avec une dispersion plus homogène et une meilleure interaction avec la matrice polymère, améliore la rigidité, surpassant souvent les CNTs dans certaines configurations. Les

méthodes de fabrication employées pour ces composites incluent principalement les mélanges en solution et la compression à chaud. Cependant, la dispersion uniforme de ces nanomatériaux reste un défi important, car ils ont tendance à s'agglomérer, ce qui limite l'efficacité de leur renforcement. Ces agglomérations créent des zones de faiblesse structurelle qui réduisent les performances mécaniques globales du composite.

En parallèle, des charges inorganiques dures, telles que le zirconium, l'alumine et l'hydroxyapatite, ont été intégrées pour accroître la rigidité et la dureté des composites¹⁰³. Ces charges, utilisées entre autres pour des applications biomédicales et industrielles, renforcent la matrice polymère tout en améliorant sa résistance à l'abrasion. Cependant, ces ajouts peuvent diminuer la ductilité des composites, les rendant plus fragiles sous des charges dynamiques complexes.

Plus récemment, les recherches ont exploré de nouvelles formes de composites UHMWPE pour des applications sous contraintes dynamiques extrêmes, telles que la protection balistique¹⁰⁵. Grâce à des techniques comme la compaction par impact cyclique (CIC)¹⁰⁵, il est désormais possible de fabriquer des composites multicouches associant l'UHMWPE à des renforts métalliques, tels que des plaques perforées en titane ou en acier. Ces composites sont obtenus par empilement successif de couches de polymère et de métal, puis densifiés sous l'effet d'impacts mécaniques contrôlés. Le défi majeur réside dans l'optimisation de la géométrie et de l'espacement des couches métalliques. Des plaques trop épaisses ou insuffisamment perforées peuvent provoquer un décollement du polymère, réduisant ainsi l'efficacité globale du composite sous des charges d'impact. L'adhésion étant purement mécanique dans cette configuration, les propriétés mécaniques en dépendent fortement.

Dans les laminés UHMWPE plus classiques (constitués de tissus de fibres d'UHMWPE), la revue de Joshi (2024)⁵⁹ souligne que le délaminage est un verrou majeur car l'adhésion fibre–matrice est faible. La qualité d'interface doit être un compromis : si elle est trop faible, il y a arrachement des fibres (pull-out) et le transfert de charge est mauvais ; si elle est trop forte, la dissipation d'énergie diminue. Pour améliorer l'adhésion et la friction inter-plis, des traitements de surface (chimie, plasma, corona) peuvent être utilisés.

Cet état de l'art montre que, même pour les composites à matrice UHMWPE renforcés par des nanotubes de carbone ou d'autres charges inorganiques, le principal verrou reste la dispersion homogène des renforts au sein de la matrice polymère. Ces nanocharges ont en effet tendance à s'agglomérer, formant des défauts qui altèrent les propriétés mécaniques

plutôt que de les améliorer. Par ailleurs, dans le cas des approches stratifiées, la qualité d'adhésion à l'interface métal/UHMWPE joue un rôle déterminant dans les propriétés mécaniques globales du composite. Pour contourner ces difficultés, la présente étude propose une stratégie alternative fondée sur la conception de composites co-continus UHMWPE/métal, où les deux phases (polymère et métal) sont continues et interconnectées.

3. Propriétés mécaniques des composites

Les propriétés mécaniques des composites sont un domaine de recherche complexe, en raison de la variété des matériaux utilisés et des interactions entre leurs constituants. Pour modéliser ces propriétés, plusieurs approches théoriques ont été développées, chacune ayant ses forces et ses limites^{106,107}. Ces modèles sont essentiels pour la conception et l'optimisation des composites dans diverses applications industrielles.

Théorie des mélanges

La théorie des mélanges est l'une des premières approches utilisées pour estimer les propriétés mécaniques des composites⁸¹. Ce concept repose sur l'idée que les propriétés globales d'un composite peuvent être calculées comme une moyenne pondérée des propriétés de ses constituants. Les deux modèles les plus simples issus de cette théorie sont le modèle de Voigt (modèle en parallèle) et le modèle de Reuss (modèle en série)¹⁰⁸ :

- Modèle de Voigt¹⁰⁹ : Ce modèle assume que toutes les phases du composite subissent la même déformation sous une charge. Il est souvent utilisé pour estimer le module d'élasticité longitudinal E_{LC} des composites unidirectionnels. Selon ce modèle, le module d'élasticité longitudinal est donné par une somme pondérée des modules des constituants, c'est-à-dire $E_{LC} = \chi_r E_r + \chi_m E_m$, où χ_r et χ_m sont les fractions volumiques des renforts et de la matrice, et E_r et E_m leurs modules d'élasticité respectifs. Il constitue la borne supérieure des propriétés mécaniques des composites.
- Modèle de Reuss : Contrairement au modèle de Voigt, le modèle de Reuss suppose que les phases du composite subissent la même contrainte. Il correspond à un chargement perpendiculaire à l'empilement des phases du composite et permet ainsi d'estimer le module d'élasticité transverse du composite. Le module d'élasticité E_{TC} est alors donné par $\frac{1}{E_{TC}} = \frac{\chi_r}{E_r} + \frac{\chi_m}{E_m}$. Ce modèle fournit généralement une borne inférieure pour les propriétés mécaniques du composite.

Les modèles présentés ci-dessus offrent un aperçu des théories développées pour décrire le comportement mécanique des composites dans divers contextes. Cependant, ces approches sont généralement adaptées aux composites à une seule phase continue ou à des configurations simples. Les composites co-continus, où les deux phases principales sont interconnectées, posent des défis supplémentaires. Bien que la littérature sur les propriétés mécaniques des composites co-continus soit rare, des modèles spécifiques comme celui de Veenstra¹¹⁰ ont été développés.

Ce modèle de Veenstra associe à la co-continuité une morphologie de la phase rigide du composite comme trois barres orthogonales qui s'interceptent dans un cube dont le volume restant est occupé par la phase molle (figure 1.11).

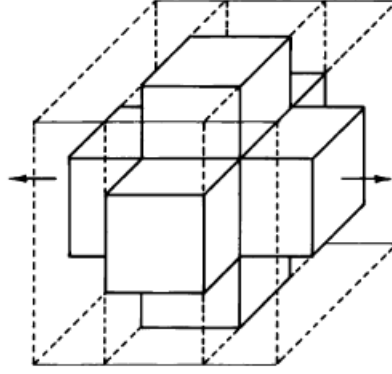


Figure 1.11 : Morphologie co-continue selon Veenstra¹¹⁰.

Il définit ainsi le module du composite par :

$$E_c = \frac{a^2 b E_1^2 + (a^3 + 2ab + b^3) E_1 E_2 + ab^2 E_2^2}{b E_1 + a E_2} \quad (E6)$$

Avec E_1 et E_2 les modules des phases rigides et molles respectivement. Les paramètres a et b sont des coefficients géométriques introduits par Veenstra pour relier les fractions volumiques réelles des phases à leur répartition spatiale dans le cube de référence. Ainsi, a correspond à la proportion du cube occupé par la phase rigide corrigée par la géométrie de la structure, tandis que $b=1-a$ est associé à la proportion occupée par la phase molle à nouveau corrigée par la géométrie. La fraction volumique de la phase rigide χ_1 est reliée à a par la relation polynomiale ci-dessous :

$$\chi_1 = 3a^2 - 2a^3 \quad (E7)$$

Cette relation traduit la manière dont la phase métallique se distribue au sein du cube.

En conclusion de cette partie, nous avons vu que les composites UHMWPE, qu'ils soient renforcés par des nanomatériaux, des renforts fibrillaires ou des couches métalliques, représentent une avancée significative dans le domaine des matériaux de haute performance. Leur potentiel est indéniable dans des secteurs tels que la biomédecine, l'industrie et la défense. Cependant, pour exploiter pleinement leurs performances, plusieurs défis techniques doivent encore être relevés. Parmi ces défis, on compte la dispersion homogène des renforts, essentielle pour éviter la formation de zones de faiblesse structurelle, et l'adhésion durable entre la matrice polymère et les différents types de renforts. De plus, trouver un équilibre optimal entre rigidité, flexibilité et légèreté reste une priorité pour maximiser leur adaptabilité à des environnements variés. Une des pistes prometteuses pour surmonter ces limitations réside dans le développement de composites co-continus UHMWPE/métal constitué de matériaux architecturés métalliques.

III. Les matériaux treillis métalliques

Les métaux jouent un grand rôle dans de nombreux secteurs industriels, notamment en construction, en ingénierie, et en fabrication de machines. Ces matériaux sont particulièrement prisés pour leur robustesse, leur rigidité avec un module de 80 GPa-300 GPa, leur durabilité, leurs conductivités thermique et électrique, ainsi que leur ductilité ¹¹¹. De par ces nombreuses propriétés, ils peuvent être combinés à l'UHMWPE pour le rigidifier tout en gardant l'aspect ductilité permettant ainsi la résistance aux chocs et à l'usure. Toutefois, l'évolution des besoins technologiques a conduit à l'émergence d'une sous-catégorie spécifique de métaux : les matériaux architecturés métalliques, qui visent à maximiser les performances en fonction des applications spécifiques. Nous allons donc explorer cette nouvelle catégorie de matériaux en nous penchant d'abord sur leur définition et leur classification, puis en examinant leurs propriétés mécaniques et leurs optimisations, et enfin en étudiant leurs procédés de fabrication.

1. Définition et classification

a. Définition

La figure 1.12 est un diagramme d'Ashby qui compare le module des matériaux en fonction de leur masse volumique. À une extrémité, les mousses polymères : peu denses mais peu rigides. À l'autre, les métaux et céramiques : denses et très rigides. Entre ces deux extrêmes,

une nouvelle famille a été développée : les matériaux architecturés métalliques qui combinent légèreté et rigidité^{27,112}.

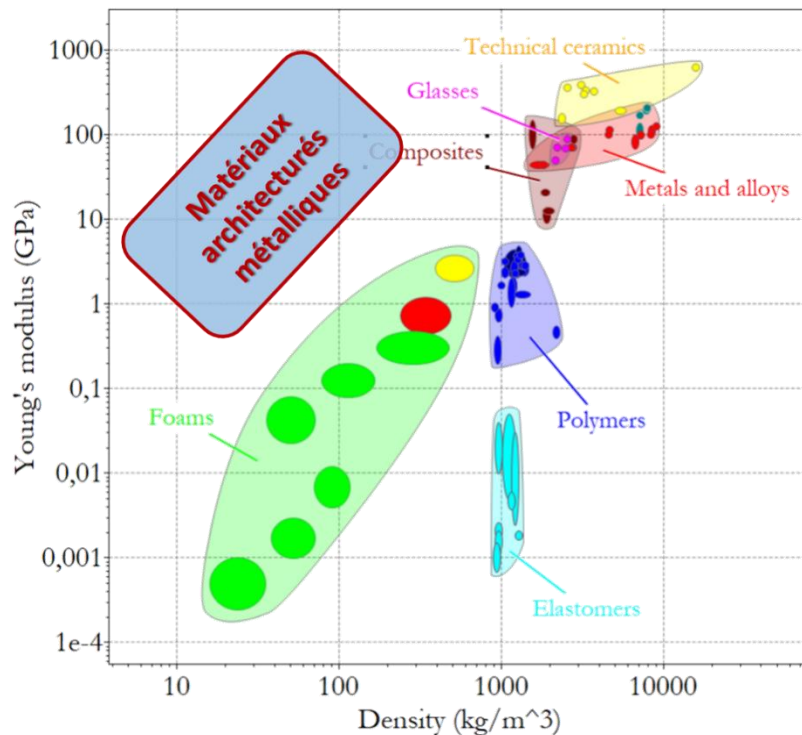


Figure 1.12 : Diagramme d'Ashby présentant le module en fonction de la masse volumique de différentes classes de matériaux.

Ce sont des matériaux inspirés de structures architecturées naturelles comme des nids d'abeilles ou encore de la structure poreuse des os. Les matériaux architecturés sont pour la plupart constitués de cellules élémentaires appelées VER (Volume élémentaire représentatif) qui peuvent se répéter de façon périodique dans une structure (figure 1.13) et ceci rend possible le contrôle de la microstructure et donc des propriétés mécaniques¹¹³.

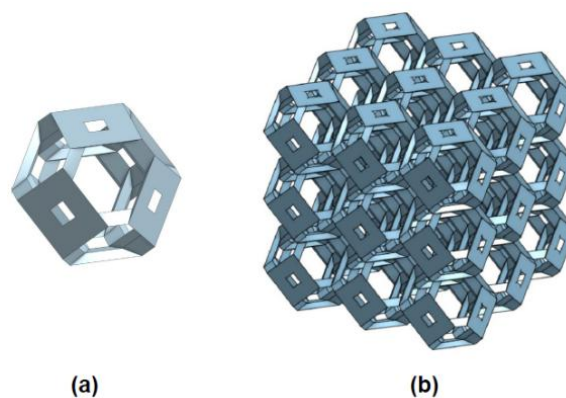


Figure 1.13 : a) VER b) Matériau architecturé 3D correspondant¹¹³.

Lorsqu'on parle de matériau architecturé une notion importante à considérer est celle de la fraction volumique de matériau χ , qui représente le rapport entre le volume du matériau architecturé V_{MA} et le volume d'encombrement de la structure V_S qui englobe toute la structure. Elle est exprimée par la relation suivante :

$$\chi = \frac{V_{MA}}{V_S} \quad (E8)$$

b. Classification selon la géométrie

L'un des critères phares pour classer les matériaux architecturés est la périodicité de la structure, ce qui permet de distinguer trois familles de structures : stochastique, périodique, et pseudo-périodique (figure 1.14)¹¹⁴.

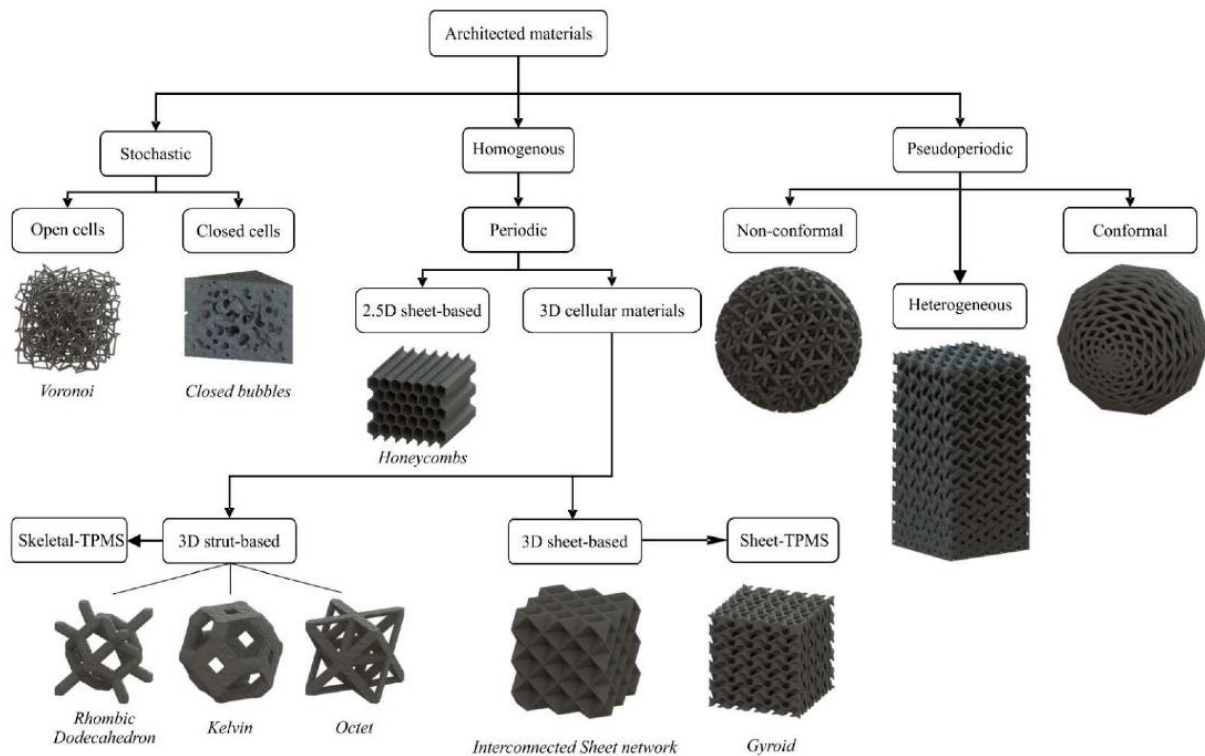


Figure 1.14 : Classification des matériaux architecturés basée sur la géométrie¹¹⁴.

Les matériaux architecturés stochastiques sont des matériaux cellulaires dont l'architecture interne est non périodique et issue d'un processus aléatoire. Ils peuvent être classés en cellules ouvertes ou fermées. La plupart des matériaux architecturés naturels sont stochastiques. Il existe également des matériaux architecturés stochastiques artificiels, conçus à l'aide de fonctions aléatoires et d'algorithmes de topologie^{115–117}.

Les matériaux architecturés périodiques quant à eux sont une catégorie de matériaux constitués de motifs ou de cellules unitaires qui se répètent de manière régulière dans toutes

les directions. Généralement, on les retrouve sous forme de treillis connectés et les plus courants étant l'Octet, le Kelvin et le Dodécaèdre Rhombique, comme illustré à la figure 1.14.

Les matériaux architecturés pseudo-périodiques se placent entre les structures stochastiques (aléatoires) et les périodiques (parfaitement répétitives)^{118,119}. Le motif se répète, mais avec de petites variations contrôlées de taille, d'épaisseur, d'orientation ou d'espacement. Deux cas utiles : les architectures hétérogènes (densité relative ou taille de cellule qui changent pour créer un gradient de propriétés) et les architectures conformes (la maille suit la forme de la pièce pour rester continue aux bords). L'objectif est d'adapter localement les propriétés de la pièce en fonction de l'application.

Parmi les différentes catégories, les matériaux architecturés périodiques représentent la majorité des matériaux cellulaires artificiels fabriqués et étudiés. La facilité de conception est la première raison de leur utilisation, car une fois que la géométrie d'une unité est définie, elle peut être répétée dans toutes les directions. La deuxième raison est la symétrie de la structure qui permet de simuler plus facilement leurs propriétés mécaniques¹²⁰. Pour toutes ces raisons, les matériaux architecturés périodiques ont suscité notre intérêt et seront utilisés dans le cadre de ce projet pour exploiter pleinement leurs avantages en termes de performance et de fabrication.

2. Mise en forme des matériaux architecturés

La fabrication des matériaux architecturés marque une avancée majeure dans les sciences des matériaux. Ces structures, souvent complexes, comme les treillis ou les motifs en nid d'abeilles, nécessitent des techniques sophistiquées pour être produites avec une grande précision.

a. La fabrication additive

La fabrication additive communément appelée impression 3D, est un procédé de fabrication qui consiste à construire une pièce par dépôts successifs de matière, couche par couche, à partir d'un modèle 3D^{120- 122}. Contrairement aux méthodes de fabrication traditionnelles, telles que l'usinage qui consiste à enlever de la matière d'un bloc surdimensionné, ou encore la coulée et le forgeage qui utilisent un moule pour créer la forme finale, la fabrication additive construit directement l'objet couche par couche.

La fabrication additive offre une multitude d'avantages qui révolutionnent les processus de production traditionnels. Tout d'abord, elle permet une conception complexe et sur mesure en créant des géométries élaborées et personnalisées qui seraient impossibles ou coûteuses

à réaliser avec les méthodes conventionnelles¹²⁴. Cette flexibilité de conception favorise également la fabrication de pièces uniques ou en petites séries, ce qui est idéal pour les prototypes et les productions à faible volume. En outre, la fabrication additive contribue à une réduction significative des déchets car la part de matière mise en œuvre est très proche de celle réellement utilisée pour la pièce. L'adaptabilité de la fabrication additive à une large gamme de matériaux et sa capacité à produire des pièces rapidement et localement diminuent les délais de production¹²⁵.

Les procédés de fabrication additive se distinguent principalement par deux caractéristiques : la nature du matériau de base utilisé (qui peut être sous forme de poudre, de suspension ou de fil) et la méthode employée pour le transformer en pièce. Le choix de la technologie d'impression 3D est déterminé par le matériau et les spécifications désirées pour la pièce, telles que sa forme, son état de surface, sa résolution dimensionnelle et sa densité.

Nous nous concentrerons par la suite sur les techniques de fabrication des matériaux architecturés métalliques, étant donné que ce type de structures constitue la base des matériaux élaborés dans le cadre de cette thèse.

La Fabrication additive métallique

La figure 1.15 donne une classification des techniques de fabrication additive métallique (MAM) selon la norme ISO/ASTM¹²³.

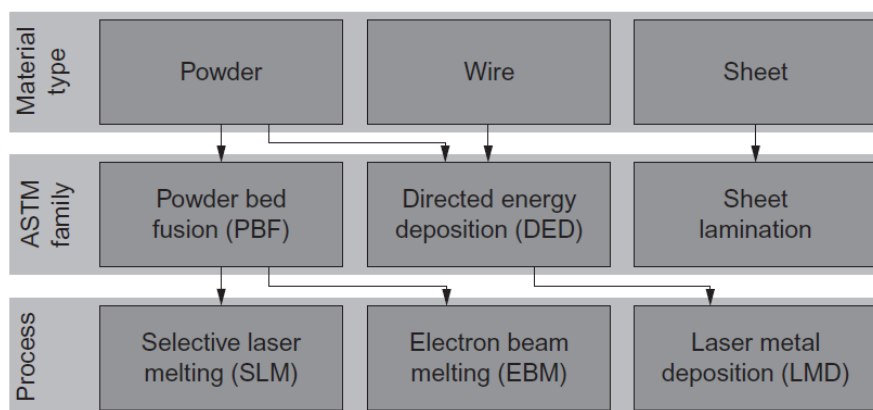


Figure 1.15: Classification des procédés MAM¹²³.

Ces procédés peuvent être subdivisés en trois catégories : la fusion sur lit de poudre (PBF- Powder Bed Fusion), le dépôt d'énergie direct (DED) et le laminage de feuilles. Les plus retrouvés dans la littérature sont les procédés de fusion sur lit de poudre ¹²⁶⁻¹³³. Ce procédé utilise un faisceau laser (SLM- Selective Laser Melting) ou un faisceau d'électrons (EBM-Electron

Beam Melting) pour fondre sélectivement les particules de poudre métallique et les consolider en une pièce solide (figure 1.16). La poudre métallique est protégée de l'oxydation par un environnement sous vide ou un gaz inerte¹²⁷. Le procédé PBF qui est déjà très utilisé, permet d'atteindre de hautes résolutions, et d'obtenir des matériaux architecturés avec de bonnes propriétés mécaniques¹²⁸.

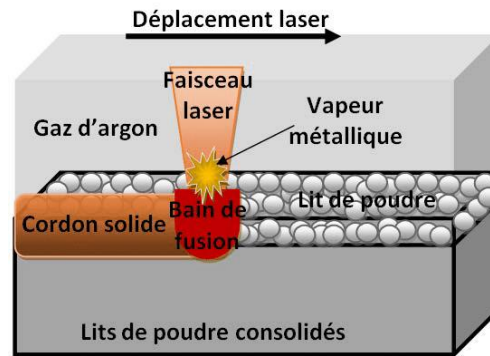


Figure 1.16 : Schéma de principe procédé PBF¹³².

b. La fonderie

La fonderie est une technique de fabrication traditionnelle largement utilisée pour produire des pièces métalliques. Ce procédé consiste à faire fondre un métal, à le couler dans un moule puis à le laisser refroidir afin d'obtenir des pièces solides avec des formes souhaitées¹³⁴. Dans les procédés classiques, la principale difficulté réside dans l'ouverture du moule après la coulée pour extraire la pièce. Pour cette raison, les moules sont généralement conçus en deux parties séparables (illustration figure 1.17).

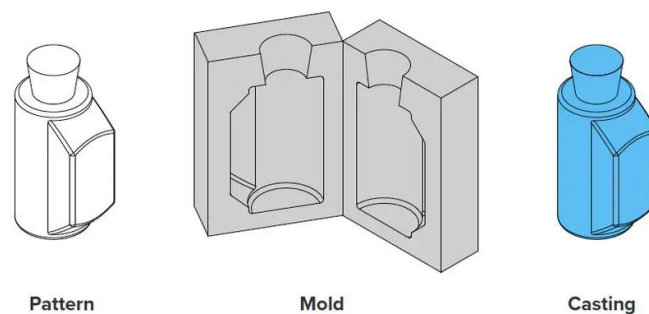


Figure 1.17 : Illustration du procédé de fonderie classique.

Cependant, dans le cas des matériaux architecturés, caractérisés par des géométries complexes, une telle ouverture devient impossible. Pour contourner cette limitation, le recours à la fonderie à modèle perdu peut être une alternative. A partir d'un modèle imprimé

en 3D (en cire ou en polymère calcinable), on réalise un moule à usage unique, le polymère étant ensuite éliminé par chauffage avant la coulée du métal. Cette technique permettrait ainsi d'obtenir des matériaux architecturés à des coûts relativement bas comparés aux procédés d'impression métallique.

3. Propriétés mécaniques des matériaux architecturés

En fonction de la densité relative, les matériaux architecturés se classifient en structures en mousse ou en treillis, ce qui influence leurs propriétés mécaniques.

Les structures avec une densité relative très faible ($<5\%$) sont considérées comme des mousses et présentent un comportement non linéaire avec une intégrité structurelle limitée, quel que soit le matériau utilisé²⁹. En revanche, lorsque la densité relative se situe entre 10 et 50%, les matériaux architecturés prennent la forme de structures en treillis (c'est-à-dire sous forme de poutres connectées), dont les propriétés dépendent de la géométrie du treillis et de la densité relative. Pour les matériaux avec une densité relative supérieure à 60%, les caractéristiques mécaniques sont proches de celles des objets 100% dense (matériau plein)¹³⁵.

Dans la suite, nous nous intéresserons au comportement en compression des matériaux architecturés en treillis.

a. Comportement typique en compression des matériaux architecturés en treillis

Dans les structures en treillis, les nœuds situés aux sommets ou aux bords des cellules unitaires (et parfois aussi à l'intérieur de la cellule) sont connectés par des éléments droits élancés, généralement appelés poutres (ou entretoises)²⁸. La figure 1.18 présente, à titre d'exemple des structures en treillis mettant en évidence les poutres qui relient les nœuds entre eux.

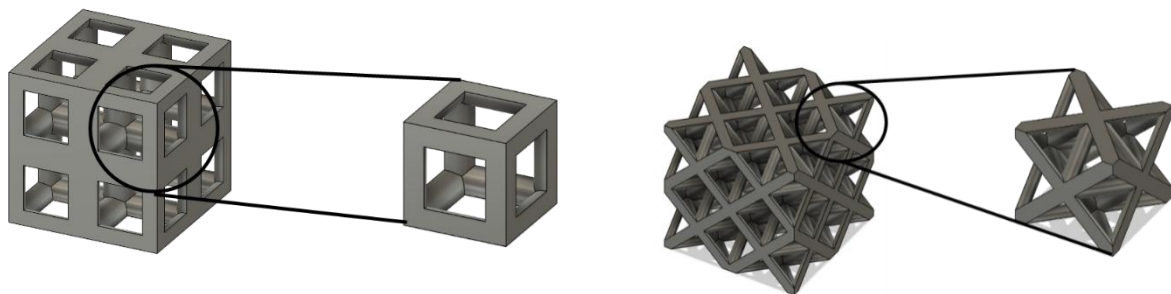


Figure 1.18 : Exemple d'une structure en treillis ; cubique (gauche) et octet truss (droite).

La figure 1.19 représente le comportement typique en compression d'un matériau architecturé en treillis.

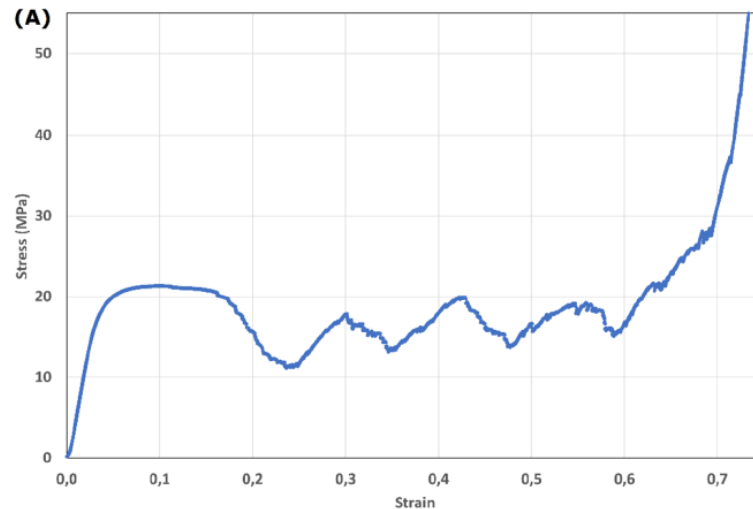


Figure 1.19 : Comportement type en compression d'un matériau architecturé en treillis de dimension finie²⁸.

Sous une charge quasi-statique en compression, de telles structures commencent par un comportement élastique linéaire, jusqu'à ce que les premières poutres flambent. Cette étape est suivie d'une succession de chutes de contrainte due à l'effondrement progressif des cellules du matériau. Enfin, une phase de densification survient, correspondant à l'effondrement complet des cellules les unes contre les autres. Ce type de courbe permet d'extraire des grandeurs clés : le module de Young et l'énergie d'absorption (correspondant à l'aire sous la courbe avant densification). La courbe permet aussi d'identifier des seuils de contrainte comme la limite élastique. L'ensemble de ces paramètres décrit le comportement en compression d'un matériau architecturé.

Concernant l'influence de la fraction volumique de matériau sur les propriétés mécaniques des matériaux architecturés, il a été montré que l'augmentation de celle-ci entraîne une amélioration des propriétés mécaniques, notamment une plus grande rigidité et une limite élastique plus élevée^{28,136}.

Un autre facteur pouvant affecter les propriétés mécaniques d'un matériau architecturé en treillis est la connectivité entre les nœuds. Nous examinerons par la suite comment cette connectivité peut contribuer à prédire la réponse mécanique du matériau.

b. Prédiction de la réponse mécanique d'un matériau architecturé en treillis

Pour prédire la réponse mécanique des matériaux architecturés en treillis, l'un des paramètres cruciaux à considérer est la connectivité entre les nœuds. En effet, la manière dont les nœuds sont reliés détermine la distribution des forces et la transmission des contraintes à travers la structure. Deshpande et al¹³⁷ expliquent ce concept en mettant en avant l'importance de la connectivité, comme le montre la figure 1.20.

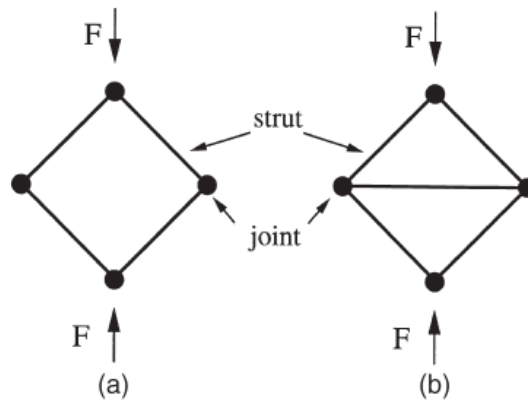


Figure 1.20 : a) Un mécanisme, b) Une structure¹³⁷.

Pour comprendre ces mécanismes, commençons avec des joints permettant aux poutres de pivoter. Lorsque le cadre de la figure 1.20.a est soumis à une charge, les poutres peuvent donc pivoter librement autour des joints. Ce mouvement de rotation entraîne rapidement l'effondrement du cadre, qui perd alors toute rigidité et toute résistance. Le cadre de la figure 1.20.b est différent car la présence de la barre horizontale transforme le système en une véritable structure. Sous charge, les poutres travaillent principalement en efforts axiaux et les poutres sont sollicitées en traction. La déformation globale est donc dominée par l'étirement des poutres. L'effondrement survient quand les poutres atteignent leur limite d'étirement axial.

Si maintenant on empêche la rotation des joints dans le cadre de la figure 1.20.a (c'est-à-dire qu'on remplace les joints par des nœuds), les poutres ne peuvent plus pivoter librement. La charge appliquée provoque le flambement des poutres. Le comportement devient alors dominé par la flexion.

A partir de ces deux configurations, il a été défini un critère mathématique dépendant de la connectivité et permettant d'orienter cette classification^{137,138}. Ce critère est appelé critère de stabilité de Maxwell (M) et est défini par :

$$\begin{array}{l}
 - \text{ Structures 2D : } M=b-2j+3 \\
 - \text{ Structures 3D : } M=b-3j+6
 \end{array}
 \left\{ \begin{array}{l}
 \text{Si } M \\
 \geq 0, \text{ dominé par l'étirement} \\
 \text{Si } M < 0, \text{ dominé par la flexion}
 \end{array} \right. \quad (E9)$$

Avec b le nombre de poutres dans la structure et j le nombre de nœuds. En reprenant l'exemple des cadres précédents, pour la figure 1.20.a, on a $b=4$, $j=4$ et $M=-1$. Puisque $M < 0$, la structure est dominée par la flexion. Si l'on applique la même analyse à la figure 1.20.b, $b=5$, $j=4$ et $M=0$. Etant donné que $M=0$, la structure est dominée par l'étirement. Nous allons à présent nous intéresser de plus près à chacun de ces comportements.

i. Comportement dominé par la flexion

Le comportement dominé par la flexion se manifeste pour les structures à faible connectivité, lorsque la rigidité et la stabilité de cette dernière dépendent principalement de la flexion des éléments qui la composent. On retrouve dans la littérature une loi d'échelle qui établit la relation entre les paramètres mécaniques de la structure (module d'élasticité, contrainte) et les paramètres intrinsèques du matériau comme la densité relative^{139–141}. Elle est donnée par :

$$\frac{E}{E_s} = C_1 \cdot (\chi)^n \quad (E10)$$

$$\frac{\sigma_y}{\sigma_{ys}} = C_2 \cdot (\chi)^m \quad (E11)$$

Avec E le module du matériau architecturé, E_s le module du matériau solide (matériau plein), σ_y la limite élastique du matériau architecturé, σ_{ys} la limite élastique du matériau 100% dense, C_1 et C_2 des constantes qui dépendent de la géométrie et du matériau de la structure, χ la fraction volumique de matériau, n et m les exposants de la loi d'échelle. Il a été montré que pour les structures dominées par la flexion, $n \geq 2$ (pour une structure parfaitement dominée par la flexion les paramètres seront : $n=2$ et $m=\frac{3}{2}$).

La figure 1.21 illustre le comportement typique en compression d'une structure dominée par la flexion (bending-dominated)²⁹.

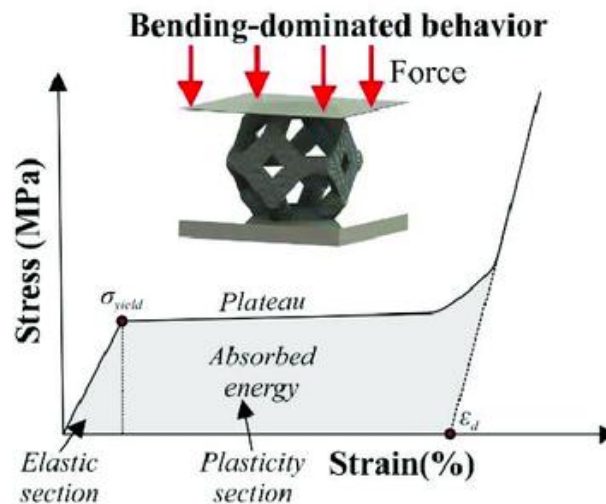


Figure 1.21: Comportement en compression d'une structure dominée par la flexion (kelvin)²⁹.

Ce type de structure affiche une faible rigidité et une résistance maximale réduite en raison de la flexion des poutres. Cependant, après avoir atteint la contrainte maximale, et en raison de la flexion des poutres, la structure continue à supporter des contraintes constantes, ce qui crée une section en plateau dans le diagramme contrainte-déformation. Ce type de comportement permet d'absorber une quantité remarquable d'énergie, ce qui confère aux matériaux dominés par la flexion une grande capacité d'absorption des chocs.

iii. Comportement dominé par l'étirement

Les matériaux architecturés avec un comportement dominé par l'étirement (stretching-dominated) ont une forte connectivité et se caractérisent par une rigidité et une résistance élevée, résultant principalement de la manière dont leurs poutres résistent aux charges axiales, c'est-à-dire en traction¹⁴¹. La loi d'échelle dans les structures dominées par l'étirement montre que le module d'élasticité effectif et la limite élastique sont proportionnels à la densité relative, avec un rapport presque linéaire ($n=m=1$). Les courbes contrainte-déformation montrent généralement une rigidité initiale plus élevée, une meilleure résistance avant la limite élastique et un adoucissement plus marqué par rapport aux structures dominées par la flexion (figure1.22).

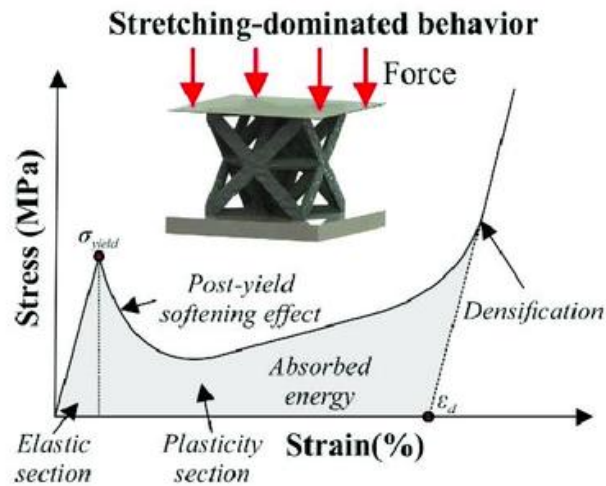


Figure 1.22: Comportement en compression d'une structure dominée par l'étirement (Octet)²⁹.

Pour conclure sur cette partie, nous avons vu que bien que les structures dominées par l'étirement soient plus rigides, elles sont plus susceptibles de présenter des ruptures de poutres et ne dissipent donc pas efficacement l'énergie de déformation¹⁴². À l'inverse, les structures dominées par la flexion, moins rigide, offrent une transition plus graduelle vers la densification en raison de la flexion des poutres^{143–146}.

4. Optimisation des matériaux architecturés

La recherche de matériaux architecturés toujours plus performants a conduit au développement de diverses méthodes d'optimisation. Celles-ci consistent à concevoir des structures dont les propriétés mécaniques, thermiques ou autres dépassent celles des matériaux conventionnels en exploitant leur géométrie, de l'échelle micro à l'échelle macroscopique. Contrairement aux matériaux classiques, dont les performances dépendent surtout de la composition chimique, les matériaux architecturés tirent leur singularité de la complexité topologique de leur structure. Ces approches, largement décrites dans la littérature^{92,118,147–150}, s'appuient sur les caractéristiques uniques des matériaux architecturés et ouvrent la voie à des propriétés sur mesure. Dans la suite, nous présenterons quelques-unes de ces méthodes, chacune offrant des atouts spécifiques mais aussi des défis à relever :

a. La gradation fonctionnelle et l'hybridation des structures

La gradation fonctionnelle consiste à ajuster localement la densité du matériau architecturé en fonction des contraintes appliquées, afin d'optimiser les performances mécaniques. Cette approche permet d'alléger les zones faiblement sollicitées et de densifier celles soumises à de

fortes contraintes, tout en maintenant une masse globale constante. Cependant, elle requiert une gestion précise de la conception, de la mise en forme et une bonne compréhension des exigences spécifiques de chaque application^{151,152}.

En parallèle, l'hybridation des matériaux architecturés consiste à intégrer différents matériaux dans une seule structure pour améliorer les performances globales, en combinant les caractéristiques complémentaires de chaque matériau. Cette approche permet de concevoir des structures complexes et innovantes adaptées à des applications spécifiques, mais elle présente des défis techniques considérables pour assurer une intégration harmonieuse des matériaux, garantissant ainsi les propriétés du composite final¹⁵³⁻¹⁵⁵.

b. L'utilisation d'un matériau de remplissage

Cette méthode consiste à remplir le matériau architecturé d'un autre matériau. Ce type de composite est appelé composite à phases interpénétrées ou encore composite co-continu^{110,156,157}. Cette technique d'optimisation a pour principal avantage de permettre la versatilité des propriétés c'est-à-dire qu'elle permet d'ajuster des propriétés spécifiques en fonction du choix du matériau de remplissage, permettant ainsi la création de composites avec des caractéristiques personnalisées¹¹³. C'est ainsi qu'en fonction du matériau de remplissage, on peut augmenter des propriétés telles que la rigidité, la résistance à la compression, et la résistance aux chocs du composite, rendant la structure plus performante dans des conditions de charge variées^{90,136,158}.

En définitive, il est important de noter que cette liste de méthodes d'optimisation des matériaux architecturés n'est pas exhaustive. Ces méthodes, ainsi que d'autres, sont constamment explorées dans le but de rechercher des propriétés optimales pour des applications spécifiques. Les matériaux architecturés sont une catégorie de matériaux en plein essor qui offrent de nouvelles possibilités en termes de propriétés. Leur utilisation a évolué de la recherche scientifique à des applications commerciales grâce aux avancées en logiciels de conception et en fabrication additive. Ils sont désormais employés dans divers domaines pour exploiter leurs propriétés uniques. Dans l'industrie de l'automobile et de l'aérospatiale, ils sont utilisés dans des pièces légères pour réduire la masse tout en maintenant la résistance et la rigidité^{159,160}. Dans l'industrie de l'emballage et de la protection, les structures en treillis résistent aux chocs. Elles sont également intégrées dans les équipements de protection des athlètes comme les casques et les attelles^{135,161,162}.

Analyse de la littérature et approche méthodologique de l'étude

Le polyéthylène à ultra-haute masse molaire (UHMWPE) est largement reconnu pour sa grande ductilité, sa haute résistance à l'usure et sa remarquable résistance à l'impact. Cependant, ses propriétés mécaniques, en particulier sa faible rigidité, peuvent restreindre son utilisation dans des applications structurales exigeantes, d'où la nécessité de le renforcer.

Par ailleurs, la mise en forme de ce polymère par les méthodes conventionnelles est impossible en raison de sa viscosité élevée à l'état fondu ce qui restreint sa mise en forme à des procédés de type frittage. Les études bibliographiques ont mis en évidence un phénomène singulier, appelé « explosion à la fusion », caractérisant une formation très rapide du réseau d'enchevêtrements lors de la fusion. Ce comportement ouvre la voie à des procédés de frittage ultra-rapide, capables de réduire les temps de mise en forme.

Cependant, les procédés de frittage flash décrits dans la littérature reposent généralement sur un chauffage par effet Joule via un moule conducteur, ce qui peut engendrer d'importants gradients de température dans les pièces massives. Se pose alors la question des moyens alternatifs permettant d'atteindre des temps de mise en forme courts tout en limitant l'apparition de gradients thermiques importants au sein du matériau.

En parallèle, les matériaux architecturés, connus pour leur rigidité et leur légèreté, apparaissent comme une voie prometteuse pour renforcer l'UHMWPE sans recourir à des nanorenforts dispersés, souvent difficiles à homogénéiser.

Leur intégration dans une structure co-continue métal/polymère offre un moyen original d'associer la rigidité du métal à la ductilité du polymère.

Ces analyses bibliographiques soulèvent plusieurs questions pour ce travail :

- Quel matériau sélectionner pour la fabrication de ces structures métalliques ?
- Quelle géométrie choisir pour le matériau architecturé afin d'optimiser les propriétés mécaniques du composite ?
- Comment élaborer ces matériaux architecturés de manière fiable et reproductible ?
- Comment intégrer et mettre en forme le polymère au sein de ces architectures pour former des composites co-continus ?

- Quel impact le matériau architecturé (géométrie et métal choisis) aura-t-il sur les propriétés mécaniques des composites obtenus ?
- Quel sera le rôle du polymère sur le comportement mécanique global du composite ?

Stratégie et Objectifs

Pour répondre à ces questions, ce travail de thèse est consacré au développement de composites co-continus UHMWPE/métal élaborés par frittage ultra-rapide, dans le but de combiner la rigidité du métal et la ductilité du polymère.

La démarche expérimentale consiste à fabriquer des matériaux architecturés métalliques, puis à les remplir de poudre d'UHMWPE. Le réseau métallique servira alors de vecteur de chauffage par induction, permettant un frittage rapide du polymère grâce au phénomène d'explosion à la fusion. Les composites obtenus, encore peu explorés dans la littérature, seront caractérisés afin d'établir les relations entre procédé, microstructure et propriétés mécaniques.

Chapitre 2 :

Techniques de caractérisation et Matériaux

Chapitre 2 : Techniques de caractérisation et Matériaux

Table des matières

INTRODUCTION DU CHAPITRE	51
I. TECHNIQUES DE CARACTERISATION	51
1. <i>Mesures Physiques</i>	51
a. Détermination du taux de cristallinité par DSC	51
b. Détermination de la température de dégradation par ATG.....	54
c. Détermination de la masse volumique	54
i. La double pesée.....	55
ii. Mesure géométrique.....	56
d. Mesure de la température par thermographie infrarouge (IR).....	56
2. <i>Tomographie rayons X</i>	57
a. Interaction rayonnement-matière	58
b. Principe de fonctionnement.....	59
c. Reconstruction tomographique	62
3. <i>Analyse microstructurale par microscopie</i>	63
a. Microscopie optique	63
b. Microscopie électronique à balayage (MEB).....	63
4. <i>Caractérisation mécanique : compression uniaxiale</i>	65
Méthodologie expérimentale	65
II. MATERIAUX.....	66
1. <i>UHMWPE</i>	66
2. <i>Alliage AlSi₉Cu₃</i>	69
Composition chimique et influence des éléments de l'Alliage	70
CONCLUSION DU CHAPITRE	73

Introduction du chapitre

Ce chapitre présente les techniques expérimentales utilisées dans le cadre de cette thèse, ainsi que les matériaux étudiés. Dans un premier temps, les différentes méthodes de caractérisation seront décrites, en insistant sur leur apport pour l'analyse des propriétés thermiques, microstructurales et mécaniques. Ces techniques permettront de suivre le comportement des matériaux tout au long du procédé d'élaboration et d'évaluer les propriétés obtenues dans les composites finaux. Dans un second temps, les matériaux utilisés seront introduits, en mettant en évidence les propriétés physico-chimiques qui justifient leur choix pour la fabrication des composites.

I. Techniques de caractérisation

1. Mesures Physiques

a. Détermination du taux de cristallinité par DSC

L'analyse calorimétrique différentielle (DSC) est une technique permettant de caractériser les transitions de phase dans les matériaux, notamment la transition vitreuse, la fusion ou la cristallisation. Le schéma de principe est illustré par la figure 2.1.

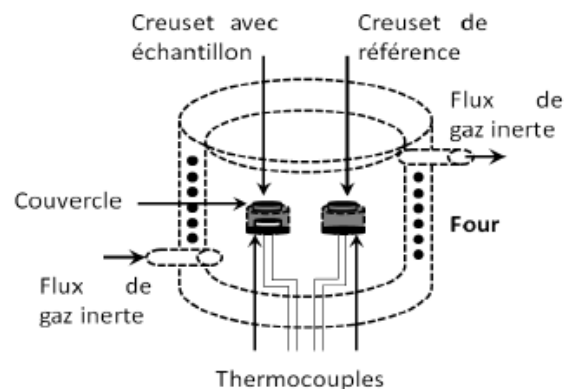


Figure 2.1 : Schéma de principe d'une DSC.

Le principe de base de la DSC repose sur la mesure de la différence de flux de chaleur entre un échantillon et une référence, généralement une capsule vide. L'échantillon (encapsulé dans un creuset métallique, ici en aluminium) et la référence sont placés dans un four unique et suivent un programme thermique contrôlé, qui peut inclure des rampes de chauffe ou de refroidissement, et des paliers isothermes. Lorsque l'échantillon subit une transition de phase, il absorbe ou libère de la chaleur, créant une différence de température temporaire avec la

référence. Cette différence est détectée par des thermocouples ou capteurs situés sous les creusets permettant d'enregistrer un signal thermique caractéristique (*heat flow*).

Lorsqu'une transformation de phase se produit, endothermique ou exothermique dans le cas d'une fusion ou d'une cristallisation respectivement, le signal présente un pic plus ou moins large. Ceci permet d'accéder non seulement aux températures caractéristiques de la transformation de phase considérée mais aussi à l'enthalpie associée.

La figure 2.2 montre un exemple de thermogramme obtenu en DSC. Ce thermogramme permet d'observer par exemple un pic endothermique de fusion du Polyéthylène à Ultra haute masse molaire (UHMWPE) lors de la montée en température et un pic exothermique de cristallisation du UHMWPE lors de la descente en température.

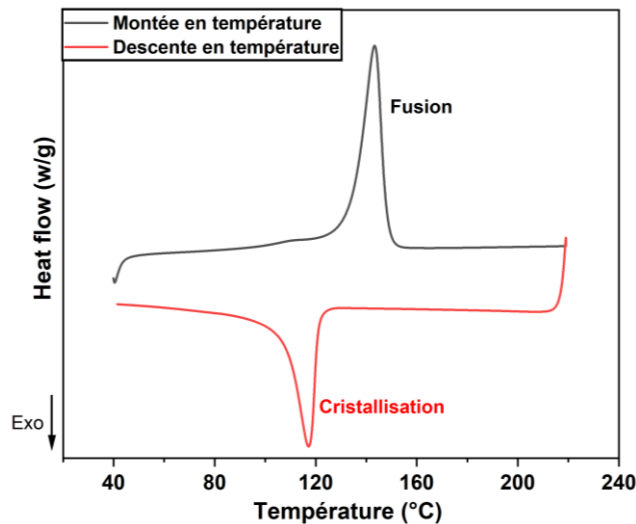


Figure 2.2 : Exemple de thermogramme DSC du UHMWPE sur un cycle chauffe- refroidissement.

Le processus de fusion est caractérisé par un phénomène endothermique qui traduit l'absorption de chaleur lors de la transition de la phase cristalline à la phase fondue. L'enthalpie de fusion, quantifiée par l'aire sous la courbe $Heat\ flow=f(T)$, permet d'estimer le taux de cristallinité massique, X_c , à l'aide de la relation suivante ¹⁶³ :

$$X_c = \frac{\Delta H_F}{\Delta H_F^0} \quad (E2)$$

Où ΔH_F est l'enthalpie de fusion spécifique du matériau qui est déterminé à partir de l'aire sous le pic de fusion mesurée entre une température T_1 prise au début de la fusion et une

température T_2 prise à la fin de la fusion (figure 2.3) et ΔH_F^0 l'enthalpie de fusion du polymère 100 % cristallin. Pour le polyéthylène, ΔH_F^0 est prise égale à 290 J/g^{164,165}.

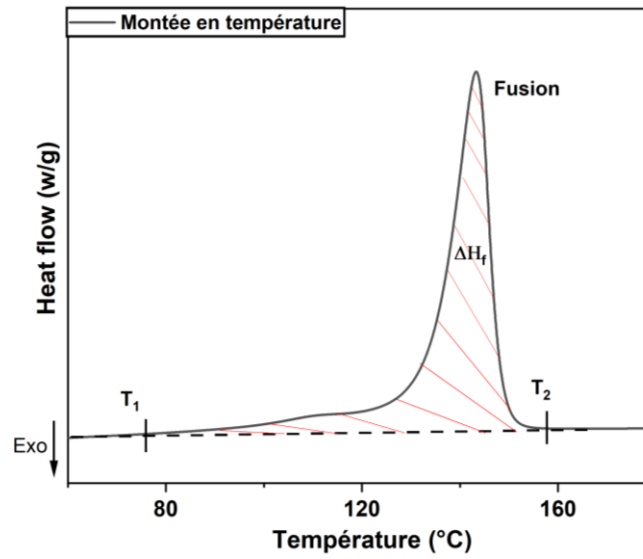


Figure 2.3 : Principe de mesure du taux de cristallinité par DSC. ΔH_f est l'aire située sous le pic de fusion.

De façon générale pour les polymères la fusion est étalée sur une gamme de température plus ou moins large liée à la distribution d'épaisseur des lamelles cristallines, comme indiqué par la relation de Gibbs-Thomson³⁰. Cette relation permet de relier la température de fusion à l'épaisseur des cristallites et à l'énergie libre de surface des lamelles cristallines³⁰ σ_e :

$$T_f = T_f^0 \times \left(1 - \frac{2\sigma_e}{\Delta H_f^0 \rho_c L_c} \right) \quad (E3)$$

Avec T_f la température de fusion de la lamelle cristalline considérée, T_f^0 la température de fusion d'un cristal parfait et infiniment grand, ρ_c la masse volumique du cristal (égale à $1000 \pm 4.10^{-3} \text{ g.cm}^{-3}$ pour le Polyéthylène¹⁶⁶) et L_c l'épaisseur de la lamelle cristalline. Comme de façon classique, on prendra la température de fusion au maximum du pic, correspondant à la fusion des lamelles les plus nombreuses.

Les analyses faites dans le cadre de ce travail ont été réalisées avec une DSC Q20 de chez TA instruments, calibré à l'aide d'un échantillon d'indium pur ($T_f=156,6^\circ\text{C}$ et $\Delta H_f=28.45\text{J/g}$). Les échantillons polymères, d'environ 8 mg, sont placés dans des capsules non hermétiques en aluminium et chauffés/refroidis à une vitesse de 10°C/min entre 40°C et 220°C sous flux d'azote. Chaque analyse a été répétée au moins trois fois afin de garantir la fiabilité et la reproductibilité des résultats.

b. Détermination de la température de dégradation par ATG

L'analyse thermogravimétrique (ATG) consiste à mesurer la variation de masse d'un échantillon en fonction de la température, grâce à une microbalance de haute précision couplée à un four (figure 2.4). Elle est particulièrement utile dans cette étude pour identifier la température maximale que peut supporter l'UHMWPE avant dégradation, ce qui est crucial pour définir les conditions de frittage sans compromettre l'intégrité du polymère. Les mesures sont réalisées sous atmosphère contrôlée, en l'occurrence ici, un flux d'azote (gaz inerte), afin de se rapprocher des conditions de frittage sous vide. Dans ce travail, une ATG Q50 (TA Instruments) a été utilisée pour analyser des échantillons d'environ 8 mg chauffés jusqu'à 700 °C. Deux vitesses de chauffage, 10 °C/min et 20 °C/min, ont été appliquées afin d'évaluer l'influence de la vitesse de chauffe sur la dégradation du polymère. Les mesures ont été réalisées une fois.

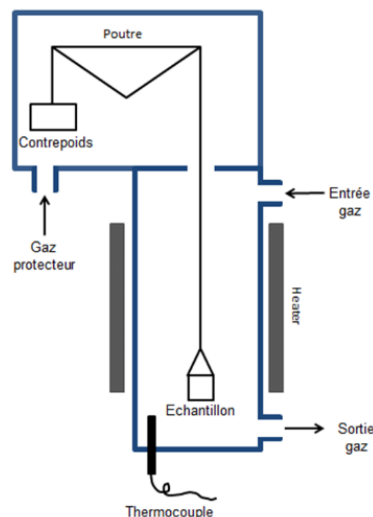


Figure 2.4 : Schéma de principe d'une ATG¹⁶⁷.

c. Détermination de la masse volumique

Chaque composite de cette étude est constitué d'une structure métallique architecturée, que l'on vient remplir de poudre d'UHMWPE avant l'étape de frittage. Une fois le procédé terminé, on obtient un composite co-continu dans lequel le polymère devrait occuper l'ensemble du volume libre initialement disponible. Après la mise en œuvre de ces composites, il est nécessaire d'évaluer l'efficacité de la phase de densification de l'UHMWPE au sein des structures métalliques architecturées. Un indicateur direct de la densification est la mesure de la masse volumique du polymère qui, rapportée à sa masse volumique théorique, permet

d'estimer la présence éventuelle de porosités résiduelles. Pour déterminer la masse volumique théorique du polymère parfaitement dense, il est nécessaire de connaître son taux de cristallinité, obtenu par DSC. La relation est alors donnée par :

$$\rho_{th} = \frac{\rho_c \rho_a}{X_{c,masse}(\rho_a - \rho_c) + \rho_c} \quad (E4)$$

Avec ρ_a la masse volumique de la phase amorphe, ρ_c la masse volumique de la phase cristalline et $X_{c,masse}$ le taux de cristallinité massique obtenu par DSC. Les masses volumiques des phases amorphe et cristalline du PE étant ¹⁶⁶ : $\rho_a \cong 0,855 \pm 4.10^{-3} g.cm^{-3}$ et $\rho_c \cong 1,000 \pm 4.10^{-3} g.cm^{-3}$.

Ainsi, pour déterminer la densité des différents matériaux dans cette étude, deux méthodes de détermination de la masse volumique ont été utilisées : la méthode par double pesée et une méthode dite géométrique basée sur la mesure des dimensions des échantillons. Toutes les mesures ont été réalisées 3 fois par type d'échantillon.

i. La double pesée

La méthode de double pesée donne accès aux porosités fermées et permet d'évaluer avec précision la densité réelle des matériaux. Elle sera utilisée pour les matériaux architecturés métalliques et les composites après frittage. Les masses mesurées permettront, via l'équation (E6), d'accéder à la densité de l'UHMWPE fritté. Les mesures par double pesée sont effectuées à l'aide d'une balance de précision ($10^{-4}g$) qui dispose d'un double plateau, l'un dans l'air et l'autre immergé dans de l'éthanol (figure 2.5).

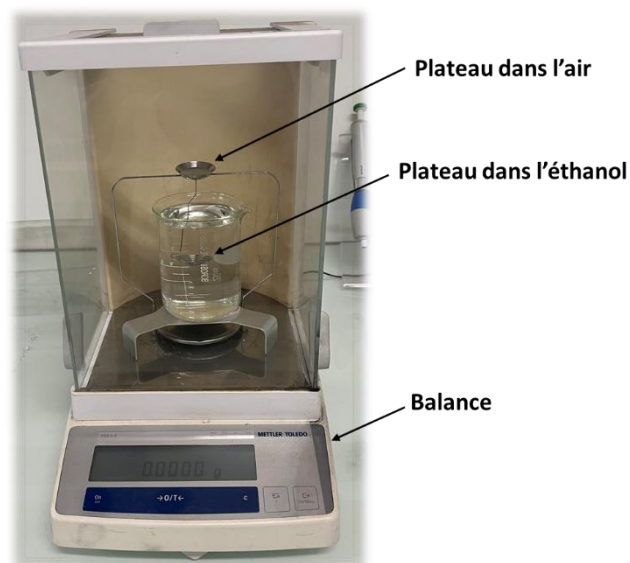


Figure 2.5 : Dispositif de double pesée.

La première pesée dans l'air fournit la masse de l'échantillon m_{air} , puis la deuxième pesée dans l'éthanol $m_{ethanol}$, permet de calculer le volume de l'échantillon V grâce à la poussée d'Archimède. La formule est donnée par l'équation suivante :

$$\rho = \frac{m}{V} = \frac{m_{air} \cdot \rho_{eth}}{m_{air} - m_{ethanol}} \quad (E5)$$

ii. Mesure géométrique

La méthode basée sur la mesure géométrique a été utilisée pour déterminer les masses volumiques de l'UHMWPE à l'issue de la densification à cause de la présence de porosités résiduelles ouvertes. Les mesures suivantes ont été réalisées : La masse de la structure métallique vide (M_{struct}), la masse du composite final (M_{comp}) et les dimensions géométriques du composite (rayon r , hauteur h) permettant de calculer le volume du composite V_{comp} . La masse volumique de l'UHMWPE est donc donnée par :

$$\rho_{UHMWPE} = \frac{M_{comp} - M_{struct}}{V_{comp} - V_{struct}} \quad (E6)$$

$$\text{Avec } V_{comp} = \pi \cdot r^2 \cdot h \text{ et } V_{struct} = \frac{M_{struct}}{\rho_{struct}} \quad (E7)$$

Où V_{struct} (obtenu par double pesée) et ρ_{struct} ($2.78 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$, valeur théorique) représentent respectivement le volume et la masse volumique de la structure métallique.

d. Mesure de la température par thermographie infrarouge (IR)

La figure 2.6 représente le schéma de principe de la thermographie IR.



Figure 2.6 : Schéma de principe de la thermographie IR

C'est une méthode de mesure de température sans contact, reposant sur la détection du rayonnement électromagnétique émis naturellement par tout corps dont la température est supérieure au zéro absolu, suivant la relation de Planck^{168,169} :

$$I(\lambda, T) = \frac{2hc^2}{\lambda^5} \cdot \frac{1}{e^{\frac{hc}{\lambda kT}}} \quad (E8)$$

Où $I(\lambda, T)$ représente l'intensité spectrale du rayonnement, h la constante de Planck, c la vitesse de la lumière dans le vide, λ la longueur d'onde du rayonnement du corps, k la constante de Boltzmann et T la température de la surface du corps.

Ce rayonnement thermique, émis principalement dans le domaine infrarouge du spectre (longueurs d'onde comprises entre 1 et 20 μm), est capté par une caméra thermique équipée d'un capteur sensible à ces longueurs d'onde. Pour convertir ce rayonnement en température, il est nécessaire de renseigner l'émissivité du matériau observé, une grandeur comprise entre 0 et 1, qui exprime la capacité d'un matériau à émettre un rayonnement par rapport à un corps noir idéal^{170,171}. Expérimentalement, il s'agira de suivre la température à la surface des composites. Comme les deux matériaux (métal et polymère) présentent des émissivités différentes, la mesure n'est pas évidente. Pour s'affranchir de cela et garantir une mesure plus fiable sur les deux matériaux, les composites ont été recouverts d'une fine couche de peinture noire haute température (de chez Luxens) à émissivité proche de 1.

La mesure de la température pendant la chauffe des composites a été effectuée à l'aide de caméras thermiques infrarouges XI 400 de chez Optris. Ces caméras sont dotées d'un objectif de 29° qui fournit une image thermique avec une définition de 382×288 pixels, une résolution spatiale de 0,2 mm et une fréquence d'acquisition de 27 Hz, suffisante pour suivre l'évolution rapide de la température pendant le chauffage. L'incertitude sur la mesure est de $\pm 2^\circ\text{C}$. Les données sont enregistrées en temps réel et traitées à l'aide du logiciel Optris Connect, qui permet de définir la zone d'intérêt, d'entrer l'émissivité du matériau, d'extraire les températures moyennes ou maximales, et de générer des courbes d'évolution thermique dans le temps. Toutes les températures rapportées dans ce travail correspondent à la température moyenne mesurée avec une précision de 0,2 mm.

2. Tomographie rayons X

La tomographie à rayons X (RX) est une technique d'imagerie permettant une description en trois dimensions (3D) de l'intérieur d'un objet. Initialement développée pour le domaine médical dans les années 1950, cette technique a été progressivement adaptée aux besoins de la caractérisation des matériaux, en raison de sa capacité à accéder à la structure interne d'un

échantillon de manière non destructive^{172,173}. Les lois ainsi que le principe de fonctionnement d'un dispositif de tomographie seront détaillées dans les parties suivantes.

a. Interaction rayonnement-matière

Lorsqu'un faisceau RX se propage dans un matériau, l'intensité du faisceau va diminuer en fonction de l'interaction avec les atomes de la matière traversée. Parmi l'ensemble des interactions rayonnement-matière, le principe de la tomographie RX repose principalement sur l'effet photoélectrique et la diffusion Compton¹⁷⁴ (figure 2.7).

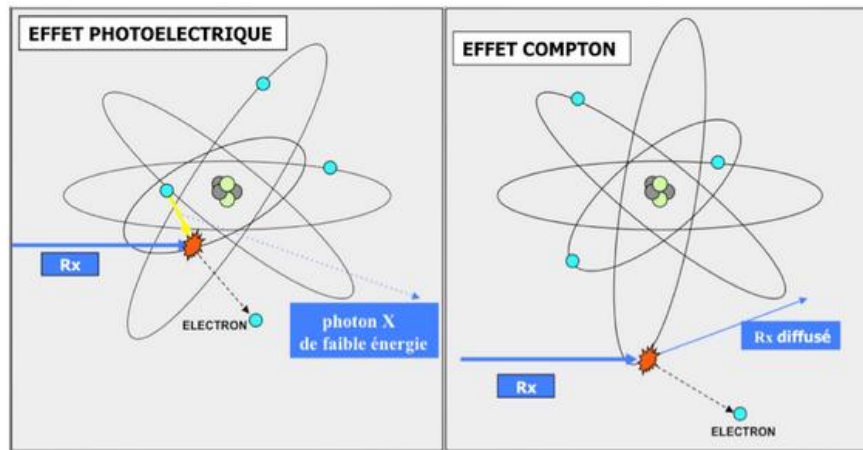


Figure 2.7 : Illustration des effets photoélectriques et Compton¹⁷⁵.

Dans le cas de rayons X d'énergie faible (<150 keV) c'est l'effet photoélectrique qui domine. Il correspond à l'absorption d'un photon par l'atome et de l'éjection d'un électron d'énergie cinétique plus faible. À des énergies plus élevées, la diffusion Compton domine : le photon n'est pas absorbé, mais dévié avec une perte partielle d'énergie (diffusion inélastique). Ces mécanismes se traduisent par une diminution exponentielle de l'intensité du faisceau X au fur et à mesure qu'il pénètre dans le matériau, comme le décrit la loi de Beer-Lambert. Cette relation mathématiquement exprimée sous la forme^{173,176} :

$$I(d)=I_0.e^{(-\mu d)} \quad (E9) \quad \text{avec} \quad \mu \propto \rho \frac{Z^n}{E^4} \quad (E10)$$

Cette relation indique que l'intensité transmise dépend de l'épaisseur traversée d , de l'intensité initiale I_0 , de l'énergie E du faisceau incident et surtout du coefficient d'atténuation linéaire μ , qui dépend des propriétés physiques du matériau et de l'énergie du faisceau incident. Le coefficient μ est particulièrement sensible au numéro atomique Z et à la masse volumique ρ : plus un matériau est dense et composé d'éléments à haut Z , plus il atténue fortement les rayons X. À l'échelle d'un matériau hétérogène, comme un composite, μ varie

spatialement, rendant la transmission non uniforme. C'est cette variation d'atténuation qui permet, via la détection des rayons transmis, de générer un contraste exploitable pour révéler les différences de structure interne : interfaces, inclusions, porosités ou hétérogénéités de phases.

L'acquisition et l'interprétation des données tomographiques dépendent de l'interaction rayonnement-matière. Dans le cas spécifique d'un matériau composite métal/polymère, la différence de contraste doit être prise en compte. Les métaux, généralement plus denses et composés d'éléments à plus fort numéro atomique, présentent un coefficient d'atténuation beaucoup plus élevé que les polymères. Ainsi, si l'énergie du faisceau est trop faible, le rayonnement est fortement absorbé par la phase métallique, au point de ne pas traverser le matériau : dans ce cas, la phase polymère est visible et la phase métallique apparaît sombre dans l'image reconstruite. À l'inverse, si l'énergie est trop élevée, le faisceau traverse efficacement le métal, mais le polymère, peu absorbant, devient presque invisible faute de contraste suffisant. Il s'agit donc d'un compromis : selon la phase à observer (métal ou polymère), il faut adapter l'énergie du faisceau pour optimiser la visibilité de l'une ou de l'autre des deux phases.

Dans cette étude, l'énergie du faisceau incident a été fixée à 80keV pour visualiser la phase métallique. En conséquence, la porosité dans la phase polymère ne pourra pas être analysée, faute de contraste entre polymère et vide. Ce réglage a été retenu pour permettre une observation claire de la géométrie des matériaux architecturés métalliques lors des différentes étapes du processus : après leur fabrication pour vérifier la présence ou non de porosité, après la mise en forme par frittage du composite pour s'assurer de leur intégrité structurelle et enfin après la compression uniaxiale pour caractériser les modes de déformation/d'endommagement de la structure.

b. Principe de fonctionnement

Pour réaliser une acquisition tomographique, trois éléments clés sont nécessaires¹⁷⁷ : un tube à rayons X, un plateau rotatif pour la rotation de l'échantillon et un détecteur pour capturer les projections radiographiques. La figure 2.8 illustre le principe général de la tomographie RX.

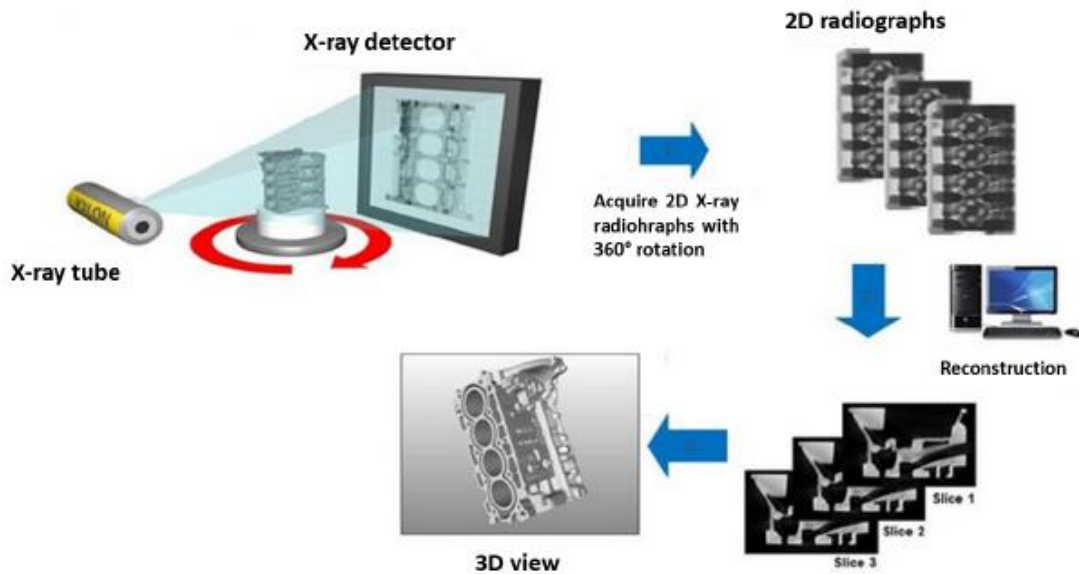


Figure 2.8 : Principe général de la tomographie RX¹⁷⁸.

Un faisceau RX traverse l'échantillon placé sur le plateau rotatif. Une fois que le faisceau RX a traversé l'échantillon, il atteint le détecteur CCD. La mesure de l'intensité des rayons X enregistrée par le détecteur permet de créer une image 2D de l'objet appelée radiographie. Grâce au plateau rotatif, à chaque position angulaire, une radiographie 2D est prise. Cette rotation permet d'acquérir des projections sous différents angles, généralement à intervalles réguliers. Une rotation complète de 360° est réalisée pour capturer toutes les informations nécessaires à la reconstruction de l'image 3D.

Dans le cadre de ce travail, l'acquisition s'est faite en mode hélicoïdal : l'échantillon se déplace continûment le long de l'axe vertical pendant sa rotation. Les acquisitions ont été réalisées sur trois rotations complètes, avec un total de 4400 projections environ. Le courant du tube RX a été fixé à 200 μA . La géométrie du système correspondait à une distance source-échantillon (SOD) d'environ 40 mm et une distance source-détecteur (SDD) d'environ 300 mm. Ce balayage continu offre une meilleure homogénéité d'échantillonnage et permet d'éviter les artefacts liés à la discontinuité entre tranches, ce qui est particulièrement utile pour les matériaux hétérogènes ou poreux¹⁷³.

Concernant la génération des rayons X, elle se fait au sein d'un tube à rayons X composé d'une cathode, qui émet les électrons et une anode aussi appelée cible ou anticathode (figure 2.9).

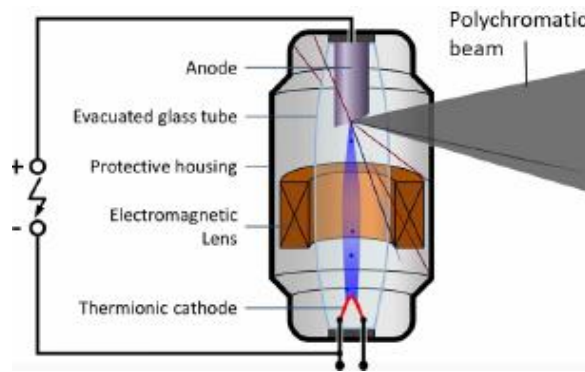


Figure 2.9 : Schéma d'un tube à rayons X¹⁷⁸.

Lorsqu'une tension élevée (jusqu'à 230 kV dans notre système) est appliquée entre ces deux électrodes, les électrons émis par la cathode sont accélérés vers l'anode. En frappant l'anode, ces électrons sont d'une part freinés par les atomes de la cible ce qui provoque un rayonnement continu de freinage (Bremsstrahlung) dont une partie du spectre est dans le domaine des rayons X. D'autre part, certains électrons incidents possèdent suffisamment d'énergie pour éjecter des électrons des couches internes des atomes de l'anode. Cette ionisation crée une instabilité électronique qui est compensée par la transition d'un électron d'une couche externe vers une couche plus interne. L'énergie libérée lors de cette transition est émise sous forme de rayonnement X caractéristique.

Ainsi, le spectre de rayons X émis par le tube est la superposition d'un rayonnement continu (issu du freinage des électrons) et d'un rayonnement discret (propre à la cible)^{179,180}. La proportion de ces deux composantes dépend notamment de la tension utilisée et du matériau de la cible (tungstène, molybdène, cuivre, etc.). Avec une large distribution énergétique (typiquement entre 10 et 150 keV), le faisceau obtenu est alors conique et polychromatique. Ceci permet d'obtenir un grossissement géométrique variable selon la position de l'échantillon entre la source et le détecteur (figure 2.10) comme l'indique la relation suivante¹⁷⁶ :

$$\alpha = K \cdot \frac{z_{SO}}{z_{SD}} \quad (E11)$$

Avec K la taille réelle d'un pixel du détecteur, z_{SO} la distance source-objet et z_{SD} la distance source-détecteur. Plus l'échantillon est proche de la source, plus le grossissement est grand, donc plus la résolution augmente (mais au prix d'un champ de vision réduit). Il faut donc veiller à ce que l'échantillon reste toujours dans le cône du faisceau durant la rotation, ce qui peut limiter la taille observable.

Ce grossissement ajustable détermine notamment la taille du voxel, qui varie entre 16 μm et 25 μm dans notre étude.

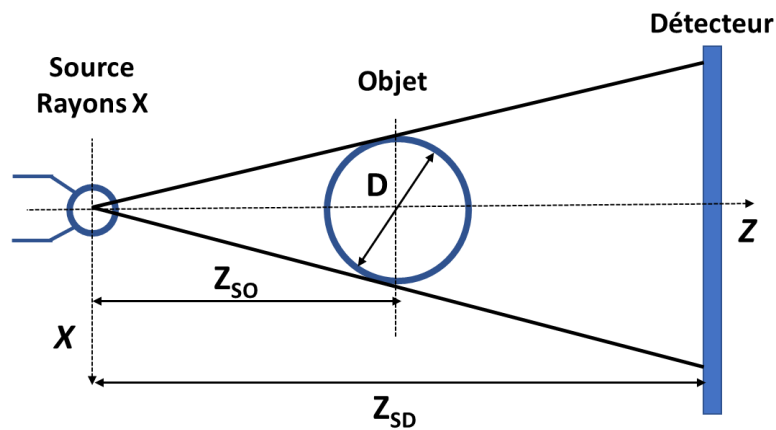


Figure 2.10 : Grandissement géométrique pour un tomographe à faisceau conique.

c. Reconstruction tomographique

Une fois les projections acquises à différents angles autour de l'échantillon, l'objectif est de reconstituer une carte tridimensionnelle fidèle de son intérieur. Chaque image obtenue lors de l'acquisition représente en réalité une superposition d'atténuation des rayons X sur toute la profondeur de l'objet, selon l'axe du faisceau. Pour retrouver la distribution spatiale de l'atténuation dans l'ensemble du volume, il faut donc résoudre un problème mathématique inverse, consistant à reconstruire, pour chaque tranche, la répartition locale des coefficients d'atténuation. L'algorithme le plus couramment utilisé à cet effet est la rétroprojection filtrée (Filtered Back Projection), qui repose sur le principe d'étaler chaque projection dans l'espace puis de combiner l'ensemble des vues angulaires pour reconstituer le volume voxel par voxel^{181,182}.

Dans cette étude, les reconstructions ont été effectuées à l'aide du logiciel Avizo. Ce dernier permet de traiter les projections brutes, de les filtrer afin de réduire le bruit, puis d'appliquer l'algorithme de reconstruction pour générer une image volumique du matériau. Chaque voxel du volume ainsi obtenu représente une petite unité d'espace dans laquelle l'atténuation moyenne est connue. L'information contenue dans les niveaux de gris peut ensuite être exploitée pour segmenter les différentes phases constitutives du matériau : phase métallique, polymère, porosités dans la phase métallique. Cette segmentation est essentielle pour analyser finement la microstructure interne, tant en termes de répartition que de forme ou de continuité des phases.

En pratique, nous avons utilisé un tomographe de chez RX SOLUTIONS représenté par la figure 2.11.



Figure 2.11 : Tomographe RX SOLUTIONS Utilisé dans le cadre de cette étude.

3. Analyse microstructurale par microscopie

a. Microscopie optique

La microscopie optique en réflexion permet une mesure rapide des dimensions, et une vérification simple de l'état de surface de l'échantillon. Ainsi dans le cadre de cette thèse, un microscope optique Keyence a été utilisé avec un grossissement de x30 pour mesurer précisément les dimensions des poutres constitutives des matériaux architecturés à chaque étape de leur processus de fabrication.

b. Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique d'imagerie qui permet d'examiner la surface des matériaux avec une résolution latérale supérieure (micrométrique) à celle de la microscopie optique. Le MEB repose sur un faisceau d'électrons focalisé, balayant ligne par ligne la surface de l'échantillon. Lorsque ces électrons entrent en contact avec le matériau, ils interagissent avec les atomes présents, provoquant l'émission de différents types de signaux. Les électrons secondaires, issus des couches superficielles, permettent de reconstruire une image en relief très détaillée de la topographie de surface.

Le MEB peut également être couplé à une technique complémentaire : la spectroscopie à dispersion d'énergie des rayons X (EDX, ou parfois EDS, pour Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) qui permet d'identifier les éléments chimiques présents à la surface de

l'échantillon. En effet, lorsque le faisceau incident d'électrons interagit avec les atomes de la surface, celui-ci provoque l'éjection d'un électron d'une couche interne. Pour retrouver un état stable, l'atome se réorganise et un électron d'une couche supérieure vient combler la vacance créée (voir figure 2.12). Cette transition s'accompagne de l'émission d'un rayon X dont l'énergie est propre à chaque élément chimique. Le spectre obtenu, composé de pics d'intensité à des énergies bien définies, constitue donc une véritable signature atomique¹⁸³. En analysant ce spectre, il est possible d'identifier les éléments présents et d'estimer leur concentration locale.

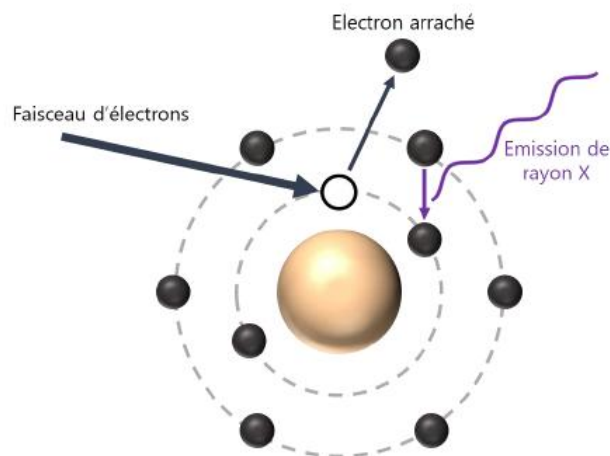


Figure 2.12 : Schéma de principe de l'EDX¹⁸⁴.

Dans le cadre de cette thèse, l'analyse EDX a été utilisée principalement pour vérifier la composition chimique de la partie métallique des composites, constituée d'alliages métalliques.

Pour que les analyses en MEB-EDX soient fiables et exploitables, il est essentiel de disposer d'une surface d'échantillon parfaitement lisse et plane. En effet, toute irrégularité (rayures, débris...) peut non seulement altérer l'image obtenue en microscopie, mais aussi dégrader le spectre EDX en générant du bruit ou en faussant la localisation des signaux. Pour éviter cela, une préparation soignée a été mise en œuvre. Les échantillons ont tout d'abord été découpés (à l'aide d'une micro-scie) à une taille compatible avec la chambre du microscope électronique, puis enrobés dans une résine thermodurcissable conductrice (de chez NX-MET). Suite à cette préparation, les échantillons enrobés sont ensuite polis mécaniquement à l'aide de papiers abrasifs de plus en plus fins, jusqu'à atteindre une rugosité inférieure à 3 microns.

En pratique, les analyses EDX ont été réalisées à l'aide d'un MEB de table FLESEM 1000 (Hitachi), couplé à un détecteur EDX Oxford Instruments, avec une tension d'accélération fixée à 15 kV.

4. Caractérisation mécanique : compression uniaxiale

Les essais de compression uniaxiale ont été réalisés afin de caractériser le comportement mécanique de tous les matériaux élaborés : les structures architecturées métalliques, l'UHMWPE fritté et les composites UHMWPE/métal. Ce mode de sollicitation a été choisi en raison de la géométrie des échantillons, conçus sous forme de cylindres de 20 mm de diamètre et 20 mm de hauteur. L'objectif principal de ces essais est d'obtenir la courbe contrainte-déformation du matériau afin d'en extraire plusieurs paramètres mécaniques : le module d'Young, la contrainte pour une déformation donnée, l'énergie d'absorption...

Méthodologie expérimentale

Les essais sont réalisés à l'aide d'une machine de compression Instron 34TM-50 d'une capacité maximale de 50 kN. Une vitesse de déplacement traverse de 1.2 mm/min correspondant à une vitesse de déformation initiale de 10^{-3} s^{-1} est imposée afin de rester en conditions quasi-statiques. Lors de chaque essai, l'équipement enregistre la force appliquée (F) et le déplacement total (Δ_{total}) entre les plateaux. À noter que, ce déplacement total inclut non seulement la déformation de l'échantillon (Δ_{ech}), mais également une composante liée à la déformation propre de la machine (Δ_{mach}), c'est-à-dire la compression de ses éléments internes (plateaux, traverses...). Il est donc nécessaire de corriger cette contribution pour obtenir la déformation réelle de l'échantillon permettant de calculer un module d'élasticité apparent de l'échantillon, qui servira à caractériser/comparer les échantillons entre eux.

Pour cela, des essais de type *mors contre mors* sont réalisés, dans les mêmes conditions que les essais sur échantillon (même vitesse, même force maximale). Le déplacement mesuré dans ces essais préalables ne représente alors que la déformation de la machine elle-même. À partir de ces essais, nous avons choisi deux valeurs de force de référence et on approxime une droite entre ces deux points. La pente obtenue correspond à la contribution de la machine. Le déplacement réel de l'échantillon est alors calculé en soustrayant le « déplacement machine » du déplacement total mesuré. Dans la suite, le terme « déplacement réel de l'échantillon » correspond à la portion du déplacement uniquement due à la déformation du matériau.

Une fois ce déplacement corrigé obtenu, la déformation nominale (ε) est calculée comme le rapport entre ce déplacement et la hauteur initiale de l'échantillon (l_0), tandis que la contrainte nominale (σ) est obtenue en divisant la force appliquée par la section initiale de l'échantillon (s_0) :

$$\varepsilon = \frac{\Delta_{ech}}{l_0} \quad \text{et} \quad \sigma = \frac{F}{s_0} \quad (E11)$$

À noter que dans le cas des matériaux architecturés, la section (s) est prise égale à la section du matériau considéré comme plein (section de 20mm de diamètre).

Le module d'Young est ensuite calculé à partir de la pente de la partie linéaire de la courbe contrainte-déformation d'après la loi de Hooke¹⁸⁵ :

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (E12)$$

Dans ce travail, tous les modules d'élasticité apparents (sur les matériaux architecturés métalliques, le polymère fritté et les composites) ont été déterminés à la charge, à partir d'essais réalisés sur plusieurs échantillons, en moyenne trois, menés jusqu'à un taux de déformation final de 1 %.

II. Matériaux

1. UHMWPE

Dans le cadre de nos travaux, nous avons utilisé une poudre native d'UHMWPE (Polyéthylène Ultra-Haute Masse Molaire), fournies par CELANESE. Plus précisément, nous avons utilisé la référence GUR4170, caractérisée par une masse molaire moyenne en poids de 10,5 Mg/mol déterminée par des mesures de viscosité par le fabricant. Ses longues chaînes macromoléculaires lui confère une ductilité exceptionnelle ainsi qu'une bonne résistance à l'usure et aux chocs^{6-8,10,11}.

La morphologie des poudres natives, observée par MEB, révèle des particules présentant une forme quasi sphérique avec une taille moyenne d'environ 150 μm mesurée par granulométrie³² (figure 2.13).

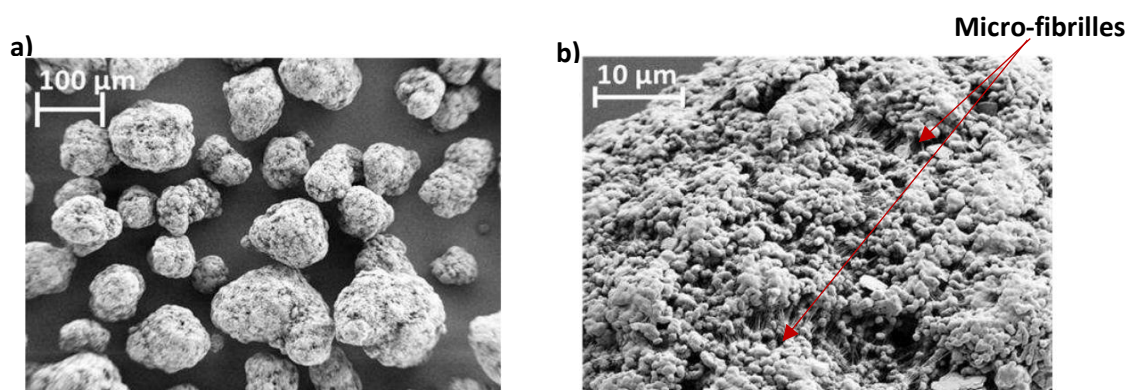


Figure 2.13 : (a) Image MEB des poudres UHMWPE 10.5 Mg/mol, (b) Image agrandie caractéristique d'une surface de particule³².

Leur surface extérieure est rugueuse. À plus fort grossissement, cette rugosité s'organise selon une structure nodulaire caractéristique, fréquemment observée dans la littérature^{51,186–188}. Ces nodules sont interconnectés par un réseau de fibrilles submicroniques qui confère aux poudres natives d'UHMWPE une structure interne hautement poreuse.

Les poudres natives d'UHMWPE résultent d'une polymérisation de type Ziegler-Natta⁵², durant laquelle la cristallisation se produit simultanément à la polymérisation⁵¹. Cette cristallisation in-situ conduit à une structuration ordonnée des chaînes polymères. Celles-ci se trouvent dans une conformation hors équilibre avec une forte proportion de chaînes repliées sur elles-mêmes peu enchevêtrées^{54,189}. Ce mode de cristallisation in-situ induit une structure hautement cristalline avec un taux de cristallinité d'environ 60 % mesuré par DSC (figure 2.14).

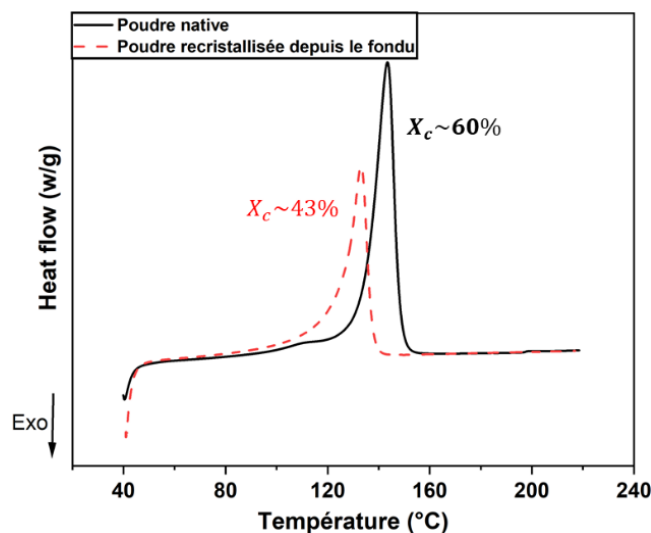


Figure 2.14 : Courbes DSC de l'UHMWPE 10.5 Mg/mol.

À cette cristallinité, correspond une température de fusion de l'ordre de 144 °C comme on peut le voir sur la figure 2.14 (courbe noire en trait plein). La température de fusion élevée des poudres à l'état natif est généralement attribuée à la conformation des chaînes hors équilibre^{54,190,191} plutôt qu'à l'épaisseur des lamelles cristallines comme c'est souvent admis pour les polymères semi-cristallins.

Cependant, cet état natif hors équilibre est perdu dès la première fusion^{71,187,190,192}. Après fusion et recristallisation à partir de l'état fondu, deux changements majeurs sont observés : une diminution notable de la température de fusion, qui passe de 144 °C à environ 134 °C, et une réduction du taux de cristallinité, qui chute de 60 % à environ 40 %. La différence de taux de cristallinité entre la poudre native et le matériau recristallisé depuis le fondu résulte du changement de mode de cristallisation : alors que les poudres natives cristallisent directement en solution pendant la polymérisation, la recristallisation à partir de l'état fondu s'effectue à

partir de chaînes enchevêtrées, ce qui conduit à une cristallinité plus faible. Ces différences thermiques entre l'état natif et l'état recristallisé constituent des indicateurs fiables de l'historique thermique de la poudre. Dans cette étude, une simple analyse DSC permettra donc de déterminer si le polymère a été fondu ou pas aux différentes étapes du procédé de mise en forme simplement à partir de sa cristallinité.

Au-delà de ces transformations structurales, la fusion de l'UHMWPE donne lieu à un comportement thermique singulier, souvent qualifié dans la littérature d'explosion à la fusion^{19,20,187}. Ce phénomène (déjà abordé dans le chapitre 1) est un processus cinétique rapide dans lequel les chaînes polymères initialement peu enchevêtrées (sous forme de cristaux à chaînes repliées) retrouvent une conformation en pelote statistique plus ou moins enchevêtrée pendant la fusion. L'explosion à la fusion est caractérisé par une cinétique très rapide d'interpénétration des chaînes, contrairement au modèle classique de reptation^{44,45} qui décrit une cinétique lente de diffusion des chaînes. Ce réarrangement accéléré est principalement d'origine entropique, lié au fort gain de désordre associé à la fusion des chaînes initialement cristallisées en solution. Il permet à l'UHMWPE d'atteindre rapidement un état fondu très enchevêtré, ce qui est un atout considérable pour les procédés de frittage rapide comme celui développé dans ce travail.

La stabilité thermique de l'UHMWPE a été ensuite évaluée par ATG à deux vitesses de chauffe (figure 2.15) : 10 °C/min et 20 °C/min.

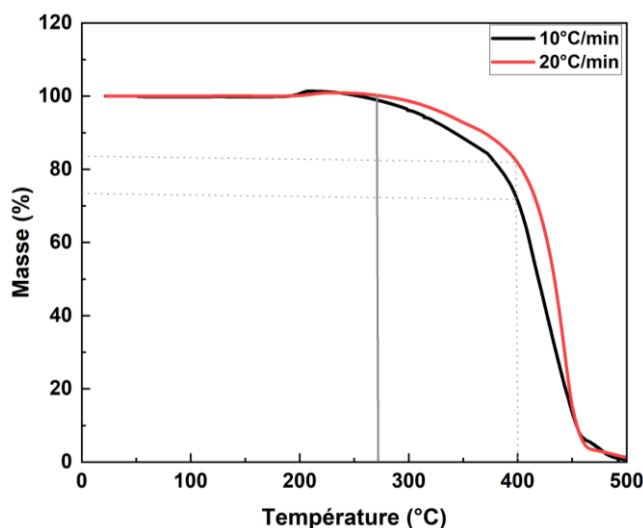


Figure 2.15 : Courbes d'ATG présentant la variation de masse de l'UHMWPE en fonction de la température, sous azote.

Les courbes obtenues montrent que le polymère reste thermiquement stable jusqu'à environ 270 °C sous azote (gaz inerte), sans perte de masse significative. Par ailleurs, l'analyse met

également en évidence l'effet de la vitesse de chauffe sur la cinétique de dégradation. Par exemple, à 400 °C, la perte de masse atteint environ 30 % à 10 °C/min, contre seulement 20 % à 20 °C/min. Cette différence reflète qu'une vitesse de chauffe plus élevée retarde la dégradation de l'UHMWPE, le matériau passant moins de temps dans les plages de température critiques. Ces résultats permettent ainsi de définir une fenêtre de température exploitable pour le frittage de l'UHMWPE ($150\text{ °C} < T_{\text{frittage}} < 250\text{ °C}$). A noter que l'étape de densification se faisant sous vide, ces données seront utilisées par la suite.

Enfin, les propriétés thermiques et physiques³⁰ pertinentes pour l'analyse et la compréhension du frittage de l'UHMWPE sont résumées dans le tableau 2.1. Sur le plan thermique, l'UHMWPE présente une conductivité thermique relativement faible, caractéristique des polymères, ce qui le rend moins efficace que les métaux pour la dissipation de chaleur.

Propriétés	Valeurs
Masse molaire en poids, $g \cdot mol^{-1}$	10.5×10^6
Température fusion poudre native, $\pm 1^\circ C$	144
Taux de cristallinité massique poudre native, $\pm 2\%$	60
Masse volumique natif (déterminée par E4), $g \cdot cm^{-3}$	0.93
Température fusion recristallisé, $\pm 2^\circ C$	135
Taux de cristallinité massique recristallisé, $\pm 2\%$	43
Masse volumique recristallisé (déterminée par E4), $g \cdot cm^{-3}$	0.91
Conductivité thermique, $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$	0.46-0.51

Tableau 2.1 : Tableau récapitulatif des propriétés thermiques et physiques de l'UHMWPE (poudre native et recristallisée).

2. Alliage AlSi₉Cu₃

Dans le cadre de ce travail, l'alliage utilisé est l'AlSi₉Cu₃, un alliage d'aluminium couramment employé pour sa bonne coulabilité, ses propriétés mécaniques, sa capacité à être recyclé facilement et son coût de production relativement bas⁴⁶. L'AlSi₉Cu₃ est principalement mis en forme par des procédés de coulée, tels que la coulée sous pression, idéale pour produire des pièces en grande série avec des tolérances dimensionnelles précises ; la coulée en sable, adaptée pour des pièces plus volumineuses ou des séries limitées ; et la fonderie à moule permanent, qui combine des coûts modérés et une bonne qualité de surface. Des traitements thermiques post-coulée sont souvent appliqués pour améliorer les propriétés mécaniques mais dans ce travail, les pièces sont utilisées à l'état brut de coulée, sans traitement thermique

de renforcement. Les propriétés thermiques et physiques de l'alliage sont résumées dans le tableau 2.2.

Masse Volumique (g.cm ⁻³)	Conductivité thermique (W.m ⁻¹ . K ⁻¹)	Intervalle de solidification (°C)	Coefficient de dilatation (m.m ⁻¹ . K ⁻¹)	Module d'Young (GPa)	Capacité calorifique (J.Kg ⁻¹ .K ⁻¹)
2,78	105	520-590	21,7.10 ⁻⁶	76	960

Tableau 2.2 : Propriétés thermiques et physiques de l'alliage AlSi9Cu3.

L'AlSi9Cu3 présente une bonne coulabilité à l'état liquide, avec un intervalle de solidification relativement large compris entre 520 °C et 590 °C. Cet écart favorise l'infiltration des structures poreuses lors de la coulée, en assurant un remplissage progressif avant la solidification complète. Sur le plan thermique, cet alliage possède une conductivité élevée (environ 150 W.m⁻¹.K⁻¹), ce qui le rend particulièrement pertinent pour des applications impliquant des transferts thermiques rapides, comme le chauffage par induction.

Composition chimique et influence des éléments de l'Alliage

L'alliage AlSi9Cu3, utilisé dans ce travail pour la fabrication des structures métalliques, est un alliage dont la composition chimique normalisée est définie par la norme européenne EN AC - 46000^{193,194}. Il est principalement composé de silicium et de cuivre, avec l'aluminium comme élément de base. Les proportions indiquées dans la norme sont exprimées en pourcentage massique. Le silicium est présent entre 8 et 11 wt%, tandis que la teneur en cuivre varie de 2 à 4 wt%. Des éléments tels que le fer, le zinc, le manganèse, le nickel ou le magnésium peuvent également être présents, mais dans des proportions limitées (<2 wt%). Ces éléments sont soit ajoutés intentionnellement pour ajuster certaines propriétés, soit considérés comme des impuretés dont la teneur ne doit pas dépasser un seuil critique, sous peine d'altérer les propriétés mécaniques de l'alliage.

Chaque élément joue un rôle structurant dans les propriétés finales du matériau^{193,195–198}. Le silicium, par exemple, est indispensable pour améliorer la coulabilité, en abaissant la température de fusion du mélange et en stabilisant la solidification, ce qui est particulièrement crucial dans le cas des structures à géométrie complexe comme celles étudiées ici. Il agit aussi sur la dureté et la résistance mécanique. Le cuivre, en solution dans la matrice ou précipité sous forme de composés inter-métalliques, renforce le matériau et contribue à la rigidité de l'ensemble. Le fer, même s'il n'est pas recherché, est souvent présent dans les alliages issus de matériaux recyclés. En excès, il forme des composés fragiles qui pénalisent la ductilité ; sa teneur est donc contrôlée avec soin. L'analyse EDX réalisée sur les pièces métalliques obtenues après coulée est cohérente avec la composition attendue : les

spectres mettent en évidence une matrice majoritairement constituée d'aluminium, enrichie en silicium et en cuivre, ainsi que des traces de fer (figure 2.16).

Contrairement à l'aluminium pur, cet alliage présente donc une bien meilleure coulabilité, essentielle pour permettre l'infiltration complète des structures architecturées lors de la coulée. Cette aptitude à remplir les cavités étroites et ramifiées est renforcée par la présence de silicium, qui abaisse le point de fusion du bain métallique et étale la plage de solidification. Cette large fenêtre de processabilité favorise un remplissage progressif et efficace avant solidification complète, limitant les défauts internes. Sur le plan mécanique, l'ajout de cuivre permet d'augmenter le module d'élasticité de l'alliage, avec des valeurs moyennes de l'ordre de 76 GPa¹⁹⁹, supérieures à celles de l'aluminium pur (de l'ordre de 69 GPa). Cette rigidité est un paramètre important dans le cadre de ce travail, où le comportement mécanique des composites sera analysé en fonction de la contribution respective des phases métallique et polymère. Ces avantages justifient le choix de l'AlSi9Cu3 comme matériau de base pour la fabrication de structures métalliques architecturées, destinées à être remplies par le polymère. Afin de s'affranchir des difficultés d'infiltration souvent rencontrées lors des procédés de fonderie traditionnels, notamment en raison de la géométrie complexe des structures, un procédé de mise en forme spécifique a été développé. Celui-ci, inspiré des techniques classiques de fonderie, sera présenté en détail dans le chapitre 3.

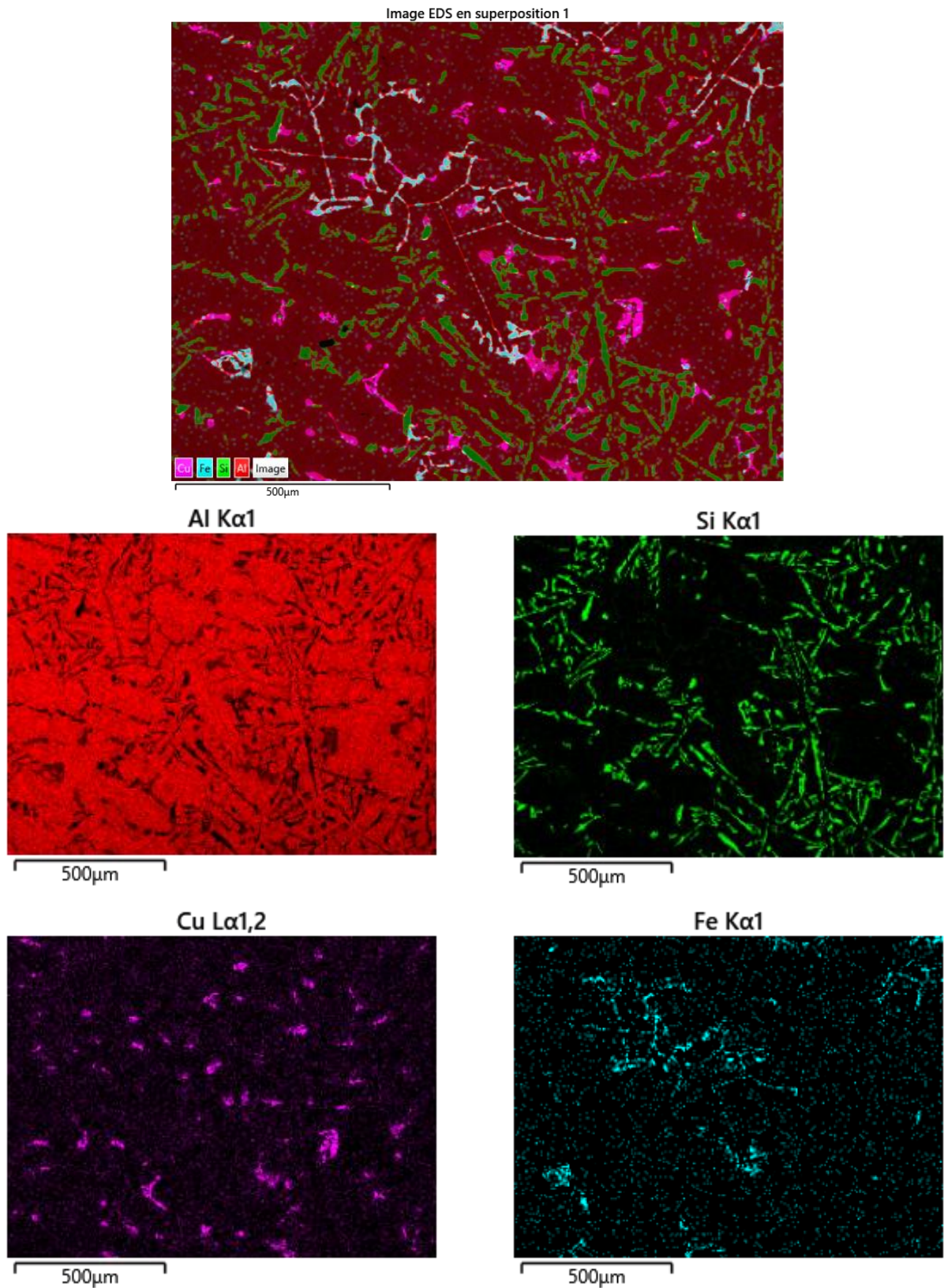


Figure 2.16 : Images EDX montrant la composition chimique de l'Alliage AlSi9Cu3 (contenant des traces de Fer).

Conclusion du chapitre

Ce chapitre a permis d'établir les fondements expérimentaux sur lesquels repose l'ensemble de ce travail de thèse. Le choix des matériaux constitutifs des composites, à savoir l'alliage AlSi9Cu3 pour la phase métallique et l'UHMWPE pour la phase polymère, s'appuie sur une analyse approfondie de leurs propriétés physiques et thermiques. L'alliage AlSi9Cu3 a été retenu pour sa facilité de mise en forme par des procédés de fonderie, grâce à sa bonne coulabilité, mais également pour ses propriétés mécaniques intéressantes, notamment en termes de rigidité. De son côté, l'UHMWPE présente une excellente ductilité ainsi qu'un comportement thermique à la fusion particulier (explosion à la fusion) lié à son état natif, ce qui en fait un candidat prometteur pour des procédés de frittage rapide comme celui développé dans cette thèse. L'ensemble des techniques de caractérisation présentées dans ce chapitre, telles que l'analyse thermique (DSC et ATG), la microscopie ou la tomographie à rayons X, la compression mécanique constitue un cadre méthodologique solide pour l'étude approfondie des matériaux. Elles fourniront les outils nécessaires à l'analyse des phénomènes thermiques, structuraux et mécaniques mis en jeu au cours de la mise en forme des composites ainsi que pour leur caractérisation post élaboration.

Chapitre 3 :

Mise en forme de composites UHMWPE/Aluminium

Chapitre 3 : Mise en forme de composite UHMWPE/Aluminium

Table des matières

INTRODUCTION DU CHAPITRE	76
I. FABRICATION DES MATERIAUX ARCHITECTURES	76
1. <i>Design 3D</i>	78
2. <i>Impression 3D</i>	79
3. <i>Moulage</i>	80
a. Assemblage des pièces sous forme d'arbre de coulée.....	80
b. Fabrication des moules	82
4. <i>Coulée</i>	84
5. <i>Démoulage</i>	85
II. CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE DES MATERIAUX ARCHITECTURES.....	87
III. MISE EN FORME DES COMPOSITES.....	91
1. <i>Densification</i>	91
a. Dispositif expérimental	91
b. Densification d'échantillons d'UHMWPE seul.....	92
c. Densification des composites.....	93
2. <i>Chauffe par induction</i>	98
a. Principes physiques du chauffage par induction.....	99
b. Dispositif expérimental du chauffage par induction	101
c. Résultats et discussions.....	102
i. Profils de chauffe des structures métalliques dans les composites	102
Influence de la puissance de l'inducteur	103
Effet de peau	104
Influence de la géométrie de la structure métallique	104
ii. Profils de chauffe de la partie polymère dans les composites	107
Influence de la géométrie de la structure métallique	108
d. Simulation numérique.....	111
i. Principe.....	111
ii. Géométrie, conditions aux limites et hypothèses	112
iii. Paramètres matériaux et solveur	113
iv. Résultats de la simulation et validation.....	113
3. <i>Protocole final de frittage : Frittage sous pression</i>	118
CONCLUSION DU CHAPITRE	122

Introduction du chapitre

L'élaboration des composites co-continus UHMWPE/Aluminium repose sur une succession d'étapes précises visant à optimiser leur microstructure afin d'améliorer leurs propriétés mécaniques :

La première étape concerne la fabrication des matériaux architecturés en aluminium, réalisée par un procédé hybride combinant fabrication additive et fonderie à modèle perdu. Cette approche permet d'obtenir des réseaux métalliques fins aux microstructures contrôlées. Les paramètres clés du procédé seront analysés, ainsi que les caractéristiques microstructurales des matériaux architecturés obtenus.

Une fois ces structures métalliques fabriquées, elles sont remplies de poudre d'UHMWPE afin de former le composite. Le frittage du polymère est ensuite réalisé par chauffage rapide par induction, exploitant le phénomène « d'explosion à la fusion »¹⁹⁻²¹ observé lors de la fusion des poudres natives d'UHMWPE. Durant ce processus, la phase métallique agit alors comme un vecteur de chauffage (suscepteur) : elle chauffe directement par induction et transfère ensuite la chaleur par conduction au polymère.

La deuxième partie de ce chapitre sera donc consacrée à la mise en forme des composites par frittage ultra-rapide. Elle est subdivisée en deux sections : la première se concentre sur la densification de la poudre native d'UHMWPE dans les matériaux architecturés métalliques, en déterminant les conditions optimales ainsi que l'impact des différentes géométries des matériaux métalliques. La seconde explore le chauffage par induction des composites. Afin de mieux appréhender les paramètres influençant le procédé et de comprendre le transfert de chaleur entre le métal et le polymère, une simulation numérique par éléments finis sous ANSYS sera réalisée.

Chaque étape fera l'objet d'une présentation détaillée des méthodes expérimentales développées, ainsi que d'une analyse approfondie des résultats obtenus. L'objectif est d'apporter une compréhension claire et rigoureuse des mécanismes mis en jeu, afin d'optimiser les conditions de fabrication des composites co-continus UHMWPE/Aluminium.

I. Fabrication des matériaux architecturés

Les matériaux architecturés choisis dans le cadre de ce travail sont de géométrie cylindrique, constituée d'un réseau de cellules cubiques périodiques (figure 3.1). Les matériaux architecturés seront désignés par la nomenclature Al_xpy pour structure en aluminium dont les cellules cubiques ont une arête interne de x mm et des poutres d'un diamètre de y mm.

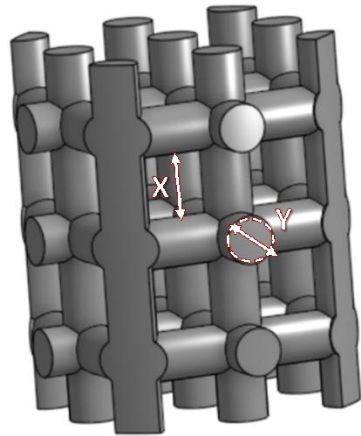


Figure 3.1 : Exemple de matériau architecturé choisi dans ce travail.

Parmi les différentes topologies de cellules rencontrées dans la littérature ¹⁴⁰ (figure3.2), la géométrie cubique a été privilégiée en raison de sa simplicité de conception, mais surtout de la facilité qu'elle offre lors de l'étape de remplissage du polymère. En effet, la cellule cubique présente un volume interne dégagé, favorable au remplissage ultérieur de la poudre de polymère, contrairement à des géométries plus denses, comme les structures octaédriques, Kelvin ou truss, pour lesquelles les poutres se croisent en plusieurs points et réduisent l'espace libre.

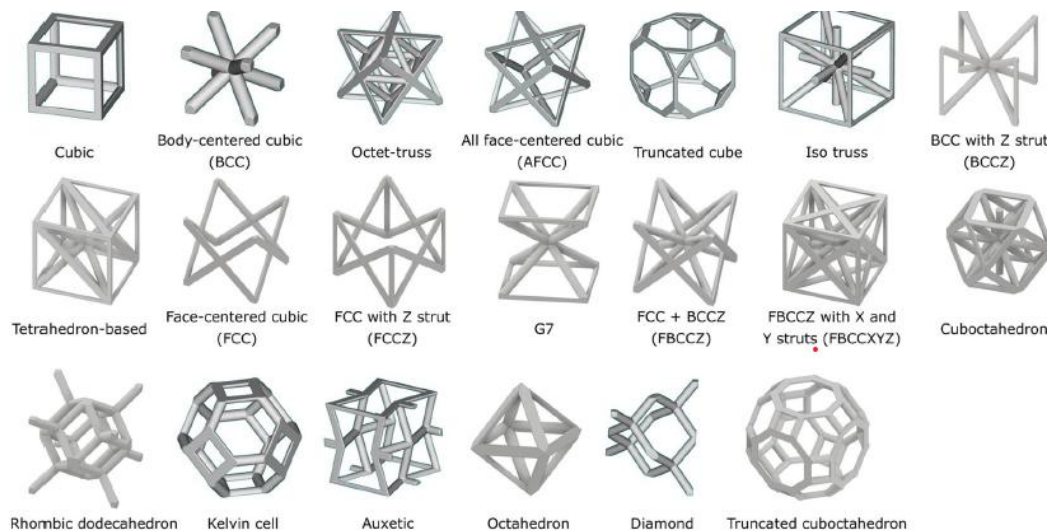


Figure 3.2 : Différentes topologies de cellules rencontrées dans la littérature ¹⁴⁰.

Même si les procédés de fabrication additive métallique^{28,119,121,200} (EBM, SLM, LMD^{123,201}...) permettent d'obtenir directement ces architectures, leur coût élevé constitue une limite. Dans ce contexte, l'association de la fabrication additive polymère (impression 3D) et de la fonderie

à modèle perdu²⁰² représente une alternative pertinente pour la production de ces géométries par fonderie^{203,204}, pour un coût relativement faible.

Le procédé de fabrication mis en œuvre est illustré par la figure 3.3.

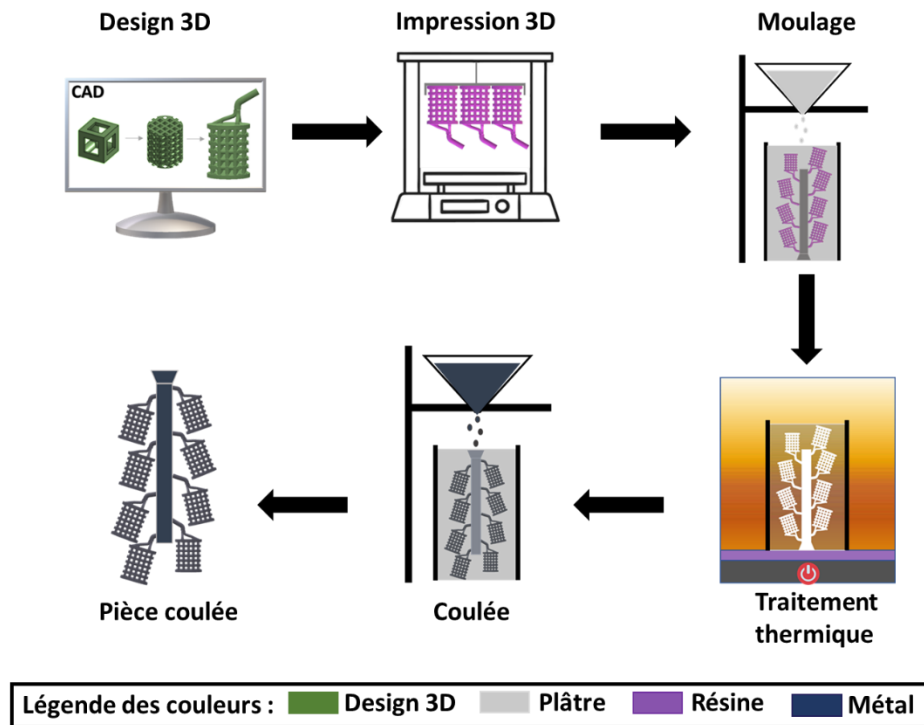


Figure 3.3 : Procédé de Fabrication additive couplée à la fonderie à modèle perdu.

Il regroupe plusieurs étapes : la conception 3D, l'impression des préformes, le moulage, le traitement thermique, puis la coulée. À l'issue de ces étapes de fabrication, les pièces finales obtenues sont des cylindres de 20 mm de diamètre et de hauteur, constitués de cellules élémentaires cubiques. Nous avons choisi de faire varier le diamètre des poutres constitutives (Y de 1 à 3 mm) ainsi que l'arête interne des cellules élémentaires (X de 2 à 4 mm) (cf fig. 3.1). Ces variations permettront d'obtenir des fractions volumiques de métal comprises entre 21 % et 58 %.

Les sections qui suivent décrivent en détail l'ensemble du procédé, de la conception initiale jusqu'à l'obtention des structures métalliques finales.

1. Design 3D

La figure 3.4 illustre chaque étape du design 3D.

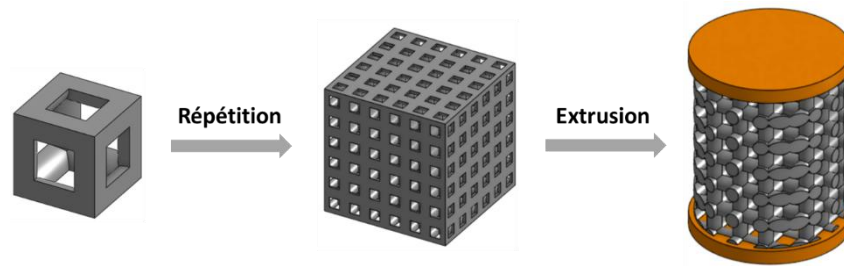


Figure 3.4 : Illustration des différentes étapes du design 3D.

La conception des matériaux architecturés repose sur la génération d'un Volume Élémentaire Représentatif (VER), qui est ensuite répliqué dans toutes les directions de l'espace afin d'obtenir une structure selon la géométrie souhaitée ^{205,206}. Le VER a été modélisé à l'aide du logiciel Onshape qui permet de générer des fichiers légers et faciles à manipuler. En appliquant des opérations de répétition du VER cubique dans l'espace, une structure périodique tridimensionnelle de dimensions contrôlées a été obtenue. Une opération booléenne a ensuite été effectuée afin d'extruder un cylindre composé de structures cubiques périodiques. De plus, des plateaux de 2 mm d'épaisseur ont été ajoutés aux extrémités du cylindre. Ces éléments jouent un rôle clé lors de la coulée, en servant de réservoirs de métal liquide.

2. Impression 3D

L'impression des modèles a été réalisée à l'aide d'une imprimante Formlabs Form 3+ (figure 3.5a), basée sur la technologie de stéréolithographie (SLA).

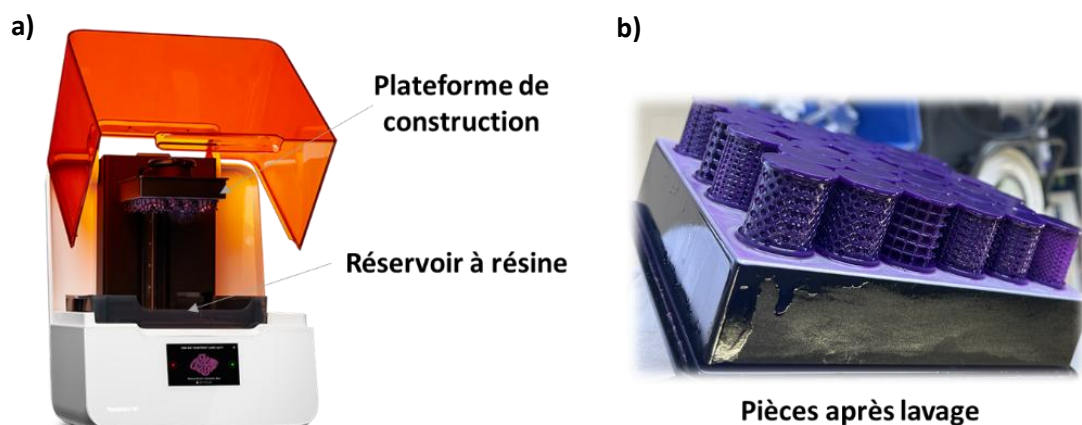


Figure 3.5 : a) Illustration de l'imprimante 3D Formlabs ; b) Pièces sur le plateau de construction après lavage.

Cette méthode de fabrication additive repose sur la photopolymérisation d'une résine liquide castable (résine conçue pour être dégradée sans laisser de résidus²⁰⁷), permettant d'obtenir des pièces avec une très haute précision dimensionnelle (résolution de 25 μm) et une excellente qualité de surface^{208,209}. Les fichiers CAO sont importés dans le logiciel PreForm, développé par Formlabs, qui permet de préparer l'impression en générant les couches du modèle. L'imprimante fonctionne avec un bain de résine liquide, dans lequel le plateau d'impression est immergé. Un laser de longueur d'onde $\lambda=405\text{ nm}$ ²¹⁰ permet de polymériser la résine couche par couche. À mesure que l'impression progresse, le plateau remonte progressivement pour permettre la formation successive des couches jusqu'à l'obtention du modèle final.

Une fois l'impression terminée, les pièces sont lavées dans un bain d'alcool isopropylique, puis séchées à température ambiante afin d'éliminer les résidus de résine non polymérisée et d'assurer une surface propre avant les étapes suivantes (figure 3.5 b).

3. Moulage

a. Assemblage des pièces sous forme d'arbre de coulée

Bien que la coulée des pièces puisse être réalisée individuellement, cette approche s'avérerait longue, coûteuse et peu efficace en raison de la consommation importante de matière et d'énergie. Pour optimiser le processus, un arbre de coulée est mis en place. Celui-ci consiste à regrouper plusieurs modèles autour d'un canal principal, permettant ainsi la production simultanée de plusieurs pièces et réduisant considérablement le temps et les coûts de fabrication. Une première méthode consiste à réaliser l'assemblage manuellement avec de la cire et un fer à grapper permettant de fixer les canaux en cire sur les pièces imprimées (Figure 3.6).

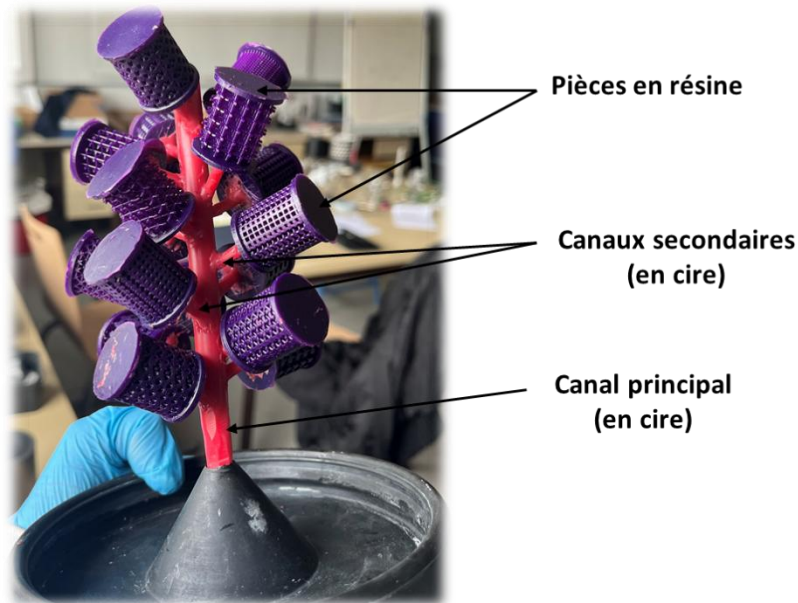


Figure 3.6 : *Méthode 1, grappe de coulée avec canaux de coulée en cire.*

Cependant, cette méthode s'est avérée chronophage et imprécise. En effet, elle offrait très peu de contrôle sur la solidité et l'orientation des canaux secondaires, entraînant des défauts et des ruptures lors des manipulations ultérieures. Une mauvaise orientation des canaux, notamment s'ils étaient trop horizontaux par exemple, ralentissait l'écoulement du métal et compromettait le remplissage des pièces lors de la coulée.

Face aux limites de cette approche, une seconde méthode a été mise en place : les canaux de coulée sont désormais imprimés directement avec les pièces et fixés sur une tulipe adaptée (outil sous forme d'arbre de coulée permettant d'assembler plusieurs pièces ensemble) (Figure 3.7). Cette méthode permet un meilleur écoulement du métal et un meilleur remplissage des moules. En effet, le canal principal est divisé en 3 canaux secondaires de section identique (tel que la somme des sections des trois canaux secondaires est égale à celle du canal principal), assurant ainsi une répartition homogène du métal sans déséquilibre.

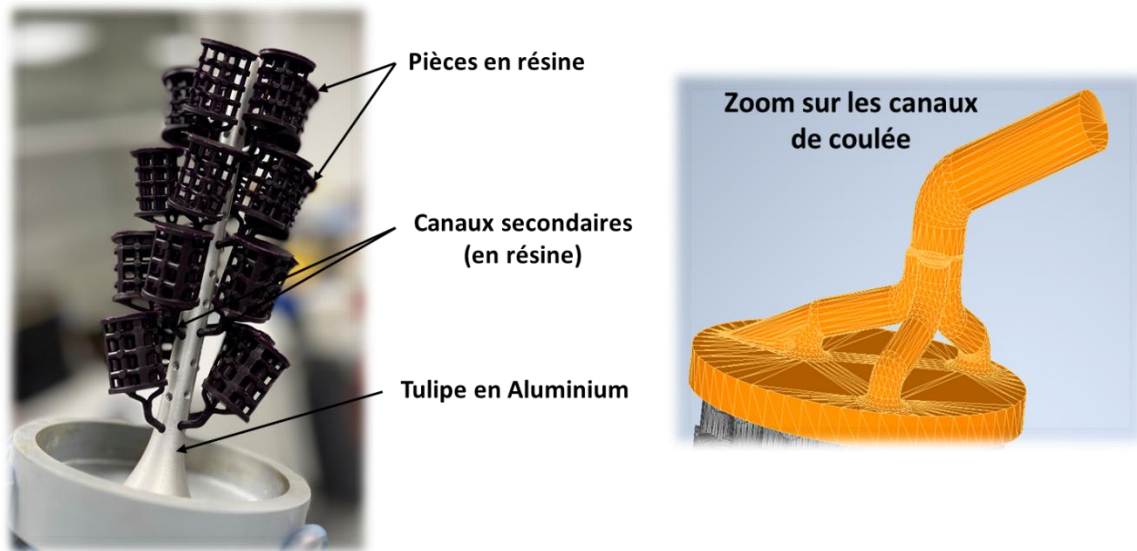


Figure 3.7 : Méthode 2, grappe de coulée avec canaux de coulée imprimés en résine.

b. Fabrication des moules

Une fois l'arbre de coulée assemblé, il est placé dans un cylindre en acier servant de moule, puis introduit dans la chambre inférieure d'un mélangeur sous vide (INDUTHERM). Un mélange réfractaire est préparé en combinant eau et poudre de plâtre Apollo GRS (38:100 de ratio en masse) dans la chambre supérieure du mélangeur, avant d'être versé dans le cylindre (Figure 3.8).

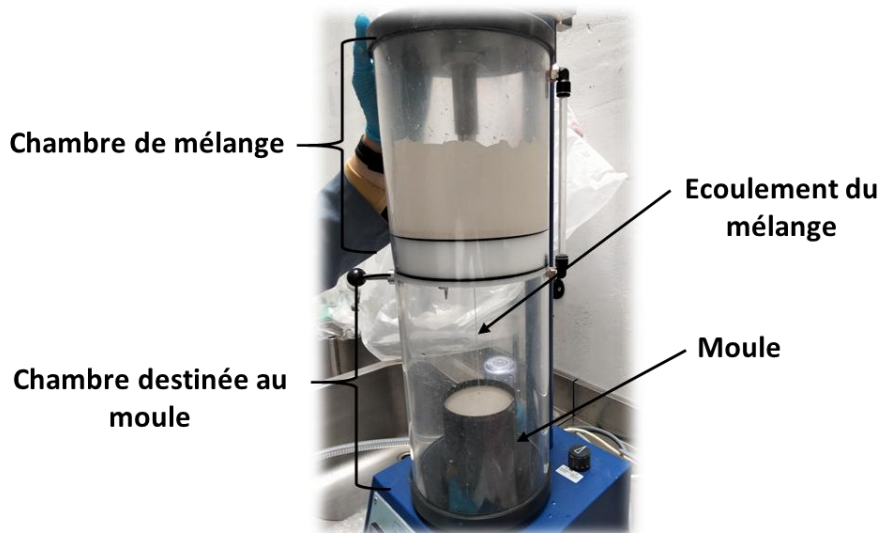


Figure 3.8 : Illustration de l'étape de moulage dans un mélangeur INDUTHERM.

Des vibrations sont ensuite appliquées au cylindre pour éliminer d'éventuelles bulles d'air dans le plâtre, assurant ainsi une bonne imprégnation du matériau. Après durcissement à température ambiante pendant environ deux heures, la tulipe est retirée à l'aide d'un dispositif adapté (figure 3.9a), et le moule subit un traitement thermique avec les conditions définies par le fournisseur du plâtre²¹¹ (Figure 3.9 b et 3.9.c) :

- 230 °C pendant 3 h : déshydratation du plâtre et combustion de la résine castable, laissant une empreinte vide des pièces à l'intérieur du moule en plâtre.
- 730 °C pendant 4 h : consolidation du plâtre pour lui conférer ses propriétés finales.
- Refroidissement à 630 °C : température optimale pour la coulée, limitant les chocs thermiques et garantissant une bonne infiltration du métal dans le moule lors de la coulée.

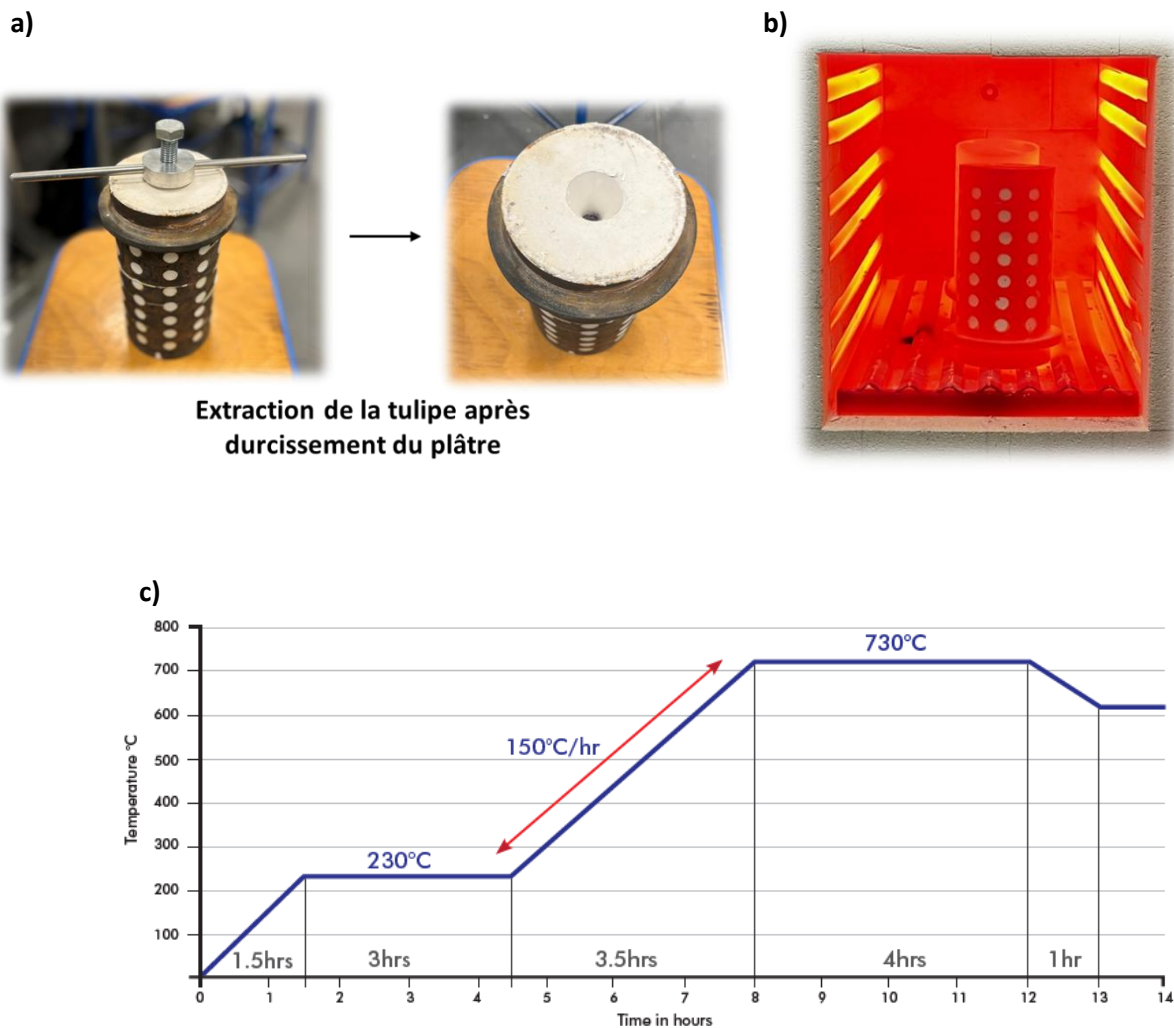


Figure 3.9 : a) Moule solidifié après l'infiltration du plâtre liquide, b) Traitement thermique, c) Cycle thermique de cuisson du plâtre Apollo GRS²¹¹.

4. Coulée

L'étape de coulée est réalisée dans une machine de coulée sous vide VC480V de chez INDUTHERM (figure 3.10) spécialement conçue pour fondre les métaux sous atmosphère contrôlée (argon) et sous vide. Cette machine repose sur un système de chauffage par induction et est constituée de deux compartiments principaux : une chambre supérieure destinée à la fusion, et une chambre inférieure où se trouve le moule. Ces deux chambres sont séparées par un système d'étanchéité muni d'une tige (quenouille), permettant de retenir ou de libérer le métal liquide.

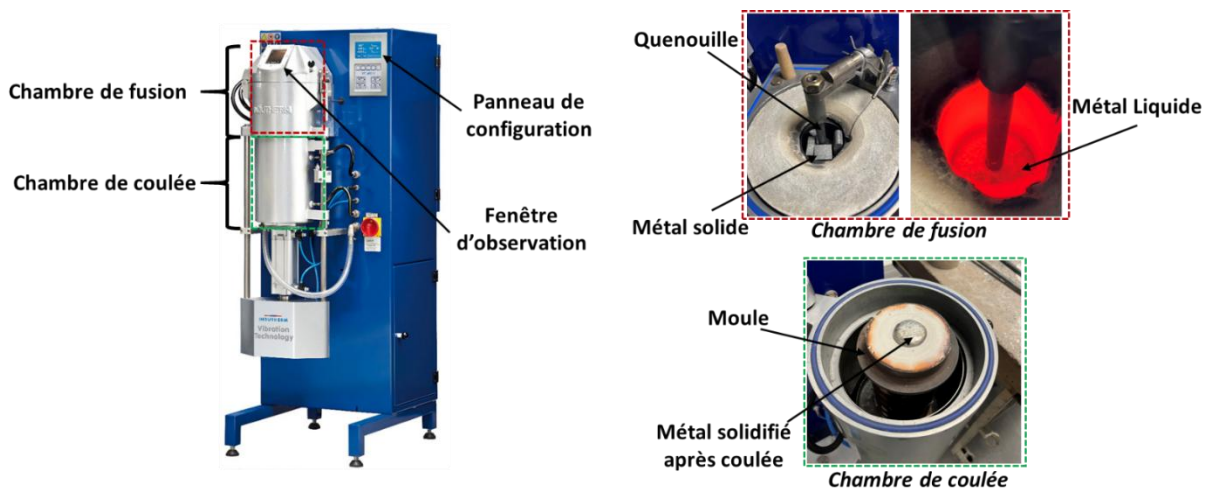


Figure 3.10 : Machine de coulée sous vide de chez INDUTHERM.

La fusion du métal s'effectue dans un creuset en graphite placé au centre d'une bobine à induction dans la chambre supérieure. L'ensemble de la chambre est initialement purgé par une succession de cycles de vide et d'argon afin d'éliminer toute trace d'oxygène (pression inférieure à la pression atmosphérique). Le suivi de la température se fait à l'aide d'un thermocouple positionné au contact du creuset en graphite, complété par une fenêtre d'observation intégrée à la chambre de fusion permettant de visualiser directement la fusion. Une fois que le métal est entièrement fondu, le moule préchauffé (dans un four séparé) à une température comprise entre la température de cristallisation et celle de fusion du métal est transféré dans la chambre de coulée (chambre inférieure à température ambiante). Cette opération est réalisée rapidement afin que le moule refroidisse le moins possible ce qui permet d'éviter sa fissuration lors de la coulée et de limiter les retassures susceptibles d'apparaître au cours du refroidissement.

La coulée proprement dite est déclenchée par le retrait de la quenouille dans le creuset en graphite. La différence de pression entre la chambre de fusion placée en légère surpression au moment de la coulée) et la chambre de coulée (sous vide) force alors le métal liquide à

s'écouler dans le moule, suivi de quelques secondes de vibrations permettant au métal liquide d'épouser fidèlement les moindres détails de l'empreinte. Ce procédé permet ainsi de limiter la formation de bulles et de porosités, assurant ainsi une bonne compacité des pièces obtenues. L'ensemble du procédé est contrôlé via un panneau de configuration permettant de définir précisément les paramètres de fusion et de coulée. Dans le cas de l'alliage d'aluminium, une température de 710 °C est fixée pour la chambre de fusion, le moule quant à lui est préchauffé à 630 °C et un temps de vibration de 20 s a été défini pour optimiser le remplissage du moule.

Enfin viennent le refroidissement et la solidification du métal liquide qui se font lentement à l'air ambiant.

5. Démoulage

Une fois que le moule est suffisamment refroidi (environ 2h à l'air ambiant, sa température étant alors proche de 100 °C), il est plongé dans un bain d'eau à température ambiante pour ramollir le plâtre. Ce dernier est ensuite retiré progressivement à la main jusqu'à libération complète de la grappe métallique. La figure 3.11 illustre une grappe en cours de dégagement, laissant apparaître notamment une empreinte non remplie, signe d'un défaut de coulée.



Figure 3.11 : Illustration d'une grappe en cours de dégagement dans le plâtre solide.

Une fois la grappe retirée du moule (figure 3.12.a), les résidus de plâtre encore présents sont éliminés à l'aide d'un jet d'eau sous pression utilisé avec précaution pour ne pas endommager

les structures métalliques (figure 3.12.b). Si des restes de plâtre subsistent dans les cellules internes, ils sont enlevés manuellement à l'aide d'une aiguille.

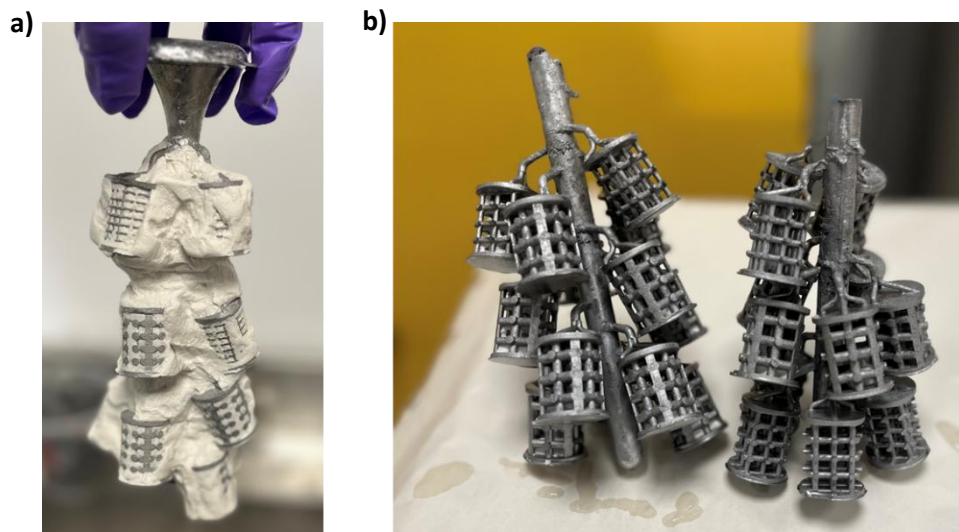


Figure 3.12 : Illustration des étapes du démoulage ; a) Grappe après dégagement, b) Grappe après lavage.

Les pièces sont ensuite séparées de la grappe de coulée (décochage), puis les plateaux (qui servaient de réservoirs de métal) situés de part et d'autre de la pièce sont sectionnés à l'aide d'une micro-tronçonneuse, permettant d'obtenir les échantillons finaux.

Les cylindres de 20 mm de diamètre et de hauteur ainsi obtenus se distinguent par le diamètre des poutres qui varie entre 1 et 3 mm et l'arête interne de la cellule élémentaire de 2 à 4 mm, ce qui permet d'obtenir des fractions volumiques allant de 21 à 58 %. Au total, cinq géométries différentes ont été produites, dont les caractéristiques et la nomenclature sont récapitulées dans le tableau 3.1 et illustrées à la figure 3.13. À titre d'exemple, l'appellation Al2p1 désigne une structure cubique en aluminium dont les cellules cubiques ont une arête interne de 2 mm et des poutres d'un diamètre de 1 mm.

Nomenclature	X (mm)	Y (mm)	Fraction volumique (%)
Al2p1	2	1	25
Al2p2	2	2	43
Al2p3	2	3	58
Al4p2	4	2	21
Al4p3	4	3	34

Tableau 3.1 : Récapitulatif des caractéristiques des différentes géométries.

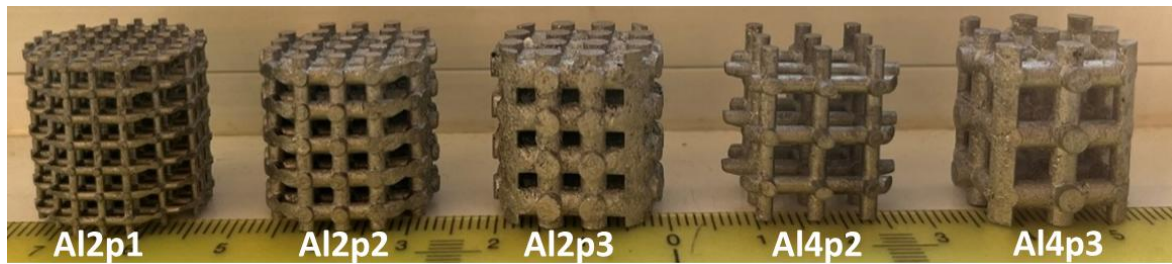


Figure 3.13 : Illustration des 5 différentes géométries.

II. Caractérisation microstructurale des matériaux architecturés

L'analyse par microscopie optique a permis d'évaluer les dimensions réelles des poutres des structures aux différentes étapes du procédé de fabrication : après l'impression 3D en résine castable puis après la coulée métallique. Les mesures révèlent un écart systématique par rapport aux dimensions dessinées (voir tableau 3.2). Les mesures ont été faites 3 fois.

Diamètre de la poutre (Y) dans le design 3D en (μm)	Y après impression 3D mesurée en optique (μm)	Y après coulée mesurée en optique (μm)	Variations de Y le long de l'axe mesurées en tomographie (μm)
1000	930 ± 8	1100 ± 15	10 ± 1
3000	2955 ± 22	3100 ± 30	10 ± 1

Tableau 3.2 : Récapitulatif des mesures effectuées sur les géométries à différentes étapes du procédé de fabrication.

Pour les structures comportant des poutres initialement dessinées avec un diamètre de $1000 \mu\text{m}$, les mesures montrent un retrait dimensionnel après impression 3D, de l'ordre de 7 %. Après la coulée métallique, on observe au contraire une expansion d'environ 18 % par rapport aux dimensions obtenues après impression (voir figure 3.14 pour illustration).

Dans le cas des poutres conçues avec un diamètre de $3000 \mu\text{m}$, le retrait observé après impression est autour de 1 %, et l'expansion après coulée est limitée à environ 5 % (cf tableau 3.2).

Le retrait observé après impression est lié à la photopolymérisation de la résine, qui s'accompagne d'une réduction de volume (phénomène de retrait)^{207,212}. L'expansion mesurée après la coulée pourrait être liée à la rétraction du plâtre due à sa déshydratation pendant la cuisson^{213–215}.

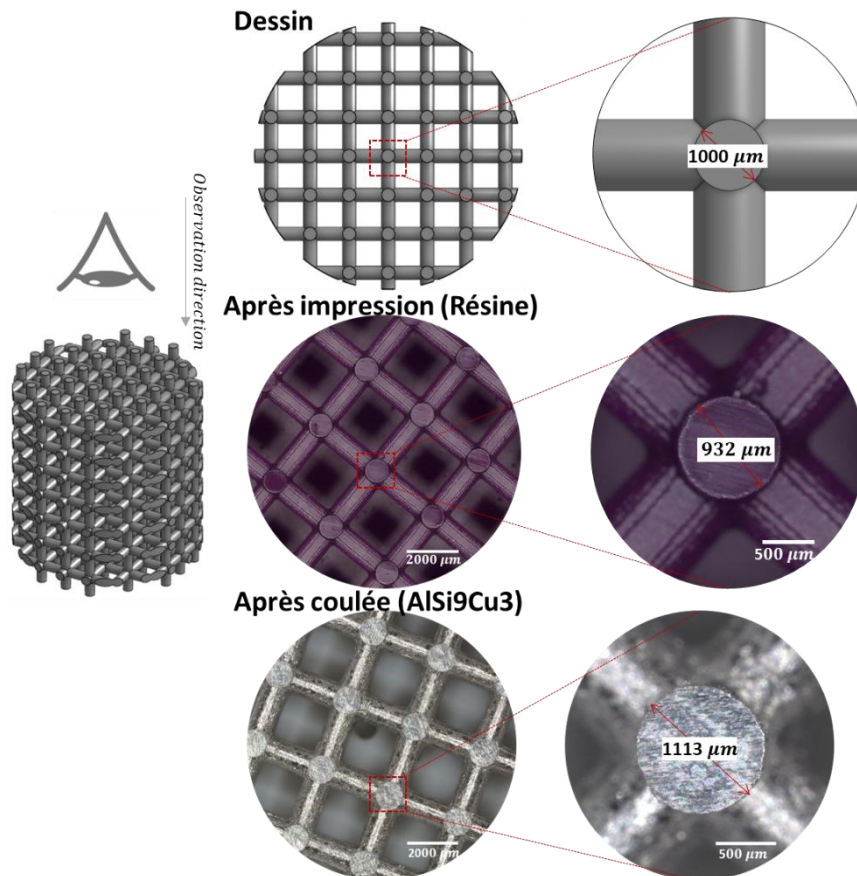


Figure 3.14 : Images de microscopie optique de structures avec un diamètre de poutre théorique de 1000 μm : comparaison après impression 3D et après coulée.

Contrairement à la microscopie optique, limitée à l'observation de la surface externe des échantillons, la tomographie permet d'accéder à des informations dimensionnelles au cœur même des structures métalliques. Pour chaque échantillon, une analyse de la longueur effective des poutres a été réalisée le long de leur axe. Les résultats montrent que les variations de dimensions sont de l'ordre de 10 μm (cf. dernière colonne du tableau 3.2). Cela témoigne d'une absence de déformation macroscopique pendant la coulée ou le démoulage.

En outre, sur les images 2D, plusieurs niveaux de gris sont visibles qui sont directement liés à la composition de l'alliage AlSi9Cu3 (figure 3.15). L'atténuation des rayons X dépend du numéro atomique des éléments présents. L'aluminium ($Z = 13$) et le silicium ($Z = 14$) ont des numéros atomiques voisins et produisent des atténuations proches, alors que le cuivre ($Z = 29$) présente une atténuation nettement plus importante. Ces différences de contraste suggèrent une ségrégation partielle des éléments au sein de l'alliage, un phénomène typiquement observé lors de la solidification des alliages Al-Si contenant du cuivre²¹⁶. Toutefois, à l'échelle macroscopique, la distribution globale de ces éléments reste

relativement homogène, de sorte que l'on considèrera les propriétés mécaniques homogènes au sein des matériaux architecturés.

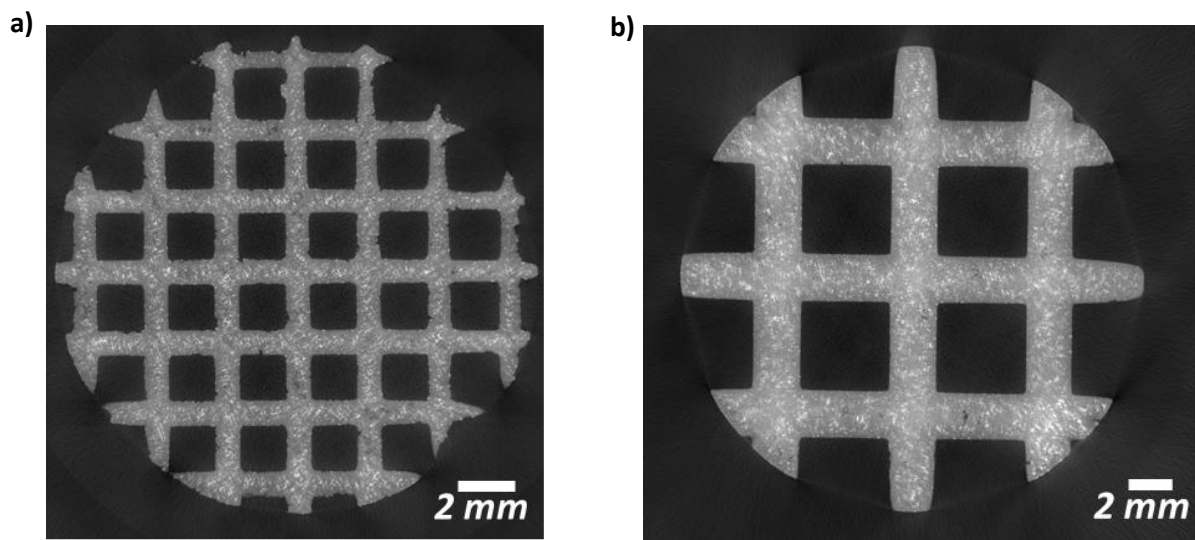


Figure 3.15 : Images 2D de tomographie RX révélant les différents niveaux de gris liés à la composition de l'alliage ; a) Al2p1 et b) Al4p2.

L'observation en 3D met également en évidence deux caractéristiques morphologiques notables (figure 3.16). La première concerne la rugosité de surface des poutres, qui peut être attribuée à l'interaction entre le métal liquide et le moule en plâtre. Si cela peut sembler un défaut à première vue, la rugosité pourrait favoriser l'adhésion du polymère aux interfaces métal/polymère dans le composite.

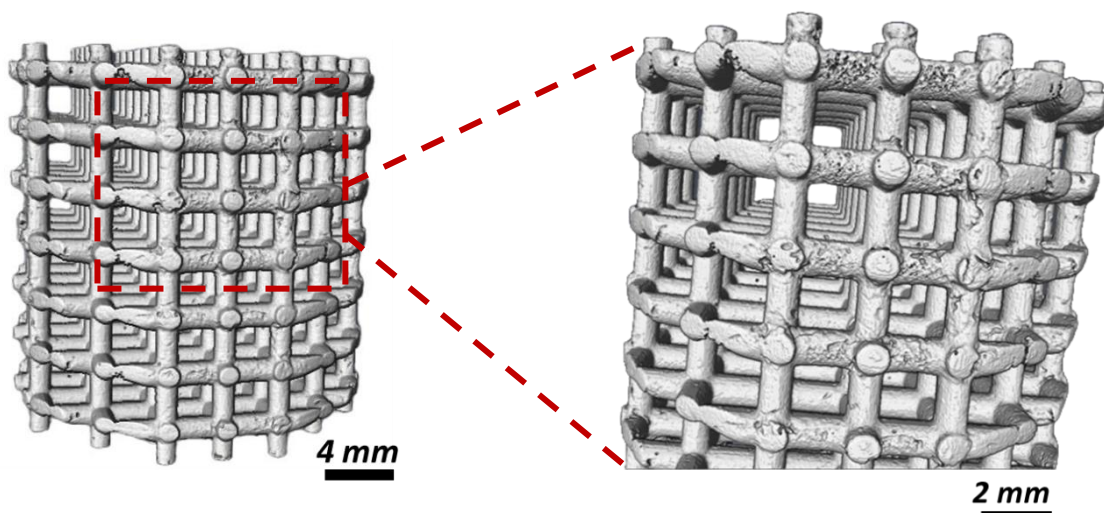


Figure 3.16 : Reconstruction 3D de la structure Al2p1.

La seconde caractéristique observée concerne la présence de porosités internes réparties de manière aléatoire dans le volume du matériau (figure 3.17). Ce phénomène est souvent retrouvé dans les pièces issues de fonderies)^{193,216}. Dans le cas présent, les plus grosses porosités mesurent jusqu'à 500 μm environ et les mesures de densité par double pesée révèlent une porosité globale comprise entre 2 et 3 %. Ces porosités peuvent résulter de l'emprisonnement de gaz lors de la coulée et/ou de la contraction du métal au cours du refroidissement qui crée des retassures.

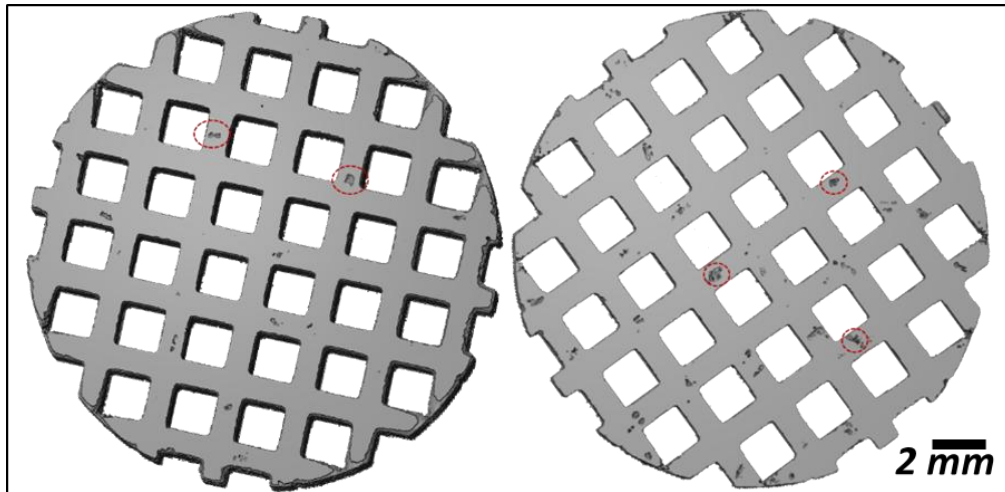


Figure 3.17 : Coupe 2D de la structure interne de Al2p1 révélant des microporosités.

Ces observations ont été faites sur deux cas typiques (structures à poutres fines et à poutres épaisses, figure 3.18), et les rugosité et porosités sont similaires, indiquant qu'elles sont liées au procédé de fabrication plus qu'à la géométrie.

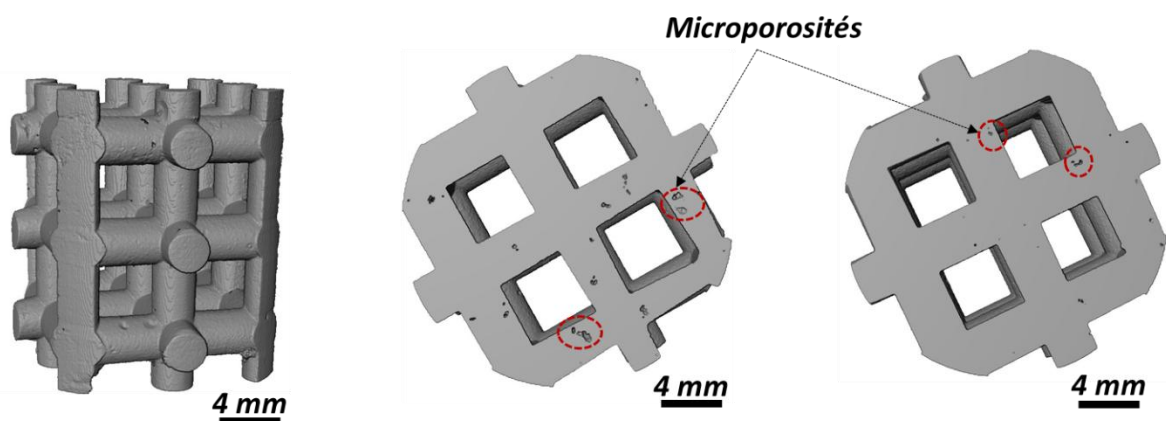


Figure 3.18 : Reconstruction 3D de Al4p3 montrant sa structure interne.

Ces types d'irrégularités morphologiques ne sont pas spécifiques au procédé utilisé ici. Il est en effet bien établi qu'en fabrication additive, les pièces produites présentent fréquemment

une certaine rugosité de surface, ainsi que des porosités internes plus ou moins dispersées²¹⁷. La fraction de porosités étant faible par rapport au volume total, elles ne devraient pas significativement compromettre les propriétés mécaniques des structures, hormis possiblement pour les structures Al2p1, pour lesquelles le faible diamètre des poutres rend la présence de porosités plus critique.

III. Mise en forme des composites

Le procédé de fabrication des composites co-continus UHMWPE/Aluminium repose sur plusieurs étapes visant à assurer un remplissage homogène et compact de la phase polymère dans l'architecture métallique et le frittage du polymère. Inspirées du procédé de frittage des poudres native d'UHMWPE³², nous avons fait le choix de le décomposer en trois étapes afin de comprendre les mécanismes microscopiques qui entrent en jeu à chaque étape.

La première, appelée densification, consiste à remplir et compacter la poudre de polymère au sein du réseau métallique à une température inférieure à la température de fusion du polymère. La seconde étape repose sur un chauffage rapide par induction, méthode choisie pour sa capacité à fournir une montée en température extrêmement rapide et sans contact. Cette technique est adaptée au comportement singulier des poudres natives d'UHMWPE qui, à la première fusion, subit un retour à l'équilibre rapide (« explosion à la fusion »)^{19–21,218} facilitant la diffusion et l'enchevêtrement des chaînes au travers des interfaces entre les grains. Ce phénomène constitue le cœur du mécanisme de frittage de l'UHMWPE dans les temps courts, puisqu'il permet la consolidation de la phase polymère du matériau par la création d'un réseau cohésif entre les particules initiales. Enfin vient le refroidissement pendant lequel a lieu la cristallisation et la co-cristallisation⁷¹ aux interfaces entre les grains de polymères renforçant la cohésion finale du matériau.

Les sections suivantes détaillent ces étapes en décrivant les dispositifs développés ainsi que les conditions expérimentales choisies et leur influence sur la microstructure finale du composite.

1. Densification

a. Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental de densification est illustré par la figure 3.19.

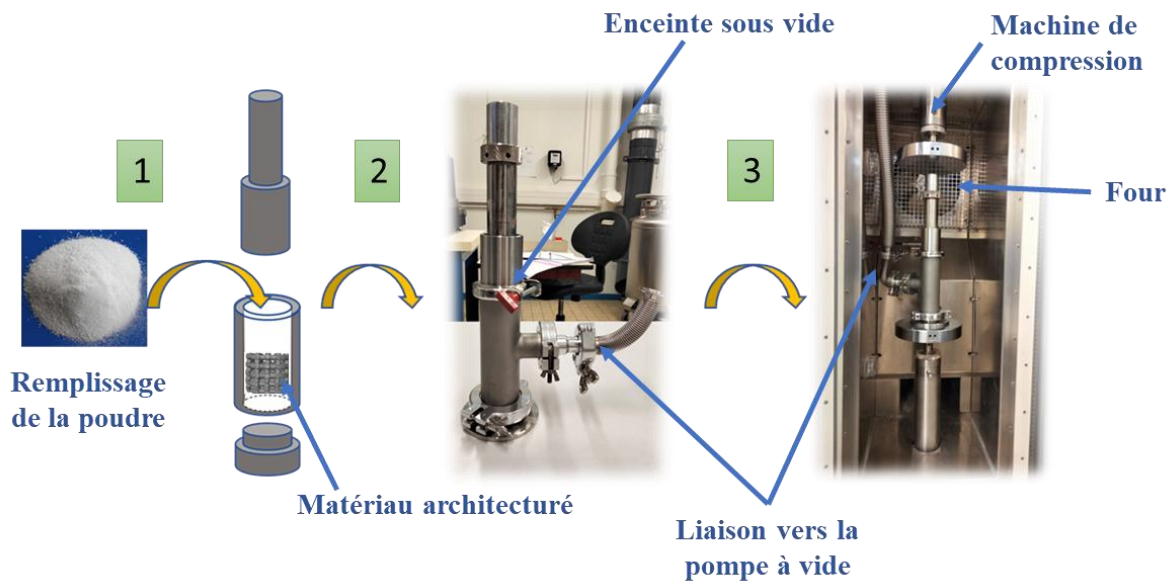


Figure 3.19 : Dispositif expérimental de densification.

Tous les matériaux densifiés dans ces travaux ont été obtenus à l'aide d'une machine de traction/compression (INSTRON 5966) équipée d'un four (SERVATHIN) et d'une cellule de force de capacité maximale 10 kN. Initialement, les matériaux de départ (poudres de UHMWPE + matériau architecturé) sont mis dans un moule (26 mm de diamètre et 70 mm de hauteur), puis l'ensemble est introduit dans une enceinte sous vide, munie d'un joint dynamique permettant de maintenir le vide pendant les cycles de charges et décharges. Le système est alors soumis à un cycle spécifique de pression et de température dans le but d'obtenir un matériau complètement densifié. Le polymère est mis largement en surplus pour faciliter sa densification.

b. Densification d'échantillons d'UHMWPE seul

Dans un premier temps, les conditions de densification de l'UHMWPE ont été optimisées sur la base d'un protocole décrit dans la littérature par Deplancke et al³². Dans notre cas la température de densification a été augmentée (100 °C par rapport à 80 °C dans la littérature) et la contrainte abaissée (17 MPA par rapport à 80 MPa dans la littérature) de manière à minimiser les dommages éventuels sur la structure métallique. Les paramètres optimisés pour la densification sont les suivants :

- Une mise sous vide initiale de 40 min.
- Une température de densification de 100 °C. Cette température correspond au maximum, avant la fusion des poudres. Ceci permet de ne pas modifier la microstructure particulière de la poudre native pendant la densification.

- Une vitesse de chargement (montée en pression) de $\sim 1 \text{ MPa/min}$.
- Un temps de maintien de la pression de 1 h.
- Un refroidissement à l'air libre sous 17 MPa.

Ces conditions permettent d'obtenir des échantillons (jusqu'à 25 mm de hauteur) 100 % denses ($\rho_{theorique}=0.93 \text{ g/cm}^3$, calculé à partir du taux de cristallinité obtenu par DSC). De plus il a été vérifié par DSC que la structure cristalline de la poudre native n'est pas modifiée par cette première étape du processus de frittage.

c. Densification des composites

Le point de départ de la densification des composites co-continus UHMWPE/Aluminium est donc le cycle précédemment optimisé pour les échantillons d'UHMWPE seul. Pour cette étape de préparation, un lit de poudre d'UHMWPE est d'abord introduit dans le moule, suivi du matériau architecturé métallique qui est ensuite recouvert de poudre. Cette disposition garantit, après densification, un remplissage aussi complet que possible de l'architecture métallique.

Afin de vérifier la résistance des architectures métalliques sous 17 MPa (paramètre maximal optimisé sans prise en compte de la charge supportée par la partie polymère), des essais de compression ont été réalisés sur les architectures métalliques seules (figure 3.20).

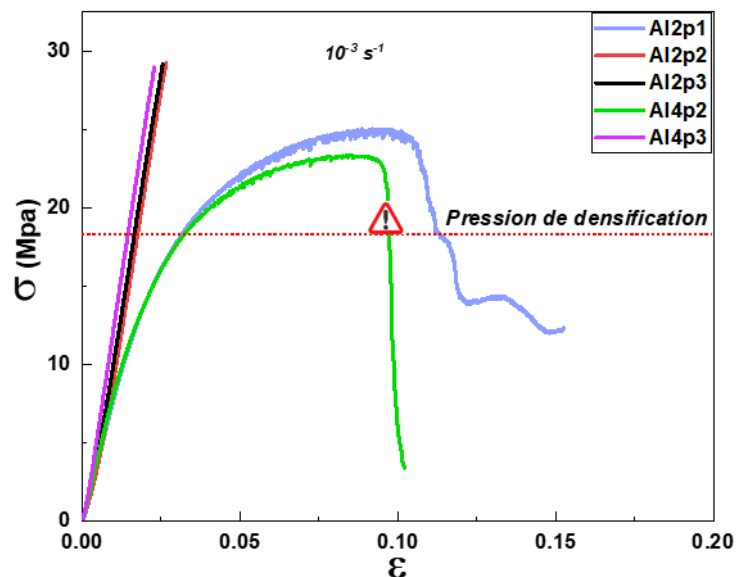


Figure 3.20 : Essais de compression réalisés sur les matériaux architecturés seuls.

Les courbes obtenues montrent que les structures testées résistent à cette contrainte (17 MPa) sans rupture. Toutefois, dans le cas particulier des architectures Al2p1 (c'est-à-dire

structure en Aluminium de 2 mm de taille interne de cellule et 1 mm de diamètre de poutre) et Al4p2, les courbes suggèrent une déformation plastique, voire un endommagement. Cette observation implique qu'un contrôle post-densification par tomographie sera nécessaire pour s'assurer de l'intégrité de ces structures et évaluer, le cas échéant, les éventuels dommages induits par la densification. À noter que, suite à ces résultats, quelques essais de densification sous contrainte plus faible (10 MPa) ont été réalisés, mais cela n'a pas donné de résultats satisfaisants. Donc, la pression de 17 MPa a été conservée pour la densification.

La densification débute par une mise sous vide initiale. Elle se fait avant toute application de pression ou de chaleur afin d'éliminer l'air présent dans le moule et d'éviter la formation de bulles d'air dans les poudres. La durée de mise sous vide a été testée sur une plage allant de 40 minutes à 17 heures, sans qu'aucune différence significative de densité ne soit observée pour l'ensemble des échantillons. Donc, un temps de mise sous vide de 40 min a été choisi.

La seconde étape consiste à chauffer l'ensemble du dispositif jusqu'à atteindre la température idéale de densification. Elle a été maintenue à 100 °C comme précédemment afin de préserver la microstructure particulière des poudres natives.

Ensuite, une montée en pression est effectuée jusqu'à 17 MPa, selon une vitesse de chargement contrôlée, suivie d'un temps de maintien sous pression. Ces deux paramètres ont été particulièrement étudiés, car ils peuvent influencer le remplissage ainsi que la répartition progressive des poudres au sein des matériaux architecturés. Pour faciliter l'analyse comparative, les échantillons étudiés sont désignés selon la nomenclature présentée dans le tableau 3.1. La mention « Co » est ajoutée afin d'indiquer qu'il s'agit du composite. Par exemple, CoAl2p1 désigne le composite constitué de la structure Al2p1 et du polymère.

L'effet de la vitesse de chargement a été évalué en la faisant varier de $\sim 0.1 \text{ MPa/min}$ à $\sim 1 \text{ MPa/min}$, avec un temps de maintien constant de 1 h (figure 3.21a). Les mesures de masse volumique de la partie Polymère n'ont montré aucune différence significative dans la plage de vitesses testées, conduisant au choix de $\sim 1 \text{ MPa/min}$ pour la suite des essais. Une tendance générale se dégage par ailleurs (figure 3.21 b) : les composites à cellules de 4 mm d'arête interne présentent des masses volumiques plus élevées que ceux à cellules de 2 mm. Cela peut s'expliquer par un espace disponible plus grand dans les cellules, facilitant la répartition et le réarrangement de la poudre sous l'effet de la pression. À l'inverse, les structures plus confinées (2 mm) limitent la mobilité des particules, augmentant ainsi la présence de porosité piégée.

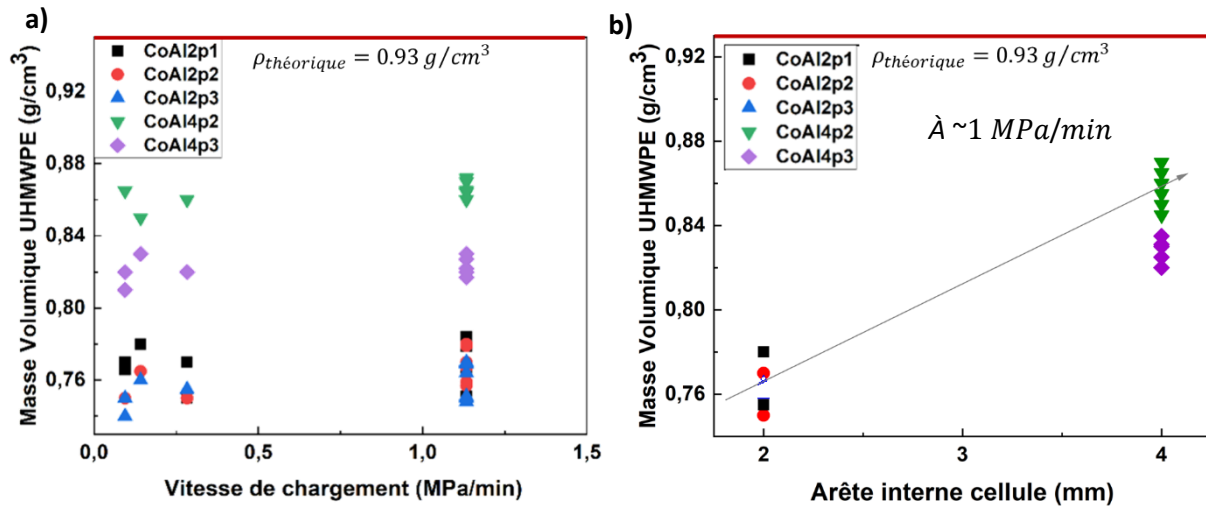


Figure 3.21 : a) Influence de la vitesse de chargement, b) Effet de la taille de la cellule.

L'influence du temps de maintien sous pression a ensuite été étudiée en le faisant varier entre 1 heure et 3 heures, avec une vitesse de chargement fixée à $\sim 1 \text{ MPa/min}$ (figure 3.22). Aucun écart notable de masse volumique (de la partie polymère) n'a été observé entre ces différentes durées, confirmant que la densification du polymère est largement atteinte dès la première heure, qui est le temps de maintien retenu pour la suite. Les tendances précédemment observées sont confirmées : les composites à cellules de 4 mm atteignent une masse volumique plus élevée que ceux à cellules de 2 mm, quelles que soient les conditions de maintien de la contrainte.

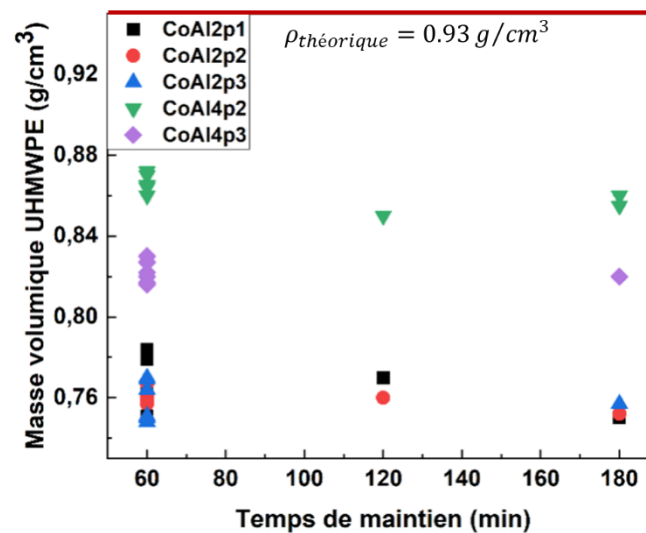


Figure 3.22 : Influence du temps de maintien de la pression.

Les masses volumiques obtenues pour la partie UHMWPE varient de $0,75 \text{ g/cm}^3$ (CoAl2p3) à $0,87 \text{ g/cm}^3$ (CoAl4p2). Comparées à la masse volumique théorique de l'UHMWPE

($\rho_{theorique}=0.93g/cm^3$), ces valeurs correspondent à des taux de porosité compris entre 6 % et 19 %. De plus, la DSC confirme que, dans ces conditions optimisées, notamment après 1 h 15 min (incluant la phase de montée en pression de 15 min suivie d'un maintien sous pression pendant 1 h) à 100 °C, le polymère n'a pas fondu puisque le taux de cristallinité est identique à celui de la poudre native (figure 3.23).

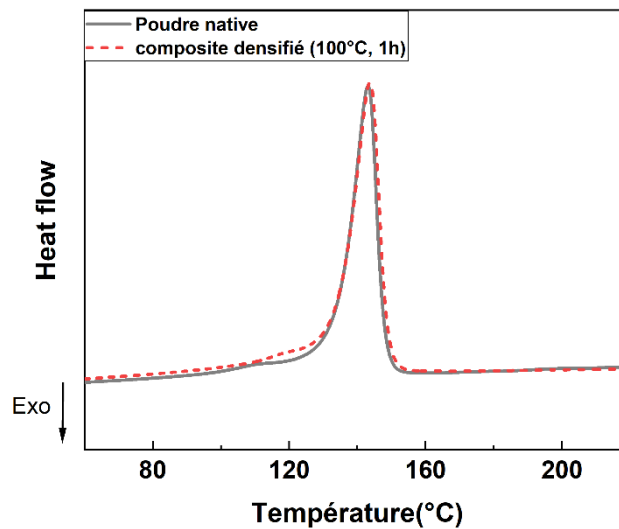


Figure 3.23 : Comparaison du pic de fusion entre la poudre native et la poudre densifiée dans le composite.

En conclusion, les conditions optimales de densification des composites UHMWPE/Aluminium sont résumées dans le schéma de la figure 3.24.

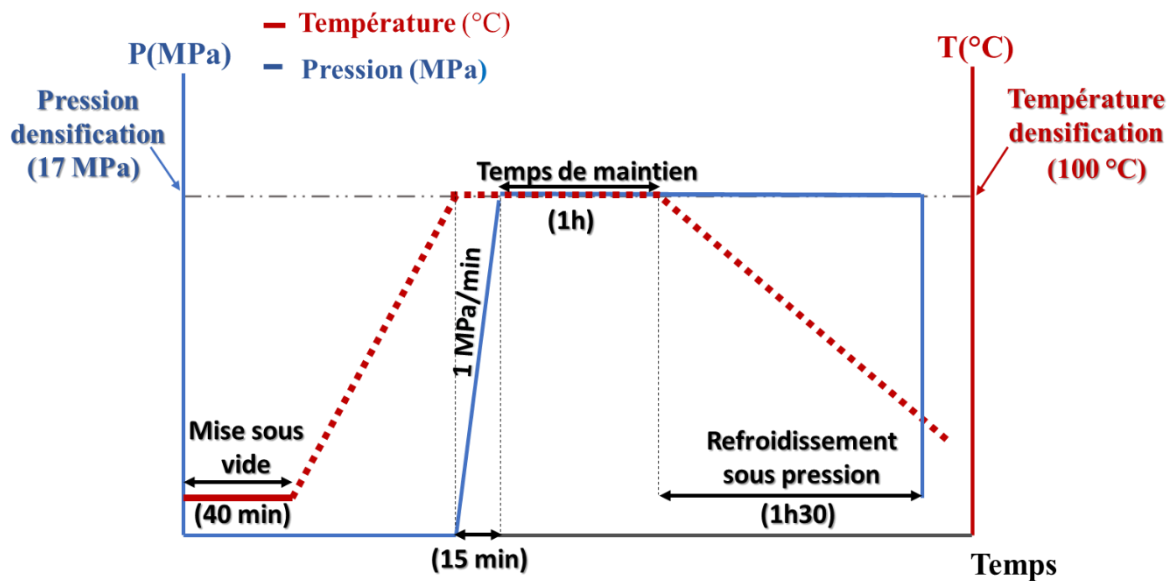


Figure 3.24 : Graphique représentant les conditions de densification.

À l'issue de l'étape de densification, une analyse par tomographie RX a été réalisée afin d'évaluer les éventuelles modifications structurales des architectures métalliques au sein du composite. Comme attendu (cf. figure 3.25), les architectures CoAl2p2, CoAl2p3 et CoAl4p3 ne présentent aucun signe notable de déformation (figure 3.25), confirmant leur bonne résistance aux conditions de densification.

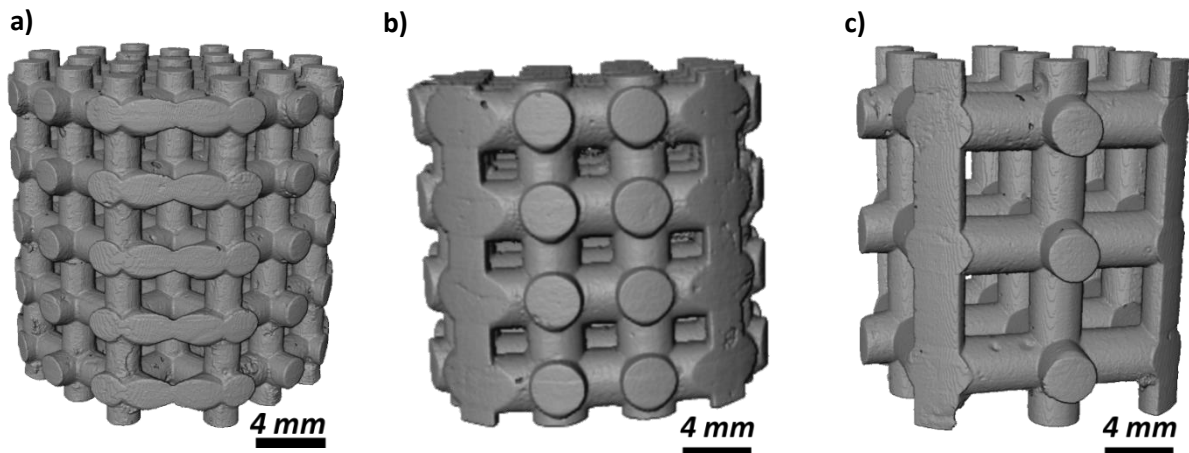


Figure 3.25 : Reconstruction 3D post-densification des composites ; a) CoAl2p2, b) CoAl2p3 et c) CoAl4p3.

Pour les architectures dont le comportement s'écarte de la linéarité (cf figure 3.20, CoAl2p1 et CoAl4p2), les observations diffèrent l'une de l'autre. L'architecture CoAl4p2 ne présente aucune déformation après densification (figure 3.26), ce qui pourrait s'expliquer par la présence du polymère, qui empêche la structure métallique de se déformer plastiquement ou de s'endommager sous cette contrainte de 17 MPa.

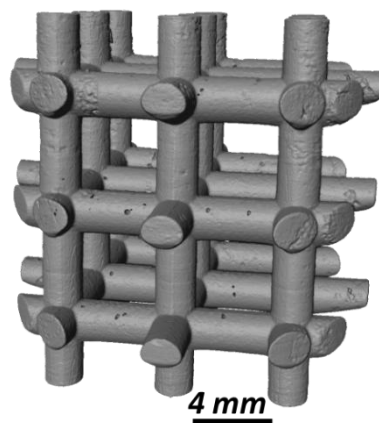


Figure 3.26 : Reconstruction 3D post-densification du composite CoAl4p2.

En revanche, l'architecture CoAl2p1, caractérisée par des poutres particulièrement fines, présente des fractures ponctuelles au niveau de certains nœuds de surface, traduisant une fragilité dans ces zones (figure 3.27). Malgré ces défauts, la structure interne globale reste préservée, suggérant que l'intégrité mécanique globale du composite n'est pas significativement compromise.

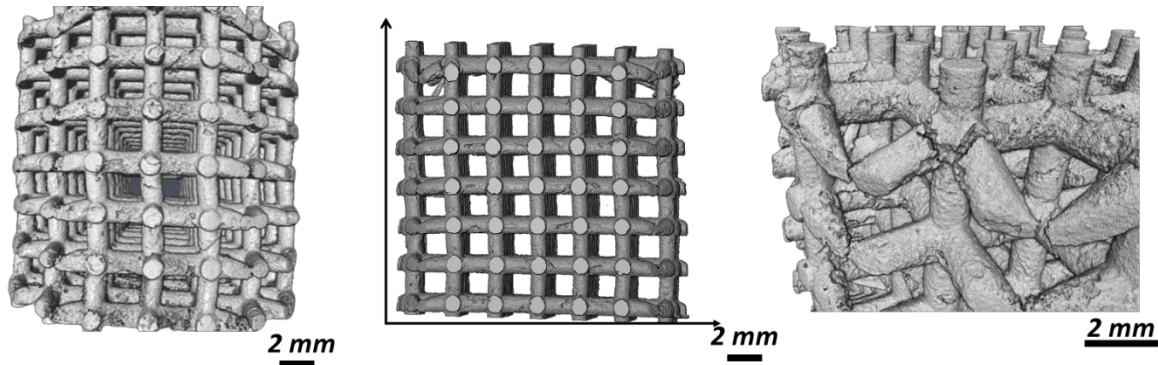


Figure 3.27 : Reconstruction 3D post-densification du composite CoAl2p1 montrant des fractures sur la surface extérieure et le flambement des poutres.

En résumé, sur les cinq composites étudiés, quatre (CoAl2p2, CoAl2p3, CoAl4p2 et CoAl4p3) ont conservé leur géométrie initiale sans déformation notable. Seule l'architecture CoAl2p1 présente des ruptures de certaines poutres, localisées en périphérie, sans déstructuration majeure de l'architecture. Ces dégradations étant limitées à la zone externe, le comportement mécanique global du composite ne devrait pas en être significativement affecté.

2. Chauffe par induction

La chauffe par induction est utilisée ici comme méthode de fusion rapide de l'UHMWPE. Le principe repose sur l'utilisation de l'architecture métallique comme vecteur de chauffe. Soumise à un champ électromagnétique, cette structure métallique chauffe rapidement grâce à l'induction. La chaleur ainsi générée est ensuite transmise par conduction à la phase polymère environnante. Ce transfert thermique permettra d'atteindre localement la température de fusion du polymère en un temps très court ($\sim \text{min}$). L'explosion à la fusion favorisera alors la diffusion des chaînes polymère au travers des interfaces et la formation d'enchevêtrements, essentiels pour assurer le frittage l'UHMWPE.

Ce mode de chauffe présente plusieurs avantages, notamment il permet un chauffage rapide et sans contact direct. Cependant, le comportement thermique du composite lors de la chauffe dépend de plusieurs facteurs : les paramètres d'induction (fréquence, puissance, durée), la géométrie du réseau métallique (épaisseur des poutres, taille interne des cellules),

et les propriétés thermiques des deux matériaux. Une compréhension fine de ces éléments est essentielle pour maîtriser le processus.

La suite de cette section est organisée en trois parties. La première détaille les principes physiques du chauffage par induction. La deuxième décrit le dispositif expérimental développé pour chauffer les composites. Enfin, la dernière partie présente et analyse les résultats obtenus, en mettant en évidence l'influence des paramètres d'induction sur la distribution de la température dans le composite.

a. Principes physiques du chauffage par induction

Le chauffage par induction repose sur l'interaction entre un champ électromagnétique alternatif et une pièce métallique conductrice. Lorsqu'une telle pièce est placée dans une bobine parcourue par un courant alternatif, les variations rapides du flux magnétique génèrent des courants de Foucault à l'intérieur du métal. Ces courants électriques, induits localement, circulent en boucle fermée dans la masse conductrice. En raison de la résistivité électrique du matériau, le passage de ces courants entraîne une dissipation d'énergie sous forme de chaleur par effet Joule (figure 3.28). Ainsi, sans contact physique, la température de la pièce métallique augmente rapidement. Plus le métal est résistif, plus l'échauffement par courants de Foucault est efficace.

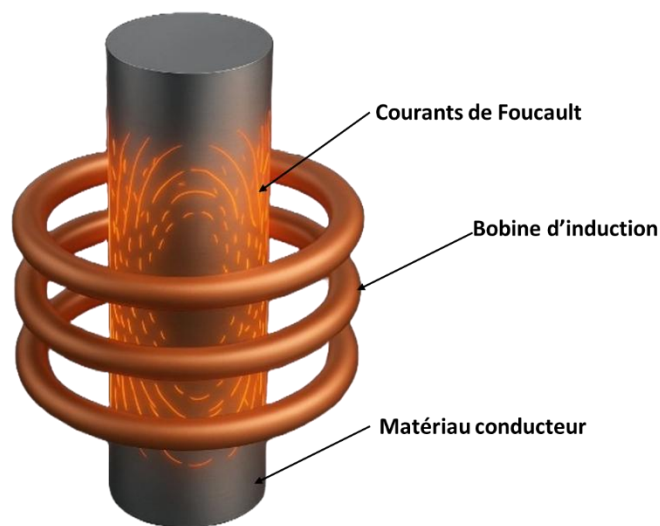


Figure 3.28 : Schéma de principe du chauffage par induction.

Cependant, cette génération de chaleur n'est pas uniforme dans toute la masse conductrice. La profondeur de pénétration du champ électromagnétique est limitée, ce qui restreint la zone réellement chauffée par induction à une fine couche périphérique (la peau). Le reste du matériau sera chauffé par conduction au sein de la pièce. L'épaisseur de peau, notée δ ,

dépend des propriétés du matériau et de la fréquence du champ appliquée et s'exprime par la relation ^{219,220} :

$$\delta = \sqrt{\frac{\rho_e}{\pi \cdot \mu_0 \cdot \mu_r \cdot f}} \quad (E1)$$

Où ρ_e est la résistivité électrique du métal, μ_r sa perméabilité magnétique, μ_0 la perméabilité du vide et f la fréquence du générateur.

Une fréquence plus élevée entraîne une diminution de δ concentrant davantage les courants à la surface. Ce phénomène devient une limite lorsque l'on cherche à chauffer des pièces épaisses.

Dans un contexte de matériau architecturé, les poutres pourraient également se faire écran les unes aux autres et limiter la pénétration du champ magnétique aux poutres plus proches de l'inducteur. Ceci engendrerait des gradients thermiques dans le composite. Cet effet d'écrantage sera donc vérifié plus tard dans ce travail.

Concernant la puissance dissipée par unité de volume par les courants de Foucault (P_v), elle dépend des paramètres de l'induction et des paramètres du matériau, et est donnée par ^{221,222} :

$$P_v = \frac{\pi^2 \cdot \sigma \cdot B^2 \cdot f^2 \cdot \delta^2}{6} \quad (E2)$$

Avec σ la conductivité électrique du matériau, B le champ magnétique dans le matériau, f la fréquence et δ l'épaisseur de pénétration du champ magnétique.

Cette puissance est localement concentrée à la périphérie des poutres métalliques (« peau ») où les courants circulent. Expérimentalement, le défi consiste donc à ajuster les paramètres de l'inducteur (puissance électrique) à la géométrie de l'architecture métallique, pour garantir une chauffe rapide et contrôlée.

La chaleur produite dans la phase métallique est ensuite transmise au polymère par conduction thermique, suivant la loi de Fourier qui permet de décrire la propagation de la chaleur à l'intérieur de tout corps solide ²²³ :

$$\rho \cdot C_p \cdot \frac{\partial T}{\partial t} = k \cdot \Delta T \quad (E3)$$

Où ρ est la masse volumique, C_p la capacité calorifique massique, T la température et k la conductivité thermique de la partie polymère.

Dans ce contexte, le métal joue le rôle d'un réseau chauffant interne, capable de transmettre la chaleur dans tout le volume du polymère. L'efficacité de cette transmission dépend donc de la compacité du polymère, de l'arête interne des cellules et de la qualité du contact entre les deux phases. L'objectif final est d'atteindre la fusion de la totalité du polymère sans le dégrader.

b. Dispositif expérimental du chauffage par induction

La mise au point du frittage par induction a été découpée en deux parties. Dans un premier temps, l'objectif est de déterminer les paramètres optimaux de chauffe du polymère. Ces paramètres sont importants pour garantir une chauffe efficace du composite, en particulier en tenant compte des différences de conductivité thermique entre les phases métallique et polymère. Une fois ces paramètres identifiés et validés, une deuxième partie de la démarche expérimentale consiste à effectuer le frittage sous pression, c'est-à-dire en appliquant une pression pendant toute la durée du chauffage ainsi que lors du refroidissement. À noter que le refroidissement consiste à éteindre l'inducteur et laisser le système revenir à température ambiante par échange avec l'air ambiant. L'application d'une pression vise à optimiser la densité finale du composite et à éviter la formation d'éventuelles retassures pendant le refroidissement.

Ainsi, un dispositif expérimental a été développé (figure 3.29) au cours de cette étude.

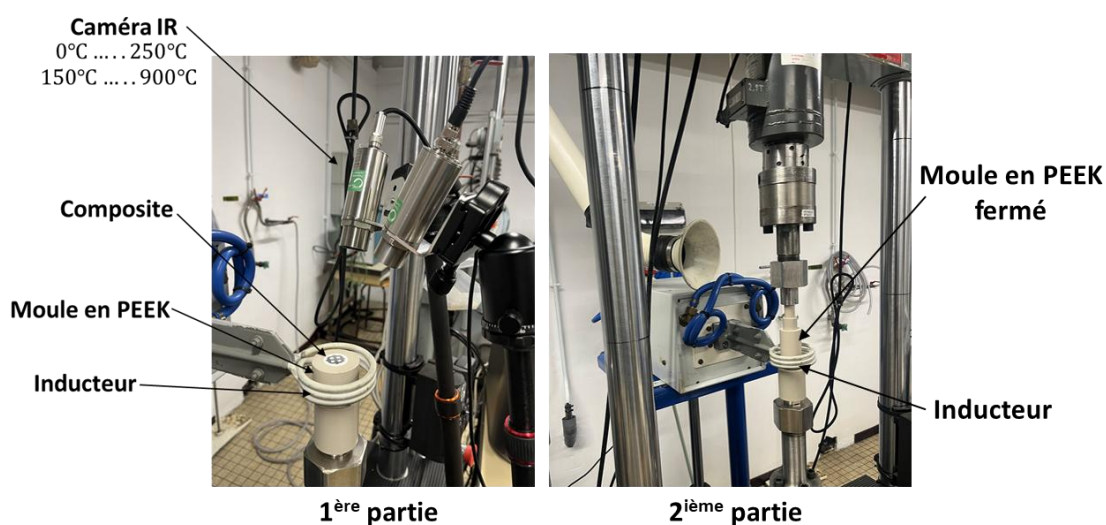


Figure 3.29 : Dispositif expérimental du chauffage par induction ; partie 1 : mise au point par mesure de la température ; partie 2 : frittage sous pression.

Il se compose d'un inducteur hélicoïdal à trois spires, relié à un générateur (de chez Fives Celes) qui fonctionne à une puissance maximale de 12 kW et une fréquence fixe de 155kHz. La bobine de l'inducteur, mesurant 30 mm de hauteur et 70 mm de largeur, assure que l'échantillon soit totalement immergé dans le champ magnétique.

Avant d'entamer le processus de chauffe de la partie 1 de la mise au point, l'excédent de polymère est soigneusement retiré de la surface du composite pour mieux distinguer la phase métallique de la phase polymère. Le composite est ensuite placé au centre de l'inducteur prêt à être chauffé (figure 3.29 1^{re} partie).

Expérimentalement, la température à la surface des composites a été suivie à l'aide de caméras thermiques infrarouges. Deux caméras ont été utilisées : l'une couvrant la plage 0–250 °C et l'autre 150–900 °C, en raison des gammes de mesure fixes des appareils.

Le protocole de chauffe adopté dans ce travail consiste à atteindre 200 °C dans la région du polymère la plus éloignée du métal. La température est enregistrée durant l'ensemble du processus de chauffage, ainsi que durant la phase de refroidissement, sur le métal et le polymère (en surface) afin de permettre une analyse fine du comportement thermique du composite.

Afin d'explorer différentes conditions de frittage, les composites sont chauffés à différents niveaux de puissance. Une fois les conditions optimales établies, la deuxième partie a consisté à réaliser le frittage sous pression (figure 3.29, 2^e partie) dans un moule fermé en PEEK (Polyéthéréthercétone), un matériau non conducteur, transparent au champ magnétique et présentant une bonne résistance thermique et mécanique jusqu'à 300 °C^{224,225}. Après choix des conditions d'Induction basée sur les mesures de température, le frittage se fera sous pression (cf Partie 2 fig.3.29).

c. Résultats et discussions

i. Profils de chauffe des structures métalliques dans les composites

L'efficacité de la chauffe par induction repose directement sur les caractéristiques du champ électromagnétique généré par l'inducteur, mais aussi sur la géométrie de la structure métallique et les propriétés des matériaux. Comme mentionné précédemment, les composites sont chauffés et les températures sont mesurées en surface à la fois sur la partie métallique et sur la partie polymère. Toutefois, dans cette première partie, seule la

température de la phase métallique dans le composite est analysée. Le comportement thermique du polymère sera analysé dans un second temps. Les vitesses de chauffe ont été déterminées à partir des pentes des courbes température-temps, en considérant une montée en température linéaire jusqu'à 200 °C. Les mesures ont été répétées 3 fois.

Influence de la puissance de l'inducteur

Le premier paramètre étudié est la puissance appliquée à l'inducteur. Une série d'expériences a été menée sur plusieurs composites, dont un exemple représentatif, CoAl2p3 (arête interne de la cellule 2 mm et diamètre de poutre de 3 mm), permet d'illustrer les tendances observées (voir figure 3.30 et tableau 3.3). Cet échantillon a été soumis à un chauffage inductif avec des puissances allant de 0,60 kW à 0,96 kW.

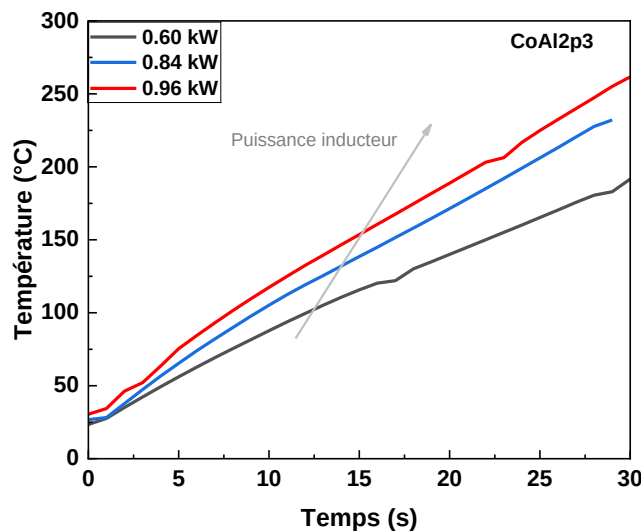


Figure 3.30 : Influence de la puissance de l'inducteur.

Puissance (kW)	0,60	0,84	0,96
Vitesse° C/s (± 1 ° C/s)	5	7	8

Tableau 3.3 : Récapitulatif des vitesses de chauffe du métal dans le composite CoAl2p3.

Comme attendu, on observe une augmentation de la vitesse de chauffe avec la puissance appliquée à l'inducteur. Ce comportement est cohérent avec les principes du chauffage par induction : une puissance électrique plus élevée engendre un champ magnétique plus intense, ce qui induit des courants de Foucault de plus grandes intensités dans la partie métallique²²⁶. L'énergie dissipée par effet Joule étant proportionnelle au carré de l'intensité de ces courants, la puissance générée augmente, accélérant ainsi la montée en température¹⁶⁸.

Effet de peau

Il est important de prendre en compte l'effet de peau qui pourrait influencer l'efficacité du chauffage par induction. Dans le cas présent, l'épaisseur de pénétration du champ a été estimée à environ 300 μm (déterminée à partir de $E1$). Autrement dit, seule une couronne de 300 μm de chaque poutre est chauffée par induction et le cœur de la poutre, quant à lui, est chauffé par conduction thermique. Cela soulève la question de l'homogénéité thermique au sein de la structure. La figure 3.31 présente les mesures effectuées sur la structure CoAl2p3, ainsi qu'un schéma illustrant les points de mesure.

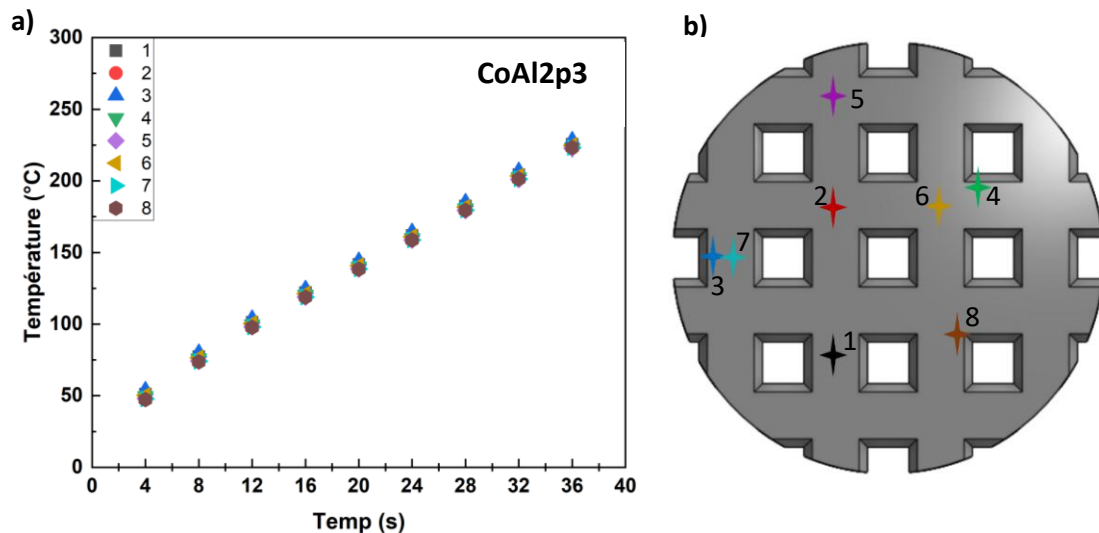


Figure 3.31 : a) Températures mesurées en différents points de la structure métallique CoAl2p3 pendant le chauffage à 0,60 kW ; b) Vue de dessus de la structure métallique montrant les points de mesure.

Les résultats montrent qu'il n'y a pas d'écarts significatifs entre les températures relevées au cœur des poutres et à leurs extrémités pour des mesures avec un pas de temps de 1 s. Cela signifie que, malgré une faible profondeur de pénétration du champ électromagnétique, la conduction thermique dans le métal est suffisamment rapide pour homogénéiser la température dans les poutres, y compris les plus épaisses (3 mm). De plus, aucune différence significative n'a été relevée entre les poutres extérieures (proches de l'inducteur) et les poutres internes au cœur de la (figure 3.31 b), suggérant aucun effet d'écrantage électromagnétique entre les poutres.

Influence de la géométrie de la structure métallique

Le tableau 3.4 résume l'ensemble des vitesses de chauffe pour chacune des structures métalliques dans les composites.

Structure	CoAl2p1	CoAl2p2	CoAl2p3	CoAl4p2	CoAl4p3
Vitesse (°C/s) (± 1 °C/s)	9	5	5	6	5

Tableau 3.4 : Récapitulatif des vitesses de chauffe du métal (puissance inducteur=0.6 kW).

Parmi les paramètres géométriques susceptibles d'influencer la cinétique de chauffe par induction, le diamètre des poutres joue un rôle clé. L'influence du diamètre de la poutre sur la chauffe peut être évaluée en regardant les vitesses de chauffe des composites à poutres fines (CoAl2p1) et ceux à poutres épaisses (CoAl2p3). Les résultats montrent que les poutres les plus fines présentent une vitesse de chauffe plus élevée (9 °C/s) que les poutres les plus épaisses (5 °C/s). Ce comportement peut être expliqué par la répartition des courants de Foucault : dans les poutres fines, la majeure partie du volume est directement traversée par ces courants, ce qui favorise une chauffe rapide. À l'inverse, dans les poutres plus épaisses, une fraction plus importante du volume est chauffée par conduction à partir de la périphérie (« peau »), ce qui ralentit la montée en température globale de la poutre.

Pour mieux comprendre la chauffe des structures métalliques par induction, les résultats expérimentaux ont été confrontés à un modèle théorique simplifié de chauffage par induction. L'équation générale de conservation de l'énergie thermique appliquée à un volume élémentaire et soumis à une dissipation homogène de puissance utile (P_{utile}) est donnée par la relation suivante¹⁶⁸ :

$$P_{utile} = \rho_v \cdot C_p \cdot V_{ol} \cdot \frac{\Delta T}{\Delta t} \quad (E4)$$

Où ρ_v est la masse volumique, C_p la capacité massique calorifique, V_{ol} est le volume considéré, et $\frac{\Delta T}{\Delta t}$ le taux d'élévation de température. En supposant que toute la puissance dissipée P_v est utilisée uniquement pour la chauffe de l'épaisseur δ sans pertes, on obtient une loi dans laquelle la température d'un matériau conducteur soumis à un champ électromagnétique augmente de manière linéaire en fonction du temps. Cette loi est donnée par la relation ci-dessous :

$$T(t) = T_0 + \frac{P_v}{\rho \cdot C_p} \cdot t \quad (E5)$$

Dans ce modèle, le champ magnétique B dans le matériau (contenue dans P_v) constitue le seul paramètre ajustable. Sa valeur a été déterminée à partir de la courbe expérimentale de chauffe d'une structure métallique vide. Cet ajustement conduit à un champ magnétique estimé à 25 mT, utilisé par la suite dans le modèle théorique.

Les confrontations de ce modèle aux résultats expérimentaux obtenus pour des structures métalliques architecturées au sein du composite sont présentées par la figure 3.32.

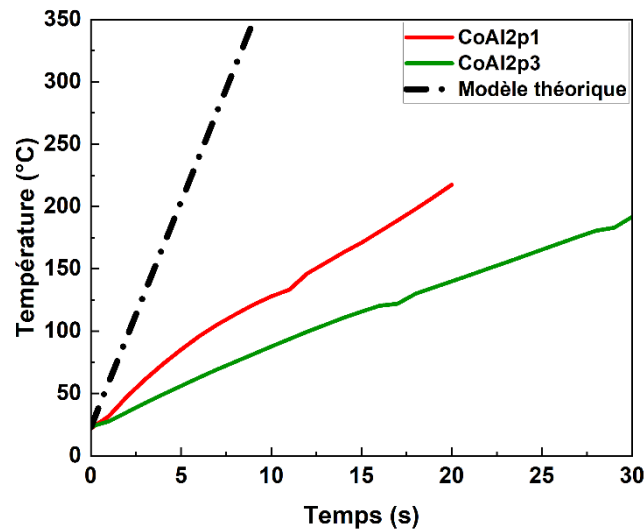


Figure 3.32 : Influence du diamètre de la poutre sur la chauffe du métal : Comparaison avec le modèle théorique.

Les résultats montrent que le modèle surestime la montée en température par rapport aux profils expérimentaux. Cette surestimation est attendue, puisque le modèle ne prend pas en compte les multiples pertes thermiques qui se manifestent dans le système réel. Ces pertes peuvent être des pertes par convection^{40,41} avec l'air ambiant, par rayonnement³⁹, par conduction²²³ métal-métal (gradient d'environ 0,05 °C) et par conduction métal-polymère. Le tableau 3.5 résume l'ensemble des mécanismes de pertes considérés dans un VER de CoAl2p1, les relations utilisées pour leur estimation ainsi que les ordres de grandeur calculés à deux températures caractéristiques du métal (129 °C et 218 °C, correspondant respectivement à $t = 10$ s et $t = 20$ s).

Mécanisme	Relation	Valeur à 129 °C (10 s)	Valeur à 218 °C (20 s)
Convection	$\propto S_{air}(T_m - T_{air})$	0.05 W	0.09 W
Rayonnement	$\propto S_{air}(T_m^4 - T_{air}^4)$	0.03 W	0.08 W
Conduction métal-métal	$\propto S_{m/m}(T_{m(peau)} - T_{m(coeur)})$	0.2 W	0.2 W
Conduction métal-polymère	$\propto S_{m/p}(T_m - T_p)$	1.8 W	2.4 W

Tableau 3.5 : Estimation des pertes dans un VER CoAl2p1.

Avec S_{air} la surface d'échange avec l'air, T_m la température du métal, T_{air} la température de l'air ambiant, $S_{m/m}$ la surface d'échange métal-métal, $S_{m/p}$ la surface d'échange métal-polymère et T_p la température du polymère.

Ces estimations montrent clairement que, si la convection naturelle et le rayonnement restent secondaires aux températures considérées, la conduction métal-polymère constitue le principal mécanisme dissipatif. Ceci explique l'écart observé entre le modèle idéal et les expériences.

ii. Profils de chauffe de la partie polymère dans les composites

Cette partie présente l'évolution de la température enregistrée à la surface des cinq composites architecturés, chauffés par induction. Pour chaque composite, l'analyse porte sur la température de la phase métallique (qui sera notée M) ainsi que celle du polymère en surface, mesurée à deux endroits distincts (zone de mesure de 0,2 mm): au plus proche de la structure métallique (noté S_M) et au centre de la cellule (noté S_C), qui constitue la région la plus éloignée du métal (voir figure 3.33). Les mesures ont été réalisées 3 fois.

Il est important de rappeler que le métal, chauffé par induction, se comporte thermiquement de manière homogène à l'échelle de temps étudiée, et ce dans l'ensemble de la structure. Cela implique que, quelle que soit la cellule considérée (figure 3.33), le comportement en température du polymère reste le même (figure 3.34). Cette hypothèse a été validée expérimentalement, car les courbes de température obtenues pour différentes cellules en surface sont superposables. Par conséquent, pour simplifier la présentation des résultats de chaque composite, on ne montrera que les mesures d'une seule cellule de surface.

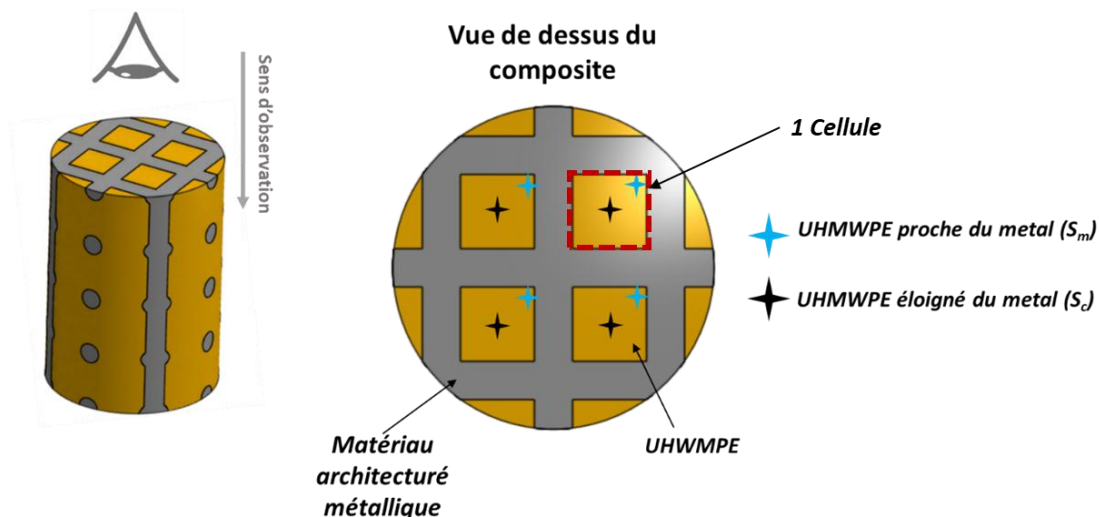


Figure 3.33 : Illustration des positions en surface du polymère le plus proche et le plus éloigné du métal sur la surface d'un composite.

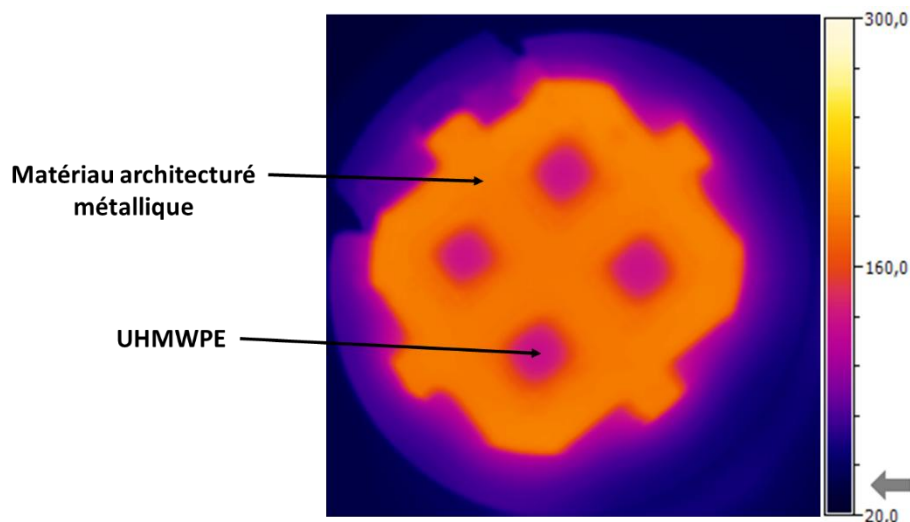


Figure 3.34 : Illustration de la distribution de la température par thermographie IR lors de la chauffe d'un composite (surface du composite CoAl4p3 à 40s de chauffe, montrant 4 cellules élémentaires).

Influence de la géométrie de la structure métallique

Les courbes ci-dessous (figure 3.35) présentent l'évolution des températures mesurées en surface sur le métal et le polymère pour les cinq composites chauffés à une même puissance de l'inducteur. Pour chaque composite, la comparaison entre la vitesse de chauffe du métal et celle en S_c est rappelée sur chacun des graphes.

De manière générale, quel que soit le composite considéré, le polymère en S_M présente un profil de chauffe très proche de celui du métal, traduisant un transfert thermique efficace à cette échelle. En revanche, pour le polymère en S_c (milieu de la cellule soit 1 ou 2 mm de distance avec le métal), on observe un retard dans la montée en température, qui est exacerbé au moment de la fusion (voir Fig. 3.35 pour illustration). Ce décalage plus marqué s'explique par le caractère endothermique de la fusion, qui absorbe une partie de l'énergie thermique disponible.

En considérant les composites à cellule de 2 mm différant uniquement par le diamètre de leurs poutres (Fig. 3.35.a, 3.35.b et 3.35.c), on observe que la vitesse de chauffe en S_c est proche de celle en S_M . Cela indique que, pour cette distance de diffusion, le transfert thermique est suffisamment rapide. En revanche, pour les composites à cellules de 4 mm (figures 3.35.d et 3.35.e), le polymère en S_c présente des vitesses de chauffe inférieure à celle en S_M . Cette différence s'explique par une distance de diffusion plus importante, ce qui augmente le temps nécessaire à la température pour diffuser jusqu'en S_c .

Le tableau 3.6 synthétise l'ensemble des vitesses de chauffe mesurées pour les différents composites.

Composite	$v_M (\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C/s})$	$v_{S_M} (\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C/s})$	$v_{S_C} (\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C/s})$
CoAl2p1	9	9	9
CoAl2p2	5	5	5
CoAl2p3	5	5	5
CoAl4p2	6	6	4
CoAl4p3	5	5	3

Tableau 3.6 : Récapitulatif des vitesses de chauffe des composites ($P_{\text{Inducteur}}=0.6\text{ kW}$)

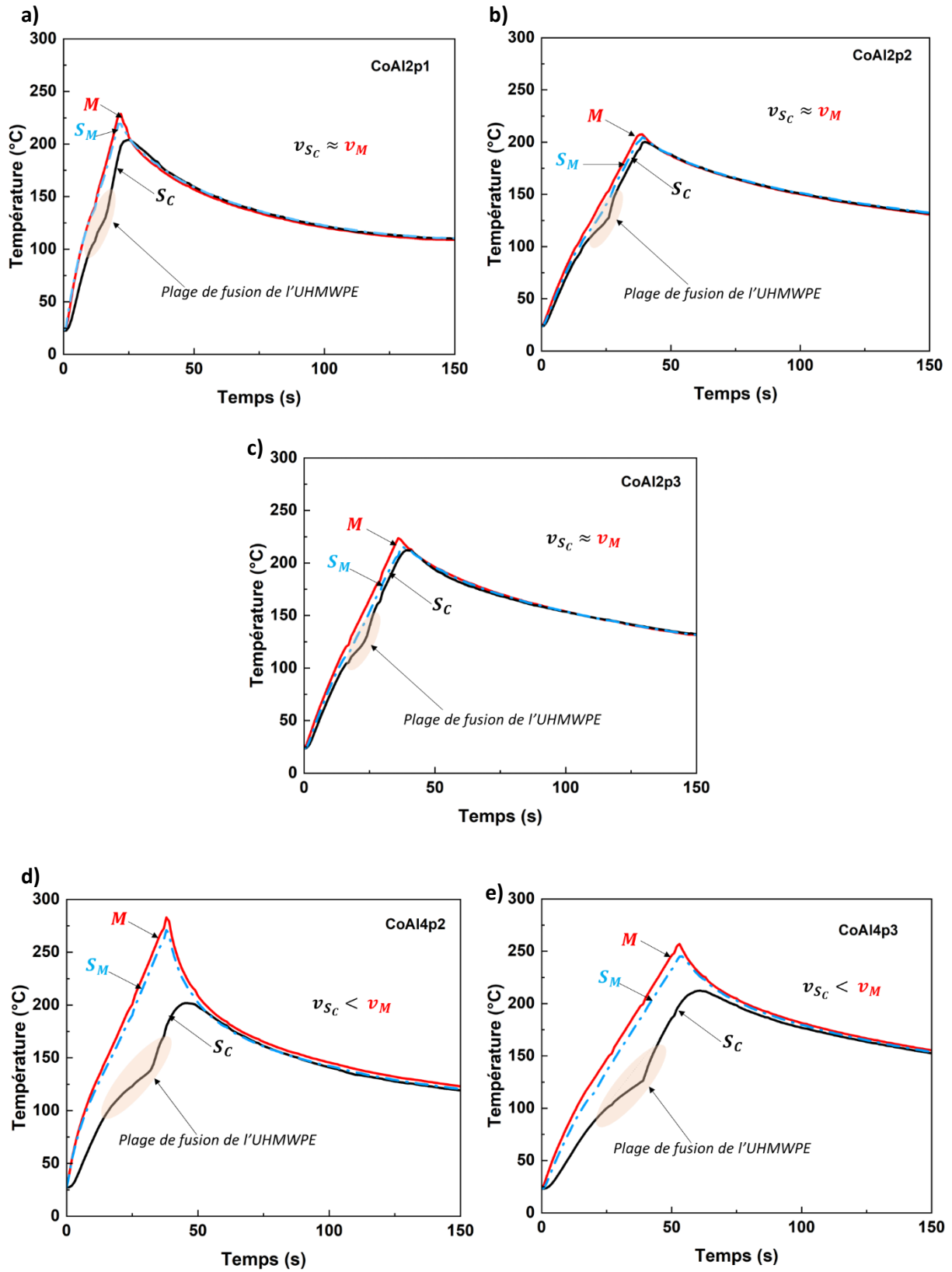


Figure 3.35 : Profils de chauffe des différents composites chauffés à 0,6 kW ; a) CoAl2p1, b) CoAl2p2, c) CoAl2p3, d) CoAl4p2 et e) CoAl4p3.

Les différences de vitesses de chauffages observées entre les différents composites résultent de la différence de vitesses de chauffe du métal, comme vu précédemment.

Il est important de rappeler que toutes les mesures ont été réalisées à la surface des composites, et sont donc, a priori, influencées par les échanges de chaleur avec l'extérieur (convection et rayonnement). Dès lors, on peut se demander dans quelle mesure ces observations sont représentatives de ce qui se passe au cœur du matériau, là où aucune mesure directe de température n'est possible ? Pour répondre à cette question, la simulation numérique s'impose comme un outil pertinent. Elle offre la possibilité d'estimer la distribution de température, de quantifier les gradients thermiques entre les différentes phases dans des zones inaccessibles expérimentalement.

d. Simulation numérique

Afin de compléter les observations expérimentales réalisées à la surface des composites et d'accéder aux températures au cœur du composite, une simulation numérique a été menée à l'aide du module *Transient Thermal* d'ANSYS Workbench. Cette approche permet de simuler, avec une résolution temporelle fine ($\sim 0,1$ s), l'évolution de la température au sein du polymère, en se basant sur le profil de chauffe expérimental enregistré dans la phase métallique lors de la chauffe par induction. Il convient toutefois de rappeler que les mesures expérimentales ont été réalisées en surface des composites, et sont donc susceptibles d'être influencées par des pertes par convection et par rayonnement. La simulation numérique offre ainsi la possibilité d'accéder aux températures au cœur du matériau, qui ne sont pas directement affectées par ces effets de surface.

i. Principe

Ansys est un logiciel de simulation basée sur la méthode des éléments finis²²⁷ : c'est une technique numérique de résolution d'équations différentielles partielles appliquée ici au transfert thermique transitoire. Elle consiste à discrétiser un domaine complexe en un ensemble de sous-domaines plus simples appelés *éléments finis*, reliés entre eux par des *nœuds*^{228,229}. Dans chaque élément, les équations de physique (ici, l'équation de Fourier [E3]) sont résolues localement, puis assemblées à l'échelle du domaine entier grâce à des fonctions d'interpolation (fonctions de forme). L'approche permet de prendre en compte des géométries complexes, des propriétés matériaux non homogènes ou dépendantes de la température, ainsi que des conditions aux limites variées. Dans notre cas, elle est utilisée pour prédire l'évolution de la température dans le composite, à l'échelle locale, en réponse à un profil thermique appliqué sur la phase métallique.

Ansys Workbench intègre cette méthode de manière automatisée : l'utilisateur définit la géométrie, les propriétés des matériaux, les conditions aux limites et le maillage, puis le solveur procède à l'assemblage matriciel et à la résolution numérique à chaque pas de temps^{227,230,231}.

ii. Géométrie, conditions aux limites et hypothèses

La géométrie du composite a été modélisée à l'aide du logiciel *Onshape* puis exportée au format STEP afin d'être importée dans *Ansys Workbench*.

Les conditions aux limites appliquées dans la simulation reproduisent au mieux les conditions expérimentales. Le système est initialisé à température ambiante (20 °C). Le rayonnement thermique est pris en compte en appliquant une émissivité de 1 (émissivité de la peinture noire) à la surface du polymère exposée à l'air. La partie métallique est soumise à un profil de température transitoire mesuré expérimentalement via une caméra infrarouge.

L'objectif est de déterminer les paramètres de transfert thermique (conductance de contact, coefficients de convection, propriétés thermophysiques) qui, à partir de ce profil de chauffe du métal, permettent d'obtenir une courbe simulée de température du polymère (en surface). Les paramètres de fit étant la convection et la conductance de contact.

Un coefficient de convection uniforme a été appliqué sur une seule des faces du composite pour simuler les échanges thermiques avec l'environnement (l'air dans ce cas). Sa valeur a été optimisée numériquement à $1,5 \times 10^{-5} \text{ W} \cdot \text{mm}^{-2} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$ qui est du bon ordre de grandeur de la convection naturelle avec l'air²³².

À l'interface entre le métal et le polymère, une conductance thermique de contact a été introduite pour modéliser les résistances au transfert de chaleur. En l'absence de valeurs spécifiques dans la littérature pour un système aluminium/UHMWPE, sa valeur a été ajustée de manière à faire coïncider les prédictions numériques avec les mesures expérimentales. La valeur optimale retenue est de $3 \times 10^{-3} \text{ W} \cdot \text{mm}^{-2} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$, soit $3000 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$. Cette valeur traduit effectivement une interface Métal/polymère^{233–237} : elle est supérieure de plusieurs ordres de grandeur aux conductances typiques des interfaces polymère/polymère ($100\text{--}1000 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$), mais inférieure à celles obtenues pour des contacts métal/métal polis ($10^4\text{--}10^5 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$). Le système étudié se situe donc dans un régime intermédiaire entre les deux extrêmes pour notre interface métal/polymère.

Enfin les propriétés thermiques du polymère ont été prises en compte en fonction de la température, notamment sa capacité calorifique, qui varie fortement autour de la zone de fusion.

iii. Paramètres matériaux et solveur

Les propriétés thermiques utilisées sont résumées dans le tableau 3.7.

Propriétés	Aluminium	UHMWPE
Conductivité thermique ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	160	0,56
Masse volumique (kg.m^{-3})	2770	930
Capacité calorifique ($\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	960	1900—5000 (fonction de T)

Tableau 3.7 : Résumé des propriétés matériaux utilisées dans la simulation.

La simulation a été effectuée sur une durée totale de 300 secondes, afin de capturer toute la phase de refroidissement, avec un pas de temps de 0,01 s. Ce pas temporel permet de capturer précisément les variations de température rapides dans le polymère.

iv. Résultats de la simulation et validation

Une première approche a consisté à réaliser la simulation sur l'ensemble du composite (figure 3.36.a). Comme l'illustre la figure 3.36.b, l'écart de température en 1, 2 et 3 n'excède pas 1 °C, ce qui peut être considéré comme négligeable dans le cadre de ce travail. Ceci a été vérifié pour les composites CoAl2p3 et CoAl4p3. Ces observations sont en cohérence avec les résultats obtenus précédemment, qui avaient montré que les pertes par convection naturelle et par rayonnement thermique restaient secondaires par rapport aux transferts conductifs vers le polymère.

Compte tenu du temps de calcul élevé (plusieurs heures), un modèle simplifié basé sur une cellule unitaire représentative a été retenu (figure 3.36.c). Nous avons choisi de simuler une cellule dont la face supérieure est en contact avec l'air (en 1), de manière à prendre en compte les échanges surfaciques (convection et rayonnement) et à permettre une comparaison directe avec les mesures expérimentales réalisées à la surface du composite.

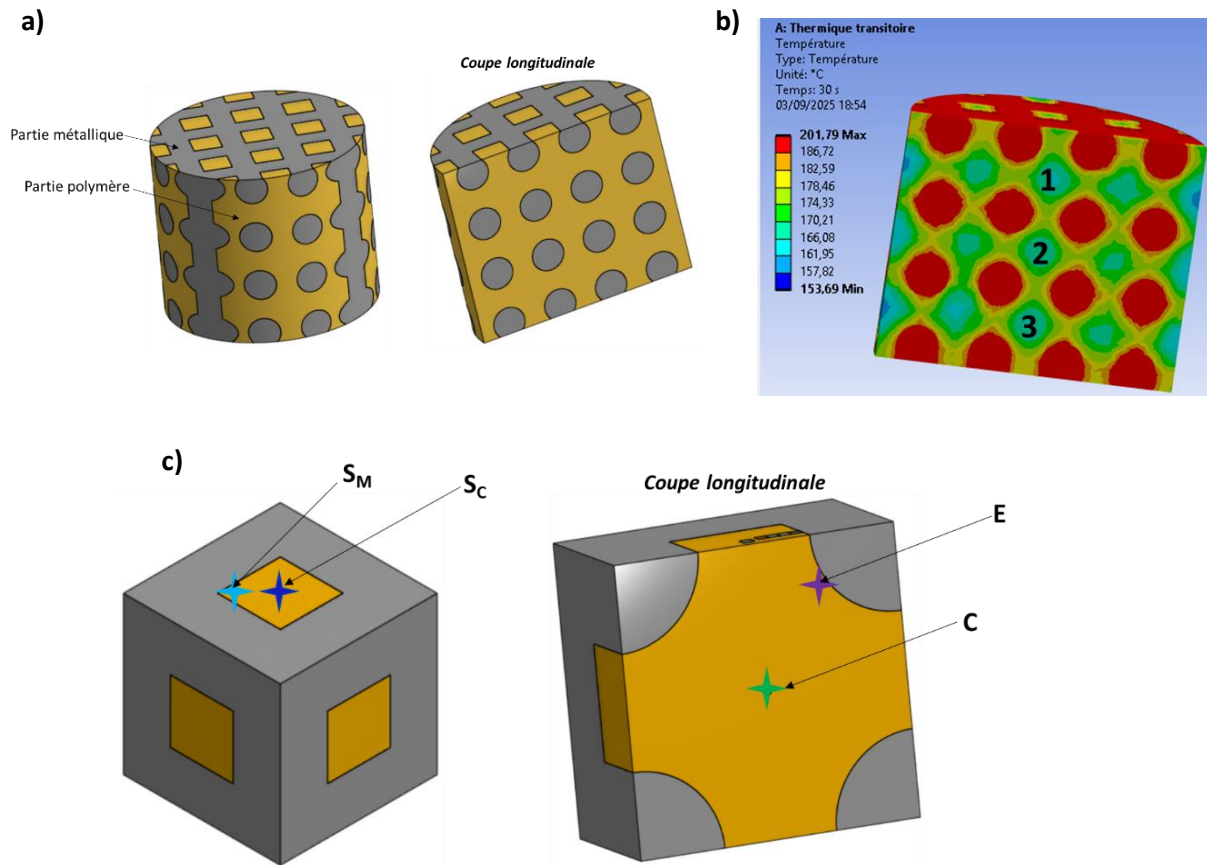


Figure 3.36 : a) CAO du composite CoAl2p3, b) Simulation montrant la distribution interne de la température dans le composite ($t=28s$), c) Modèle représentatif basé sur une cellule élémentaire.

Quatre zones essentielles du polymère nous intéressent : en surface au centre de la cellule (S_C), en surface au plus près du métal (S_M), le cœur de la cellule considérée (C) et celle au contact du métal (E) qui ne sont pas accessibles expérimentalement. Les simulations ont été réalisées pour trois composites représentatifs : CoAl2p1, CoAl2p3 et CoAl4p3 (figure 3.37).

Les résultats confirment que la température simulée en S_C suit fidèlement le profil expérimental enregistré à cette position. À ce résultat s'ajoute le fait que la simulation des températures en S_M et en E reproduit également un profil très proche de celui du métal, comme observé expérimentalement. Dans tous les cas étudiés, le polymère en C présente une température plus élevée que celui en S_C , avec des écarts compris entre 5 et 10 °C selon le composite. Ces écarts sont attribués aux pertes thermiques par convection et par rayonnement sur la surface du polymère.

À la fin de la chauffe, un gradient de température apparaît entre le polymère en E et en C, compris entre 5 et 25 °C selon la géométrie du composite. Dans tous les cas, la température

du polymère reste inférieure à la température de dégradation, estimée à environ 270 °C par ATG.

D'un point de vue frittage, ce qui nous intéresse également c'est le temps passé par le polymère au-dessus de sa température de fusion (pris ici à 150 °C). Ce temps varie ici de 40 s à 2 min environ en fonction du composite. Le tableau 3.8 récapitule l'ensemble des informations tirées de la simulation.

Par ailleurs, pour une même taille de cellule (2 mm), le gradient de température E-C n'est pas identique. Cette différence peut s'expliquer par la surface de contact métal-polymère, qui varie d'une structure à l'autre. Dans le cas du composite CoAl2p1, dont la surface d'échange est faible, le métal doit atteindre une température plus élevée pour atteindre une température au cœur de 200 °C, ce qui se traduit par un gradient métal-polymère plus prononcé.

Composite	Gradient de température E-C (°C)	Durée en E pour $T > 150^{\circ}\text{C}$ (s)	Durée en C pour $T > 150^{\circ}\text{C}$ (s)
CoAl2p1	10	45	40
CoAl2p3	5	85	80
CoAl4p3	25	145	130

Tableau 3.8 : Récapitulatif des informations tirées de la simulation.

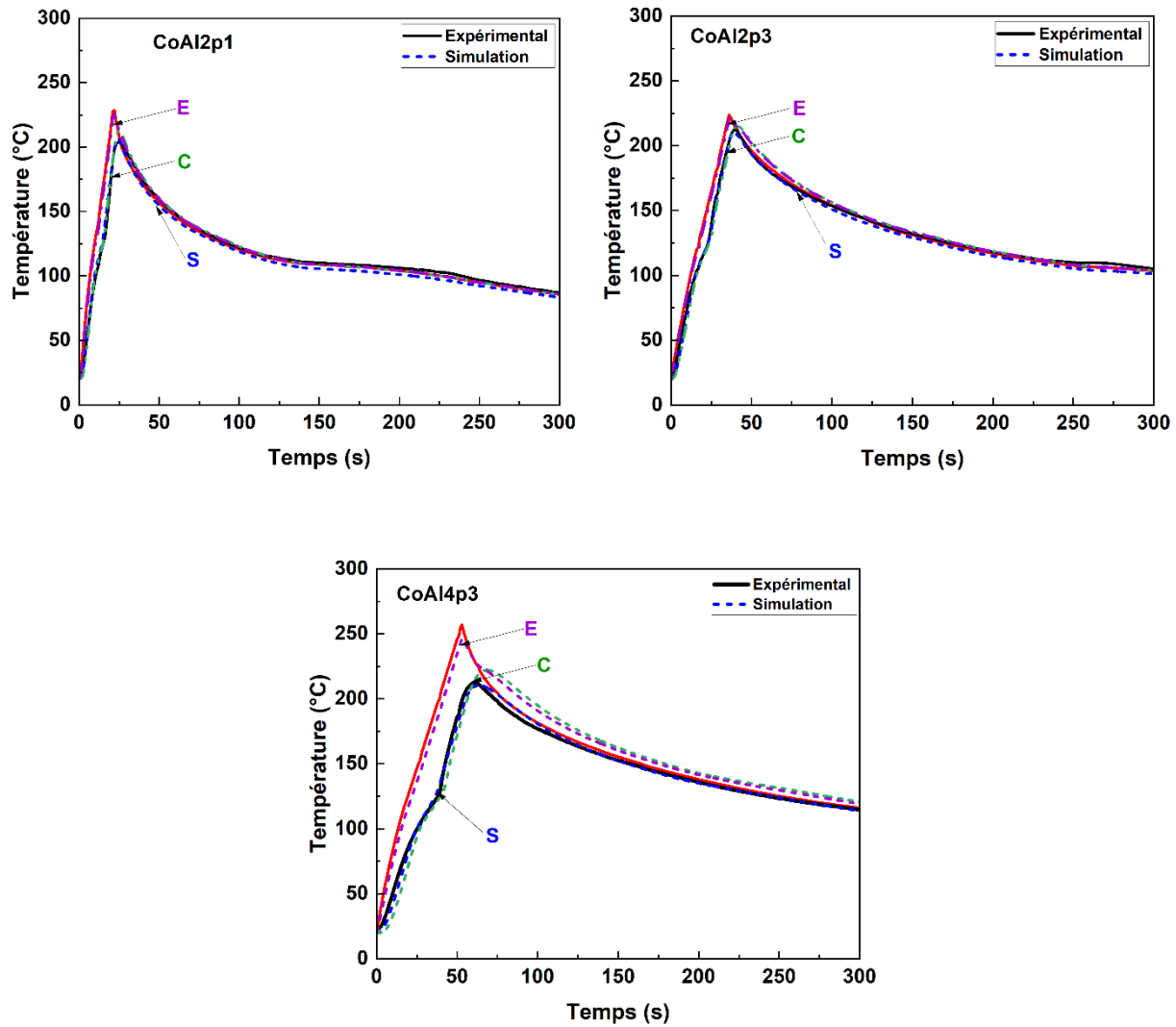


Figure 3.37 : Profils de chauffe simulés des composites ; a) CoAl2p1, b) CoAl2p3 et c) CoAl4p3. Pour chaque zone de mesure (E, C et S) les traits pleins représentent les données expérimentales et les traits pointillés les données numériques.

Afin de mieux comprendre la diffusion de chaleur en fonction de l'espacement entre les éléments métalliques, des composites constitués de deux poutres séparées par une épaisseur variable de polymère (de 4 mm à 2 mm) ont été simulés. Les profils de température en fonction de la distance (figure 3.38) montrent que la chaleur se diffuse depuis les interfaces métal/polymère vers la zone centrale.

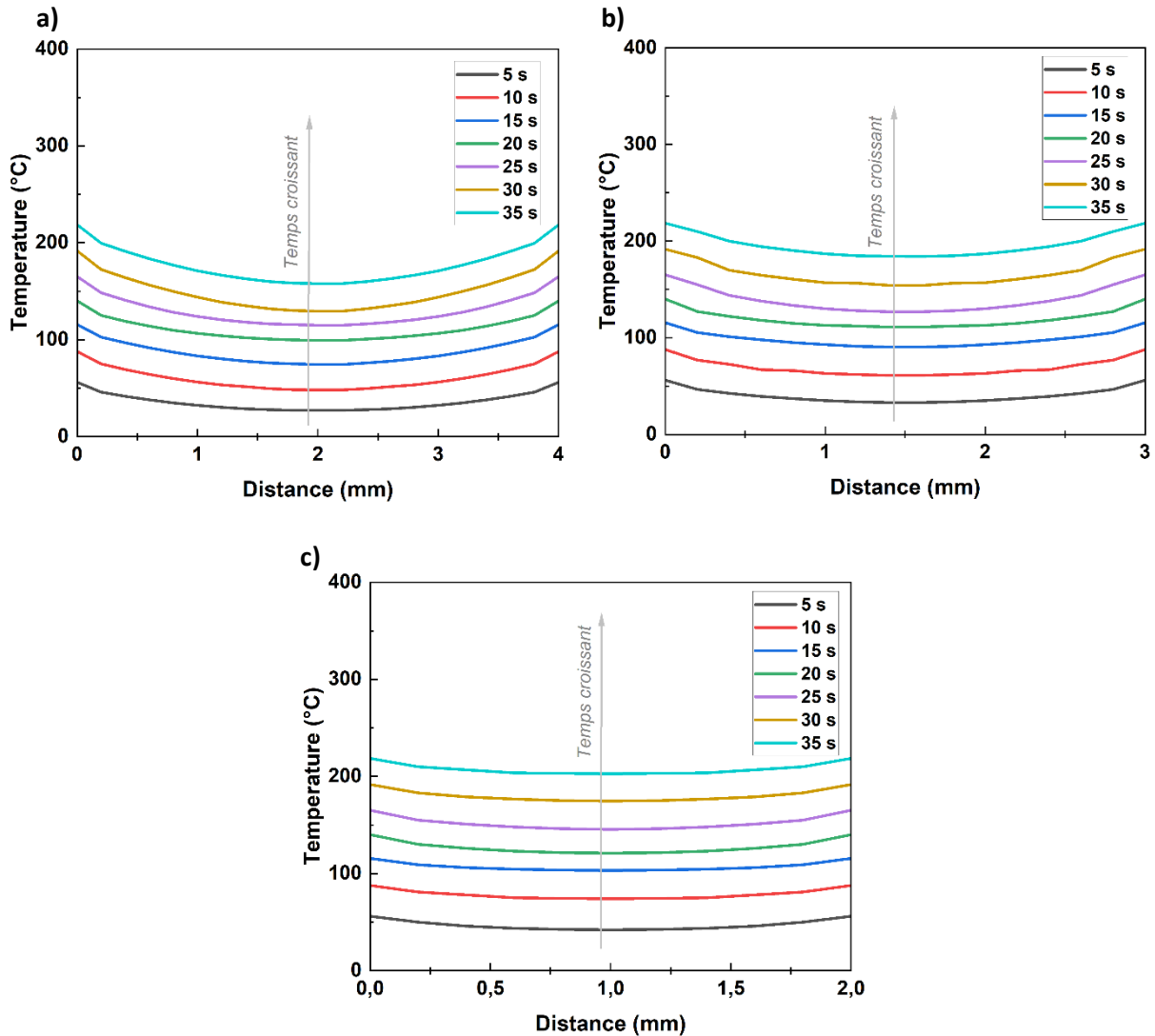


Figure 3.38 : Évolution de la température du polymère au sein du composite en fonction de la distance au métal.

À mesure que la distance entre les poutres diminue (4 mm puis 3 mm, figures 3.38.a et 3.38.b), le profil s'aplanit progressivement : la température au centre du polymère augmente plus rapidement et le gradient devient moins prononcé. Enfin, pour l'espacement le plus faible (2 mm, figure 3.38.c), le polymère atteint une température presque homogène sur toute l'épaisseur séparant les deux parois.

Ces résultats numériques sont en accord avec les observations expérimentales. En effet, pour les composites de type CoAl2P3, caractérisés par des poutres rapprochées, la température mesurée était quasi homogène dans l'ensemble du volume (gradient d'environ 5 °C à 10 s à titre d'exemple). À l'inverse, dans les composites CoAl4P3, où la distance entre les éléments métalliques est plus importante, un gradient thermique plus marqué (de l'ordre de 20 °C à 10 s) a été observé, en cohérence avec les simulations.

3. Protocole final de frittage : Frittage sous pression

L'objectif de cette partie du développement expérimental est d'améliorer la densité finale du composite en appliquant une pression pendant le frittage (chauffe et refroidissement). La définition des conditions expérimentales nécessite donc d'évaluer les vitesses de chauffe du polymère en fonction de la puissance de l'inducteur. La Figure 3.39 présente l'ensemble des vitesses de chauffe mesurées au centre des cellules en surface (S_c).

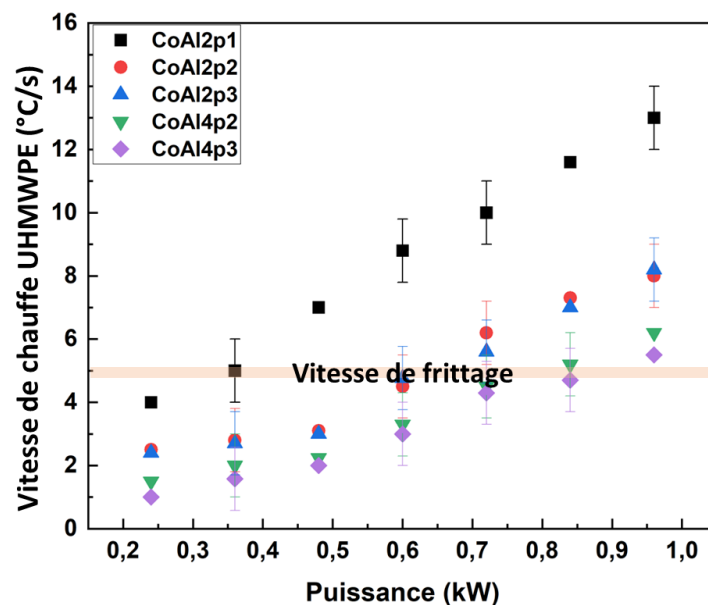


Figure 3.39 : Évolution en fonction de la puissance de l'inducteur des vitesses de chauffe des polymères mesurées au centre des cellules pour chaque composite.

L'évolution observée est cohérente avec celle relevée pour les structures métalliques. Dans la plage étudiée, ces vitesses varient d'environ 1 °C/s à 13 °C/s selon le composite considéré. Pour la suite, nous avons choisi une vitesse de chauffe de 5 °C/s (en ajustant la puissance à chaque géométrie) et une température cible de 200 °C au niveau du polymère au centre de la cellule en surface (S_c). Pour les composites à cellules de 2 mm, la vitesse de chauffe sera homogène sur l'ensemble du polymère, quelle que soit sa position par rapport au métal, comme cela a déjà été montré dans la partie précédente. En revanche, pour les structures à cellules de 4 mm, un gradient de 25 °C subsiste, entre le polymère au contact du métal et celui situé au cœur.

La figure 3.40.a présente le cycle de pression appliqué aux composites.

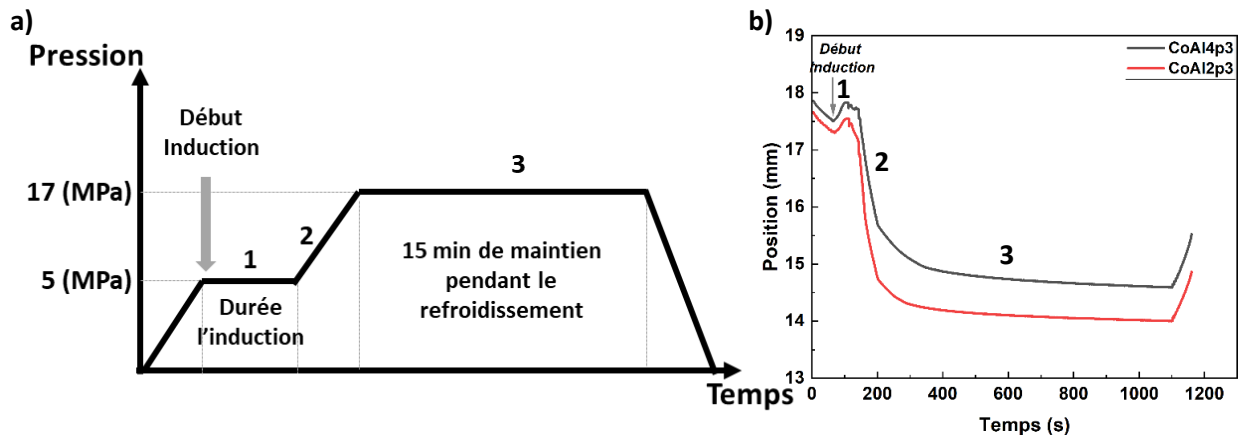


Figure 3.40 : a) Cycle de pression appliqué pendant le frittage, b) Évolution de la position du piston supérieur du moule de frittage en fonction du temps enregistrée lors du frittage sous pression des composites CoAl2p3 et CoAl4p3.

Le cycle de frittage sous pression se décompose en trois étapes principales (fig. 3.40.a).

(1) Phase de chauffe par induction : L'échantillon est mis sous charge jusqu'à une pression de 5 MPa avec une vitesse de 5 MPa/min. Cette valeur de pression est choisie sur la base de travaux antérieurs^{19,71,218}. À partir de cette pression initiale, le chauffage inductif est déclenché (durée < 1 min pour tous les composites). Comme l'illustre la fig.3.40b (zone 1), cette phase se traduit par une légère augmentation de la position du piston, attribuable à la dilatation thermique du composite.

(2) Montée en pression jusqu'à 17 MPa : Une seconde rampe de mise sous charge permet d'atteindre 17 MPa en 1 min, valeur retenue pour la densification. Dans la fig. 3.40.b (zone 2), cette étape correspond à la densification du polymère. Le polymère étant alors à l'état fondu, les porosités en son sein qui étaient encore présentes à l'issue de l'étape de densification sont comblées en partie.

(3) Maintien de la pression (15 min) : Enfin, la pression est maintenue pendant la phase de refroidissement pour éviter les retassures. Cette phase de 15 minutes (zone 3, fig. 3.40.b), offre une marge confortable par rapport aux résultats de simulation : même au cœur de la cellule (position C), le passage sous la température de cristallisation ($\approx 120^\circ\text{C}$) intervient au maximum 4 minutes après l'arrêt du chauffage. Durant ce palier, la position du piston continue de diminuer lentement et régulièrement. Cette diminution peut s'expliquer par d'une part la contraction thermique de l'échantillon lors du refroidissement et d'autre part la cristallisation du polymère.

Une photographie de quelques composites après frittage est présentée sur la figure 3.41. Elle met en évidence une zone translucide caractéristique d'un UHMWPE fritté.

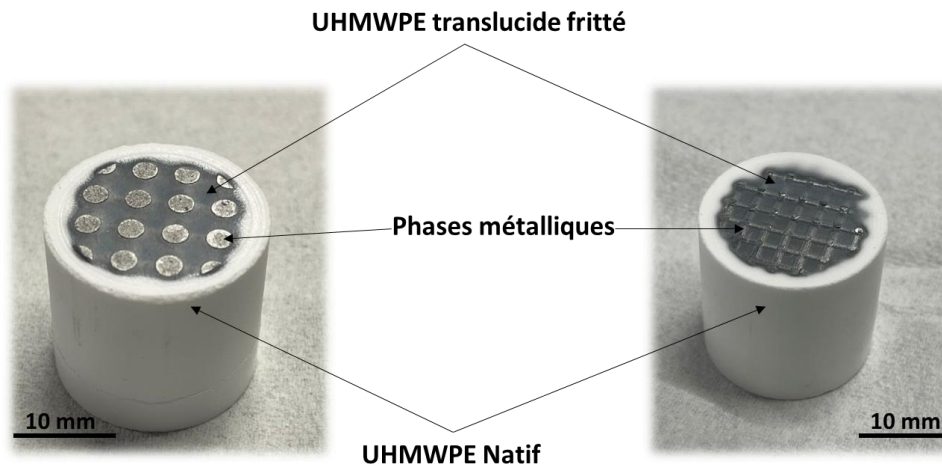


Figure 3.41 : Photographie des composites après frittage

De plus, des analyses DSC sur des composites frittés confirment bien que le polymère a perdu son état natif et qu'il a totalement fondu pendant le cycle de chauffe (figure 3.42).

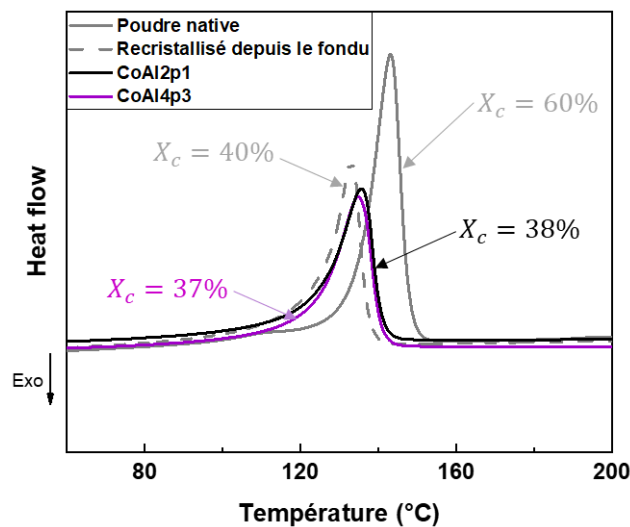


Figure 3.42 : Courbes DSC pour CoAl2p1 et CoAl4p3.

À l'issue de cette étape, la porosité du polymère passe en moyenne d'environ 19 % à 6 % pour les structures à cellule de 2 mm, et d'environ 6 % à 3 % pour celles à cellule de 4 mm, confirmant une amélioration nette de la densité finale des composites.

L'UHMWPE ayant fondu, on peut admettre, sur la base des travaux antérieurs, que l'explosion à la fusion a eu lieu, conduisant à un réenchevêtrement des chaînes et à la consolidation du matériau^{18,19}. De plus, Wang et al.⁷⁴ ont montré que pour des vitesses de chauffe supérieures

à 0,02 °C/s, la diffusion rapide des chaînes moléculaires favorise l'explosion de fusion. Dans nos composites, les vitesses de chauffe mesurées étant bien au-delà de ce seuil, le polymère est soumis à des conditions propices à l'interdiffusion des chaînes et donc à l'amélioration des propriétés mécaniques des composites.

Conclusion du chapitre

Ce chapitre a permis d'explorer de manière approfondie la mise en forme de composites co-continus UHMWPE/Aluminium, en s'appuyant sur une approche croisée entre expérimentations et simulations numériques. L'objectif principal était de développer une méthode reproductible et contrôlée de fabrication de ces composites à architecture métallique, tout en identifiant les leviers d'optimisation des paramètres de frittage pour garantir une bonne consolidation du polymère.

L'élaboration des matériaux architecturés métalliques par fonderie assistée par fabrication additive s'est révélée particulièrement efficace. Ces structures ont ensuite été remplies de poudre polymère. Les structures avec de grandes cellules (4 mm d'arrêtes) ont permis une meilleure densification de la phase polymère, tandis que les structures avec de petites cellules (2 mm) ont montré des limitations en termes de réarrangement de la poudre et donc de densification. L'analyse tomographique sur les structures métalliques dans le composite après frittage a confirmé une bonne conservation de l'architecture globale.

Le développement d'un dispositif de chauffage par induction a représenté une avancée clé pour la maîtrise du frittage du polymère. Ce système a permis une chauffe rapide et contrôlée, avec des vitesses pouvant atteindre jusqu'à 13 °C/s (dans la gamme de puissance étudiée), en particulier dans les structures à poutres de 1 mm où l'induction est plus efficace. La DSC a permis de vérifier qu'à l'issue du procédé de frittage, le polymère a perdu son état natif, ce qui a priori signifie que l'explosion à la fusion a bien eu lieu. L'étape de frittage sous pression a ainsi conduit à une augmentation significative de la densité des composites.

En parallèle, une modélisation thermique sous Ansys a été développée afin de mieux comprendre les cinétiques de chauffe au sein du composite. Cette modélisation a permis de reproduire avec fidélité les profils de température expérimentaux et de mettre en évidence un gradient thermique entre le polymère situé à proximité immédiate du métal et celui localisé au cœur de la structure, notamment dans les cellules de 4 mm. Ce gradient, lié à la faible conductivité thermique de l'UHMWPE, souligne l'importance de maîtriser les temps de chauffe pour assurer une fusion complète du polymère sans dégradation.

L'approche combinée intégrant conception de matériaux architecturés, frittage du polymère par chauffage inductif rapide sous pression a jeté les bases d'un procédé efficace et innovant pour la fabrication de composites polymères/métal co-continus. De plus la simulation numérique permet une maîtrise fine des différentes étapes du procédé. Il est ainsi possible d'optimiser les propriétés finales du composite via : la sélection des matériaux constitutifs, le

design de la géométrie des matériaux architecturés et enfin les paramètres de frittage du polymère.

Les propriétés mécaniques des composites ainsi fabriqués seront abordées dans le chapitre suivant.

Chapitre 4 :

Caractérisations Mécanique et Microstructurale

Chapitre 4 : Caractérisations mécanique et microstructurale

Table des matières

INTRODUCTION DU CHAPITRE	126
I. LES MATERIAUX ARCHITECTURES	126
1. Réponse mécanique en compression	127
a. Influence de la géométrie	129
b. Influence de la fraction volumique de métal	131
2. Modèles classiques de prédiction du module d'élasticité E	132
3. Prédiction des mécanismes de déformation	136
4. Observation des mécanismes de déformation par tomographie RX	137
II. LES COMPOSITES	141
1. Réponse mécanique en compression	141
2. Modèles classiques de prédiction du module d'élasticité E	144
3. Observation des mécanismes de déformation par tomographie RX	145
CONCLUSION DU CHAPITRE	150

Introduction du chapitre

Ce chapitre est consacré à la caractérisation mécanique des matériaux étudiés, à savoir les matériaux architecturés métalliques seuls et les composites co-continus (matériau architecturé + UHMWPE) obtenus par frittage flash par induction. Les essais réalisés visent à comprendre leur comportement mécanique, à déterminer l'influence des paramètres structuraux (fraction volumique, géométrie) et à évaluer l'effet de l'ajout du polymère.

Les essais de compression ont été retenus comme méthode d'investigation. Ce choix est justifié à la fois par les dimensions des échantillons (20 mm de diamètre et 20 mm de hauteur), qui se prêtent à ce type de sollicitation, et par le fait que la compression constitue un essai de référence largement utilisé dans la littérature pour l'évaluation du comportement mécanique des matériaux architecturés^{27-29,110-114}. Les essais de compression permettent d'accéder aux grandeurs mécaniques telles que la rigidité, la limite élastique, l'absorption d'énergie etc...

Au-delà de la compréhension du comportement mécanique des matériaux architecturés et des composites, cette étude a également pour but de valider l'objectif initial du travail : développer de nouveaux composites co-continus combinant la rigidité de la phase métallique et la ductilité de la phase polymère. L'association des essais mécaniques et d'observations issues de la tomographie RX permettra d'apporter un éclairage complémentaire sur les mécanismes de déformation et d'endommagement de ces matériaux.

I. Les matériaux architecturés

Cette première partie est exclusivement dédiée au comportement mécanique des matériaux architecturés seuls (sans polymère). Nous rappelons que ces structures sont des cylindres constitués d'un réseau périodique de cellules cubiques élémentaires (figure 4.1). L'architecture est décrite par deux paramètres géométriques : l'arête interne de la cellule et le diamètre de la poutre. Pour rappel, nous désignons par « poutres » les éléments reliant deux nœuds, et par « nœuds » les points de croisement entre plusieurs poutres (figure 4.1). Conformément à la nomenclature introduite au chapitre précédent, les structures seront désignées par la notation A/xpy : structure en aluminium d'arête interne x (mm) et de diamètre de poutre y (mm).

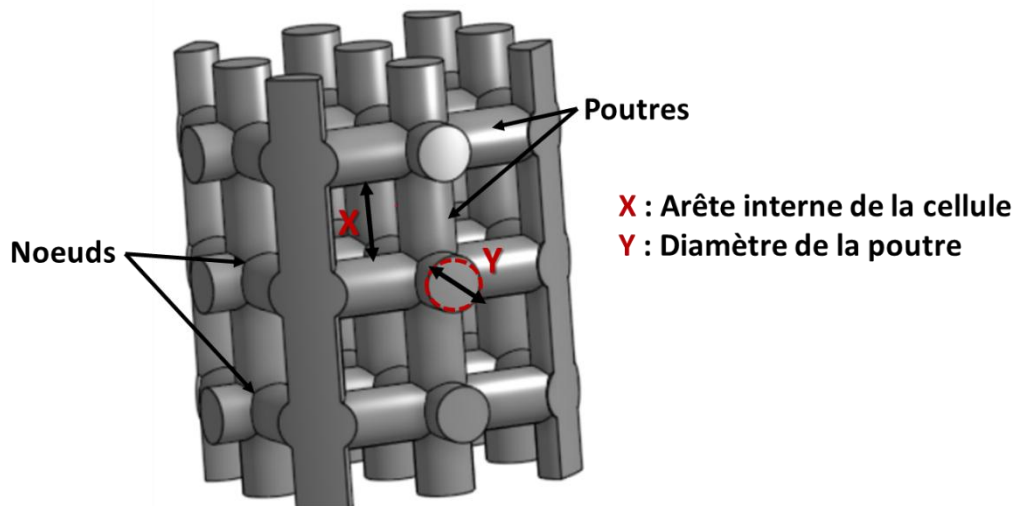


Figure 4.1 : Schéma de matériau architecturé choisi dans ce travail.

1. Réponse mécanique en compression

La figure 4.2 présente la courbe contrainte-déformation en compression du matériau architecturé Al2p3. Cet exemple, permet d'illustrer le comportement mécanique global.

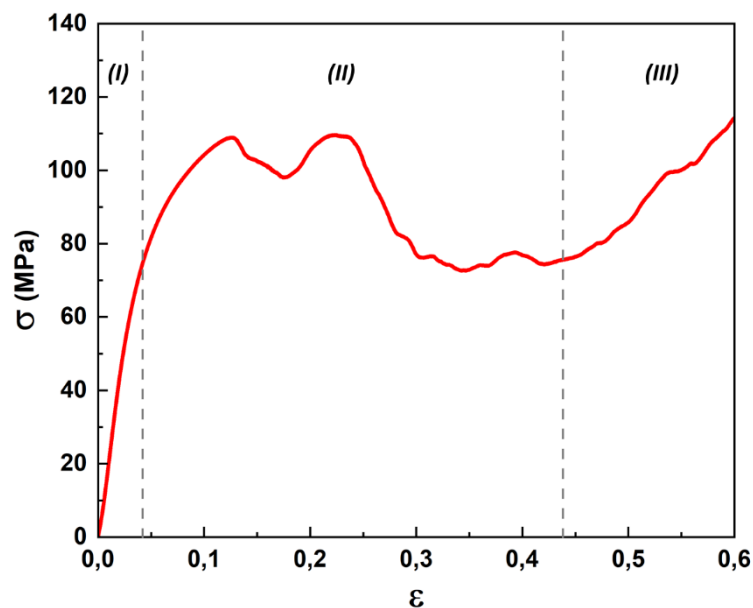


Figure 4.2 : Courbe Contrainte-déformation en compression de la structure Al2p3.

La courbe présente d'abord un régime linéaire, correspondant au comportement élastique de la structure (I). Au-delà de la limite élastique, le comportement s'écarte de la linéarité avec des chutes successives de contraintes (II). Ce type de comportement est largement rapporté dans la littérature et est associé à l'effondrement des cellules du matériau architecturé^{28,136,140}. À plus forte déformation, la contrainte augmente de nouveau (III) ce qui

est associé dans la littérature à l'écrasement des couches de cellules les unes sur les autres^{28,136,140}. Dans la suite, nous concentrerons notre analyse sur les deux premières étapes, car au-delà, l'architecture perd l'essentiel de son intérêt d'un point de vue mécanique.

La figure 4.3 présente les courbes contrainte-déformation en compression obtenues pour les cinq structures architecturées étudiées. Les essais ont été menés jusqu'à 30 % de déformation. Chaque essai a été répété au moins trois fois par structure, ce qui a permis de vérifier la reproductibilité. Une seule courbe représentative est présentée pour chaque structure.

Toutes les structures présentent un comportement global similaire à celui décrit précédemment : un régime initialement linéaire, suivi d'une augmentation de la contrainte jusqu'à une valeur maximale (σ_{max}), puis de chutes successives de la contrainte. Cette similitude met en évidence le caractère générique du comportement mécanique des matériaux architecturés périodiques. Par ailleurs, la pente initiale, la contrainte maximale atteinte et l'amplitude de la première chute de contrainte varient sensiblement d'une structure à l'autre, ce qui souligne l'influence de la géométrie sur la réponse mécanique.

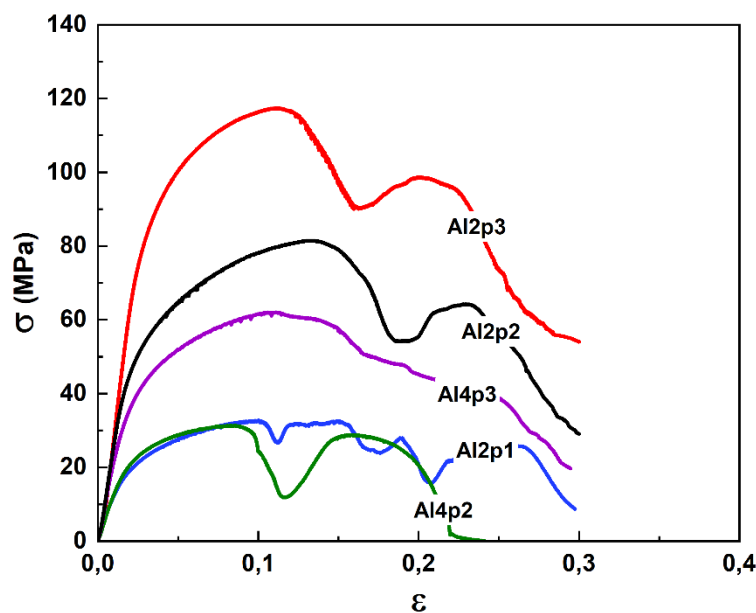


Figure 4.3 : Courbe Contrainte-déformation en compression de toutes les architectures métalliques.

Afin d'analyser l'influence de la géométrie sur les propriétés mécaniques des matériaux architecturés, nous définissons un facteur de forme par le rapport L/D , où L représente la longueur de la poutre (distance entre deux nœuds) et D son diamètre. Ce rapport caractérise la finesse relative des poutres des matériaux architecturés. Des valeurs élevées de L/D

traduisent des poutres longues et fines (élancées), plus sensibles au flambement. À l'inverse, de faibles valeurs de L/D correspondent à des poutres courtes et épaisses (peu élancées), plus rigides à priori.

a. Influence de la géométrie

Dans un premier temps, l'influence du rapport L/D sur le module réduit a été évaluée (figure 4.4). Le module réduit est défini ici comme le rapport entre le module d'élasticité E mesuré du matériau architecturé, calculé à partir de la pente initiale de la courbe contrainte-déformation jusqu'à 1 % de déformation, et le module théorique de l'aluminium ($E_{AL}=76\text{GPa}$).

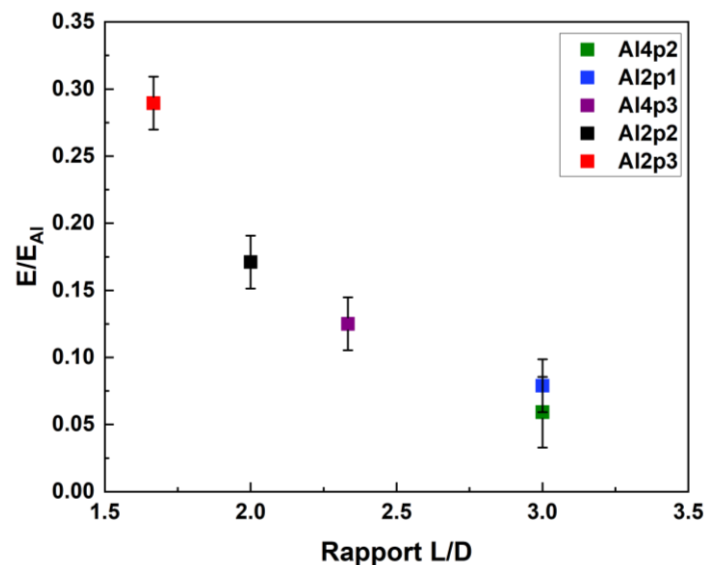


Figure 4.4 : Influence du rapport L/D , sur le module réduit E/E_{AL} .

Les résultats mettent en évidence une diminution du module réduit lorsque le rapport L/D augmente. Les structures caractérisées par des poutres longues et fines (grand rapport L/D) présentent donc une rigidité relative plus faible que celles composées de poutres plutôt courtes et épaisses. Il est intéressant de noter que des architectures géométriquement différentes, comme Al2p1 et Al4p2, mais présentant un rapport L/D similaire, conduisent à des valeurs de module sensiblement égales. Cette observation montre que le rapport L/D constitue un paramètre géométrique pertinent pour relier la morphologie de l'architecture à sa rigidité relative.

Dans un second temps, l'influence du rapport L/D a été analysée sur la capacité d'absorption d'énergie des matériaux architecturés. L'énergie d'absorption correspond à l'aire sous la courbe contrainte-déformation $\sigma(\epsilon)$, c'est-à-dire :

$$W = \int_0^{\varepsilon_f} \sigma(\varepsilon) d\varepsilon \quad (E1)$$

Numériquement, nous l'avons calculée par la méthode des trapèzes sur les données brutes : pour des points $(\sigma_i, \varepsilon_i)$;

$$W(\varepsilon_k) \approx \sum_{i=0}^{k-1} \frac{\sigma_i + \sigma_{i+1}}{2} (\varepsilon_{i+1} - \varepsilon_i) \quad (E2)$$

Avec σ en MPa et ε sans dimension, W s'exprime naturellement en $MJ.m^{-3}$. La figure 4.5 montre l'évolution de W calculé jusqu'à 30 % de déformation en fonction de L/D .

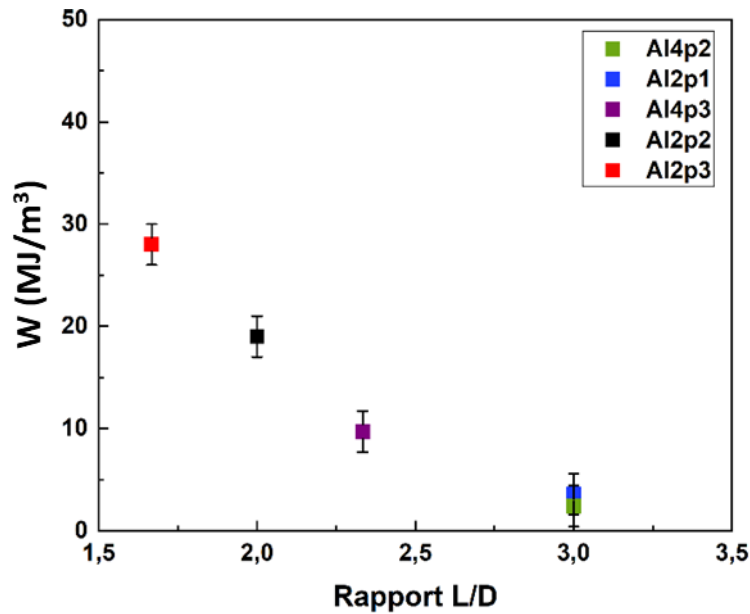


Figure 4.5 : Influence du rapport L/D , sur l'énergie d'absorption W .

La figure 4.5 met en évidence la même tendance pour l'énergie d'absorption W , qui décroît lorsque le rapport L/D augmente. Les structures à poutres peu élancées résistent mieux à la charge, atteignent des contraintes plus élevées et dissipent ainsi davantage d'énergie. À l'inverse, les poutres élancées se rompent plus précocement, limitant la capacité d'absorption. Par ailleurs, les structures Al2p1 et Al4p2, bien que différentes en termes de géométrie, présentent des valeurs d'énergie égales du fait de leur rapport L/D identique. Ceci montre là encore que le rapport L/D est un paramètre pertinent pour comprendre le comportement mécanique des matériaux architecturés.

Au-delà de l'effet de la géométrie caractérisée par le rapport L/D , l'analyse a également porté sur l'influence de la fraction volumique de métal χ , sur les propriétés mécaniques des matériaux architecturés.

b. Influence de la fraction volumique de métal

La figure 4.6 représente l'évolution des propriétés mécaniques (module réduit, contrainte maximale, énergie d'absorption) des matériaux architecturés en fonction de la fraction volumique.

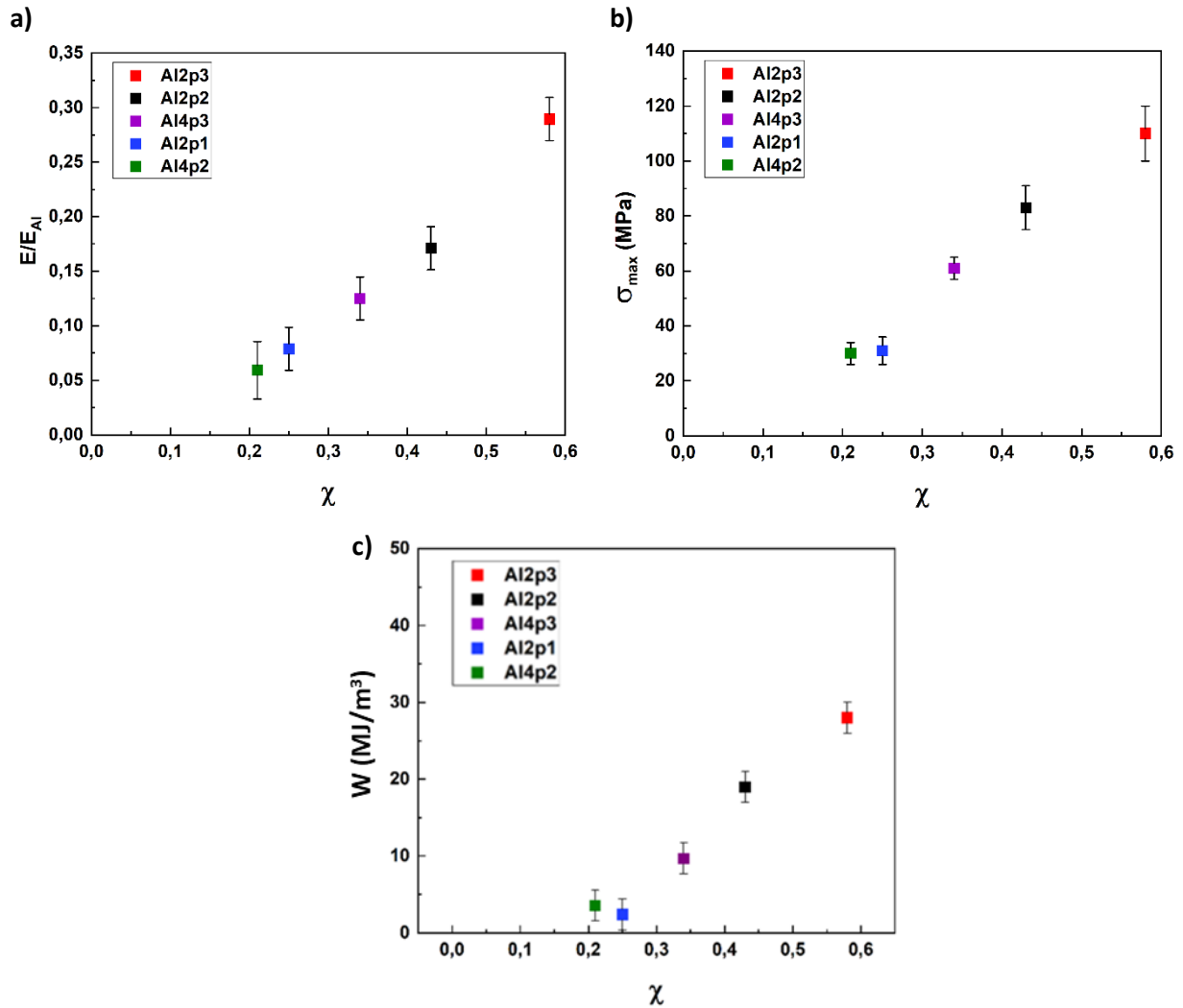


Figure 4.6 : Évolution en fonction de la fraction volumique de métal χ de ; a) Module réduit, b) Contrainte maximale et c) Énergie d'absorption.

Comme attendu, la figure 4.6 met en évidence une évolution croissante du module réduit, de la contrainte maximale et de l'énergie d'absorption avec la fraction volumique de métal χ . Par ailleurs, dans tous les cas on observe des propriétés très proches pour les structures Al4p2 ($\chi = 21\%$) et Al2p1 ($\chi = 25\%$).

Ces évolutions croissantes observées sont cohérentes avec les lois proposées par Gibson & Ashby^{141,143} et confirmées par Deshpande et al.¹³⁷, qui prédisent une augmentation des propriétés mécaniques avec la densité relative. De telles évolutions ont par ailleurs été

rapportées à de nombreuses reprises dans la littérature^{28,249–251} pour des matériaux architecturés métalliques.

Concernant l'énergie d'absorption, la comparaison directe avec la littérature doit rester prudente, car les auteurs n'emploient pas toujours la même définition de la déformation de densification pour borner l'intégrale, ni le même indicateur (énergie volumique ou normalisée par la masse). Néanmoins, des ordres de grandeur peuvent être dégagés : les mousses métalliques en aluminium²⁵² présentent généralement des énergies absorbées inférieures à 5 MJ/m³, tandis que des matériaux architecturés plus optimisés, comme les structures gyroïdes en titane²⁵³, atteignent des valeurs de l'ordre de 40 MJ/m³.

Les valeurs obtenues dans ce travail se situent entre ces deux extrêmes, traduisant un comportement intermédiaire cohérent avec la géométrie des structures étudiées et le métal utilisé.

2. Modèles classiques de prédiction du module d'élasticité E

Dans la littérature, plusieurs modèles classiques (présentés au Chapitre 1) permettent d'encadrer ou d'estimer le module d'élasticité E d'un composite en fonction de la fraction volumique et des modules des différentes phases constitutives. Dans le cas de nos matériaux architecturés, on peut considérer qu'il s'agit d'un composite matériau architecturé constitué d'aluminium et de vide. Dans les modèles, les modules généralement utilisés sont les modules théoriques du matériau 100 % dense. Le module de l'aluminium E_{Al} utilisé dans cette étude est de 76 GPa¹⁹⁹, tandis que la seconde phase, le vide, est considérée comme ayant un module nul.

Le premier modèle est celui de Voigt, qui considère que l'ensemble de la fraction volumique de métal (toutes les poutres) est orienté dans la direction de la sollicitation ; la rigidité globale est alors maximale (voir figure 4.7.a pour illustration). Le modèle de Reuss correspond au scénario « inverse » : les poutres sont toutes orthogonales à la direction de sollicitation ; la rigidité globale est alors minimale¹⁰⁸ (figure 4.7.b).

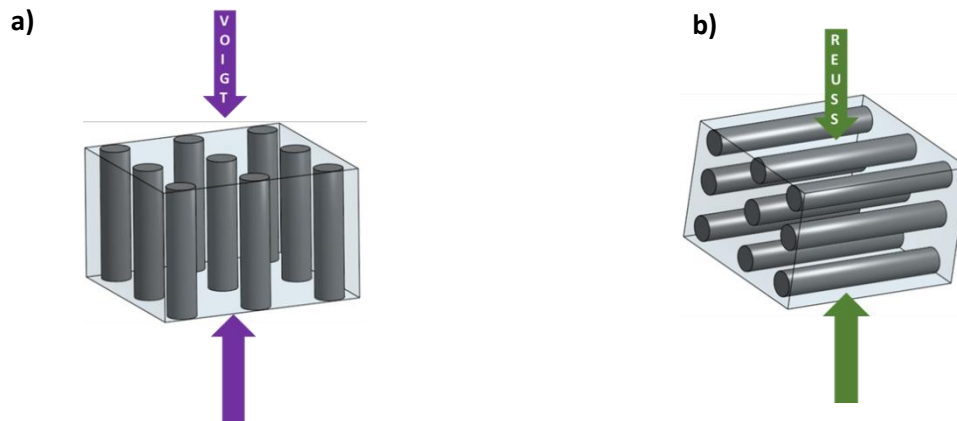


Figure 4.7 : Illustration des modèles de ; a) Voigt, b) Reuss.

Dans un contexte de matériau architecturé, nous considérons deux descriptions intermédiaires. Un modèle minimaliste dit « 1D » qui considère que sur l'ensemble des poutres constituant la structure, seules celles effectivement alignées dans la direction de sollicitation participent à la réponse mécanique. Dans le cas de notre étude (structure cubique), il revient à prendre :

$$E = \frac{\chi}{3} * E_{Al} \quad (E3)$$

Toutefois, dans une architecture tridimensionnelle, les poutres orientées suivant les autres directions (autres que celles de la sollicitation) peuvent également contribuer à la réponse mécanique. Pour mieux décrire cette contribution, Veenstra et al¹¹⁰, ont proposé un modèle qui prend en compte l'intersection entre les poutres et s'appuie sur une morphologie co-continue. Ce modèle décrit la phase rigide du composite comme trois barres orthogonales qui s'intersectent dans un cube dont le volume restant est occupé par la phase molle. L'illustration proposée par Veenstra et al¹¹⁰, est présentée sur la figure 4.8, aux côtés d'une représentation schématique de ce à quoi correspondrait le modèle dans le cas d'un matériau architecturé complet.

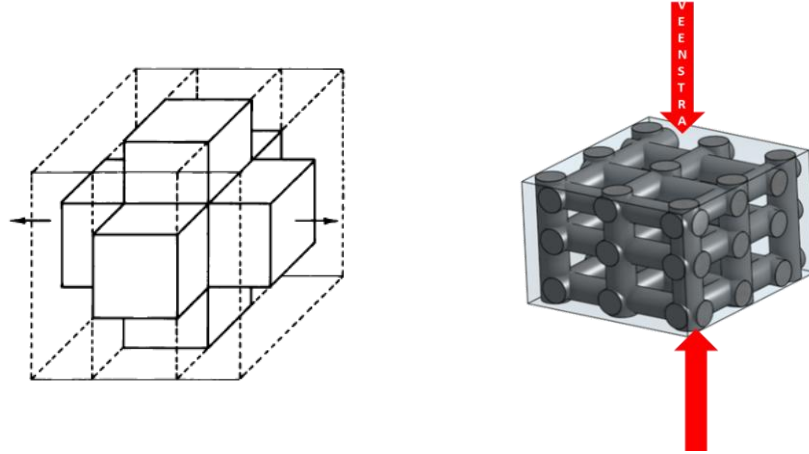


Figure 4.8 : Illustration du modèle de Veenstra¹¹⁰.

Le modèle de Veenstra se traduit par la relation suivante :

$$E_c = \frac{a^2 b E_{Al}^2 + (a^3 + 2ab + b^3) E_{Al} E_{vide} + a b^2 E_{vide}^2}{b E_{Al} + a E_{vide}} \quad (E4)$$

Les paramètres a et b sont des coefficients géométriques introduits par Veenstra pour relier les fractions volumiques réelles des phases à leur répartition spatiale dans le cube de référence. Ainsi, a correspond à la proportion du cube occupé par la phase rigide (métal dans notre cas) corrigée par la géométrie de la structure, tandis que $b=1-a$ est associé à la proportion occupée par la phase molle (le vide ici) à nouveau corrigée par la géométrie. La fraction volumique de métal χ est reliée à a par la relation polynomiale ci-dessous :

$$\chi = 3a^2 - 2a^3 \quad (E5)$$

Cette relation traduit la manière dont la phase métallique se distribue au sein du cube.

En remplaçant $E_{vide}=0$ dans (E4), la relation se simplifie par :

$$E_c = a^2 E_{Al} \quad (E6)$$

Avec a qui varie entre 0 et 1.

Par ailleurs, pour les faibles fractions volumiques ($\chi < 0.1$, soit a de l'ordre de 0.2), le terme a^3 de l'équation (E5) peut être négligé et on obtient :

$$\chi \approx 3a^2 \quad (E7)$$

Dans ce cas, le modèle de Veenstra devient :

$$E_c = a^2 E_{Al} \approx \frac{\chi}{3} * E_{Al} \quad (E8)$$

L'équation (E8) montre ainsi que pour les fractions volumiques faibles, le modèle de Veenstra se résume au modèle 1D.

Les modules expérimentaux ont donc été confrontés aux évolutions prédites par les différents modèles, et les résultats comparatifs sont présentés à la figure 4.9.

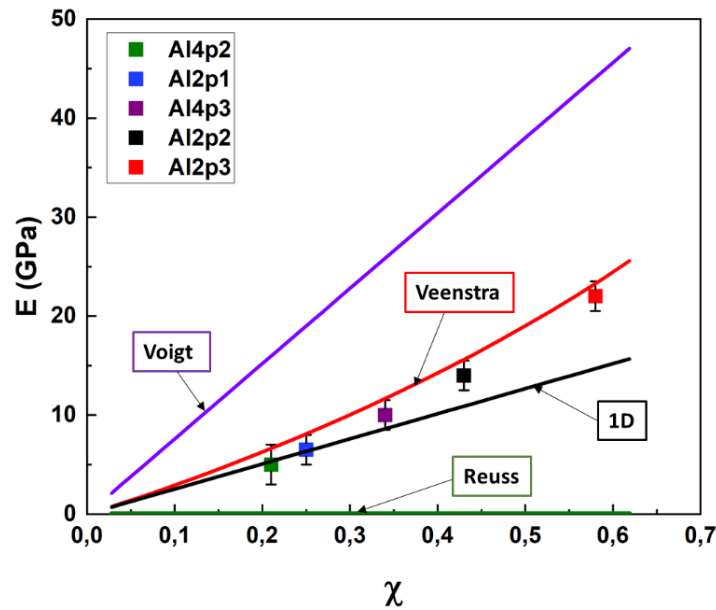


Figure 4.9 : Comparaison des modules d'élasticité expérimentaux aux modules prédits par les lois classiques.

Les résultats sont, comme attendus, bornés par les modèles de Voigt et Reuss. Pour les faibles fractions volumiques ($\chi < 0,1$), le modèle de Veenstra se confond avec le modèle 1D, conformément à l'équation (E8). Au-delà de $\chi = 0,1$, les deux modèles commencent à se séparer. Les points expérimentaux suivent alors le modèle 1D jusqu'à $\chi \approx 0,3$; les intersections ont donc plus d'impact pour les fractions volumiques plus importantes.

En parallèle, le modèle de Veenstra décrit l'évolution des points expérimentaux sur l'ensemble de la gamme de fractions volumiques étudiée (entre 0,2 et 0,58). La légère surestimation de ce modèle par rapport aux valeurs expérimentales moyennes peut s'expliquer par la présence de porosités, déjà mises en évidence (cf. chapitre précédent) et susceptibles de réduire la rigidité par rapport à une architecture idéale.

3. Prédiction des mécanismes de déformation

Une autre façon de voir les choses est de prédire les mécanismes de déformations des structures précédentes en fonction de leur connectivité, c'est-à-dire du nombre de poutres qui s'intersectent au niveau des nœuds. Cette connectivité peut être évaluée à l'aide du critère de Maxwell¹³⁷, noté M . Lorsque $M > 0$, le réseau est fortement connecté et la structure est en principe dominée par l'étirement des poutres pendant la déformation. À l'inverse, lorsque $M < 0$, la connectivité est faible et la structure développe alors un comportement dominé par la flexion des poutres.

Appliqué à une cellule cubique simple, le critère de Maxwell donne $M = -6$, ce qui classe cette architecture, à priori, dans la famille des structures dominées par la flexion^{140,22}.

Afin de mieux situer les résultats obtenus, les modules expérimentaux ont été reportés sur un diagramme d'Ashby (figure 4.10.a), permettant de classer les matériaux architecturés en fonction de leur mécanisme dominant de déformation^{27,135,141}. Il s'agit d'un diagramme délimité par l'évolution attendue du module réduit en fonction de χ d'une structure parfaitement dominée par l'étirement ($E/E_{Al} = \chi$) et par l'évolution attendue d'une structure parfaitement dominée par la flexion ($E/E_{Al} = \chi^2$). Le diagramme a été tracé en échelle logarithmique (log-log) afin de mettre en évidence plus clairement les tendances d'évolution sur une large plage de valeurs de χ .

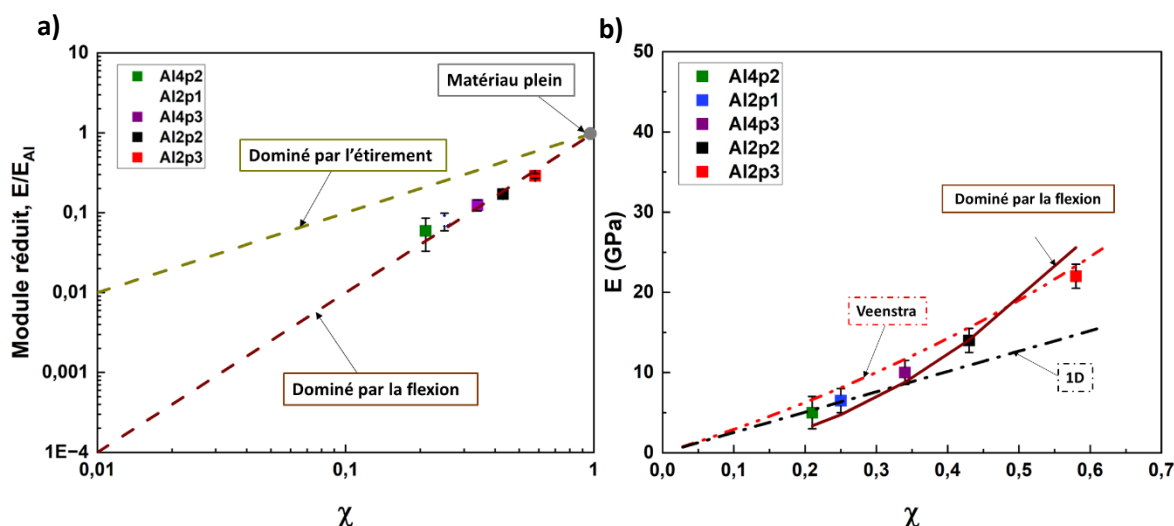


Figure 4.10 : a) Diagramme d'Ashby représentant E/E_{Al} en fonction de χ . La ligne verte correspond au comportement idéal en étirement et la ligne marron à celui en flexion. Les axes sont logarithmiques, avec intersection au point (1 ; 1) pour le matériau dense. b) Comparaison des modules d'élasticité expérimentaux avec les prédictions des lois théoriques.

L'analyse de la figure 4.10.a montre que nos matériaux architecturés seraient plutôt dominés par la flexion. Ceci est en accord avec le critère de Maxwell.

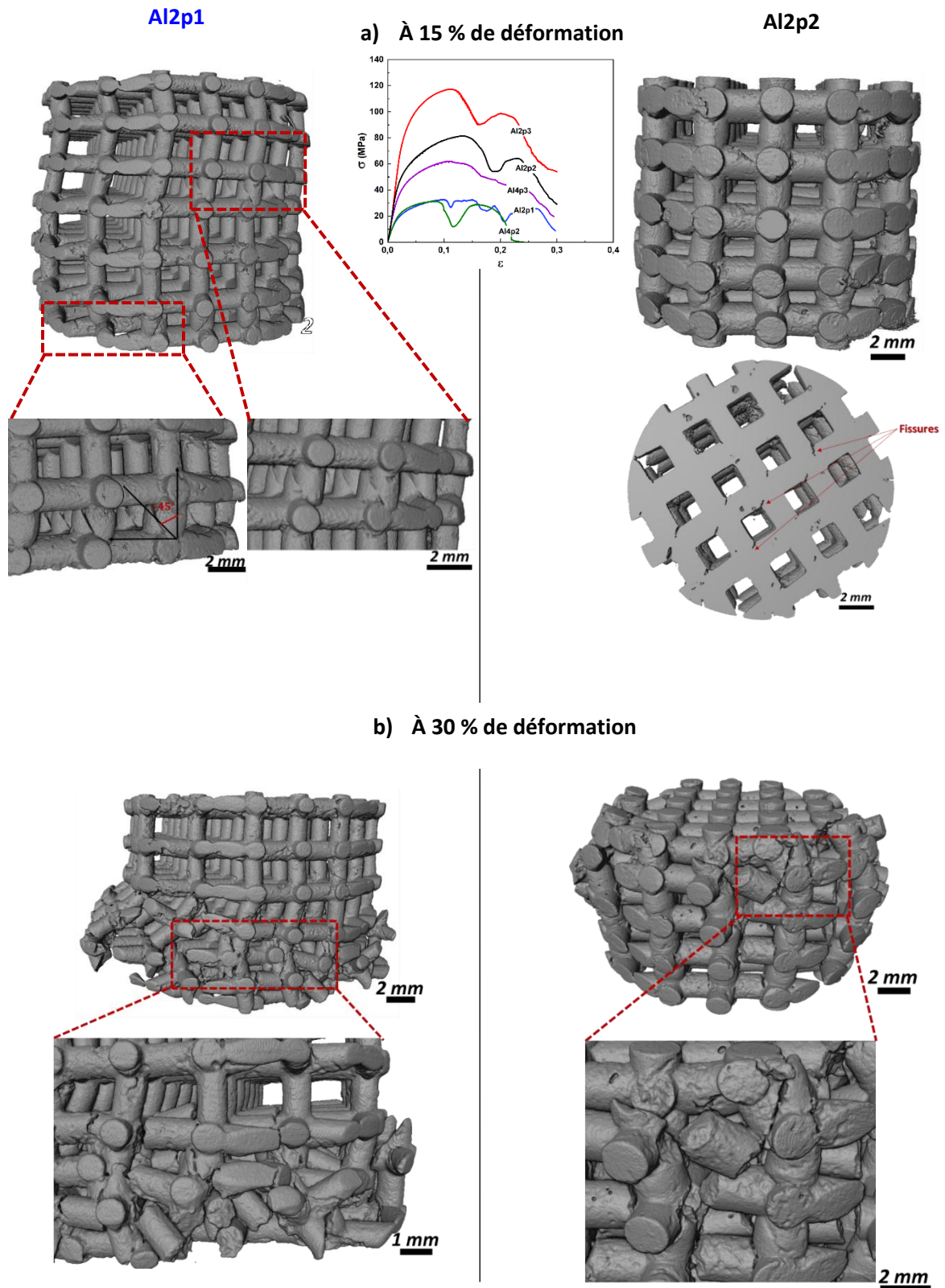
La figure 4.10.b représente l'ensemble des modèles étudiés (« 1D », Veenstra et celui tiré de la loi de puissance décrivant le comportement dominé par la flexion) sur une échelle linéaire. Même si le modèle $E=\chi^2 E_{Al}$ typique d'un comportement dominé par la flexion est en effet proche de nos résultats expérimentaux, le modèle de Veenstra semble traduire plus fidèlement l'évolution de nos modules expérimentaux en fonction de la fraction volumique. De plus le modèle de Veenstra présente l'avantage de pouvoir être étendu aux composites en intégrant la contribution mécanique de la phase polymère. Il constitue donc une base pertinente pour la modélisation ultérieure du comportement des composites UHMWPE/métal.

4. Observation des mécanismes de déformation par tomographie RX

Afin d'identifier les mécanismes de déformation et/ou d'endommagement et de les relier à la réponse macroscopique précédemment analysée, des essais de compression interrompus ont été réalisés à deux niveaux de déformation (15 % et 30 %). À la fin de chaque essai, les échantillons ont été examinés post-mortem par tomographie aux RX, permettant une observation tridimensionnelle des évolutions internes du matériau architecturé.

Dans la suite, les résultats sont présentés pour deux cas représentatifs, correspondant aux extrêmes en termes de géométrie : d'une part les structures de faible fraction volumique, caractérisées par de grandes valeurs de L/D (poutres longues et fines) et d'autre part celles de fraction volumique élevée et de plus petites valeurs de L/D (poutres plutôt courtes et épaisses). Concrètement, il s'agira ici des structures Al2p1 ($\chi=25\%$, $L/D=3$) et Al2p2 ($\chi=43\%$, $L/D=2$). Les résultats de l'analyse tomographique sont présentés sur la figure 4.11.

Ces résultats mettent en évidence des mécanismes de déformation différents selon l'architecture.



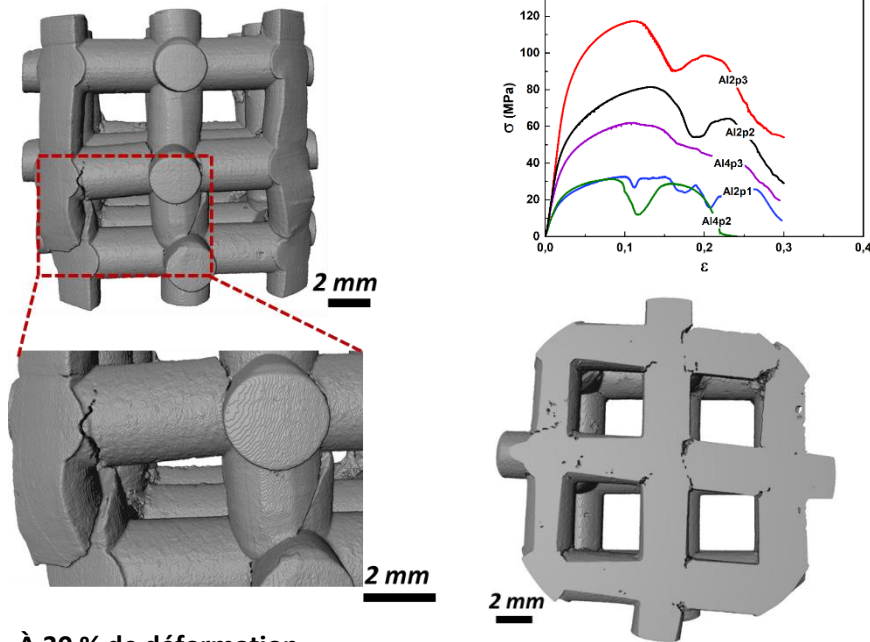
Pour la structure Al2p1 ($\chi=25\%$, $L/D=3$), des ruptures par cisaillement d'une couche complète apparaissent dès 15 % de déformation. Ces ruptures se font selon un angle de 45° (par rapport à l'axe de sollicitation) et sont visibles dans les couches inférieures et dans les couches intermédiaires de la structure. Les ruptures par cisaillement observées entraînent le glissement des couches les unes par rapport aux autres. À 30 % de déformation, le nombre de ruptures a évolué provoquant ainsi la destruction couche par couche de la moitié de la structure. On est donc en présence d'un endommagement hétérogène à l'échelle de la structure.

Pour la structure Al2p2 ($\chi=43\%$, $L/D=2$), le comportement est différent. À 15 % de déformation, des fissures apparaissent principalement au niveau des nœuds, et aucune rupture n'est observée. Avec l'augmentation de la déformation (30 %), ces fissures progressent et conduisent à la rupture des poutres au niveau des nœuds. Dans ce cas, l'endommagement ne se concentre pas sur une seule couche mais plutôt de façon aléatoire dans l'ensemble de la structure. La déformation est donc plutôt homogène à l'échelle de la structure.

En considérant maintenant un cas intermédiaire (figure 4.12), représenté par la structure Al4p3 ($\chi=34\%$, $L/D=2,3$), on observe une combinaison des deux modes de rupture décrits précédemment. À 15 % de déformation, nous avons un mode de rupture mixte à la fois par des ruptures par cisaillement affectant certaines poutres et par l'apparition de fissures au niveau des nœuds. Lorsque la déformation atteint 30 %, le nombre de ruptures a évolué conduisant à la destruction quasi complète de la structure. Ce comportement illustre la transition entre les comportements mécaniques des matériaux architecturés à faible fraction volumique et facteur de forme élevé, dominées par un effondrement couche par couche par cisaillement, et ceux à fraction volumique élevée et faible facteur de forme, dominées par une rupture aléatoire des poutres aux nœuds.

Al4p3

a) À 15 % de déformation



b) À 30 % de déformation

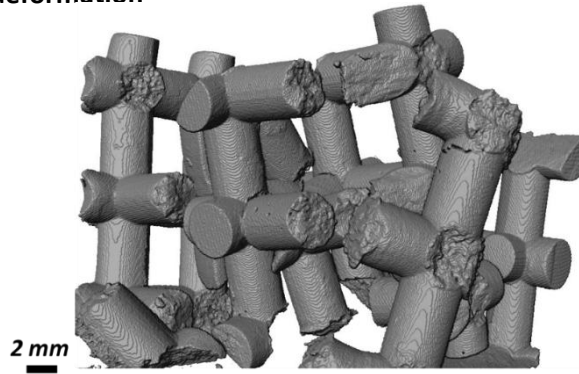


Figure 4.12 : Observations en tomographie RX de la structure Al4p3 déformée en compression à : a) 15 % et b) 30 %.

Il est intéressant de noter qu'aucune flexion des poutres n'a été observée dans ces essais interrompus. Ce constat peut s'expliquer par la nature même des observations post-mortem, réalisées sur des échantillons arrêtés à différents niveaux de déformation. Une analyse in situ en temps réel permettrait probablement de mettre en évidence d'éventuels mécanismes de flexion. En revanche, la rupture par cisaillement à 45° de l'axe de compression a déjà été rapporté dans la littérature comme un effet se produisant après flexion des poutres²⁵⁴. Cette orientation correspond au plan dans lequel la contrainte de cisaillement est maximale. Des ruptures par cisaillement sont fréquemment rapportés pour des matériaux architecturés soumis à des essais de compression uniaxiale^{161,240,255–257}.

Les observations réalisées par tomographie RX sur les structures cubiques simples permettent d'établir un parallèle direct avec les résultats de la littérature. Il a déjà été rapporté^{144,254} que dans les structures cubiques simples, les poutres sont particulièrement sensibles au flambement, ce qui peut conduire à un effondrement couche par couche des cellules.

Nos résultats confirment en partie ces descriptions. La structure Al2p1 ($\chi=25\%$, $L/D=3$) présente en effet des ruptures par cisaillement à environ 45° , suivie d'un effondrement couche par couche très similaire aux mécanismes décrits précédemment. À l'inverse, la structure Al2p2 ($\chi=43\%$, $L/D=2$) montre un comportement différent : l'endommagement est initié par l'apparition de fissures dans les nœuds, puis progresse par rupture des poutres au niveau des ces jonctions, ce qui conduit à une déformation plus homogène dans l'ensemble de la structure.

Ces résultats montrent que, si les structures cubiques simples sont décrites comme dominées par un effondrement couche par couche, le mode de déformation dépend fortement de la fraction volumique de métal et du rapport L/D . Ainsi, les observations expérimentales présentées ici prolongent celles de la littérature^{144,254} en soulignant la coexistence possible de plusieurs mécanismes dans un même matériau architecturé, allant du cisaillement à la rupture aléatoire au niveau des nœuds.

II. Les composites

1. Réponse mécanique en compression

La figure 4.13 présente les courbes contrainte-déformation en compression obtenues pour les cinq composites étudiés dans ce travail. Les essais ont été menés jusqu'à 60 % de déformation, ce qui permet d'observer l'apport du polymère aux grandes déformations. Chaque essai a été répété trois fois, ce qui a permis de vérifier la reproductibilité des résultats. Une seule courbe représentative est présentée pour chaque composite (figure 4.13).

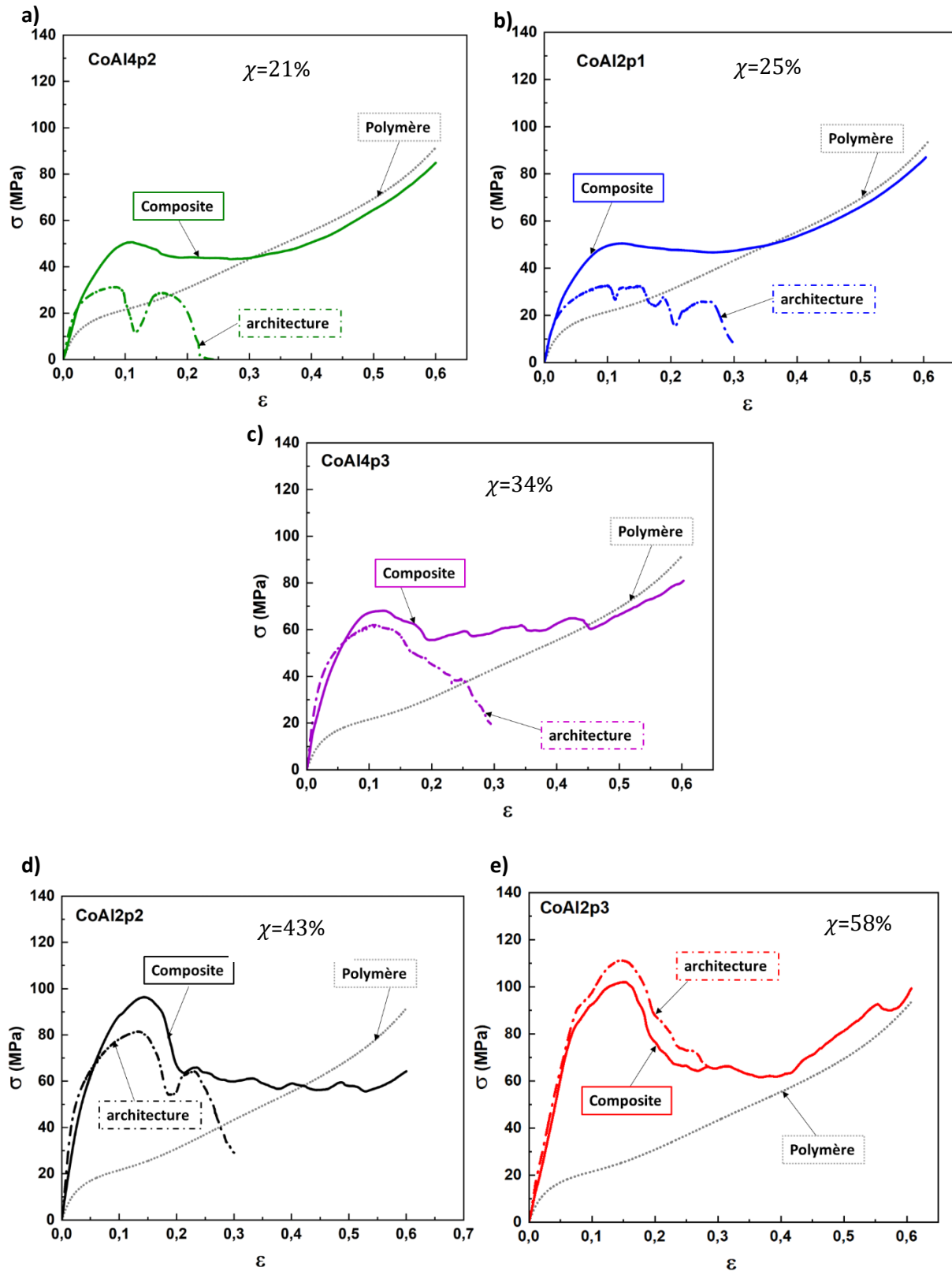


Figure 4.13 : Courbe Contrainte-déformation en compression des composites ; a) CoAl4p2, b) CoAl2p1, c) CoAl4p3, d) CoAl2p2 et e) CoAl2p3.

De façon générale, les résultats montrent un gain de performance pour les composites par rapport aux structures métalliques seules. La réponse mécanique résulte de la combinaison

de la rigidité apportée par la structure métallique et de la ductilité du polymère, ce qui conduit à une meilleure tenue globale. Chaque composite présente ainsi une contrainte maximale supérieure à celle de la structure métallique correspondante. Toutefois, lorsque la fraction volumique de métal dépasse 50 %, l'effet du polymère tend à être masqué, la réponse étant alors largement dominée par la contribution de la phase métallique.

Comme dans le cas des matériaux architecturés, nous pouvons tirer de ces courbes des grandeurs caractéristiques qui permettront de comparer de manière quantitative les composites aux structures (figure 4.14).

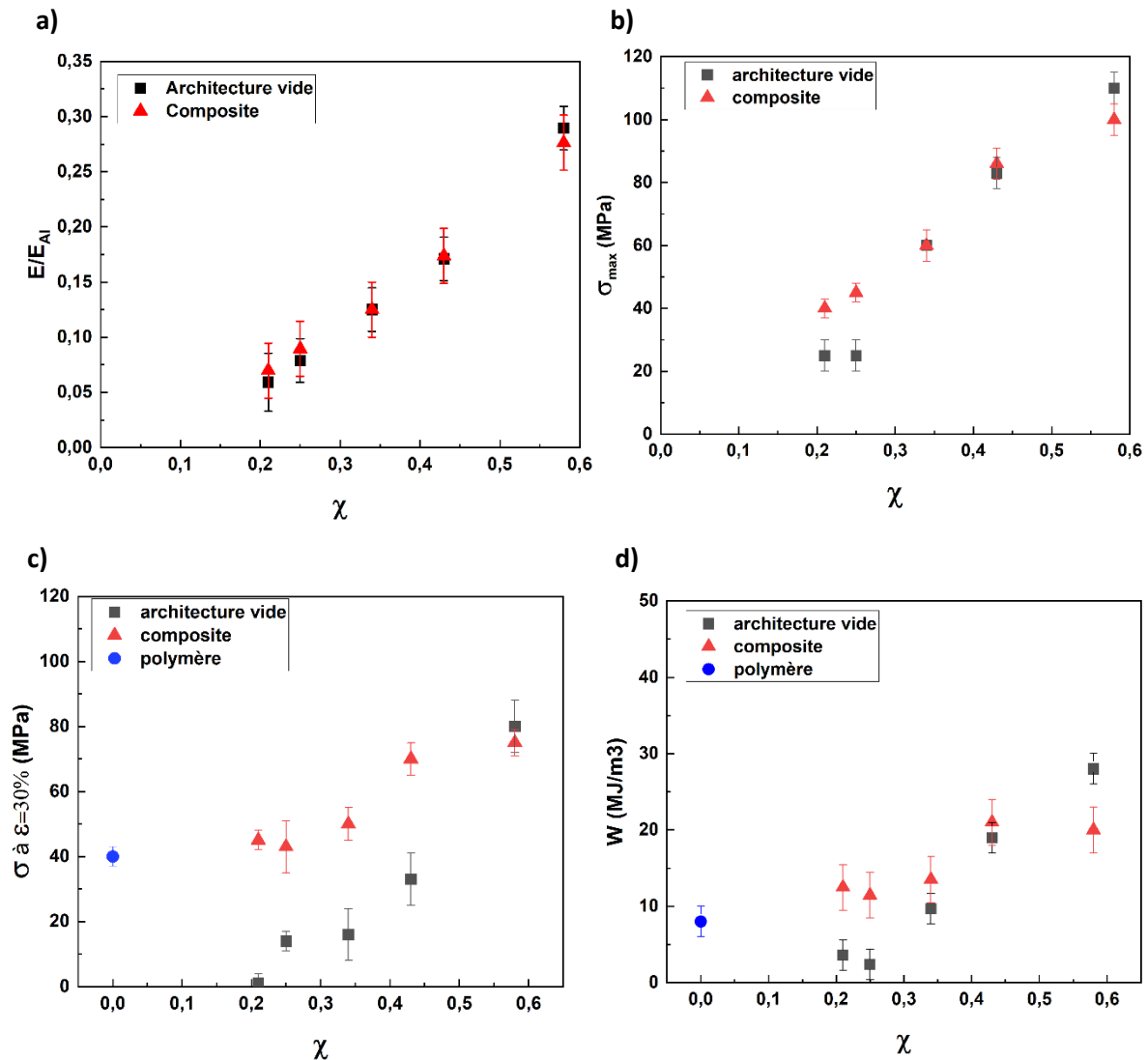


Figure 4.14 : Évolution en fonction de la fraction volumique de métal χ de ; a) *Module réduit*, b) *La contrainte maximale* ; c) *La contrainte à 30 % de déformation* ; d) *L'énergie d'absorption*.

Comme on s’y attendait, la figure 4.14.a confirme que les composites conservent la rigidité de l’architecture métallique, sans écart notable entre les deux. Le module réduit des composites suit ainsi la même évolution croissante avec la fraction volumique de métal χ que celui des architectures vides. Ceci montre que la réponse élastique du composite est essentiellement dictée par l’architecture métallique, compte tenu de la différence de modules entre aluminium et polymère ($\sim$ facteur 100).

La Figure 4.14.b met en évidence l’évolution de la contrainte maximale σ_{max} en fonction de χ . Nous observons une évolution croissante σ_{max} avec χ . Pour les fractions volumiques faibles, l’ajout de polymère confère un gain de résistance : la contrainte maximale des composites est systématiquement supérieure à celle des structures vides. Un gain estimé à 100 % pour les composites CoAl4p2 et CoAl2p1 (figure 4.14.b). Pour les fractions volumiques intermédiaires, l’influence du polymère devient limitée : les composites (CoAl4p3 et CoAl2p2) et les architectures présentent des valeurs de σ_{max} proches. Enfin, pour les composites denses (CoAl2p3), la réponse mécanique est essentiellement dictée par la phase métallique.

L’effet du polymère sur la contrainte à 30 % de déformation (Figure 4.14.c) est beaucoup plus marqué que dans le cas de la contrainte maximale. Pour les faibles et moyennes fractions volumiques ($\chi < 0,5$), la contrainte des composites est supérieure à celle des structures métalliques et augmente avec χ . L’écart est particulièrement spectaculaire pour les structures les plus légères : à $\chi \approx 0,2$, la contrainte passe d’à peine 1 MPa pour la structure Al4p2 à près de 45 MPa pour le composite.

Concernant l’énergie d’absorption (figure 4.14.e), on observe que pour les fractions volumiques faibles, le polymère augmente la capacité d’absorption d’énergie du composite. Le gain est estimé à 200 % pour les composites CoAl2p1 et CoAl4p2. Tandis que pour les fractions volumiques élevées, la réponse est dominée par le métal. Ce qui est cohérent avec les observations précédentes.

Ces tendances sont cohérentes avec la littérature^{93,136,158,239,242,258}. En particulier, les observations de Li et al²⁵⁴., ont montré pour des composites époxy/structures cubiques en titane des augmentations allant jusqu’à 500 % pour l’énergie d’absorption (avec des fractions volumiques de métal de 10 %). Nos gains ici restent intéressants compte tenu des différences de matériau et de fraction volumique de métal.

2. Modèles classiques de prédiction du module d’élasticité E

Pour les composites, le modèle de Veenstra, qui décrivait correctement le comportement des architectures métalliques seules, s’écrit sous la forme suivante :

$$E_c = \frac{a^2 b E_{Al}^2 + (a^3 + 2ab + b^3) E_{Al} E_{uhmwpe} + a b^2 E_{uhmwpe}^2}{b E_{Al} + a E_{uhmwpe}} \quad (E9)$$

Avec $E_{uhmwpe} \approx 800 \text{ MPa}$ le module de l'UHMWPE^{259,260}.

La Figure 4.15 montre l'évolution de E en fonction de χ pour les composites et les architectures vides.

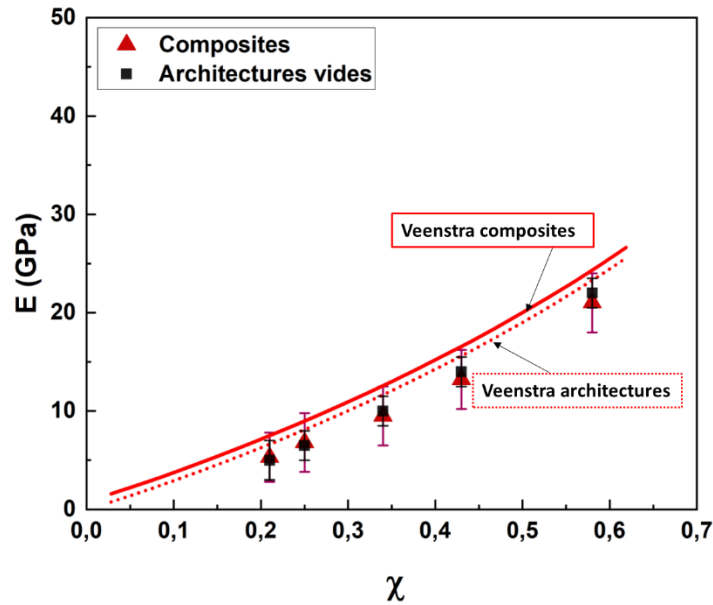


Figure 4.15 : Comparaison des modules d'élasticité des composites au modèle de veenstra.

Comme attendu, le modèle de Veenstra décrit correctement l'évolution en fonction de χ des modules expérimentaux obtenus pour les composites.

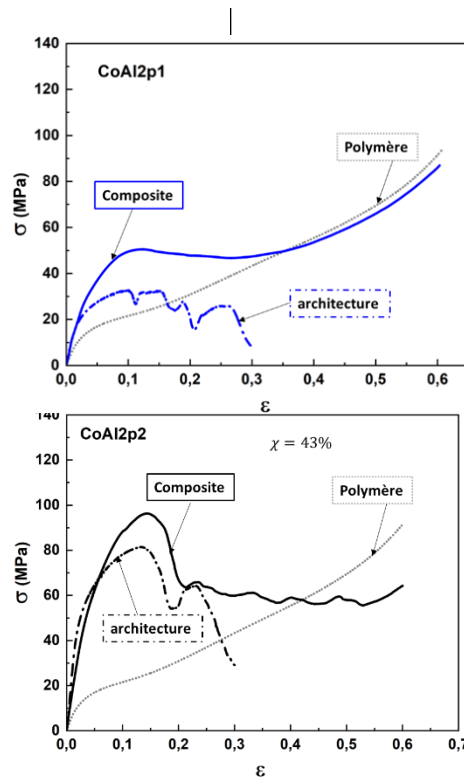
3. Observation des mécanismes de déformation par tomographie RX

Cette section est consacrée à l'observation des mécanismes de déformation des structures métalliques dans les composites, en se focalisant sur les mêmes structures que celles analysées précédemment dans le cas des matériaux architecturés métalliques seuls : CoAl2p1, CoAl2p2 et CoAl4p3. Des essais de compression interrompus ont été réalisés à trois niveaux de déformation (15 %, 30 % et 60 %), suivis d'observations en tomographie RX. Nous précisons qu'il n'a pas été possible de faire l'observation de CoAl2p1 à 15 % de déformation par manque d'échantillon.

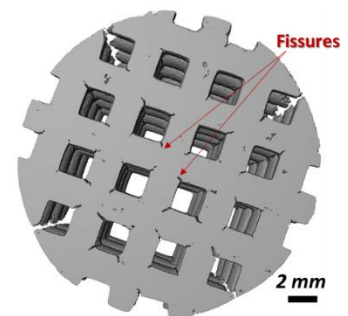
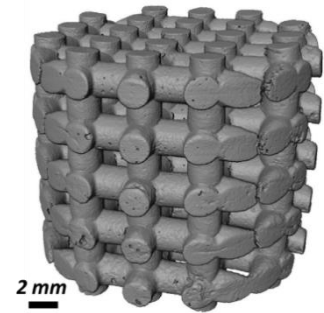
En raison du fort contraste d'absorption entre l'aluminium et le polymère, seule la phase métallique est visible ; l'analyse microstructurale présentée ici concerne donc exclusivement la structure en aluminium au sein du composite.

CoAl2p1

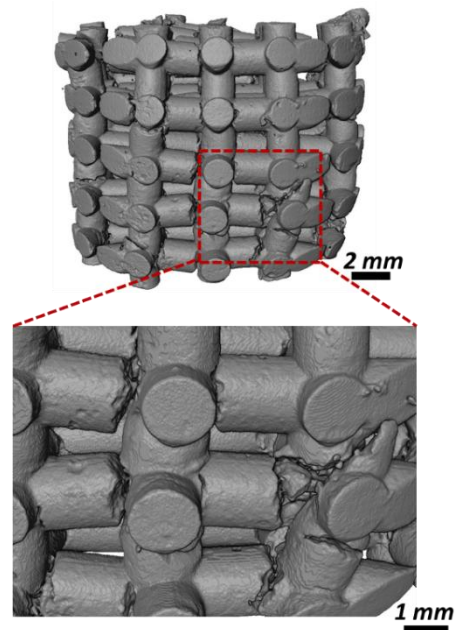
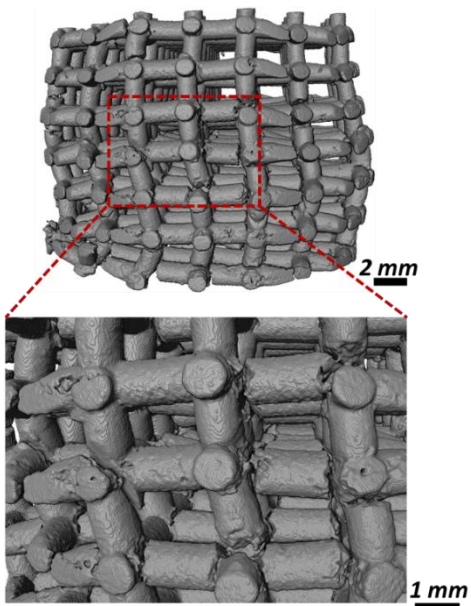
a) À 15 % de déformation



CoAl2p2



b) À 30 % de déformation



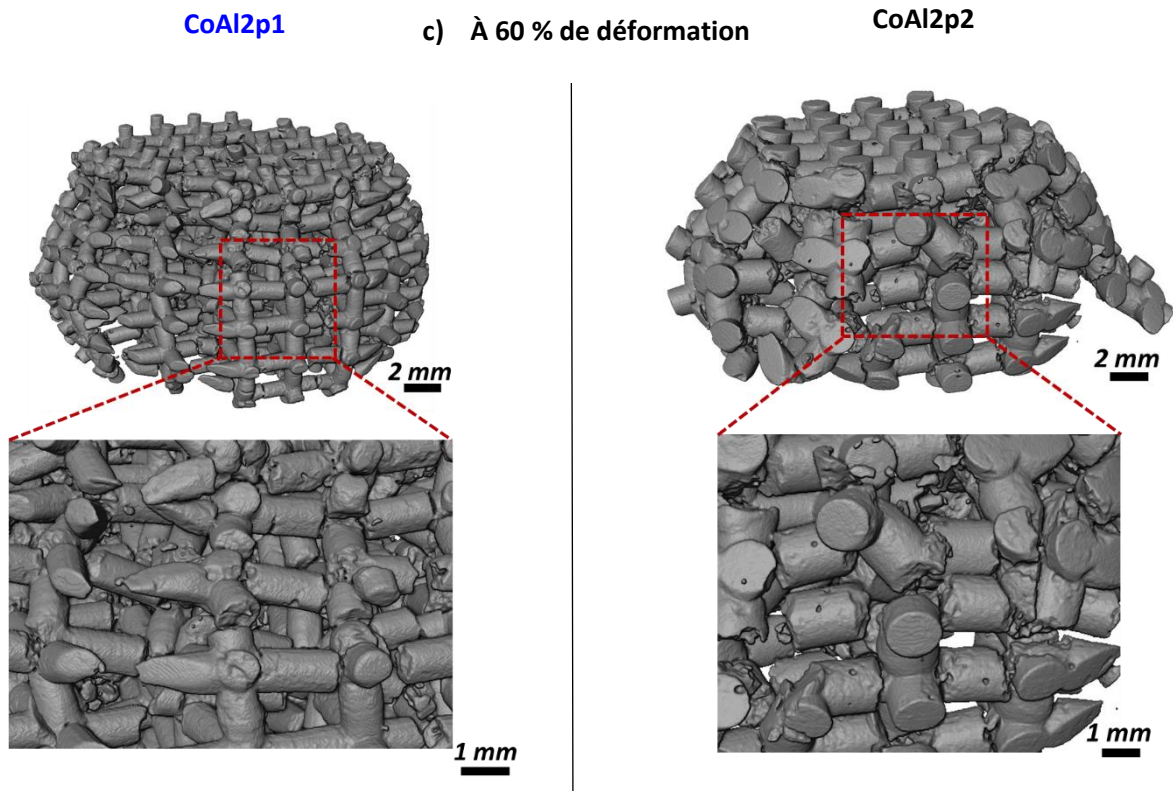


Figure 4.16 : Observations en tomographie RX des composites CoAl2p1 et CoAl2p2 déformés en compression à ; a) 15 %, b) 30 % et c) 60 %.

Pour le composite CoAl2p1 ($\chi = 25 \%$, $L/D = 3$), les observations en tomographie (figure 4.16, CoAl2p1) révèlent qu'à 30 % de déformation, le mécanisme d'endommagement dominant des structures métalliques est la rupture des poutres au niveau des nœuds. À 60 % de déformation, ces ruptures se sont multipliées et la structure apparaît presque entièrement détruite. Ces résultats montrent que l'introduction du polymère modifie les modes de déformation de la structure métallique : en effet, alors que, dans le cas de la structure métallique seule, l'endommagement est principalement associé à une rupture des poutres par cisaillement et à un effondrement couche par couche, il évolue ici vers un mode de rupture des poutres aux nœuds. Ceci montre que le polymère tend à favoriser une répartition plus homogène de l'endommagement.

Pour le composite CoAl2p2 ($\chi = 43 \%$, $L/D = 2$), les mécanismes de rupture observés sont similaires (figure 4.16, CoAl2p2) à ceux des matériaux architecturés métalliques seuls, à savoir la rupture des poutres au niveau des nœuds. Toutefois, la présence du polymère repousse l'endommagement à des niveaux de déformations plus importants : les observations tomographiques montrent que le nombre de poutres rompues est limitée à environ 50 %, contre près de 80 % pour la structure métallique seule. Le polymère contribue donc à homogénéiser et à ralentir la progression de l'endommagement.

Enfin, pour le composite intermédiaire CoAl4p3 ($\chi = 34\%$, $L/D = 2.3$), les observations confirment la même tendance (figure 4.17) : l'ajout du polymère repousse la rupture des nœuds à des niveaux plus élevés de déformation. Le mode d'endommagement dominant reste la rupture des poutres au niveau des nœuds.

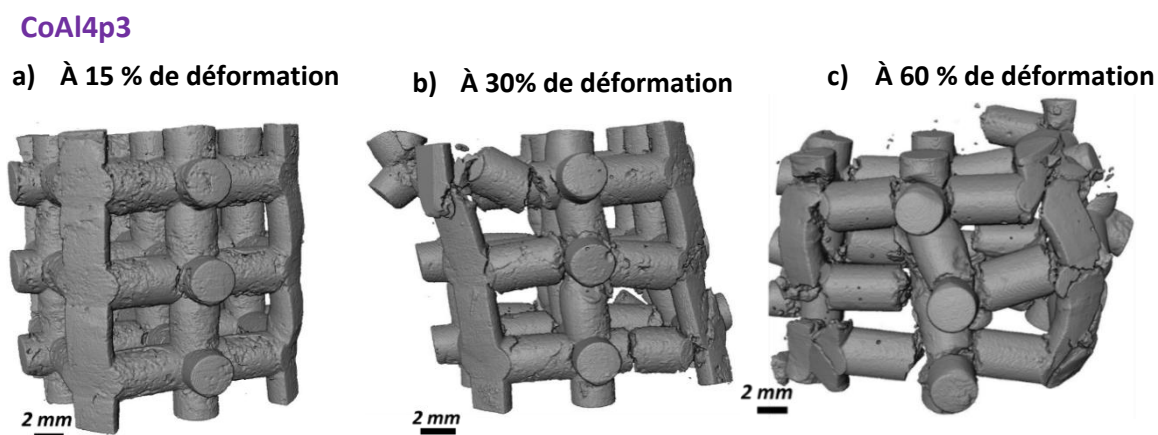


Figure 4.17 : Observations en tomographie RX du composite Al4p3 déformé en compression à ; a) 15 %, b) 30 % et c) 60 %.

Cette partie a permis de mettre en évidence le rôle du polymère dans les composites. Celui-ci repousse l'endommagement vers les plus hautes déformations. Pour les faibles fractions volumiques métalliques (CoAl4p2 et CoAl2p1), il induit également un changement du mode de rupture, qui passe d'un cisaillement conduisant à une rupture couche par couche à un endommagement plus homogène, principalement par rupture des nœuds. Le polymère joue donc un rôle d'homogénéisation de la contrainte. Il en résulte des courbes contrainte-déformation avec un aspect plus « lissé » (ne présentant pas de chutes successives de contrainte) pour ces fractions volumiques, ce qui rend compte du gain observé en termes de propriétés mécaniques.

Nos observations rejoignent celles de Li et al.²⁵⁴, qui ont montré que l'ajout d'un polymère (l'époxy dans leur cas) dans une structure cubique (en titane) modifie les modes de rupture et agit comme un stabilisateur. La déformation passe ainsi d'un effondrement en cisaillement de plusieurs couches à une rupture plus aléatoire et homogène dans l'ensemble du composite. Nos résultats confirment cette tendance générale : l'UHMWPE joue un rôle analogue en homogénéisant la déformation.

Au-delà de ces observations, il convient de rappeler que le rôle de l'interface métal/polymère reste une question importante. Dans nos composites, l'adhésion métal/polymère est essentiellement mécanique (pas de fonction de couplage chimique) : l'interface n'est donc pas parfaite. Cependant, la littérature sur les *composites à phases interpénétrées* (IPCs) polymère-

métal (revue d'Asar et al.⁹³) souligne que, en compression, cette imperfection n'entraîne pas nécessairement une dégradation significative des performances. Concrètement, à mesure que les poutres fléchissent et que la matrice polymère vient en appui, la pression de contact augmente et les pertes d'adhésion locales entre les 2 phases tendent à se refermer.

Cette tendance a également été confirmée par des travaux de simulation numérique sur des composites co-continus polymère/métal²⁵⁴. Les auteurs ont comparé deux cas : une interface parfaite et une interface sans adhésion. Ils ont montré que l'absence de liaison n'induisait qu'une réduction très limitée (~5 %) de la contrainte maximale en compression. Ces résultats mettent ainsi en évidence l'intérêt d'une architecture co-continue.

Dans tous les cas, la co-continuité reste un atout majeur : même s'il y a une faible adhésion à l'interface, chaque phase demeure continue et participe ainsi à la réponse mécanique globale du composite.

Conclusion du chapitre

Ce chapitre a permis d'établir une analyse complète du comportement en compression des matériaux architecturés métalliques et des composites co-continus Aluminium/UHMWPE. Pour les structures métalliques seules, la réponse mécanique est caractéristique des matériaux architecturés : un régime élastique initial, suivi d'une chute de contrainte après le maximum, liée à l'effondrement des cellules. Ces ruptures proviennent de mécanismes de cisaillement à 45° conduisant progressivement à la destruction couche par couche (pour les fractions volumiques faibles) et de ruptures concentrées aux nœuds (pour les autres fractions volumiques). L'influence des paramètres géométriques a été clairement identifiée : une augmentation de la fraction volumique métallique χ ou une diminution du rapport L/D (poutres courtes et épaisses) accroît la rigidité et la résistance. Tandis qu'une diminution de la fraction volumique χ ou une augmentation du rapport L/D (poutres élancées) diminue la résistance mécanique.

La comparaison des modules sur un diagramme d'Ashby, associée au critère de Maxwell a montré que les structures étudiées appartiennent majoritairement à la classe des structures plutôt dominées par la flexion.

L'introduction du polymère a modifié la réponse mécanique des composites. En premier lieu, il a repoussé l'endommagement vers des déformations plus élevées. Plus encore, pour les faibles fractions volumiques, il a induit un changement des modes de déformation : au lieu d'un effondrement couche par couche suite à des ruptures de poutres par cisaillement, l'endommagement se fait de manière plus homogène par rupture aléatoire au niveau des nœuds.

Ces mécanismes expliquent les gains de performance, avec une contrainte maximale et une énergie absorbée nettement supérieures à celles des structures vides. Aux fractions volumiques intermédiaires, le rôle du polymère demeure perceptible bien que réduit, tandis qu'à forte fraction volumique de métal la réponse est essentiellement gouvernée par le matériau architecturé métallique.

Au total, ces résultats démontrent que l'objectif initial est atteint : il est possible de combiner la rigidité de la phase métallique et la ductilité de la phase polymère pour concevoir des composites co-continus à la fois résistants et dissipatifs. Ils ouvrent également des perspectives en termes de conception, en mettant en évidence le rôle clé de la fraction volumique χ et du rapport L/D dans l'équilibre entre rigidité et absorption d'énergie. Le chapitre suivant abordera l'influence d'un changement d'alliage métallique sur ces propriétés mécaniques.

Chapitre 5 :

Application à la fonte

Chapitre 5 : Application à la fonte

Table des matières

INTRODUCTION DU CHAPITRE	153
I. GENERALITES SUR LES FONTES.....	154
1. Définition et composition.....	154
2. Classification des fontes graphitiques	155
a. Fonte à graphite lamellaire (GL).....	155
b. Fonte à graphite sphéroïdal (GS).....	156
c. Fonte à graphite vermiculaire (GV)	157
3. Matériau d'étude.....	158
a. Préparation métallographique	159
b. Observation microstructurale	159
c. Composition chimique	160
II. FABRICATION DES MATERIAUX ARCHITECTURES	160
III. ANALYSES MICROSTRUCTURALES POST-COULEE.....	162
IV. MISE EN FORME DE COMPOSITES UHMWPE/FONTE	163
<i>Chauffe par induction</i>	163
a. Profils de chauffe de la partie métallique dans les composites	164
i. Effet de peau et d'écrantage	164
ii. Influence de la géométrie de la structure et du matériau.....	165
b. Profils de chauffe de la partie polymère dans les composites	168
V. CARACTERISATION MECANIQUE.....	174
1. Caractérisation des matériaux architecturés.....	174
a. Réponse mécanique en compression.....	174
b. Modèles classiques de prédiction du module et des mécanismes de déformation.....	177
c. Observations par microscopie de la microstructure des matériaux architecturés en fonte	178
i. Observations des faciès de rupture en microscopie optique	178
Matériau architecturé Fo2p1	178
Matériau architecturé Fo4p3	180
ii. Observations des faciès de rupture au MEB.....	180
Matériau architecturé Fo2p1	180
Matériau architecturé Fo4p3	182
iii. Observations de la microstructure des fontes au MEB	184
Matériau architecturé Fo2p1	184
Matériau architecturé Fo4p3	186
2. Caractérisation des composites	188
Réponse mécanique en compression	188
CONCLUSION DU CHAPITRE	191

Introduction du chapitre

L'ensemble des développements expérimentaux et numériques présentés dans les chapitres précédents a permis d'aboutir à un protocole de fabrication et de caractérisation de composites architecturés associant l'UHMWPE à des matériaux architecturés en aluminium. Dans ce cinquième chapitre, ce protocole est appliqué à un autre alliage métallique : la fonte. L'objectif est double : d'une part, d'évaluer la pertinence et la transférabilité des procédés de mise en forme précédemment développés ; d'autre part, de mettre en évidence l'intérêt d'un matériau métallique présentant des propriétés intrinsèques différentes de celles de l'aluminium.

La fonte a été choisie pour plusieurs raisons. Tout d'abord, sa nature riche en fer la rend ferromagnétique, ce qui constitue un avantage majeur dans le cadre du chauffage par induction. Ensuite, elle présente des propriétés mécaniques différentes²⁶¹ de celles de l'aluminium :

- une rigidité plus élevée (module d'Young de 100 à 170 GPa contre ~70 GPa pour l'aluminium),
- une limite d'élasticité supérieure (250–400 MPa contre 150–200 MPa pour l'aluminium).

Ces différences de comportement mécanique permettent d'anticiper des réponses différentes en compression. Enfin, la fonte est largement utilisée dans l'industrie pour ses bonnes propriétés de coulabilité et son coût relativement faible, ce qui en fait un matériau de choix pour la fabrication de structures architecturées.

Ce chapitre est structuré comme suit :

Dans une première partie, la fonte et ses principales caractéristiques mécaniques et physiques sont présentées.

Dans une seconde partie, le protocole de fabrication développé pour l'aluminium est adapté et appliqué à l'élaboration de structures architecturées en fonte.

La troisième partie est consacrée à la mise en forme des composites UHMWPE/fonte par frittage ultra-rapide par induction.

Enfin, une dernière partie présente les résultats de la caractérisation mécanique et microstructurale des matériaux architecturés et des composites obtenus. Les essais de compression permettront d'évaluer les performances mécaniques de ces nouvelles structures et de les comparer à celles en aluminium étudiés précédemment. Les analyses microstructurales associées permettront quant à elles d'établir un lien entre la microstructure de la fonte et le comportement mécanique observé.

I. Généralités sur les fontes

1. Définition et composition

Les fontes constituent une famille d'alliages ferreux contenant généralement entre 2,5 et 4 % de carbone et 2 à 4 % de silicium en masse. À la différence des aciers, dont la teneur en carbone reste inférieure à 2 %, les fontes présentent une composition proche de l'eutectique du diagramme Fe-C-Si (figure 5.1). Ceci leur confère une meilleure coulabilité et en fait un alliage privilégié pour les procédés de fonderie. Elles contiennent d'autres éléments résiduels (Mn, P, Cu, S, Ni, Cr...) qui influencent leurs microstructures et leurs propriétés²⁶¹.

Leur principal atout réside dans le faible coût de production associé à une grande variété de propriétés mécaniques, qui peut être obtenue en jouant sur la composition et les conditions d'élaboration. Grâce à cette flexibilité, les fontes trouvent des applications dans de nombreux secteurs : automobile (blocs moteurs, collecteurs d'échappement, freins à disque), mécanique (engrenages, bâtis de machines-outils), ou encore énergie (canalisations, tuyauterie, pièces de stockage)²⁶¹.

Lors de leur solidification, les fontes subissent une transformation eutectique qui peut évoluer soit vers un système métastable (fer-cémentite), soit vers un système stable (fer-graphite). La compréhension de ces mécanismes s'appuie sur le diagramme de phases fer-carbone (figure 5.1).

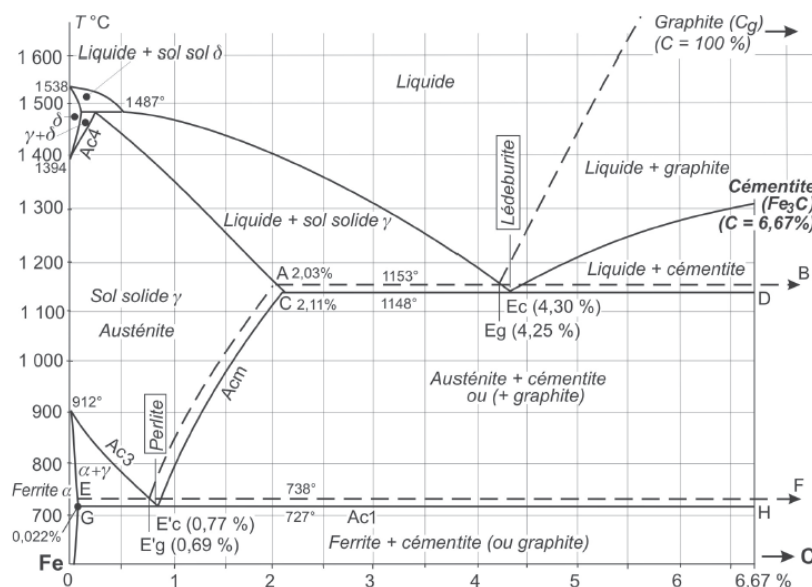


Figure 5.1 : Diagramme fer-cémentite (en traits pleins) et diagramme fer graphite (en traits interrompus)²⁶².

Dans le système métastable (fer-cémentite), le carbone se combine avec le fer pour former de la cémentite (Fe_3C). La solidification conduit alors à une microstructure riche en carbures,

conférant au matériau une dureté élevée, une résistance à la compression élevée, une bonne résistance à l'usure, mais aussi une fragilité importante et une faible usinabilité. Ces alliages sont appelés fontes blanches car la cémentite donne à leur faciès de rupture un aspect blanc brillant^{261,263}.

La solidification selon le système stable (fer-graphite) est favorisée par une teneur en silicium comprise entre 2 et 3,5 % en masse et par un refroidissement relativement lent. Le silicium agit en relevant légèrement la température de l'eutectique stable tout en abaissant nettement celle de l'eutectique métastable. Pour une teneur d'environ 3 % de silicium, l'écart entre ces deux températures est de l'ordre de 40 °C, ce qui élargit considérablement le domaine de formation du graphite. Les fontes ainsi obtenues, dites graphitiques, associent une matrice métallique riche en fer et des précipités de graphite. Leur comportement mécanique dépend fortement de la forme et de la répartition de ce graphite, un aspect essentiel puisque la fonte utilisée dans ce travail est de nature graphitique. Les différentes formes de graphites seront présentées dans la partie suivante.

2. Classification des fontes graphitiques

Selon la composition chimique, la vitesse de refroidissement et les traitements appliqués, le carbone libre (non associé à un autre élément chimique) peut se présenter sous différentes morphologies. Ces morphologies définissent les principales familles de fontes graphitiques, présentées dans les sections suivantes.

a. Fonte à graphite lamellaire (GL)

Les fontes à graphite lamellaire se caractérisent par la précipitation du carbone sous forme de lamelles qui se développent et peuvent s'interconnecter lors de la solidification. La figure 5.2 illustre les différents types de graphites lamellaires rencontrés.

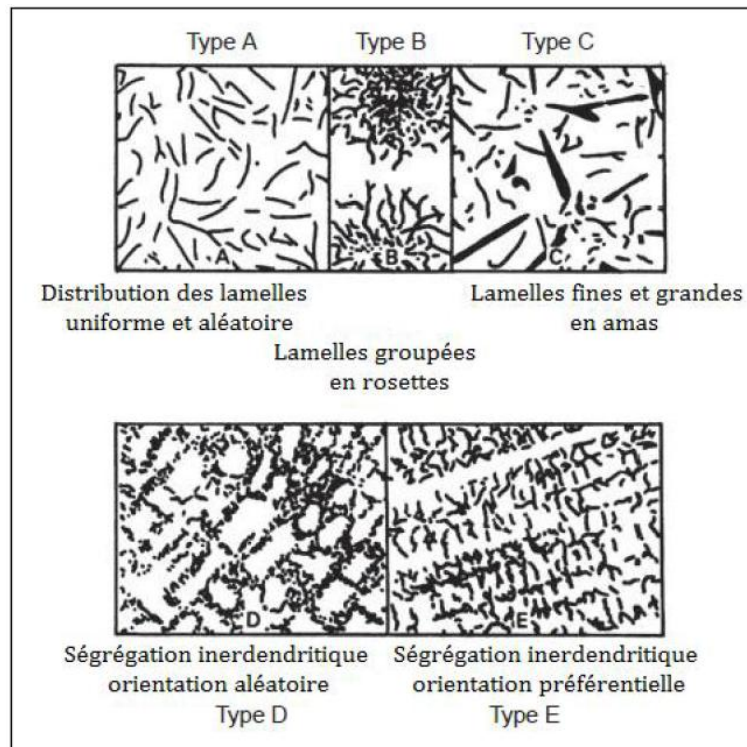


Figure 5.2: Illustration des formes de graphite lamellaire²⁶⁴.

Lorsque la solidification est relativement lente et que la composition se situe autour de l'eutectique, les lamelles de graphite se répartissent de manière uniforme et aléatoire dans la matrice (type A). Un refroidissement plus rapide, associé à des teneurs élevées en carbone et en silicium, favorise au contraire l'apparition de structures en rosette, où les lamelles se regroupent autour de zones de germination privilégiées (type B). Dans les alliages hypereutectiques solidifiés plus lentement, le graphite peut se présenter sous forme de gros amas primaires entourés d'un agrégat eutectique de lamelles plus fines (type C). Enfin, lorsque la vitesse de refroidissement est très élevée, la surfusion conduit à la formation de graphite interdendritique (type D et E) : les lamelles se développent alors entre les dendrites d'austénite, souvent avec une orientation dictée par la structure de la matrice.

Les extrémités des lamelles agissent comme des zones de concentration de contraintes : elles provoquent un effet d'entaille qui fragilise la matrice métallique. Cette fragilité limite fortement la résistance mécanique des fontes lamellaires, notamment en traction. Malgré cela, elles conservent plusieurs atouts majeurs : une excellente usinabilité, une bonne résistance à l'usure et une bonne capacité de transfert thermique.

b. Fonte à graphite sphéroïdal (GS)

Les fontes à graphite sphéroïdal, également appelées fontes ductiles, se distinguent des fontes lamellaires par la morphologie du graphite, qui se présente sous forme de nodules sphériques dispersés dans la matrice. Cette forme particulière est obtenue grâce à un traitement

métallurgique du bain liquide, consistant à introduire de faibles quantités de magnésium (parfois associées à des terres rares) dans une fonte de base préalablement désulfurée. Le magnésium agit comme élément sphéroïdisant. Dans le bain liquide, il se combine au soufre et à l'oxygène pour former des inclusions stables, puis augmente la tension superficielle du métal. Lorsque cette dernière atteint une valeur critique, le graphite ne s'allonge plus en lamelles mais cristallise sous forme de nodules. Une teneur de l'ordre de 0,03 à 0,06 % de magnésium dans une fonte contenant peu de soufre suffit à obtenir une nodularisation complète. Chaque nodule de graphite se forme ainsi de manière isolée dans le liquide, puis grossit progressivement en conservant une forme globalement sphérique (voir figure 5.3).

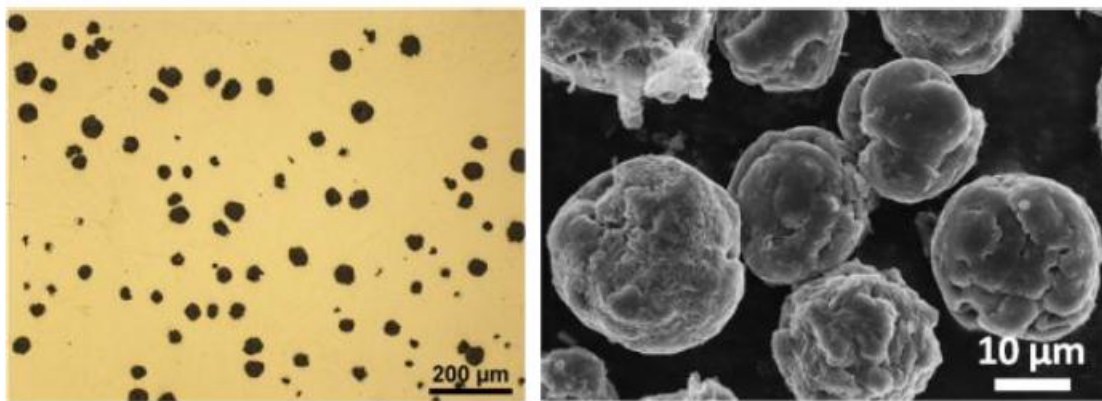


Figure 5.3 : Fonte GS observée au microscope optique, puis au MEB après dissolution de la matrice²⁶⁵.

La production de fontes à graphite sphéroïdal repose sur un équilibre délicat. Des teneurs insuffisantes en magnésium ne permettent pas une nodularisation complète, tandis qu'un excès peut provoquer la formation de carbures indésirables ou une dégénérescence du graphite. De plus, certains éléments d'alliage comme le silicium influencent fortement la stabilité de la nodularisation. Ces paramètres doivent donc être maîtrisés avec soin afin d'obtenir une microstructure homogène et reproductible.

Cette microstructure nodulaire supprime l'effet d'entaille propre aux morphologies lamellaires et confère au matériau une bien meilleure résistance mécanique en traction et une ductilité nettement supérieure.

c. Fonte à graphite vermiculaire (GV)

Les fontes à graphite vermiculaire, aussi appelées fontes à graphite compact, se distinguent par une morphologie particulière du graphite, intermédiaire entre celle des lamelles et celle des nodules (figure 5.4). Les particules apparaissent épaisses, irrégulières et présentent des extrémités arrondies qui les différencient clairement des lamelles allongées des fontes grises. Cette structure est obtenue dans des conditions de solidification situées entre celles qui conduisent au graphite lamellaire et celles qui favorisent la nodularisation. En pratique, elle

résulte d'une maîtrise fine de la composition de l'alliage : une quantité réduite d'éléments sphéroïdisants, comme le magnésium, suffit à modifier la croissance du graphite, sans toutefois aboutir à des nodules parfaits. Des combinaisons entre sphéroïdisants (Mg...) et anti-sphéroïdisants (Ti, Al...) peuvent également stabiliser cette morphologie. Il n'est pas rare de retrouver, aux côtés des particules vermiculaires, quelques lamelles ou nodules partiels dans la matrice.

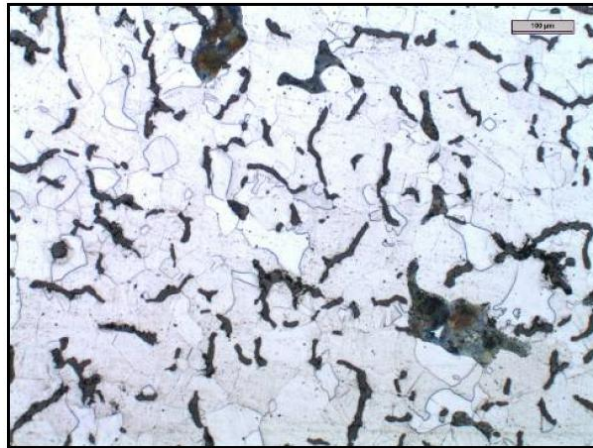


Figure 5.4 : Microstructure typique de la fonte GV avec matrice ferrito-perlitique²⁶⁶.

Sur le plan des propriétés, les fontes vermiculaires occupent une position intermédiaire entre les fontes lamellaires et les fontes sphéroïdales. L'arrondissement des extrémités de graphite limite l'effet d'entaille, ce qui améliore la résistance mécanique et la ductilité par rapport aux fontes grises. Toutefois, la continuité partielle des particules rend la matrice plus fragile que dans le cas d'une nodularisation complète, ce qui explique des performances moindres que celles des fontes sphéroïdales. Les caractéristiques thermiques constituent également un compromis intéressant : la conductivité est supérieure à celle des fontes à graphite sphéroïdal, car la morphologie vermiculaire du graphite conserve une certaine continuité du réseau carboné (comme dans le cas des fontes à graphite lamellaire), facilitant le transfert de chaleur.

Le tableau 5.1 résume les modules et la conductivité thermique qui seront utiles pour la suite.

Type de fonte	Module d'élasticité E (GPa)	Conductivité thermique ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$)
GL	105	48
GS	160	28
GV	145	37

Tableau 5.1 : Récapitulatif des propriétés mécaniques et physiques des fontes graphitiques²⁶¹.

3. Matériau d'étude

Le matériau de départ utilisé dans ce travail est une fonte commerciale de type GS 400-15, caractérisée par une résistance maximale en traction de 400 MPa et un allongement à rupture de 15 %. Elle se présente sous forme solide, sous l'aspect d'un lingot, qui sera refondu puis

utilisé pour la coulée des matériaux métalliques architecturés destinés à la fabrication des composites.

a. Préparation métallographique

Afin de caractériser la microstructure du matériau de départ, des échantillons ont été préparés selon une procédure métallographique classique. Après découpe, ceux-ci ont été enrobés dans une résine thermodurcissable afin de faciliter leur manipulation. Le polissage mécanique a été réalisé avec des papiers abrasifs de carbure de silicium de granulométries successives. Une finition a ensuite été réalisée en utilisant des disques de feutre magnétique avec des pâtes diamantées de granulométrie de plus en plus fins jusqu'à 1 μm . Après polissage, les échantillons ont été nettoyés à l'éthanol. Pour mettre en évidence les phases métalliques, une attaque de la matrice au Nital 4 (mélange de 4 % d'acide nitrique et d'éthanol) a été appliquée pendant environ 10 secondes, suivie d'un rinçage à l'eau et d'un séchage immédiat.

b. Observation microstructurale

L'observation en microscopie optique du matériau de départ révèle bien une fonte à graphite sphéroïdal (GS) à matrice ferritique, dans laquelle se dispersent des nodules de graphite quasi sphéroïdaux atteignant localement 20 μm de diamètre (figure 5.5). Cette observation sous-entend que le matériau de départ a subi des traitements thermiques permettant la nodularisation (décrit dans la section précédente sur les fontes GS). La matrice ferritique se présente sous forme de grains polyédriques. La ferrite est une solution solide de fer pratiquement exempte de carbone. En revanche, des éléments, tels que le silicium, le manganèse, le cuivre ou le nickel, peuvent s'y dissoudre.

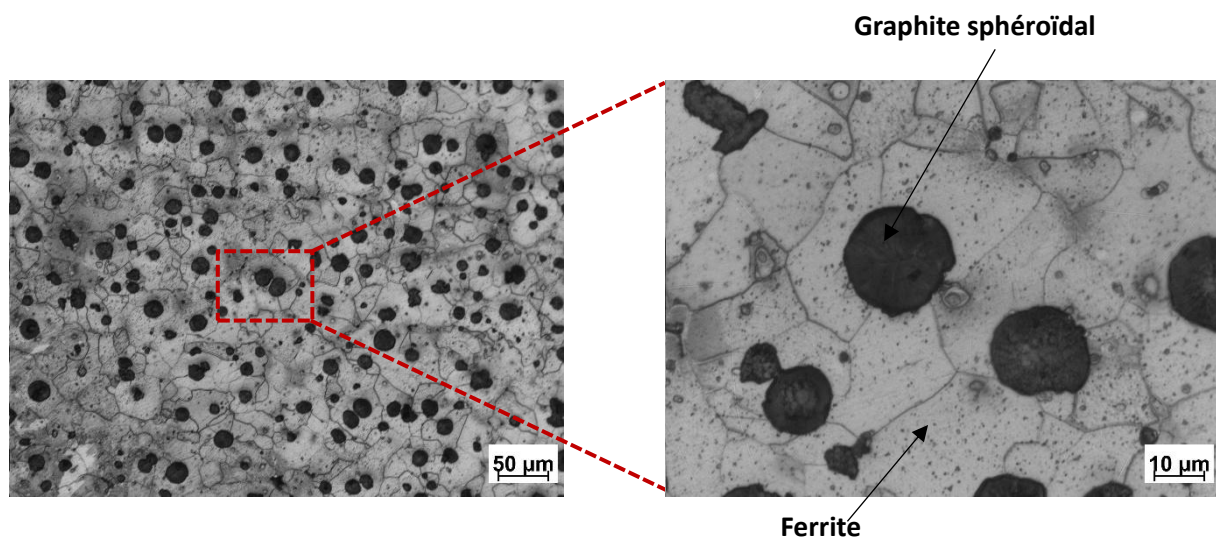


Figure 5.5 : Observation en microscopie optique de la fonte brute avant la coulée de départ.

Étant donné que l'obtention de ce type de graphite nécessite un traitement thermique, la morphologie nodulaire du graphite ne sera certainement pas maintenue après la mise en œuvre des matériaux architecturés.

c. Composition chimique

La composition chimique de la fonte utilisée est de 3,5 % de carbone et 2,4 % de silicium (% en masse). Il est courant de caractériser la composition d'une fonte par son carbone équivalent (CE), qui permet de comparer les alliages Fe–C–Si aux fontes binaires Fe–C du diagramme de phases²⁶¹. Le carbone équivalent se calcule selon la relation suivante (prenant en compte l'effet graphitisant de chaque élément) :

$$CE = \%C + \frac{\%Si}{3} \quad (E1)$$

La valeur du carbone équivalent pour notre matériau est donc $CE=4,3\%$. Cette valeur est très voisine de la composition eutectique du système fer–carbone.

Ce matériau de départ servira donc à la fabrication des matériaux architecturés qui sera abordée dans la partie suivante.

II. Fabrication des matériaux architecturés

L'objectif de cette partie est de fabriquer des matériaux architecturés en fonte présentant les mêmes géométries que celles élaborées et étudiées au chapitre 3. Pour rappel, il s'agit d'échantillons se présentant sous la forme de cylindres constitués de volume élémentaire représentatif cubique, assemblés de manière périodique. La nomenclature utilisée sera la même que celles du chapitre 3 à savoir : Fo2p1 désigne par exemple un matériau architecturé en fonte dont les cellules cubiques ont une arête interne de 2 mm et des poutres d'un diamètre de 1 mm.

Le procédé utilisé pour l'élaboration des matériaux architecturés en fonte reprend ainsi la même démarche que celle décrite au chapitre 3 pour les matériaux architecturés en aluminium. Les géométries ont été dessinées, puis imprimées en résine castable afin de produire des préformes. Celles-ci ont ensuite été moulées dans du plâtre. Dans le cas de la fonte, un plâtre spécifique a été utilisé : le Pro HT Platinum (GRS), dont la résistance thermique est plus élevée que celle du plâtre utilisé précédemment pour l'aluminium. Le traitement thermique du plâtre se fait selon des conditions définies par le fournisseur (figure 5.6). Il est important de noter que l'utilisation d'un moule en plâtre pour la coulée de fonte est peu courante, la fonderie de fonte étant traditionnellement réalisée dans des moules en sable.

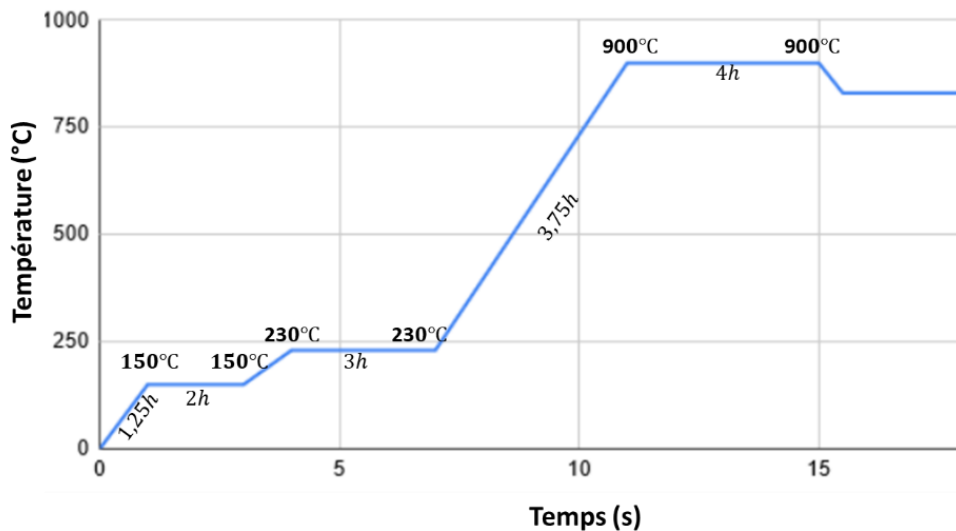


Figure 5.6 : Cycle thermique de cuisson du plâtre Pro HT Platinum²⁶⁷.

Contrairement au cycle thermique précédemment appliqué, celui utilisé ici se distingue principalement par une température de consolidation du plâtre plus élevée, portée à 900 °C (pendant 4 h). Ce palier permettra ainsi de conférer au plâtre sa résistance mécanique et ses propriétés réfractaires. Ensuite, une descente contrôlée permet de stabiliser le moule à la température souhaitée pour la coulée. Dans le cas de la fonte, le moule a été préchauffé et maintenu à 900 °C afin de faciliter l'infiltration de la structure par la fonte liquide avant sa solidification.

Pour l'étape de coulée, la fonte a été fondue à 1550 °C puis coulée à 1350 °C. Ces conditions ont été optimisées pour permettre une bonne infiltration du métal liquide dans les empreintes du moule. La Figure 5.7 illustre des exemples de pièces obtenues après décochage et lavage.

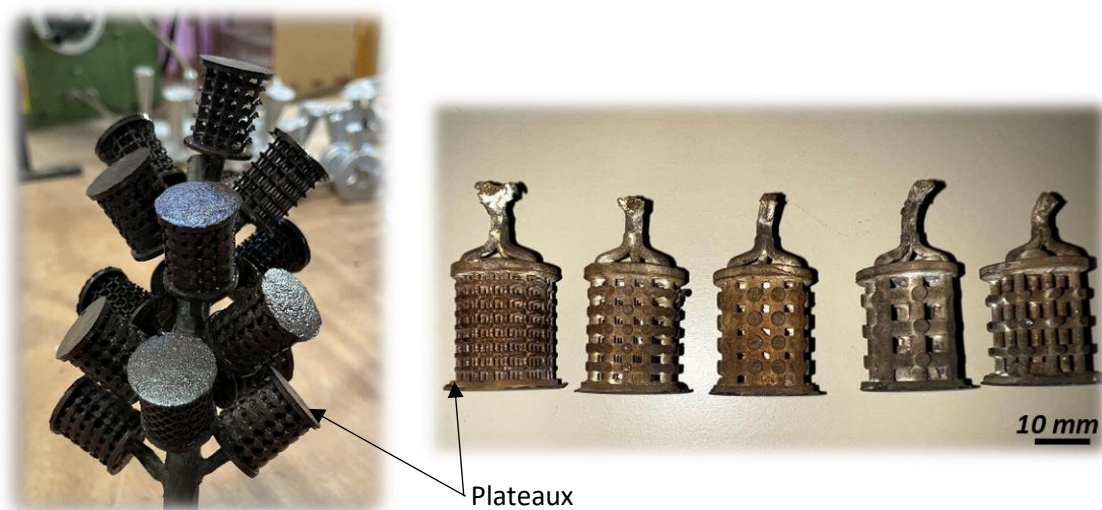


Figure 5.7 : Pièces en fonte obtenues après décochage et lavage.

Les images montrent un aspect légèrement jaunâtre à la surface des pièces, probablement lié à une oxydation en surface, phénomène couramment observé sur les pièces en fonte. Il est également à noter que le nettoyage des structures en fonte s'est avéré plus difficile que celui des structures en aluminium. En effet, le plâtre est ici plus dur rendant son élimination complète à l'eau moins efficace. Ainsi il n'est pas exclu qu'on puisse retrouver des traces de plâtre résiduels à l'intérieur des structures.

Les mesures de densité par double pesée indiquent un taux de porosité d'environ 4 % pour les pièces en fonte, une valeur proche de celle obtenue pour les pièces en aluminium (3 %).

Il est à noter qu'aucun traitement thermique n'a été appliqué aux pièces après la coulée.

III. Analyses microstructurales post-coulée

Une première observation au microscope optique a été menée sur les plateaux situés aux extrémités des pièces (voir figure 5.7). Alors que le matériau de départ était une fonte à graphite sphéroïdal, les micrographies révèlent une microstructure différente : la morphologie du graphite y est essentiellement lamellaire (figure 5.8). Autrement dit, la nodularisation initiale n'a pas été conservée. Ce résultat était prévisible puisque, lors de la coulée, aucun ajout d'éléments sphéroïdisants comme le magnésium n'a été réalisé, favorisant ainsi la reformation de graphite lamellaire.

Ce changement de morphologie en graphite lamellaire est retrouvé aussi à l'échelle des matériaux architecturés (quelle que soit la taille des poutres) et sera discuté ultérieurement.

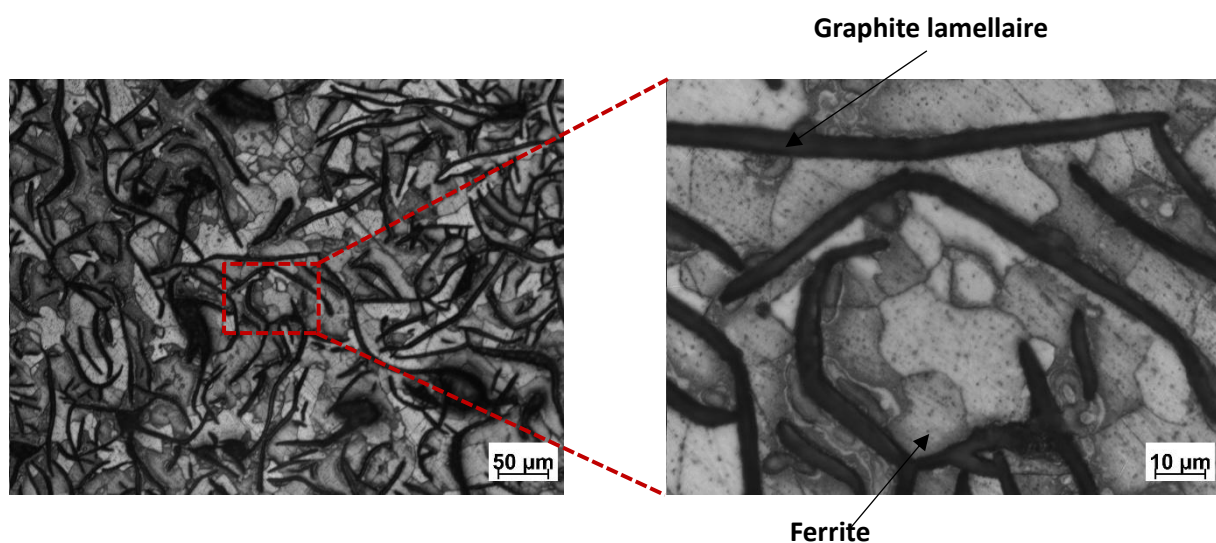


Figure 5.8 : Observation en microscopie optique des plateaux obtenus après coulée.

Le changement de microstructure observé est susceptible d'influencer directement les propriétés mécaniques des matériaux architecturés obtenus. La suite de ce chapitre sera consacrée à la mise en forme des composites.

IV. Mise en forme de composites UHMWPE/Fonte

Comme détaillé au chapitre 3, la mise en forme des composites débute par une étape de densification du polymère. Les conditions de densification optimisées pour les systèmes UHMWPE/Aluminium ont été directement appliquées aux composites UHMWPE/Fonte.

Les mesures de masse volumique obtenues pour la partie polymère varient de $0,75 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ pour le composite CoFo2p3 (*pour rappel composite constitué d'un matériau architecturé en fonte dont les cellules cubiques ont une arête interne de 2 mm et des poutres d'un diamètre de 3 mm*) à $0,85 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ pour le composite CoFo4p2. Rapportées à la masse volumique théorique de l'UHMWPE ($0,93 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$), ces valeurs correspondent à des taux de porosité dans le polymère compris entre 9 et 19 %.

Les résultats obtenus sont proches de ceux des composites architecturés en aluminium, indiquant que le passage à la fonte n'a pas d'effet notable sur la densification du polymère et ce malgré la différence de rigidité et de rugosité de surface plus importante.

Par ailleurs, aucune observation post-densification par tomographie RX n'a été réalisée afin de vérifier l'éventuelle déformation ou endommagement des structures. Cependant, la limite élastique plus élevée de la fonte par rapport à celle de l'aluminium permet de supposer que l'étape de densification du polymère n'a pas endommagé la structure métallique.

La seconde étape du procédé correspond à la chauffe par induction.

Chauffe par induction

Nous rappelons que cette étape a pour objectif d'utiliser l'induction comme méthode de fusion rapide de l'UHMWPE. Le matériau architecturé métallique sert de vecteur de chauffe, permettant d'atteindre rapidement la température de fusion du polymère ($\sim 1 \text{ min}$) dans l'ensemble du matériau. Grâce à l'explosion à la fusion, il y aura diffusion des chaînes à travers les interfaces et formation d'enchevêtrements, nécessaire au frittage de poudres natives de UHMWPE.

Dans la suite, l'analyse portera d'abord sur les profils de chauffe de la partie métallique du composite, puis sur ceux du polymère. Ils ont tous été recouverts de peinture noire (afin d'homogénéiser l'émissivité) puis chauffés à 0,6 kW dans le même inducteur ($f=155 \text{ kHz}$) que celui utilisé au chapitre 3, afin de les comparer aux structures en aluminium.

a. Profils de chauffe de la partie métallique dans les composites

Les vitesses de chauffe ont été déterminées à partir des pentes des courbes température-temps, en considérant une montée en température linéaire jusqu'à 200 °C. Les mesures ont été répétées 2 fois.

i. Effet de peau et d'écrantage

Pour évaluer l'effet d'écrantage, des mesures de température en surface ont été réalisées en différentes positions sur la surface de la structure métallique. La figure 5.9 illustre un exemple représentatif pour la structure CoFo2p3, avec le schéma des points de mesure et les profils thermiques correspondants.

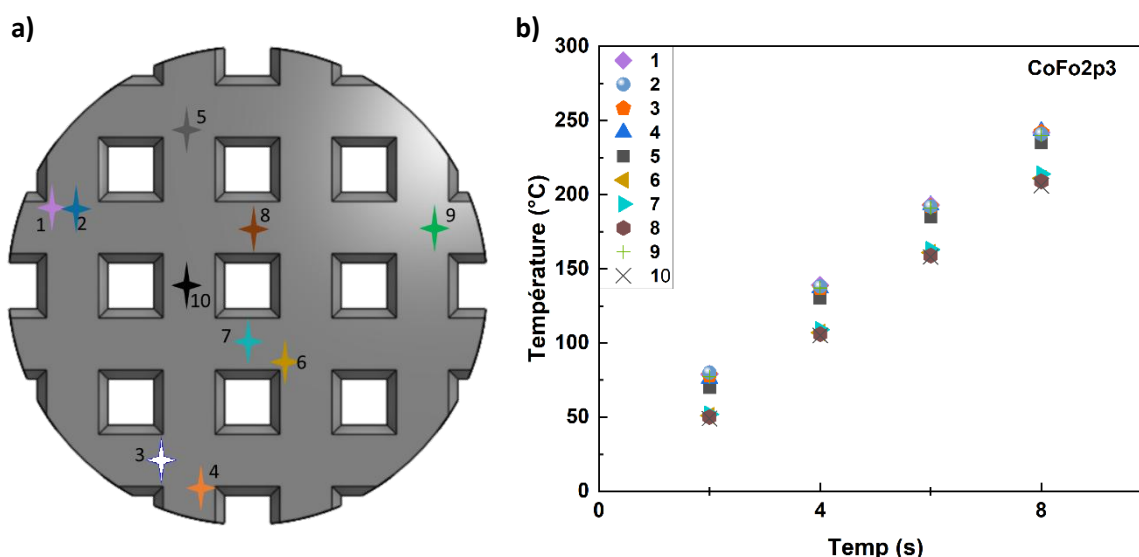


Figure 5.9 : a) Vue de dessus de la structure métallique CoAl2p3 montrant les points de mesure ; b) Profils de températures mesurées.

Les résultats montrent qu'il n'y a pas d'écarts significatifs entre les températures relevées au cœur des poutres et à leurs extrémités (positions 1 et 2 par exemple ; 4 et 3 et 6 et 7).

Par ailleurs, les points situés à la périphérie de la structure (1,2,3,4,5 et 9) atteignent les températures les plus élevées. À titre d'exemple, l'écart entre 1 (en périphérie) et 7 (au cœur de la structure) est d'environ 30 °C dès 2 s, et atteint près de 40 °C à 8 s. Ces observations suggèrent un effet d'écrantage au sein de la structure : les poutres situées en périphérie limitent la pénétration du champ magnétique dans les autres poutres du cœur de l'échantillon ce qui ralentit leur montée en température. Cet effet n'a pas été observé dans le cas des structures en aluminium.

Ce comportement s'explique par la nature ferromagnétique de la fonte, caractérisée par une perméabilité magnétique élevée. Lors de la chauffe par induction, le flux magnétique se

concentre préférentiellement dans les zones périphériques, qui absorbent une partie du champ appliqué. Les poutres au cœur se trouvent alors partiellement « écrantées » du champ, ce qui limite les courants de Foucault et ralentit leur montée en température par rapport à celles situées en périphérie.

ii. Influence de la géométrie de la structure et du matériau

Pour analyser l'influence de la géométrie, trois structures CoFo2p1, CoFo2p3 et CoFo4p3 ont été chauffées dans les mêmes conditions de puissance. Les profils de chauffe ont été représentés pour les poutres en périphérie des structures (figure 5.10.a) et pour celles situées au centre de la structure (figure 5.10.b) étant donné les différences dues à l'écrantage.

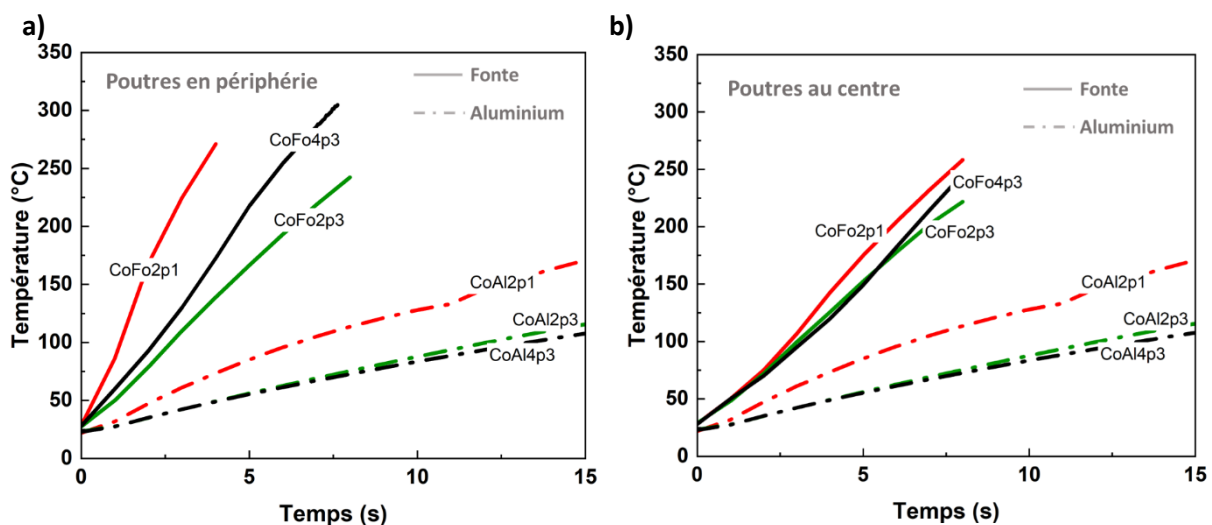


Figure 5.10 : Influence de la géométrie de la structure et du matériau sur la chauffe ;
a) Poutres en périphérie, b) Poutres au centre.

Dans un premier temps, l'observation des figures 5.10.a et 5.10.b montre que, pour l'ensemble des structures en fonte considérées, les poutres situées en périphérie chauffent plus rapidement que celles localisées au centre de la structure. Cette différence de comportement thermique est liée au phénomène d'écrantage (déjà mis en évidence précédemment) qui limite la pénétration du champ électromagnétique et donc l'échauffement au sein des poutres au centre de la structure.

Dans un deuxième temps, les résultats montrent que les poutres de 1 mm chauffent plus rapidement que les poutres épaisses. Cette tendance, déjà observée pour les structures en aluminium, s'explique par la répartition des courants de Foucault : dans les poutres fines, la majeure partie du volume est directement traversée par ces courants, ce qui favorise une chauffe rapide. À l'inverse, dans les poutres plus épaisses, une fraction plus importante du volume est chauffée par conduction à partir de la périphérie, ce qui ralentit la montée en

température. Ce comportement souligne que l'effet de la géométrie est présent quel que soit le matériau constitutif de l'architecture métallique.

Par ailleurs, nous nous attendions à observer des vitesses de chauffe similaires pour les structures CoFo2p3 et CoFo4p3, celles-ci ne différant que par la longueur de l'arête interne de la cellule, comme cela avait été constaté pour les structures en aluminium. Cependant, les résultats obtenus montrent que la structure CoFo4p3 chauffe plus vite que CoFo2p3. L'origine de cette différence n'est pas clairement établie à ce stade. Plusieurs hypothèses peuvent néanmoins être avancées :

- La structure CoFo2p3 présente une fraction volumique de métal plus importante, ce qui pourrait conduire à une chauffe moins rapide d'autant plus que la fonte, de par sa nature ferromagnétique, interagit fortement avec le champ inductif.
- Cette même nature ferromagnétique pourrait également engendrer des interactions magnétiques locales entre poutres proches. Dans les architectures plus denses (type Fo2p3), la proximité entre les poutres pourrait induire des interactions magnétiques²⁶ : lorsqu'une poutre est soumise au champ, elle induit à son tour un champ secondaire qui perturbe celui appliqué aux poutres voisines. Donc les champs vont s'influencer les uns les autres ce qui pourrait avoir un effet sur les vitesses de chauffe. À l'inverse, dans les structures plus ouvertes (CoFo4p3), le champ circule plus librement entre les poutres.

Ces éléments constituent ainsi des pistes d'explications. Par ailleurs, il est à noter que ces différences de vitesses de chauffe entre CoFo2p3 et CoFo4p3 sont moins importantes en considérant les poutres au centre de la structure (voir figure 5.10.b).

Enfin, les résultats de la figure 5.10 montrent que pour une géométrie identique, les structures en fonte chauffent beaucoup plus rapidement (vitesses de chauffe environ 5 fois supérieures) que celles en aluminium.

Les valeurs des vitesses de chauffe estimées à partir des courbes sur la figure 5.10 sont récapitulées dans les tableaux 5.2. Les colonnes en gris rappellent les vitesses de chauffe obtenues dans le cas des structures en aluminium.

Composite	CoFo2p1	CoFo2p3	CoFo4p3	CoAl2p1	CoAl2p3	CoAl4p3
Vitesse (°C/s)	50	35	40	9	5	5

Tableau 5.2.a : Récapitulatif des vitesses de chauffe des matériaux architecturés métalliques (dans le composite) mesurées en périphérie.

Composite	CoFo2p1	CoFo2p3	CoFo4p3	CoAl2p1	CoAl2p3	CoAl4p3
Vitesse (°C/s)	35	30	30	9	5	5

Tableau 5.2.b : Récapitulatif des vitesses de chauffe des matériaux architecturés métalliques (dans le composite) mesurées au centre de la structure.

Ces différences de vitesse de chauffe s'expliquent par les propriétés électromagnétiques distinctes des deux matériaux. L'aluminium est un bon conducteur électrique, mais il n'a pas de propriétés magnétiques. Sa chauffe par induction repose donc uniquement sur les courants de Foucault générés à la surface du matériau.

S'agissant de la fonte, elle est non seulement conductrice, mais également ferromagnétique. Cette caractéristique a deux conséquences directes :

- Augmentation du champ magnétique dans le matériau

Le chauffage par induction repose sur la génération de courants de Foucault dans le matériau, dont la puissance dissipée est proportionnelle au champ magnétique (Cf chapitre 3). Or, le champ B dans le matériau est lié au champ magnétique exciteur H par la relation suivante :

$$B = \mu \cdot H \quad (E1)$$

Avec $\mu = \mu_0 \mu_r$ où μ_0 est la perméabilité du vide et μ_r la perméabilité relative du matériau. Dans le cas de l'aluminium, $\mu_r = 1$. Tandis que pour la fonte, μ_r peut atteindre plusieurs centaines (selon la composition et la structure). Ainsi, pour un même champ exciteur H , le champ B dans la fonte est plus intense que dans l'aluminium.

- Pertes supplémentaires par hystérésis

La fonte étant ferromagnétique, sa microstructure est organisée en domaines magnétiques. Ces domaines correspondent à des zones où les moments magnétiques atomiques sont spontanément alignés, ce qui confère au matériau une forte perméabilité magnétique. Lorsqu'un champ magnétique alternatif est appliqué (cas de l'induction), ces domaines doivent se réorienter périodiquement pour suivre les variations du champ exciteur H . Or, cette réorganisation ne se fait pas de façon parfaitement réversible et entraîne une dissipation d'énergie sous forme de chaleur. Ces pertes sont représentées par l'aire de la boucle d'hystérésis du matériau²²¹ :

$$W_{hyst} = \oint H dB \quad (E2)$$

Où l'intégrale est effectuée sur un cycle complet de variation du champ. W_{hyst} correspond alors à l'énergie dissipée par unité de volume à chaque cycle.

Si la fréquence du champ est f , la puissance volumique dissipée par hystérésis (P_{hyst}) est :

$$P_{hyst} = f \cdot W_{hyst} \quad (E3)$$

En pratique, ces pertes sont souvent modélisées par la loi empirique de Steinmetz²²¹ :

$$P_{hyst} \propto f \cdot B_p^\alpha \quad (E4)$$

Où α est un paramètre qui est généralement compris entre 1,6 et 2. B_p est l'amplitude du champ magnétique au sein du matériau.

Ainsi, dans un matériau ferromagnétique comme la fonte, l'échauffement provient de plusieurs mécanismes : d'une part, les courants de Foucault y sont d'intensité plus élevée, en raison d'un champ magnétique interne plus fort. D'autre part, des pertes supplémentaires par hystérésis magnétique se produisent, caractéristiques des matériaux ferromagnétiques soumis à un champ alternatif. Enfin, la résistivité électrique plus élevée de la fonte par rapport à l'aluminium contribue également à accroître la dissipation thermique.

La combinaison de ces effets explique pourquoi la fonte chauffe plus rapidement que l'aluminium sous des conditions de chauffe identiques.

b. Profils de chauffe de la partie polymère dans les composites

Cette section présente l'évolution de la température pour les composites CoFo2p1, CoFo2p3 et CoFo4p3 soumis à la chauffe par induction.

Comme cela a été montré précédemment, toutes les poutres de la structure ne chauffent pas de la même manière : la vitesse de chauffe dépend notamment de leur position au sein de la structure. Ceci a donc été pris en compte dans l'analyse en distinguant deux points de mesure sur la phase métallique (autour de chaque cellule), notés M et m, comme illustré sur la figure 5.11.a. Par ailleurs, dans les graphiques présentés dans la suite, seul le profil du métal en M (celui qui monte le plus haut en température) est représenté pour plus de lisibilité. Cependant, dans les simulations les deux points de mesures ont bien été pris en compte pour chacune des cellules

Dans un premier temps, pour chaque composite, l'analyse porte sur la température de la phase métallique en M (c'est à dire celui qui monte le plus haut en température) ainsi que sur celle du polymère en surface, mesurée au centre de la cellule (notée S_c), qui correspond à la région de la surface du composite la plus éloignée du métal (figure 5.11.a). Les températures ont été relevées à la fois pour une cellule en périphérie et pour une cellule au centre de la structure (illustration figure 5.11.b). Ainsi, chaque composite présente deux profils de chauffe distincts, à l'exception du composite CoFo4p3, qui ne comporte que quatre cellules toutes équidistantes du centre du composite.

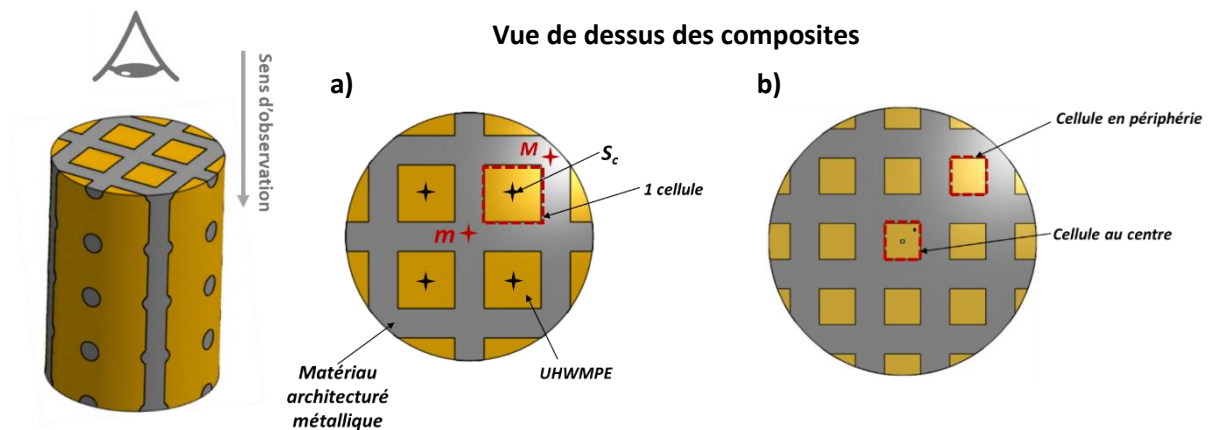


Figure 5.11 : Illustration des positions en surface ; a) du polymère au centre de la cellule (plus éloigné du métal) et b) des cellules en périphéries et au centre.

Dans un deuxième temps, des simulations numériques ont été réalisées en utilisant les paramètres optimisés dans le chapitre 3. Concrètement, il s'agit d'utiliser le profil expérimental de chauffe du métal (M et m) comme paramètre d'entrée et d'appliquer des conditions aux limites de convection et de rayonnement ainsi que d'ajouter la conductance thermique de contact entre le polymère et le métal. L'objectif de la simulation est alors d'accéder à l'évolution de la température au cœur du composite (noté C) et au plus proche du métal (noté E), zones inaccessibles expérimentalement. La figure 5.12 rappelle les différentes positions d'intérêt retenues pour cette analyse, avec S_c la température en surface au centre de la cellule.

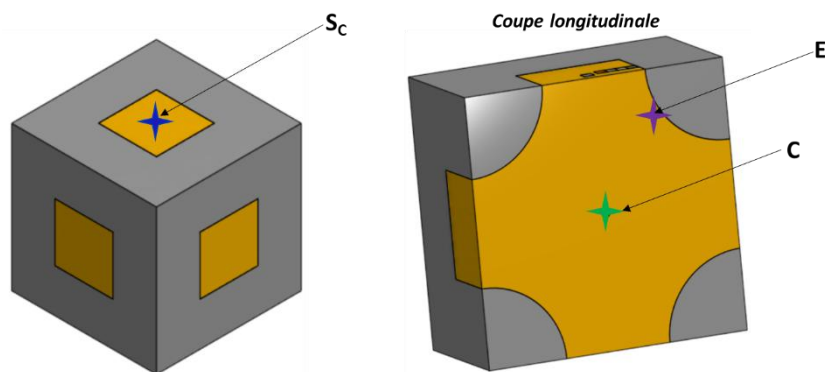


Figure 5.12 : Illustration des différents points de mesures en simulation.

Tous les résultats sont présentés sur la figure 5.13.

Les résultats montrent que les températures simulées en surface (S_c) reproduisent les profils expérimentaux, quel que soit le composite. Cette concordance confirme la validité du modèle numérique et la pertinence des paramètres d'entrée retenus.

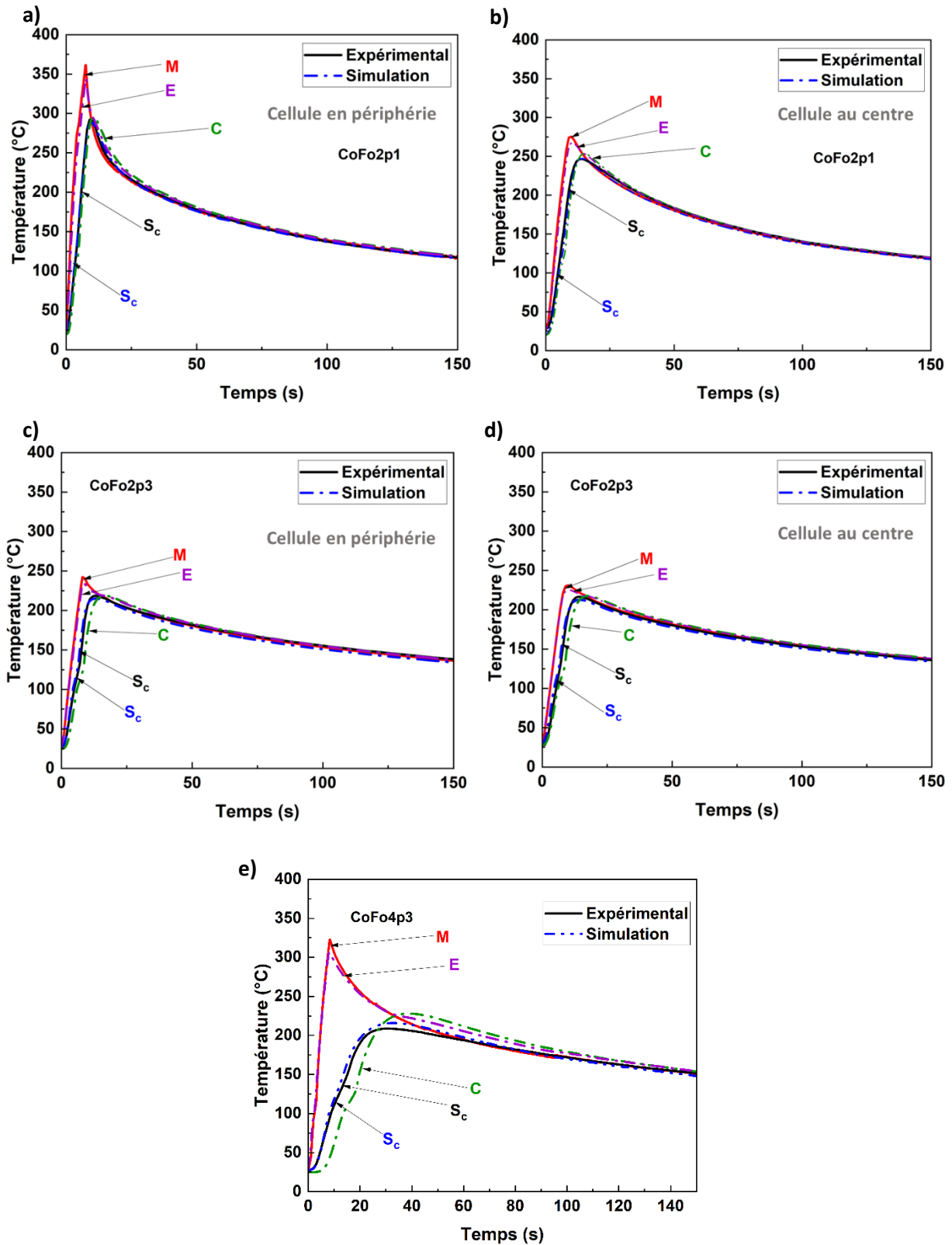


Figure 5.13 : Profils de chauffe expérimentaux et simulés des composites (le profil du métal (M) présenté ici est une moyenne des différents points de mesure) ; a) CoFo2p1 en périphérie, b) CoFo2p1 au centre, c) CoFo2p3 en périphérie, d) CoFo2p3 au centre et d) CoFo4p3.

De manière générale, quel que soit le composite considéré, le polymère en E suit une évolution thermique proche de celle du métal. Cela indique un transfert thermique rapide à l'interface métal/polymère. Il est important de souligner que pour les composites CoFo2p1 (figure 5.13.a) et CoFo2p3 (figure 5.13.e), le polymère en E atteint une température maximale supérieure à la température de dégradation du polymère déterminée en ATG (≈ 270 °C à 10 °C/min). Cependant, les conditions de chauffe sont radicalement différentes : la vitesse de chauffe en ATG est d'environ $0,17$ °C/s, alors qu'elle atteint ici 50 °C/s, soit près de 300 fois plus rapide. Concrètement le polymère ici ne passe que 4 s au-dessus de la température de dégradation. On peut donc supposer que, malgré les températures élevées atteintes localement, la cinétique extrêmement rapide de la chauffe par induction limite fortement la dégradation effective du polymère. En cas de dégradation éventuelle, elle resterait tout de même très localisée au niveau des interfaces polymère/métal.

L'analyse des courbes montre également que, pour un même composite, des différences de vitesse de chauffe apparaissent entre le polymère situé dans la cellule périphérique et celui placé dans la cellule au centre de la structure (figure 5.13.a/5.13.b et figure 5.13.c/5.13.d). Cette différence s'explique par la variation de la vitesse de chauffe du métal, déjà mise en évidence précédemment qui résulte de l'effet d'écrantage.

On note également une diminution de la vitesse de chauffe du polymère au centre de la cellule (en Sc) comparé au polymère en contact avec la fonte (en E). Cette vitesse est d'autant plus faible que la taille de la cellule est importante (comparaison composite CoFo2p3 de la figure 5.13.c et CoFo4p3 de la figure 5.13.e). Les vitesses de chauffe des différents composites sont récapitulées dans le tableau 5.3.a) pour les cellules en périphérie et 5.3.b) pour les cellules au centre de la structure (voir figure 5.11.b pour illustration de la position de la cellule).

Composite	v_M (°C/s)	v_E (°C/s)	v_{Sc} (°C/s)
CoFo2p1	50	50	35
CoFo2p3	35	35	20
CoFo4p3	40	40	10

Tableau 5.3.a : Récapitulatif des vitesses de chauffe des composites à base de fonte en périphérie.

Composite	v_M (°C/s)	v_E (°C/s)	v_{Sc} (°C/s)
CoFo2p1	35	35	25
CoFo2p3	30	30	18
CoFo4p3	30	30	10

Tableau 5.3.b : Récapitulatif des vitesses de chauffe des composites à base de fonte au centre du composite.

À l'interface avec le métal, la vitesse de montée en température est quasi identique à celle du métal. En revanche, dès 1 à 2 mm de distance (dans le polymère) par rapport à l'interface

métal/polymère, la vitesse décroît fortement (de 50 à 35 °C/s pour CoFo2p1 par exemple), malgré la continuité du matériau. Ce comportement traduit un régime de diffusion thermique « transitoire » : La chauffe rapide du métal induit un flux que seule la fine couche de polymère en contact avec le métal peut suivre quasi instantanément. La propagation de la chaleur vers le cœur est ensuite limitée par la faible diffusivité thermique du polymère, ce qui entraîne un retard de plusieurs secondes sur les zones plus éloignées du métal. Ce retard est d'autant plus marqué que la vitesse de chauffe du métal est grande et que la distance de diffusion dans le polymère est importante.

Dans le cas de l'aluminium, la chauffe plus progressive (~5 °C/s) laisse à la température le temps de diffuser au sein du polymère, expliquant l'absence de gradient marqué pour le pas de temps utilisé. Ici, la vitesse de chauffe beaucoup plus élevée de la fonte (~30 °C/s) exacerbe le gradient thermique au sein du polymère.

Grâce aux simulations numériques, on peut évaluer d'une part le gradient de température entre les positions E et C du polymère (qui renseigne sur l'homogénéité de la chauffe dans la cellule) et d'autre part, le temps passé par le polymère au-dessus de 150 °C, associé à la fusion de l'UHMWPE. Les valeurs correspondantes sont récapitulées dans le tableau 5.4.

Composite	Gradient de température E-C (°C)	Durée en E pour $T > 150^{\circ}\text{C}$ (s)	Durée en C pour $T > 150^{\circ}\text{C}$ (s)
CoFo2p1	45	80	82
CoFo2p3	10	104	108
CoFo4p3	70	137	139

Tableau 5.4.a : Récapitulatif des informations tirées de la simulation dans le cœur des cellules en périphérie.

Composite	Gradient de température E-C (°C)	Durée en E pour $T > 150^{\circ}\text{C}$ (s)	Durée en C pour $T > 150^{\circ}\text{C}$ (s)
CoFo2p1	15	80	78
CoFo2p3	5	108	105
CoFo4p3	70	137	139

Tableau 5.4.b : Récapitulatif des informations tirées de la simulation dans le cœur des cellules au centre du composite.

Ces résultats montrent que le gradient thermique varie fortement selon la géométrie : il est d'environ 10 °C pour le composite CoFo2p3 et atteint près de 70 °C pour CoFo4p3 (voir tableau 5.4.a). Le gradient thermique devient en revanche moins marqué pour les cellules situées au centre de la structure (voir tableau 5.4.b). Ceci s'explique par les vitesses de chauffe du métal qui devient moins importantes (par rapport à la périphérie) lorsqu'on est au centre du composite.

Afin d'évaluer l'influence de l'espacement entre les poutres métalliques sur la diffusion de la chaleur (variation de l'arête interne), des simulations ont été réalisées sur des composites

simplifiés constitués de deux poutres séparées par une épaisseur variable de polymère (2 et 4 mm). Les profils de température du polymère mesurés en prenant comme vitesse de chauffe des poutres 35 °C/s (cas du composite CoFo2p3 en périphérie, figure 5.13.c) sont présentés à la figure 5.14.

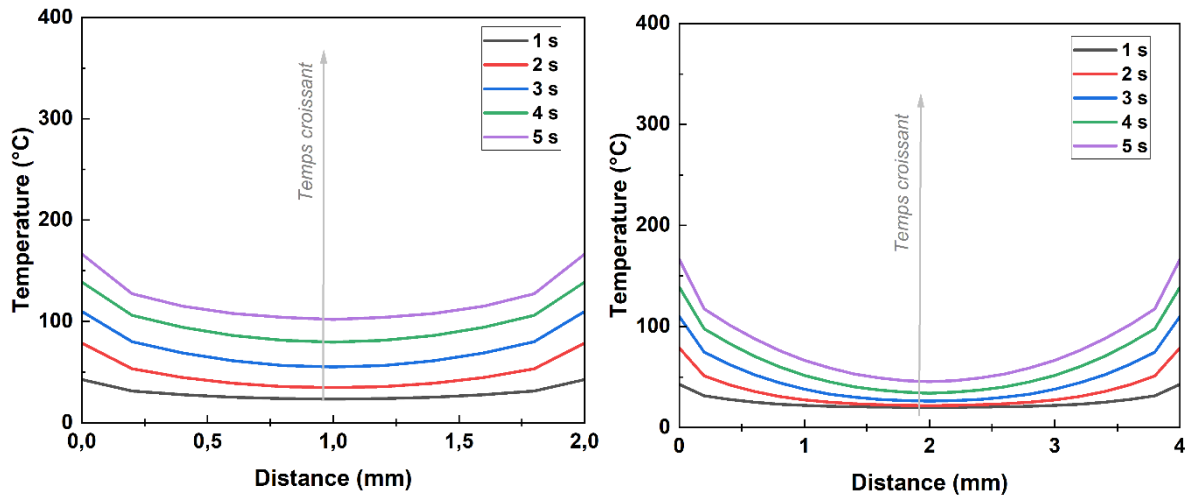


Figure 5.14 : Évolution de la température du polymère au sein du composite en fonction de la distance au métal.

Comme attendu les courbes présentent une forme en cuvette caractéristique d'un fort gradient thermique à travers l'épaisseur de polymère et ce peu importe la durée de chauffe. Par ailleurs, on observe que, même au voisinage immédiat de l'interface (à 0,2 mm), la température n'est pas uniforme. Ce résultat traduit la faible diffusivité thermique de l'UHMWPE, qui ne permet pas un transfert instantané de la chaleur depuis le métal chauffé.

Comparé aux structures en aluminium, les profils obtenus pour les composites à base de fonte montrent un gradient thermique exacerbé due à la cinétique de chauffe beaucoup plus rapide de la fonte.

Enfin, l'étape suivante a consisté à réaliser le frittage sous pression. Ce traitement a permis de réduire la porosité dans le polymère : elle passe en moyenne d'environ 19 % à 7 % pour les composites constitués des matériaux architecturés à cellule de 2 mm, et d'environ 9 % à 4 % pour ceux constitués des cellules de 4 mm. Les valeurs de porosité obtenues restent proches de celles mesurées pour les composites à architectures en aluminium (6 % et 3 %). Visuellement, la figure 5.15 montre un aspect translucide de l'échantillon, indicateur d'un UHMWPE ayant perdu son état natif ce qui est confirmé par les mesures de DSC. En outre, il n'y a pas d'évidence de dégradation d'un point de vue macroscopique.

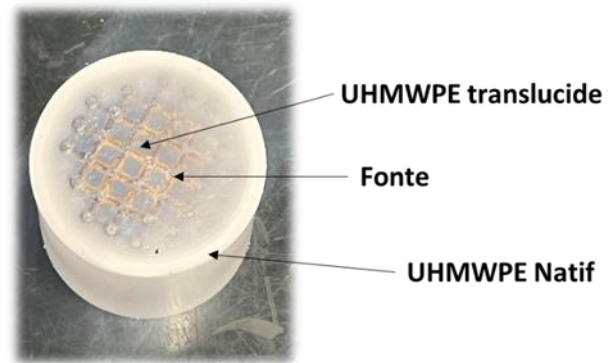


Figure 5.15 : Photographie des composites après frittage.

Cette partie consacrée à la mise en forme des composites UHMWPE/Fonte a montré que les procédés développés pour les composites UHMWPE/Aluminium pouvaient être transposés avec succès. La principale différence réside dans la chauffe par induction qui est beaucoup plus rapide ici en raison du caractère ferromagnétique de la fonte. Par ailleurs, les tendances liées à l'influence de la géométrie restent similaires à celles observées au chapitre 3. La suite du travail sera dédiée à la caractérisation mécanique des composites.

V. Caractérisation mécanique

Dans cette partie, nous aborderons dans un premier temps la caractérisation mécanique des matériaux architecturés métalliques en fonte et dans un deuxième temps celle des composites. Chaque essai a été répété deux fois, et les résultats sont représentatifs du comportement observé.

1. Caractérisation des matériaux architecturés

a. Réponse mécanique en compression

La figure 5.16 présente les courbes contrainte-déformation obtenues en compression pour les cinq structures architecturées en fonte testées jusqu'à 30 % de déformation. Comme attendu, l'allure générale est caractéristique des matériaux architecturés : un premier régime élastique, suivie d'une augmentation de la contrainte jusqu'à un maximum, puis de chutes successives de la contrainte liée à la destruction des cellules de la structure.

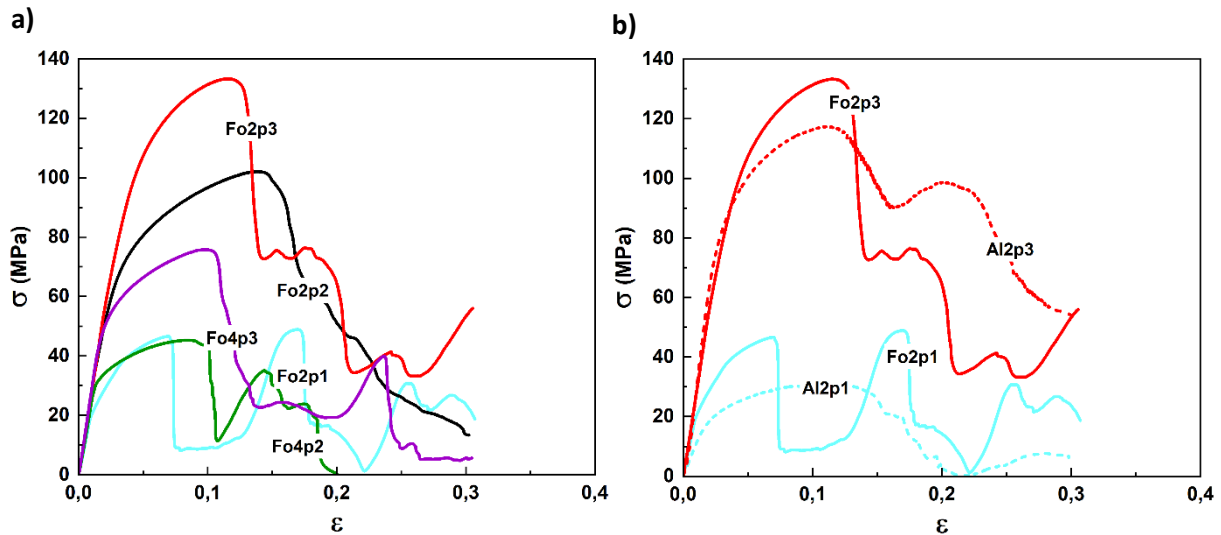


Figure 5.16 : Courbe Contrainte-déformation en compression de ; a) toutes les architectures en fonte, b) Comparaison avec l'aluminium.

Globalement, on observe des niveaux de contrainte plus élevés pour les structures en fonte que pour celles en aluminium. Une autre différence majeure par rapport aux structures en aluminium concerne l'ampleur de la première chute de contrainte (voir figure 5.16.b pour illustration) : dans les matériaux architecturés en fonte, celle-ci atteint plus de 50 MPa (Fo2p3), alors qu'elle ne dépassait pas 30 MPa (Al2p3) pour les matériaux architecturés en aluminium.

Afin de mieux évaluer les différences de comportement entre les structures en fonte et celles en aluminium, l'évolution du module élastique (E), de la contrainte maximale (σ_{max}) et de l'énergie d'absorption (W) en fonction de la fraction volumique de métal (χ) ont été représentées sur la figure 5.17.

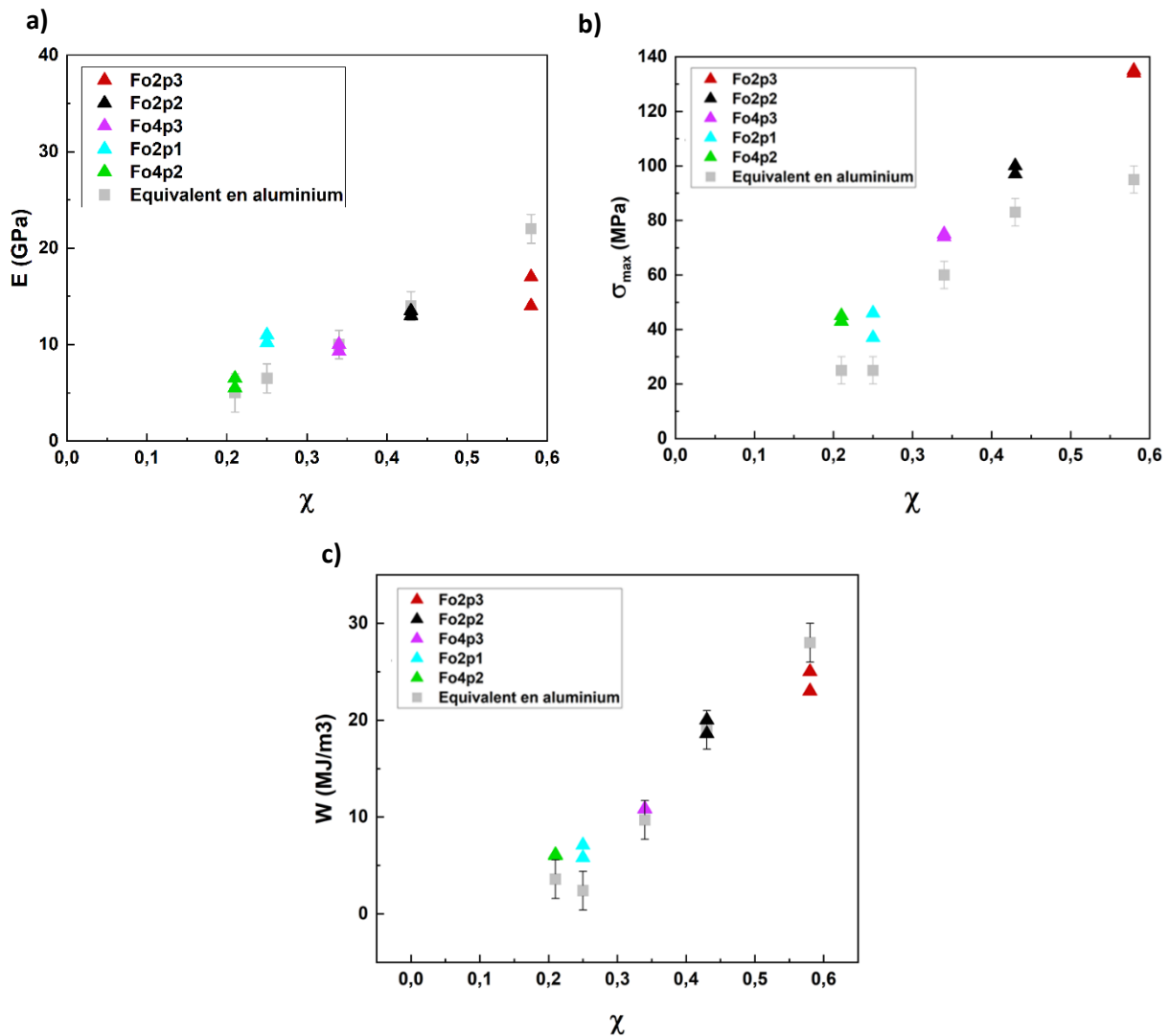


Figure 5.17 : Évolution en fonction de la fraction volumique de métal χ de ; a) Module, b) Contrainte maximale et c) Énergie d'absorption.

La figure 5.17.a montre comme on s'y attendait que le module (calculé à la charge jusqu'à 1 % de déformation) croît avec χ . La comparaison avec les structures équivalentes en aluminium indique que, dans la majorité des cas, les modules sont du même ordre de grandeur. Ce résultat est inattendu, car la rigidité intrinsèque plus élevée de la fonte par rapport à l'aluminium laissait présager des valeurs systématiquement supérieures. La seule exception notable concerne la structure Fo2p1, où le module mesuré est plus élevé que celui de son équivalent en aluminium. Les différences microstructurales observées seront abordées dans la suite.

Ensuite, la figure 5.17.b montre que la contrainte maximale σ_{max} augmente également avec χ . La comparaison avec les architectures en aluminium met en évidence, cette fois, un effet plus marqué de la nature du matériau : pour une même fraction volumique, les structures en fonte présentent des contraintes maximales plus élevées que leurs équivalents en aluminium.

Enfin, l'énergie absorbée W (calculé à 30 % de déformation) suit la même tendance croissante (figure 5.17.c). Dans l'ensemble, les valeurs obtenues pour les structures en fonte restent proches de celles des structures en aluminium. La seule exception notable concerne la structure Fo2p1, qui présente une énergie absorbée supérieure à celle de son équivalent en aluminium.

Les comparaisons des propriétés mécaniques de ces structures suggèrent des effets liés à la géométrie (défauts, hétérogénéités dans la microstructure...) qui seront explorés par la suite. Une analyse microstructurale approfondie est réalisée afin d'identifier l'origine des variations. Dans la suite, nous nous intéressons à la prédiction des propriétés mécaniques (le module E) et des mécanismes de déformation des matériaux architecturés en fonte à l'aide des modèles classiques de la littérature.

b. Modèles classiques de prédiction du module et des mécanismes de déformation.

Comme montré au Chapitre 4 le modèle de Veenstra¹¹⁰, qui prend en compte l'intersection entre les poutres, s'est avéré le plus adapté pour décrire l'évolution des modules expérimentaux obtenus dans cette étude.

Dans le cas des architectures en fonte, les modules expérimentaux ont été comparés à ces modèles en prenant comme valeur du module de la fonte à graphite lamellaire (qui correspond à la microstructure des matériaux architecturés après coulée) son module théorique de 110 GPa. Les résultats, présentés à la figure 5.18.a, montrent que seule la structure Fo2p1 se situe sur la courbe d'évolution prédite par le modèle de Veenstra. En revanche, pour les autres structures, les valeurs expérimentales sont systématiquement plus faibles que les prédictions.

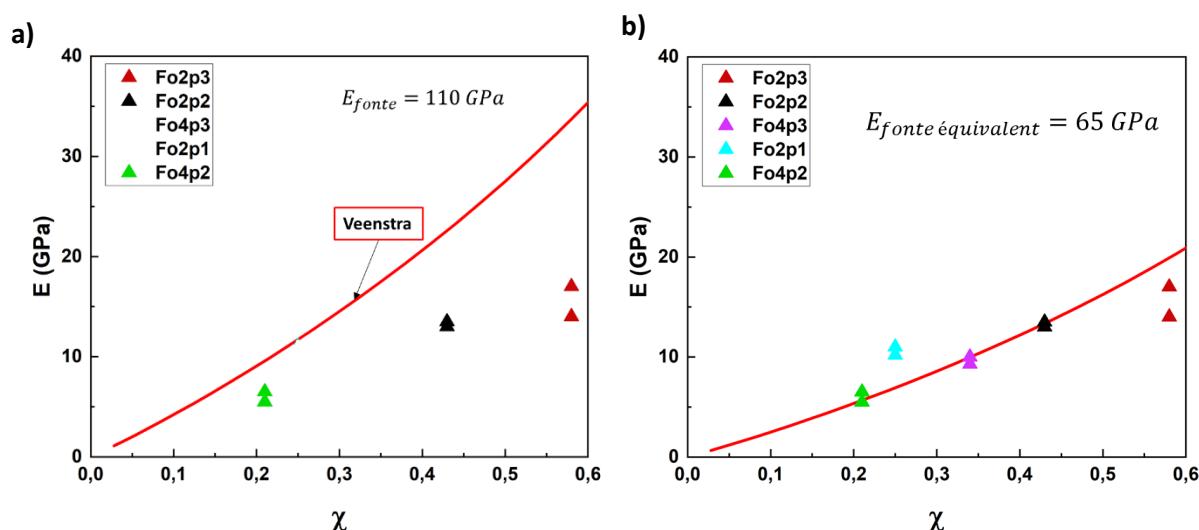


Figure 5.18 : Comparaison des modules d'élasticité expérimentaux aux modules prédits par les lois classiques.

Afin d'ajuster le modèle de Veenstra aux autres valeurs expérimentales, le module de la fonte a été abaissé à 65 GPa (figure 5.18.b). Le modèle reproduit alors l'évolution des modules pour les autres structures à l'exception de Fo2p3, pour laquelle il sous-estime les valeurs mesurées. Ces résultats suggèrent une modification du module de la fonte en fonction de la géométrie, possiblement liée à des différences microstructurales qui seront analysées dans la suite.

c. Observations par microscopie de la microstructure des matériaux architecturés en fonte

Afin de mieux comprendre le comportement en compression des structures, des observations par microscopie optique ont été réalisées sur les faciès de rupture des structures en fonte. Pour cela, nous avons considéré deux cas représentatifs : d'une part les matériaux architecturés à poutres fines (1 mm), et d'autre part ceux présentant des poutres plus épaisses (3 mm).

Nous précisons que toutes les observations n'ont pas pu être réalisées en tomographie RX en raison de l'indisponibilité de l'équipement. Elles ont néanmoins été effectuées par microscopie optique et par microscopie électronique à balayage (MEB).

i. Observations des faciès de rupture en microscopie optique

Matériau architecturé Fo2p1

La première observation générale (figure 5.19) montre un amas de poutres fracturées après essais de compression. On peut remarquer la présence d'un résidu blanchâtre sur les surfaces des poutres, probablement du plâtre provenant du procédé de fabrication (difficile à nettoyer complètement). La surface des poutres présente par ailleurs une oxydation, visible sous forme de zones brunâtres ou rougeâtres. Ce phénomène est attendu pour les fontes, connues pour leur tendance à s'oxyder rapidement en surface au contact de l'air et de l'humidité.

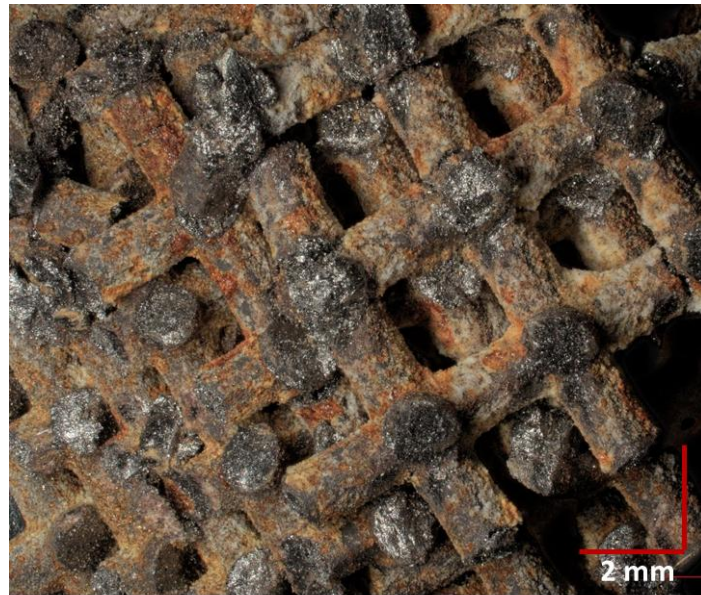
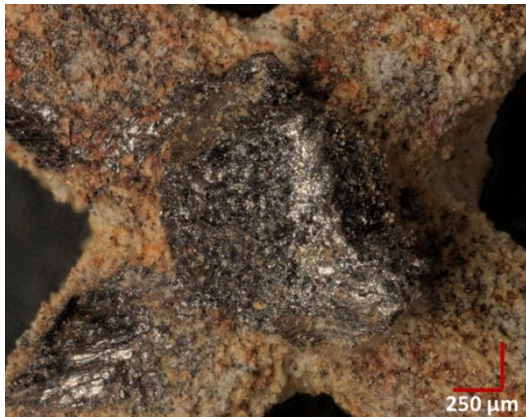


Figure 5.19 : Faciès de rupture des structures Fo2p1 en microscopie optique. Image normale à la direction de sollicitation.

D'un point de vue mécanique, les ruptures sont présentes principalement au niveau des nœuds. En faisant un zoom sur certains nœuds (figure 5.20), plusieurs types de faciès apparaissent.

a)



b)



Figure 5.20 : Zoom sur les faciès de rupture au niveau des nœuds.

Dans un premier temps, l'examen des nœuds met en évidence une coloration sombre, directement attribuable à la présence de graphite²⁶³.

Sur l'image 5.20.a, la surface de rupture apparaît inclinée par rapport à l'axe principal de la poutre, suggérant une rupture selon un angle. À l'inverse, l'image de la figure 5.20.b montre une surface de rupture plus plane.

Ces observations suggèrent la coexistence de différents modes de rupture au sein des structures Fo2p1.

Matériau architecturé Fo4p3

La figure 5.21 présente les faciès de rupture observés pour la structure Fo4p3.

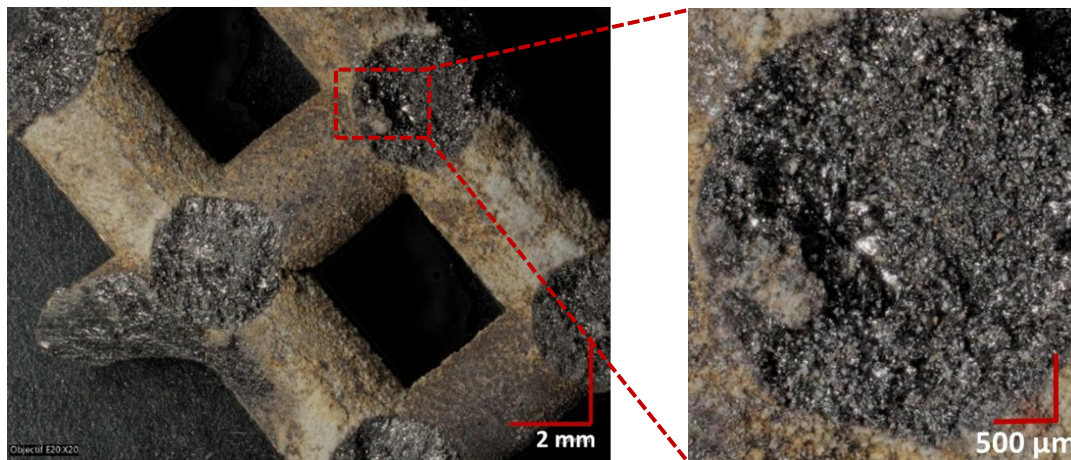


Figure 5.21 : Faciès de rupture de la structure Fo4p3

Comme dans le cas de la structure Fo2p1, on a un faciès de rupture sombre caractéristique de la présence du graphite. Au niveau des nœuds, on observe de nouveau une surface de rupture plane. Par ailleurs, le zoom de la deuxième image révèle des zones qui s'apparentent à de la porosité. Cette porosité, localisée au niveau des nœuds est susceptible d'altérer les propriétés mécaniques.

En conclusion, l'observation des faciès de rupture a permis d'identifier un mode d'endommagement par rupture des poutres au niveau des nœuds. En outre, on peut retrouver de la porosité localisée aux nœuds. Afin d'affiner cette analyse et d'identifier plus précisément la nature des phases présentes, la morphologie du graphite et l'éventuelles hétérogénéités chimiques, des analyses complémentaires en microscopie électronique à balayage (MEB) couplée à la spectroscopie EDS ont été réalisées.

ii. Observations des faciès de rupture au MEB

Matériau architecturé Fo2p1

L'observation au MEB du premier faciès de rupture correspondant à la structure Fo2p1 révèle une surface lisse, présentant localement un aspect écrasé ou « maté », caractéristique d'une déformation plastique au niveau de la zone de rupture (figure 5.22). Cette morphologie suggère qu'une partie de la poutre a glissé sur l'autre, générant des zones de frottement visibles sous forme de stries allongées.

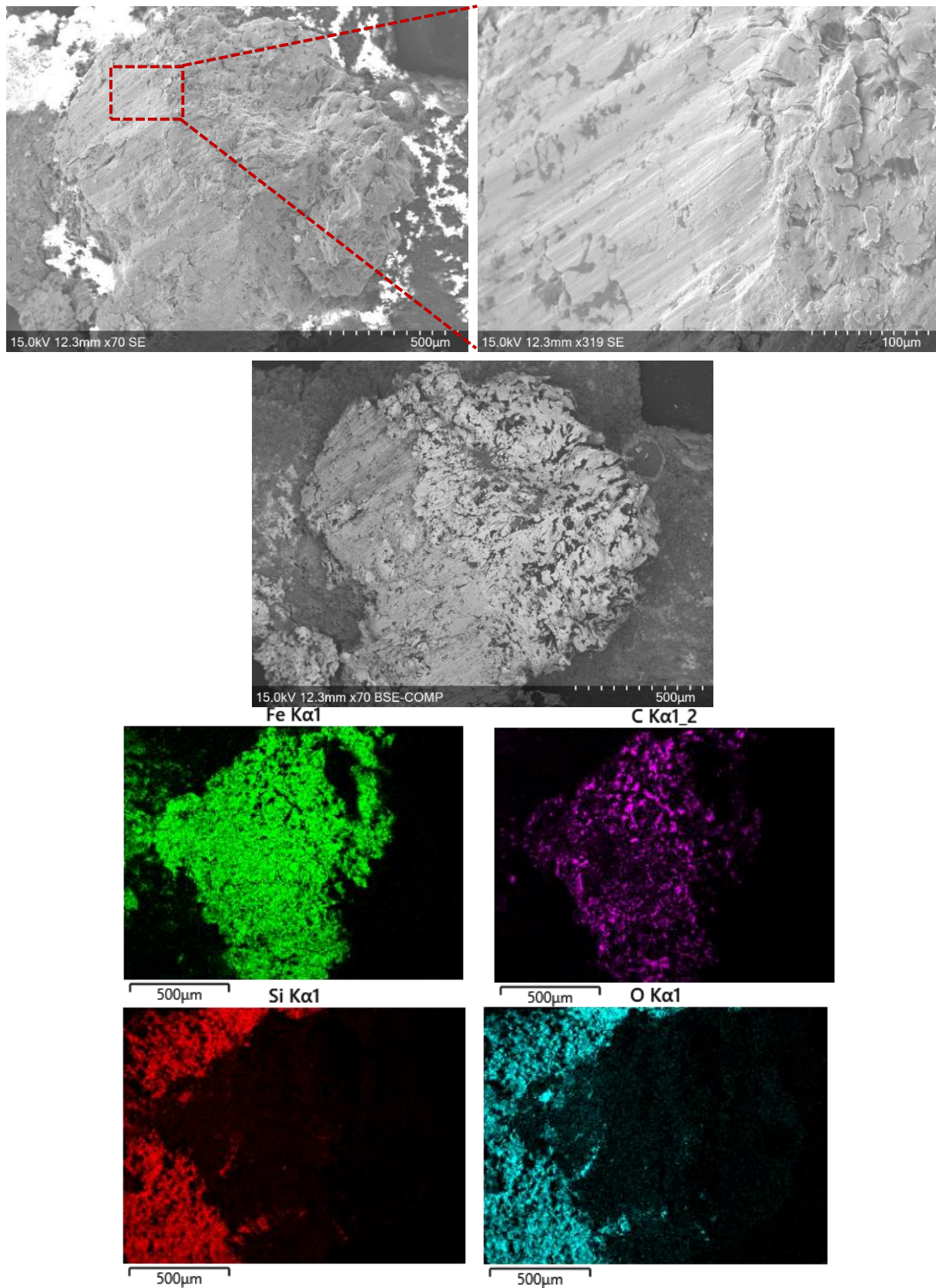


Figure 5.22 : *Faciès de rupture fragile de Fo2p1 observé au MEB.*

L'observation complémentaire en mode BSE (Back Scattered Electrons) met en évidence des contrastes de composition plus marqués. Les régions claires correspondent à la matrice métallique riche en fer, tandis que les zones sombres sont associées à la présence de carbone,

c'est-à-dire aux lamelles de graphite caractéristiques de la fonte. L'analyse EDS effectuée sur les zones adjacentes met également en évidence du silicium et de l'oxygène, attribuables au résidu de plâtre utilisé lors du moulage et à des produits d'oxydation (rouille) formés en surface.

L'observation du second faciès de rupture (figure 5.23) met en évidence une morphologie nettement différente de celle décrite précédemment. La surface apparaît fragmentée, typique d'un mécanisme de rupture fragile. On distingue des zones de ruptures lisses et nettes correspondant à des plans de clivage, principalement localisés au sein des lamelles de graphite. Le clivage se définit ici comme une rupture transgranulaire, c'est-à-dire se propageant à travers les grains du matériau. Cette morphologie témoigne d'une fragmentation des lamelles de graphite sous l'effet de la contrainte appliquée^{262,263,268}.

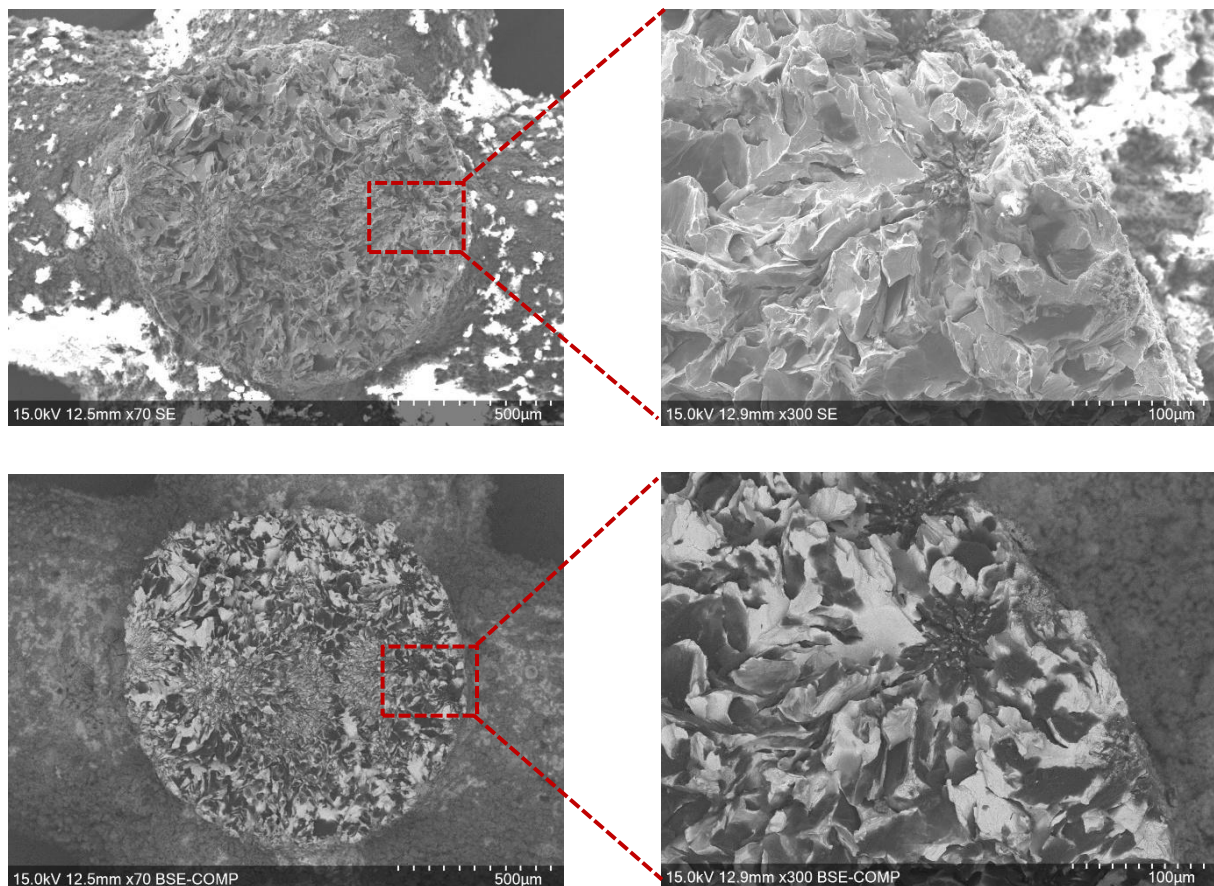


Figure 5.23 : *Faciès de rupture fragile de Fo2p1 observé au MEB.*

Matériau architecturé Fo4p3

Dans le cas de la structure Fo4p3, la microstructure observée se révèle particulièrement hétérogène (figure 5.24). Aux bords du nœud, on retrouve des fragments de graphite similaires à ceux identifiés dans la structure fine (Fo2p1) et confirmé par les analyses EDS qui révèlent une forte teneur en carbone. En revanche, au cœur du nœud, l'aspect change radicalement : la microstructure apparaît beaucoup plus fine et compacte, dominée par une

matrice riche en fer. Cette différence marquée entre la périphérie et le centre du nœud traduit très probablement des conditions de solidification différentes. Les bords, en contact direct avec le moule, refroidissent en premier, tandis que le cœur, refroidit en dernier. Ceci peut conduire à la formation de défauts de type retassures au cœur du nœud. Ces retassures correspondent à des cavités internes résultant d'un manque de métal en fin de solidification, et s'apparentent à ce qui est observé au cœur du nœud de la figure 5.24.

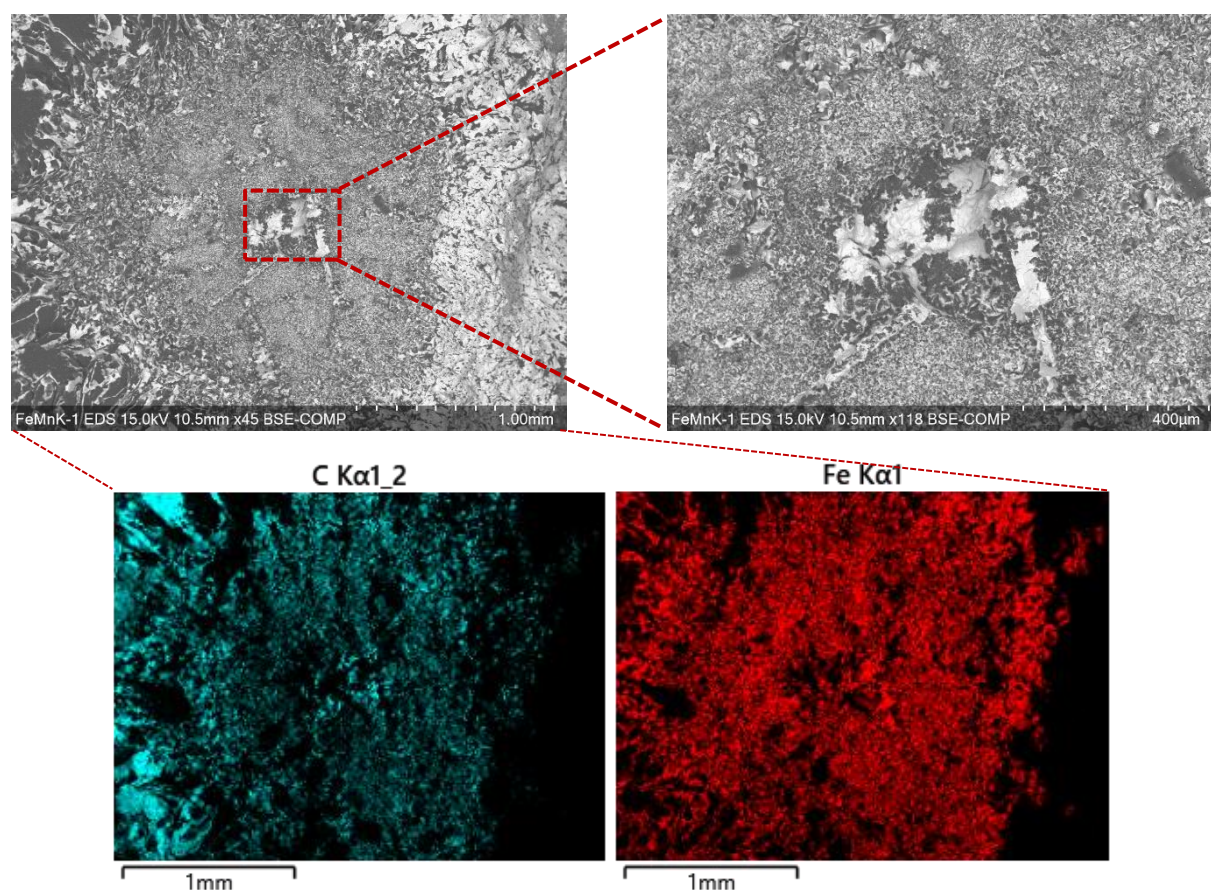


Figure 5.24 : Faciès de rupture de Fo4p3 observé au MEB.

L'observation de faciès supplémentaires sur la même structure met en évidence une morphologie différente typique d'une rupture ductile (figure 5.25). Dans ce cas, la microstructure se présente sous la forme d'une alternance entre matrice et graphite. Le graphite sous forme de fragments en rosette semble piégé dans la matrice. Cette observation illustre le caractère particulièrement hétérogène des structures épaisses, déjà suggéré par les faciès précédents.

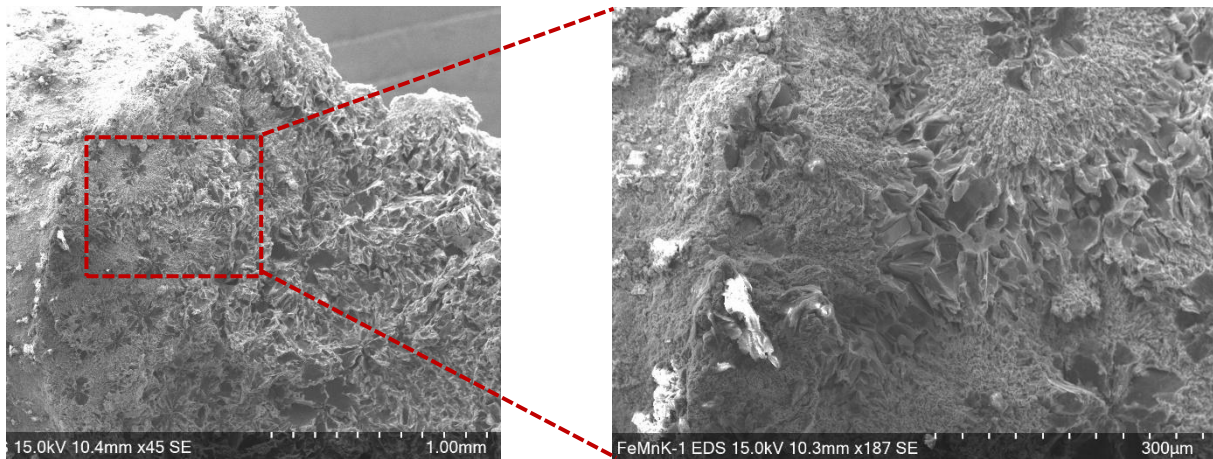


Figure 5.25 : Autre Faciès de rupture de Fo4p3 observé au MEB.

Afin d'approfondir toutes ces analyses, les échantillons ont été polis puis attaqués (selon la préparation métallographique décrite dans la partie 3.a afin de révéler la matrice) et observés au MEB. L'objectif est d'accéder à la microstructure fine constitutive et de quantifier les différentes phases présentes dans la fonte, aussi bien pour les structures à poutres épaisses (Fo4p3) que pour les structures à poutres fines (Fo2p1). Les analyses porteront à la fois sur les nœuds et sur la longueur des poutres, afin de mettre en évidence d'éventuelles variations locales.

iii. Observations de la microstructure des fontes au MEB

Matériau architecturé Fo2p1

La figure 5.26 présente la microstructure observée pour la structure Fo2p1. On distingue une organisation particulièrement fine, caractérisée par la présence majoritaire de graphite de type interdendritique et de graphite vermiculaire, réparti aussi bien au niveau des intersections qu'au long des poutres.

Ce type de morphologie est typique des cinétiques de refroidissement rapides. L'analyse de la matrice révèle qu'elle est essentiellement ferritique, mais qu'elle peut localement contenir de la perlite. La présence de perlite s'explique par des zones où la teneur en carbone et en manganèse est localement plus élevée et celle en silicium moins élevée (ségrégation inverse du silicium) : lors de la transformation eutectoïde, ces conditions favorisent la formation d'un mélange lamellaire ferrite–cémentite. Le manganèse, en particulier, est connu pour stabiliser la cémentite et donc promouvoir la formation de perlite, ce qui pourrait justifier la microstructure observée.

Le graphite interdendritique, localisé entre les bras de dendrites de ferrite, traduit une ségrégation locale du carbone lors de la solidification. En effet, dans les fontes à solidification

rapide, l'austénite (conduisant à la ferrite) cristallise préférentiellement, rejetant le carbone et les éléments d'alliage (Cu) vers l'espace interdendritique. Cette concentration locale de carbone favorise alors la précipitation du graphite le long des zones résiduelles riches en soluté^{269,270}.

Le graphite vermiculaire correspond quant à lui à une morphologie intermédiaire entre le graphite lamellaire et le graphite sphéroïdal. Selon la littérature^{261,271}, son apparition est généralement attribuée à des conditions de croissance où le front de solidification est relativement stable, mais avec un niveau d'oxygène et de soufre qui perturbe la formation de sphéroïdes parfaites. Dans le cas des structures fines étudiées, la présence de graphite vermiculaire peut être mise en relation avec des vitesses de refroidissement élevées mais non uniformes à l'échelle locale : suffisamment rapides pour inhiber la croissance de lamelles longues et continues, mais pas assez pour stabiliser totalement la croissance sphéroïdale.

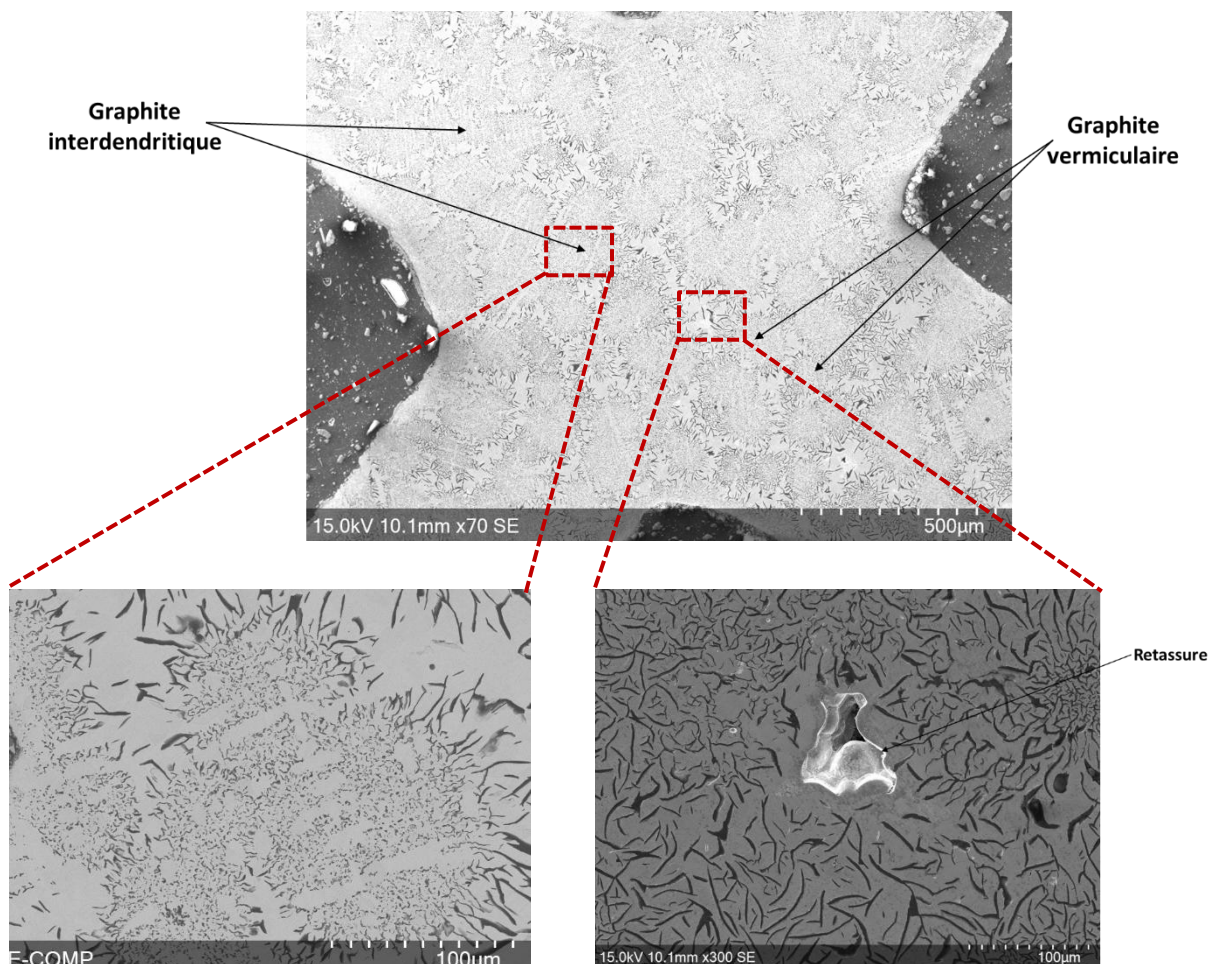


Figure 5.26 : Microstructure de la structure Fo2p1.

Parallèlement, l'analyse chimique des différentes zones de la microstructure apporte des éléments complémentaires. Elle montre que la ferrite contient en moyenne environ 3 % de Si,

0,5 % de Mn et 0,3 % de Cu, tandis que la perlite se distingue par une teneur légèrement plus faible en silicium ($\approx 2,4$ %) mais enrichie en manganèse ($\approx 0,8$ %). Les bras de dendrites présentent quant à eux une composition proche de celle de la ferrite mais avec un peu plus de silicium ($\approx 3,3$ %). Ces résultats traduisent une ségrégation locale des éléments d'alliage lors de la solidification, cohérente avec la distribution des phases observées. Le tableau 5.5 présente ces analyses.

Zone de la microstructure	Si (%)	Mn (%)	Cu (%)
Ferrite	3	0,5	0,3
Perlite	2,4	0,8	0,2
Dendrites	3,3	0,2	0,4

Tableau 5.5 : Récapitulatif de la composition chimique moyenne de la structure Fo2p1 (moyenne sur 7 zones de mesure).

Matériau architecturé Fo4p3

Pour les structures épaisses Fo4p3, les observations révèlent une microstructure nettement différente (figure 5.27) de celle mise en évidence pour les structures fines. La première caractéristique marquante est la présence de grosses lamelles de graphite, particulièrement concentrées sur la périphérie des poutres et des nœuds. Ce type de morphologie est caractéristique des conditions de refroidissement lentes permettant la croissance de lamelles plus longues et plus épaisses. Ces lamelles étant plus grosses (que celles observés dans la structure Fo2p1) et localisées aux nœuds constituent des sites privilégiés d'amorces de fissures.

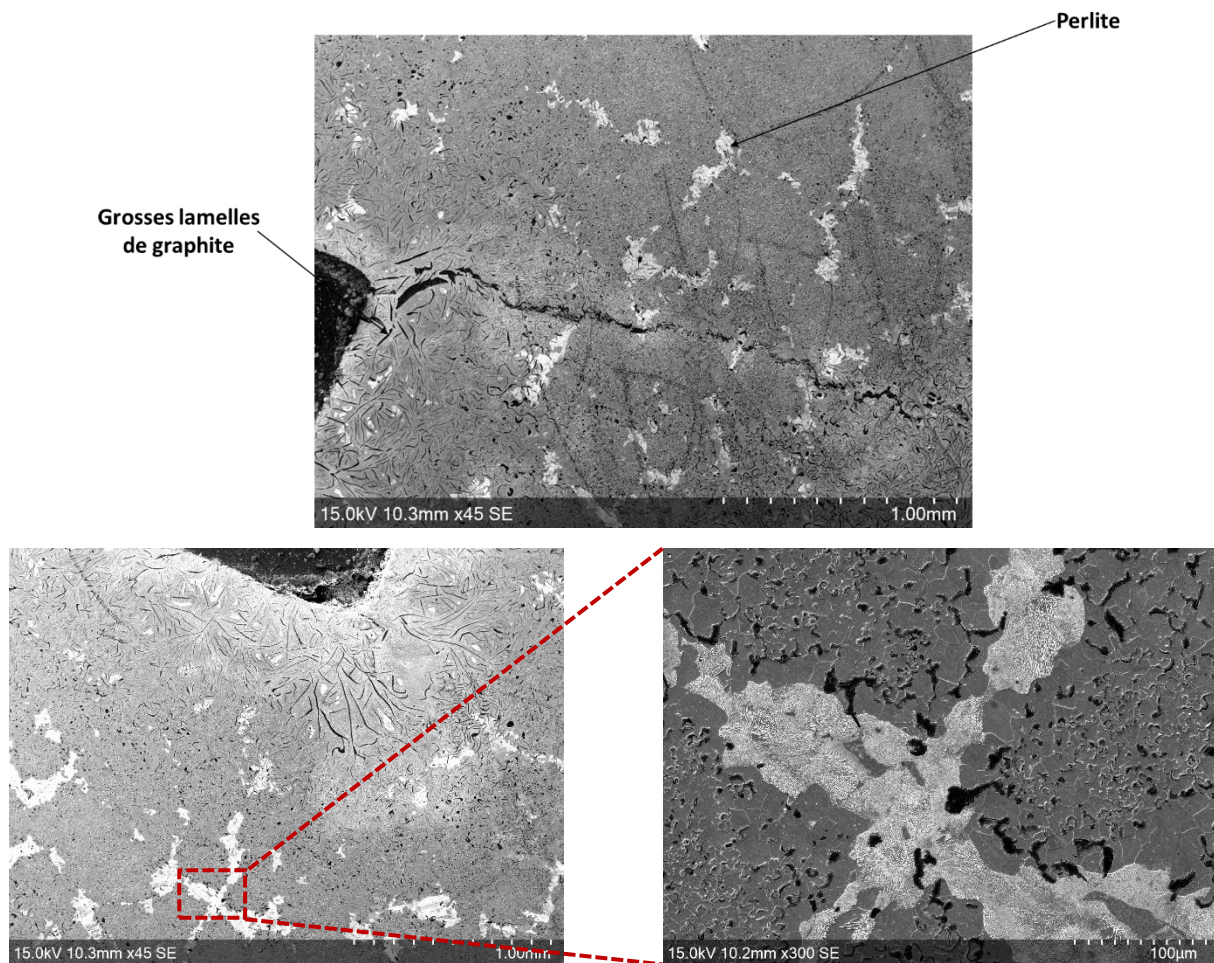


Figure 5.27 : Microstructure de la structure Fo4p3.

La matrice se distingue également par une proportion plus importante de perlite que dans le cas des structures fines. Cette évolution peut être attribuée au refroidissement plus lent des sections épaisses, qui permet une diffusion accrue du carbone et favorise la formation de colonies perlitiques à partir de l'austénite. Ce sont les dernière zones à se solidifier.

L'analyse chimique corrobore ces observations (voir tableau 5.6) : la ferrite présente des teneurs d'environ 3,1 % Si, 0,6 % Mn et 2 % Cu, tandis que la perlite contient 2,6 % Si, 0,7 % Mn et 1,7 % Cu. L'enrichissement en cuivre observé dans la matrice peut être associé à la ségrégation de cet élément pendant la solidification, favorisant localement la stabilisation de la perlite²⁷².

Zone de la microstructure	Si (%)	Mn (%)	Cu (%)
Ferrite	3,1	0,6	2
Perlite	2,6	0,7	1,7

Tableau 5.6 : Récapitulatif de la composition chimique de la structure Fo4p3 (moyenne sur 7 zones de mesure).

En somme, les structures à poutres épaisses (Fo4p3) se distinguent par une microstructure plus grossière, marquée par la présence de grosses lamelles de graphite étendues en

périphérie et d'une proportion plus importante de perlite. Cette évolution est directement liée à la cinétique de refroidissement plus lente au sein des poutres épaisses, qui favorise la croissance des lamelles de graphite. À l'inverse, les structures fines (Fo2p1) présentent une microstructure nettement plus fine, composée de graphite vermiculaire et interdendritique, associé à une matrice essentiellement ferritique.

Le tableau 5.7 résume les observations.

Structures	Microstructure initiale	Microstructure après mise en forme	Description de la microstructure après mise en forme
Fo2p1	Fonte ferritique à graphite sphéroïdal	Fonte ferritique à graphite lamellaire (matrice riche en ferrite)	Microstructure homogène avec graphite sous forme de petites lamelles fines
Fo4p3	Fonte ferritique à graphite sphéroïdal	Fonte ferritique à graphite lamellaire (matrice riche en ferrite et contenant aussi de la perlite)	Microstructure hétérogène avec présence de grosses lamelles de graphites au niveau de la périphérie des nœuds

Tableau 5.7 : Récapitulatif des observations microstructurales.

Ces différences de microstructure peuvent expliquer les écarts de comportement mécanique observés précédemment. En effet, dans les structures à poutres épaisses (Fo4p3), la présence de grosses lamelles de graphite, particulièrement concentrées au niveau de la périphérie des nœuds, favorise l'initiation des fissures (sous l'effet de la contrainte), conduisant à une rigidité plus faible. Ces lamelles peuvent également se connecter entre elles et former des chemins préférentiels de rupture. Par ailleurs, la présence de retassures, plus susceptibles d'apparaître au niveau des nœuds dans les structures à poutres épaisses, contribue également à la diminution de la rigidité globale.

2. Caractérisation des composites

Réponse mécanique en compression

La figure 5.28 illustre la réponse mécanique en compression des composites à base de fonte pour trois composites représentatifs du comportement de l'ensemble des composites : CoFo2p1 ($\chi \approx 25\%$) pour les faibles fractions volumiques de métal, CoFo2p2 ($\chi \approx 43\%$) pour les fractions volumiques élevées et CoFo4p3 ($\chi \approx 34\%$) pour les fractions volumiques intermédiaires. Dans tous les cas, il apparaît que la rigidité initiale des composites est celle de la structure métallique (figure 5.28).

De façon générale, les résultats montrent un gain de performance pour les composites par rapport aux structures métalliques seules. La réponse mécanique du composite résulte de la combinaison de la rigidité apportée par la structure métallique et de la ductilité du polymère,

ce qui conduit à une meilleure tenue globale. Toutefois, pour les fractions volumiques élevées (CoFo2p2, $\chi \approx 43\%$), l'effet du polymère tend à être masqué par la contribution de la phase métallique qui devient majoritaire.

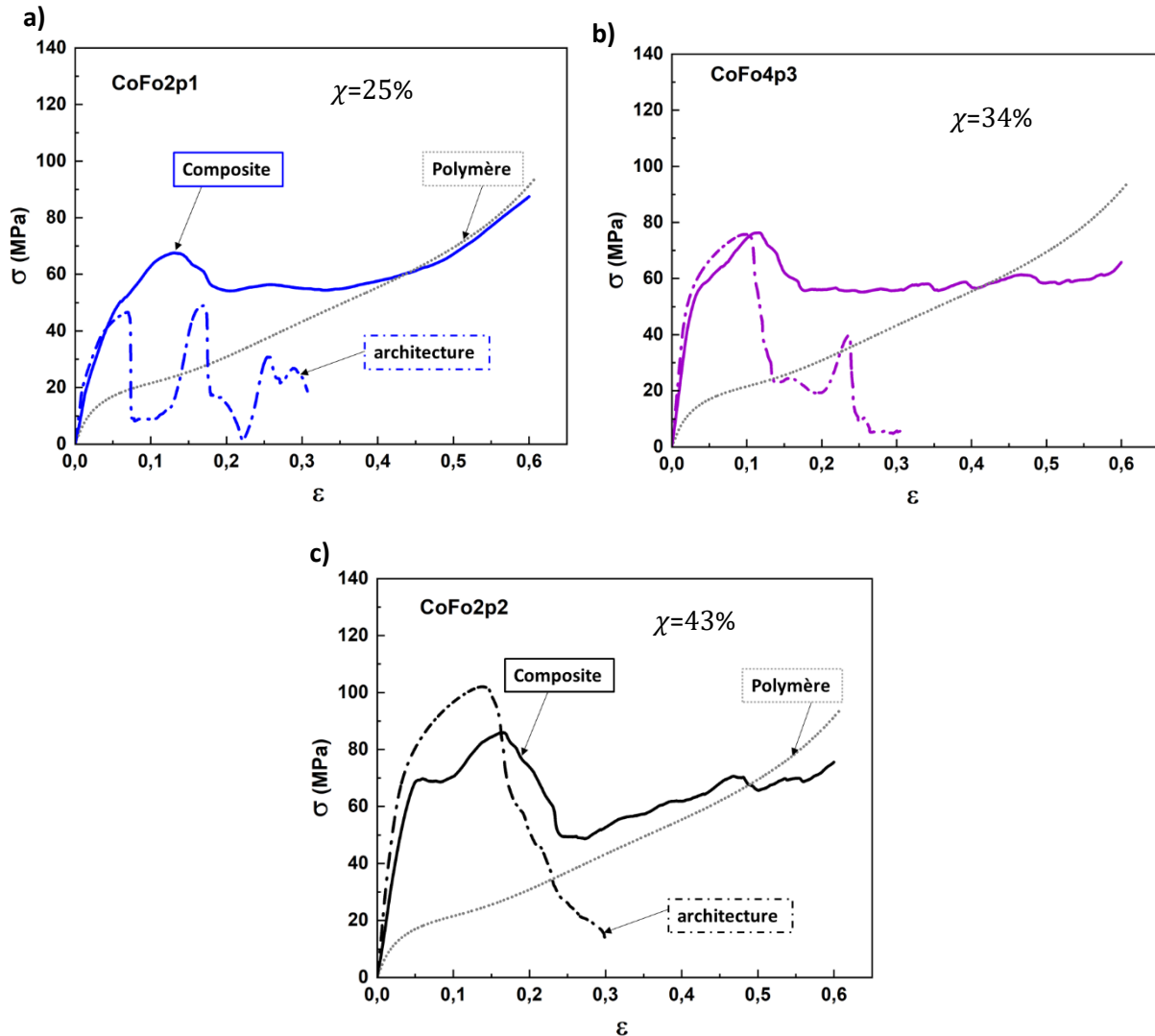


Figure 5.28 : Courbe Contrainte-déformation en compression des composites ; a) CoFo2p1, b) CoFo4p3 et c) CoFo2p2.

Nous pouvons tirer de ces courbes des grandeurs caractéristiques qui permettront de comparer les composites aux matériaux architecturés (figure 5.29).

Comme on s'y attendait, la figure 5.29.a confirme que les composites conservent la rigidité de l'architecture métallique, sans écart notable entre les deux. Le module des composites suit ainsi la même évolution croissante avec la fraction volumique de métal χ que celui des matériaux architecturés. Ceci montre que la réponse élastique du composite est essentiellement dictée par l'architecture métallique.

La figure 5.29.b montre que pour les fractions volumiques faibles et intermédiaires ($\chi < 0,43$), la contrainte maximale atteinte par les composites est supérieure à celles des matériaux architecturés. Au-delà, l'apport du polymère est masqué par le métal. À 30 % de déformation

(figure 5.29.c), l'effet du polymère est beaucoup plus marqué. On observe un gain significatif de la contrainte.

Concernant l'énergie d'absorption (figure 5.29.d.), on observe que pour les fractions volumiques faibles à intermédiaire ($\chi < 0,43$), le polymère augmente la capacité d'absorption d'énergie. Au-delà, l'apport du polymère est une fois encore masqué par le métal.

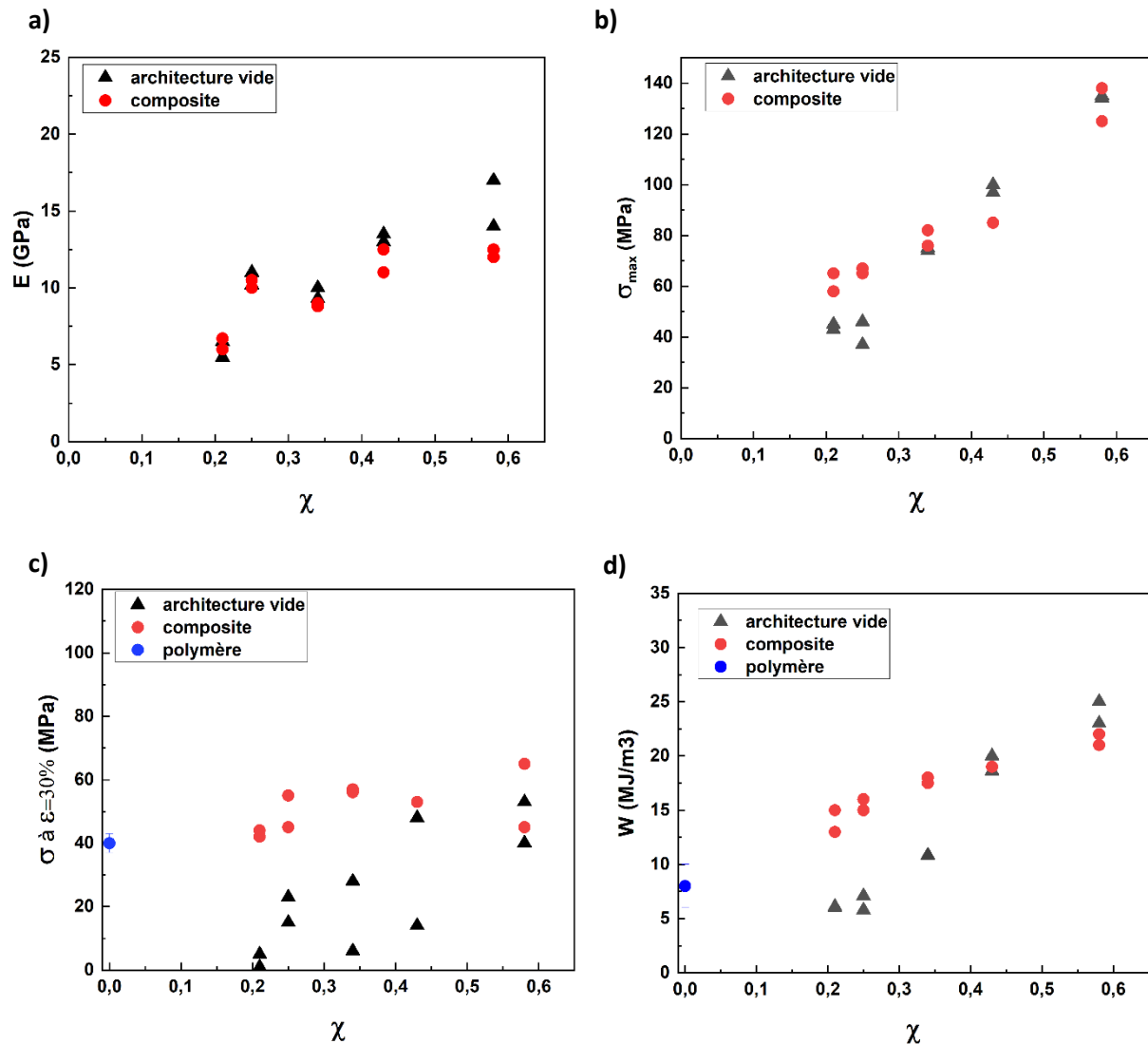


Figure 5.29 : Evolution en fonction de la fraction volumique de métal χ de ; a) Module, b) La contrainte maximale, c) la contrainte à 30 % de déformation et d) L'énergie d'absorption.

Ces tendances sont cohérentes avec les observations précédemment établies pour les composites UHMWPE/Aluminium, confirmant la robustesse du comportement mécanique de ce type de systèmes co-continus, quel que soit le métal constituant le matériau architecturé.

Même si les modes de rupture n'ont pas été observés directement ici, l'évolution conjointe du module, de la contrainte maximale et de l'énergie d'absorption met clairement en évidence le rôle du polymère. Comme dans le cas de l'aluminium, l'UHMWPE repousse l'endommagement vers des déformations plus élevées.

Conclusion du chapitre

Ce cinquième chapitre avait pour objectif d'appliquer à la fonte le protocole de fabrication et de caractérisation de composites développés au cours des chapitres précédents pour les structures en aluminium. Les résultats obtenus permettent de ressortir plusieurs aspects.

Sur le plan de la mise en forme, il a été montré que les procédés élaborés dans le cadre de cette thèse sont transférables à la fonte. La coulabilité de l'alliage a permis d'obtenir les mêmes matériaux architecturés que ceux en aluminium. Toutefois, l'analyse microstructurale a révélé une limite importante : la difficulté à contrôler la solidification dans des sections de dimensions différentes. Les structures fines présentent une microstructure relativement homogène avec de fines lamelles de graphites, tandis que les poutres épaisses montrent des morphologies très hétérogènes avec de grosses lamelles de graphite. Ces différences en termes de microstructures expliquent en grande partie les différences de rigidité observées. Le contrôle de la microstructure apparaît donc comme un enjeu central, qui pourrait être envisagé à travers des traitements thermiques adaptés. Ces développements futurs pourraient permettre d'exploiter pleinement le potentiel de la fonte comme alternative à l'aluminium dans la conception de composites architecturés à haute performance.

En ce qui concerne la mise en forme des composites, la nature ferromagnétique de la fonte a eu un impact significatif sur le procédé de frittage ultra-rapide. Les vitesses de chauffe et la répartition thermique diffèrent sensiblement de celles observées dans le cas de l'aluminium, ouvrant la voie à une optimisation spécifique du cycle de frittage pour cette nouvelle famille de composites.

Du point de vue mécanique, les essais de compression ont montré que, quelle que soit la fraction volumique, la rigidité des composites reste contrôlée par celle de la structure métallique. En outre, la présence du polymère se traduit par une amélioration notable de la tenue mécanique du composite, en particulier pour les composites à faible fraction volumique de métal. Dans ce cas, le polymère limite l'amplitude des chutes de contraintes. Ces résultats, cohérents avec les observations faites pour les composites Al/UHMWPE, confirment l'intérêt d'associer un polymère ductile à un matériau architecturé métallique fragile comme la fonte.

En somme, ce chapitre a permis de démontrer la faisabilité et l'intérêt de l'élaboration de composites Fonte/UHMWPE. Si le protocole de fabrication des matériaux architecturés et de mise en forme des composites est transposable, le contrôle microstructural demeure un verrou scientifique et technologique important.

Conclusion générale et Perspectives

L'objectif de ce travail était d'élaborer et de caractériser un nouveau type de composites co-continus associant une structure métallique architecturée et une matrice polymère UHMWPE. Le défi principal résidait dans l'élaboration de ces composites par frittage ultra-rapide (par induction) en tirant parti de la conductivité électrique de la structure métallique et du phénomène d'explosion à la fusion de la poudre native de UHMWPE. Au-delà de l'aspect élaboration, cette approche visait à démontrer la possibilité de concevoir des matériaux hybrides co-continus associant rigidité, légèreté, ductilité et capacité d'absorption d'énergie, des propriétés rarement réunies dans un seul matériau.

Dans un premier temps, un procédé de fabrication des matériaux architecturés métalliques a été optimisé pour la mise en forme des structures à cellule cubique en aluminium. Cette approche combine l'impression 3D de préformes en résine castable servant à faire le moule, et la fonderie. L'approche développée constitue une alternative simple et économique aux procédés de fabrication additive métallique, souvent coûteux. Le procédé optimisé a permis d'obtenir des architectures métalliques présentant une fidélité géométrique supérieure à 90 % par rapport au modèle initial et un taux de porosité résiduelle d'environ 3 %. Ces écarts, relativement faibles, résultent principalement de la contraction de la résine lors de la polymérisation et de la contraction du plâtre (due à la déshydratation) lors de son traitement thermique. Ils pourraient être réduits par une adaptation fine des dimensions du modèle initial, en tenant compte des retraits et expansions caractéristiques du procédé. Au-delà de l'aluminium, l'applicabilité du procédé a été démontrée pour la fabrication de structures en fonte. Toutefois, l'analyse métallographique a révélé une hétérogénéité microstructurale au sein des pièces en fonte, liée à un contrôle insuffisant des cinétiques de refroidissement. La microstructure du métal s'est avérée très dépendante des conditions locales de solidification.

Dans un deuxième temps, les structures métalliques ont été utilisées pour l'élaboration des composites co-continus.

La première étape a consisté à les remplir de poudre native d'UHMWPE, puis à densifier l'ensemble. L'objectif était d'éliminer au maximum la porosité dans le composite sans changer l'état natif du polymère (indispensable pour l'explosion à la fusion). Des conditions optimales de densification ont été établies, permettant d'obtenir des composites plus ou moins densifiés. Les structures présentant une taille de cellule de 4 mm ont montré une meilleure densification, avec un taux de porosité d'environ 6 %, contre près de 19 % pour celles à cellule de 2 mm. Cette différence s'explique par l'espace plus important offert par les cellules de plus grande taille, facilitant le réarrangement et la densification progressive de la poudre au sein

de la structure. Ces tendances se sont vérifiées pour les structures en aluminium comme pour celles en fonte, confirmant le rôle déterminant de la géométrie des matériaux architecturés dans le comportement de densification du composite.

La deuxième étape a porté sur la chauffe par induction, dont le principe repose sur l'utilisation de la structure métallique comme vecteur de chauffe ultra-rapide pour l'ensemble du polymère. Les résultats ont montré que ce procédé permet d'atteindre des vitesses de chauffe élevées pour le polymère, de l'ordre de 5 °C/s dans le cas des structures en aluminium, et jusqu'à environ 15 °C/s pour celles en fonte. Cette différence notable de comportement prévisible est liée à la nature ferromagnétique de la fonte. Par ailleurs, ces vitesses de chauffe se situent dans le bon ordre de grandeur de celles qui favorisent l'explosion à la fusion comme décrit par Wang et al²⁷³. Les simulations numériques ont permis d'accéder aux températures au cœur du composite, d'estimer les gradients thermiques dans le polymère et le temps passé par ce dernier au-dessus de la température de fusion. Une attention a également été portée à la température maximale « vue » par le polymère. La dégradation semble négligeable et très localisée étant données les durées et les vitesses de chauffe rencontrées dans ce travail. Le frittage sous pression a ensuite été mis en œuvre, entraînant une densification supplémentaire du polymère au sein de la structure métallique. Après ce procédé, la porosité résiduelle a été évaluée à environ 7 % pour les structures à cellules de 2 mm et 3 % pour celles de 4 mm, confirmant l'influence de la géométrie du matériau architecturé sur la densification finale du composite. Les analyses DSC ont validé que le polymère avait bien perdu son état natif durant le procédé. En s'appuyant sur les travaux précédents³², on considère donc que l'explosion à la fusion a bien eu lieu et que le polymère est fritté.

Les composites obtenus ont ensuite été caractérisés par des essais de compression. Les résultats ont montré que les composites combinent effectivement la rigidité de la structure métallique et la ductilité du polymère. Ceci conduit à des énergies absorbées plus importantes pour les composites par rapport à celles des matériaux métalliques architecturés seuls. Toutefois, lorsque la fraction volumique de métal devient importante ($\chi > 40\%$), le rôle du polymère dans le composite est masqué par celui du métal. Ces tendances ont été observées aussi bien pour les composites UHMWPE/Aluminium que pour ceux UHMWPE/fonte.

Les analyses post-mortem par tomographie RX sur les structures en aluminium ont permis d'identifier les modes de rupture. Les structures métalliques à faible fraction volumique présentent une rupture par cisaillement couche par couche. Dans les composites, la présence du polymère modifie ce comportement : elle homogénéise la déformation, retarde la rupture et conduit à un endommagement par rupture des poutres au niveau des nœuds, distribuées aléatoirement au sein du composite.

L'ensemble des résultats obtenus démontre la faisabilité du frittage ultra-rapide comme voie d'élaboration rapide et efficace de composites co-continus UHMWPE/métal. Ce travail a mis en évidence le rôle déterminant de la géométrie des matériaux architecturés métalliques, qui gouverne à la fois la densification du polymère, la cinétique de chauffe et la rigidité du composite. L'objectif initial est ainsi atteint : les composites élaborés associent rigidité, ductilité, capacité d'absorption d'énergie et légèreté, confirmant tout l'intérêt d'associer une structure métallique architecturée et une matrice polymère UHMWPE.

D'un point de vue perspectives, plusieurs pistes d'exploration peuvent être envisagées à la suite de ce travail. La première concerne la conception des matériaux architecturés métalliques : la conception de nouvelles géométries permettrait de moduler la rigidité, la capacité d'absorption d'énergie et plus généralement la réponse mécanique globale des composites en fonction des applications. La deuxième piste touche au choix des matériaux. L'utilisation d'autres métaux, comme le titane ou l'acier, offrirait la possibilité d'élargir la gamme de propriétés et d'applications accessibles. En effet, le titane présente un bon compromis entre rigidité et légèreté tout en étant biocompatible. Ceci en fait un candidat prometteur pour des applications biomédicales. D'un autre côté, l'acier plus dense mais plus rigide et économique, permettrait d'obtenir des composites à haute résistance et à grande capacité d'absorption d'énergie, adaptées à des applications de protection ou d'amortissement à l'impact.

Sur le plan expérimental, l'optimisation du procédé de fonderie apparaît comme une voie particulièrement prometteuse. Un contrôle plus précis du refroidissement, un ajustement des températures de préchauffage du plâtre ou encore l'application de traitements thermiques ciblés permettraient d'homogénéiser la microstructure du métal, de réduire les hétérogénéités et donc d'améliorer les performances mécaniques globales des composites.

Du point de vue mécanique, des analyses in-situ en tomographie RX permettraient de mieux comprendre le comportement mécanique des matériaux architecturés et des composites en particulier pour les très faibles déformations.

Ensuite, la poursuite des essais mécaniques vers des régimes de sollicitation dynamique, notamment à travers des essais de choc de type Hopkinson, constituerait une étape importante pour évaluer plus finement la contribution de l'UHMWPE à la dissipation rapide d'énergie et à la résistance à l'impact. Il serait également pertinent d'examiner le comportement tribologique des composites, en particulier leur résistance à l'usure, afin de mieux évaluer leur durabilité sous conditions de frottement.

Enfin, il serait particulièrement intéressant d'intégrer une approche de simulation numérique globale, couvrant l'ensemble des étapes d'élaboration et de caractérisation des composites :

- Dans un premier temps, des outils de simulation de mise en forme pourraient être utilisés pour modéliser l'étape de coulée. Ainsi, l'influence du métal, de la température du moule et de l'orientation des canaux sur le remplissage de la structure métallique pourront être étudiés. Cette approche permettrait d'optimiser la conception et les paramètres de fabrication afin de garantir un remplissage homogène et de limiter les défauts dans les pièces.
- Dans un second temps, la simulation de la chauffe par induction offrirait la possibilité de prédire le profil thermique des structures métalliques. L'ajustement des paramètres numériques (puissance, fréquence, durée, conditions aux limites) permettrait ainsi de déterminer les conditions de chauffe expérimentales.
- La mise en place d'un modèle numérique couplé, associant le comportement mécanique du métal et celui du polymère, constituerait une base solide pour une conception prédictive et l'optimisation de nouveaux composites.

Références Bibliographiques

- (1) *Process Modeling in Composites Manufacturing*, 0 ed.; Advani, S. G., Sozer, E. M., Eds.; CRC Press, 2002. <https://doi.org/10.1201/9780203910061>.
- (2) Delmonte, J. *Metal/Polymer Composites*; Van Nostrand Reinhold: New York, 1990.
- (3) Wypych, G., UHMWPE ultrahigh molecular weight polyethylene, in *Handbook of Polymers*, G. Wypych, Editor 2012, Elsevier: Oxford. p. 672-676. - Recherche Google.
<https://www.google.com/search?client=firefox-b-d&q=Wypych%2C+G.%2C+UHMWPE+ultrahigh+molecular+weight+polyethylene%2C+in+Handbook+of+Polymers%2C+G.+Wypych%2C+Editor+2012%2C+Elsevier%3A+Oxford.+p.+672-676>. (accessed 2025-01-03).
- (4) Spiegelberg, S. Characterization of Physical, Chemical, and Mechanical Properties of UHMWPE. In *UHMWPE Biomaterials Handbook*; Elsevier, 2009; pp 355–368. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-374721-1.00024-9>.
- (5) Kurtz, S. M.; Kurtz, S. M.; Kurtz, S. M. *UHMWPE Biomaterials Handbook: Ultra High Molecular Weight Polyethylene in Total Joint Replacement and Medical Devices*, 2nd ed.; Elsevier/Academic Press: Amsterdam Boston, 2009.
- (6) Desper, C. R.; Cohen, S. H.; King, A. O. Morphological Effects of Ballistic Impact on Fabrics of Highly Drawn Polyethylene Fibers. *J of Applied Polymer Sci* **1993**, 47 (7), 1129–1142. <https://doi.org/10.1002/app.1993.070470701>.
- (7) Prevorsek, D. C.; Kwon, Y. D.; Chin, H. B. Analysis of the Temperature Rise in the Projectile and Extended Chain Polyethylene Fiber Composite Armor during Ballistic Impact and Penetration. *Polymer Engineering & Sci* **1994**, 34 (2), 141–152. <https://doi.org/10.1002/pen.760340211>.
- (8) Deplancke, T.; Lame, O.; Cavaille, J.-Y.; Fivel, M.; Riondet, M.; Franc, J.-P. Outstanding Cavitation Erosion Resistance of Ultra High Molecular Weight Polyethylene (UHMWPE) Coatings. *Wear* **2015**, 328–329, 301–308. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2015.01.077>.
- (9) Musib, M. K. A Review of the History and Role of UHMWPE as A Component in Total Joint Replacements. *IJBE* **2012**, 1 (1), 6–10. <https://doi.org/10.5923/j.ijbe.20110101.02>.
- (10) Katti, K. S. Biomaterials in Total Joint Replacement. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces* **2004**, 39 (3), 133–142. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2003.12.002>.
- (11) Ianuzzi, A.; Mkandawire, C. Applications of UHMWPE in Total Ankle Replacements. In *UHMWPE Biomaterials Handbook*; Elsevier, 2009; pp 153–169. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-374721-1.00011-0>.
- (12) Kim, Y. H.; Wool, R. P. A Theory of Healing at a Polymer-Polymer Interface. *Macromolecules* **1983**, 16 (7), 1115–1120. <https://doi.org/10.1021/ma00241a013>.
- (13) Wool, R. P.; O'Connor, K. M. A Theory Crack Healing in Polymers. *Journal of Applied Physics* **1981**, 52 (10), 5953–5963. <https://doi.org/10.1063/1.328526>.
- (14) de Gennes, P. G. Reptation of a Polymer Chain in the Presence of Fixed Obstacles. *The Journal of Chemical Physics* **1971**, 55 (2), 572–579. <https://doi.org/10.1063/1.1675789>.
- (15) Bousmina, M.; Qiu, H.; Grmela, M.; Klemberg-Sapieha, J. E. Diffusion at Polymer/Polymer Interfaces Probed by Rheological Tools. *Macromolecules* **1998**, 31 (23), 8273–8280. <https://doi.org/10.1021/ma980562r>.
- (16) Jud, K.; Kausch, H. H.; Williams, J. G. Fracture Mechanics Studies of Crack Healing and Welding of Polymers. *J Mater Sci* **1981**, 16 (1), 204–210. <https://doi.org/10.1007/BF00552073>.
- (17) Prager, S.; Tirrell, M. The Healing Process at Polymer–Polymer Interfaces. *The Journal of Chemical Physics* **1981**, 75 (10), 5194–5198. <https://doi.org/10.1063/1.441871>.
- (18) Salse, M.; Baeza, G. P.; Pommella, A.; Chèvremont, W.; Trillaud, V.; Lame, O. Direct Observation of Short-Time Welding in UHMWPE Powders via X-Ray Photon Correlation Spectroscopy and Magnetic Hyperthermia-Induced Sintering. *ACS Macro Lett.* **2025**, 14 (8), 1088–1093. <https://doi.org/10.1021/acsmacrolett.5c00388>.

- (19) Deplancke, T.; Lame, O.; Rousset, F.; Seguela, R.; Vigier, G. Mechanisms of Chain Reentanglement during the Sintering of UHMWPE Nascent Powder: Effect of Molecular Weight. *Macromolecules* **2015**, *48* (15), 5328–5338. <https://doi.org/10.1021/acs.macromol.5b00618>.
- (20) Gennes, P.-G. de. << Explosion >> a La Fusion. *Comptes Rendus de l'Academie des Sciences-Serie II-Mecanique Physique Chimie Astronomie* **1995**, *321* (9), 363–366.
- (21) Barham, P. J.; Sadler, D. M. A Neutron Scattering Study of the Melting Behaviour of Polyethylene Single Crystals. *Polymer* **1991**, *32* (3), 393–395. [https://doi.org/10.1016/0032-3861\(91\)90440-T](https://doi.org/10.1016/0032-3861(91)90440-T).
- (22) Khalil, Y.; Kowalski, A.; Hopkinson, N. Influence of Laser Power on Tensile Properties and Material Characteristics of Laser-Sintered UHMWPE. *Manufacturing Rev.* **2016**, *3*, 15. <https://doi.org/10.1051/mfreview/2016015>.
- (23) Sébilleau, J.-C.; Lemonnier, S.; Barraud, E.; Vallat, M.-F.; Carradò, A.; Nardin, M. Consolidation by Spark Plasma Sintering (SPS) of Polyetheretherketone. *Journal of Applied Polymer Science* **2017**, *134* (23). <https://doi.org/10.1002/app.44911>.
- (24) Gey Lucas; Rossetti Sylvio. Induction Électromagnétique.
- (25) Ahmed, T. J.; Stavrov, D.; Bersee, H. E. N.; Beukers, A. Induction Welding of Thermoplastic Composites—an Overview. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **2006**, *37* (10), 1638–1651. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2005.10.009>.
- (26) Bayerl, T.; Duhovic, M.; Mitschang, P.; Bhattacharyya, D. The Heating of Polymer Composites by Electromagnetic Induction – A Review. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **2014**, *57*, 27–40. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2013.10.024>.
- (27) Ashby, M. Designing Architected Materials. *Scripta Materialia* **2013**, *68* (1), 4–7. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.04.033>.
- (28) Du Plessis, A.; Razavi, N.; Benedetti, M.; Murchio, S.; Leary, M.; Watson, M.; Bhate, D.; Berto, F. Properties and Applications of Additively Manufactured Metallic Cellular Materials: A Review. *Progress in Materials Science* **2022**, *125*, 100918. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2021.100918>.
- (29) Kladovasilakis, N.; Tsongas, K.; Karalekas, D.; Tzetzis, D. Architected Materials for Additive Manufacturing: A Comprehensive Review. *Materials* **2022**, *15* (17), 5919.
- (30) Étienne, S.; David, L. *Introduction à la physique des polymères: cours et exercices*, 2e éd.; Sciences sup; Dunod: Paris, 2012.
- (31) Gennes, P. G. de. *Scaling Concepts in Polymer Physics*; Cornell University Press: Ithaca, N.Y, 1979.
- (32) Deplancke, T. Approche Des Mécanismes de Frittage Du UHMWPE : Étude Du Comportement Mécanique à l'état Solide et à l'état Fondu. These de doctorat, Lyon, INSA, 2013. <http://www.theses.fr/2013ISAL0143> (accessed 2022-06-14).
- (33) Rubinstein, M.; Colby, R. H. *Polymer Physics*; Oxford University Press: Oxford ; New York, 2003.
- (34) Aharoni, S. M. On Entanglements of Flexible and Rodlike Polymers. *Macromolecules* **1983**, *16* (11), 1722–1728. <https://doi.org/10.1021/ma00245a008>.
- (35) *Principles of polymer chemistry / by Paul J. Flory, ... - Université de Lorraine.* https://ulyse.univ-lorraine.fr/discovery/fulldisplay/alma991002184399705596/33UDL_INST:UDL (accessed 2025-10-13).
- (36) Doi, M.; Edwards, S. F. *The Theory of Polymer Dynamics*, Reprint.; International series of monographs on physics; Clarendon Press: Oxford, 2013.
- (37) Rouse, P. E. A Theory of the Linear Viscoelastic Properties of Dilute Solutions of Coiling Polymers. *The Journal of Chemical Physics* **1953**, *21* (7), 1272–1280. <https://doi.org/10.1063/1.1699180>.
- (38) A.E. Likhtman. *Rouse Model - an overview* | *ScienceDirect Topics*. <https://www.sciencedirect-com.ressources-electroniques.univ-lille.fr/topics/engineering/rouse-model> (accessed 2024-08-27).

- (39) *Polymer reptation - ILL Neutrons for Society*.
<https://www.ill.eu/fr/users/instruments/instruments-list/in15/examples/polymer-reptation>
(accessed 2024-08-27).
- (40) Rault, J. *Les polymères solides: amorphes, élastomères, semi-cristallins propriétés microscopiques et macroscopiques*; Cépaduès-éd: Toulouse, 2002.
- (41) Somani, R. H.; Yang, L.; Zhu, L.; Hsiao, B. S. Flow-Induced Shish-Kebab Precursor Structures in Entangled Polymer Melts. *Polymer* **2005**, *46* (20), 8587–8623.
<https://doi.org/10.1016/j.polymer.2005.06.034>.
- (42) Séverine Humbert. Influence de La Topologie Moléculaire et de La Microstructure Sur Les Propriétés Mécaniques Des Polyéthylènes, INSA LYON, 2009.
- (43) Hoffman, J. D.; Miller, R. L. Kinetic of Crystallization from the Melt and Chain Folding in Polyethylene Fractions Revisited: Theory and Experiment. *Polymer* **1997**, *38* (13), 3151–3212.
[https://doi.org/10.1016/S0032-3861\(97\)00071-2](https://doi.org/10.1016/S0032-3861(97)00071-2).
- (44) *Physical Properties of Polymers*, 3rd ed.; Mark, J. E., Ed.; Cambridge University Press: Cambridge ; New York, 2004.
- (45) Fischer, E. W. STUDIES OF STRUCTURE AND DYNAMICS OF SOLID POLYMERS BY ELASTIC AND INELASTIC NEUTRON SCATTERING. In *Macromolecular Chemistry*; Elsevier, 1979; pp 1319–1341. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-022039-0.50012-6>.
- (46) Jauffres, D. Polymères à Hautes Performances Mécaniques Élaborés Par Compaction Grande Vitesse: Mécanismes de Frittage et Relations Procédé/Microstructure/Propriétés Mécaniques. **2007**.
- (47) Brusselle-Dupend, N.; Lai, D.; Feaugas, X.; Guigon, M.; Clavel, M. Mechanical Behavior of a Semicrystalline Polymer before Necking. Part 1: Characterization of Uniaxial Behavior. *Polymer Engineering & Sci* **2001**, *41* (1), 66–76. <https://doi.org/10.1002/pen.10709>.
- (48) Brusselle-Dupend, N.; Lai, D.; Feaugas, X.; Guigon, M.; Clavel, M. Mechanical Behavior of a Semicrystalline Polymer before Necking. Part II: Modeling of Uniaxial Behavior. *Polymer Engineering & Sci* **2003**, *43* (2), 501–518. <https://doi.org/10.1002/pen.10041>.
- (49) Oleinik, E. F. Plasticity of Semicrystalline Flexible-Chain Polymers at the Microscopic and Mesoscopic Levels. *Polymer science. Series C* **2003**, *45*, 17–117.
- (50) Peterlin, A. Folded Chain Model of Highly Drawn Polyethylene. *Polymer Engineering & Sci* **1969**, *9* (3), 172–181. <https://doi.org/10.1002/pen.760090305>.
- (51) Kelly, J. M. ULTRA-HIGH MOLECULAR WEIGHT POLYETHYLENE*. *Journal of Macromolecular Science, Part C: Polymer Reviews* **2002**, *42* (3), 355–371. <https://doi.org/10.1081/MC-120006452>.
- (52) Sinn, H.; Kaminsky, W. Ziegler-Natta Catalysis. In *Advances in Organometallic Chemistry*; Elsevier, 1980; Vol. 18, pp 99–149. [https://doi.org/10.1016/S0065-3055\(08\)60307-X](https://doi.org/10.1016/S0065-3055(08)60307-X).
- (53) Lippits, D. R.; Rastogi, S.; Höhne, G. W. H. Melting Kinetics in Polymers. *Phys. Rev. Lett.* **2006**, *96* (21), 218303. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.96.218303>.
- (54) Smith, P.; Chanzy, H. D.; Rotzinger, B. P. Drawing of Virgin Ultrahigh Molecular Weight Polyethylene: An Alternative Route to High Strength/High Modulus Materials. *J Mater Sci* **1987**, *22* (2), 523–531. <https://doi.org/10.1007/BF01160764>.
- (55) Wang, H.; Yan, X.; Tang, X.; Ma, Y.; Fan, X.; Li, W.; Yu, W.; Wang, J.; Yang, Y. Contribution of the Initially Entangled State and Particle Size to the Sintering Kinetics of UHMWPE. *Macromolecules* **2022**, *55* (4), 1310–1320. <https://doi.org/10.1021/acs.macromol.1c02058>.
- (56) Lippits, D. R.; Rastogi, S.; Höhne, G. W. H.; Mezari, B.; Magusin, P. C. M. M. Heterogeneous Distribution of Entanglements in the Polymer Melt and Its Influence on Crystallization. *Macromolecules* **2007**, *40* (4), 1004–1010. <https://doi.org/10.1021/ma0622837>.
- (57) Romano, D.; Tops, N.; Bos, J.; Rastogi, S. Correlation between Thermal and Mechanical Response of Nascent Semicrystalline UHMWPEs. *Macromolecules* **2017**, *50* (5), 2033–2042. <https://doi.org/10.1021/acs.macromol.6b02339>.
- (58) Patel, K.; Chikkali, S. H.; Sivaram, S. Ultrahigh Molecular Weight Polyethylene: Catalysis, Structure, Properties, Processing and Applications. *Progress in Polymer Science* **2020**, *109*, 101290. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2020.101290>.

- (59) Joshi, A.; Mishra, A.; Saxena, V. K. Impact Response and Energy Absorption Mechanisms of UHMWPE Fabric and Composites in Ballistic Applications: A Comprehensive Review. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **2024**, *185*, 108314. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2024.108314>.
- (60) Patil, N. A.; Njuguna, J.; Kandasubramanian, B. UHMWPE for Biomedical Applications: Performance and Functionalization. *European Polymer Journal* **2020**, *125*, 109529. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2020.109529>.
- (61) Deimede, V.; Elmasides, C. Separators for Lithium-Ion Batteries: A Review on the Production Processes and Recent Developments. *Energy Technology* **2015**, *3* (5), 453–468. <https://doi.org/10.1002/ente.201402215>.
- (62) Gupta, A.; Sivaram, S. Separator Membranes for Lithium–Sulfur Batteries: Design Principles, Structure, and Performance. *Energy Tech* **2019**, *7* (6), 1800819. <https://doi.org/10.1002/ente.201800819>.
- (63) Arora: Battery separators - Google Scholar. https://scholar.google.com/scholar_lookup?title=Battery%20separators&author=P%20Arora&publication_year=2014&pages=4419-4462 (accessed 2025-09-07).
- (64) *Characterization and Rheological Properties of Ultra-High Molecular Weight Polyethylenes*. <https://www.mdpi.com/2073-4360/16/24/3501> (accessed 2025-09-08).
- (65) Porter, R. S.; Johnson, J. F. Viscosity of Polyethylenes: Dependence on Molecular Weight and Temperature. *Journal of Applied Polymer Science* **1960**, *3* (Issue 8), 194–199.
- (66) German, R. M. *Sintering Theory and Practice*; Wiley: New York, 1996.
- (67) Wool, R. P. Self-Healing Materials: A Review. *Soft Matter* **2008**, *4* (3), 400. <https://doi.org/10.1039/b711716g>.
- (68) Yuan, B.-L.; Wool, R. P. Strength Development at Incompatible Semicrystalline Polymer Interfaces. *Polym. Eng. Sci.* **1990**, *30* (22), 1454–1464. <https://doi.org/10.1002/pen.760302206>.
- (69) Wool, R. P.; Yuan, B. -L.; McGarel, O. J. Welding of Polymer Interfaces. *Polymer Engineering & Sci* **1989**, *29* (19), 1340–1367. <https://doi.org/10.1002/pen.760291906>.
- (70) Shim, M.-J.; Kim, S.-W. Characteristics of Polymer Welding by Healing Process. *Materials Chemistry and Physics* **1997**, *48* (1), 90–93. [https://doi.org/10.1016/S0254-0584\(97\)80084-3](https://doi.org/10.1016/S0254-0584(97)80084-3).
- (71) Deplancke, T.; Lame, O.; Rousset, F.; Aguilí, I.; Seguela, R.; Vigier, G. Diffusion versus CocrySTALLIZATION of Very Long Polymer Chains at Interfaces: Experimental Study of Sintering of UHMWPE Nascent Powder. *Macromolecules* **2014**, *47* (1), 197–207. <https://doi.org/10.1021/ma402012f>.
- (72) Xue, Y.-Q.; Tervoort, T. A.; Rastogi, S.; Lemstra, J. Welding Behavior of Semicrystalline Polymers. 2. Effect of CocrySTALLIZATION on Autoadhesion. *Macromolecules* **2000**, *33* (19), 7084–7087. <https://doi.org/10.1021/ma000754y>.
- (73) Wang, Z.; Li, B.; Christakopoulos, F.; Xie, K.; Zhu, C.; Xu, J.; Müller, A. J. Structure Formation and Unexpected Ultrafast Re-Entanglement Dynamics of Disentangled Ultrahigh Molecular Weight Polyethylene. *Macromolecules* **2024**, *57* (21), 10240–10252. <https://doi.org/10.1021/acs.macromol.4c01733>.
- (74) Wang, W.; Wang, H.; Chen, J. Research on Chain Diffusion and Entanglement via Controlling the Sintering Process of Nascent UHMWPE. *Macromolecules* **2024**, *57* (5), 2205–2217. <https://doi.org/10.1021/acs.macromol.3c02361>.
- (75) Rimell, J. T.; Marquis, P. M. Selective Laser Sintering of Ultra High Molecular Weight Polyethylene for Clinical Applications. *J Biomed Mater Res* **2000**, *53* (4), 414–420. [https://doi.org/10.1002/1097-4636\(2000\)53:4%253C414::aid-jbm16%253E3.0.co;2-m](https://doi.org/10.1002/1097-4636(2000)53:4%253C414::aid-jbm16%253E3.0.co;2-m).
- (76) *An empirical study into laser sintering of ultra-high molecular weight polyethylene (UHMWPE) / Request PDF*. https://www.researchgate.net/publication/248253550_An_empirical_study_into_laser_sintering_of_ultra-high_molecular_weight_polyethylene_UHMWPE (accessed 2025-05-14).

- (77) Khalil, Y.; Kowalski, A.; Hopkinson, N. Influence of Energy Density on Flexural Properties of Laser-Sintered UHMWPE. *Additive Manufacturing* **2016**, *10*, 67–75. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2016.03.002>.
- (78) Tobi, A. O.; Sadiku, E. R.; Adesina, O. S.; Ogunbiyi, O. F.; Jamiru, T.; Obadele, B. A. Spark Plasma Sintering of Polymer and Polymer-Based Composites: A Review. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology* **2021**, *116* (3–4), 759–775. <https://doi.org/10.1007/s00170-021-07349-z>.
- (79) Xiao, Y.; Zhang, L.; Wei, B.; Lu, C.; Li, L. Organic-Inorganic Core-Shell Materials as Reinforced Fillers of UHMWPE to Improve Its Tribological and Mechanical Properties. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* **2024**, *691*, 133820. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2024.133820>.
- (80) Milton, G. W. *The Theory of Composites*; Cambridge monographs on applied and computational mathematics; Cambridge university press: Cambridge New York, 2002.
- (81) Berthelot, J.-M. *Matériaux composites: comportement mécanique et analyse des structures*, 5e éd.; Éd. Tec & doc: Paris, 2012.
- (82) Lionel GENDRE. *Les Grandes Familles de Matériaux Composites*, 2011.
- (83) Khan, Z. I.; Arsad, A.; Mohamad, Z.; Habib, U.; Zaini, M. A. A. Comparative Study on the Enhancement of Thermo-Mechanical Properties of Carbon Fiber and Glass Fiber Reinforced Epoxy Composites. *Materials Today: Proceedings* **2021**, *39*, 956–958. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.04.223>.
- (84) Wonderly, C.; Grenestedt, J.; Fernlund, G.; Čěpus, E. Comparison of Mechanical Properties of Glass Fiber/Vinyl Ester and Carbon Fiber/Vinyl Ester Composites. *Composites Part B: Engineering* **2005**, *36* (5), 417–426. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2005.01.004>.
- (85) Tarfaoui, M.; Choukri, S.; Neme, A. Effect of Fibre Orientation on Mechanical Properties of the Laminated Polymer Composites Subjected to Out-of-Plane High Strain Rate Compressive Loadings. *Composites Science and Technology* **2008**, *68* (2), 477–485. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2007.06.014>.
- (86) Ghamarian, N.; Hanim, M.; Penjumras, P.; Abang Haji Abdul Majid, D. L. Effect of Fiber Orientation on the Mechanical Properties of Laminated Polymer Composites. In *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*; 2016. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-803581-8.04083-2>.
- (87) Cordin, M.; Bechtold, T.; Pham, T. Effect of Fibre Orientation on the Mechanical Properties of Polypropylene–Lyocell Composites. *Cellulose* **2018**, *25* (12), 7197–7210. <https://doi.org/10.1007/s10570-018-2079-6>.
- (88) Ruhala, L.; ENGEL, R. An Investigation of the Effects of Fiber Volume Fraction on the Impact Properties of Fiber Reinforced Composite Laminated Plates. *Journal of Reinforced Plastics and Composites - J REINF PLAST COMPOSITE* **2000**, *19*, 449–464. <https://doi.org/10.1106/6WUR-5FP4-JCGU-B2DJ>.
- (89) Ziaee, S.; Kerr-Anderson, E.; Johnson, A.; Eastep, D.; Abdel-Magid, B. Effect of High Fiber Content on Properties and Performance of CFRTCP Composites. *Journal of Composites Science* **2024**, *8* (9), 364. <https://doi.org/10.3390/jcs8090364>.
- (90) Wang, L.; Lau, J.; Thomas, E. L.; Boyce, M. C. Co-Continuous Composite Materials for Stiffness, Strength, and Energy Dissipation. *Advanced Materials* **2011**, *23* (13), 1524–1529. <https://doi.org/10.1002/adma.201003956>.
- (91) Rajak, D. K.; Wagh, P. H.; Linul, E. Manufacturing Technologies of Carbon/Glass Fiber-Reinforced Polymer Composites and Their Properties: A Review. *Polymers* **2021**, *13* (21), 3721. <https://doi.org/10.3390/polym13213721>.
- (92) Al-Ketan, O.; Adel Assad, M.; Abu Al-Rub, R. K. Mechanical Properties of Periodic Interpenetrating Phase Composites with Novel Architected Microstructures. *Composite Structures* **2017**, *176*, 9–19. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.05.026>.
- (93) Asar, A.; Zaki, W. A Comprehensive Review of the Mechanisms and Structure of Interpenetrating Phase Composites with Emphasis on Metal-Metal and Polymer-Metal

- Variants. *Composites Part B: Engineering* **2024**, 275, 111314.
<https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2024.111314>.
- (94) Wegner, L.; Gibson, L. Mechanical Behaviour of Interpenetrating Phase Composites - II: A Case Study of a Three-Dimensionally Printed Material. *International Journal of Mechanical Sciences - INT J MECH SCI* **2000**, 42, 943–964. [https://doi.org/10.1016/S0020-7403\(99\)00026-0](https://doi.org/10.1016/S0020-7403(99)00026-0).
- (95) Coetzee, D.; Venkataraman, M.; Militky, J.; Petru, M. Influence of Nanoparticles on Thermal and Electrical Conductivity of Composites. *Polymers* **2020**, 12 (4), 742.
<https://doi.org/10.3390/polym12040742>.
- (96) Psarras, G. C. Hopping Conductivity in Polymer Matrix–Metal Particles Composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **2006**, 37 (10), 1545–1553.
<https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2005.11.004>.
- (97) Bigg, D. M. Mechanical, Thermal, and Electrical Properties of Metal Fiber-filled Polymer Composites. *Polymer Engineering & Sci* **1979**, 19 (16), 1188–1192.
<https://doi.org/10.1002/pen.760191610>.
- (98) Shtein, M.; Nadiv, R.; Buzaglo, M.; Regev, O. Graphene-Based Hybrid Composites for Efficient Thermal Management of Electronic Devices. *ACS Appl. Mater. Interfaces* **2015**, 7 (42), 23725–23730. <https://doi.org/10.1021/acsami.5b07866>.
- (99) Mokhtari, F.; Azimi, B.; Salehi, M.; Hashemikia, S.; Danti, S. Recent Advances of Polymer-Based Piezoelectric Composites for Biomedical Applications. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* **2021**, 122, 104669. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2021.104669>.
- (100) Schlabach, S.; Ochs, R.; Hanemann, T.; Szabó, D. V. Nanoparticles in Polymer-Matrix Composites. *Microsyst Technol* **2011**, 17 (2), 183–193. <https://doi.org/10.1007/s00542-010-1176-8>.
- (101) Li, S.; Meng Lin, M.; Toprak, M. S.; Kim, D. K.; Muhammed, M. Nanocomposites of Polymer and Inorganic Nanoparticles for Optical and Magnetic Applications. *Nano Reviews* **2010**, 1 (1), 5214. <https://doi.org/10.3402/nano.v1i0.5214>.
- (102) Grujic, A.; Talijan, N.; Stojanovic, D.; Stajic-Trosic, J.; Burzic, Z.; Balanovic, Lj.; Aleksic, R. Mechanical and Magnetic Properties of Composite Materials with Polymer Matrix. *J min metall B Metall* **2010**, 46 (1), 25–32. <https://doi.org/10.2298/JMMB1001025G>.
- (103) Baena, J.; Wu, J.; Peng, Z. Wear Performance of UHMWPE and Reinforced UHMWPE Composites in Arthroplasty Applications: A Review. *Lubricants* **2015**, 3 (2), 413–436.
<https://doi.org/10.3390/lubricants3020413>.
- (104) Puértolas, J. A.; Kurtz, S. M. Evaluation of Carbon Nanotubes and Graphene as Reinforcements for UHMWPE-Based Composites in Arthroplastic Applications: A Review. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* **2014**, 39, 129–145.
<https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2014.06.013>.
- (105) Zhang, T. G.; Satapathy, S. S.; Vargas-Gonzalez, L. R.; Walsh, S. M. Ballistic Impact Response of Ultra-High-Molecular-Weight Polyethylene (UHMWPE). *Composite Structures* **2015**, 133, 191–201. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2015.06.081>.
- (106) Christensen, R. M. *Mechanics of Composite Materials*, Dover edition.; Dover books on engineering; Dover Publications, Inc: Mineola [New York], 2005.
- (107) Vinson, J. R.; Sierakowski, R. *The Behavior of Structures Composed of Composite Materials*, 2. ed., Reprint.; Solid mechanics and its applications; Springer: Dordrecht, 2008.
- (108) Luo, Y. Isotropized Voigt-Reuss Model for Prediction of Elastic Properties of Particulate Composites. *Mechanics of Advanced Materials and Structures* **2022**, 29 (25), 3934–3941.
<https://doi.org/10.1080/15376494.2021.1913772>.
- (109) Brakman, C. M. The Voigt Model Case. *Philosophical Magazine A* **1987**, 55 (1), 39–58.
<https://doi.org/10.1080/01418618708209799>.
- (110) Veenstra, H.; Verkoijen, P. C. J.; van Lent, B. J. J.; van Dam, J.; de Boer, A. P.; Nijhof, A. P. H. J. On the Mechanical Properties of Co-Continuous Polymer Blends: Experimental and Modelling. *Polymer* **2000**, 41 (5), 1817–1826. [https://doi.org/10.1016/S0032-3861\(99\)00337-7](https://doi.org/10.1016/S0032-3861(99)00337-7).

- (111) FRANÇOIS, D. Essais Mécaniques Des Métaux Introduction. *Techniques de l'ingénieur Étude et propriétés des métaux*, 2004, base documentaire : TIP551WEB. <https://doi.org/10.51257/a-v1-m4150>.
- (112) Fleck, N. A.; Deshpande, V. S.; Ashby, M. F. Micro-Architected Materials: Past, Present and Future. *Proc. R. Soc. A* **2010**, 466 (2121), 2495–2516. <https://doi.org/10.1098/rspa.2010.0215>.
- (113) Tao AN. Design, Realization and Study of Bimetallic and Metallic Based Composite Materials with Controlled Architecture Obtained by Mixed Process: Additive Manufacturing/Foundry/Powder Metallurgy for Thermal Transfer in Braking Systems, Université de Lille, Lille, 2024.
- (114) Pei, E.; Kabir, I.; Breški, T.; Godec, D.; Nordin, A. A Review of Geometric Dimensioning and Tolerancing (GD&T) of Additive Manufacturing and Powder Bed Fusion Lattices. *Prog Addit Manuf* **2022**, 7 (6), 1297–1305. <https://doi.org/10.1007/s40964-022-00304-8>.
- (115) Groth, J.-H.; Anderson, C.; Magnini, M.; Tuck, C.; Clare, A. Five Simple Tools for Stochastic Lattice Creation. *Additive Manufacturing* **2022**, 49, 102488. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2021.102488>.
- (116) Mirzaali, M. J.; Hedayati, R.; Vena, P.; Vergani, L.; Strano, M.; Zadpoor, A. A. Rational Design of Soft Mechanical Metamaterials: Independent Tailoring of Elastic Properties with Randomness. *Applied Physics Letters* **2017**, 111 (5), 051903. <https://doi.org/10.1063/1.4989441>.
- (117) Kanwar, S.; Al-Ketan, O.; Vijayavenkataraman, S. A Novel Method to Design Biomimetic, 3D Printable Stochastic Scaffolds with Controlled Porosity for Bone Tissue Engineering. *Materials & Design* **2022**, 220, 110857. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2022.110857>.
- (118) Al-Ketan, O.; Abu Al-Rub, R. K. Multifunctional Mechanical Metamaterials Based on Triply Periodic Minimal Surface Lattices. *Adv Eng Mater* **2019**, 21 (10), 1900524. <https://doi.org/10.1002/adem.201900524>.
- (119) Dong, G.; Tang, Y.; Zhao, Y. F. A Survey of Modeling of Lattice Structures Fabricated by Additive Manufacturing. *Journal of Mechanical Design* **2017**, 139 (10), 100906. <https://doi.org/10.1115/1.4037305>.
- (120) Derveni, F.; Gross, A. J.; Peterman, K. D.; Gerasimidis, S. Postbuckling Behavior and Imperfection Sensitivity of Elastic–Plastic Periodic Plate-Lattice Materials. *Extreme Mechanics Letters* **2022**, 50, 101510. <https://doi.org/10.1016/j.eml.2021.101510>.
- (121) Gibson, I.; Rosen, D.; Stucker, B.; Khorasani, M. *Additive Manufacturing Technologies*, Third edition.; Springer: Cham, Switzerland, 2021.
- (122) Zhai, Y.; Lados, D. A.; LaGoy, J. L. Additive Manufacturing: Making Imagination the Major Limitation. *JOM* **2014**, 66 (5), 808–816. <https://doi.org/10.1007/s11837-014-0886-2>.
- (123) ASTM: 52900: 2015 Additive manufacturing General... - Google Scholar. https://scholar.google.com/scholar_lookup?title=Additive%20Manufacturing%E2%80%94General%20Principles%E2%80%94Terminology&author=ISO%2FASTM&publication_year=2015 (accessed 2024-09-01).
- (124) Berman, B. 3-D Printing: The New Industrial Revolution. *Business Horizons* **2012**, 55 (2), 155–162. <https://doi.org/10.1016/j.bushor.2011.11.003>.
- (125) Vandenbroucke, B.; Kruth, J. Selective Laser Melting of Biocompatible Metals for Rapid Manufacturing of Medical Parts. *Rapid Prototyping Journal* **2007**, 13 (4), 196–203. <https://doi.org/10.1108/13552540710776142>.
- (126) Körner, C. Additive Manufacturing of Metallic Components by Selective Electron Beam Melting — a Review. *International Materials Reviews* **2016**, 61 (5), 361–377. <https://doi.org/10.1080/09506608.2016.1176289>.
- (127) Marcu, T.; Todea, M.; Gligor, I.; Berce, P.; Popa, C. Effect of Surface Conditioning on the Flowability of Ti6Al7Nb Powder for Selective Laser Melting Applications. *Applied Surface Science* **2012**, 258 (7), 3276–3282. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2011.11.081>.
- (128) Alphons Anandaraj ANTONYSAMY. Microstructure, Texture and Mechanical Property Evolution during Additive Manufacturing of Ti6Al4V Alloy for Aerospace Applications, The University of Manchester, United Kingdom, 2012.

- (129) Gu, D. D.; Meiners, W.; Wissenbach, K.; Poprawe, R. Laser Additive Manufacturing of Metallic Components: Materials, Processes and Mechanisms. *International Materials Reviews* **2012**, *57* (3), 133–164. <https://doi.org/10.1179/1743280411Y.0000000014>.
- (130) Masmoudi, A. Modélisation et Développement Expérimental Du Procédé de Fabrication Additive Par Fusion Laser Sélective d'un Lit de Poudre Métallique : Influence de La Pression de l'atmosphère. **2016**. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.21371.57127>.
- (131) Sing, S. L.; Yeong, W. Y.; Wiria, F. E.; Tay, B. Y. Characterization of Titanium Lattice Structures Fabricated by Selective Laser Melting Using an Adapted Compressive Test Method. *Exp Mech* **2016**, *56* (5), 735–748. <https://doi.org/10.1007/s11340-015-0117-y>.
- (132) Leary, M. Design of Titanium Implants for Additive Manufacturing. In *Titanium in Medical and Dental Applications*; Elsevier, 2018; pp 203–224. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-812456-7.00009-3>.
- (133) Ameli, M.; Agnew, B.; Leung, P. S.; Ng, B.; Sutcliffe, C. J.; Singh, J.; McGlen, R. A Novel Method for Manufacturing Sintered Aluminium Heat Pipes (SAHP). *Applied Thermal Engineering* **2013**, *52* (2), 498–504. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2012.12.011>.
- (134) Chastain, S. *Metal Casting: A Sand Casting Manual for the Small Foundry*; Stephen Chastain, 2004.
- (135) Gibson, L. J.; Ashby, M. F. *Cellular Solids: Structure and Properties*, 2nd ed.; Cambridge University Press, 1997. <https://doi.org/10.1017/CBO9781139878326>.
- (136) Ostos, J.; Rinaldi, R.; Stucky, G. D.; Zok, F. W.; Jacobsen, A. Deformation Stabilization of Lattice Structures via Foam Addition. *Acta Materialia* **2012**, *60*. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.07.053>.
- (137) Deshpande, V. S.; Ashby, M. F.; Fleck, N. A. Foam Topology: Bending versus Stretching Dominated Architectures. *Acta Materialia* **2001**, *49* (6), 1035–1040. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(00\)00379-7](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(00)00379-7).
- (138) Maxwell, J. C. L. *On the Calculation of the Equilibrium and Stiffness of Frames*. *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science* **1864**, *27* (182), 294–299. <https://doi.org/10.1080/14786446408643668>.
- (139) The Mechanics of Three-Dimensional Cellular Materials. *Proc. R. Soc. Lond. A* **1982**, *382* (1782), 43–59. <https://doi.org/10.1098/rspa.1982.0088>.
- (140) Benedetti, M.; Du Plessis, A.; Ritchie, R. O.; Dallago, M.; Razavi, N.; Berto, F. Architected Cellular Materials: A Review on Their Mechanical Properties towards Fatigue-Tolerant Design and Fabrication. *Materials Science and Engineering: R: Reports* **2021**, *144*, 100606. <https://doi.org/10.1016/j.mser.2021.100606>.
- (141) Ashby, M. F. The Properties of Foams and Lattices. *Phil. Trans. R. Soc. A*. **2006**, *364* (1838), 15–30. <https://doi.org/10.1098/rsta.2005.1678>.
- (142) Mueller, J.; Matlack, K. H.; Daraio, C. Energy Absorption of Periodic and Stochastic 3D Lattice Materials. *Advanced Theory and Simulations* 2019, *2* (10), 1900081. <https://doi.org/10.1002/adts.201900081>.
- (143) Gibson, L. J.; Ashby, M. F.; Harley, B. A. C. *Cellular Materials in Nature and Medicine*; Cambridge Univ. Press: Cambridge, 2010.
- (144) Kadkhodapour, J.; Montazerian, H.; Darabi, A. Ch.; Anaraki, A. P.; Ahmadi, S. M.; Zadpoor, A. A.; Schmauder, S. Failure Mechanisms of Additively Manufactured Porous Biomaterials: Effects of Porosity and Type of Unit Cell. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* **2015**, *50*, 180–191. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2015.06.012>.
- (145) Ahmadi, S.; Yavari, S.; Wauthle, R.; Pouran, B.; Schrooten, J.; Weinans, H.; Zadpoor, A. Additively Manufactured Open-Cell Porous Biomaterials Made from Six Different Space-Filling Unit Cells: The Mechanical and Morphological Properties. *Materials* **2015**, *8* (4), 1871–1896. <https://doi.org/10.3390/ma8041871>.
- (146) Qiu, C.; Yue, S.; Adkins, N. J. E.; Ward, M.; Hassanin, H.; Lee, P. D.; Withers, P. J.; Attallah, M. M. Influence of Processing Conditions on Strut Structure and Compressive Properties of Cellular Lattice Structures Fabricated by Selective Laser Melting. *Materials Science and Engineering: A* **2015**, *628*, 188–197. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.01.031>.

- (147) Bendsøe, M. P.; Sigmund, O. *Topology Optimization: Theory, Methods, and Applications*, Second edition, corrected printing.; Engineering online library; Springer: Berlin Heidelberg, 2011.
- (148) Marin Ferro, R.; Pavanello, R. A Simple and Efficient Structural Topology Optimization Implementation Using Open-Source Software for All Steps of the Algorithm: Modeling, Sensitivity Analysis and Optimization. *Computer Modeling in Engineering & Sciences* **2023**, 136 (2), 1371–1397. <https://doi.org/10.32604/cmescs.2023.026043>.
- (149) Novak, N.; Al-Ketan, O.; Borovinšek, M.; Krstulović-Opara, L.; Rowshan, R.; Vesenjak, M.; Ren, Z. Development of Novel Hybrid TPMS Cellular Lattices and Their Mechanical Characterisation. *Journal of Materials Research and Technology* **2021**, 15, 1318–1329. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.08.092>.
- (150) Chen, Z.; Xie, Y. M.; Wu, X.; Wang, Z.; Li, Q.; Zhou, S. On Hybrid Cellular Materials Based on Triply Periodic Minimal Surfaces with Extreme Mechanical Properties. *Materials & Design* **2019**, 183, 108109. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.108109>.
- (151) Zhang, C.; Chen, F.; Huang, Z.; Jia, M.; Chen, G.; Ye, Y.; Lin, Y.; Liu, W.; Chen, B.; Shen, Q.; Zhang, L.; Lavernia, E. J. Additive Manufacturing of Functionally Graded Materials: A Review. *Materials Science and Engineering: A* **2019**, 764, 138209. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138209>.
- (152) Mahmoud, D.; Elbestawi, M. Lattice Structures and Functionally Graded Materials Applications in Additive Manufacturing of Orthopedic Implants: A Review. *JMMP* **2017**, 1 (2), 13. <https://doi.org/10.3390/jmmp1020013>.
- (153) Ashby, M. F.; Bréchet, Y. J. M. Designing Hybrid Materials. *Acta Materialia* **2003**, 51 (19), 5801–5821. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(03\)00441-5](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00441-5).
- (154) Kladovasilakis, N.; Tsongas, K.; Tzetzis, D. Development of Novel Additive Manufactured Hybrid Architected Materials and Investigation of Their Mechanical Behavior. *Mechanics of Materials* **2023**, 176, 104525. <https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2022.104525>.
- (155) Surjadi, J. U.; Zhou, Y.; Huang, S.; Wang, L.; Li, M.; Fan, S.; Li, X.; Zhou, J.; Lam, R. H. W.; Wang, Z.; Lu, Y. Lightweight, Ultra-Tough, 3D-Architected Hybrid Carbon Microlattices. *Matter* **2022**, 5 (11), 4029–4046. <https://doi.org/10.1016/j.matt.2022.08.010>.
- (156) Berhanu, S.; Tariq, F.; Jones, T.; McComb, D. W. Three-Dimensionally Interconnected Organic Nanocomposite Thin Films: Implications for Donor–Acceptor Photovoltaic Applications. *J. Mater. Chem.* **2010**, 20 (37), 8005–8009. <https://doi.org/10.1039/C0JM01030H>.
- (157) Liu, Y.; Duan, D. L.; Jiang, S. L.; Li, S. Preparation and Its Cavitation Performance of Nickel Foam/Epoxy/SiC Co-Continuous Composites. *Wear* **2015**, 332–333, 979–987. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2014.12.025>.
- (158) De Pasquale, G.; Sibona, S. Hybrid Materials Based on Polymers-Filled AM Steel Lattices with Energy Absorption Capabilities. *Mechanics of Advanced Materials and Structures* **2021**, 29, 1–13. <https://doi.org/10.1080/15376494.2020.1871536>.
- (159) Chen, Y.; Wang, Q.; Wang, C.; Gong, P.; Shi, Y.; Yu, Y.; Liu, Z. Topology Optimization Design and Experimental Research of a 3D-Printed Metal Aerospace Bracket Considering Fatigue Performance. *Applied Sciences* **2021**, 11 (15), 6671. <https://doi.org/10.3390/app11156671>.
- (160) Tyflopoulos, E.; Lien, M.; Steinert, M. Optimization of Brake Calipers Using Topology Optimization for Additive Manufacturing. *Applied Sciences* **2021**, 11 (4), 1437. <https://doi.org/10.3390/app11041437>.
- (161) Ferro, C. G.; Varetto, S.; De Pasquale, G.; Maggiore, P. Lattice Structured Impact Absorber with Embedded Anti-Icing System for Aircraft Wings Fabricated with Additive SLM Process. *Materials Today Communications* **2018**, 15, 185–189. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2018.03.007>.
- (162) Sychov, M. M.; Lebedev, L. A.; Dyachenko, S. V.; Nefedova, L. A. Mechanical Properties of Energy-Absorbing Structures with Triply Periodic Minimal Surface Topology. *Acta Astronautica* **2018**, 150, 81–84. <https://doi.org/10.1016/j.actaastro.2017.12.034>.
- (163) Kong, Y.; Hay, J. The Measurement of the Crystallinity of Polymers by DSC. *Polymer* **2002**, 43, 3873–3878. [https://doi.org/10.1016/S0032-3861\(02\)00235-5](https://doi.org/10.1016/S0032-3861(02)00235-5).

- (164) Perez, S. Macromolecular Physics. Vol. 3. Crystal Melting by B. Wunderlich. *Acta Crystallographica Section A - ACTA CRYSTALLOGR A* **1981**, 37, 606–606. <https://doi.org/10.1107/S0567739481001381>.
- (165) *Polymer Handbook, 4th Edition*, 4th ed.; Brandrup, J., Immergut, E. H., Grulke, E. A., Eds.; Wiley: New York ; Chichester, 2004.
- (166) Crist, B.; Fisher, C. J.; Howard, P. R. Mechanical Properties of Model Polyethylenes: Tensile Elastic Modulus and Yield Stress. *Macromolecules* **1989**, 22 (4), 1709–1718. <https://doi.org/10.1021/ma00194a035>.
- (167) Grange, N. Étude Du Comportement Au Feu de Matériaux Composites Destinés à Des Applications Aéronautiques : Expériences et Modélisations, 2018.
- (168) Incropera, F. P.; DeWitt, D. P.; Bergman, T. L.; Lavine, A. S. *Fundamentals of Heat and Mass Transfer*; Wiley New York, 1996; Vol. 6.
- (169) Meola, C.; Carlomagno, G. M. Recent Advances in the Use of Infrared Thermography. *Meas. Sci. Technol.* **2004**, 15 (9), R27. <https://doi.org/10.1088/0957-0233/15/9/R01>.
- (170) Pajani, D. *Mesure par thermographie infrarouge*; ADD: Chatenay Malabry, 1989.
- (171) Jean-Pierre Monchau. Mesure d'émissivité pour la thermographie infrarouge appliquée au diagnostic quantitatif des structures, Université Paris-Est, France, 2013.
- (172) Wellington, S. L.; Vinegar, H. J. X-Ray Computerized Tomography. *Journal of Petroleum Technology* **1987**, 39 (08), 885–898. <https://doi.org/10.2118/16983-PA>.
- (173) Garcea, S. C.; Wang, Y.; Withers, P. J. X-Ray Computed Tomography of Polymer Composites. *Composites Science and Technology* **2018**, 156, 305–319. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2017.10.023>.
- (174) Buffière, J.; Maire, E. Imagerie 3D En Mécanique Des Matériaux. *Hermès, La Revue - Cognition, communication, politique* **2014**.
- (175) *Rayons X. Cardio paramed.* <https://www.cardio-paramed.com/radioprotection/rayons-x/> (accessed 2025-05-25).
- (176) Kak, A. C.; Slaney, M.; Wang, G. Principles of Computerized Tomographic Imaging. *Medical Physics* **2002**, 29 (1), 107–107. <https://doi.org/10.1118/1.1455742>.
- (177) Withers, P. J.; Bouman, C.; Carmignato, S.; Cnudde, V.; Grimaldi, D.; Hagen, C. K.; Maire, E.; Manley, M.; Du Plessis, A.; Stock, S. R. X-Ray Computed Tomography. *Nat Rev Methods Primers* **2021**, 1 (1), 1–21. <https://doi.org/10.1038/s43586-021-00015-4>.
- (178) Murtaza, H. Towards Improved Laboratory X-Ray Tomography Imaging: Optimization of Acquisition Parameters and Use of Photon-Counting Detectors. phdthesis, Université Grenoble Alpes (UGA), 2022. <https://doi.org/10/document>.
- (179) Zink, F. E. X-Ray Tubes. *RadioGraphics* **1997**, 17 (5), 1259–1268. <https://doi.org/10.1148/radiographics.17.5.9308113>.
- (180) Ammann, E.; Kutschera, W. X-Ray Tubes—Continuous Innovative Technology. *British Journal of Radiology* **1997**, 70 (Special-Issue-1), S1–S9. <https://doi.org/10.1259/bjr.1997.0002>.
- (181) Carmignato, S.; Aloisi, V.; Medeossi, F.; Zanini, F.; Savio, E. Influence of Surface Roughness on Computed Tomography Dimensional Measurements. *CIRP Annals - Manufacturing Technology* **2017**, 66. <https://doi.org/10.1016/j.cirp.2017.04.067>.
- (182) Willemink, M. J.; Noël, P. B. The Evolution of Image Reconstruction for CT—from Filtered Back Projection to Artificial Intelligence. *Eur Radiol* **2019**, 29 (5), 2185–2195. <https://doi.org/10.1007/s00330-018-5810-7>.
- (183) Williams, D. B.; Goldstein, J. I.; Fiori, C. E. Principles of X-Ray Energy-Dispersive Spectrometry in the Analytical Electron Microscope. In *Principles of Analytical Electron Microscopy*; Joy, D. C., Romig, A. D., Goldstein, J. I., Eds.; Springer US: Boston, MA, 1986; pp 123–153. https://doi.org/10.1007/978-1-4899-2037-9_4.
- (184) Cédric Lapeyronie. Elaboration et mise en oeuvre de nanocomposites sous forme de couche mince à haute permittivité, Université Grenoble Alpes (UGA), 2023.
- (185) Errouane, L. *Mécanique Des Milieux Continus*; Working Paper; University of Sciences and Technology of Oran, 2023. <http://dspace.univ-usto.dz/handle/123456789/564> (accessed 2025-01-20).

- (186) Farrar, D. F.; Brain, A. A. The Microstructure of Ultra-High Molecular Weight Polyethylene Used in Total Joint Replacements. *Biomaterials* **1997**, *18* (24), 1677–1685. [https://doi.org/10.1016/S0142-9612\(97\)00143-9](https://doi.org/10.1016/S0142-9612(97)00143-9).
- (187) Zhou, Y.; Ohnishi, T.; Lesser, A. Sintering Evolution Monitoring of Ultra-High-Molecular-Weight Polyethylene. *Journal of Polymer Science* **2024**, *62* (16), 3687–3700. <https://doi.org/10.1002/pol.20230156>.
- (188) Gao, P.; Man Ken Cheung; Leung, T. Y. Effects of Compaction Pressure on Cohesive Strength and Chain Mobility of Low-Temperature Compacted Nascent UHMWPE. *Polymer* **1996**, *37* (15), 3265–3272. [https://doi.org/10.1016/0032-3861\(96\)88472-2](https://doi.org/10.1016/0032-3861(96)88472-2).
- (189) Rotzinger, B. P.; Chanzy, H. D.; Smith, P. High Strength/High Modulus Polyethylene: Synthesis and Processing of Ultra-High Molecular Weight Virgin Powders. *Polymer* **1989**, *30* (10), 1814–1819. [https://doi.org/10.1016/0032-3861\(89\)90350-9](https://doi.org/10.1016/0032-3861(89)90350-9).
- (190) Rastogi, S.; Lippits, D. R.; Höhne, G. W. H.; Mezari, B.; Magusin, P. C. M. M. The Role of the Amorphous Phase in Melting of Linear UHMW-PE; Implications for Chain Dynamics. *J. Phys.: Condens. Matter* **2007**, *19* (20), 205122. <https://doi.org/10.1088/0953-8984/19/20/205122>.
- (191) Chanzy, H. D.; Bonjour, E.; Marchessault, R. H. Nascent Structures during the Polymerization of Ethylene. II: Calorimetric Study. *Colloid and Polymer Science* **1974**, *8*–14.
- (192) Jauffrès, D.; Lame, O.; Vigier, G.; Doré, F. How Nascent Structure of Semicrystalline Polymer Powders Enhances Bulk Mechanical Properties. *Macromolecules* **2008**, *41* (24), 9793–9801. <https://doi.org/10.1021/ma801133v>.
- (193) Gain, S.; Silva, T. E. F.; Jesus, A. M. P.; Cavaleiro, A.; Rosa, P. A. R.; Reis, A. Mechanical Characterization of the AlSi9Cu3 Cast Alloy under Distinct Stress States and Thermal Conditions. *Engineering Fracture Mechanics* **2019**, *216*, 106499. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2019.106499>.
- (194) Panušková, M.; Tillová, E.; Chalupová, M. Relation between Mechanical Properties and Microstructure of Cast Aluminum Alloy AlSi9Cu3. *Strength Mater* **2008**, *40* (1), 98–101. <https://doi.org/10.1007/s11223-008-0026-8>.
- (195) Tomažinčič, D.; Borovinšek, M.; Ren, Z.; Klemenc, J. Improved Prediction of Low-Cycle Fatigue Life for High-Pressure Die-Cast Aluminium Alloy AlSi9Cu3 with Significant Porosity. *International Journal of Fatigue* **2021**, *144*, 106061. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2020.106061>.
- (196) Szalva, P.; Orbulov, I. N. The Effect of Vacuum on the Mechanical Properties of Die Cast Aluminum AlSi9Cu3(Fe) Alloy. *Inter Metalcast* **2019**, *13* (4), 853–864. <https://doi.org/10.1007/s40962-018-00302-z>.
- (197) Kuchariková, L.; Tillová, E.; Chalupová, M. The Structure Analysis of Secondary (Recycled) AlSi9Cu3 Cast Alloy with and without Heat Treatment. *Engineering Transactions* **2013**, *61*, 197–218.
- (198) Sky, M. Reviews on the Influences of Alloying Elements on the Microstructure and Mechanical Properties of Aluminum Alloys and Aluminum Alloy Composites.
- (199) *Caractéristiques mécaniques de l'AlSi9Cu3 - My Little Blog Fonderie*. <https://souspression.canalblog.com/archives/2008/06/05/8893651.html> (accessed 2025-09-04).
- (200) DebRoy, T.; Wei, H. L.; Zuback, J. S.; Mukherjee, T.; Elmer, J. W.; Milewski, J. O.; Beese, A. M.; Wilson-Heid, A.; De, A.; Zhang, W. Additive Manufacturing of Metallic Components – Process, Structure and Properties. *Progress in Materials Science* **2018**, *92*, 112–224. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.001>.
- (201) Fayazfar, H.; Salarian, M.; Rogalsky, A.; Sarker, D.; Russo, P.; Paserin, V.; Toyserkani, E. A Critical Review of Powder-Based Additive Manufacturing of Ferrous Alloys: Process Parameters, Microstructure and Mechanical Properties. *Materials & Design* **2018**, *144*, 98–128. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.02.018>.
- (202) Pattnaik, S.; Karunakar, D. B.; Jha, P. K. Developments in Investment Casting Process—A Review. *Journal of Materials Processing Technology* **2012**, *212* (11), 2332–2348. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2012.06.003>.

- (203) Mukhtarkhanov, M.; Perveen, A.; Talamona, D. Application of Stereolithography Based 3D Printing Technology in Investment Casting. *Micromachines* **2020**, *11* (10), 946. <https://doi.org/10.3390/mi11100946>.
- (204) Koudelka, P.; Jiroušek, O.; Fíla, T.; Doktor, T. Compressive Properties of Auxetic Structures Produced with Direct 3D Printing. *Mater. Tehnol.* **2016**, *50* (3), 311–317. <https://doi.org/10.17222/mit.2014.204>.
- (205) Carluccio, D.; Xu, C.; Venezuela, J.; Cao, Y.; Kent, D.; Bermingham, M.; Demir, A. G.; Previtali, B.; Ye, Q.; Dargusch, M. Additively Manufactured Iron-Manganese for Biodegradable Porous Load-Bearing Bone Scaffold Applications. *Acta Biomater* **2020**, *103*, 346–360. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2019.12.018>.
- (206) Szczurek, A.; Ortona, A.; Ferrari, L.; Rezaei, E.; Medjahdi, G.; Fierro, V.; Bychanok, D.; Kuzhir, P.; Celzard, A. Carbon Periodic Cellular Architectures. *Carbon* **2015**, *88*, 70–85. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2015.02.069>.
- (207) Piangsuk, T.; Henprasert, P.; Boonsiriphant, P.; Lindquist, T. J. The Accuracy Comparison of 3D-Printed Post and Core Using Castable Resin and Castable Wax Resin. *Journal of Prosthodontics* **2023**, *32* (6), 540–545. <https://doi.org/10.1111/jopr.13594>.
- (208) Melchels, F. P. W.; Feijen, J.; Grijpma, D. W. A Review on Stereolithography and Its Applications in Biomedical Engineering. *Biomaterials* **2010**, *31* (24), 6121–6130. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2010.04.050>.
- (209) Deshmane, S.; Kendre ,Prakash; Mahajan ,Hitendra; and Jain, S. Stereolithography 3D Printing Technology in Pharmaceuticals: A Review. *Drug Development and Industrial Pharmacy* **2021**, *47* (9), 1362–1372. <https://doi.org/10.1080/03639045.2021.1994990>.
- (210) Jun 3; read, 2022 News 11 minutes. *Form 3+ vs. Form 2: Comparing Formlabs Desktop 3D Printers*. Formlabs. https://formlabs.com/blog/form-3-form-2-3d-printer-comparison/?srsltid=AfmBOoqIJYt4NQJT3aKGLtNa3p3mIN1EepDcaicp93KMRX9Cm4WVYeq&utm_source=chatgpt.com (accessed 2025-08-20).
- (211) *Industrie • Produits et industries • Poudres de moulage GRS*. <https://grscastingpowders.com/products-and-industries/industrial/> (accessed 2025-07-30).
- (212) Braga, R. R.; Ballester, R. Y.; Ferracane, J. L. Factors Involved in the Development of Polymerization Shrinkage Stress in Resin-Composites: A Systematic Review. *Dental Materials* **2005**, *21* (10), 962–970. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2005.04.018>.
- (213) Krejsová, J.; Kužel, R.; Keppert, M.; Scheinherrová, L.; Vimmrová, A. New Insight into the Phase Changes of Gypsum. *Mater Struct* **2024**, *57* (5), 128. <https://doi.org/10.1617/s11527-024-02404-z>.
- (214) Axenenko, O.; Thorpe, G. The Modelling of Dehydration and Stress Analysis of Gypsum Plasterboards Exposed to Fire. *Computational Materials Science* **1996**, *6* (3), 281. [https://doi.org/10.1016/0927-0256\(96\)00019-5](https://doi.org/10.1016/0927-0256(96)00019-5).
- (215) Beaunon, F.; Preturlan, J. G. D.; Fuisseis, F.; Gouillart, E.; Quiligotti, S.; Wallez, G. From Atom Level to Macroscopic Scale: Structural Mechanism of Gypsum Dehydration. *Solid State Sciences* **2022**, *126*, 106845. <https://doi.org/10.1016/j.solidstatesciences.2022.106845>.
- (216) Timelli, G.; Fabrizi, A. The Effects of Microstructure Heterogeneities and Casting Defects on the Mechanical Properties of High-Pressure Die-Cast AlSi9Cu3(Fe) Alloys. *Metall Mater Trans A* **2014**, *45* (12), 5486–5498. <https://doi.org/10.1007/s11661-014-2515-7>.
- (217) Suard, M.; Martin, G.; Lhuissier, P.; Dendievel, R.; Vignat, F.; Blandin, J.-J.; Villeneuve, F. Mechanical Equivalent Diameter of Single Struts for the Stiffness Prediction of Lattice Structures Produced by Electron Beam Melting. *Additive Manufacturing* **2015**, *8*, 124–131. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2015.10.002>.
- (218) Zhou, Y. Investigation into the Sintering Phenomena of Ultra-High Molecular Weight Polyethylene (UHMWPE), University of Massachusetts Amherst. <https://doi.org/10.7275/55185>.
- (219) C.KOVACIC. Effet de Peau Dans Une Bobine. *BUP* **1991**, *85* (738), 1379–1397.
- (220) Valérie Labbé. Modelisation numerique du chauffage par induction : approche elements finis et calcul parallele, Ecole des Mines de Paris, France, 2002.

- (221) Fausto Fiorillo; Carlo Appino; Massimo Pasquale. *Hysteresis in Magnetic Materials*; Elsevier: Istituto Elettrotecnico Nazionale Galileo Ferraris, Strada delle Cacce 91, 10135 Torino, Italy, 2005; Vol. I, II and III.
- (222) Patrice Koffi Chetangny. Calcul des pertes magnétiques par courants de Foucault dans les aimants permanents des MSAP, Université de Franche-Comté, France, 2017.
- (223) Fourier, J.-B.-J. (1768-1830) A. du texte. *Théorie analytique de la chaleur*, par M. Fourier; 1822.
- (224) Ling, X.; Jing, X.; Zhang, C.; Chen, S. Polyether Ether Ketone (PEEK) Properties and Its Application Status. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science* **2020**, 453, 012080. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/453/1/012080>.
- (225) Drozdov, A. D.; deClaville Christiansen, J. Thermo-Mechanical Behavior of Poly(Ether Ether Ketone): Experiments and Modeling. *Polymers (Basel)* **2021**, 13 (11), 1779. <https://doi.org/10.3390/polym13111779>.
- (226) Kennedy, M. W. *Magnetic Fields and Induced Power in the Induction Heating of Aluminium Billets*; KTH Royal Institute of Technology: Stockholm, 2013.
- (227) De, N.; Coelho, A.; Pedroso, L.; Pedroso, J.; Henrique; Rêgo, S.; Nepomuceno, A. Use of ANSYS for Thermal Analysis in Mass Concrete. *Journal of Civil Engineering and Architecture* **2014**, 8, 860–868. <https://doi.org/10.17265/1934-7359/2014.07.007>.
- (228) Reddy, J. N. *An Introduction to the Finite Element Method*, 2. ed.; McGraw-Hill series in mechanical engineering; McGraw-Hill: New York, NY, 1993.
- (229) Ning, H.; Sun, P.; Wang, S.; Yu, S. Finite Element Analysis of Thermal-Structure Coupled Field of Diesel Engine Cylinder Liner. *2010 International Conference on Optics, Photonics and Energy Engineering (OPEE)* **2010**, 192–195. <https://doi.org/10.1109/OPEE.2010.5508158>.
- (230) Ajay, A. M.; Abhishek, K. S.; Ankit, K. Numerical Validation of Thermal Analysis of an Automobile Piston Using ANSYS. *International Journal of Research in Engineering and Innovation* **2018**, 2 (4), 384–391.
- (231) Beemkumar, N.; Karthikeyan, A.; Keshava Reddy, K. S.; Rajesh, K.; Anderson, A. Analysis of Thermal Energy Storage Tank by ANSYS and Comparison with Experimental Results to Improve Its Thermal Efficiency. *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* **2017**, 197, 012039. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/197/1/012039>.
- (232) Holman, J. P. *Heat Transfer*, 10th ed.; McGraw-Hill series in mechanical engineering; McGraw Hill Higher Education: Boston, 2010.
- (233) Zhou, T.; Zhao, Y.; Rao, Z. Fundamental and Estimation of Thermal Contact Resistance between Polymer Matrix Composites: A Review. *International Journal of Heat and Mass Transfer* **2022**, 189, 122701. <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2022.122701>.
- (234) Xian, Y.; Zhang, P.; Zhai, S.; Yuan, P.; Yang, D. Experimental Characterization Methods for Thermal Contact Resistance: A Review. *Applied Thermal Engineering* **2018**, 130, 1530–1548. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2017.10.163>.
- (235) Luo, X.; Feng, H.; Liu, J.; Liu, M.; Liu, S. *An Experimental Investigation on Thermal Contact Resistance across Metal Contact Interfaces*; 2011; p 6. <https://doi.org/10.1109/ICEPT.2011.6066936>.
- (236) Marotta, E. E.; Fletcher, L. S. Thermal Contact Conductance of Selected Polymeric Materials. *Journal of Thermophysics and Heat Transfer* **1996**, 10 (2), 334–342. <https://doi.org/10.2514/3.792>.
- (237) Fuller, J. J.; Marotta, E. E. Thermal Contact Conductance of Metal/Polymer Joints: An Analytical and Experimental Investigation. *Journal of Thermophysics and Heat Transfer* **2001**, 15 (2), 228–238. <https://doi.org/10.2514/2.6598>.
- (238) Ramirez, B. J.; Misra, U.; Gupta, V. Viscoelastic Foam-Filled Lattice for High Energy Absorption. *Mechanics of Materials* **2018**, 127, 39–47. <https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2018.08.011>.
- (239) Prajapati, M. J.; Kumar, A.; Lin, S.-C.; Jeng, J.-Y. Multi-Material Additive Manufacturing with Lightweight Closed-Cell Foam-Filled Lattice Structures for Enhanced Mechanical and Functional Properties. *Additive Manufacturing* **2022**, 54, 102766. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2022.102766>.

- (240) Alkhader, M.; Vural, M. Mechanical Response of Cellular Solids: Role of Cellular Topology and Microstructural Irregularity. *International Journal of Engineering Science* **2008**, *46* (10), 1035–1051. <https://doi.org/10.1016/j.ijengsci.2008.03.012>.
- (241) Chen, X.; Moughames, J.; Ji, Q.; Martínez, J. A. I.; Tan, H.; Ulliac, G.; Laude, V.; Kadic, M. 3D Lightweight Mechanical Metamaterial with Nearly Isotropic Inelastic Large Deformation Response. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* **2022**, *169*, 105057. <https://doi.org/10.1016/j.jmps.2022.105057>.
- (242) Mohsenizadeh, S.; Alipour, R.; Shokri Rad, M.; Farokhi Nejad, A.; Ahmad, Z. Crashworthiness Assessment of Auxetic Foam-Filled Tube under Quasi-Static Axial Loading. *Materials & Design* **2015**, *88*, 258–268. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.08.152>.
- (243) Jacobsen, A. J.; Barvosa-Carter, W.; Nutt, S. Micro-Scale Truss Structures with Three-Fold and Six-Fold Symmetry Formed from Self-Propagating Polymer Waveguides. *Acta Materialia* **2008**, *56* (11), 2540–2548. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.01.051>.
- (244) Stöbener, K.; Lehmhus, D.; Avalor, M.; Peroni, L.; Busse, M. Aluminum Foam-Polymer Hybrid Structures (APM Aluminum Foam) in Compression Testing. *International Journal of Solids and Structures* **2008**, *45* (21), 5627–5641. <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2008.06.007>.
- (245) Dong, L.; Deshpande, V.; Wadley, H. Mechanical Response of Ti-6Al-4V Octet-Truss Lattice Structures. *International Journal of Solids and Structures* **2015**, *60–61*, 107–124. <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2015.02.020>.
- (246) Park, S. J.; Lee, J. H.; Yang, J.; Moon, S. K.; Son, Y.; Park, J. Enhanced Energy Absorption of Additive-Manufactured Ti-6Al-4V Parts via Hybrid Lattice Structures. *Micromachines* **2023**, *14* (11), 1982. <https://doi.org/10.3390/mi14111982>.
- (247) Syrlybayev, D.; Perveen, A.; Talamona, D. Experimental Investigation of Mechanical Properties and Energy Absorption Capabilities of Hybrid Lattice Structures Manufactured Using Fused Filament Fabrication. *Int J Adv Manuf Technol* **2023**, *125* (5–6), 2833–2850. <https://doi.org/10.1007/s00170-023-10922-3>.
- (248) Schaedler, T. A.; Jacobsen, A. J.; Torrents, A.; Sorensen, A. E.; Lian, J.; Greer, J. R.; Valdevit, L.; Carter, W. B. Ultralight Metallic Microlattices. *Science* **2011**, *334* (6058), 962–965. <https://doi.org/10.1126/science.1211649>.
- (249) Tancogne-Dejean, T.; Spierings, A. B.; Mohr, D. Additively-Manufactured Metallic Micro-Lattice Materials for High Specific Energy Absorption under Static and Dynamic Loading. *Acta Materialia* **2016**, *116*, 14–28. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.05.054>.
- (250) Leary, M.; Mazur, M.; Elambasseril, J.; McMillan, M.; Chirent, T.; Sun, Y.; Qian, M.; Easton, M.; Brandt, M. Selective Laser Melting (SLM) of AlSi12Mg Lattice Structures. *Materials & Design* **2016**, *98*, 344–357. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.02.127>.
- (251) Khosroshahi, S. F.; Tsampas, S. A.; Galvanetto, U. Feasibility Study on the Use of a Hierarchical Lattice Architecture for Helmet Liners. *Materials Today Communications* **2018**, *14*, 312–323. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2018.02.002>.
- (252) Naeem, M. A.; Gábora, A.; Mankovits, T. Influence of the Manufacturing Parameters on the Compressive Properties of Closed Cell Aluminum Foams. *Period. Polytech. Mech. Eng.* **2020**, *64* (2), 172–178. <https://doi.org/10.3311/PPme.16195>.
- (253) Zhumabekova, A.; Toleubekova, M.; Pham, T.; Talamona, D.; Perveen, A. Effect of Lattice Structure on Mechanical Properties of Ti-6Al-4V-Ta Alloy for Improved Antibacterial Properties. *Journal of Manufacturing and Materials Processing* **2024**, *8*, 133. <https://doi.org/10.3390/jmmp8040133>.
- (254) Li, X.; Tan, Y.; Wang, P.; Su, X.; Jean Willy, H.; Herng, T.; Ding, J. Metallic Microlattice and Epoxy Interpenetrating Phase Composites: Experimental and Simulation Studies on Superior Mechanical Properties and Their Mechanisms. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **2020**, *135*, 105934. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2020.105934>.
- (255) Bari, K. Design, Simulation, and Mechanical Testing of 3D-Printed Titanium Lattice Structures. *J. Compos. Sci.* **2023**, *7* (1), 32. <https://doi.org/10.3390/jcs7010032>.
- (256) Chen Liu, Jedsada Lertthanasarn & Minh-Son Pham. Revealing the Origins of Shear Band Activity and Boundary Strengthening in Polygrain-like Architected Materials.

- (257) Zhang, H.; Wang, X.; Shi, Z.; Xue, J.; Han, F. Compressive and Energy Absorption Properties of Pyramidal Lattice Structures by Various Preparation Methods. *Materials* **2021**, *14* (21), 6484. <https://doi.org/10.3390/ma14216484>.
- (258) Yungwirth, C. J.; Radford, D. D.; Aronson, M.; Wadley, H. N. G. Experiment Assessment of the Ballistic Response of Composite Pyramidal Lattice Truss Structures. *Composites Part B: Engineering* **2008**, *39* (3), 556–569. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2007.02.029>.
- (259) Malito, L. G.; Arevalo, S.; Kozak, A.; Spiegelberg, S.; Bellare, A.; Pruitt, L. Material Properties of Ultra-High Molecular Weight Polyethylene: Comparison of Tension, Compression, Nanomechanics and Microstructure across Clinical Formulations. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* **2018**, *83*, 9–19. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2018.03.029>.
- (260) Hussain, M.; Naqvi, R. A.; Abbas, N.; Khan, S. M.; Nawaz, S.; Hussain, A.; Zahra, N.; Khalid, M. W. Ultra-High-Molecular-Weight-Polyethylene (UHMWPE) as a Promising Polymer Material for Biomedical Applications: A Concise Review. *Polymers (Basel)* **2020**, *12* (2), 323. <https://doi.org/10.3390/polym12020323>.
- (261) *Manuel des fontes moulées*, 2e éd.; Iron Casting Society, Centre d'information des fontes moulées, Eds.; Éditions techniques des industries de la fonderie: Paris, 1983.
- (262) Davis, J. R. *ASM Specialty Handbook: Cast Irons*; ASM International, 1996.
- (263) Henry, G.; Margerie, J.-C. *Atlas microfractographique des fontes*; Éditions techniques des industries de la fonderie: Paris, 1974.
- (264) Rabah BOUFAS. Etude Du Défaut de Fissuration Des Lingotières Pour La Coulée de La Fonte En Gueuse, (MAC; ARCELOR-MITTAL, Annaba)., UNIVERSITE BADJI MOKHTAR-ANNABA, 2013.
- (265) Theuwissen, K. Etude de l'influence des impuretés et des éléments à l'état de traces sur les mécanismes de croissance du graphite dans les fontes. phdthesis, Institut National Polytechnique de Toulouse - INPT, 2013. <https://theses.hal.science/tel-04296012> (accessed 2025-09-10).
- (266) Guzik, E. Structure and Mechanical Properties as Well as Application of High Quality Vermicular Cast Iron. *Archives of Foundry Engineering* **2010**, *10* (3), 95–100.
- (267) *Platinum - GRS Pro-HT*. <https://www.pro-ht.com/en/platinum.html> (accessed 2025-09-23).
- (268) C. Fragassa a, G. Minak a, A. Pavlovic. Tribological Aspects of Cast Iron Investigated Via Fracture Toughness. *Tribology in Industry*.
- (269) Elliott, R. *Cast Iron Technology*; Butterworths: London Boston, 1988.
- (270) Stefanescu, D. M. *Science and Engineering of Casting Solidification*; Springer, 2015.
- (271) Dawson, S.; Schroeder, T. Practical Applications for Compacted Graphite Iron. *AFS Trans.* **2004**, *112*.
- (272) David Balloy and Jean-Charles Tissier. Improvements in the Characteristics of Nodular Graphite Cast Iron for Crankshafts. **2007**, No. 2.
- (273) Wang, W.; Wang, H.; Chen, J. Research on Chain Diffusion and Entanglement via Controlling the Sintering Process of Nascent UHMWPE. *Macromolecules* **2024**, *57* (5), 2205–2217. <https://doi.org/10.1021/acs.macromol.3c02361>.