



HAL
open science

Etude de la fatigue d'instruments endodontiques en alliage à mémoire de forme du type NiTi

Vincent Legrand

► **To cite this version:**

Vincent Legrand. Etude de la fatigue d'instruments endodontiques en alliage à mémoire de forme du type NiTi. Génie mécanique [physics.class-ph]. Université de Bretagne occidentale - Brest, 2015. Français. NNT : 2015BRES0088 . tel-02272948

HAL Id: tel-02272948

<https://theses.hal.science/tel-02272948>

Submitted on 28 Aug 2019

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

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



université de bretagne
occidentale



THESE / UNIVERSITE DE BRETAGNE OCCIDENTALE

sous le sceau de l'Université européenne de Bretagne
pour obtenir le titre de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE BRETAGNE OCCIDENTALE

Spécialité : Génie mécanique, mécanique des fluides et énergétique

Ecole Doctorale des Sciences de la Mer

présentée par

Vincent LEGRAND

Préparée au Laboratoire Brestois de
Mécanique et des Systèmes (EA4325)

Étude de la Fatigue d'Instruments Endodontiques en Alliage à Mémoire de Forme du type NiTi

Thèse soutenue le 10 décembre 2015

devant le jury composé de :

Xavier BALANDRAUD

Professeur des Universités, IFMA, Clermont / Rapporteur

Ziad MOUMNI

Professeur ENSTA-Paristech, ENSTA Paris / Rapporteur

Valerie CHEVALIER-HERISSET

Maître de Conférences, UBO Brest / Examineur

Thierry GLORANT

Professeur des Universités, INSA-Rennes / Président du Jury

Etienne PATOOR

Professeur des Universités, ENSAM / Examineur

Shabnam ARBAB CHIRANI

Professeur des Universités, ENIB / Directrice de thèse

Sylvain CALLOCH

Professeur des Universités, ENSTA-Bretagne / Co-encadrant

Luc SAINT SULPICE

Maître de Conférences, ENIB, Brest / Co-encadrant

Philippe GARCIA

Consultant Micro-Mega, / Invité

Julien MORDENIZ

Ingénieur, Micro-Mega / Invité

David ROUSSEAU

Ingénieur, Micro-Mega / Invité

Sommaire

Sommaire	i
Table des figures.....	v
Table des tableaux	x
Table des symboles.....	1
Introduction	1
Chapitre I : Etat de l'art sur les instruments endodontiques en NiTi.....	5
I.1. Endodontie et instruments	7
I. 1. 1. Endodontie : définition et généralités	7
I. 1. 2. Instruments endodontiques : matériel et alliages utilisés	8
I. 1. 3. Avantages et inconvénients des instruments NiTi utilisés en rotation continue ..	13
I.2. Etat de l'art sur les évolutions de l'instrumentation mécanisée en NiTi	15
I. 2. 1. Amélioration de l'état de surface	16
I. 2. 2. Evolution de l'alliage : alliage à mémoire de forme contrôlée	16
I. 2. 3. Evolution des concepts : instrument auto-ajustable	17
I. 2. 4. Evolution de la fabrication instrumentale	18
I. 2. 5. Evolution de la dynamique instrumentale et/ou du nombre d'instruments	19
I.3. Comportement mécanique des instruments endodontiques	20
I. 3. 1. Approche expérimentale	21
I. 3. 2. Approche numérique.....	23
I.4. Fatigue des instruments endodontiques	27
I. 4. 1. Fatigue du NiTi	27
I. 4. 2. Essais de fatigue sur instruments dentaires.....	30
I.5. Bilan.....	34
Chapitre II : Fatigue et auto-échauffement (AE) sous sollicitation cyclique du NiTi	35
II.1. Présentation de la fatigue et de l'auto-échauffement sous sollicitation cyclique.	38
II. 1. 1. Historique	38
II. 1. 2. Protocole expérimental	39
II.2. Mise en place des essais de fatigue et d'AE sur fil lisse et sur éprouvette.....	44
II. 2. 1. Moyens d'essais et de mesure	44
II. 2. 2. Auto-échauffement des fils lisses de différents matériaux.....	46
II.3. Mise en place des essais d'AE et de fatigue sur éprouvette « diablo »	50
II. 3. 1. Caractérisation du matériau de l'étude	51
II. 3. 2. Choix de la fréquence de sollicitation.....	54
II. 3. 3. Essais d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique	56
II. 3. 4. Estimation de la limite d'endurance à partir des essais d'auto-échauffement	58
II. 3. 5. Essais de fatigue classiques	59
II. 3. 6. Observation des faciès de rupture.....	60
II.4. Etude de différents diamètres de fils.....	61

II. 4. 1.	Caractérisation du matériau.....	62
II. 4. 2.	Essais d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique	63
II. 4. 3.	Essais de fatigue classiques	64
II.5.	Etude d'un traitement de surface : l'électropolissage sur éprouvette diablo de diamètre de fil 1 mm	65
II. 5. 1.	Caractérisation du matériau de l'étude	65
II. 5. 2.	Essais d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique	66
II. 5. 3.	Essais de fatigue classiques	68
II.6.	Etude de l'influence du temps d'électropolissage	70
II.7.	Etude d'un traitement de stérilisation.....	73
II. 7. 1.	Matériau de l'étude.....	74
II. 7. 2.	Auto-échauffement sous sollicitation cyclique	74
II. 7. 3.	Essais de fatigue classiques	75
II.8.	Bilan.....	76
Chapitre III : Modélisation de l'auto-échauffement sous sollicitation cyclique du NiTi		
III.1.	Modélisation déterministe de l'auto-échauffement à l'aide d'un modèle à deux échelles	81
III. 1. 1.	Cadre général	81
III. 1. 2.	Modèle de comportement thermomécanique de l'inclusion.....	83
III. 1. 3.	Base de la modélisation	83
III. 1. 4.	Modélisation intermédiaire	93
III. 1. 5.	Exploitation du modèle.....	96
III.2.	Modélisation probabiliste de l'auto-échauffement.....	99
III. 2. 1.	Une première version de modélisation probabiliste de l'auto-échauffement sous sollicitation cyclique	100
III. 2. 2.	Une seconde version de modélisation probabiliste de l'auto-échauffement	103
III. 2. 3.	Une troisième version simplifiée du modèle probabiliste de l'auto-échauffement	106
III.3.	Modélisation des courbes de fatigue.....	109
III. 3. 1.	Mise en place d'une modélisation des courbes de fatigue	109
III. 3. 2.	Identification du modèle et comparaison avec les essais de fatigue.....	111
III.4.	Bilan.....	113
Chapitre IV : Chaîne numérique pour la prévision de la tenue à la fatigue d'instruments dentaires en NiTi		
IV.1.	Conception et réalisation d'une machine de flexion rotative	117
IV. 1. 1.	Cahier des charges	117
IV. 1. 2.	Configurations de la machine.....	118
IV. 1. 3.	Architecture de la machine	120
IV. 1. 4.	Electronique de commande	121
IV. 1. 5.	Capteurs de position.....	123
IV. 1. 6.	Commande de la machine.....	123

IV.2. Modélisation des courbes de fatigue sur structure : application aux éprouvettes diabolo et aux instruments	124
IV. 2. 1. Mise en place des essais de comportement.....	124
IV. 2. 2. Mise en place des essais de fatigue	126
IV. 2. 3. Mise en place du modèle de fatigue HCF identifié à l'aide d'essais d'auto-échauffement	128
IV.3. Bilan.....	133
Conclusion.....	135
Annexe A : Application de l'essai d'auto-échauffement sur un autre alliage à mémoire de forme : cas du CuAlBe.....	139
A. 1. Comportement mécanique	139
A. 2. Essais d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique	141
A. 3. Essais de fatigue classiques	142
Annexe B : Application de l'essai d'auto-échauffement sur des éprouvettes de NiTi ayant subies un traitement thermique	145
B. 1. Caractérisation du matériau de l'étude	145
B. 2. Essais d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique	146
B. 3. Essais de fatigue classiques	149
Bibliographie	151

Table des figures

Figure I.1.1 : Instrument endodontique en alliage à mémoire de forme	1
Figure I.1.2 : Radiographie d'une dent présentant une fracture instrumentale	2
Figure I.1.3 : Démarche générale de la thèse	4
Figure I.1.1 : Séquencement d'un traitement endodontique (Micro-Méga)	8
Figure I.1.2 : a) Limes manuelles (Micro-Méga), b) limes mécanisées (Micro-Méga)	8
Figure I.1.3 : Pseudo-diagramme d'état simplifié d'un alliage à mémoire de forme	10
Figure I.1.4 : Comportement super-élastique d'un alliage à mémoire de forme (Tobushi 1995)	10
Figure I.1.5 : Courbe contrainte-déformation d'un alliage NiTi-Fe (Saburi dans l'ouvrage d'Otsuka et Wayman 1999)	11
Figure I.1.6 : Instruments en rotation continue	12
Figure I.1.7 : Radiographie d'une dent présentant une fracture instrumentale	14
Figure I.1.8 : Mécanisme du transport canalaire	15
Figure I.2.1 : Instrument en alliage CM	17
Figure I.2.2 : Instrument SAF	18
Figure I.2.3 : Instruments en réciprocité	19
Figure I.3.1 : Conditions aux limites (De Arruda Santos 2014)	21
Figure I.3.2 : Géométrie des instruments sollicités (De Arruda Santos 2014)	21
Figure I.3.3 : Comportement en flexion, a) Mtwo, b) PTU F1, c) RaCe (De Arruda Santos 2014)	22
Figure I.3.4 : Comportement en torsion (De Arruda Santos 2014)	22
Figure I.3.5 : Comparaison du comportement en flexion des instruments Hero (h-25), Hero Shaper (HS) et One Shape (Chevalier 2012)	23
Figure I.3.6 : Chargement, a) flexion, b) torsion	23
Figure I.3.7 : Maillage de 5 instruments, Hero, HeroShaper, ProFile, Mtwo (Chevalier 2011)	24
Figure I.3.8 : Effort de flexion en fonction du déplacement de la pointe (Chevalier 2011).	25
Figure I.3.9 : a) Insertion d'un instrument dans un canal virtuel indéformable b) effort d'insertion (Kim 2008)	25
Figure I.3.10 : Reconstruction des géométries des canaux (Chevalier 2012)	26
Figure I.3.11 : Maillage et insertion de l'instrument dans le canal, contrainte équivalente de von Mises au sens des AMF (Legrand, 2015)	26
Figure I.4.1 : Montage de flexion cyclique (Siredey 2005)	27
Figure I.4.2 : Nombre de cycles à rupture en fonction de la déformation maximale (Siredey 2005)	28
Figure I.4.3 : Montages de flexion rotative guidée par bloc	29
Figure I.4.4 : Courbe de fatigue en flexion rotative en utilisant des tubes guide	29
Figure I.4.5 : Faciès de rupture d'un fil lisse en flexion rotative	30
Figure I.4.6 : Essais de flexion rotative sur instrument à l'aide de tube guide	31

Figure I.4.7 : Nombre de cycles à rupture pour 3 angles de flexion et deux rayons de courbure.....	31
Figure I.4.8 : Montage de flexion rotative pour instrument par enroulement.....	32
Figure I.4.9 : Résultats de fatigue pour 3 instruments pour deux rayons différents (Haïkel 1999).....	32
Figure I.4.10 : Faciès de rupture d'un instrument Profile (gauche) et Hero (droite) (Haïkel 1999).....	32
Figure I.4.11 : Montage de flexion trois points pour instrument.....	33
Figure I.4.12 : Courbe de fatigue pour 4 instruments	33
Figure II.1.1 : Historique de l'exploitation de l'auto-échauffement (Munier 2012).....	38
Figure II.1.2 : a) Série de blocs de chargements, b) évolution de la température moyenne au cours d'un bloc (Munier 2012).....	40
Figure II.1.3 : Emplacement de thermocouples sur des éprouvettes massives (Munier, 2012).....	40
Figure II.1.4 : Evolution de la température moyenne stabilisée en fonction de l'amplitude de chargement (courbe d'auto-échauffement) (Munier 2012)	41
Figure II.1.5 : Effet de la fréquence sur la température moyenne stabilisée pour un acier dual phase (DP60) (Doudard 2004).....	42
Figure II.1.6 : a) Méthode empirique de dépouillement des essais d'auto-échauffement, b) comparaison avec les essais de fatigue classiques (Doudard 2004)	43
Figure II.2.1 : a) Dispositif expérimental de l'étude, b) zone du montage d'éprouvette et caméra infra-rouge Flir SC7000	45
Figure II.2.2 : Spécificité du système d'amarrage des fils.....	46
Figure II.2.3 : Palier d'auto-échauffement d'un fil lisse en acier à 500 MPa.....	47
Figure II.2.4 : Courbe d'auto-échauffement d'un fil lisse d'acier à 30 Hz	47
Figure II.2.5 : Palier d'auto-échauffement d'un fil lisse de CuAlBe à 100 MPa	48
Figure II.2.6 : Courbe d'auto-échauffement d'un fil lisse de CuAlBe à 30 Hz.....	48
Figure II.2.7 : Palier d'auto-échauffement d'un fil lisse de NiTi à 450 MPa	49
Figure II.2.8 : Courbe d'auto-échauffement d'un fil lisse de NiTi à 30 Hz	50
Figure II.3.1 : Géométrie de l'éprouvette	51
Figure II.3.2 : Analyse DSC d'une éprouvette vierge obtenue à partir d'un fil de diamètre 1 mm.....	52
Figure II.3.3 : Positionnement de l'extensomètre sur l'éprouvette	53
Figure II.3.4 : a) Modélisation EF de l'éprouvette, b) identification du comportement.....	54
Figure II.3.5 : Courbe de comportement obtenue à partir des simulations EF	54
Figure II.3.6 : Influence de la fréquence d'essai sur des fils d'acier	55
Figure II.3.7 : Influence de la fréquence d'essai sur une éprouvette diabolo NiTi de diamètre 1,5 mm	55
Figure II.3.8 : Elévation moyenne de la température pour trois paliers de chargement	56
Figure II.3.9 : Courbe d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique de l'éprouvette vierge en NiTi obtenue à partir des fils de diamètre 1 mm	57
Figure II.3.10 : Courbes d'auto-échauffement pour six éprouvettes vierges obtenues à partir des fils de diamètre 1 mm	57

Figure II.3.11 : Courbes d'auto-échauffement obtenues en octobre et en juin.....	58
Figure II.3.12 : Dépouillement empirique de la courbe d'auto-échauffement.....	58
Figure II.3.13 : Courbe de fatigue classique des éprouvettes diabolo vierges obtenues à partir des fils de diamètre 1 mm	59
Figure II.3.14 : Observations sous MEB des faciès de rupture.....	61
Figure II.4.1 : Géométrie des éprouvettes diabolo pour des fils de diamètre 1,2 mm.....	62
Figure II.4.2 : Analyses DSC de l'éprouvette diabolo vierge obtenue à partir de fil de diamètre 1,2 mm	62
Figure II.4.3 : Courbe de contrainte en fonction de l'allongement de la zone centrale de l'éprouvette.....	63
Figure II.4.4 : Courbe d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique de l'éprouvette vierge en NiTi obtenue à partir des fils de diamètre 1,2 mm	64
Figure II.4.5 : Courbe de fatigue classique des éprouvettes diabolo vierges obtenues à partir des fils de diamètre 1,2 mm.....	65
Figure II.5.1 : Courbes de contrainte en fonction de l'allongement de la zone centrale de l'éprouvette pour des éprouvettes vierge et électropolie obtenues à partir des fils de diamètre 1 mm	66
Figure II.5.2 : Elévation moyenne de la température pour trois paliers de chargement sur éprouvette électropolie	67
Figure II.5.3 : Courbe d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique : comparaison entre une éprouvette vierge et une éprouvette électropolie	68
Figure II.5.4 : Courbe de fatigue classique des éprouvettes électropolies obtenues à partir des fils de diamètre 1 mm.....	69
Figure II.5.5 : Micrographies obtenues à partir de la microscopie électronique à balayage des faciès de rupture pour les éprouvettes électropolies	70
Figure II.6.1 : Influence du temps d'électropolissage sur les éprouvettes obtenues à partir des fils de diamètre 1 mm.....	71
Figure II.6.2 : Courbe de fatigue pour un électropolissage de 180 s sur les fils de diamètre 1 mm.....	72
Figure II.6.3 : Auto-échauffement sur éprouvette de diamètre 1,2 mm.....	72
Figure II.6.4 : Auto-échauffement sur éprouvette de diamètre 1,5 mm.....	73
Figure II.7.1 : Courbe de contrainte en fonction de l'allongement de la zone centrale de l'éprouvette pour éprouvette ayant subi la stérilisation sur des fils de diamètre 1 mm	74
Figure II.7.2 : Comparaison des courbes d'auto-échauffement pour des éprouvettes stérilisées	75
Figure II.7.3 : Courbe de fatigue sur éprouvette diabolo avec un traitement de stérilisation	76
Figure III.1.1 : VER du modèle à deux échelles	82
Figure III.1.2 : Démarche de résolution du problème thermomécanique	87
Figure III.1.3 : Courbe de comportement obtenue par le modèle de Chrysochoos 1996....	88
Figure III.1.4 : Evolution de la température lors d'une charge-décharge mécanique	88
Figure III.1.5 : Influence de la vitesse de sollicitation sur le comportement et sur l'évolution de la température en utilisant le modèle de Chrysochoos 1996	89

Figure III.1.6 : Evolution de la température moyenne par cycle	89
Figure III.1.7 : Courbe de comportement, contrainte en fonction de la déformation obtenue par le modèle de Bouvet 2004.....	92
Figure III.1.8 : Evolution de la température moyenne par cycle	92
Figure III.1.9 : Courbe de contrainte déformation dans la matrice	97
Figure III.1.10 : Courbe de contrainte déformation dans l'inclusion.....	97
Figure III.1.11 : Evolution de la température du VER au cours d'un cycle	98
Figure III.1.12 : Evolution de la température moyenne par cycle	98
Figure III.1.13 : Modélisation d'une courbe d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique	99
Figure III.2.1 : Evolution du nombre moyen de sites actifs en fonction de l'amplitude de chargement	100
Figure III.2.2 : Comportement super-élastique parfait d'une inclusion	101
Figure III.2.3 : Comportement super-élastique d'une inclusion avec un pseudo écrouissage	104
Figure III.2.4 : Cas de chargement où la limite de début de transformation est inférieure à la taille de l'hystérésis.....	105
Figure III.2.5 : Identification du modèle à partir de l'essai d'auto-échauffement réalisé sur une éprouvette diablo de diamètre 1 mm	108
Figure III.2.6 : Influence des paramètres sur la forme de la modélisation de l'auto-échauffement, a) influence de $S_0^m V_0$, b) influence de m	108
Figure III.3.1 : Résultats des éprouvettes diablo diamètre 1 mm vierges, a) identification du modèle de fatigue à partir des essais d'auto-échauffement, b) prévision des courbes de fatigue et comparaison avec les essais de fatigue	111
Figure III.3.2 : Résultats des éprouvettes diablo de diamètre 1 mm électropolies, a) identification du modèle de fatigue à partir des essais d'auto-échauffement b) prévision des courbes de fatigue et comparaison avec les essais de fatigue	112
Figure III.3.3 : Résultats des éprouvettes diablo de diamètre 1,2 mm vierges, a) identification du modèle de fatigue à partir des essais d'auto-échauffement b) prévision des courbes de fatigue et comparaison avec les essais de fatigue	112
Figure IV.1.1 : Schéma cinématique de la configuration en essai de flexion.....	118
Figure IV.1.2 : Schéma cinématique de la configuration en essai de flexion rotative.....	119
Figure IV.1.3 : Schéma cinématique de la configuration en essai de torsion	119
Figure IV.1.5 : Partie haute de la machine de flexion rotative	120
Figure IV.1.6 : Architecture de la machine de flexion rotative en mode torsion	121
Figure IV.1.7 : Schéma de l'électronique de commande	122
Figure IV.2.1 : Montage de flexion simple sur éprouvettes diablo, a) positionnement de l'éprouvette diablo de diamètre 1 mm vierge dans les plots de guidages, b) flexion imposée à l'éprouvette diablo de diamètre 1 mm vierge	124
Figure IV.2.2 : Courbe de comportement en flexion simple de l'éprouvette diablo $\phi f = 1 \text{ mm } \phi e = 0,6 \text{ mm}$ vierge (charges décharges croissantes)	125
Figure IV.2.3 : Courbe de comportement en flexion simple de l'éprouvette diablo $\phi f = 1,2 \text{ mm } \phi e = 0,8 \text{ mm}$ vierge (charge décharge)	125

Figure IV.2.4 : Comparaison essai modèle sur éprouvettes diabolo $\varnothing_f = 1 \text{ mm}$ $\varnothing_e = 0,6 \text{ mm}$	126
Figure IV.2.5 : a) Montage de l'instrument dans la machine de flexion rotative, b) moyen d'appui pour imposer la flexion.....	127
Figure IV.2.6 : Essais de fatigue sur instruments endodontiques	127
Figure IV.2.7 : Architecture de la chaîne numérique 4cast.....	129
Figure IV.2.8 : Recherche du plus petit cercle englobant l'ensemble des contraintes	130
Figure IV.2.9 : Comparaison du modèle de fatigue aux essais.....	132
Figure IV.2.10 : Comparaison essai-modèle sur des instruments endodontiques OneShape®	133
Figure A.1 : Géométrie de l'éprouvette	139
Figure A.2 : Courbe DSC du CuAlBe.....	140
Figure A.3 : Courbe de comportement du CuAlBe de l'étude.....	141
Figure A.4 : Evolution de la température pour 3 paliers de chargement	141
Figure A.5 : Courbe d'auto-échauffement du CuAlBe	142
Figure A.6 : Courbe de fatigue classique du CuAlBe.....	143
Figure B.1 : Courbe DSC des éprouvettes avec traitement thermique.....	145
Figure B.2 : Courbes de contrainte en fonction de l'allongement de la zone centrale de l'éprouvette pour éprouvette vierge et éprouvette traitée thermiquement.....	146
Figure B.3 : Elévation moyenne de la température pour différents paliers de chargement	147
Figure B.4 : Comparaison des courbes d'auto-échauffement entre une éprouvette vierge et une éprouvette avec traitement thermique	148
Figure B.5 : Courbe de fatigue classique pour les éprouvettes avec traitement thermique	149

Table des tableaux

Tableau II.3.1 : Températures de transformation de l'éprouvette vierge obtenue à partir du fil de 1mm de diamètre.....	52
Tableau II.4.1 : Températures de transformation de l'éprouvette vierge obtenue à partir de fil de diamètre 1,2 mm.....	63
Tableau II.8.1 : Comparaison des limites d'endurance obtenues à l'aide des deux méthodes	77
Tableau III.1.1 : Paramètres matériaux du modèle de Chrysochoos 1996	87
Tableau III.1.2 : Paramètres utilisés pour les simulations (Bouvet 2004)	91
Tableau III.1.3 : Paramètres matériaux du modèle déterministe a deux échelles.....	97
Tableau III.2.1 : Identification du modèle	107
Tableau III.3.1 : Identification du paramètre A	110
Tableau A.1 : Températures de transformation	140
Tableau B.1 : Températures de transformation des éprouvettes avec traitement thermique	146

Table des symboles

M_s^0	Température de début de transformation directe (austenite en martensite)
M_f^0	Température de fin de transformation
A_s^0	Température de début de transformation inverse (martensite en austénite)
A_f^0	Température de fin de transformation inverse
$\bar{\Sigma}$	Tenseur des contraintes dans la matrice (échelle macroscopique)
$\bar{\sigma}$	Tenseur des contraintes dans l'inclusion (échelle microscopique)
$\bar{\epsilon}$	Tenseur des déformations totales
$\overline{\epsilon^{tr}}$	Tenseur des déformations de transformation dans l'inclusion
β	Paramètre d'Eshelby
ν	Coefficient de Poisson
$\tilde{f}(t)$	Fonction périodique qui définit l'évolution du chargement sur un cycle
\bar{N}	Tenseur de direction du chargement
μ	Module de cisaillement
\bar{S}	Tenseur des contraintes déviatoriques macroscopiques
\bar{I}	Matrice identité
$\overline{N'}$	Partie déviatorique de \bar{N}
z	Fraction volumique de transformation
γ	Déformation de transformation maximale
T	Température
V_k	Variables internes
ρ	Masse volumique
r	Densité volumique de production interne de chaleur
\vec{q}	Flux de chaleur
e	Energie interne
Ψ	Energie libre
s	Entropie
A_k	Force thermodynamique associée à la variable interne V_k
D_i	Dissipation intrinsèque
A	Paramètre matériau
B	Paramètre matériau
D	Paramètre matériau
A_z	Force thermodynamique associée à la fraction volumique de martensite z

λ_{th}	Conductivité thermique
θ	Variation de température au cours du chargement
C	Chaleur spécifique
E	Module de Young
T_{ref}	Température de référence
T^*	Paramètre matériau
R	Coefficient de pseudo-écrouissage local
f	Fraction volumique de l'inclusion
Ψ_m	Energie libre de la matrice
ε_m	Déformation de la matrice
τ_{eq}	Constante de temps
V_0	Volume du VER
V	Volume
λ	Intensité du processus de Poisson
Σ_0	Amplitude du chargement
$V_0 S_0^m$	Paramètre matériau
m	Module de Weibull
z_M	Fraction volumique de martensite maximale
σ_y	Limite de début de transformation
Δ	Dissipation volumique intrinsèque
H	Variable interne
DV	Dissipation cyclique totale
K	Paramètre matériau
h_y	Taille de l'hystérésis
P_k	Probabilité de trouver k sites actifs dans un domaine Ω de volume V
P_F	Probabilité de rupture
V_{eff}	Volume effectif
H_m	Facteur d'hétérogénéité des contraintes
$\overline{\Sigma_\infty}$	Limite d'endurance moyenne
$\overline{\overline{\Sigma_\infty}}$	Ecart type
Γ	Fonction gamma
CV	Coefficient caractérisant la dispersion
N	Nombre de cycles à rupture
Σ_∞	Limite d'endurance

\varnothing_f Diamètre de fil
 \varnothing_e Diamètre d'entaille

Introduction

Ce travail de thèse concerne l'étude et la modélisation de la fatigue à grand nombre de cycles des instruments endodontiques en Alliage à Mémoire de Forme de type Nickel-Titane (Figure I.1.1). Ce travail a été réalisé dans le cadre d'une thèse CIFRE en collaboration avec l'entreprise Micro-Méga qui fabrique et distribue des instruments endodontiques.



Figure I.1.1 : Instrument endodontique en alliage à mémoire de forme

De nombreuses études expérimentales et l'expérience acquise par la pratique ont montré les avantages incontestables quant à l'utilisation de l'alliage NiTi dans le domaine des instruments de préparation canalaire par rapport aux solutions plus classiques en acier inoxydable (Claisse 2000). Les outils en NiTi sont plus souples et épousent mieux la forme plus ou moins complexe des racines. Ces deux avantages sont dus à un aspect tout à fait particulier du comportement mécanique de l'alliage NiTi : la *super-élasticité*. Lorsque ce matériau est sollicité à une température supérieure à sa température caractéristique A_f (*i.e.*, austenite finish), il se déforme de manière « réversible » jusqu'à des niveaux de déformation qui peuvent atteindre 8% à 10%. Le mécanisme de déformation à l'origine de cette *super-élasticité* est basé sur une transformation de phase solide/solide du type martensitique (Berveiller et Patoor 1990). Les alliages NiTi sont donc très attractifs pour la réalisation d'instruments endodontiques.

En service, des cas de rupture d'outils dentaires arrivent parfois, soit par déformation excessive (blocage de l'instrument dans la racine), soit par fatigue (accumulation du nombre de cycles de chargement, Figure I.1.2). On comprend aisément alors que, en cas de rupture de l'outil, la tâche du praticien se complexifie. Pour éviter de telles situations, les fabricants conçoivent et produisent des instruments toujours plus simples à utiliser, plus efficaces et plus résistants. Toutefois, l'étude et la prévision de la rupture des outils en Nickel-Titane, que ce soit par déformation excessive ou par fatigue, sont des problèmes complexes pour au moins quatre raisons de natures différentes (Arbab Chirani 2005). Tout d'abord, les outils ont des géométries complexes. Ils sont hélicoïdaux, élancés, de forme conique et présentent des variations de section importantes (Arbab Chirani 2011). Ensuite, les chargements mécaniques, que subissent les outils dentaires en service, sont cycliques, mal connus et combinés (*i.e.*, les outils voient des sollicitations de flexion superposées à des sollicitations de torsion). On parle de chargements mécaniques cycliques complexes non-proportionnels. De plus, les amplitudes des déplacements imposés aux outils dentaires peuvent être importantes. Et enfin, le comportement mécanique des alliages NiTi est non-linéaire et hystérétique.

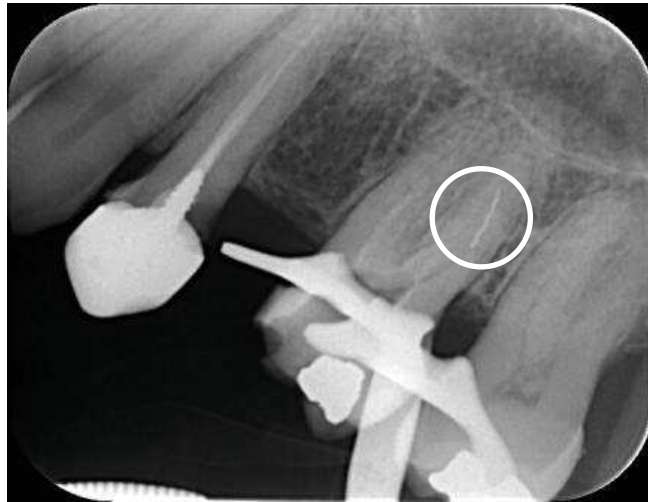


Figure I.1.2 : Radiographie d'une dent présentant une fracture instrumentale

Nous allons dans ce travail nous intéresser plus particulièrement à l'étude de la fatigue à grand nombre de cycles des instruments dentaires en Nickel-Titane. En effet, aujourd'hui, les méthodes de dimensionnement utilisées lors de la conception des instruments endodontiques en NiTi ne prennent pas en compte les aspects liés à la fatigue. Les raisons majeures pour expliquer cette carence sont liées au fait que peu de données concernant les propriétés à la fatigue du NiTi sont disponibles aujourd'hui dans la littérature et par ailleurs, les modèles et les outils d'aide au dimensionnement vis-à-vis de la fatigue des pièces en AMF font actuellement défaut.

Notre objectif est donc de mettre en place une chaîne numérique d'aide à la prévision de la tenue des instruments dentaires en NiTi vis-à-vis de la fatigue polycyclique.

Pour atteindre cet objectif, nous avons mis en place et adopté la démarche de travail décrite sur la figure 4. Cette démarche s'articule autour de trois blocs complémentaires.

Le premier (*i.e.*, celui de gauche sur la Figure I.1.3) concerne l'étude et la modélisation des propriétés en fatigue à grand nombre de cycles des fils en NiTi utilisés pour la fabrication des instruments dentaires. Nous proposons de caractériser les propriétés HCF (high cycle fatigue) du NiTi à partir de mesures d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique. Cette approche, développée au laboratoire depuis plus de dix ans sur les métaux classiques, n'a jamais été mise en œuvre sur les alliages à mémoire de forme. Les mesures d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique vont alimenter un modèle probabiliste à deux échelles qui permettra de prévoir les courbes de Wöhler du matériau. Cette démarche sera alors validée à partir de comparaisons avec des résultats d'essais classiques de fatigue. Au passage, on étudiera l'effet d'un certain nombre de paramètres (*i.e.*, diamètre du fil, effet de l'électropolissage, effet d'un traitement de stérilisation) sur les propriétés HCF du NiTi.

Le deuxième bloc est dédié à la mise en place de la chaîne numérique pour la prévision de la tenue à la fatigue d'instruments dentaires en NiTi. Elle repose sur l'utilisation du modèle de fatigue développé en post-traitement d'un calcul éléments finis sur instrument.

Enfin, les prévisions de cette chaîne numérique doivent être validées par comparaison avec des résultats expérimentaux de fatigue sur différents instruments endodontiques. Ceci fait

l'objet du troisième bloc (*i.e.*, celui de droite sur la Figure I.1.3). Pour ce faire, une machine d'essais sur instruments dentaires a été spécialement développée et utilisée. Les résultats de fatigue sur instruments ont alors été comparés aux prévisions numériques obtenues dans le bloc 2.

Ce manuscrit suit la démarche générale de la thèse. Dans une première partie nous réaliserons un état de l'art sur la fatigue du NiTi et des instruments endodontiques. Dans une deuxième partie seront mis en place les essais d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique sur fil. Ces essais seront combinés à des essais de fatigue classiques et permettront d'étudier différents paramètres du procédé de fabrication. Dans une troisième partie nous présenterons la modélisation de l'auto-échauffement et le modèle de fatigue développé. Finalement dans la dernière partie nous présenterons les essais de fatigue en flexion rotative sur structure. La chaîne de calcul sera alors mise en œuvre sur les instruments et validée par les essais de fatigue.

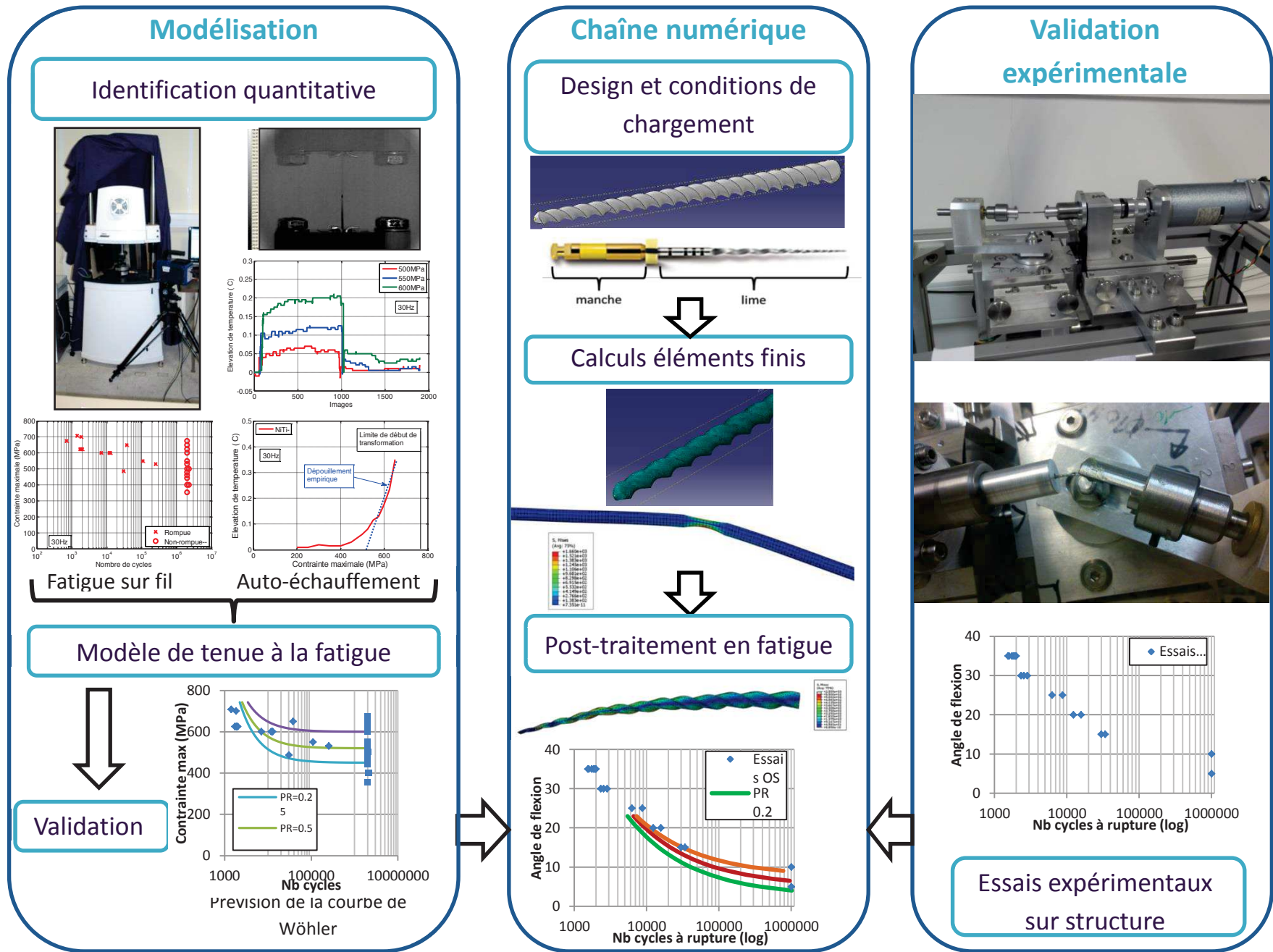


Figure I.1.3 : Démarche générale de la thèse

Chapitre I : Etat de l'art sur les instruments endodontiques en NiTi

Sommaire :

I.1.	Endodontie et instruments	7
I. 1. 1.	Endodontie : définition et généralités	7
I. 1. 2.	Instruments endodontiques : matériel et alliages utilisés	8
I. 1. 3.	Avantages et inconvénients des instruments NiTi utilisés en rotation continue ..	13
I.2.	Etat de l'art sur les évolutions de l'instrumentation mécanisée en NiTi	15
I. 2. 1.	Amélioration de l'état de surface	16
I. 2. 2.	Evolution de l'alliage : alliage à mémoire de forme contrôlée	16
I. 2. 3.	Evolution des concepts : instrument auto-ajustable	17
I. 2. 4.	Evolution de la fabrication instrumentale	18
I. 2. 5.	Evolution de la dynamique instrumentale et/ou du nombre d'instruments	19
I.3.	Comportement mécanique des instruments endodontiques	20
I. 3. 1.	Approche expérimentale	21
I. 3. 2.	Approche numérique	23
I.4.	Fatigue des instruments endodontiques	27
I. 4. 1.	Fatigue du NiTi	27
I. 4. 2.	Essais de fatigue sur instruments dentaires	30
I.5.	Bilan	34

Ce chapitre présente les instruments endodontiques en rotation continue en s'intéressant à leur comportement mécanique et à leur tenue en fatigue. L'objectif est de repérer les verrous scientifiques et technologiques que nous essaierons de résoudre par la suite.

Pour cela nous allons commencer par présenter l'endodontie et les instruments. Nous ferons également quelques rappels sur la superélasticité des alliages à mémoire de forme.

Dans un deuxième temps nous nous intéresserons au comportement mécanique des instruments d'un point de vue numérique et expérimental.

Dans un dernier temps nous regarderons ce qui existe aujourd'hui, dans la littérature, concernant la fatigue des fils d'AMF et des instruments endodontiques.

I.1. Endodontie et instruments

I. 1. 1. Endodontie : définition et généralités

L'endodontie est la discipline de l'odontologie qui permet la prévention, le diagnostic et le traitement des maladies de la pulpe et des manifestations radiculaires associées (CNEOC 2010). Ces pathologies pulpaires se développent généralement à la suite d'une carie ou d'une lésion non carieuse comme de l'usure ou un traumatisme.

L'Agence Nationale pour le Développement de l'Evaluation Médicale (ANDEM) donne une autre définition : le traitement endodontique est une procédure qui s'applique de l'extrémité coronaire à l'extrémité apicale d'un réseau canalaire d'une dent ou d'une racine dentaire et qui consiste après diagnostic étiologique, positif et différentiel à :

- éliminer et à neutraliser toutes substances organiques (résidus tissulaires, bactéries, produits de l'inflammation) contenues dans le réseau canalaire. Il s'agit du débridement ou parage canalaire ;
- élargir le canal principal ;
- obturer le réseau canalaire (ANDEM 1996).

Pour que le traitement endodontique soit efficace il faut mettre en place une préparation « chimio-mécanique ». C'est-à-dire que le nettoyage et l'élargissement canaux par les instruments doivent être associés à une irrigation abondante et régulière par une solution de désinfection.

Le traitement endodontique a donc pour objectif de transformer une dent pathologique en une entité saine, asymptomatique et fonctionnelle sur l'arcade (Peters 2004).

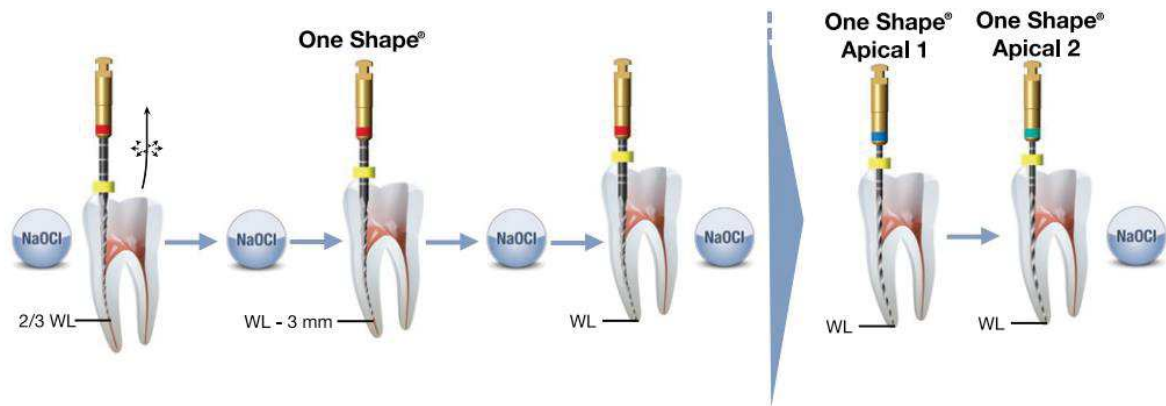


Figure I.1.1 : Séquencement d'un traitement endodontique (Micro-Méga)

Ce traitement est souvent considéré par le praticien comme un acte délicat que ce soit pour des raisons de difficultés d'accès ou de visibilité, mais également du fait de la complexité anatomique du réseau endocanalaire (courbures) (Figure I.1.1), souvent incriminée dans les échecs endodontiques (Schrader 1999). Pour répondre à toutes ces problématiques il existe de nombreux types d'instruments endodontiques. On distingue deux types d'instruments :

- Instruments manuels ;
- Instruments mécanisés (Figure I.1.2).

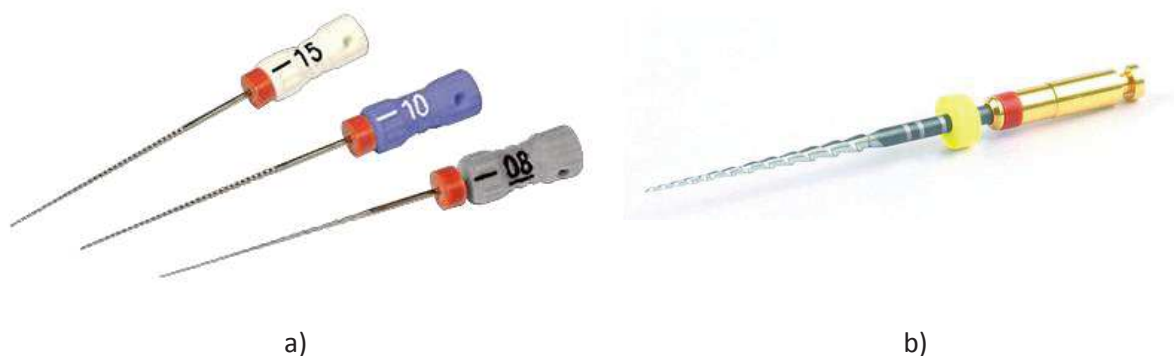


Figure I.1.2 : a) Limes manuelles (Micro-Méga), b) limes mécanisées (Micro-Méga)

I. 1. 2. Instruments endodontiques : matériel et alliages utilisés

I. 1. 2. 1. Généralités

Tous les instruments endodontiques sont constitués de trois parties (Médioni 1995) :

- un manche, pour la préhension manuelle de l'instrument ou son adaptation sur un contre-angle ;
- une tige, qui est l'ébauche du fil métallique à partir duquel est fabriquée la partie travaillante de l'instrument. La tige est fixée dans le manche. Il existe différents types de sections : ronde, triangulaire ou carrée ;

- une lame active, qui est la partie travaillante de l'instrument. La section de celle-ci correspond au profil de coupe, qui varie selon l'instrument considéré.

I. 1. 2. 2. Les alliages

Pour la réalisation des instruments on utilise généralement de l'acier inoxydable ou des alliages à mémoire de forme de type Nickel-Titane (NiTi).

Les aciers inoxydables sont composés principalement de fer associé à un faible pourcentage de chrome (12%). Le chrome va permettre la protection du fer contre la corrosion. Les aciers les plus courants utilisés en endodontie sont les types 304 SS et 303 SS (désignation de l'American Iron and Steel Institute) (Darabara 2004).

Les alliages en Nickel-Titane appartiennent à la famille des alliages à mémoire de forme (AMF). La particularité de cet alliage est de présenter un comportement différent des alliages métalliques classiques.

Cela est dû à un changement de phase solide-solide de type martensitique. L'alliage NiTi présente plusieurs comportements comme par exemple :

- la superplasticité ;
- l'effet mémoire de forme.

La superélasticité permet à l'alliage de se déformer de manière réversible jusqu'à 8% de déformation (Jordan 1999) suite à un chargement thermomécanique. En comparaison, la déformation réversible des aciers inoxydables dans les mêmes conditions reste seulement de l'ordre de 1%. La superélasticité est un comportement réversible sous chargement mécanique isotherme. L'effet mémoire de forme se révèle suite à un chargement thermomécanique souvent appliqué de manière séquentielle.

Dans le cas des instruments endodontiques on s'intéresse à la superélasticité afin de s'adapter parfaitement à toutes les géométries de canaux dentaires. Les alliages à mémoire de forme tirent leur particularité de comportement d'un changement de phase displacif qui consiste en un mouvement de l'interface entre les phases. Cette transformation est indépendante du temps. Elle se traduit par une déformation homogène du réseau cristallographique sans variation de volume. Cette transformation est réversible et instantanée. Les deux phases sont appelées :

- Martensite (la phase produite) : stable à basse température auquel on associe la température de début transformation directe (austénite en martensite) M_s^0 et la température de fin de transformation M_f^0 .
- Austénite (la phase mère) : stable à haute température auquel on associe la température de début de transformation inverse (martensite en austénite) A_s^0 et la température de fin de transformation inverse A_f^0 .

Les changements d'états sont contrôlés par la contrainte et par la température comme le montre le pseudo-diagramme d'état contrainte température (Figure I.1.3).

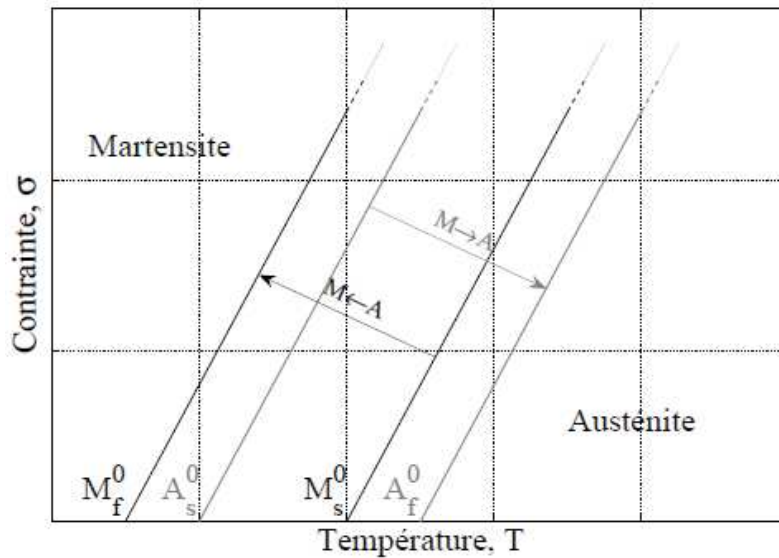


Figure I.1.3 : Pseudo-diagramme d'état simplifié d'un alliage à mémoire de forme

Dans le cas de la super-élasticité on doit se placer au-dessus de la température de fin de transformation inverse A_f^0 en venant des basses températures. L'alliage est alors entièrement austénitique.

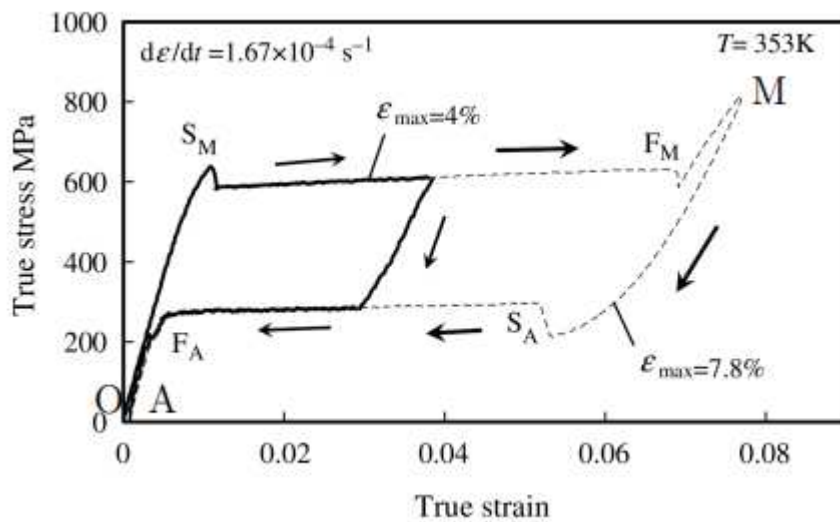


Figure I.1.4 : Comportement super-élastique d'un alliage à mémoire de forme (Tobushi 1995)

L'application d'une contrainte à température constante, va favoriser l'apparition des variantes de martensite les mieux orientées. La formation de ces variantes entraîne alors une déformation due à la transformation. Lors de la décharge, la transformation inverse se produit. Les variantes formées disparaissent et le matériau retrouve sa forme initiale. La Figure I.1.4 montre le comportement d'un Alliage à Mémoire de Forme en NiTi soumis à un chargement de traction uni-axial isotherme. A partir du point O et jusqu'au point S_M le comportement de l'alliage est l'élasticité de l'austénite. Entre le point S_M et le point F_M on

observe la transformation directe. L'austénite se transforme progressivement en martensite orientée, entraînant une déformation de transformation macroscopique en plus de la déformation élastique. Puis le comportement est l'élasticité de la martensite jusqu'au point M , ainsi que lors de la décharge jusqu'au point S_A . Entre le point S_A et le point F_A on observe la transformation inverse. La martensite et la déformation de transformation associée disparaissent progressivement. Enfin jusqu'au point A le comportement est à nouveau celui de l'élasticité de l'austénite.

Les alliages de NiTi peuvent atteindre un niveau de déformation de transformation réversible de l'ordre de 8 à 10%. Ceci les rend très intéressants dans le contexte des traitements endodontiques. Les instruments à base de ces matériaux peuvent s'adapter aux géométries des canaux. Cette adaptabilité assure une meilleure préparation canalaire (Arbab-Chirani 2010).

Pour certains alliages de NiTi, suite à un traitement thermomécanique ou pour les alliages de NiTi-Fe, une phase cristallographique intermédiaire entre l'austénite et la martensite appelée R-phase apparaît. Lors d'un essai de traction à une température comprise entre leurs températures R_A et M_s , on observe un changement de pente dans la zone normalement linéaire sur la courbe contrainte-déformation (Figure I.1.5) :

- une première partie (0,8% de déformation), associée à la réorientation des variantes de R-phase ;
- la deuxième, plus large (7% de déformation), correspondant à l'apparition sous contrainte de martensite. C'est la superélasticité.

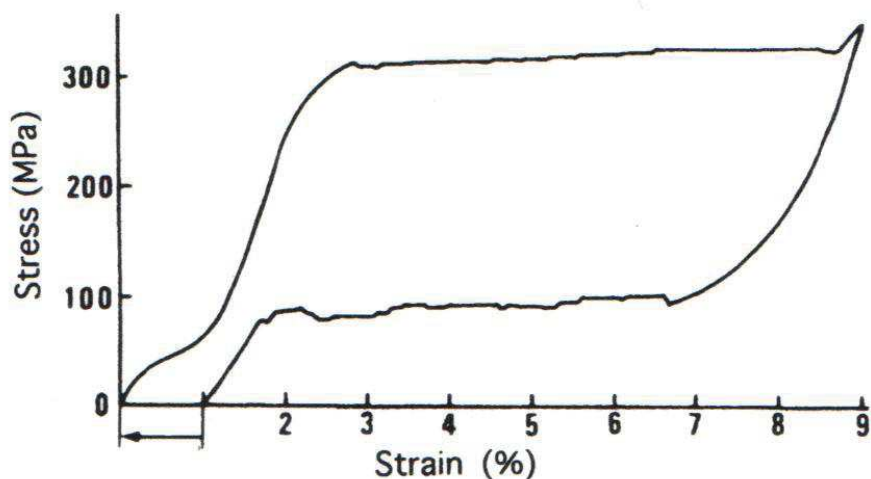


Figure I.1.5 : Courbe contrainte-déformation d'un alliage NiTi-Fe (Saburi dans l'ouvrage d'Otsuka et Wayman 1999)

D'autre part, la transformation martensitique des AMF leur confère aussi une propriété de mémoire de forme qui se rapporte à la capacité du matériau à conserver des déformations, pouvant ensuite être annihilées lors d'un cycle thermique (Auricchio 2003).

I. 1. 2. 3. Les instruments manuels

La technique de travail développée à l'aide des instruments manuels est la technique de préparation canalaire la plus ancienne. Elle est toujours utilisée. En effet, lors d'un traitement endodontique, les instruments manuels restent les instruments de référence en début de traitement. Ils permettent de repérer les entrées canalaire, de préparer la pénétration initiale et de définir les longueurs de travail, afin de garantir le fonctionnement des instruments mécanisés en toute sécurité.

Les instruments endodontiques manuels sont régis par la norme ISO 3630-1 (1975), qui spécifie et impose l'acier à utiliser, la conicité fixe (2%), le diamètre associé à un code couleur, la longueur et le profil (Norme ISO 1986).

Ces instruments présentent cependant quelques inconvénients (Claisse 2000) :

- une rigidité importante pour les gros diamètres ;
- un travail des parois canalaire non homogène en fonction de la courbure des canaux (qui peut favoriser le transport canalaire) ;
- une faible conicité qui empêche une préparation optimale de tous les canaux.

I. 1. 2. 4. Les instruments mécanisés en rotation continue

Pour s'affranchir des inconvénients des instruments manuels une nouvelle instrumentation basée sur 3 concepts novateurs (Benkiran 1999, Claisse 2000) a été développée :

- des limes endodontiques superélastiques en NiTi ;
- une conicité instrumentale majorée ;
- une rotation continue à vitesse lente et constante (de l'ordre de 300 à 400 tours par minute) grâce à des contre-angles spécifiques reliés à des moteurs.



Figure I.1.6 : Instruments en rotation continue

Des études montrent l'avantage des instruments en NiTi en rotation continue vis-à-vis des instruments manuels (Kazemi 2000, Arbab-Chirani 2010). C'est pourquoi il existe aujourd'hui de très nombreux systèmes en rotation continue. Suivant les fabricants, différentes solutions technologiques sont mises en œuvre.

I. 1. 3. Avantages et inconvénients des instruments NiTi utilisés en rotation continue

Le développement des instruments endodontiques en NiTi en rotation continue a permis l'amélioration de la qualité des préparations et la facilité du traitement. Nous allons donc voir maintenant quels sont les avantages et les inconvénients de ces instruments en NiTi.

I. 1. 3. 1. *Avantage : superélasticité*

La superélasticité permet de respecter l'anatomie canalaire lors de la préparation. Cette particularité permet de limiter le transport canalaire avec les instruments en NiTi (CNEOC 2010).

I. 1. 3. 2. *Avantage : flexibilité*

La flexibilité des instruments NiTi est importante et nettement supérieure à celle des instruments en acier inoxydable. Elle se traduit par une faible force de rappel de l'instrument, lors de sa déformation vers sa position d'origine. De plus la flexibilité des instruments reste constante après plusieurs cycles d'utilisation et de stérilisation (Walia 1988).

I. 1. 3. 3. *Avantage : résistance mécanique et électrochimique*

Les instruments NiTi de rotation continue présentent de bonnes propriétés mécaniques en flexion et torsion, plus importantes que celle des instruments en acier (Walia 1988). De plus, le NiTi présente une bonne résistance à la corrosion. Ainsi, les solutions d'irrigation utilisées lors de la préparation chimico-mécanique n'auront pas d'impact significatif sur l'état de surface des instruments (Haikel 1998, Viana 2006).

I. 1. 3. 4. *Avantage : biocompatibilité*

Les alliages NiTi sont reconnus pour présenter une excellente biocompatibilité tissulaire (faible cytotoxicité et faible génotoxicité) (Es-Souni, 2005).

I. 1. 3. 5. *Avantage : efficacité de coupe*

L'efficacité de coupe d'un instrument peut être étudiée en regardant le rapport de quantité de dentine éliminée par unité d'énergie émise. Ce rapport varie en fonction du matériau, de la dimension de l'instrument, de la géométrie de la section et du niveau d'abrasion des bords (coupants ou non) (Haikel 1998). Les instruments en NiTi ont une efficacité de coupe réduite en utilisation manuelle et qui s'améliore nettement en rotation continue (Lasfargues 1997). L'efficacité de coupe peut également être améliorée en jouant sur la conicité des instruments (Walia 1988).

Les instruments en NiTi utilisés en rotation continue présentent beaucoup d'avantages mais également quelques limites.

I. 1. 3. 6. Inconvénient : fracture instrumentale

Le principal problème des instruments endodontique en NiTi est la rupture en service (Figure I.1.7).



Figure I.1.7 : Radiographie d'une dent présentant une fracture instrumentale

Cependant, on ne remarque pas plus de fracture en service pour un instrument manuel que pour les instruments en rotation continue (Bergmans 2001, Weiger 2003, Parashos 2006).

La fracture des instruments en NiTi intervient sans signe avant-coureur. Le retrait des différents fragments peut s'avérer délicat en fonction de la zone où a lieu la fracture. De plus, la rupture peut être précédée d'un phénomène de vissage, ce qui complique également l'extraction de l'instrument (Parashos 2006).

Il existe deux processus de fracture distincts (Serene 1995, McGuigan 2013) :

- la fracture en torsion ;
- la fracture due à la fatigue en flexion rotative.

La fracture en torsion apparait quand la pointe de l'instrument est bloquée dans le canal alors que le moteur continue sa rotation. L'instrument va alors se déformer plastiquement jusqu'à la rupture (Sattapan 2000, Schrader 2005).

La fracture en fatigue en flexion rotative est due à l'accumulation des cycles à des courbures souvent plus sévères, bien que ce chargement soit inférieur au chargement supporté par l'instrument (Sattapan 2000).

Dans les faits les ruptures sont souvent dues à une combinaison de ces deux types de fractures (Gambarini 2001). Ainsi, la fracture reste dans la zone de courbure, mais l'addition d'un chargement de torsion va déplacer le point d'application (Setzer 2013).

La rupture des instruments peut être influencée par différents facteurs (Sattapan 2000, Pirani 2011, Lee 2013, McGuigan 2013) :

- la vitesse d'utilisation ;
- la courbure des racines ;
- le respect du protocole opératoire par les praticiens ;
- le nombre d'utilisations ;
- les cycles de stérilisation ;
- la section du profil et la géométrie instrumentale ;
- les défauts de surface des instruments.

I. 1. 3. 7. *Inconvénient : transport canalair*

Le deuxième inconvénient est le transport canalair. Il s'agit de la déviation iatrogène (intraradiculaire) du trajet du canal principal, due à la rigidité des instruments endodontiques (Figure I.1.8). Il existe deux types de transport canalair :

- le transport interne lorsque la déviation reste dans le canal ;
- le transport externe lorsque l'outil vient perforer la racine (CNEOC 2010).

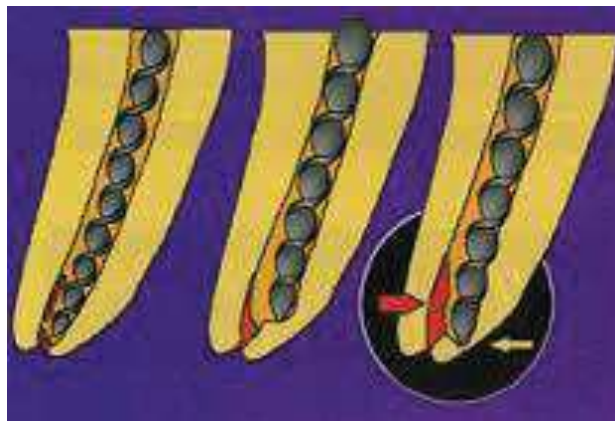


Figure I.1.8 : Mécanisme du transport canalair

Les fabricants d'instrument travaillent constamment au développement de nouvelles solutions pour diminuer les problèmes de transport canalair, de rupture en torsion et de rupture en fatigue. Différentes pistes sont actuellement étudiées et des instruments présentant de nouveaux concepts sont aujourd'hui commercialisés.

I.2. *Etat de l'art sur les évolutions de l'instrumentation mécanisée en NiTi*

Nous allons maintenant nous intéresser aux différentes possibilités mises en place afin d'améliorer les propriétés en fatigue des instruments endodontiques.

I. 2. 1. Amélioration de l'état de surface

I. 2. 1. 1. Electropolissage

L'électropolissage est un traitement de surface mis en place par les industriels avec un objectif double. Tout d'abord il a pour but d'adoucir les arrêtes de coupes afin d'éviter les phénomènes de vissage qui entraîne une rupture en torsion. Puis le traitement a également pour objectif de limiter les défauts de surface qui pourraient servir de zone d'amorçage à la fatigue.

Pour cela les instruments sont plongés pendant une courte durée dans un bain électrolytique entre deux électrodes (Krief 2001). Quand un courant passe dans la solution, un équilibre s'établit entre la formation d'une couche de passivation homogène et la dissolution de la surface instrumentale dans l'électrolyte. Cela conduit à une suppression sélective des défauts de surface (Anderson 2007, Pohl 2004). Il faut cependant faire attention à ne pas diminuer de façon excessive les dimensions et l'efficacité de coupe des instruments (Krief 2001, Alapati 2005).

Ce traitement de surface a un impact positif, en particulier sur la résistance à la fatigue, mais ces résultats peuvent varier suivant la géométrie instrumentale (Gutmann 2012).

I. 2. 1. 2. Implantation ionique

Dans le but d'améliorer les propriétés de surface et par conséquent la résistance à la fatigue, à la corrosion et à l'usure, différents types d'ions ont été implantés sur les instruments (Pelletier 2002).

L'implantation d'ions nitrogènes n'apporte pas d'amélioration sur les propriétés en fatigue et semblerait même néfaste au comportement mécanique des instruments (Wolle 2009, Dos Santos 2012).

L'implantation d'ions argons ne montre pas non plus d'effet significatif (Wolle 2009).

L'implantation d'ion Hafniums a également été testé. Il semblerait que les résultats soient prometteurs, l'implantation de cet ion augmenterait au moins la résistance à l'usure (Zhao 2012).

I. 2. 2. Evolution de l'alliage : alliage à mémoire de forme contrôlée

L'objectif est de développer des instruments en NiTi qui reprennent leur forme à la suite d'un traitement thermique (stérilisation) (Figure I.2.1). Le retour à la forme originelle semble être vérifié (Al-Sudani 2014).

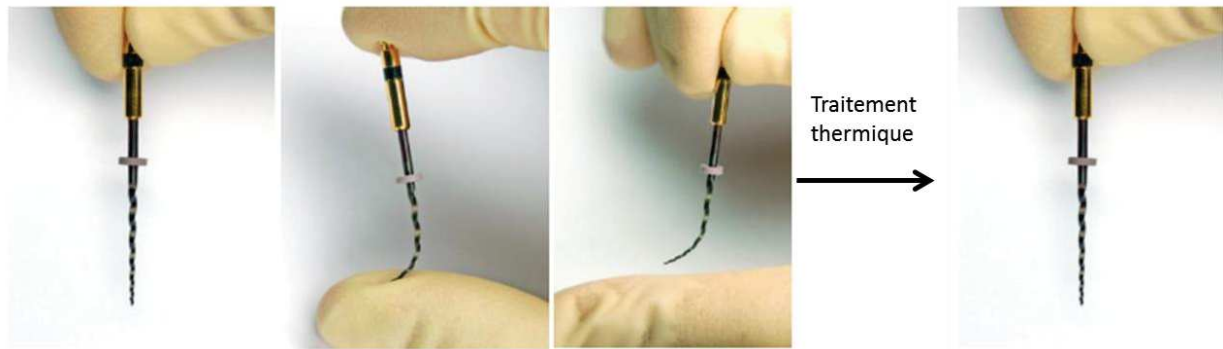


Figure I.2.1 : Instrument en alliage CM

Ces instruments sont manufacturés en utilisant un procédé unique qui contrôle la mémoire du matériau. Le procédé de fabrication ainsi que le traitement thermique spécifique de cet alliage ne sont pas donnés par le fabricant (Testarelli 2011, Gutmann 2012, Plotino 2012). Le système Hyflex® (Coltène-Whaledent, Allemagne) est l'un des systèmes commercialisés de ce type.

La plus grande flexibilité et résistance à la fatigue de ces instruments CM sont confirmées par plusieurs études (Peters 2012, De Arruda Santos 2013, Ninan 2013, Plotino 2014a, Campbell 2014, Pereira 2015, Capar 2015).

Il faut également noter que ces systèmes ont une meilleure résistance à la fatigue par rapport aux instruments conventionnels, mais aussi par rapport à d'autres instruments modifiés par traitement thermique (M-Wire®) (Plotino 2012, Pongione 2012, Elnaghy, 2014).

Cependant une étude montre qu'après plusieurs utilisations le comportement de ces instruments est modifié. Il est donc préconisé de les utiliser comme des instruments à usage unique (Shen 2013b).

I. 2. 3. Evolution des concepts : instrument auto-ajustable

Les instruments auto-ajustables sont essentiellement représentés par le Self Adjusting File® (ou SAF®) (Itena, France) et sont issus d'un concept tout à fait novateur par rapport aux autres instruments de rotation continue. Les instruments classiques présentent une âme centrale pleine, complétée par un certain nombre d'arrêtes de coupe. Le SAF® quant à lui est un instrument creux en NiTi, constitué d'une paroi fine en treillis, légèrement abrasive. Il va ainsi s'adapter parfaitement aux dimensions du canal (Figure I.2.2) (Metzger 2010, Metzger 2014).

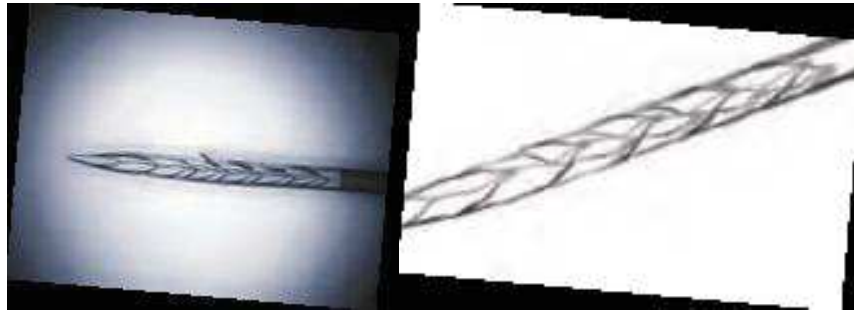


Figure I.2.2 : Instrument SAF

Cet instrument semble effectuer un nettoyage plus complet, une préparation plus homogène et une élimination de débris plus importante. Il semble également qu'il y ait moins d'erreur dans la procédure de mise en œuvre et que les résultats soient plus facilement reproductibles (Melo Ribeiro 2013, Shay 2013).

Il existe encore assez peu d'études comparant ces instruments aux instruments classiques. Cependant ils semblent montrer une bonne tenue en fatigue (Hof 2010, Akcay 2011).

I. 2. 4. Evolution de la fabrication instrumentale

I. 2. 4. 1. Instruments usinés par torsion (Twisted files®)

Ce sont des instruments en NiTi produits grâce à un nouveau procédé de mise en forme par torsion. Leur flexibilité et leur résistance en fatigue cyclique semblent être améliorées par ce procédé de fabrication (Al-Hadlaq 2013). Cependant ce procédé de fabrication par torsion implique des traitements thermiques préalables. On observe dans la littérature que les instruments Twisted Files® (SybronEndo, Orange, CA) utilisant ce procédé sont plus résistants en flexion et en fatigue cyclique que les instruments traditionnels (Gambarini 2008, Oh 2010, Kim 2010, Elnaghy, 2014). L'amélioration des propriétés en torsion semble plus mitigée (Park 2010, Yum 2011). Cependant toutes les études ne sont pas unanimes sur l'amélioration des propriétés en flexion (Al-Hadlaq 2013). Autre avantage, les instruments Twisted Files® semble montrer une efficacité de coupe plus importante que les instruments traditionnels (Ramasetty Prabhakar 2014, Tocci 2015).

I. 2. 4. 2. Traitements thermomécaniques (Wire et M-wire)

Le procédé de fabrication et les traitements thermomécaniques vont venir influencer les propriétés des instruments en NiTi (Kuhn 2001, Shen 2013a).

Les instruments endodontiques sont fabriqués à partir de fils de NiTi, issus d'une coulée à vide d'un lingot, façonné à chaud, étiré et enroulé afin d'obtenir les fils. Ils subissent ensuite un traitement thermique à haute température (450-550°C). Les fils sont ensuite transformés en instrument par les fabricants. Les premières générations d'instruments usinés étaient réalisées par usinage CAD/CAM (computer-aided design and computer-aided manufacturing) (Thomson 2000).

Pour pallier les problèmes d'usinages un traitement thermique peut être mis en place à la suite de l'étape d'usinage (440°C). Cependant, durant le traitement thermique, deux mécanismes vont se développer : l'élimination des dislocations et la croissance des précipités de Ni₃Ti₄. Ces deux mécanismes permettent notamment d'augmenter la ductilité (Gall 2002, Frick 2005).

Sur le marché on trouve différents systèmes d'instruments ayant subi ces traitements thermiques, ils représentent une nouvelle génération d'instruments en rotation continue (M-Wire® et R-phase Wire®) (Shen 2013a).

Des études montrent que les traitements thermiques améliorent les propriétés en fatigue et le comportement mécanique des instruments (Chang 2013, Pereira 2013).

Les instruments M-Wire par exemple montrent une meilleure flexibilité par rapport aux instruments traditionnels (Shen 2013a, Elnaghy 2014, Pereira 2015). Ils montrent également une dureté plus importante et une résistance mécanique supérieure, du fait de leur microstructure nanocristalline martensitique unique (Ye 2012).

Les instruments Protaper Next®, comparés avec leur version précédente (ProTaper Universal®, instrument en alliage NiTi traditionnel), semblent plus résistants en fatigue (Pérez-Higueras 2014).

I. 2. 5. Evolution de la dynamique instrumentale et/ou du nombre d'instruments

La dernière évolution qui va nous intéresser concerne la dynamique instrumentale et le séquençement du traitement.

I. 2. 5. 1. Systèmes mono-instruments à usage unique en réciprocité

Contrairement aux instruments classiques qui fonctionnent en rotation continue ces instruments vont suivre un mouvement en réciprocité. La dynamique de cet instrument est un mouvement alterné en rotation de 140° dans le sens horaire et de 45° dans le sens antihoraire (Lee 2013) (Figure I.2.3). Elle nécessite des contre-angles spécifiques.



Figure I.2.3 : Instruments en réciprocité

Il existe deux systèmes principaux commercialisés : le Wave One® (Dentsply-Maillefer, Ballaigues, Suisse) et le Reciproc® (VWD, Munich, Allemagne). Ces deux instruments n'ont pas la même géométrie et il existe des petites nuances sur les dynamiques imposées (amplitudes différentes). Ces instruments sont souvent appelés des mono-instruments.

De nombreuses études ont été réalisées dernièrement sur la résistance mécanique de ces systèmes mono-instruments en réciprocité, et il en ressort plusieurs observations.

Des études comparant deux instruments à géométrie identique, un en réciprocité (Reciproc®), l'autre en rotation continu (Mtwo®(VWD, Allemagne)), montrent que l'instrument travaillant en réciprocité possède une meilleure résistance à la fatigue (Kiefner 2013). De la même manière d'autres études montrent que les instruments en réciprocité ont une meilleure flexibilité et une meilleure résistance en torsion (Vadhana 2014, da Frota 2014, Katge 2014, Elnaghy 2015, Karataş 2015, Neelakantan 2015, Arslan 2015).

L'amélioration des propriétés en fatigue associée à l'utilisation du mouvement en réciprocité est également valable en associant cette méthode à des instruments ayant subi un traitement thermo-mécanique (Perez-Higuera 2013).

1. 2. 5. 2. Systèmes mono-instruments à usage unique en rotation continue

Le séquençage du traitement endodontique a été simplifié avec le développement des mono-instruments en rotation continue. C'est le cas des instruments One Shape® de Micro-Méga (Besançon, France). Il n'existe que peu d'études sur les propriétés mécaniques du One Shape®. Un article paru récemment démontre néanmoins sa facilité de mise en œuvre et son efficacité clinique (Bal 2013).

On trouve également des études comparant le One Shape® et le Wave One®. Le Wave One® étant normalement utilisé en réciprocité. Pour les comparaisons la même cinématique a été imposée aux deux instruments. Les études montrent que le One Shape® possède de meilleures propriétés en fatigue mais est moins flexible et moins résistant en torsion que le Wave One® (Karataş 2015, Elnaghy 2015).

Dans cette partie nous avons vu l'évolution des instruments endodontiques. On observe des innovations technologiques de fabrication ou encore des évolutions d'usinages. Ces innovations ont pour but l'amélioration des propriétés mécaniques des instruments. Nous allons donc par la suite nous intéresser au comportement mécanique des instruments.

1.3. Comportement mécanique des instruments endodontiques

Le comportement mécanique des instruments (leur flexibilité) est impacté par le choix de l'alliage et les paramètres géométriques de l'instrument. Dans l'objectif d'une préparation canalaire avec un minimum de transport canalaire (déviation du canal), les fabricants d'instruments essaient de minimiser la rigidité en flexion (minimisation du transport canalaire) et de maximiser la rigidité en torsion (amélioration de l'efficacité de coupe). Afin de connaître ces rigidités et également d'avoir une idée du chargement réel imposé aux instruments en service, il est important, soit de réaliser des essais, soit de réaliser des

simulations numériques. De cette manière il est donc possible de déterminer le comportement mécanique. Dans la suite, une revue de la littérature sur le sujet est développée.

I.3.1. Approche expérimentale

Les instruments, avant commercialisation, doivent respecter la norme ISO 3630-1 (2008). Les instruments sont fixés sur une longueur de 3mm en pointe puis subissent une flexion à 45°. On mesure ensuite l'effort appliqué pour venir fléchir l'instrument. Le deuxième essai de la norme caractérise le comportement en torsion des instruments. L'extrémité est toujours encastree sur une longueur de 3mm et une rotation de 90° est imposée à la base de l'instrument (Figure I.3.1).

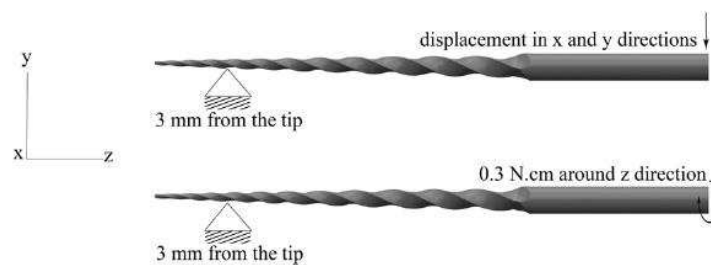


Figure I.3.1 : Conditions aux limites (De Arruda Santos 2014)

Ces essais ont été mis en place sur 3 instruments différents (Figure I.3.2) et ont été répétés sur douze instruments à chaque fois. De Arruda Santos (2014) ont étudié trois instruments : Mtwo, Race et PTU F1. Ils ont réalisé des essais de flexion et de torsion sur les structures considérées. La Figure I.3.2 montre la géométrie de ces instruments.

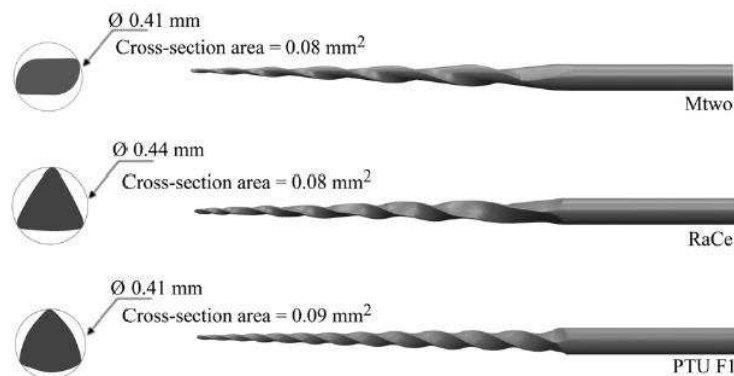


Figure I.3.2 : Géométrie des instruments sollicités (De Arruda Santos 2014)

La Figure I.3.3 montre les résultats des essais de flexion ainsi que la dispersion. Pour les trois instruments, on observe deux pentes lors des essais. La première pente correspond à la réponse élastique de la structure. La deuxième partie correspond à la superélasticité de la structure associée à la transformation martensitique.

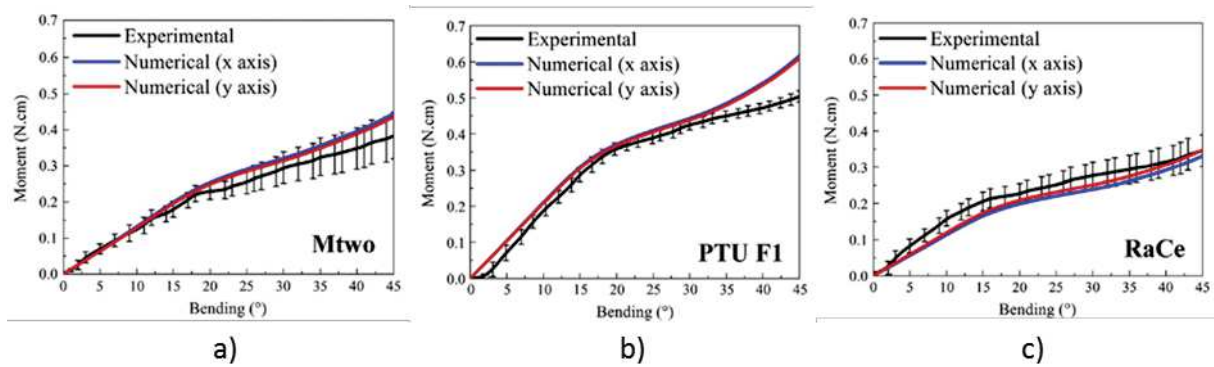


Figure I.3.3 : Comportement en flexion, a) Mtwo, b) PTU F1, c) RaCe (De Arruda Santos 2014)

De la même manière sur la Figure I.3.4 on représente le couple en fonction de l'angle de torsion imposé. On observe également deux pentes, une première jusqu'à environ 25-30° de torsion où on retrouve l'élasticité de la structure ou la quasi-élasticité (faible zone affectée par la transformation de phase) suivie de la réponse pseudo-élastique de la structure (une plus grande zone affectée par la transformation de phase).

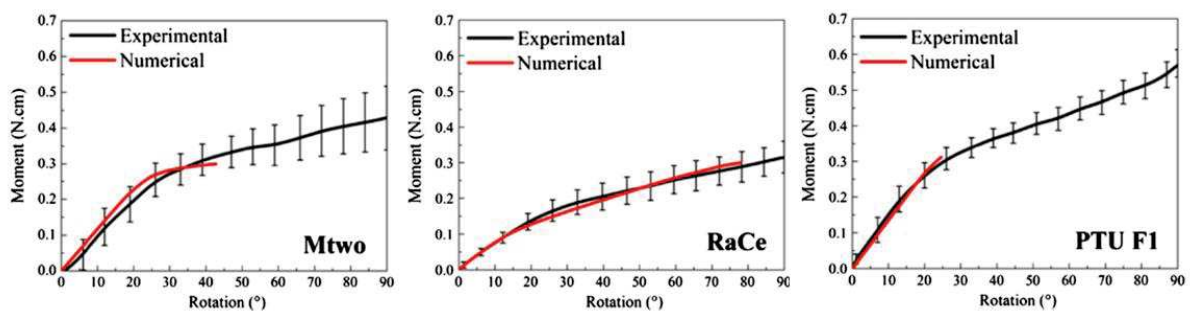


Figure I.3.4 : Comportement en torsion (De Arruda Santos 2014)

Ces essais permettent de comparer le comportement de différents instruments en flexion et en torsion.

De la même manière Chevalier (2012) ont réalisé des essais de flexion sur les instruments Hero, Heroshaper et Oneshape.

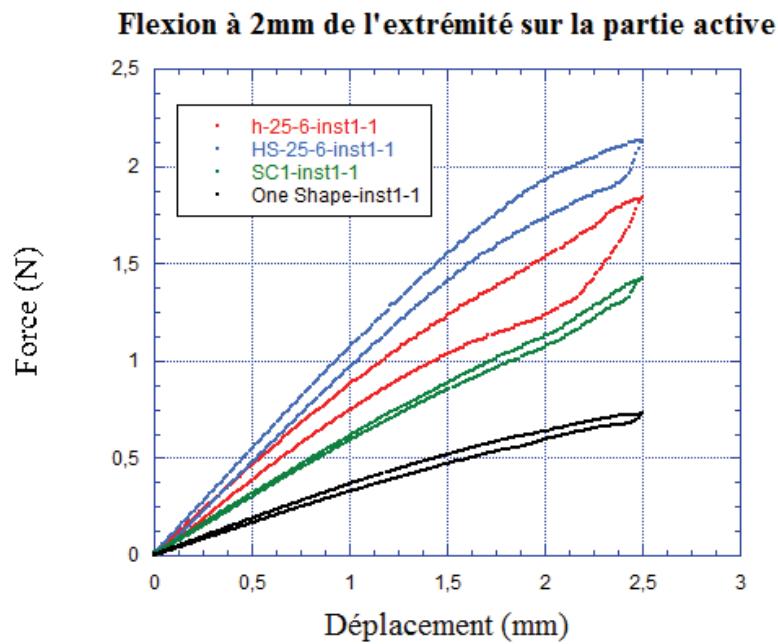


Figure I.3.5 : Comparaison du comportement en flexion des instruments Hero (h-25), Hero Shaper (HS) et One Shape (Chevalier 2012)

La réalisation des essais permet de connaître la rigidité de la structure de manière globale. L'approche numérique permet donc d'avoir une idée sur la répartition du champ de contraintes et ainsi déterminer les zones les plus sollicitées de la structure. Les approches numériques, une fois validées, sont des outils d'aide au dimensionnement et facilitent les études paramétriques.

I. 3. 2. Approche numérique

Il existe de nombreux modèles de comportement mécanique dans la littérature pour décrire la superélasticité des AMF (Bouvet 2004, Arghavani 2010, Chemisky 2011). Il est donc possible de simuler des chargements mécaniques sur instrument. On s'intéresse toujours à des cas simples de flexion et de torsion. Nous présentons d'abord les travaux de Arbab Chirani (2011). L'instrument est encasté à la base (coté grand diamètre) et le chargement de flexion ou de torsion est imposé en pointe (coté petit diamètre) (Figure I.3.6).

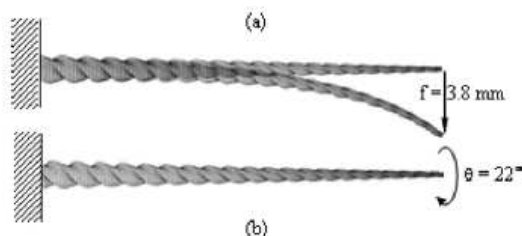


Figure I.3.6 : Chargement, a) flexion, b) torsion

Le modèle retenu est le modèle de Bouvet (2004). Les paramètres du modèle sont préalablement identifiés sur des fils lisses constitutifs des instruments. Les simulations numériques sont ensuite réalisées à l'aide du logiciel élément finis Cast3M pour 5 instruments de même diamètre de pointe de 0,2 mm et de conicité d'environ 6%. Les instruments considérés sont :

- Hero (20/0.06) (Micro-Méga, Besançon, France)
- HeroShaper (20/0.06) (Micro-Méga)
- ProFile (20/0.06) (Dentsply-Maillefer, Ballaigues, Switzerland)
- Mtwo (20/0.06) (Dentsply-Maillefer)
- ProTaper F1 (20/0.055 to 0.07) (Dentsply-Maillefer)

La Figure I.3.7 montre les caractéristiques géométriques de ces instruments ainsi que les maillages réalisés.

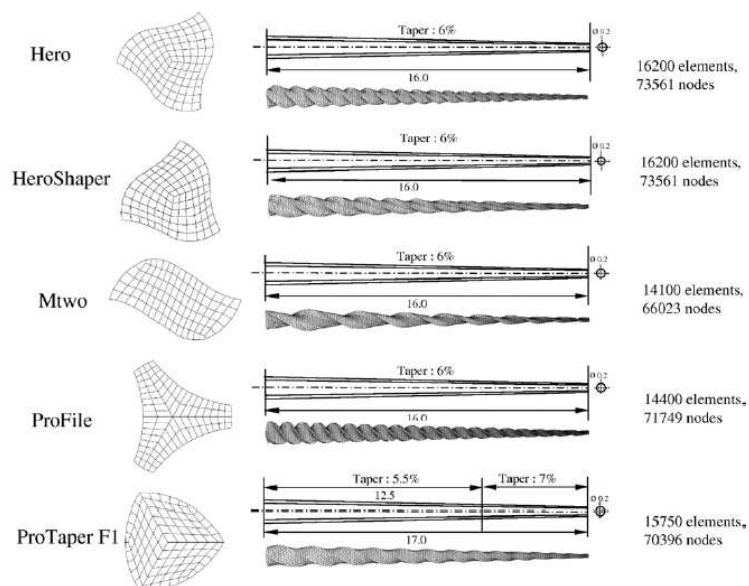


Figure I.3.7 : Maillage de 5 instruments, Hero, HeroShaper, ProFile, Mtwo (Chevalier 2011)

Les résultats des simulations éléments finis sont présentés sur la Figure I.3.8. On voit clairement que la géométrie a une influence directe sur la réponse en flexion des instruments dentaires. On peut donc comparer différents instruments à l'aide de simulations numériques. De plus, ces simulations numériques peuvent être validées à partir d'essais sur instruments. Cependant ces essais sur instruments restent délicats à mettre en place.

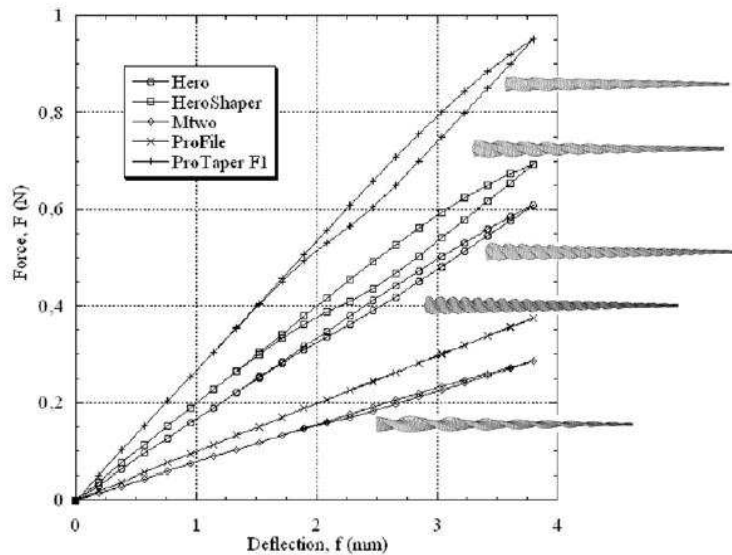


Figure I.3.8 : Effort de flexion en fonction du déplacement de la pointe (Chevalier 2011)

Ces simulations numériques nous permettent également de connaître l'état des contraintes dans l'instrument. On peut aussi se demander ce que deviendrait l'état des contraintes lors de l'insertion d'un instrument dans un canal de dent. Des simulations éléments finis ont donc été réalisées (Kim 2008) en insérant un instrument dans un canal virtuel considéré indéformable afin de se rapprocher du chargement vu par les instruments en service (Figure I.3.9).

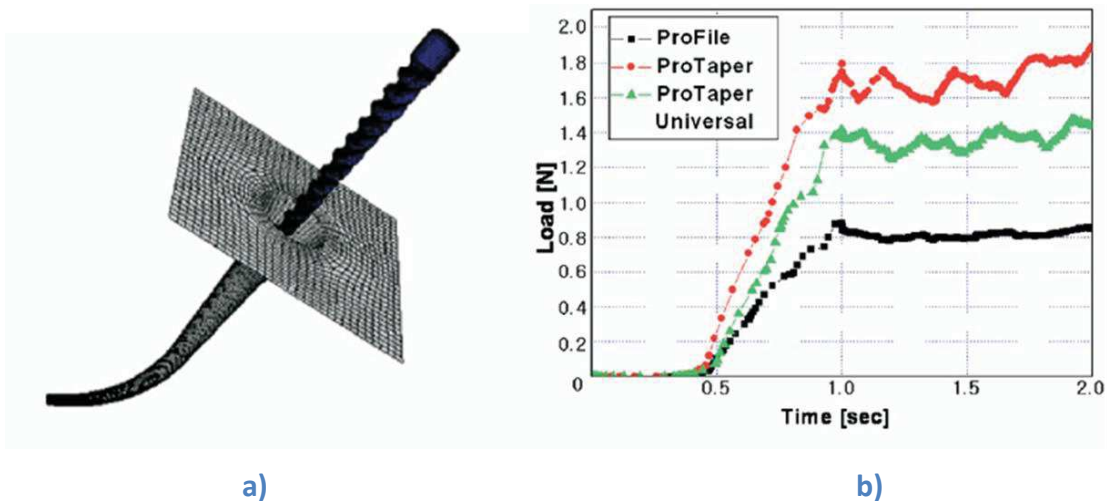


Figure I.3.9 : a) Insertion d'un instrument dans un canal virtuel indéformable b) effort d'insertion (Kim 2008)

Le canal utilisé ici est un cône de conicité de 5% de 13 mm de long et de diamètre de pointe de 0,5 mm. L'angle imposé est de 45°. Sur la Figure I.3.9 b, on peut suivre l'évolution de l'effort à appliquer pour insérer l'instrument dans le canal. On remarque qu'en fonction des instruments l'effort à appliquer peut varier du simple au double.

Ces simulations nous donnent un rendu plus réaliste du chargement mécanique vu par les instruments lors de l'insertion dans un canal. Cependant la géométrie du canal considéré ne reflète pas forcément la réalité d'une dent.

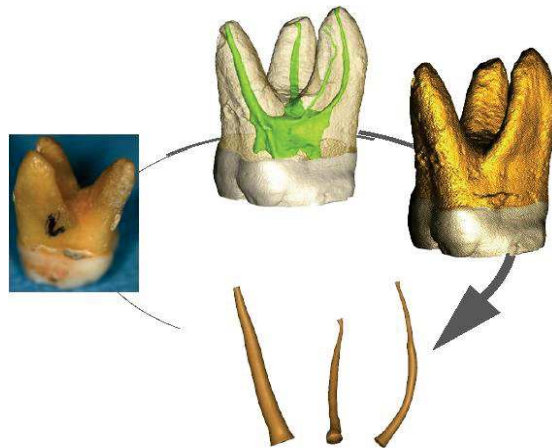


Figure I.3.10 : Reconstruction des géométries des canaux (Chevalier 2012)

Chevalier 2012 s'intéresse à des géométries de canaux réels (Figure I.3.10). Tout d'abord, des dents ont été scannées par microtomographie. A partir de là, la forme des canaux a été récupérée.

La simulation numérique a été réalisée avec un instrument H-20 (Micro-Méga) à l'aide d'une loi de comportement AMF (Saint Sulpice 2009).

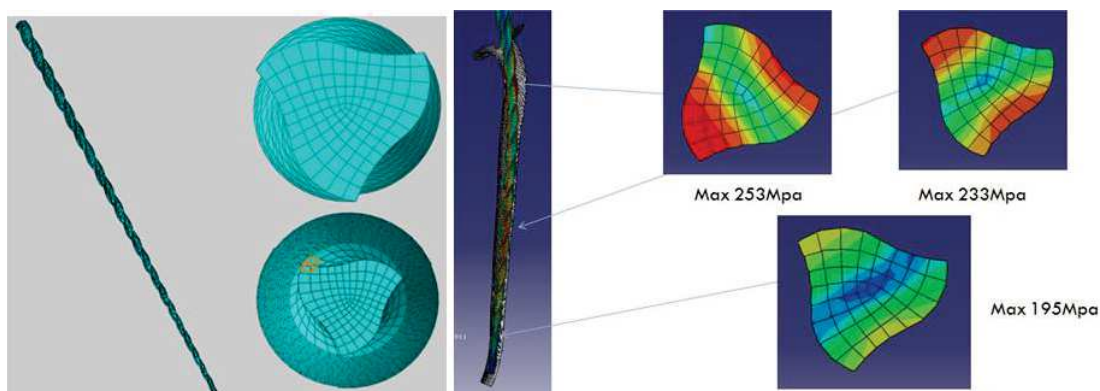


Figure I.3.11 : Maillage et insertion de l'instrument dans le canal, contrainte équivalente de von Mises au sens des AMF (Legrand, 2015)

Ces simulations numériques permettent d'obtenir le chargement mécanique vu par les instruments lors de leurs utilisations dans les canaux de dents. La géométrie du canal s'approchant des géométries réelles le chargement se rapproche donc de la réalité. Cependant certains paramètres ne sont encore pas pris en compte comme le couple de coupe ou les frottements.

La littérature montre qu'il est possible d'avoir une idée du chargement mécanique appliqué aux instruments durant leur utilisation. Ceci est utile durant les phases de conception. Dans la suite nous allons nous intéresser au comportement en fatigue de ces instruments.

I.4. Fatigue des instruments endodontiques

La littérature montre que les études de la fatigue du NiTi et des instruments endodontiques en NiTi sont principalement de caractère expérimental. Très peu d'études concernent la proposition de critères de fatigue pertinents pour les structures à base de NiTi. Dans la suite, nous détaillerons les résultats de fatigue de manière plus générale pour l'alliage NiTi et ensuite pour les instruments endodontiques.

I. 4. 1. Fatigue du NiTi

Pour notre application nous nous intéressons à la fatigue d'instruments en flexion rotative. Souhaitant mettre en place un modèle de fatigue à partir d'essais simples, nous avons regardé ce qui existait comme essais de fatigue en traction et en flexion rotative.

Sur les fils de NiTi il existe beaucoup d'essais en flexion rotative cependant le montage varie souvent entre les différents essais.

Le premier montage que nous avons étudié est mis en place par Belloard (1997) s'intéresse à la fatigue en flexion cyclique. Le montage est le suivant (Figure I.4.1) : une extrémité du fil est attachée à une roue tournante qui va imposer la vitesse de flexion par l'intermédiaire d'un mors mobile (point A), l'autre extrémité est reliée au bâti (B). La position du point est donc fixe et en tournant la roue on va imposer différentes sollicitations au fil. Le chargement sur ce montage est donc lié d'une part à la longueur initiale du fil monté entre les deux mors et d'autre part au diamètre de la roue.

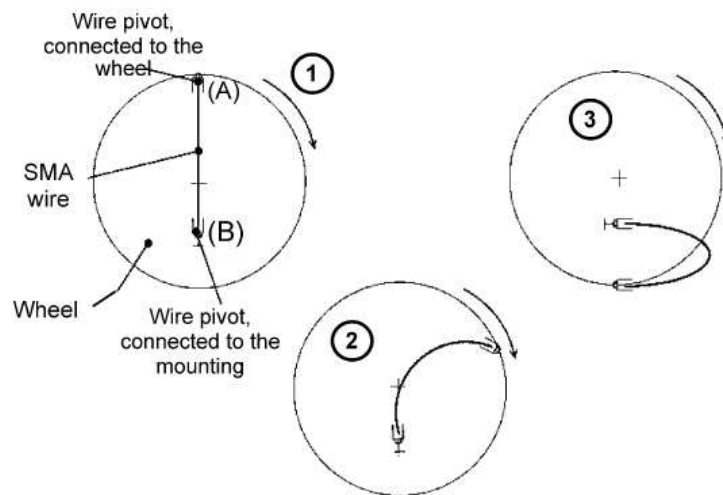


Figure I.4.1 : Montage de flexion cyclique (Siredey 2005)

A partir de ce montage une déformation ε est calculée (Bellouard 1997):

$$\varepsilon = \frac{e}{2} \left(\frac{1}{R_{smallest}} - \frac{1}{R_{initial}} \right) \quad \text{Eq 1}$$

Ainsi on peut obtenir une courbe de fatigue représentant le nombre de cycles à rupture en fonction d'une déformation (Figure I.4.2).

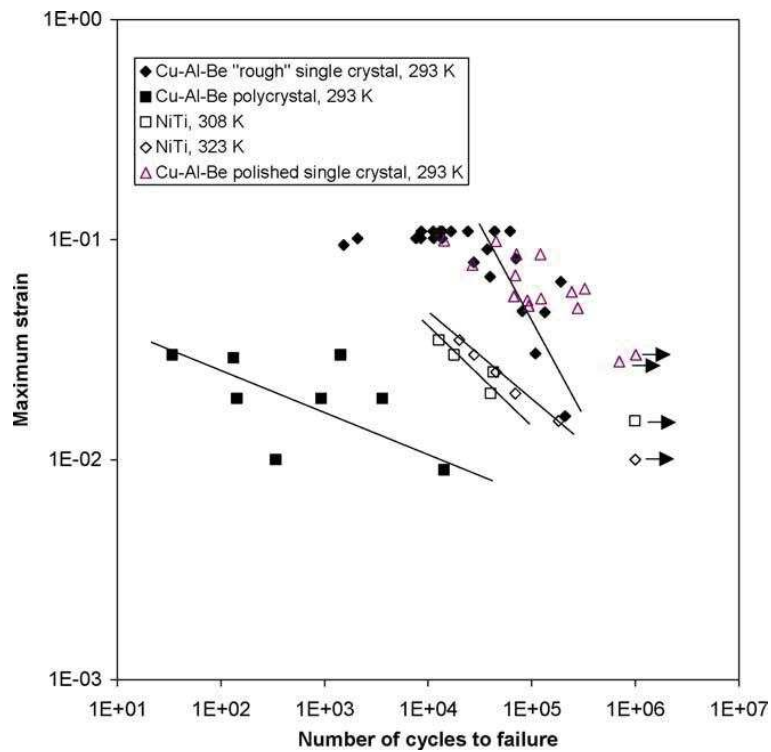


Figure I.4.2 : Nombre de cycles à rupture en fonction de la déformation maximale (Siredey 2005)

Sur ce montage le chargement est fortement lié à la géométrie de la roue et à la longueur du spécimen utilisé. De même, il semble difficile de remonter au chargement mécanique. Le chargement maximum associé à la rupture semble être au milieu du fil.

Un autre type de montage est aussi utilisé pour réaliser des essais de flexion rotative sur fil lisse. Il utilise un tube guide pour imposer la déformée du fil (Figure I.4.3) (Lopes 2011).

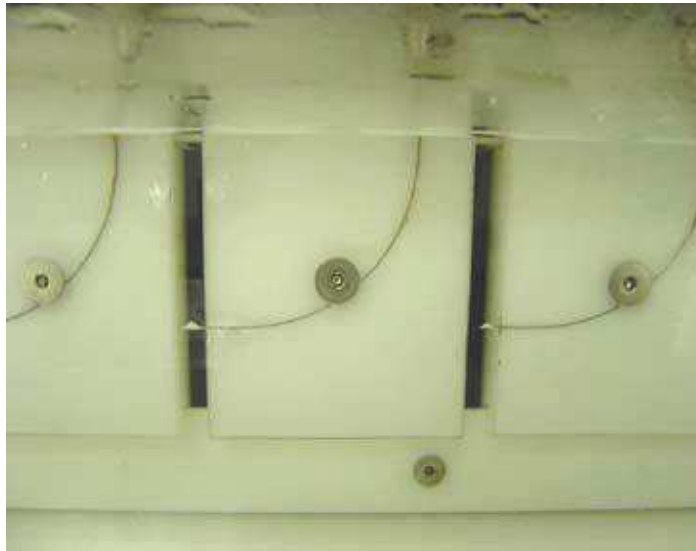


Figure I.4.3 : Montages de flexion rotative guidée par bloc

En faisant varier la géométrie du guide on peut réaliser des courbes de fatigue (Figure I.4.4). Les essais sont répétés trois fois pour chaque niveau de déformation afin d'observer la dispersion des résultats.

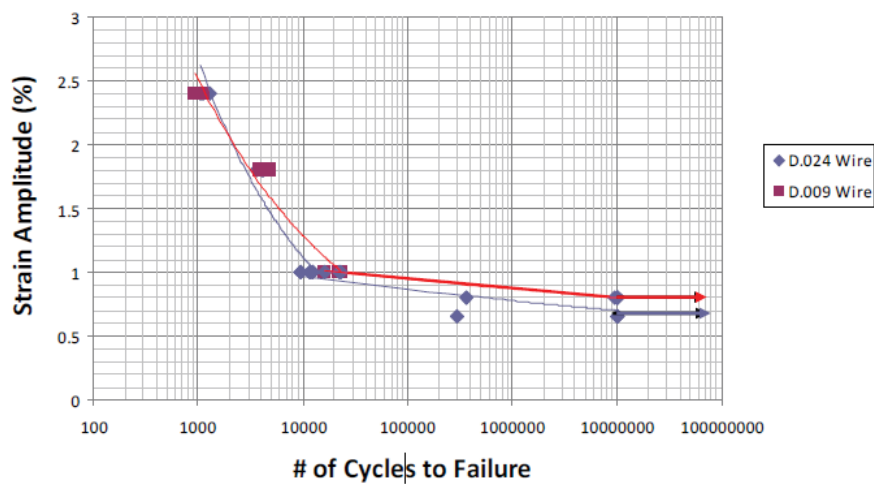


Figure I.4.4 : Courbe de fatigue en flexion rotative en utilisant des tubes guide

De plus les faciès de rupture ont été observés (Figure I.4.5). Sur cette éprouvette l'amorçage semble avoir lieu en surface.

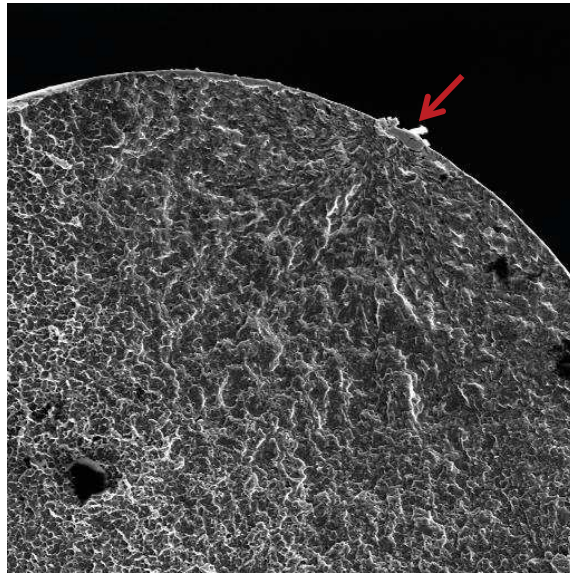


Figure I.4.5 : Faciès de rupture d'un fil lisse en flexion rotative

On retrouve de nombreux systèmes similaires pour réaliser des essais de flexion rotative (Miyazaki, 1999, Wagner 2004).

Ce montage permet de réaliser des essais de fatigue en flexion rotative cependant nous n'avons pas de mesure directe de l'effort subit par l'éprouvette comme le couple de flexion par exemple.

Cependant il est plus difficile de trouver des résultats de fatigue sur fil de NiTi en traction. En effet les sollicitations les plus fréquemment retrouvées sont la flexion rotative. On trouve peu de résultats en traction hormis les essais de comportement mais ceux-ci ne s'intéressent qu'aux faibles nombres de cycles.

La littérature montre que des essais de fatigue en flexion rotative sont possibles sur des fils lisses à l'aide de différentes solutions de montages. On retrouve très peu d'étude de fatigue pour des chargements de traction. Dans la suite nous détaillerons les résultats de fatigue pour les instruments endodontiques.

I. 4. 2. Essais de fatigue sur instruments dentaires

Nous nous sommes ensuite intéressés aux essais de fatigues sur instrument endodontique. De la même manière que pour les fils lisses on retrouve plusieurs systèmes de montage. Le plus utilisé est généralement le tube guide (Pruett 1997, Grande 2006)

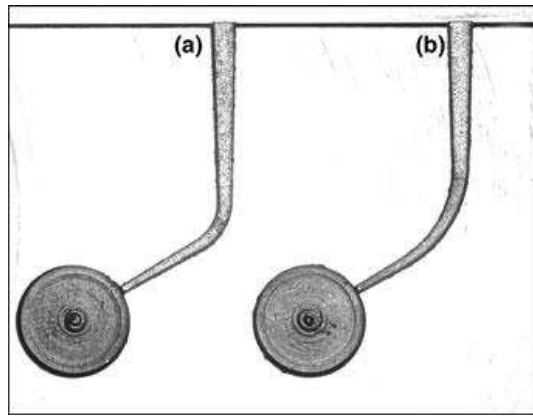


Figure I.4.6 : Essais de flexion rotative sur instrument à l'aide de tube guide

Sur la Figure I.4.6 on peut voir deux exemples de tube guide utilisés pour réaliser des essais de flexion rotative sur instrument. Les essais ont été réalisés à des vitesses de rotation de 300 tr/min (Figure I.4.7). Les essais sont réalisés pour deux rayons de courbure différents et pour trois angles de flexion.

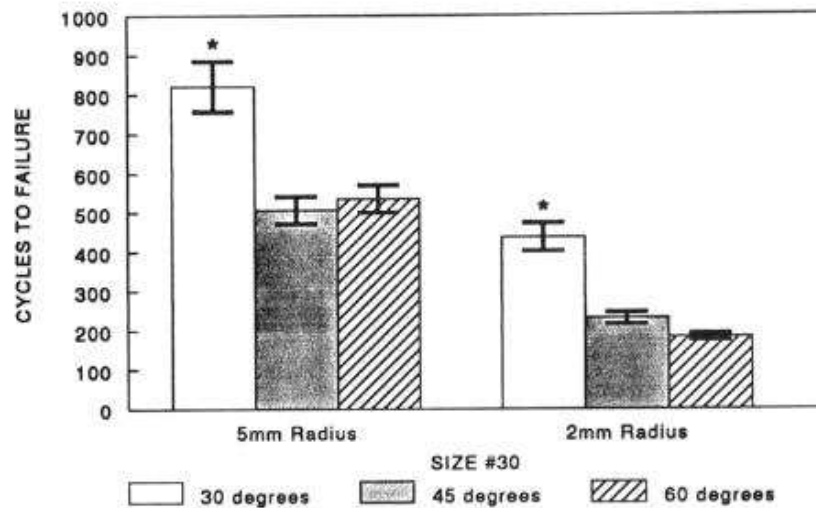


Figure I.4.7 : Nombre de cycles à rupture pour 3 angles de flexion et deux rayons de courbure

Une autre méthode consiste à venir enrouler l'instrument autour d'un cylindre de différents diamètres (Figure I.4.8) et en jouant sur l'angle d'enroulement pour venir faire varier le chargement (Haïkel 1999, Pessoa 2013)

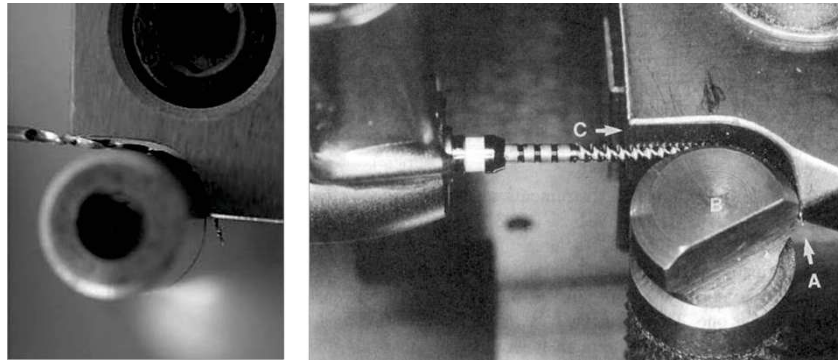


Figure I.4.8 : Montage de flexion rotative pour instrument par enroulement

Les essais de fatigue ont été réalisés à une vitesse de rotation de 350 tour/min et la durée de vie est exprimée en seconde. Sur la Figure I.4.9 on peut comparer la durée de vie des instruments pour deux rayons de rouleaux (5 et 10 mm) et sur deux dimensions différentes d'instrument.

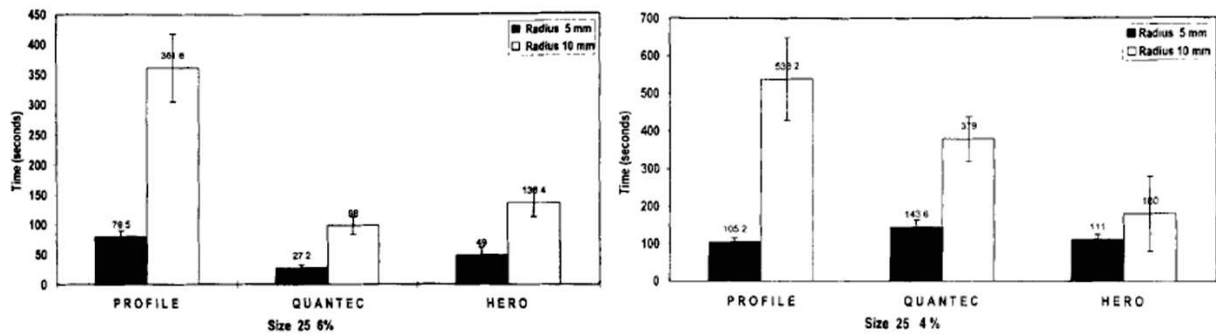


Figure I.4.9 : Résultats de fatigue pour 3 instruments pour deux rayons différents (Haïkel 1999)

Finalement on peut observer quelques faciès de rupture (Figure I.4.10) sur deux instruments différents. Contrairement au faciès présenté sur les essais de flexion rotative sur fil, il est plus difficile de distinguer le point d'amorçage de la rupture. Cependant on voit quelques points potentiels en surface.

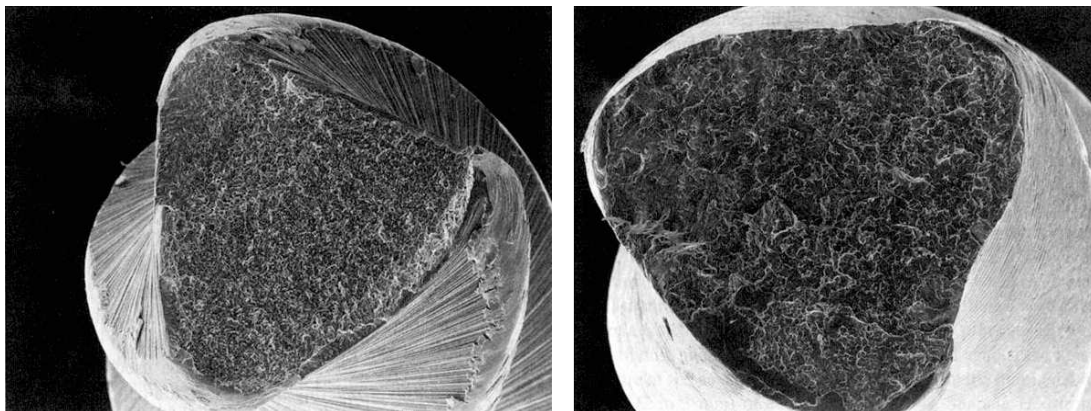


Figure I.4.10 : Faciès de rupture d'un instrument Profile (gauche) et Hero (droite) (Haïkel 1999)

Une dernière solution consiste à venir mettre l'instrument en flexion à l'aide de trois pions comme sur un montage de flexion trois points (Figure I.4.11). Avec ce système on peut positionner plus facilement notre chargement maximum et ainsi pouvoir définir la zone souhaitée pour observer la rupture.

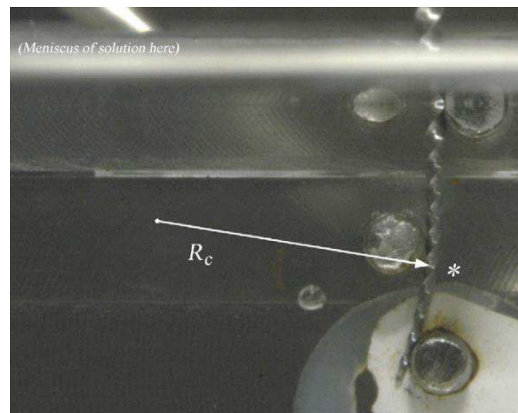


Figure I.4.11 : Montage de flexion trois points pour instrument

Les essais ont été réalisés à une vitesse de rotation de 250 tr/min. Sur la Figure I.4.12 on peut voir les résultats des essais de fatigue pour quatre instruments de différents fabricants. On remarque qu'il y a un peu de dispersion sur les résultats de fatigue notamment pour les HERO Shaper et ProFile.

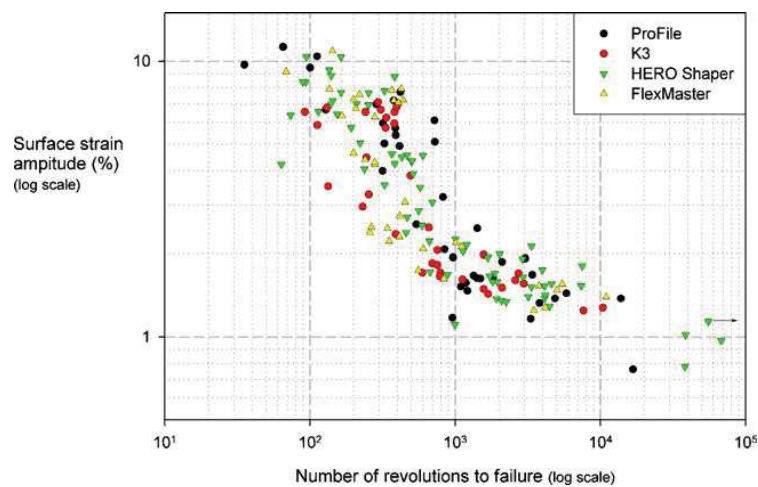


Figure I.4.12 : Courbe de fatigue pour 4 instruments

Tous ces montages permettent de réaliser des essais de fatigue en flexion rotative. On peut ainsi obtenir les durées de vie des différents instruments pour plusieurs cas de chargements. Cependant ils ne permettent pas directement de remonter aux efforts vus par l'instrument lors du chargement. De plus, les conditions aux limites ne sont pas forcément parfaitement maîtrisées et ne garantissent pas systématiquement que la rupture n'ait pas lieu dans les mors.

I.5. Bilan

Dans cette partie nous avons vu dans un premier temps les différentes géométries qui pouvaient être utilisées pour réaliser les instruments endodontiques. Nous avons également noté que ces instruments étaient réalisés en AMF afin de s'adapter parfaitement à toutes les géométries de canal de dents possibles. Nous nous sommes ensuite intéressés à l'étude du chargement mécanique que peuvent voir les instruments en service. Nous avons constaté que nous devons passer par des modèles éléments finis pour remonter au niveau de chargements vu par l'instrument. Cette modélisation peut être corrélée avec des essais de flexion sur structure. Finalement nous nous sommes intéressés aux essais de fatigue sur fil lisse. Nous nous sommes rendu compte que très peu d'essais de fatigue étaient réalisés en traction. En effet la fatigue à grand nombre de cycles du NiTi est très peu étudiée. De plus les essais de flexion rotative ne garantissent pas systématiquement que la rupture n'ait pas lieu au niveau des mors.

La modélisation du comportement des instruments est assez facilement mise en place. Cependant les modèles numériques ne permettent pas encore de réaliser une aide au dimensionnement des instruments vis-à-vis de la fatigue. Des essais de fatigue sont également mis en place en flexion rotative. Ces essais pourraient permettre de réaliser une confrontation essais-calculs avec des modèles de fatigue.

Nous allons donc maintenant mettre en place des essais de fatigue sur fil. Puis en utilisant ces essais nous mettrons en place une modélisation de la fatigue sur les fils de NiTi que l'on appliquera à nos instruments à partir de simulations numériques par éléments finis. Pour finalement valider notre modélisation par des essais de fatigue en flexion rotative sur structure à l'aide d'une machine de flexion développée au laboratoire.

Chapitre II : Fatigue et auto-échauffement (AE) sous sollicitation cyclique du NiTi

Sommaire :

II.1.	Présentation de la fatigue et de l'auto-échauffement sous sollicitation cyclique.	38
II. 1. 1.	Historique	38
II. 1. 2.	Protocole expérimental	39
II.2.	Mise en place des essais de fatigue et d'AE sur fil lisse et sur éprouvette.....	44
II. 2. 1.	Moyens d'essais et de mesure	44
II. 2. 2.	Auto-échauffement des fils lisses de différents matériaux.....	46
II.3.	Mise en place des essais d'AE et de fatigue sur éprouvette « diabolo »	50
II. 3. 1.	Caractérisation du matériau de l'étude	51
II. 3. 2.	Choix de la fréquence de sollicitation	54
II. 3. 3.	Essais d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique	56
II. 3. 4.	Estimation de la limite d'endurance à partir des essais d'auto-échauffement	58
II. 3. 5.	Essais de fatigue classiques	59
II. 3. 6.	Observation des faciès de rupture.....	60
II.4.	Etude de différents diamètres de fils.....	61
II. 4. 1.	Caractérisation du matériau.....	62
II. 4. 2.	Essais d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique	63
II. 4. 3.	Essais de fatigue classiques	64
II.5.	Etude d'un traitement de surface : l'électropolissage sur éprouvette diabolo de diamètre de fil 1 mm	65
II. 5. 1.	Caractérisation du matériau de l'étude	65
II. 5. 2.	Essais d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique	66
II. 5. 3.	Essais de fatigue classiques	68
II.6.	Etude de l'influence du temps d'électropolissage	70
II.7.	Etude d'un traitement de stérilisation.....	73
II. 7. 1.	Matériau de l'étude	74
II. 7. 2.	Auto-échauffement sous sollicitation cyclique	74
II. 7. 3.	Essais de fatigue classiques	75
II.8.	Bilan.....	76

L'étude bibliographique du chapitre précédent montre clairement que la fatigue du NiTi est un domaine encore peu exploré. L'objectif principal de ce chapitre est la mise en place d'une méthodologie expérimentale de détermination des propriétés en fatigue des fils de NiTi à l'aide de la technique rapide d'auto-échauffement. Dans ce contexte l'auto-échauffement du matériau sous sollicitation cyclique va être exploré et permettra d'identifier de manière empirique la limite d'endurance du matériau.

Cette technique a démontré son efficacité dans le contexte de nombreux matériaux métalliques (Doudard 2004, Ezanno 2010, Munier 2012, Puget 2013, Florin 2013, Jegou 2013, Masquelier 2015). Sa rapidité rend possible l'étude de l'influence de nombreux paramètres, liés par exemple aux procédés de fabrication, sur la tenue en fatigue des matériaux et des structures (Munier 2012, Puget 2013). Grace à cette technique, de nombreuses perspectives liées à l'optimisation des paramètres du procédé en vue de l'amélioration de la tenue en fatigue peuvent être envisagées.

Dans le contexte des travaux de cette thèse, l'un des défis est d'évaluer la possibilité d'exploitation de cette technique dans le cas des fils de NiTi. Plusieurs difficultés restent à gérer. Le matériau est sous forme de fils de faible diamètre. Ce qui réduit le volume de la matière qui participe à l'auto-échauffement. L'impact de la transformation martensitique sur l'auto-échauffement est peu, voire pas du tout, étudié. En outre, la transformation martensitique ne se développe pas de manière homogène dans les fils de NiTi. Nous essayons dans ce chapitre d'affronter ces difficultés et de mettre en place la démarche expérimentale autour de l'auto-échauffement des fils de NiTi.

Ce chapitre est structuré de la manière suivante. Tout d'abord l'auto-échauffement dans le contexte des métaux classiques est présenté. L'historique de cette méthode et le protocole expérimental associé sont détaillés. Par la suite le dispositif expérimental adapté au contexte des fils est décrit. Nous justifierons la forme des éprouvettes de NiTi retenue en étudiant les fils d'acier, les fils de CuAlBe superélastique et les fils de NiTi. Cette démarche nous permet de découpler les difficultés et de mieux interpréter les résultats obtenus. Une fois la forme de l'éprouvette choisie, le protocole expérimental est mis en place. La technique sera ensuite exploitée afin d'étudier différents états du matériau et de connaître l'effet de différents paramètres du procédé de fabrication tels que l'électropolissage, le diamètre des fils ou le traitement de stérilisation sur les propriétés en fatigue du NiTi. Le choix de ces états ou de ces paramètres est en lien direct avec les différentes étapes dans le processus de fabrication d'un instrument endodontique. Dans ce chapitre, il est important de préciser que nous ferons uniquement un dépouillement empirique de l'auto-échauffement pour identifier les propriétés en fatigue du matériau. Tous les résultats obtenus par cette technique rapide sont validés systématiquement par des essais de fatigue classiques (détermination des courbes de Wöhler du matériau).

II.1. Présentation de la fatigue et de l'auto-échauffement sous sollicitation cyclique

II. 1. 1. Historique

Depuis quelques années le groupe fatigue du LBMS s'est investi dans la mise en place d'une méthodologie d'identification rapide des propriétés en fatigue des matériaux et des structures à base d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique. Les premiers travaux sur ce sujet remontent à il y a un siècle avec les travaux de (Stromeyer 1914). Une revue de la littérature permet de dégager quatre périodes marquantes (Figure II.1.1) :

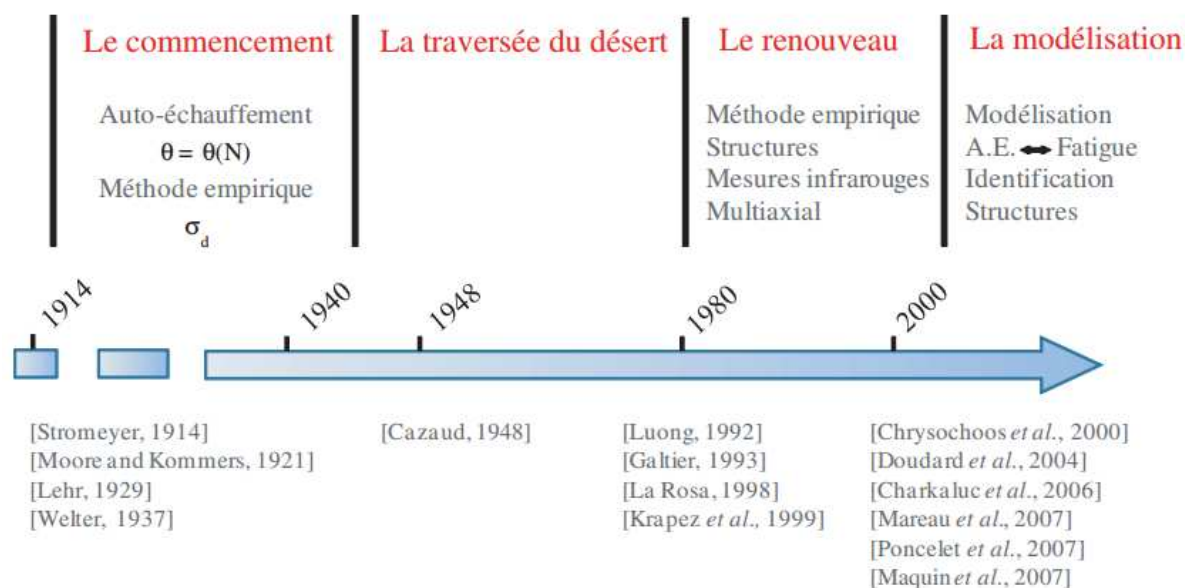


Figure II.1.1 : Historique de l'exploitation de l'auto-échauffement (Munier 2012)

- *le commencement* : 1914-1937. En 1867, à l'Exposition Universelle de Paris, pour la première fois, Wöhler présente ses travaux sur la fatigue des matériaux (Wöhler 1867). Mais le problème du temps de caractérisation se pose très rapidement. Dans l'objectif de réduire la durée de caractérisation, les premières méthodes rapides, basées, entre autres, sur des mesures d'élévation de température apparaissent au début du 20^{ème} siècle. Ces méthodes sont empiriques.

- *la période creuse (la traversée du désert)* : 1937-1980. Les mesures d'auto-échauffement ne suscitent pas d'intérêt. Il est possible de trouver uniquement la référence de (Cazaud 1948) qui évoque ce sujet dans un ouvrage dans lequel il propose un état de l'art sur la fatigue.

- *la renaissance (le renouveau)* : 1980-2000. Avec l'avancée des techniques de mesures expérimentales, de nouvelles études voient le jour. On peut dire que durant cette période l'auto-échauffement se démocratise. Durant cette période, cette technique a été appliquée à différents matériaux. Son utilisation a été étendue à l'étude de l'effet des paramètres tels que la contrainte moyenne ou la nature du chargement. Enfin cette méthode empirique a

été utilisée dans le contexte des structures. Elle a servi à la construction d'une courbe moyenne de fatigue.

- *la justification par la modélisation : après 2000.* Il n'est plus possible de se contenter uniquement de la mesure de la température. L'identification des mécanismes à l'origine de l'élévation de température devient une priorité. Elle permet la proposition de la modélisation pertinente qui a pour l'objectif la prévision des propriétés en fatigue des matériaux. Il est possible de classer les travaux menés en deux catégories. La première cherche à identifier les hétérogénéités du champ de sources responsables des élévations de température mesurées. La deuxième catégorie consiste à exploiter les mesures de température comme moyen de prédiction des propriétés en fatigue. Le dialogue entre les mesures de température et les essais de fatigue est bien instauré à l'aide de la modélisation.

Les travaux du groupe fatigue s'inscrivent particulièrement dans la deuxième catégorie. Le lien entre les propriétés en fatigue et l'auto-échauffement a été clairement démontré à l'aide de la modélisation (Doudard 2004). Cette modélisation a été enrichie afin de prédire les propriétés en fatigue des matériaux dans des états non-standard (Munier 2012, Puget 2013). Aujourd'hui, Il est possible d'étudier l'impact de différents paramètres du procédé de fabrication sur la tenue en fatigue.

L'intérêt de cette technique étant évident, nous allons présenter dans la suite le protocole expérimental sans aborder les aspects liés à la modélisation. La présentation du protocole s'appuie sur les résultats obtenus à partir des métaux classiques et des éprouvettes massives.

II. 1. 2. Protocole expérimental

Les essais d'auto-échauffement consistent à appliquer des paliers de chargement cyclique d'amplitude croissante avec le même nombre de cycles. Pour chaque palier (Figure II.1.2 a), l'élévation de la température moyenne, $\theta(t)$, est suivie au cours des cycles jusqu'à la stabilisation. La température moyenne stabilisée notée $\bar{\theta}$ est donc atteinte (Figure II.1.2 b). Chaque palier est constitué d'une phase d'un temps t_0 où la sollicitation cyclique est appliquée suivie d'un retour à l'équilibre thermique d'un temps t_0 identique. Ce temps t_0 ne dépend que du temps caractéristique τ_{eq} . L'amplitude de chargement d'un palier à l'autre évolue de manière croissante. Tous les paliers de chargement sont appliqués à la même fréquence. Pour chacun des paliers de chargement, la valeur de $\bar{\theta}$ est relevée.

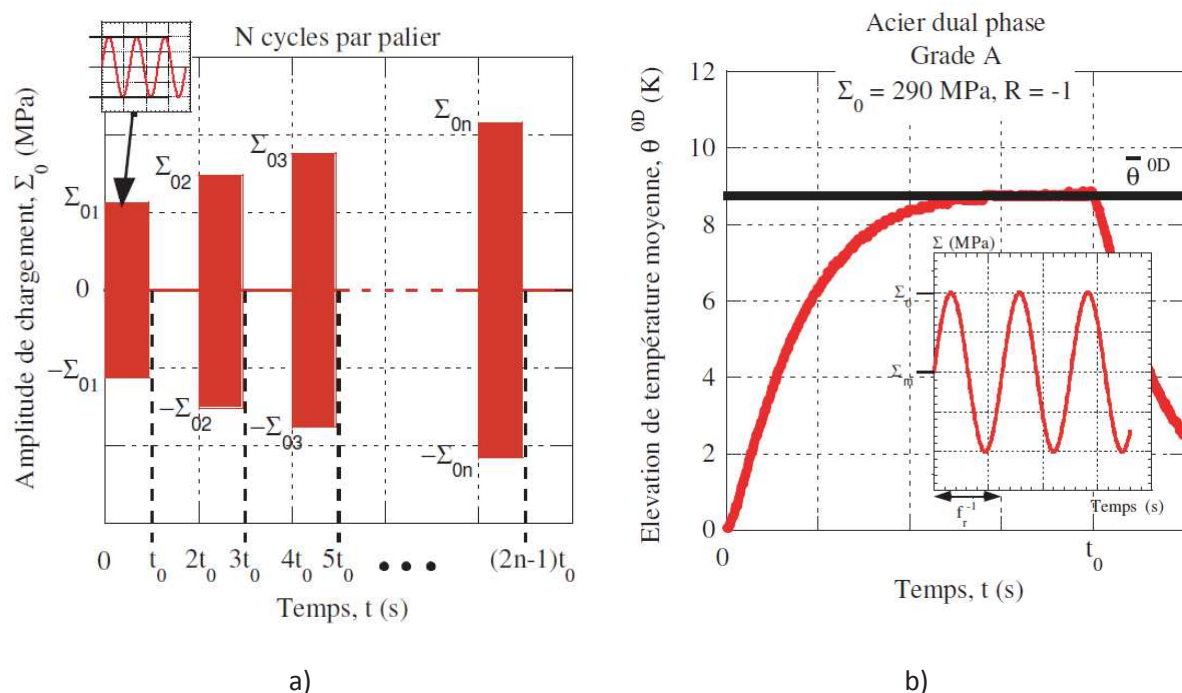


Figure II.1.2 : a) Série de blocs de chargements, b) évolution de la température moyenne au cours d'un bloc (Munier 2012)

Dans le contexte des éprouvettes massives, l'évolution de la température est enregistrée à l'aide de thermocouples. Ils sont placés à la fois au centre de l'éprouvette et également au niveau des mors de fixation. La Figure II.1.3 montre l'emplacement des thermocouples.

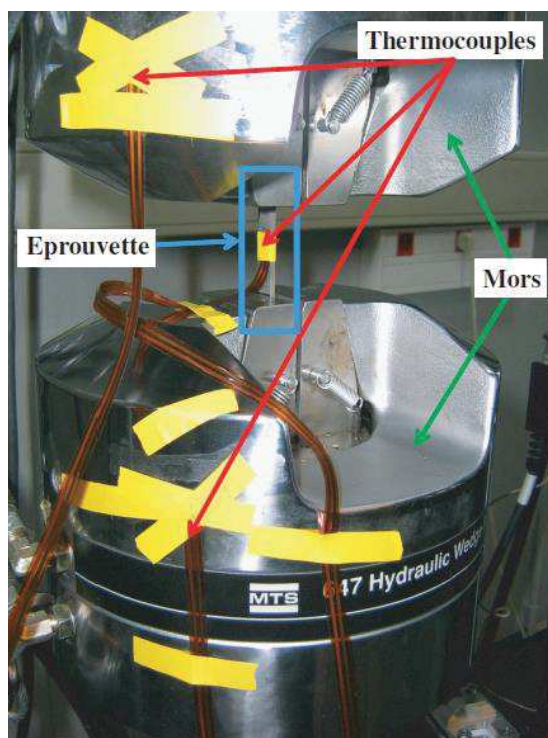


Figure II.1.3 : Emplacement de thermocouples sur des éprouvettes massives (Munier, 2012)

2012)

L'équation (Eq 2) donne l'expression de $\theta(t)$:

$$\theta = T_{ep} - \frac{T_{mb} + T_{mh}}{2} \quad \text{Eq 2}$$

avec T_{ep} la température provenant du thermocouple placé au centre de l'éprouvette, T_{mb} et T_{mh} les températures des mors bas et haut respectivement.

Les travaux de thèse de Munier (2012) montrent clairement l'importance de la prise en compte des températures des mors dans la détermination de l'élévation de température θ . De cette manière les différences de comportement thermique des mors sont prises en compte.

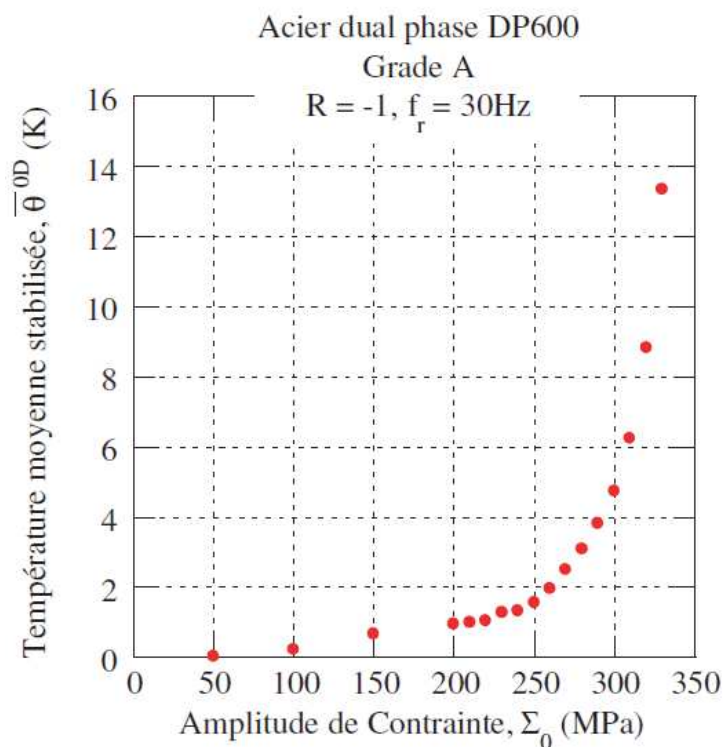


Figure II.1.4 : Evolution de la température moyenne stabilisée en fonction de l'amplitude de chargement (courbe d'auto-échauffement) (Munier 2012)

La valeur de la température moyenne stabilisée, $\bar{\theta}$, de chaque palier en fonction de l'amplitude du chargement, permet de construire la courbe d'auto-échauffement du matériau. La Figure II.1.4 montre une courbe d'auto-échauffement obtenue à partir d'une éprouvette massive en acier dual phase. On observe une première partie de la courbe où l'augmentation de $\bar{\theta}$ est faible, puis à partir d'un certain niveau de chargement elle augmente rapidement.

Les résultats de ces essais présentent la particularité d'être dépendants à la fréquence de sollicitation. Ceci est constaté expérimentalement et est confirmé par la résolution de

l'équation de chaleur (Doudard 2004). La Figure II.1.5 montre l'effet de la fréquence de sollicitation sur la courbe d'auto-échauffement du matériau.

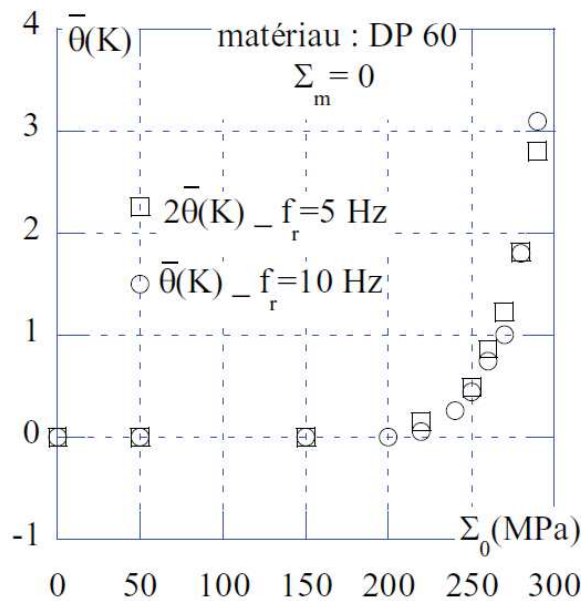


Figure II.1.5 : Effet de la fréquence sur la température moyenne stabilisée pour un acier dual phase (DP60) (Doudard 2004)

Une fois la courbe d'auto-échauffement déterminée, il est possible de réaliser un dépouillement empirique afin d'identifier la limite d'endurance moyenne du matériau. Il s'agit de tracer une droite passant par les derniers points de la courbe (Figure II.1.6 a). L'intersection de cette droite avec l'axe des abscisses nous donne la limite d'endurance du matériau. Ce résultat est généralement en accord avec celui obtenu avec une campagne de fatigue classique. Cette méthode a été mise en place et validée sur de nombreux matériaux métalliques (Munier 2012).

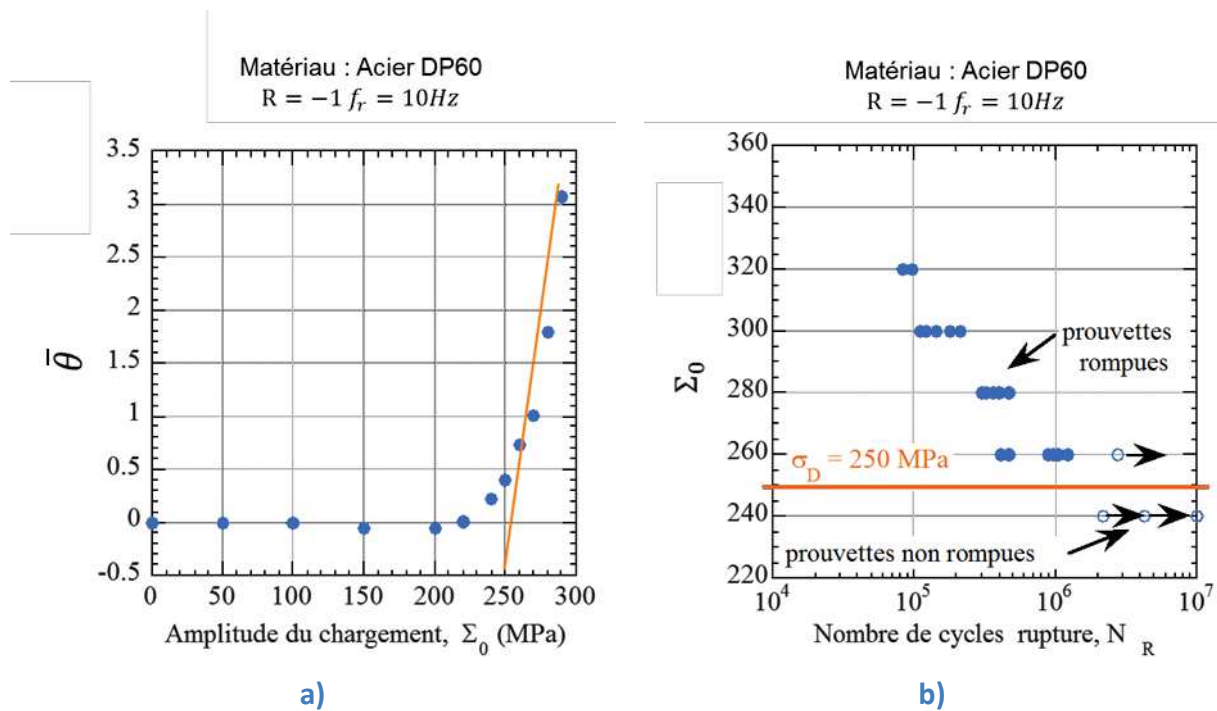


Figure II.1.6 : a) Méthode empirique de dépouillement des essais d'auto-échauffement, b) comparaison avec les essais de fatigue classiques (Doudard 2004)

L'utilisation de cette méthode rend l'estimation de la limite d'endurance plus rapide. En effet, les essais classiques sont coûteux en temps et en matière puisque qu'il est nécessaire de conduire à la rupture un grand nombre d'éprouvettes. En utilisant la méthode d'auto-échauffement une seule éprouvette suffit. Dans le contexte de la fatigue des métaux classiques cette technique a été validée sur un grand nombre d'alliages. Dans ces matériaux, la micro-plasticité est le mécanisme principal qui gouverne la fatigue à grand nombre de cycles. Cette technique n'a jamais été testée dans le contexte des AMF. Nous allons donc étudier la possibilité de son exploitation au niveau de ces matériaux où la transformation martensitique est le mécanisme de déformation qui se révèle classiquement sous chargement thermomécanique. Un effort particulier est porté à l'alliage NiTi.

Dans la suite, après une présentation rapide du dispositif expérimental utilisé, nous verrons, tout d'abord, si l'auto-échauffement est mesurable dans le contexte des fils. Nous considérons d'abord des fils d'acier afin de vérifier si les mêmes types de résultats sont obtenus en comparaison avec des éprouvettes massives. Ensuite des fils à base de CuAlBe, qui est également un AMF, sont testés. Ceci permet de connaître, dans le contexte particulier de ces matériaux, la forme de la courbe d'auto-échauffement. L'avantage de ces fils est que la transformation martensitique se développe de manière homogène. Et enfin les fils de NiTi sont testés et très rapidement nous constatons que la localisation de la transformation martensitique rend impossible l'utilisation du matériau sous forme de fils lisse. Il est donc indispensable d'adopter une forme diabolo non seulement pour la réalisation des essais d'auto-échauffement mais également pour la réalisation des essais de fatigue classiques.

II.2. Mise en place des essais de fatigue et d'AE sur fil lisse et sur éprouvette

II. 2. 1. Moyens d'essais et de mesure

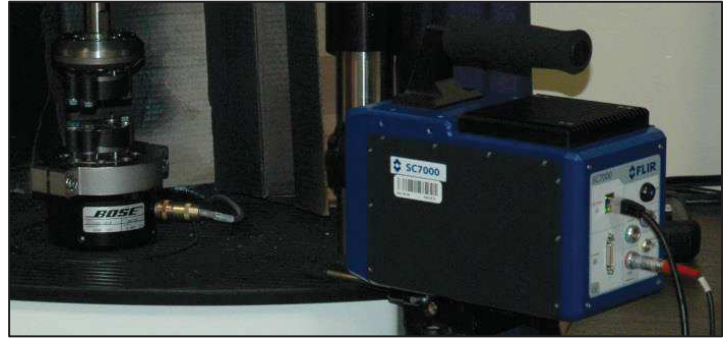
Pour réaliser nos essais sur fils ou sur éprouvettes obtenues à partir de fils, une machine d'essais Bose-electroforce est utilisée (Figure II.2.1 a). La capacité de machine est de 3kN. Cette gamme d'effort est largement suffisante pour notre étude. En effet, il est possible de travailler sur des fils de diamètre maximum 2mm. De plus, la technologie de la machine permet de balayer des fréquences allant de 0,00001 Hz à 100 Hz. Les fils et les éprouvettes fournies par Micro-Méga possèdent tous des diamètres inférieurs à 2 mm. Durant les travaux réalisés tous les essais de fatigue classiques et d'auto-échauffement ont été réalisés à des fréquences de sollicitation de 30Hz. Ce choix est justifié par la suite en menant une étude de l'effet de la fréquence sur l'auto-échauffement du matériau.

La mesure de la température est un élément clé lors des essais d'auto-échauffement comme il a été précisé auparavant. Il est très important de mesurer l'élévation de la température de l'échantillon de manière fiable et précise. De manière classique, sur des éprouvettes massives, des thermocouples sont employés pour réaliser les mesures. Dans le cas des fils ou des éprouvettes avec des diamètres de l'ordre du mm, l'utilisation des thermocouples n'est pas aisée. C'est la raison pour laquelle nous avons fait le choix d'utiliser une caméra infra-rouge. Celle employée est une Flir dont la sensibilité est de 20 mK (Figure II.2.1 b). Elle permet d'avoir une image de 600 par 500 pixels. La fréquence d'acquisition est comprise entre 0,5 Hz et 100 Hz La gamme de température observable est comprise entre -20°C et +300°C. Pour optimiser l'émissivité de l'éprouvette et supprimer d'éventuel reflet, l'éprouvette est peinte en noir et un fond noir est positionné à l'arrière de l'éprouvette. Il est important de préciser que ce type de mesure est sensible à l'environnement. C'est pourquoi un certain nombre de précautions doivent être prises impérativement. Par exemple, pour supprimer l'effet des courants d'air qui pourrait faire varier la température pendant l'essai, un drap est positionné autour de la machine (Figure II.2.1 a).

La figure Figure II.2.1 montre les détails du dispositif adopté. L'emplacement de la caméra thermique a également son importance. Durant chaque essai d'auto-échauffement, il est impératif de réaliser des mesures non seulement sur la zone centrale de l'éprouvette mais également au niveau du système d'amarrage. Toutes ces mesures permettront, après un post traitement adapté, la réalisation d'une mesure correcte de l'élévation moyenne de la température.



a)



b)

Figure II.2.1 : a) Dispositif expérimental de l'étude, b) zone du montage d'éprouvette et caméra infra-rouge Flir SC7000

Dans cette partie, nous nous permettons également de faire un zoom sur le système d'amarrage des fils au niveau de la machine d'essais. Ce point est extrêmement important car il conditionne la réussite des essais. Un soin particulier est porté à l'alignement du fil lors du montage et également à son serrage afin d'éviter toute rupture prématurée avant l'obtention d'une courbe complète d'auto-échauffement. Des calles adaptées aux formes des fils ont été réalisées afin de limiter les concentrations de contrainte liées au serrage dans les mors. La Figure II.2.2 montre les détails du montage.



Figure II.2.2 : Spécificité du système d'amarrage des fils

II. 2. 2. Auto-échauffement des fils lisses de différents matériaux

Les essais d'auto-échauffement sont réalisés généralement sur des éprouvettes massives. Nous avons donc voulu savoir dans un premiers temps s'il était possible de réaliser des essais d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique en utilisant des fils de faibles diamètres. Pour cela nous avons choisi de tester l'essai sur différents matériaux sous forme de fil à commencer par les fils d'acier. Nous voulions dans un premier temps savoir s'il était possible d'obtenir des mesures d'auto-échauffement à partir de faibles volumes. Le protocole expérimental adopté est celui développé dans la section précédente. La seule différence est au niveau de la technique de mesure de l'évolution de la température. Dans le contexte des fils, il n'est pas facile d'utiliser des thermocouples. La mesure de la température est donc réalisée à l'aide de la caméra infra-rouge Flir décrite dans la section précédente. Le post traitement permet d'extraire l'élévation de température moyenne du matériau est le même que celui décrit dans la section précédente.

Dans le contexte des fils ou des éprouvettes obtenues à partir de fils, les sollicitations cycliques appliquées ont un rapport de charge de $R=0,1$.

$$\text{Avec } R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}}$$

Le diamètre des fils d'acier considéré est de 1 mm. Les premiers essais sont concluants. On observe bien une augmentation de la température moyenne dans l'éprouvette puis une stabilisation de la température (Figure II.2.3). L'allure de la courbe obtenue est très similaire à celle obtenue à partir des éprouvettes massives en acier. L'élévation de la température moyenne est faible mais reste largement supérieure à la sensibilité de la caméra thermique. La courbe d'auto-échauffement de ces fils est obtenue en relevant la température moyenne stabilisée de chaque palier (Figure II.2.4). L'allure est classique et très comparable à celles obtenues à partir des éprouvettes massives. Tout d'abord un premier régime avec des élévations de température faibles est constaté suivi d'un deuxième régime où les élévations de températures sont nettement plus marquées.

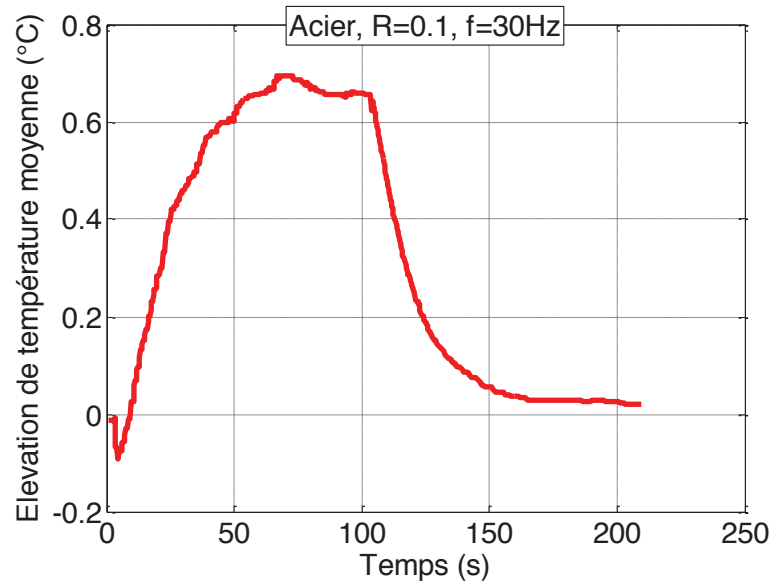


Figure II.2.3 : Palier d'auto-échauffement d'un fil lisse en acier à 500 MPa

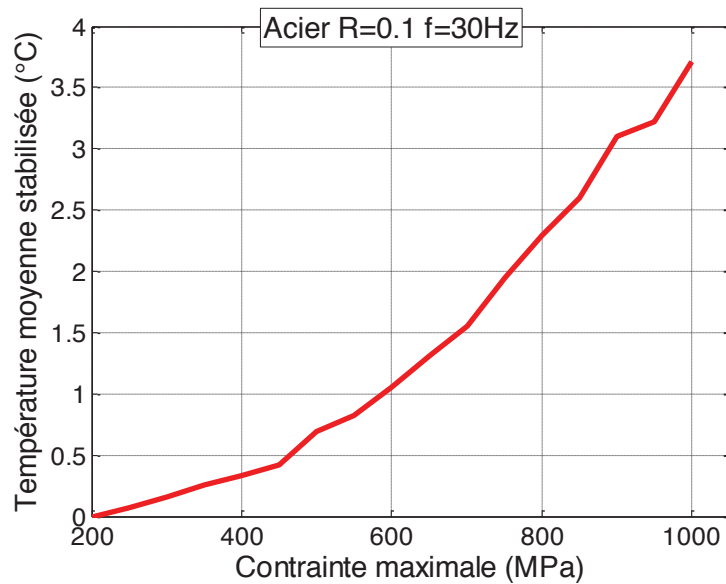


Figure II.2.4 : Courbe d'auto-échauffement d'un fil lisse d'acier à 30 Hz

Les résultats obtenus sont très encourageants. Nous allons maintenant mettre en place les essais sur des fils de CuAlBe de diamètre 2 mm. L'alliage considéré est un AMF superélastique à la température ambiante. Le même protocole expérimental a été appliqué à ces fils. La Figure II.2.5 montre l'élévation de la température moyenne en fonction du temps pour un palier de chargement.

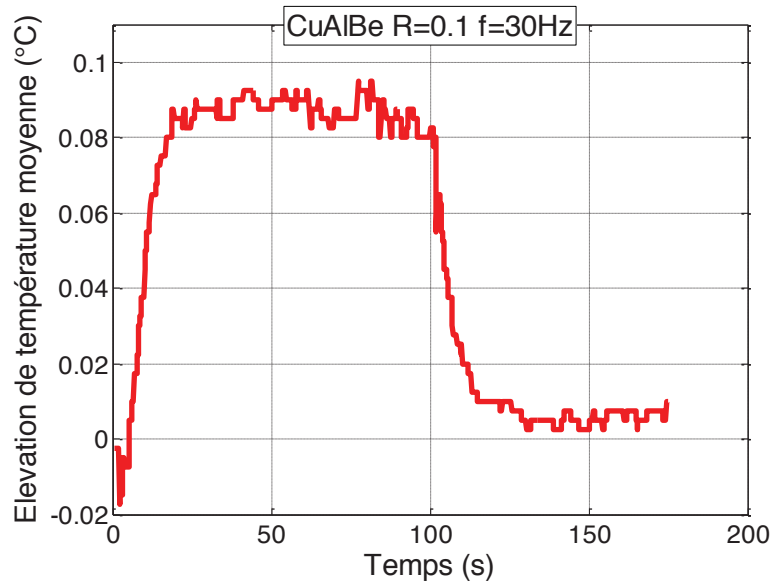


Figure II.2.5 : Palier d'auto-échauffement d'un fil lisse de CuAlBe à 100 MPa

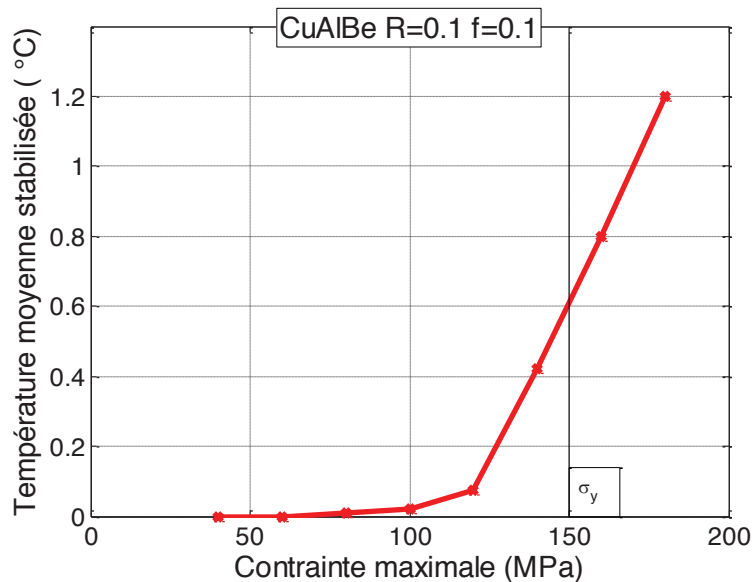


Figure II.2.6 : Courbe d'auto-échauffement d'un fil lisse de CuAlBe à 30 Hz

La courbe d'auto-échauffement de ces fils est obtenue en relevant la température moyenne stabilisée de chaque palier (Figure II.2.6). L'allure est classique et très comparable à celles obtenues à partir des matériaux métalliques classiques. Il y a tout d'abord un premier régime avec des élévations de température faibles et ensuite un deuxième régime où les élévations de températures sont nettement plus marquées. Sur la Figure II.2.6, la limite du début de transformation du matériau est également placée. Ceci permet de connaître l'impact de la transformation martensitique sur l'auto-échauffement du matériau. Il est facile de conclure que la température moyenne stabilisée est de plus en plus élevée pour des paliers de chargement près de la limite du début de transformation. L'effet est comparable à celui de la limite d'élasticité des métaux classiques. Il est également important de réaliser les

essais d'auto-échauffement à des paliers de chargement qui ne dépasseront pas cette limite. Ceci est pertinent dans le contexte de la fatigue à grand nombre de cycles.

En conclusion, l'auto-échauffement sous sollicitation cyclique se manifeste et reste mesurable dans le contexte des fils d'un alliage à mémoire de forme de type cuivreux. Nous allons passer au cas des fils de NiTi. Les fils choisis ont un diamètre de 1mm. Le même protocole expérimental a été une fois de plus appliqué à ces fils. La Figure II.2.7 montre l'élévation de la température moyenne en fonction du temps pour un palier de chargement. Sur cette courbe, il est possible de constater que dans les 40 premières secondes de l'essai la température de l'éprouvette augmente de 0,29°C et pendant les 60 secondes suivantes la température se stabilise. L'élévation de température est plus faible en comparaison avec les fils d'autres matériaux (acier, CuAlBe) mais reste supérieure à la sensibilité de la camera.

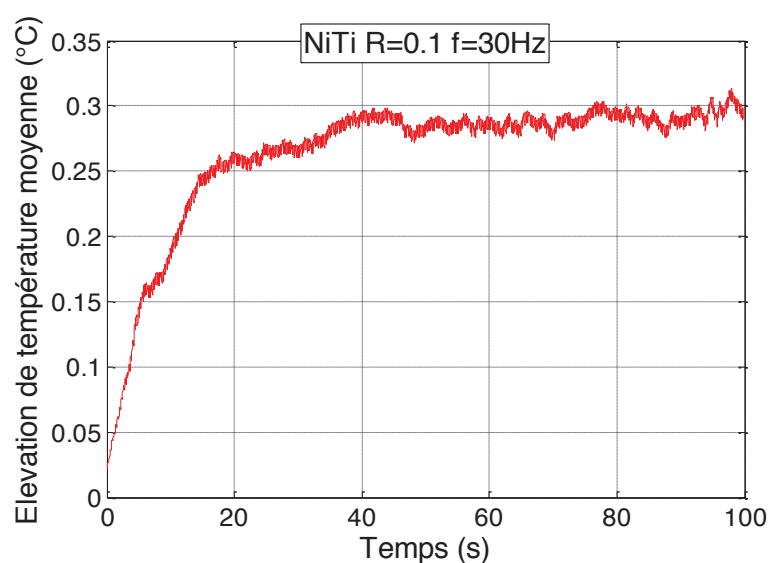


Figure II.2.7 : Palier d'auto-échauffement d'un fil lisse de NiTi à 450 MPa

Nous avons mené ces essais sur plusieurs paliers afin d'obtenir une courbe d'auto-échauffement. Une fois de plus, nous constatons que cette courbe a une forme similaire à une courbe d'auto-échauffement classique. On observe une première phase où l'augmentation de température est très faible, puis une deuxième phase où l'augmentation est beaucoup plus significative (Figure II-14).

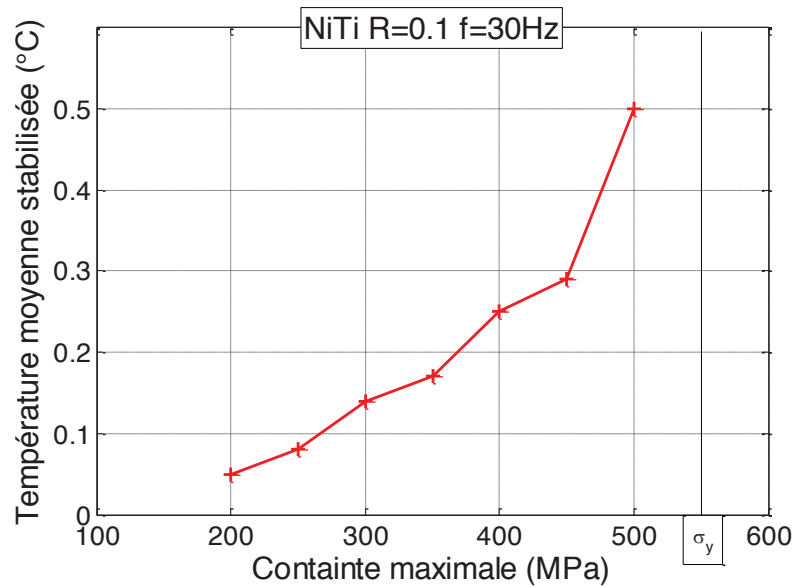


Figure II.2.8 : Courbe d'auto-échauffement d'un fil lisse de NiTi à 30 Hz

Les essais d'auto-échauffement sur ces trois matériaux nous montrent que la méthode est applicable aux fils et qu'on observe bien une évolution de température similaire aux éprouvettes classiques d'auto-échauffement. Nous avons cependant rencontré un problème majeur lors de ces essais. En effet, sur les fils de NiTi, nous avons observé un phénomène de localisation, qui entraînait également des ruptures dans les mors. Pour supprimer ce problème, nous avons choisi de changer la géométrie de nos éprouvettes (voir II-3).

II.3. Mise en place des essais d'AE et de fatigue sur éprouvette « diablo »

Pour résoudre le problème de conditions aux limites, nous avons choisi d'adopter la géométrie d'éprouvette utilisée de manière classique lors des essais de fatigue, à savoir l'éprouvette diablo. Nous avons adapté cette géométrie à notre fil (Figure II.3.1). Nous réalisons un amincissement de section circulaire dans le centre de l'éprouvette. Ainsi nous avons un diamètre central de 0,6 mm pour un fil de 1 mm de diamètre. Grâce à cette géométrie le chargement maximal vu par l'éprouvette sera localisé dans cette zone et les problèmes de conditions aux limites sont supprimés. Le même procédé de fabrication des instruments est employé pour la réalisation de ces éprouvettes. L'état de surface de la zone centrale de l'éprouvette est comparable à celui des instruments.

La géométrie de l'éprouvette définie nous allons procéder à la caractérisation du matériau.

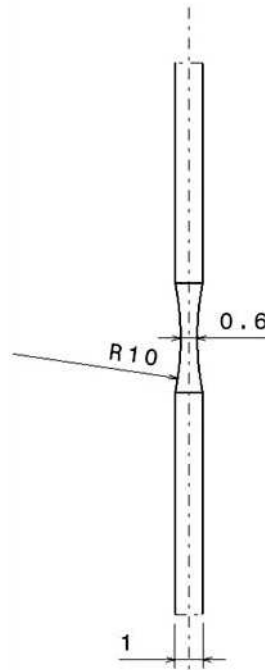


Figure II.3.1 : Géométrie de l'éprouvette

II. 3. 1. Caractérisation du matériau de l'étude

Les fils utilisés sont les mêmes que ceux employés pour la fabrication des instruments endodontiques. Les éprouvettes sont obtenues par meulage. Ce procédé est également employé pour réaliser les instruments endodontiques. Les fils employés ont la composition chimique suivante : 50,8%at. %Ni et 49,2%at. %Ti. Cette composition est classique pour des NiTi à destination d'applications médicales.

Dans cette partie, les éprouvettes considérées sont vierges (pas de traitement thermique, d'électropolissage, de stérilisation, etc.). Elles ont été uniquement meulées à partir de fils lisses. Des analyses DSC ont été réalisées afin de déterminer les températures de transformation du matériau. De cette façon nous nous donnons une première idée sur l'état microstructural à la température ambiante. Dans la partie centrale de l'éprouvette un morceau pesant environ 15 mg a été découpé par électroérosion. L'échantillon subit ensuite un chauffage jusqu'à 100°C puis un refroidissement jusqu'à -150°C et enfin un deuxième chauffage jusqu'à 100°C. Les vitesses de chauffage et de refroidissement sont fixées à $\pm 10^\circ\text{C}/\text{min}$. La Figure II.3.2 montre le résultat de ces analyses.

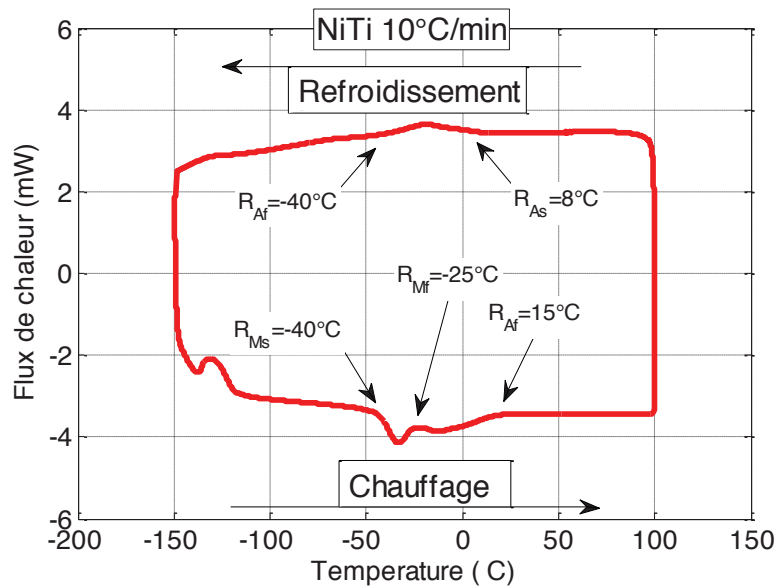


Figure II.3.2 : Analyse DSC d'une éprouvette vierge obtenue à partir d'un fil de diamètre 1 mm

En observant l'évolution du flux de chaleur en fonction de la température, il est possible de déterminer les températures de changement de phase au niveau des pics. Les différentes températures de transformation sont reportées dans le Tableau II.3.1. Les résultats obtenus confirment bien que le matériau est dans un état austénitique à la température ambiante.

Refroidissement	R_{As}	R_{Af}	M_s	M_f
Température	8°C	-40°C	?	?
Chauffage	R_{Ms}	R_{Mf}	A_f	A_s
Température	-40°C	-25°C	15°C	-25°C

Tableau II.3.1 : Températures de transformation de l'éprouvette vierge obtenue à partir du fil de 1mm de diamètre

Lors de la réalisation des essais d'auto-échauffement, il est important d'appliquer des niveaux de chargement inférieurs à la contrainte du début de transformation macroscopique du matériau. Pour ceci, il est nécessaire d'identifier cette limite. Un essai de traction charge-décharge est donc réalisé. Un extensomètre est placé de part et d'autre de la zone centrale de l'éprouvette (Figure II.3.3). Il est donc possible de récupérer l'allongement global de cette zone. De cette manière une courbe d'évolution de la contrainte en fonction de l'allongement est ainsi obtenue (Figure II.3.4b)

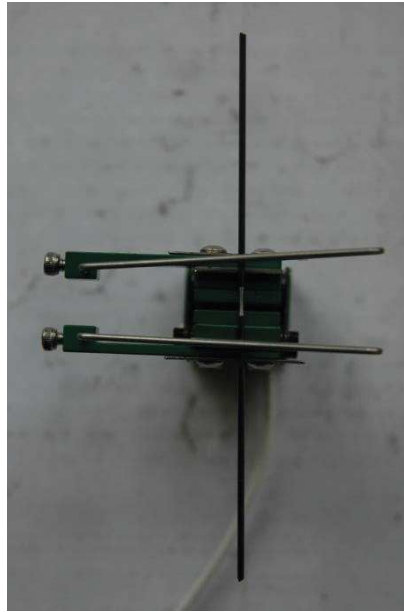


Figure II.3.3 : Positionnement de l'extensomètre sur l'éprouvette

Cet essai ne nous permet pas de conclure sur la déformation associée au chargement mais permet de déterminer la limite du début de transformation du matériau, et ainsi positionner l'amplitude des chargements de nos essais vis-à-vis de cette limite.

Nous avons ensuite également réalisé une simulation élément finis (Figure II.3.4a) que nous avons identifiée sur notre essai afin de remonter à la déformation dans l'entaille. Pour cela une loi élastoplastique est utilisée. Ces simulations montrent que la contrainte est homogène dans la section centrale de l'éprouvette. La Figure II.3.5 montre la courbe de comportement obtenue à partir de la simulation numérique. Ces résultats ont été extraits à partir de la zone centrale de l'éprouvette.

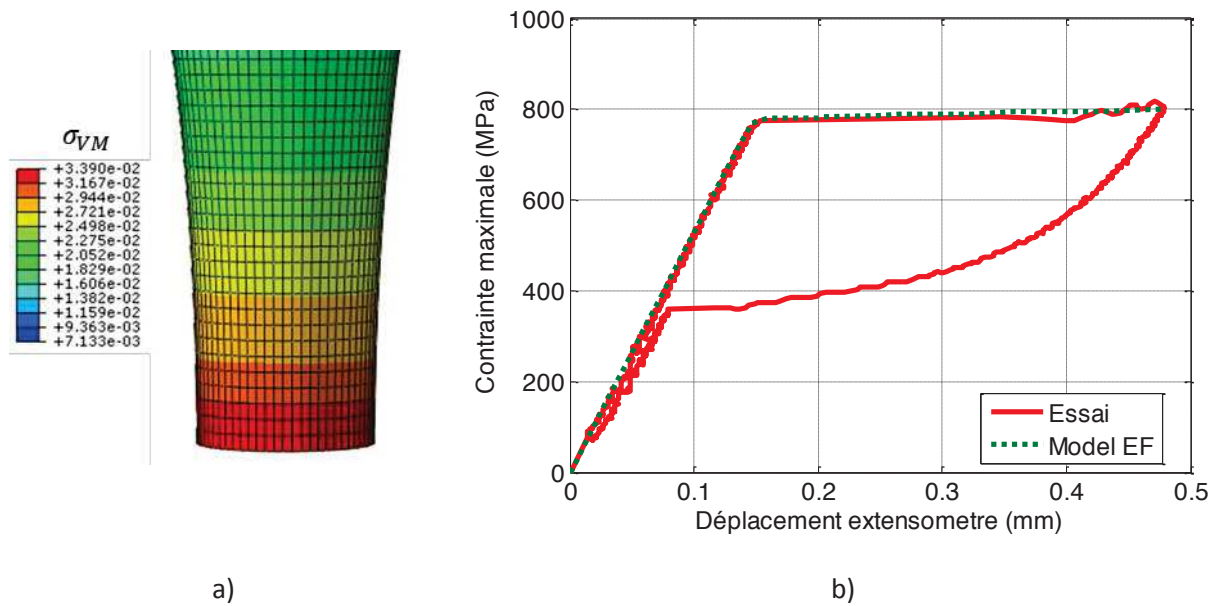


Figure II.3.4 : a) Modélisation EF de l'éprouvette, b) identification du comportement

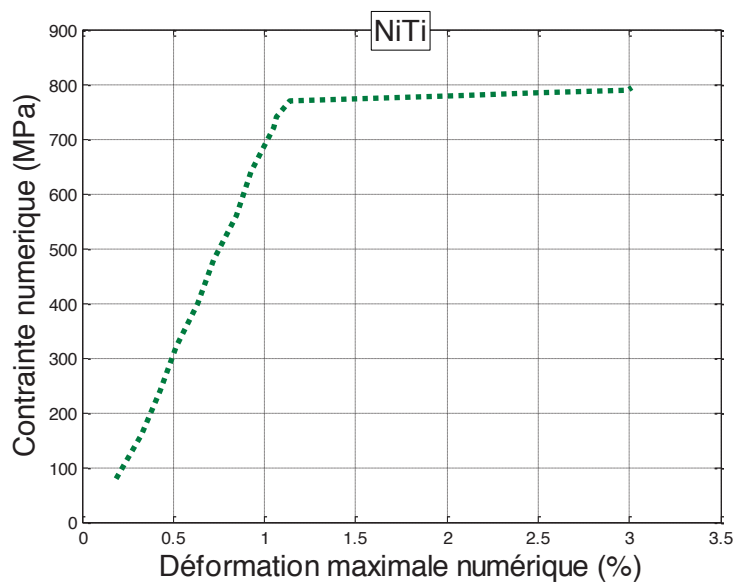


Figure II.3.5 : Courbe de comportement obtenue à partir des simulations EF

Cet essai permet d'avoir un bon ordre de grandeur de la limite de début de transformation du matériau. Pour cette éprouvette, la limite de début de transformation est de 780 MPa.

II. 3. 2. Choix de la fréquence de sollicitation

Classiquement les essais d'auto-échauffement sur des éprouvettes en acier montrent une augmentation linéaire de la température en fonction de la vitesse de sollicitation (Figure II.1.5). Nous retrouvons également ces résultats sur les fils d'acier, preuve que cet essai est bien applicable à des fils (Figure II.3.6).

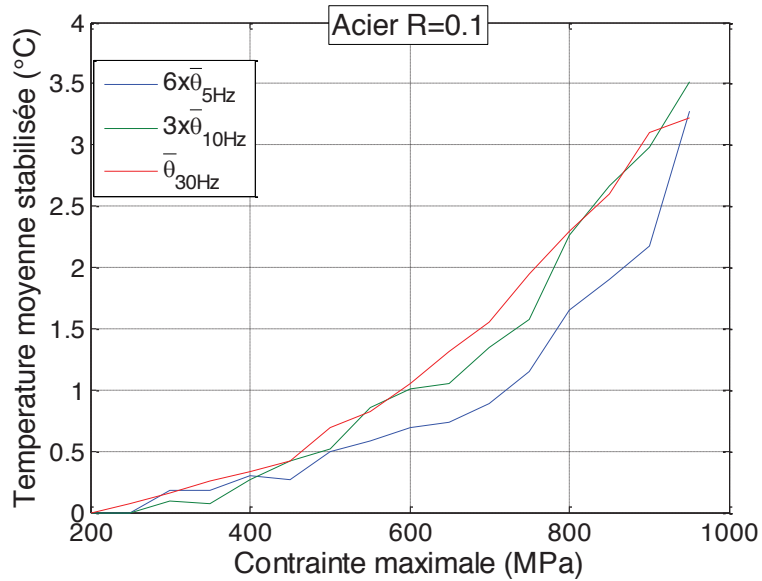


Figure II.3.6 : Influence de la fréquence d'essai sur des fils d'acier

Nous avons également réalisé ces essais sur des éprouvettes de NiTi pour valider la fréquence d'essais que nous allons utiliser pour la suite (Figure II.3.7).

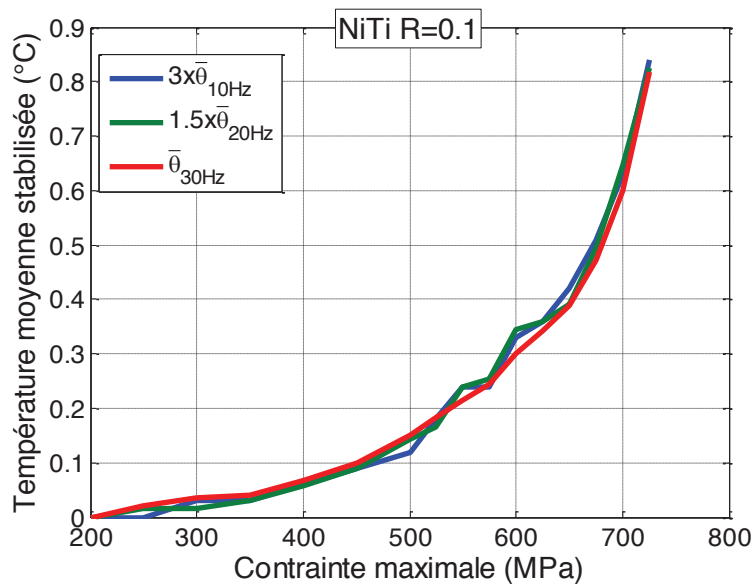


Figure II.3.7 : Influence de la fréquence d'essai sur une éprouvette diabolio NiTi de diamètre 1,5 mm

De la même manière que sur les fils lisses d'acier on observe une élévation du signal lorsque l'on augmente la fréquence de sollicitation. Cette évolution semble linéaire. En raison des faibles niveaux d'élévation de température nous avons choisi dans la suite de l'étude de travailler avec la fréquence de sollicitation la plus élevée à savoir 30 Hz.

II. 3. 3. Essais d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique

Dans cette partie, les résultats d'essais d'auto-échauffement sur éprouvettes diabolo sont décrits. Nous avons réalisé des paliers de chargement compris entre 200 MPa et 700 MPa. Par rapport aux résultats obtenus dans la section précédente, les chargements sont inférieurs à la limite de début de transformation macroscopique. La Figure II.3.8 montre l'évolution de la température en fonction du nombre de cycles au cours de 3 paliers de chargement. Pour le premier palier à 500 MPa, nous observons une élévation de température maximale de 0,08°C. Pour le second à 550 MPa l'élévation est de 0,13°C et pour le troisième à 600 MPa de 0,2°C.

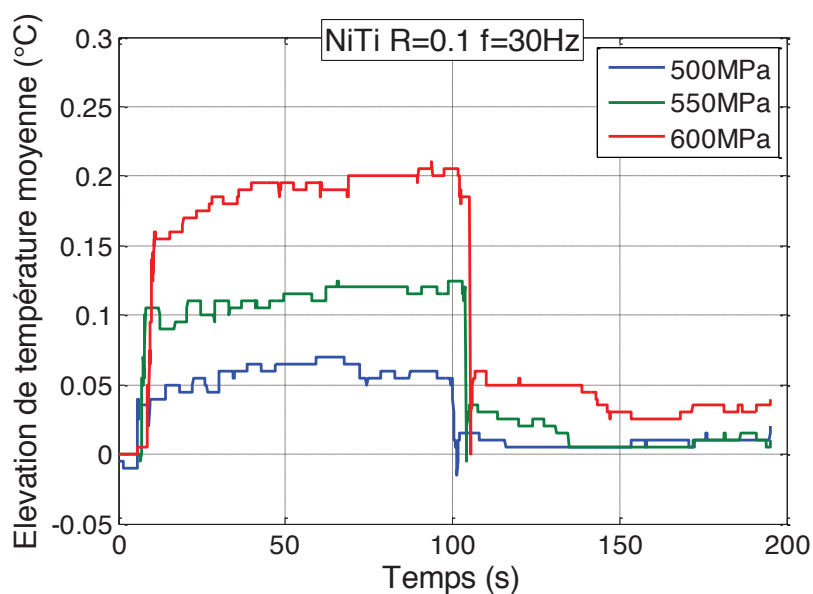


Figure II.3.8 : Élévation moyenne de la température pour trois paliers de chargement

L'élévation moyenne de température est déterminée, $\theta(t)$, et la température moyenne stabilisée, $\bar{\theta}$, est relevée pour tous les paliers de chargement. De cette manière la courbe d'auto-échauffement du matériau est obtenue (Figure II.3.10).

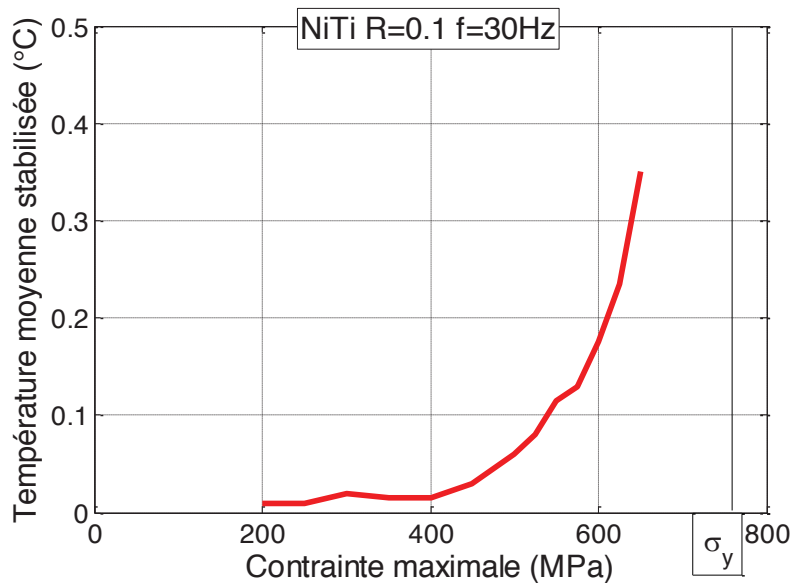


Figure II.3.9 : Courbe d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique de l'éprouvette vierge en NiTi obtenue à partir des fils de diamètre 1 mm

Sur cette courbe, il est possible de voir que pour les premiers paliers de chargement la température moyenne stabilisée est faible, puis à partir de 400 MPa son augmentation devient significative.

Nous avons réalisé ce type d'essai sur six éprouvettes différentes afin de voir si l'essai est reproductible. La Figure II.3.10 représente les courbes d'auto-échauffement obtenues sur ces six éprouvettes. On constate une assez bonne reproductibilité des courbes d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique.

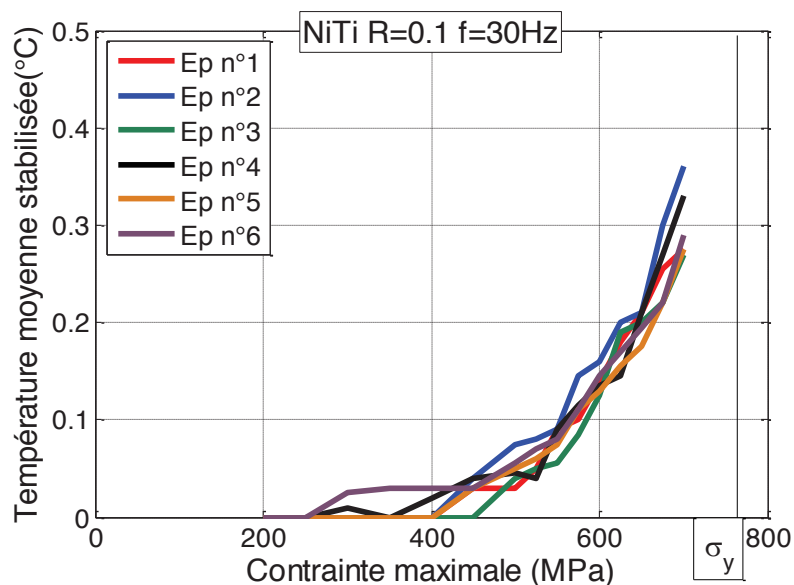


Figure II.3.10 : Courbes d'auto-échauffement pour six éprouvettes vierges obtenues à partir des fils de diamètre 1 mm

La Figure II.3.11 montre la comparaison de deux essais réalisés dans un intervalle de huit mois. Cette comparaison montre que le protocole expérimental est reproductible dans le temps

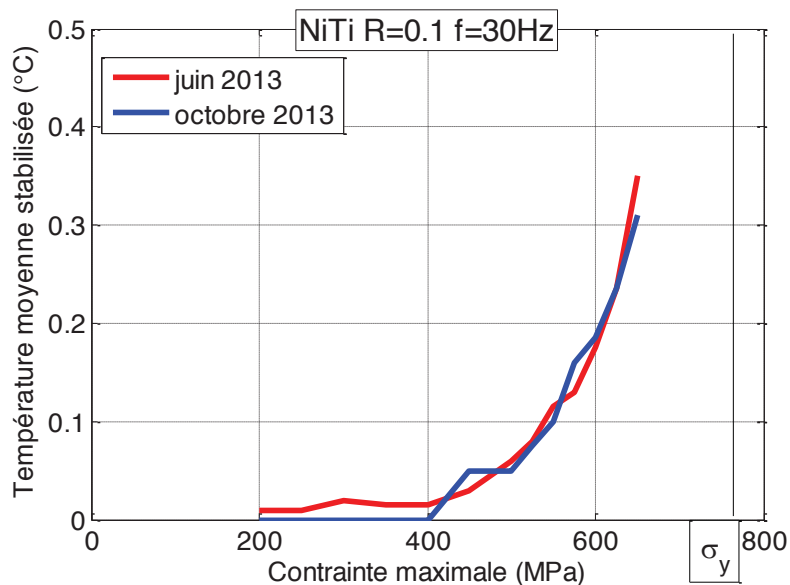


Figure II.3.11 : Courbes d'auto-échauffement obtenues en octobre et en juin

II. 3. 4. Estimation de la limite d'endurance à partir des essais d'auto-échauffement

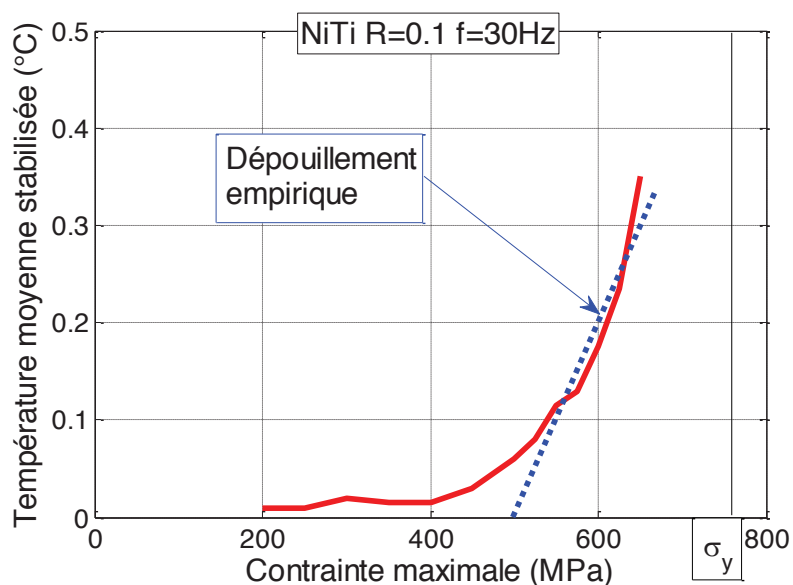


Figure II.3.12 : Dépouillement empirique de la courbe d'auto-échauffement

Nous avons ensuite appliqué le dépouillement empirique permettant d'estimer la limite d'endurance. Dans le contexte des métaux classiques, en traçant une droite passant par les derniers points de la courbe d'auto-échauffement (Figure II.3.12), on retrouve, à l'intersection de cette droite et de l'axe des abscisses, une valeur qui est proche de la limite d'endurance du matériau. Pour le cas des éprouvettes diabolo vierges obtenues à partir des fils de diamètre 1 mm, cette valeur est de 470 MPa.

Dans la suite, des essais de fatigue classiques sont réalisés. Ils permettront de connaître la validité de la limite d'endurance estimée à partir d'essais d'auto-échauffement.

II. 3. 5. Essais de fatigue classiques

Pour pouvoir valider la technique de l'auto-échauffement sous sollicitation cyclique, nous avons mis en place des essais de fatigue classiques. Pour différents niveaux de chargement compris entre 300 et 800 MPa, nous avons réalisé des essais jusqu'à rupture des éprouvettes.

Pour des raisons de temps d'essais, nous avons choisi d'arrêter les essais sur les éprouvettes une fois que nous atteignons deux millions de cycles. Les essais de fatigue ont été réalisés à la même fréquence de sollicitation que les essais d'auto-échauffement : 30 Hz. Une trentaine d'éprouvettes a été testé Les résultats obtenus sont montrés sur la Figure II.3.13. Ils représentent une dispersion assez importante. La limite d'endurance σ_D est déterminée. Elle est de 470 MPa. Cette valeur est très proche à celle estimée par l'essai d'auto-échauffement. Dans la suite, nous allons étudier les faciès de rupture des éprouvettes rompues.

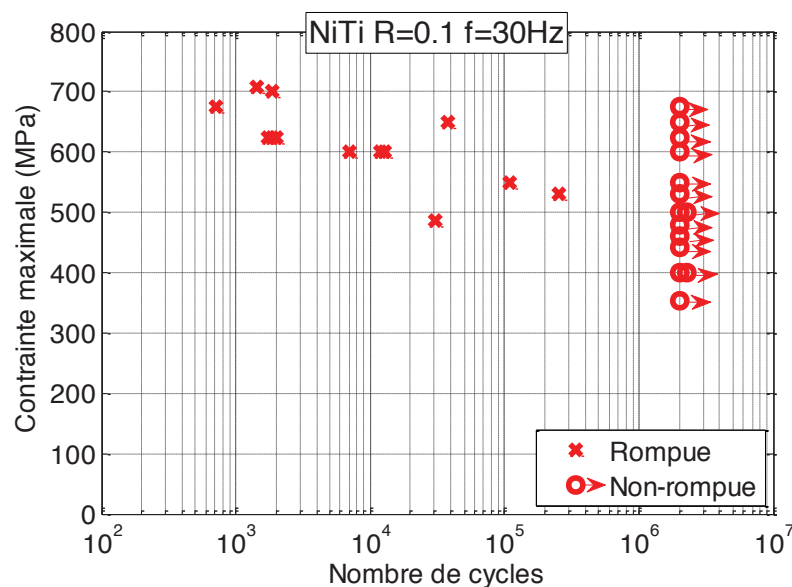
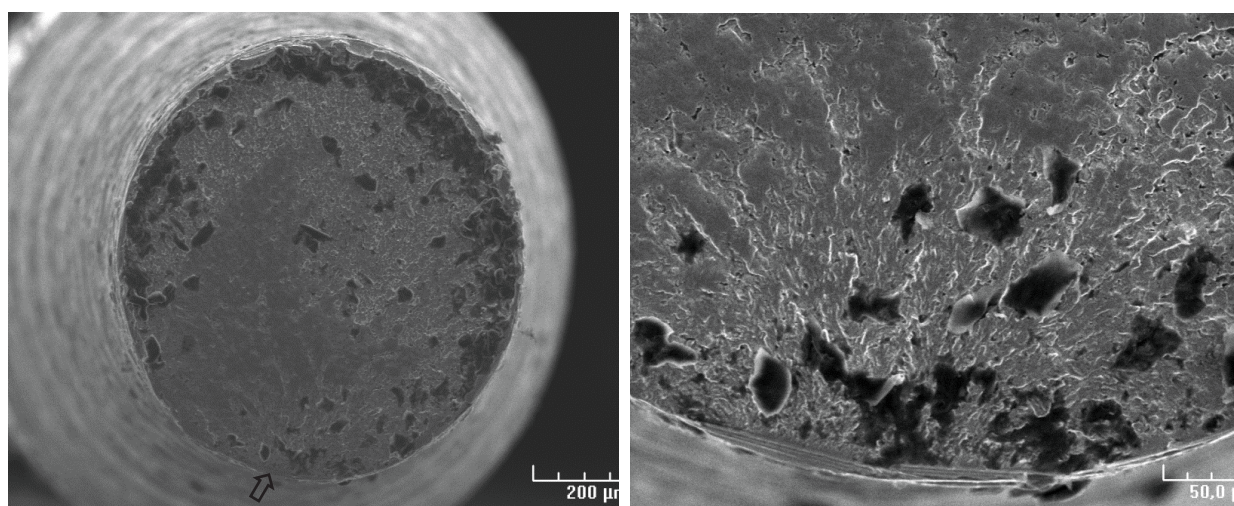


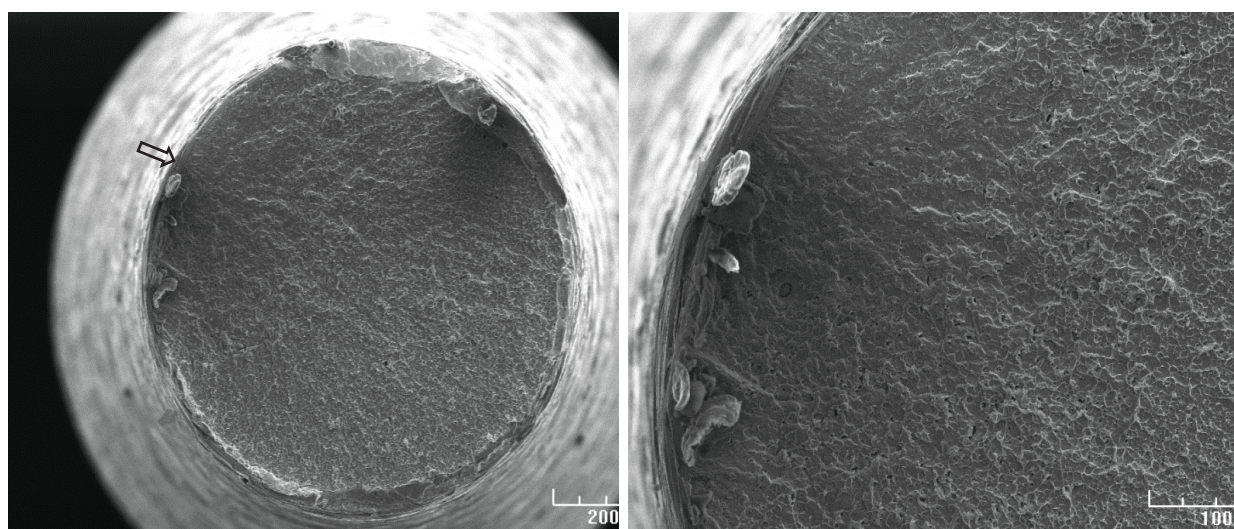
Figure II.3.13 : Courbe de fatigue classique des éprouvettes diabolo vierges obtenues à partir des fils de diamètre 1 mm

II. 3. 6. Observation des faciès de rupture

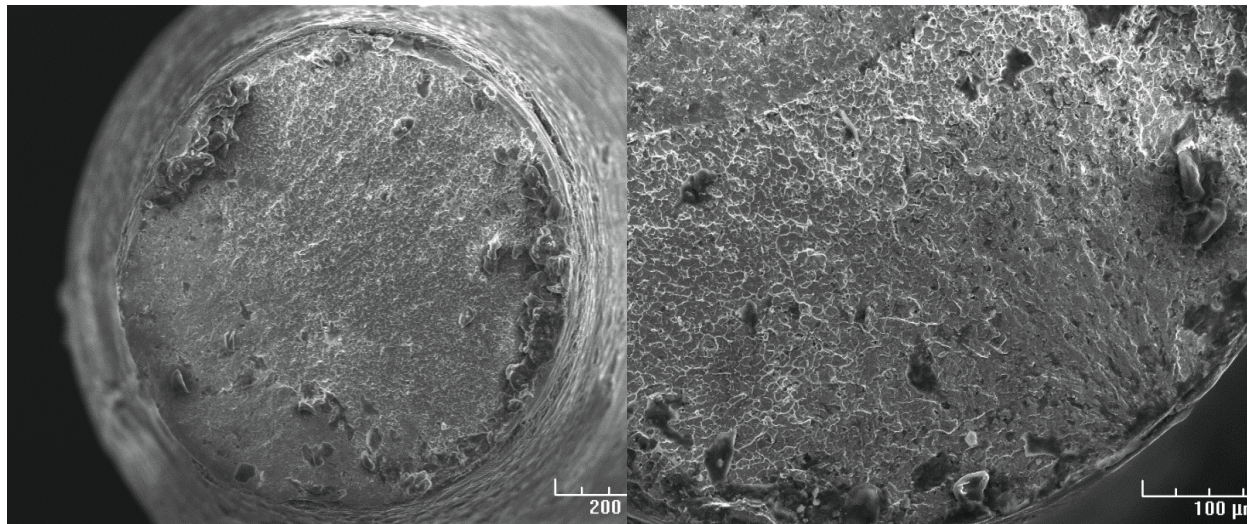
A la suite des essais de fatigue, nous avons réalisé des observations au Microscope Electronique à Balayage (MEB). Ces observations ont été réalisées à partir d'observations de la plateforme d'imagerie et de mesure en microscopie de l'Université de Bretagne Occidentale à Brest (<http://www.univ-brest.fr/plateformes-technologiques/menu/nos-plates-formes/PIMM-DRX>). A l'aide de cet équipement, les faciès de rupture de nos éprouvettes pour différents niveaux de chargements ont été analysés. Nous avons essayé de déterminer les zones d'amorçage. La Figure II.3.14 montre les faciès de rupture pour différents niveaux de chargement. L'amorçage semble se faire principalement en surface de l'éprouvette. Les analyses ne sont pas évidentes. Le caractère réversible de la transformation martensitique d'une part et la microstructure très fine du NiTi d'autre part, ne facilitent pas les interprétations. Ces observations sont en cohérence avec les résultats de la littérature (Olsen 2012).



a) Rupture à 600 MPa à 12 000 cycles



b) Rupture à 625 MPa à 1 800 cycles



c) Rupture à 710 MPa à 1 500 cycles

Figure II.3.14 : Observations sous MEB des faciès de rupture

Dans la suite, nous allons étudier l'effet de différents états du matériau en faisant varier le diamètre des fils. Nous allons également étudier l'effet d'un traitement de surface tel que l'électropolissage. Ce traitement est appliqué sur les instruments après la phase de meulage. L'effet de la stérilisation réalisée par les praticiens est également étudié. Pour ce faire, nous utilisons principalement les essais d'auto-échauffement. Des essais de fatigue classiques sont réalisés. Ils permettent également de procéder à une validation.

II.4. Etude de différents diamètres de fils

Des fils de diamètres différents sont employés comme base d'instruments endodontiques. C'est la raison pour laquelle nous avons étudié des fils de diamètres différents. Nous avons donc considéré un autre diamètre de fil avec une caractérisation complète. Il s'agit des fils de diamètre 1,2 mm. La Figure II.4.1 montre les géométries de ces éprouvettes. Dans cette partie uniquement des éprouvettes vierges sont utilisées.

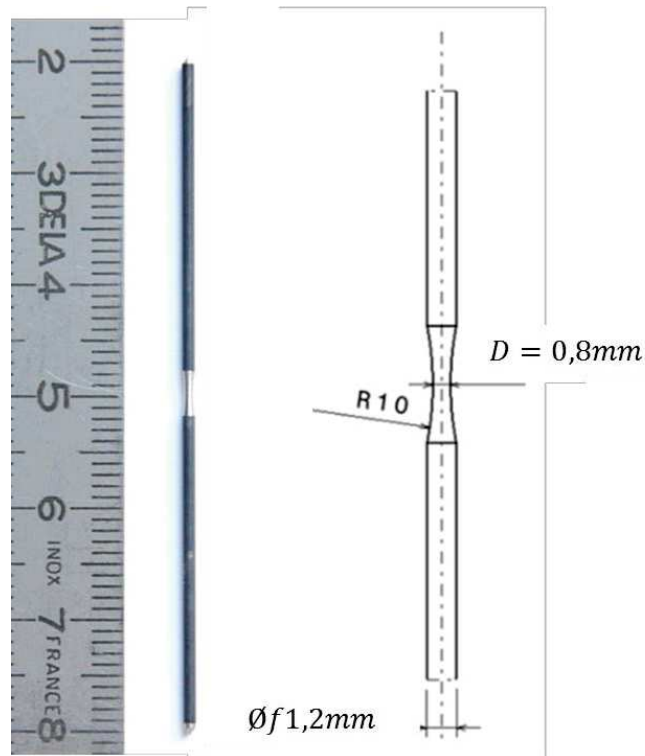


Figure II.4.1 : Géométrie des éprouvettes diablo pour des fils de diamètre 1,2 mm

II. 4. 1. Caractérisation du matériau

Nous avons réalisé des analyses DSC sur ces éprouvettes afin de déterminer les différentes températures de transformation. Les vitesses de chauffage et de refroidissement sont de $\pm 10^\circ\text{C}/\text{min}$. Durant le cycle thermique réalisé, la température minimale atteinte n'est peut être pas assez basse. Il est donc difficile de conclure sur toutes les températures de transformation. La Figure II.4.2 montre le résultat de ces mesures.

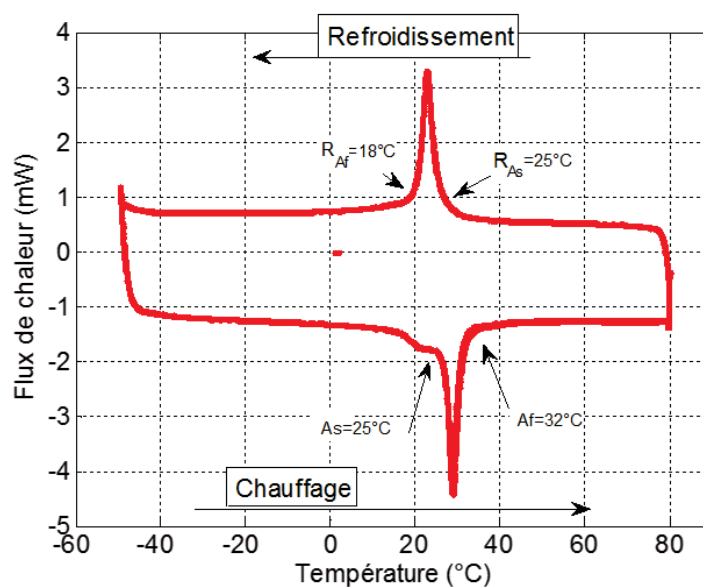


Figure II.4.2 : Analyses DSC de l'éprouvette diablo vierge obtenue à partir de fil de

diamètre 1,2 mm

Refroidissement	R_{As}	R_{Af}	M_s	M_f
Température	25°C	18°C	?	?
Chauffage	R_{Ms}	R_{Mf}	A_f	A_s
Température	?	?	32°C	25°C

Tableau II.4.1 : Températures de transformation de l'éprouvette vierge obtenue à partir de fil de diamètre 1,2 mm

L'analyse réalisée permet de confirmer que le matériau est bien dans un état austénitique à la température ambiante.

Sur ces éprouvettes, nous avons réalisé un essai de traction. La Figure II.4.3 montre l'évolution de la contrainte en fonction de l'allongement de la zone centrale expliquée dans la section II.3.1. Notre objectif est d'identifier la contrainte du début de transformation. Les calculs éléments finis de la section II.3.1 ont montrés que nous n'avons pas un grand effet de structure au niveau des éprouvettes considérées. Les calculs de la déformation locale au niveau de l'entaille ne nous intéressent pas. Cette limite est identifiée à 660 MPa.

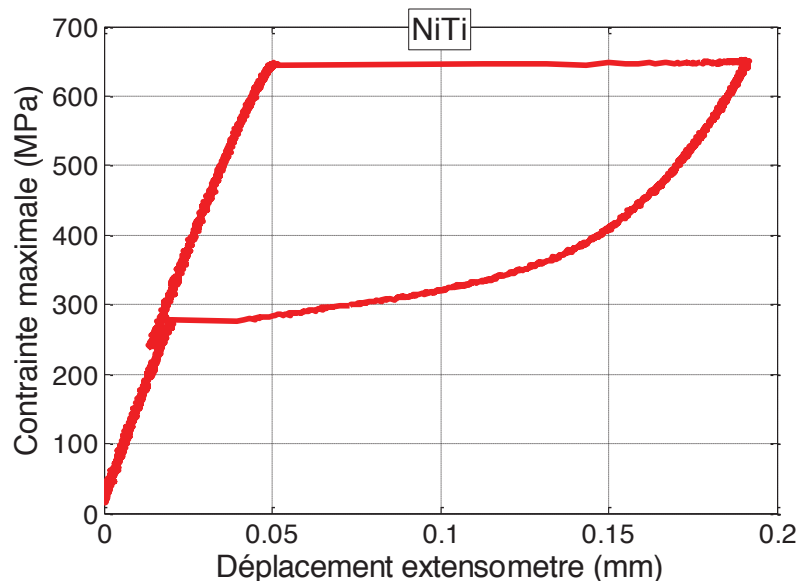


Figure II.4.3 : Courbe de contrainte en fonction de l'allongement de la zone centrale de l'éprouvette

II. 4. 2. Essais d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique

Nous avons ensuite réalisé des essais d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique à des niveaux de chargement inférieurs à la limite de début de transformation macroscopique de 660MPa.

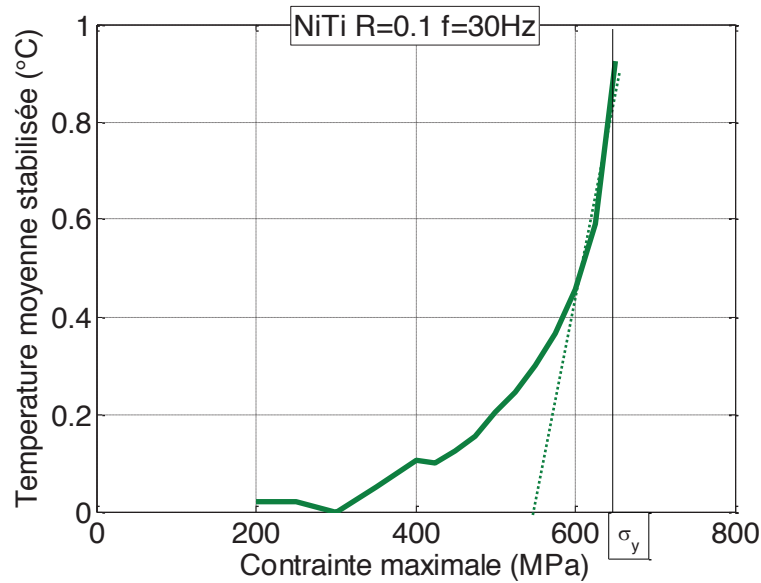


Figure II.4.4 : Courbe d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique de l'éprouvette vierge en NiTi obtenue à partir des fils de diamètre 1,2 mm

Sur la Figure II.4.4, on peut voir que jusqu'à 400 MPa, l'élévation de température est très faible ($<0,1^{\circ}\text{C}$) et qu'ensuite elle devient plus importante pour atteindre $0,9^{\circ}\text{C}$ à 650 MPa. Le dépouillement empirique sur ce fil nous donnerait une limite d'endurance de 550 MPa. Pour valider ce résultat, nous avons réalisé des essais de fatigue classiques sur ces éprouvettes.

II. 4. 3. Essais de fatigue classiques

Sur la Figure II.4.5, on peut voir les premiers résultats de cette campagne d'essais. L'observation faite à l'aide de l'auto-échauffement est confirmée. La limite d'endurance pour les éprouvettes diabolo de 1,2 mm de diamètre est plus élevée que pour les fils de diamètre 1 mm et vaut 580 MPa.

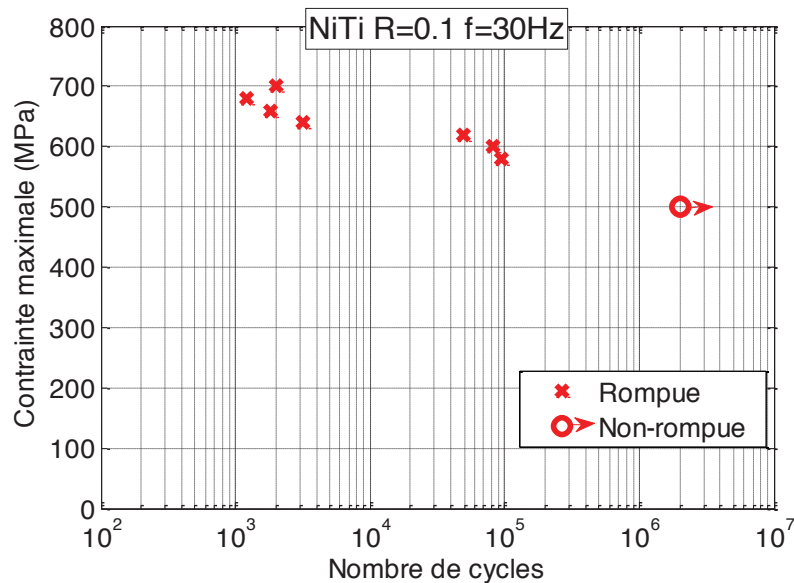


Figure II.4.5 : Courbe de fatigue classique des éprouvettes diabolo vierges obtenues à partir des fils de diamètre 1,2 mm

L'auto-échauffement sous sollicitation cyclique nous a permis encore une fois de faire une bonne estimation de la limite d'endurance du matériau. Il est important d'insister sur le fait que l'auto-échauffement nous a permis de différencier les deux lots de matériau tant du point de vue qualitatif que quantitatif. Ceci est très encourageant pour la suite de l'étude.

II.5. Etude d'un traitement de surface : l'électropolissage sur éprouvette diabolo de diamètre de fil 1 mm

Dans cette partie, nous allons nous intéresser à l'étude d'un traitement d'électropolissage sur les propriétés en fatigue des éprouvettes de forme diabolo. Ce traitement est réalisé systématiquement sur les instruments afin d'arrondir les arrêtes de coupe et ainsi réduire les problèmes de vissage lors de la préparation canalaire. Il était important de connaître l'impact de ce traitement sur les propriétés du matériau en fatigue. La géométrie de ces éprouvettes, à l'électropolissage près, est similaire à celle montrée sur la Figure II-16.

II. 5. 1. Caractérisation du matériau de l'étude

Sur ces éprouvettes, nous avons commencé par réaliser un essai de traction afin de voir si l'électropolissage avait un impact sur la réponse mécanique de l'éprouvette. Sur la Figure II.5.1, on remarque que la limite de début de transformation est légèrement inférieure pour les éprouvettes électropolies. La limite de début de transformation est ici de 750 MPa.

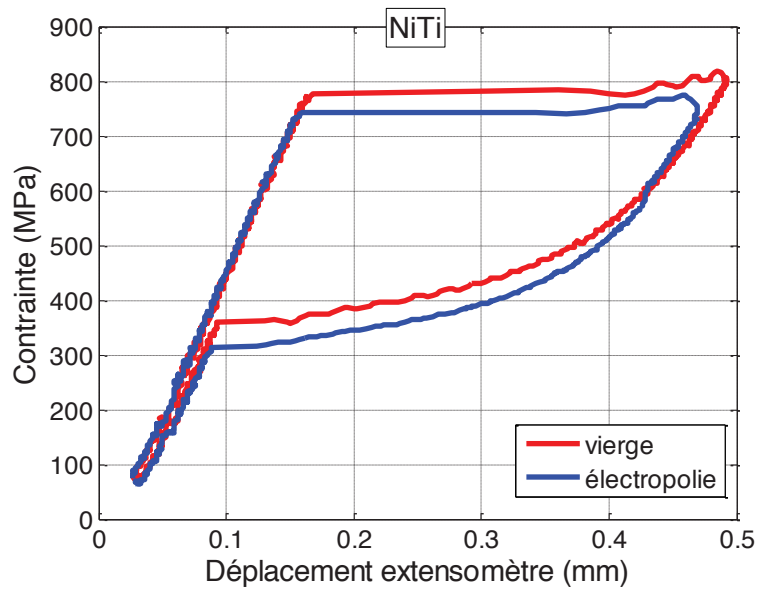


Figure II.5.1 : Courbes de contrainte en fonction de l'allongement de la zone centrale de l'éprouvette pour des éprouvettes vierge et électroplie obtenues à partir des fils de diamètre 1 mm

II. 5. 2. Essais d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique

Nous avons réalisé des essais d'auto-échauffement sur des éprouvettes électroplées afin de pouvoir étudier l'influence de ce traitement. La Figure II.5.2 montre l'élévation de la température au cours de 4 paliers de chargement. Pour le premier palier à 550 MPa on observe une augmentation de température de 0,08°C. Pour le palier à 600 MPa l'augmentation est de 0,11°C, pour le palier à 650 MPa de 0,18°C et pour le dernier palier à 700 MPa elle est de 0,33 °C.

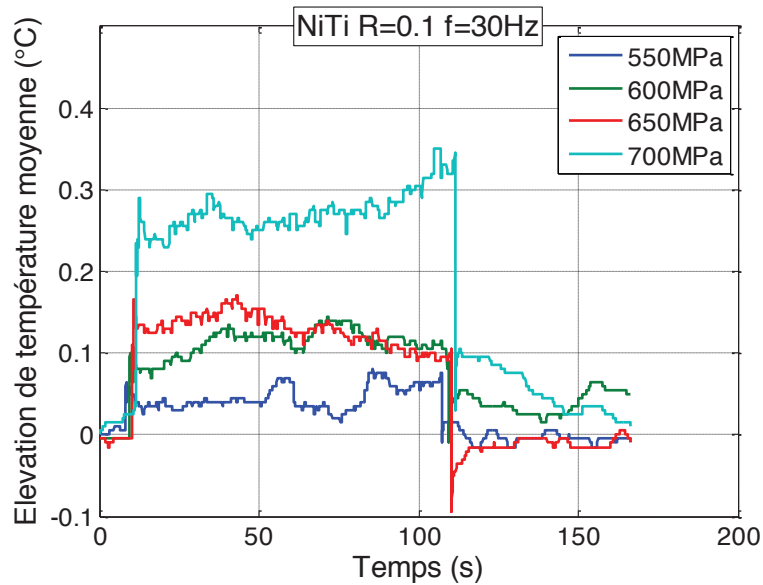


Figure II.5.2 : Elévation moyenne de la température pour trois paliers de chargement sur éprouvette électropolie

Cette élévation de température est mesurée pour tous les paliers de chargement et est ensuite reportée sur la courbe d'auto échauffement (Figure II.5.3). Dans l'objectif de connaître l'impact de l'électropolissage, la courbe d'AE obtenue a été comparée à celle obtenue à partir d'une éprouvette vierge. On remarque que pour les premiers paliers de chargement (<400MPa) il n'y a pas de différence sur la réponse. En revanche pour les autres paliers à même niveau de chargement, les éprouvettes électropolies s'auto-échauffent moins. Ce qui décale la courbe vers la droite. En utilisant le même dépouillement empirique que pour les éprouvettes vierges, on obtient une limite d'endurance. Elle est supérieure à celle obtenue à partir des éprouvettes vierges. A partir de ces observations, on peut prévoir que la limite d'endurance des éprouvettes électropolies doit être supérieure à celle des éprouvettes non électropolies.

Pour valider ce résultat, nous avons choisi de réaliser des essais de fatigue classiques sur ces éprouvettes.

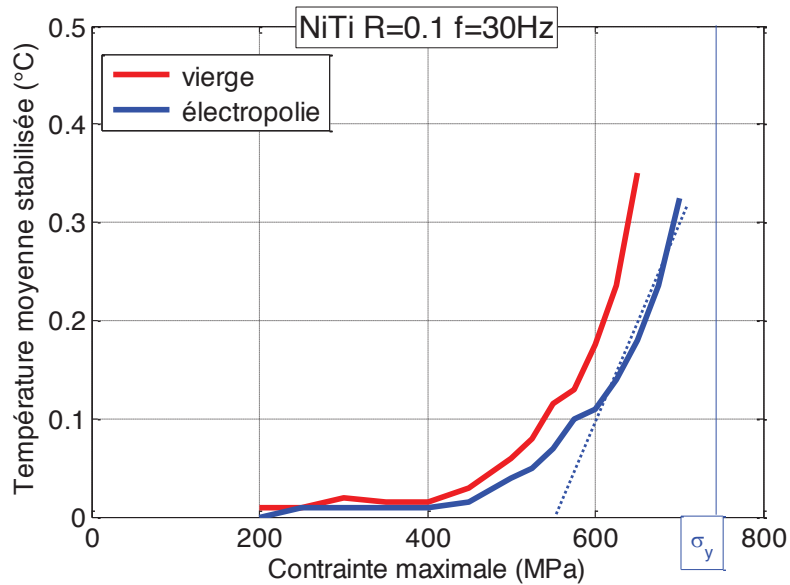


Figure II.5.3 : Courbe d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique : comparaison entre une éprouvette vierge et une éprouvette électropolie

On peut mettre en place le dépouillement empirique des essais d'auto-échauffement afin de déterminer la limite d'endurance. Dans ce cas la limite d'endurance serait de 580 MPa. Nous allons pouvoir comparer ce résultat avec des essais de fatigue classiques.

II. 5. 3. Essais de fatigue classiques

Des essais de fatigue pour différents niveaux de chargements compris entre 400MPa et 720 MPa ont été réalisés. Pour chaque niveau de chargement, les essais ont été conduits jusqu'à la rupture ou jusqu'à deux millions de cycles. La Figure II.5.4, montre la comparaison entre les résultats des éprouvettes électropolies, et ceux des éprouvettes vierges. Il est possible de remarquer que la limite d'endurance est améliorée avec l'électropolissage. Cette limite passe d'environ 470 MPa à 670 MPa.

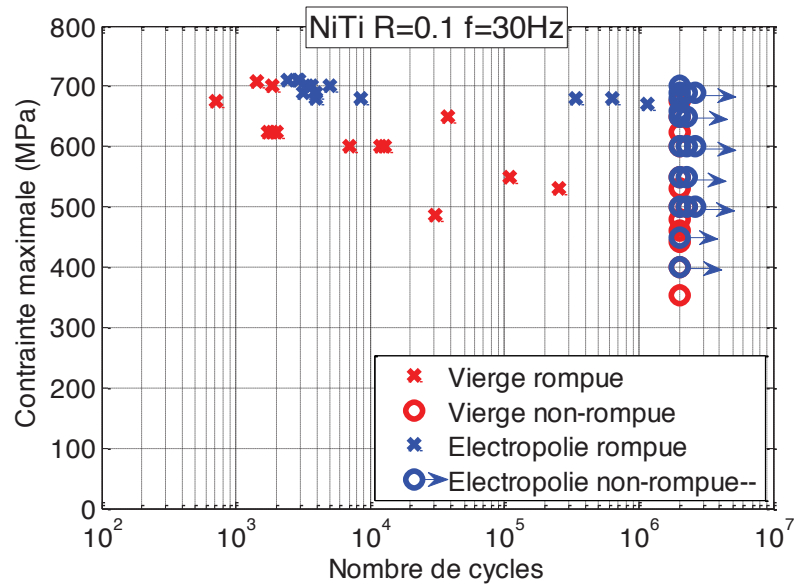
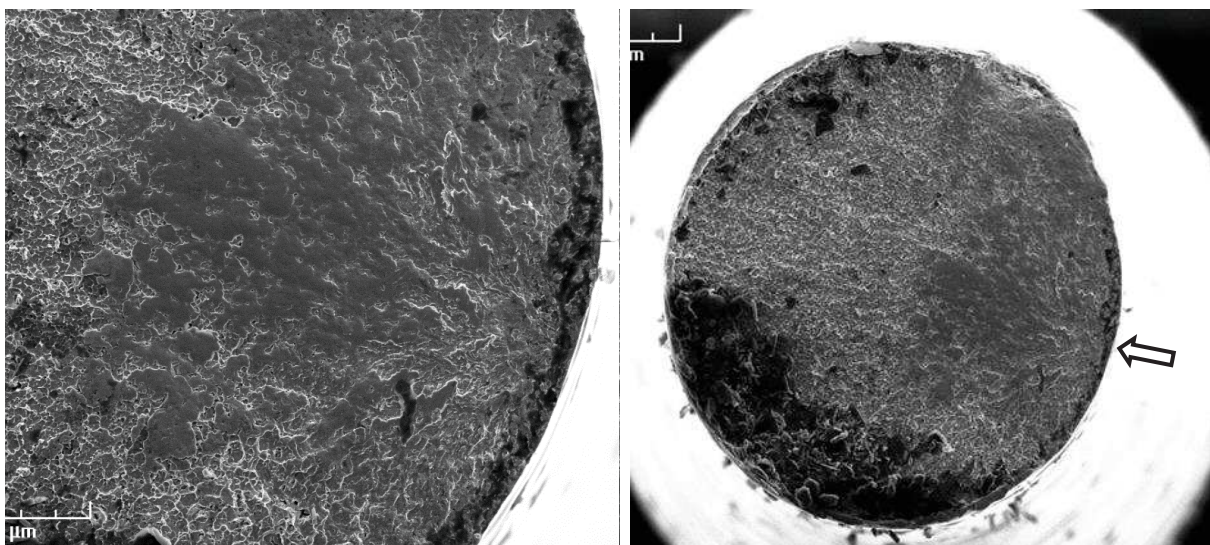
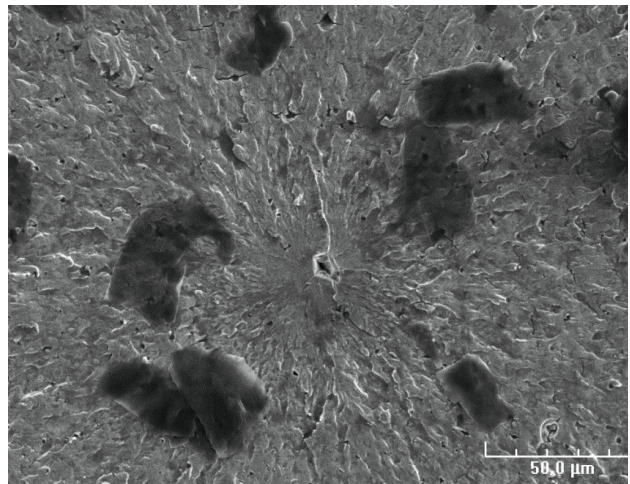
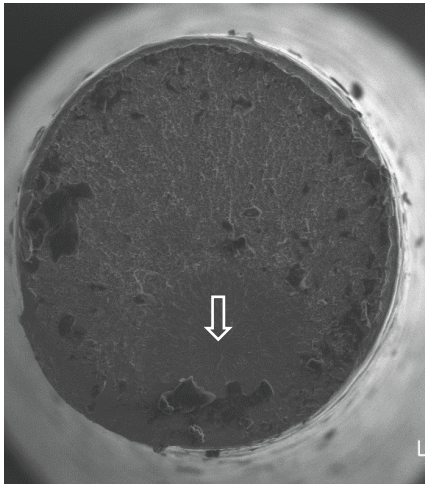


Figure II.5.4 : Courbe de fatigue classique des éprouvettes électropolies obtenues à partir des fils de diamètre 1 mm

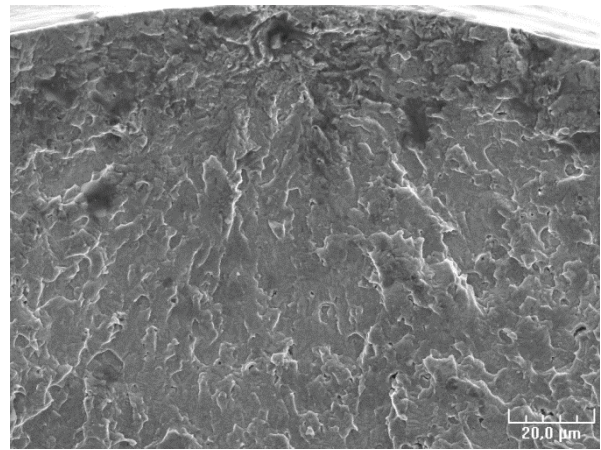
Nous remarquons que très peu d'éprouvette ont rompus entre 10 000 et 100 000 cycles. Il existe une grande dispersion au niveau des nombres de cycles à la rupture pour le niveau de chargement de 680 MPa, dans le cas des éprouvettes électropolies. La différence entre les propriétés en fatigue des éprouvettes vierges et des éprouvettes électropolies est évidente. Les résultats d'AE vont également dans ce sens. Dans le cas des éprouvettes électropolies une légère différence existe entre la limite d'endurance identifiée par les essais de fatigue classique et par l'AE. Il est évident qu'une amélioration sur la limite d'endurance est constatée après un traitement d'électropolissage. L'électropolissage semble réduire les défauts de surface. Ces défauts sont les principales zones d'amorçages des fissures. Les micrographies de la Figure II.5.5 confirment cette conclusion. A part le cas de la Figure II.5.5b, tous les autres amorçages ont eu lieu en surface. Ces défauts de surface sont induits par le procédé de meulage.



a) Rupture à 680 MPa à 330 000 cycles



b) Rupture à 680 MPa à 610 000 cycles



c) Rupture à 710 MPa à 2 500 cycles

Figure II.5.5 : Micrographies obtenues à partir de la microscopie électronique à balayage des faciès de rupture pour les éprouvettes électropolies

Les résultats obtenus montrent que l'électropolissage a un impact significatif sur les propriétés en fatigue des éprouvettes. De plus l'auto-échauffement permet de capter cette différence. Dans la suite, nous allons exploiter la rapidité de la technique de l'auto-échauffement pour étudier l'effet du temps d'électropolissage sur les propriétés en fatigue du matériau.

II.6. Etude de l'influence du temps d'électropolissage

Du fait de l'impact de ce traitement sur les propriétés en fatigue, il est important d'approfondir la réflexion. De plus, l'auto-échauffement nous permet de rendre compte de l'effet de ce traitement. Nous avons fait évoluer le temps d'électropolissage et nous avons utilisé l'AE pour connaître l'impact de ce paramètre. L'effet du temps d'électropolissage a été étudié pour deux diamètres de fils différents.

Dans un premier temps, des éprouvettes obtenues à partir des fils de diamètre 1mm avec deux temps d'électropolissage ont été considérés : 60s et 180s. Le temps de 60s est le temps généralement employé dans le contexte des instruments chez Micro-Mega. La Figure II.6.1 montre une comparaison entre trois courbes d'auto-échauffement obtenues à partir d'éprouvettes vierge, électropolie pendant 60s et électropolie pendant 180s. Nous constatons qu'une amélioration des propriétés en fatigue est obtenue par l'électropolissage. Mais le temps d'électropolissage semble ne pas introduire une différence notable (dans la plage considérée).

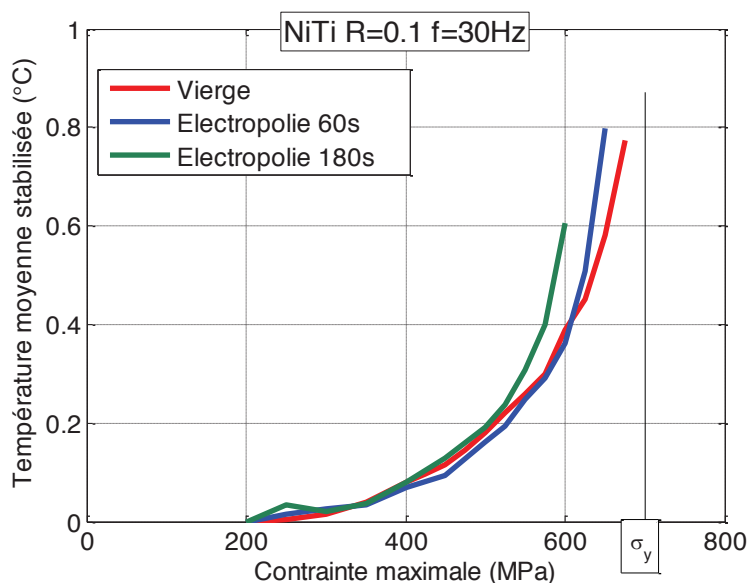


Figure II.6.1 : Influence du temps d'électropolissage sur les éprouvettes obtenues à partir des fils de diamètre 1 mm

Afin de déterminer la limite d'endurance nous appliquons le dépouillement empirique. L'auto-échauffement nous donne une limite d'endurance de 550 MPa que nous allons pouvoir comparer avec des essais de fatigue classique.

Pour confirmer cette tendance, des essais de fatigue classiques ont été réalisés sur des éprouvettes électropolies pendant 180 s. La Figure II.6.2 montre les résultats de fatigue obtenus. Ces résultats permettent de confirmer cette tendance.

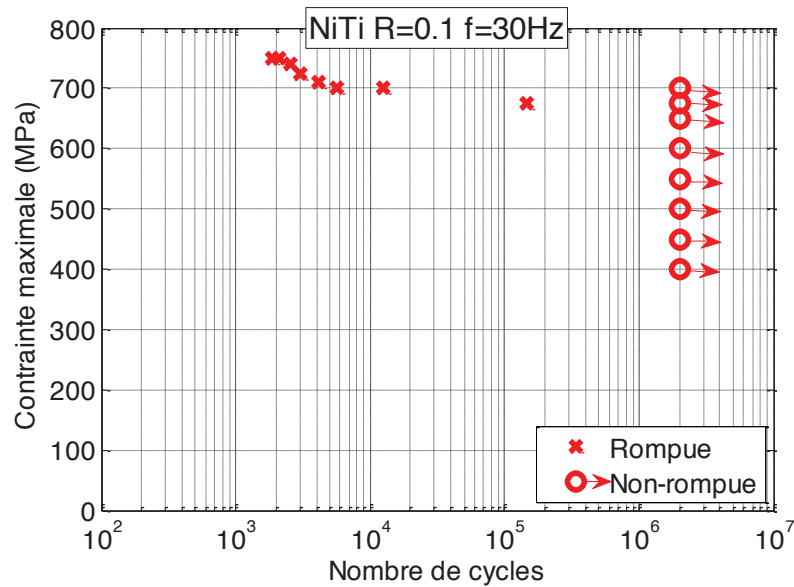


Figure II.6.2 : Courbe de fatigue pour un électropolissage de 180 s sur les fils de diamètre 1 mm

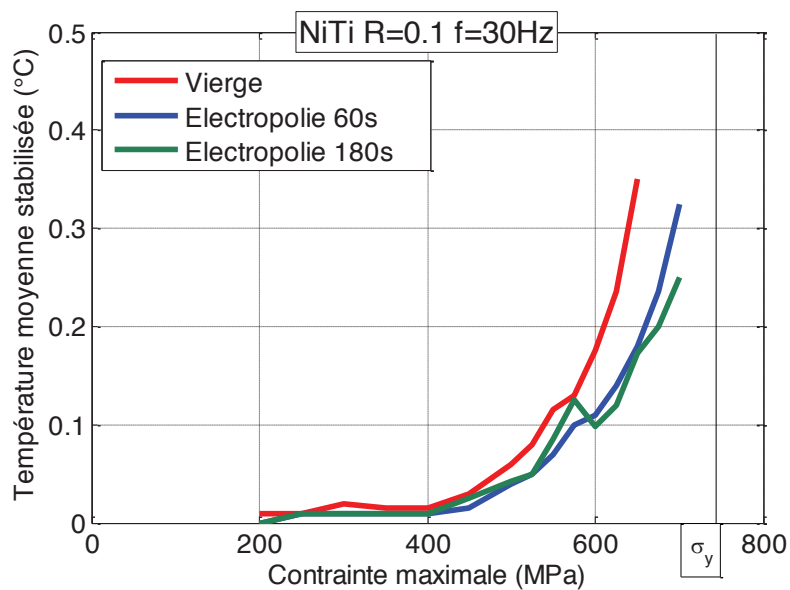


Figure II.6.3 : Auto-échauffement sur éprouvette de diamètre 1,2 mm

Dans la suite, l'effet de l'électropolissage a été étudié pour d'autres diamètres de fils : 1,2 mm et 1,5 mm. Pour sa rapidité la technique d'AE a été utilisée.

La Figure II.6.3 montre les résultats obtenus. Il n'existe pas de différence notable. Il est donc plus difficile de conclure sur l'influence de l'électropolissage dans le cas de ces éprouvettes. En effet, le volume sollicité, est plus important et semble masquer l'influence du traitement de surface sur la dissipation de l'éprouvette mesurée pendant l'essai d'AE.

Nous nous sommes également intéressés à un diamètre de fil encore plus important. Nous avons travaillé sur des éprouvettes obtenues à partir de fils de diamètre 1,5 mm et réalisé des essais d'auto-échauffement pour trois temps d'électropolissage différents.

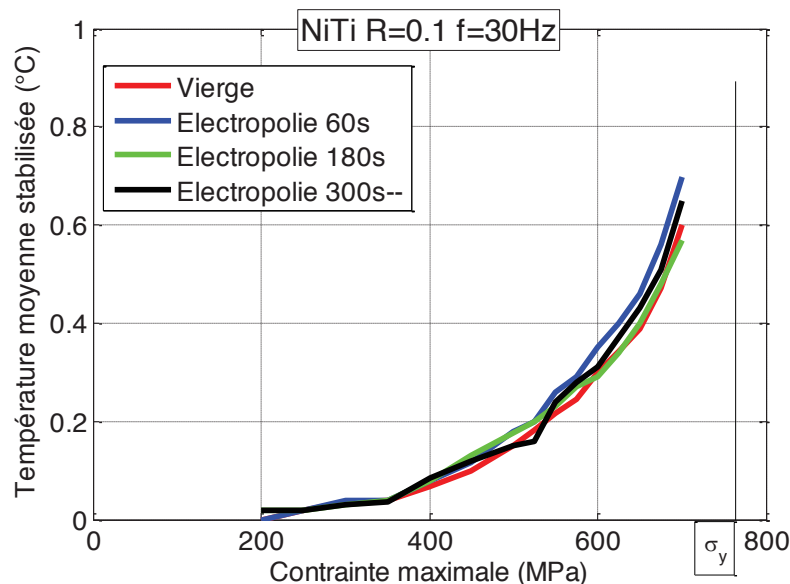


Figure II.6.4 : Auto-échauffement sur éprouvette de diamètre 1,5 mm

La Figure II.6.4 montre les courbes d'auto-échauffement pour trois temps d'électropolissage 60 s, 180 s et 300 s. Il n'y a pas de différence notable. On voit clairement que l'auto-échauffement comme sur le diamètre précédent ne nous permet pas de conclure l'effet du temps d'électropolissage. La raison se situe au niveau du volume considéré et de la taille des défauts de surface.

II.7. Etude d'un traitement de stérilisation

Nous allons nous intéresser ici à l'influence d'un traitement de stérilisation. Ce traitement est une des étapes du procédé de fabrication et peut être réalisé plusieurs fois sur certains instruments. Il est donc intéressant d'étudier l'influence de ce paramètre sur les propriétés en fatigue.

La stérilisation se décompose en plusieurs étapes :

- une pré-désinfection : les éprouvettes sont traitées avec une solution détergente / désinfectante
- un rinçage à l'eau déminéralisée,
- un nettoyage à l'aide d'une solution détergente / désinfectante
- un rinçage à l'eau déminéralisée,
- un séchage : les instruments sont séchés par de l'air comprimé.

II. 7. 1. Matériau de l'étude

Nous avons utilisé les mêmes éprouvettes que les éprouvettes diabolo de diamètre de fil 1,2mm avec en plus le traitement de stérilisation. Nous avons commencé par réaliser un essai de traction afin de déterminer la limite de début de transformation.

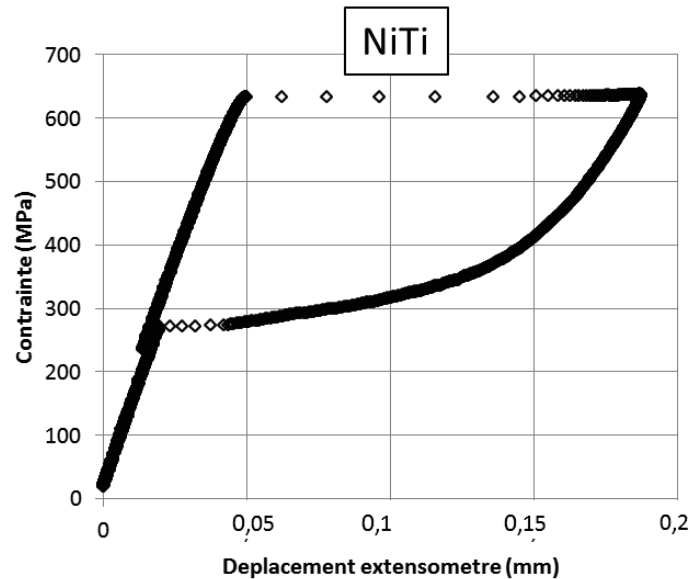


Figure II.7.1 : Courbe de contrainte en fonction de l'allongement de la zone centrale de l'éprouvette pour éprouvette ayant subi la stérilisation sur des fils de diamètre 1 mm

Sur la Figure II.7.1, on peut voir que la limite de début de transformation est de 640 MPa. Ce résultat est très proche de celui obtenu sur les éprouvettes vierges. Le traitement de stérilisation n'a donc pas d'influence sur le comportement des éprouvettes.

II. 7. 2. Auto-échauffement sous sollicitation cyclique

Nous avons ensuite réalisé des essais d'auto-échauffement sur ces éprouvettes. Comme on peut le voir sur la Figure II.7.2, le traitement de stérilisation n'a pas d'influence sur les courbes d'auto-échauffement. Ce résultat nous permet de dire que la stérilisation ne devrait pas avoir d'impact sur les propriétés en fatigue des éprouvettes.

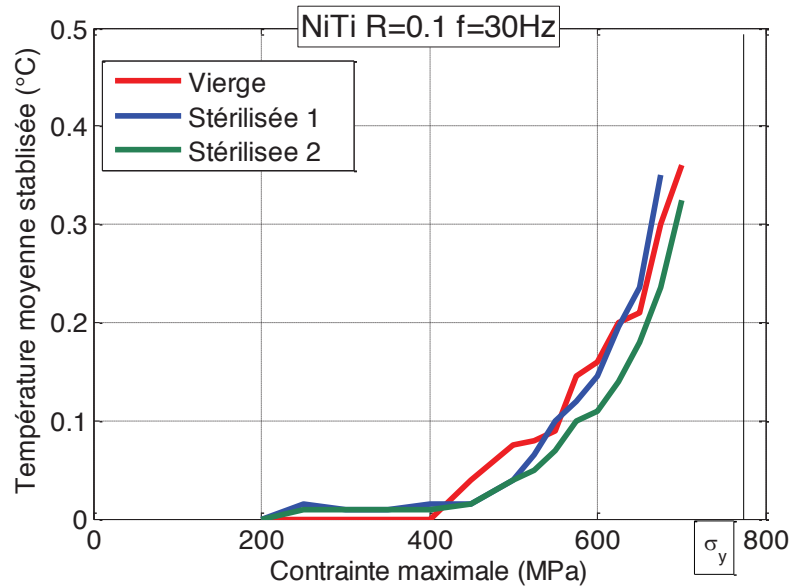


Figure II.7.2 : Comparaison des courbes d'auto-échauffement pour des éprouvettes stérilisées

En appliquant notre dépouillement empirique on obtient une limite d'endurance de 520 MPa. Nous allons également réaliser des essais de fatigue classiques pour valider le fait que la stérilisation ne modifie pas les propriétés en fatigue de l'éprouvette.

II. 7. 3. Essais de fatigue classiques

Sur la Figure II.7.3, on peut voir les résultats des essais de fatigue classiques. Sur cette courbe, la limite d'endurance pour ces éprouvettes est de 500 MPa. Cette valeur est très proche de celle obtenue sur les éprouvettes vierges. On peut donc dire que le traitement de stérilisation n'a pas d'impact sur la tenue en fatigue des éprouvettes.

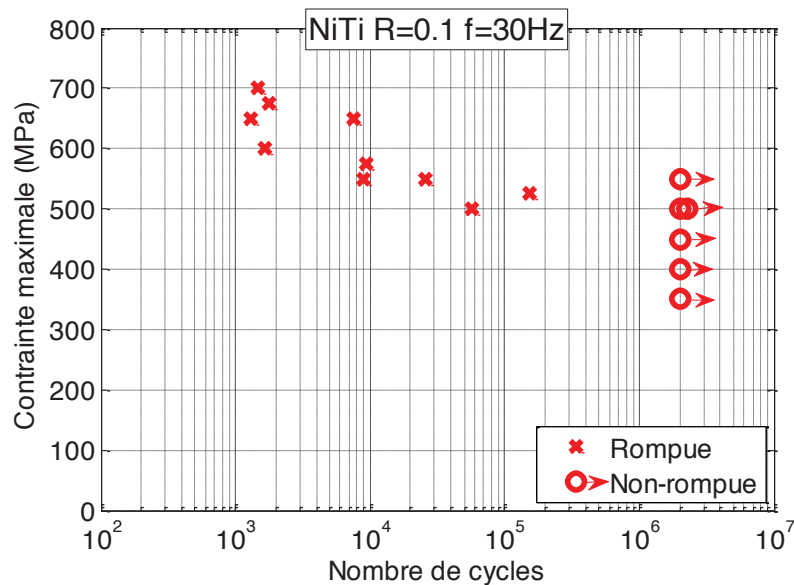


Figure II.7.3 : Courbe de fatigue sur éprouvette diablo avec un traitement de stérilisation

On remarque également que la limite d'endurance obtenue à l'aide des essais de fatigue est très proche de celle obtenue par les essais d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique.

II.8. Bilan

Dans un premier temps nous avons montré la mise au point des essais d'auto-échauffement. Nous sommes partis d'éprouvettes filaires, mais nous avons rapidement observé des problèmes de localisation dans les mors et nous sommes passés aux essais sur éprouvettes diablo.

Nous avons commencé par réaliser les essais d'auto-échauffement sur des éprouvettes vierges. Un dépouillement empirique des essais d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique nous permet d'obtenir la limite d'endurance de l'éprouvette. Cette limite d'endurance est comparée avec une limite d'endurance obtenue de manière classique à l'aide d'essais de fatigue. Les deux méthodes nous donnent les mêmes résultats. L'avantage de la première méthode est de ne nécessiter qu'une heure d'essai contre environ 150 heures pour la deuxième.

Nous avons donc décidé d'appliquer la méthode rapide sur d'autres éprouvettes afin d'étudier l'influence d'un électropolissage, du taux de tréfilage ou d'une stérilisation sur les propriétés en fatigue.

Eprouvette	Limite d'endurance par auto-échauffement	Limite d'endurance par fatigue classique	Ecart
Vierge diamètre de fil 1 mm	470 MPa	470 MPa	0%
Vierge diamètre de fil 1,2 mm	550 MPa	580 MPa	5%
Electropolie 60 s diamètre 1 mm	580 MPa	660 MPa	12%
Electropolie 180 s diamètre 1 mm	550 MPa	670 MPa	18%
Vierge diamètre de fil 1,5 mm	520 MPa		
Stérilisation diamètre 1 mm	520 MPa	500 MPa	4%

Tableau II.8.1 : Comparaison des limites d'endurance obtenues à l'aide des deux méthodes

Le Tableau II.8.1 nous permet de comparer les différentes limites d'endurances obtenues. L'auto échauffement nous permet d'avoir un bon ordre d'idée de la limite d'endurance pour les différents paramètres que l'on souhaite étudier. On observe des différences significatives entre les différents paramètres qui nous permettent de conclure sur l'amélioration ou non des propriétés en fatigue. Ainsi, on a pu observer que les propriétés en fatigue étaient améliorées à la suite d'un électropolissage, que la stérilisation n'avait pas influence sur l'auto-échauffement. La méthode de l'auto-échauffement sous sollicitation cyclique a également été mise en place sur des éprouvettes diabolos de CuAlBe (Annexe A). De la même manière la méthode a également été mise en place pour l'étude d'un traitement thermique (Annexe B). Ce traitement thermique permet de se rapprocher des comportements des instruments M-wire vus dans la section I. 2. 4. 2. Cependant le comportement du matériaux est radicalement modifié et le cadre de la fatigue à grand nombre de cycle n'est plus tout à fait respecté.

Néanmoins, le dépouillement empirique réalisé nous permet de remonter uniquement à la limite d'endurance. Nous allons donc maintenant mettre un place des outils de modélisation afin d'aboutir à la prévision complète des courbes de fatigue.

Chapitre III : Modélisation de l'auto-échauffement sous sollicitation cyclique du NiTi

Sommaire :

III.1.	Modélisation déterministe de l'auto-échauffement à l'aide d'un modèle à deux échelles	81
III. 1. 1.	Cadre général	81
III. 1. 2.	Modèle de comportement thermomécanique de l'inclusion.....	83
III. 1. 3.	Base de la modélisation	83
III. 1. 4.	Modélisation intermédiaire	93
III. 1. 5.	Exploitation du modèle.....	96
III.2.	Modélisation probabiliste de l'auto-échauffement.....	99
III. 2. 1.	Une première version de modélisation probabiliste de l'auto-échauffement sous sollicitation cyclique	100
III. 2. 2.	Une seconde version de modélisation probabiliste de l'auto-échauffement	103
III. 2. 3.	Une troisième version simplifiée du modèle probabiliste de l'auto-échauffement ..	106
III.3.	Modélisation des courbes de fatigue.....	109
III. 3. 1.	Mise en place d'une modélisation des courbes de fatigue	109
III. 3. 2.	Identification du modèle et comparaison avec les essais de fatigue.....	111
III.4.	Bilan.....	113

Dans le chapitre précédent nous avons montré que les essais d'auto-échauffements permettent d'estimer la limite d'endurance à l'aide d'un dépouillement empirique. Cette méthode beaucoup plus rapide que les essais de fatigue classiques, permet d'étudier facilement l'influence d'un grand nombre de paramètres du procédé de fabrication sur la limite d'endurance. Mais, comme cela a déjà été montré avec les métaux (Doudard 2004, Munier 2010, Ezanno 2010), il est possible d'aller plus loin dans l'analyse des résultats de l'auto-échauffement pour en déduire l'ensemble des propriétés en fatigue. En effet, la modélisation de l'auto-échauffement permet de déterminer la durée de vie d'une éprouvette en fatigue en fonction du chargement et de la probabilité de rupture. Pour cela il faut choisir un lien entre l'évolution de la température moyenne stabilisée et les propriétés en fatigue à l'aide d'un critère de fatigue. Or nous nous intéressons à la fatigue à grand nombre de cycles qui implique qu'il n'y a pas de transformation visible au niveau macroscopique. Afin de modéliser l'auto-échauffement il est donc nécessaire d'utiliser un modèle à deux échelles. Une échelle macroscopique où le comportement reste purement élastique. Et une échelle microscopique avec une zone localisée présentant de la transformation à l'origine de l'auto-échauffement. Nous baserons la modélisation du comportement de cette zone sur deux modèles de la littérature présentant chacun une approche différente du lien entre le comportement mécanique et le comportement thermique. Le premier modèle de Chrysochoos (1996) supposant que l'origine de l'hystérésis dans le comportement des alliages à mémoire de forme provient uniquement d'un couplage thermomécanique, et ne présentant donc pas de dissipation intrinsèque. Et le second, de Bouvet (2004), qui se base sur un modèle mécanique hystérétique purement dissipatif.

III.1. Modélisation déterministe de l'auto-échauffement à l'aide d'un modèle à deux échelles

III. 1. 1. Cadre général

Lorsque l'on observe les essais d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique on remarque que l'augmentation de la température stabilisée apparaît alors que le niveau de chargement est inférieur à la limite de début de transformation. A l'échelle de notre éprouvette (à l'échelle macroscopique), il n'y a donc pas de transformation visible mais une augmentation de température est observée. Une modélisation à deux échelles, qui est une approche maintenant classique dans l'étude de la fatigue à grand nombre de cycles, est donc choisie. Cette modélisation repose sur l'hypothèse que l'élévation de température trouve son origine dans un processus à une échelle plus fine (microscopique) qui n'influence pas le comportement mécanique au niveau macroscopique. Pour les alliages à mémoire de forme ce processus est supposé être la transformation martensitique. Cette transformation localisée va être représentée par une inclusion ayant un comportement AMF (i.e. superélasticité) noyée dans une matrice élastique. L'ensemble va former le volume élémentaire représentatif (VER) (Figure III.1.1).

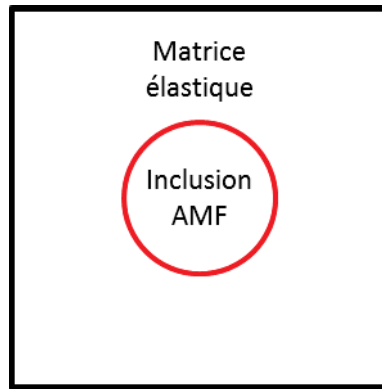


Figure III.1.1 : VER du modèle à deux échelles

On notera $\bar{\Sigma}$ le tenseur des contraintes dans la matrice (échelle macroscopique) et $\bar{\sigma}$ le tenseur des contraintes dans l'inclusion (échelle microscopique).

Nous supposons que la matrice est suffisamment grande par rapport à l'inclusion, pour être considérée comme infinie. Il est donc possible d'appliquer le résultat du problème d'inclusion d'Eshelby (1957). Dans le cadre d'un milieu isotrope et d'une forme d'inclusion sphérique, l'équation de localisation s'écrit :

$$\bar{\sigma} = \bar{\Sigma} - 2\mu(1 - \beta)\bar{\varepsilon}^{tr} \quad \text{Eq 3}$$

Avec :

- $\bar{\varepsilon}^{tr}$: la déformation de transformation dans l'inclusion ;
- $\beta = \frac{2(4 - 5\nu)}{15(1 - \nu)}$: le paramètre d'Eshelby avec ν le coefficient de Poisson ;
- $\bar{\Sigma} = \tilde{f}(t)\bar{N}$: le chargement appliqué sur le VER avec $\tilde{f}(t)$ la fonction périodique qui définit l'évolution du chargement et \bar{N} la direction du chargement ;
- μ : le module de cisaillement.

Il est bien connu que le comportement des AMF ne dépend pas de la pression hydrostatique (Gall 1998). On peut donc écrire la contrainte déviatorique macroscopique, \bar{S} :

$$\bar{S} = \bar{\Sigma} - \frac{1}{3}\text{Tr}(\bar{\Sigma})\bar{I} = \tilde{f}(t)\bar{N}' \quad \text{Eq 4}$$

Avec \bar{I} la matrice identité et \bar{N}' , la partie déviatorique de \bar{N} :

$$\bar{N}' = \bar{N} - \frac{1}{3}\text{Tr}(\bar{N})\bar{I} \quad \text{Eq 5}$$

De plus, à partir de l'équation 3, on peut écrire la trace de la contrainte dans l'inclusion :

$$\text{Tr}(\bar{\sigma}) = \text{Tr}(\bar{\Sigma}) - 2\mu(1 - \beta)\text{Tr}(\bar{\varepsilon}^{tr}) \quad \text{Eq 6}$$

Or la déformation de transformation est déviatorique, donc :

$$\text{Tr}(\bar{\sigma}) = \text{Tr}(\bar{\Sigma}) \quad \text{Eq 7}$$

La contrainte déviatorique dans l'inclusion, \bar{s} , peut donc s'écrire des manières suivantes :

$$\bar{s} = \bar{\sigma} - \frac{1}{3} \text{Tr}(\bar{\sigma}) \bar{I} = \bar{\Sigma} - 2\mu(1 - \beta) \bar{\varepsilon}^{tr} - \frac{1}{3} \text{Tr}(\bar{\sigma}) \bar{I} = \bar{S} - 2\mu(1 - \beta) \bar{\varepsilon}^{tr} \quad \text{Eq 8}$$

Nous faisons l'hypothèse d'un chargement macroscopique uniaxial. Pour ce type de chargement, il a été montré que la déformation de transformation est proportionnelle à la fraction volumique de transformation, z (Bouvet 2004, Taillard 2008), soit :

$$\bar{\varepsilon}^{tr} = \frac{3}{2} \gamma z \bar{N}' \quad \text{Eq 9}$$

Avec γ un paramètre matériau correspondant à la déformation de transformation maximale.

La contrainte déviatorique dans l'inclusion devient donc :

$$\bar{s} = (\tilde{f}(t) - 3\mu(1 - \beta)\gamma z) \bar{N}' \quad \text{Eq 10}$$

La relation 10 permet donc de connaître l'évolution de la contrainte déviatorique dans l'inclusion en fonction du chargement macroscopique appliqué. Mais pour aller plus loin, il faut d'abord choisir un modèle de comportement pour l'inclusion.

III. 1. 2. Modèle de comportement thermomécanique de l'inclusion

Comme expliqué précédemment, deux modèles ont été choisis : celui de Chrysochoos (1996) qui se base uniquement sur le couplage thermomécanique, et ne présentant donc pas de dissipation intrinsèque ; et celui de Bouvet (2004), qui se base sur un modèle mécanique hystérétique purement dissipatif. Nous commencerons par présenter le cadre commun à ces deux modèles, puis chaque modèle jusqu'au résultat de la simulation d'un essai d'auto-échauffement.

III. 1. 3. Base de la modélisation

Pour les deux modèles considérés, nous travaillons dans le cadre de la thermodynamique des milieux continus. L'évolution des modèles dépend d'un certain nombre de variables d'état. Ces variables représentent une certaine quantité du système étudié, ce sont des variables observables :

- la température T ;
- la déformation totale $\bar{\varepsilon}$;

et les variables internes notées de manière générique V_k .

Les processus pilotant l'évolution de ces variables seront thermodynamiquement admissibles, si, à chaque instant de l'évolution, la conservation de l'énergie (le premier principe de la thermodynamique) et l'inégalité de Clausius-Duhem (le second principe de la

thermodynamique) sont respectées. Nous allons dans un premier temps présenter ces deux principes pour mettre en place l'équation de la chaleur.

La forme locale du premier principe de la thermodynamique s'écrit :

$$\rho \dot{e} = \bar{\sigma} : \dot{\bar{\varepsilon}} + r - \text{div} \vec{q} \quad \text{Eq 11}$$

Avec ρ la masse volumique, r la densité volumique de production interne de chaleur, \vec{q} le flux de chaleur, et e l'énergie massique interne, telle que :

$$e = \Psi + Ts \quad \text{Eq 12}$$

Où $\Psi = \Psi(\varepsilon, T, V_k)$ est l'énergie libre et s l'entropie massique.

Le second principe de la thermodynamique postule que le taux de production d'entropie est toujours supérieur ou égal au taux de chaleur reçu divisé par la température :

$$\rho \dot{s} \geq \frac{r}{T} - \text{div} \frac{\vec{q}}{T} \quad \text{Eq 13}$$

En utilisant les équations Eq 12 et Eq 13 on obtient alors l'inégalité de Clausius-Duhem :

$$\bar{\sigma} : \dot{\bar{\varepsilon}} - \rho(\dot{\Psi} + \dot{T}s) - \frac{\vec{q} \cdot \overrightarrow{\text{grad}} T}{T} \geq 0 \quad \text{Eq 14}$$

Avec $\bar{\sigma} : \dot{\bar{\varepsilon}} - \rho(\dot{\Psi} + \dot{T}s)$ qui représente la dissipation intrinsèque et $\frac{\vec{q} \cdot \overrightarrow{\text{grad}} T}{T}$ qui représente la dissipation thermique.

Or Ψ dépend des variables d'états. $\dot{\Psi}$ s'écrit donc :

$$\dot{\Psi} = \frac{\partial \Psi}{\partial \bar{\varepsilon}} : \dot{\bar{\varepsilon}} + \frac{\partial \Psi}{\partial T} \dot{T} + \frac{\partial \Psi}{\partial V_k} \dot{V}_k \quad \text{Eq 15}$$

L'inégalité de Clausius-Duhem (équation 14) devient alors :

$$\left(\bar{\sigma} - \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \bar{\varepsilon}} \right) : \dot{\bar{\varepsilon}} - \rho \left(s + \frac{\partial \Psi}{\partial T} \right) \dot{T} - \rho \frac{\partial \Psi}{\partial V_k} \dot{V}_k - \frac{\vec{q} \cdot \overrightarrow{\text{grad}} T}{T} \geq 0 \quad \text{Eq 16}$$

On déduit alors de cette inégalité les lois d'état du système :

- pour la contrainte : $\bar{\sigma} = \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \bar{\varepsilon}}$;
- pour l'entropie : $s = -\frac{\partial \Psi}{\partial T}$;
- plus généralement, pour A_k , la force thermodynamique associée à la variable interne V_k :

$$A_k = -\rho \frac{\partial \Psi}{\partial V_k} \quad \text{Eq 17}$$

L'équation de la chaleur se déduit de l'expression locale de la conservation de l'énergie (équation 111) en l'écrivant en fonction de l'énergie libre Ψ :

$$\text{div}\vec{q} = A_k \dot{V}_k + r + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial V_k \partial T} \dot{V}_k + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \varepsilon \partial T} : \dot{\varepsilon} + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial^2 T} \dot{T} \quad \text{Eq 18}$$

Avec $C = -T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial^2 T}$ la chaleur spécifique l'équation devient:

$$\rho C \dot{T} + \text{div}\vec{q} = A_k \dot{V}_k + r + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial V_k \partial T} \dot{V}_k + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \varepsilon \partial T} : \dot{\varepsilon} \quad \text{Eq 19}$$

Avec les différents termes du membre de droite correspondants à :

- la dissipation intrinsèque : $D_i = A_k \dot{V}_k$;
- les sources volumiques de chaleur : r qui ne seront pas prises en compte par la suite ;
- les termes de couplages :
 - thermo-élastique : $\rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \varepsilon \partial T} : \dot{\varepsilon}$;
 - thermomécaniques : $\rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial V_k \partial T} \dot{V}_k$.

III. 1. 3. 1. *Modèle de Chrysochoos 1996*

Ce modèle fait l'hypothèse que la dissipation intrinsèque est nulle. Pour décrire le comportement thermomécanique des AMF, il utilise une variable interne : la fraction volumique de martensite, z .

Il propose alors une énergie libre de Helmholtz Ψ sous la forme :

$$\rho \Psi(\varepsilon, T, z) = \rho W_{elas}(\varepsilon - \gamma z - \lambda_{th} \theta, T) + \rho z W_{ch}(T) + \rho W_{int}(z) \quad \text{Eq 20}$$

Avec λ_{th} la conductivité thermique, $\theta = T - T_{ref}$ la variation de température au cours du chargement, T_{ref} la température de référence et γ la déformation de transformation maximale.

L'expression de l'énergie thermo-élastique proposée est classique :

$$\rho W_{elas}(\varepsilon - \gamma z - \lambda_{th} \theta, T) = \frac{1}{2} E (\varepsilon - \gamma z)^2 - E \lambda_{th} (T - T_{ref}) \varepsilon - \rho C T \ln \frac{T}{T_{ref}} \quad \text{Eq 21}$$

Avec E le module de Young.

L'énergie chimique proposée traduit la dépendance de la limite de transformation à la température :

$$\rho z W_{ch}(T) = \rho z (AT + B) \quad \text{Eq 22}$$

Où A et B sont des paramètres matériaux.

Et l'énergie d'interaction proposée dépend de la fraction volumique de martensite :

$$\rho W_{int}(z) = \rho D(z - 1)z \quad \text{Eq 23}$$

Où D est un paramètre matériau.

L'équation de la chaleur a donc l'expression suivante :

$$\rho C \left(\dot{\theta}(t) + \frac{\theta(t)}{\tau_{eq}} \right) = A_z \dot{z} + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial z \partial T} \dot{z} + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \varepsilon \partial T} : \dot{\varepsilon} \quad \text{Eq 24}$$

Où A_z est la force thermodynamique associée à la fraction volumique de martensite.

A partir des équations 20, 21, 22 et 23, les lois d'état du système s'écrivent :

$$\sigma = \rho \frac{d\Psi}{d\varepsilon} = E(\varepsilon - \gamma z - \lambda_{th} \theta) \quad \text{Eq 25}$$

$$s = -\frac{d\Psi}{dT} = \frac{E \lambda_{th} \varepsilon}{\rho} + C \left(\ln \frac{T}{T_{ref}} + 1 \right) + zA \quad \text{Eq 26}$$

$$A_z = -\rho \frac{d\Psi}{dz} = \gamma E(\varepsilon - \gamma z) - \rho(AT + B) - \rho D(2z - 1) \quad \text{Eq 27}$$

Dans ce modèle, on considère que la dissipation intrinsèque est nulle :

$$D_i = \sigma \dot{\varepsilon} - \rho(\dot{\Psi} + \dot{T}s) = 0 \quad \text{Eq 28}$$

A partir de l'équation 15, on obtient alors :

$$\left(\sigma - \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \varepsilon} \right) \dot{\varepsilon} - \rho \dot{T} \left(\frac{\partial \Psi}{\partial T} + s \right) - \rho \frac{\partial \Psi}{\partial z} \dot{z} = 0 \quad \text{Eq 29}$$

D'où :

$$\frac{\partial \Psi}{\partial z} = 0 \quad \text{Eq 30}$$

Cette hypothèse nous permet d'obtenir à partir des équations 27 et Eq 29 l'expression de la fraction volumique de martensite :

$$z = \frac{\gamma(\sigma + E \lambda_{th} \theta) - \rho(AT + B) + \rho D}{2\rho D} \quad \text{Eq 31}$$

En imposant un chargement en contrainte, la résolution de l'équation de la chaleur va nous permettre de connaître l'évolution de la température au cours d'un cycle charge-décharge.

Une fois l'évolution de la température déterminée, l'évolution de la fraction volumique de martensite z est obtenue.

Enfin la loi de comportement issue de la première loi d'état, nous permet d'avoir l'évolution de la déformation ε (équation 25)(Figure III.1.2).

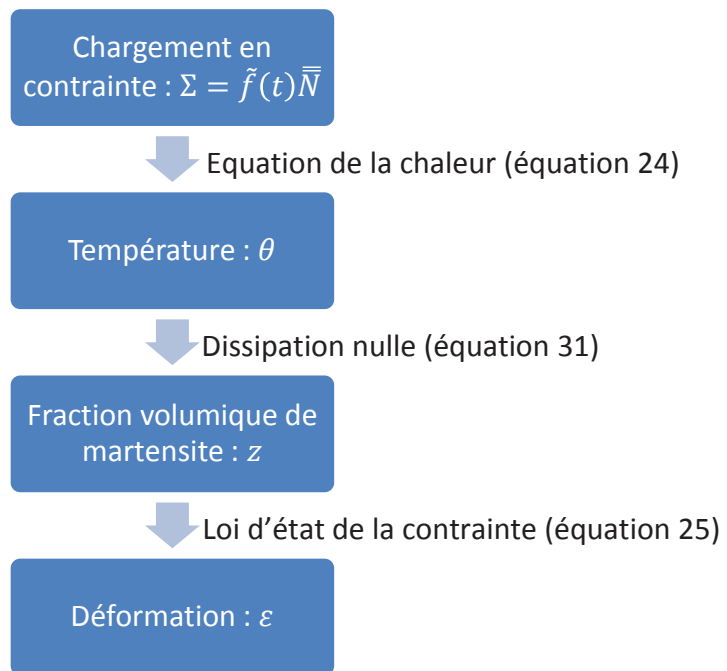


Figure III.1.2 : Démarche de résolution du problème thermomécanique

Ce modèle est ensuite intégré dans un logiciel de calculs mathématiques de type Matlab. Le Tableau III.1.1 résume l'ensemble des paramètres du modèle ainsi que leurs valeurs.

E	24 GPa
$\dot{\varepsilon}$	10^{-4} s^{-1}
ρ	$7700 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$
C	$102 \text{ J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
A	$46,6 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
B	$-13611 \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}$
γ	1,3 %
τ_{eq}	20 s
D	$40,6 \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}$
T_{ref}	30 °C
λ_{th}	$18\cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

Tableau III.1.1 : Paramètres matériaux du modèle de Chrysochoos 1996

Ce sont des valeurs de la littérature et ne représentent pas le matériau de l'étude. De cette manière le modèle a pu être testé qualitativement.

La Figure III.1.3 montre la réponse du modèle pour une charge-décharge.

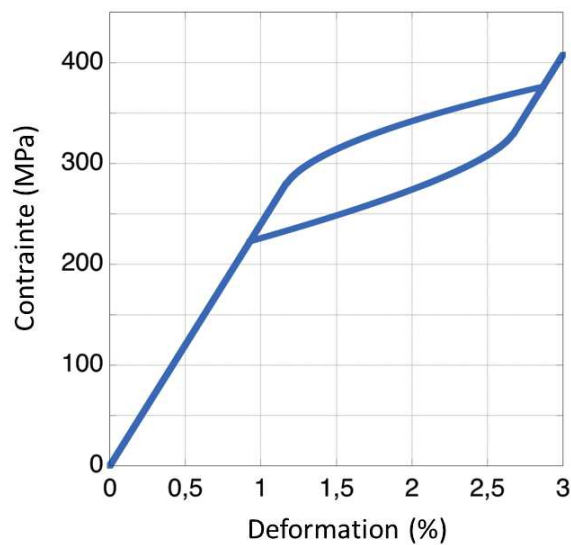


Figure III.1.3 : Courbe de comportement obtenue par le modèle de Chrysochoos 1996

On remarque que ce modèle permet de décrire le comportement AMF. La boucle d'hystérésis est bien représentée. L'évolution de la température pendant un cycle de chargement est calculée (Figure III.1.4). Nous observons une augmentation de la température lors de la transformation directe et un refroidissement lors de la transformation inverse.

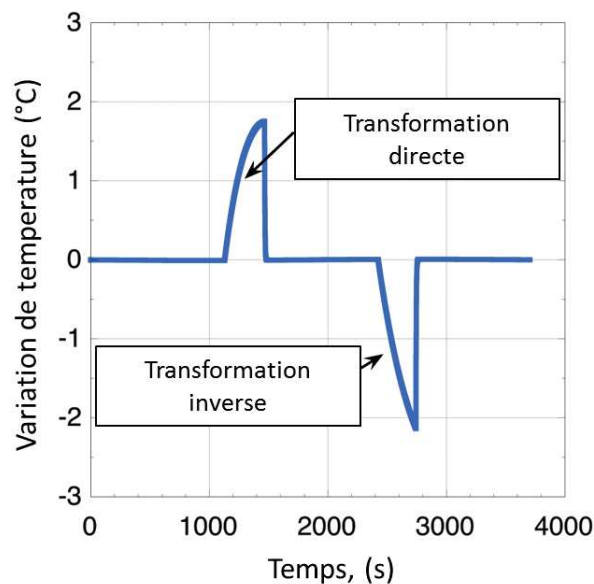


Figure III.1.4 : Evolution de la température lors d'une charge-décharge mécanique

La Figure III.1.5 montre que ce modèle permet de décrire l'influence de la vitesse de sollicitation sur l'évolution de la température et donc sur le comportement. Ce phénomène est bien connu dans le contexte des alliages à mémoire de forme.

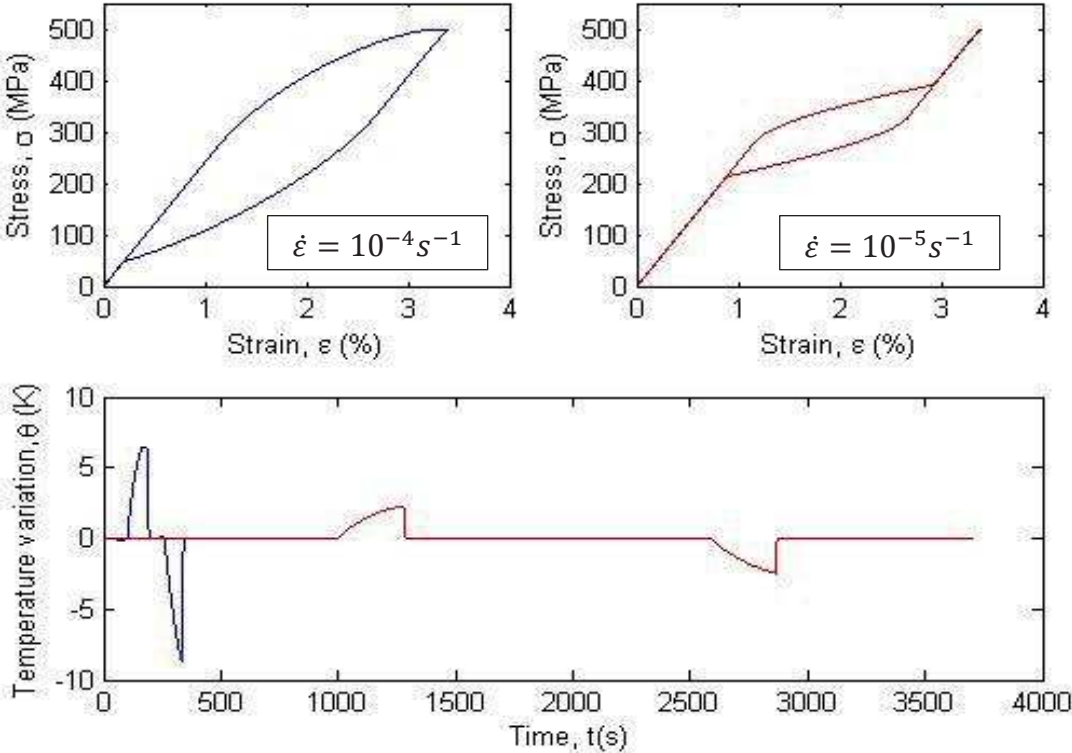


Figure III.1.5 : Influence de la vitesse de sollicitation sur le comportement et sur l'évolution de la température en utilisant le modèle de Chrysochoos 1996

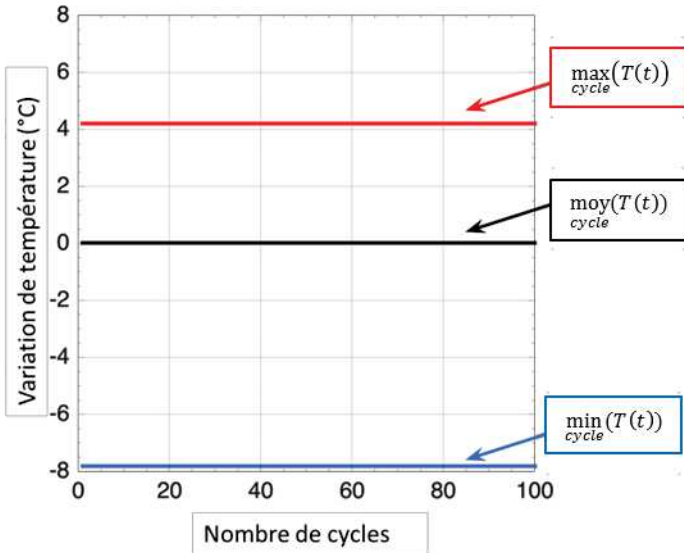


Figure III.1.6 : Evolution de la température moyenne par cycle

En revanche, la Figure III.1.6 nous montre l'évolution de la température moyenne par cycle est nulle. En effet, sans dissipation, on retrouve la température de départ après un cycle. Or, il est important de rappeler que l'objectif est de modéliser l'auto-échauffement du matériau mesuré expérimentalement lors des chargements cycliques. Cet auto-échauffement s'exprime par une augmentation de la température moyenne par cycle du matériau. La Figure III.1.6 montre clairement que le modèle de Chrysochoos 1996, qui fait l'hypothèse que la dissipation intrinsèque est nulle, ne permet pas de décrire cet auto-échauffement.

III. 1. 3. 2. Modèle de Bouvet modifié

Les résultats du premier modèle ne permettant pas de modéliser l'auto-échauffement, nous avons choisi de tester un autre modèle. Ce modèle fait l'hypothèse qu'il n'y a pas de couplage thermomécanique, mais de la dissipation. Les variables internes de ce modèle sont : ε^{tr} la déformation associée à la transformation et H la variable associée au modèle mécanique.

L'énergie libre est choisie de la forme :

$$\rho\Psi(\varepsilon, T, \varepsilon^{tr}, H) = \rho\Psi^e(\varepsilon, \varepsilon^{tr}) + \rho\Psi^T(T) + \rho\Psi^{tr}(\varepsilon^{tr}, T, H) \quad \text{Eq 32}$$

La densité de déformation élastique s'écrit :

$$\rho\Psi^e(\varepsilon, \varepsilon^{tr}) = \frac{1}{2}E(\varepsilon - \varepsilon^{tr})^2 \quad \text{Eq 33}$$

Où E est le module de Young.

La densité d'énergie thermique s'écrit :

$$\rho\Psi^T(T) = \rho C \left((T - T_{ref}) - T \ln \frac{T}{T_{ref}} \right) \quad \text{Eq 34}$$

Où C est la chaleur spécifique et T_{ref} la température de référence.

La densité d'énergie associée au changement de phase s'écrit :

$$\rho\Psi^{tr}(\varepsilon^{tr}, T, H) = \gamma(\mu_0 z (T - T_{ref}) + H) \quad \text{Eq 35}$$

Où γ est la déformation de transformation maximale qui relie la déformation de transformation et la fraction volumique de martensite (Bouvet 2004, Taillard 2008) :

$$\varepsilon^{tr} = \gamma z \quad \text{Eq 36}$$

Les lois d'état du système sont :

$$\sigma = \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \varepsilon} = E(\varepsilon - \varepsilon^{tr}) \quad \text{Eq 37}$$

$$s = -\frac{\partial \Psi}{\partial T} = C \ln \frac{T}{T_{ref}} - \gamma \mu z \quad \text{Eq 38}$$

$$\pi = -\rho \frac{\partial \Psi}{\partial \varepsilon^{tr}} = \sigma - \mu_0 (T - T_{ref}) \quad \text{Eq 39}$$

$$P = -\rho \frac{\partial \Psi}{\partial H} = -\gamma \quad \text{Eq 40}$$

L'équation de la chaleur est alors :

$$\rho C \left(\dot{\theta} + \frac{\theta}{\tau_{eq}} \right) = D_i + \gamma \mu_0 (T_{ref} + \theta) z \quad \text{Eq 41}$$

En imposant un chargement (en contrainte) le modèle de comportement va nous permettre de connaître l'évolution de la déformation et de la fraction volumique de martensite. Ensuite la résolution de l'équation de la chaleur va nous permettre de remonter à l'évolution de la température lors de nos cycles de charge-décharge. Les paramètres sont résumés dans le tableau suivant :

E	75 GPa
γ	5,85 %
ρ	7700 kg.m ⁻³
C	102 J.kg ⁻¹ .K ⁻¹
μ_0	3 MPa.K ⁻¹
T^*	10,3 °C
τ_{eq}	20 s
T_{ref}	30 °C
λ_{th}	18.10 ⁻⁶ K ⁻¹

Tableau III.1.2 : Paramètres utilisés pour les simulations (Bouvet 2004)

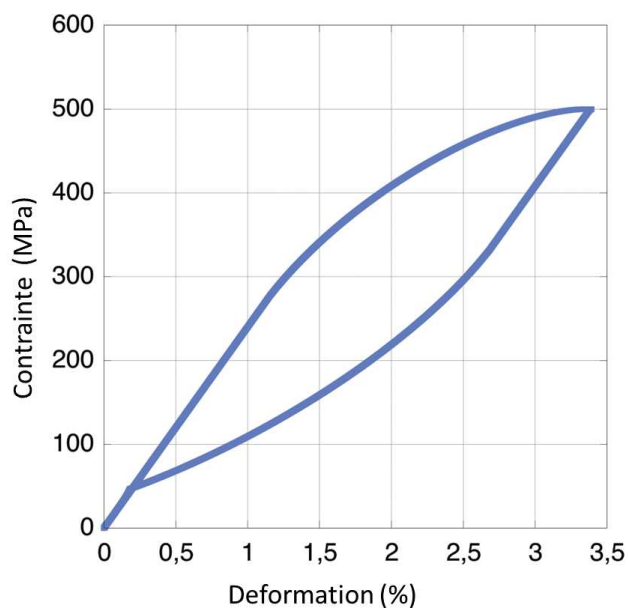


Figure III.1.7 : Courbe de comportement, contrainte en fonction de la déformation obtenue par le modèle de Bouvet 2004.

La Figure III.1.7 montre l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation. Ce modèle permet de rendre compte du comportement hystérétique des AMF. En revanche ce modèle ne permet pas de rendre de compte de l'effet de la vitesse de sollicitation comme précédemment. Ceci est dû au fait que le couplage thermomécanique est négligé dans la version du modèle utilisée.

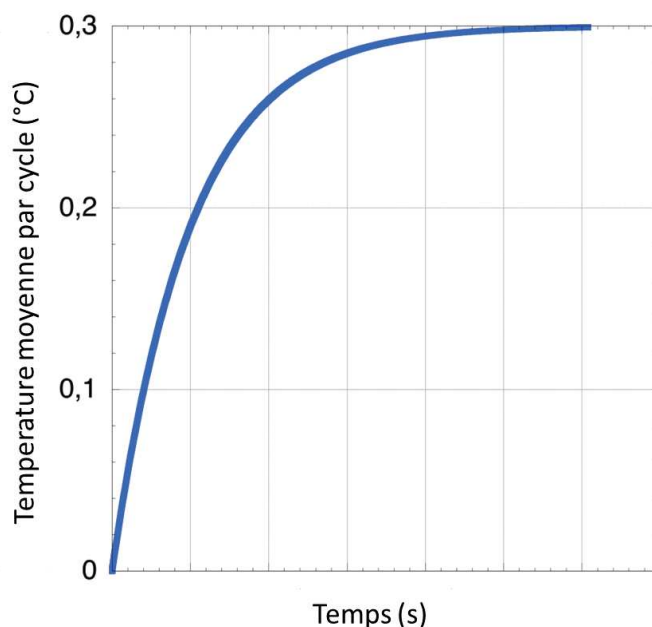


Figure III.1.8 : Evolution de la température moyenne par cycle

En revanche ce modèle (Figure III.1.8) permet de modéliser l'auto-échauffement. En effet on remarque qu'au fur et à mesure que les cycles s'accumulent, la température moyenne du

matériau augmente jusqu'à atteindre une certaine valeur (ici 0,3 °C) puis se stabilise. Ce modèle permet donc de décrire l'auto-échauffement observé expérimentalement. Il est important de préciser que ce modèle ne permet pas de rendre compte de l'effet de la vitesse de sollicitation sur le comportement du fait que le couplage thermomécanique est négligé.

III. 1. 4. Modélisation intermédiaire

Pour résumer, les deux modèles permettent de représenter le comportement mécanique des AMF. Cependant le modèle de Chrysochoos 1996 permet d'observer l'influence de la vitesse alors que le modèle de Bouvet 2004 permet de représenter l'auto-échauffement. Dans la suite nous envisageons de combiner les deux modèles afin de modéliser complètement le comportement thermomécanique de l'alliage NiTi et ainsi décrire l'auto-échauffement du matériau constaté expérimentalement dans le chapitre précédent.

Dans cette section, le comportement thermomécanique de l'inclusion est présenté. Dans la première partie de ce chapitre, il a été montré que pour rendre compte des effets d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique des AMF, le couplage thermomécanique seul n'était pas suffisant. En revanche celui-ci permettait de prendre en compte des effets de vitesse de sollicitation sur le comportement thermomécanique de ces matériaux. Il a également été démontré que la prise en compte de la dissipation intrinsèque permettait la description de l'auto-échauffement. Pour l'ensemble de ces raisons, dans la modélisation suivante, la dissipation intrinsèque et le couplage thermomécanique sont pris en compte.

Nous commençons par donner l'expression de l'énergie libre choisie :

$$\rho\Psi(\varepsilon, T, \varepsilon^{tr}, H) = \rho W_{elast} + \rho z W_{chim} + \rho W_{int} \quad \text{Eq 42}$$

L'énergie libre dépend d'une énergie thermo-élastique, d'une énergie chimique de transformation et d'une énergie d'interaction :

$$\rho W_{elast} = \frac{1}{2} E \varepsilon^e{}^2 + \rho C \left(T - T_0 + T \ln \frac{T}{T_0} \right) \quad \text{Eq 43}$$

$$\varepsilon^e = \varepsilon - \varepsilon^{tr} - \lambda \theta \quad \text{Eq 44}$$

$$\rho z W_{chim} = \mu_0 (T_0 - T^*) \varepsilon^{tr} \quad \text{Eq 45}$$

$$\rho W_{int} = \gamma H \quad \text{Eq 46}$$

Où T^* est un paramètre matériau.

On peut commencer par calculer le premier terme de l'énergie thermo-élastique :

$$\frac{1}{2} E \varepsilon^e{}^2 = \frac{1}{2} E (\varepsilon - \varepsilon^{tr})^2 - \frac{E \lambda \theta}{1 - 2\nu} (\varepsilon - \varepsilon^{tr}) + \frac{3E \lambda^2 \theta^2}{2(1 - 2\nu)} \quad \text{Eq 47}$$

On calcule ensuite les forces thermodynamique associées aux variables d'état :

$$\sigma = \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \varepsilon} = E(\varepsilon - \varepsilon^{tr} - \lambda \theta) \quad \text{Eq 48}$$

$$s = -\frac{\partial \Psi}{\partial T} = \frac{E\lambda}{1-2\nu}(\varepsilon - \varepsilon^{tr}) + C \ln \frac{T}{T_0} \quad \text{Eq 49}$$

$$\pi = -\rho \frac{\partial \Psi}{\partial \varepsilon^{tr}} = E(\varepsilon - \varepsilon^{tr} - \lambda \theta) - \mu_0(T - T^*) = \sigma - \mu_0(T - T^*) \quad \text{Eq 50}$$

$$P = -\rho \frac{\partial \Psi}{\partial H} = -\gamma \quad \text{Eq 51}$$

Pour obtenir un comportement hystérétique qui correspond à celui observé expérimentalement il faut trouver la bonne expression de H en fonction de la fraction volumique z .

On calcule donc la dissipation intrinsèque :

$$D_i = \sigma \dot{\varepsilon} - \rho(\dot{\Psi} + s\dot{T}) = \pi \dot{\varepsilon}^{tr} - \gamma \dot{H} \quad \text{Eq 52}$$

Ainsi on peut calculer la dissipation sur un cycle :

$$W_d^{cycle} = \oint_{cycle} D_i dt = \oint_{cycle} (\pi \dot{\varepsilon}^{tr} - \gamma \dot{H}) dt \quad \text{Eq 53}$$

On va ensuite décomposer notre cycle en deux parties : la charge et la décharge.

Pendant la charge, la dissipation vaut :

$$\begin{aligned} W_d^{charge} &= \int_{charge} (\pi \dot{\varepsilon}^{tr} - \gamma \dot{H}) dt = \gamma \int_{charge} \pi dz - \gamma \int_{charge} \dot{H} dt \\ &= \gamma \int_{charge} \pi dz - \gamma H(z_{max}) \end{aligned} \quad \text{Eq 54}$$

Or, en se basant sur les équations 50 et 3 on obtient :

$$\pi = \sigma - \mu_0(T - T^*) = \tilde{f}(t) - 3\mu(1 - \beta)\gamma z - \mu_0(T - T^*) \quad \text{Eq 55}$$

En choisissant un pseudo-écrouissage isotrope linéaire pour la transformation directe, on obtient :

$$\pi = Rz \quad \text{Eq 56}$$

Avec R un paramètre matériau. La dissipation pendant la charge vaut alors :

$$W_d^{charge} = \gamma \frac{R}{2} z_{max}^2 - \gamma H(z_{max}) \quad \text{Eq 57}$$

De la même manière, la dissipation pendant la décharge vaut :

$$W_d^{décharge} = -\gamma \left(\frac{R}{2} z_{max}^2 - h_y \right) + \gamma H(z_{max}) \quad \text{Eq 58}$$

Or on va supposer que la dissipation est identique à la charge et à la décharge :

$$W_d^{charge} = W_d^{décharge} = \frac{\gamma}{2} h_y z_{max} \quad \text{Eq 59}$$

Et donc :

$$H(z) = (Rz - h_y) \frac{z}{2} \quad \text{Eq 60}$$

Ainsi :

$$\dot{H}(z) = \left(Rz - \frac{h_y}{2} \right) \dot{z} \quad \text{Eq 61}$$

L'équation de la chaleur prend donc la forme suivante :

$$\begin{aligned} \rho C \left(\dot{\theta} + \frac{\theta}{\tau_{eq}} \right) = & -f\rho \frac{\partial \Psi}{\partial \varepsilon^{tr}} \varepsilon^{\dot{tr}} - f\rho \frac{\partial \Psi}{\partial H} \dot{H} + f\rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial T \partial \varepsilon^{tr}} \varepsilon^{\dot{tr}} + f\rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial T \partial H} \dot{H} \\ & + f\rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial T \partial \varepsilon} \dot{\varepsilon} + (1-f)\rho T \frac{\partial^2 \Psi_m}{\partial T \partial \varepsilon_m} \dot{\varepsilon}_m \end{aligned} \quad \text{Eq 62}$$

Avec f la fraction volumique de l'inclusion, Ψ_m l'énergie libre pour la matrice et ε_m la déformation de la matrice. On calcule ensuite les différents termes :

- Le couplage thermo-élastique de la matrice :

$$\rho T \frac{\partial^2 \Psi_m}{\partial T \partial \varepsilon_m} \dot{\varepsilon}_m = -\lambda T \dot{f}(t) - \frac{3E\lambda^2 T}{1-2\nu} \dot{\theta} \quad \text{Eq 63}$$

- Le couplage thermo-élastique de l'inclusion :

$$f\rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial T \partial \varepsilon} \dot{\varepsilon} = -\lambda T \dot{f}(t) - \frac{3E\lambda^2 T}{1-2\nu} \dot{\theta} \quad \text{Eq 64}$$

- La dissipation intrinsèque liée à la transformation :

$$\rho \frac{\partial \Psi}{\partial \varepsilon^{tr}} \varepsilon^{\dot{tr}} = -\left(\dot{f}(t) - 3\mu(1-\beta)\gamma\dot{z} - \mu_0(T - T^*) \right) \gamma\dot{z} \quad \text{Eq 65}$$

- La dissipation intrinsèque liée à l'interaction :

$$\rho \frac{\partial \Psi}{\partial H} \dot{H} = \left(Rz - \frac{h_y}{2} \right) \gamma\dot{z} \quad \text{Eq 66}$$

- Le couplage thermomécanique de transformation :

$$\rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial T \partial \varepsilon^{tr}} \varepsilon^{\dot{tr}} = \mu_0 T \gamma\dot{z} \quad \text{Eq 67}$$

- Le couplage thermomécanique d'interaction :

$$\rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial T \partial H} \dot{H} = 0 \quad \text{Eq 68}$$

L'équation de la chaleur doit ensuite être résolue. Pour cela nous allons décomposer le chargement en trois cas. Dans le premier cas, la matrice et l'inclusion ont un comportement élastique. L'élévation de température moyenne dans le VER s'écrit alors :

$$\dot{\theta} = \frac{-\frac{\rho C}{\tau_{eq}}\theta - \lambda T \dot{f}}{\rho C + \frac{3E\lambda^2 T}{1-2\nu}} \quad \text{Eq 69}$$

Le deuxième cas concerne la partie du chargement où la transformation directe a lieu dans l'inclusion. L'élévation de température moyenne dans le VER s'écrit alors :

$$\dot{\theta} = \frac{-\frac{\rho C}{\tau_{eq}}\theta + \left(\frac{f\gamma}{3\mu(1-\beta)\gamma+R} \left(\tilde{f}(t) - 3\mu(1-\beta)\gamma \frac{\tilde{f}(t) - \mu_0(T-T^*)}{3\mu(1-\beta)\gamma+R} + \mu_0 T^* - \left(R \frac{\tilde{f}(t) - \mu_0(T-T^*)}{3\mu(1-\beta)\gamma+R} - \frac{h_y}{2} \right) \right) - \lambda T \right) \dot{f}(t)}{\rho C + \frac{f\gamma}{3\mu(1-\beta)\gamma+R} \left(\tilde{f}(t) - 3\mu(1-\beta)\gamma \frac{\tilde{f}(t) - \mu_0(T-T^*)}{3\mu(1-\beta)\gamma+R} + \mu_0 T^* - \left(R \frac{\tilde{f}(t) - \mu_0(T-T^*)}{3\mu(1-\beta)\gamma+R} - \frac{h_y}{2} \right) \right) + \frac{3E\lambda^2 T}{1-2\nu}} \quad \text{Eq 70}$$

Enfin le troisième cas concerne la partie du chargement où la transformation inverse a lieu dans l'inclusion. L'élévation de température moyenne dans le VER s'écrit alors :

$$\dot{\theta} = \frac{-\frac{\rho C}{\tau_{eq}}\theta + \left(\frac{f\gamma}{3\mu(1-\beta)\gamma+R} \left(\tilde{f}(t) - 3\mu(1-\beta)\gamma \frac{\tilde{f}(t) - \mu_0(T-T^*) + h_y}{3\mu(1-\beta)\gamma+R} + \mu_0 T^* - \left(R \frac{\tilde{f}(t) - \mu_0(T-T^*) + h_y}{3\mu(1-\beta)\gamma+R} - \frac{h_y}{2} \right) \right) - \lambda T \right) \dot{f}(t)}{\rho C + \frac{f\gamma}{3\mu(1-\beta)\gamma+R} \left(\tilde{f}(t) - 3\mu(1-\beta)\gamma \frac{\tilde{f}(t) - \mu_0(T-T^*) + h_y}{3\mu(1-\beta)\gamma+R} + \mu_0 T^* - \left(R \frac{\tilde{f}(t) - \mu_0(T-T^*) + h_y}{3\mu(1-\beta)\gamma+R} - \frac{h_y}{2} \right) \right) + \frac{3E\lambda^2 T}{1-2\nu}} \quad \text{Eq 71}$$

III. 1. 5. Exploitation du modèle

A l'aide de paramètres matériaux de la littérature (Tableau III.1.3) nous avons implanté ces équations dans un logiciel de calcul numérique de type Matlab®.

E	24 GPa
ν	0,3
C	393 J.kg ⁻¹ .K ⁻¹
ρ	7700 kg.m ⁻³
τ_{eq}	20 s
γ	1,3 %
T_0	30 °C
δ	200 MPa
R	150 MPa
f	0,1
T^*	-70 °C

μ	9,0226 GPa
μ_0	3 MPa.°C ⁻¹
λ_{th}	18.10 ⁻⁹ K ⁻¹

Tableau III.1.3 : Paramètres matériaux du modèle déterministe a deux échelles

Pour étudier les résultats du modèle nous avons imposé un chargement sinusoïdal sur le VER. La Figure III.1.9 représente la contrainte dans la matrice en fonction de la déformation de la matrice. Le comportement observé est bien élastique.

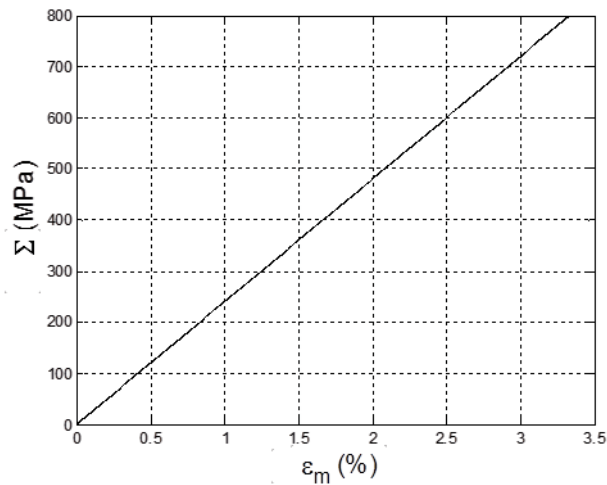


Figure III.1.9 : Courbe de contrainte déformation dans la matrice

La Figure III.1.10 montre la courbe contrainte-déformation dans l'inclusion. On retrouve bien un comportement AMF avec une partie élastique suivie d'une transformation présentant un pseudo-écrouissage linéaire qui est réversible lors de la décharge.

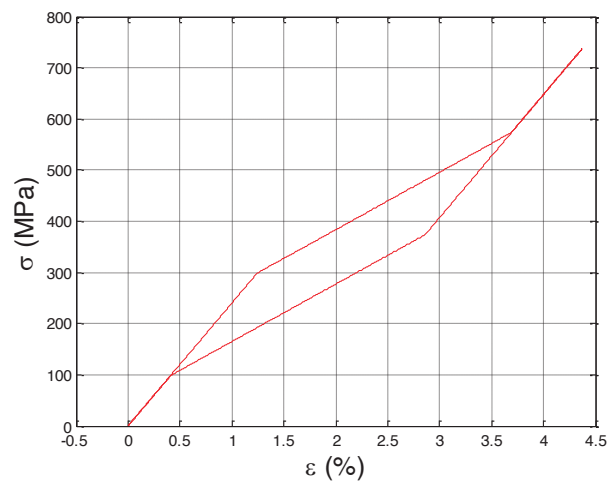


Figure III.1.10 : Courbe de contrainte déformation dans l'inclusion

Nous avons ensuite observé l'évolution de la température moyenne du VER au cours de cycles de chargement (Figure III.1.11). On retrouve une partie sinusoïdale associée au couplage thermomécanique ainsi que des changements plus ou moins rapides dus à la dissipation associée à la transformation.

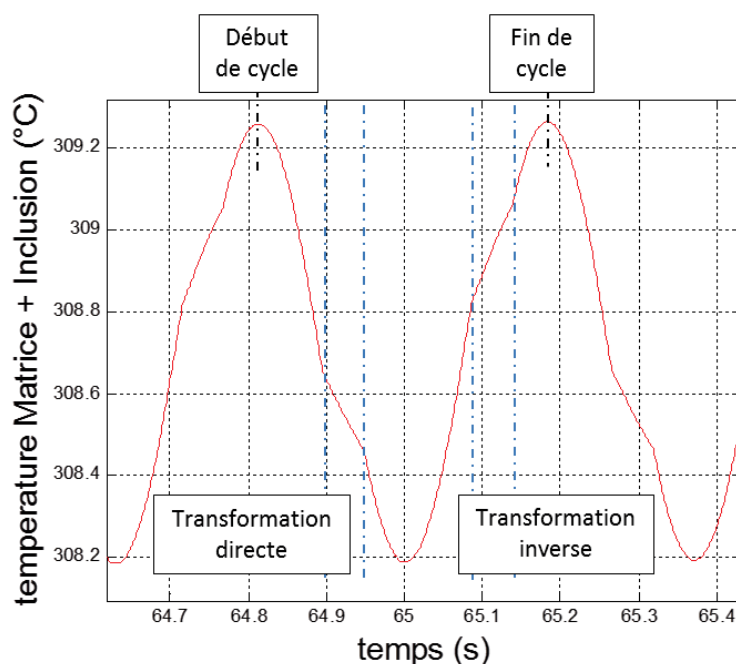


Figure III.1.11 : Evolution de la température du VER au cours d'un cycle

La Figure III.1.12 montre l'évolution de la température moyenne par cycle obtenue avec la modélisation adoptée.

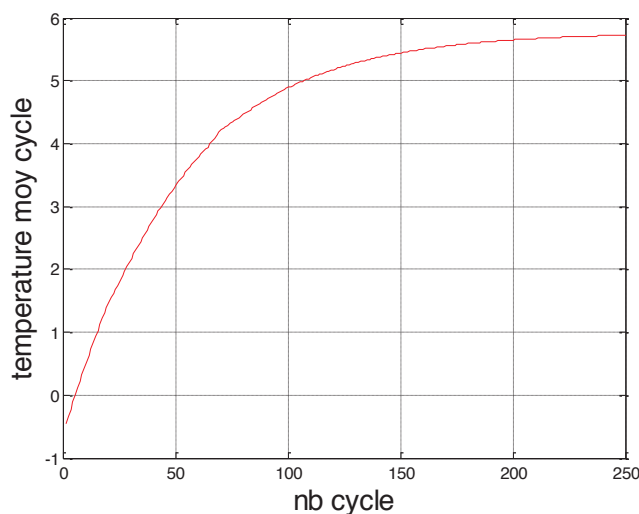


Figure III.1.12 : Evolution de la température moyenne par cycle

Cette élévation de température est proche de celle obtenue lors des essais. La température moyenne augmente rapidement lors des premiers cycles de chargement et vient se stabiliser à partir d'un certain nombre de cycles, ici 250.

Des simulations pour différents niveaux de chargement ont été réalisées afin d'obtenir les températures stabilisées et ainsi déterminer la courbe d'auto-échauffement. Ces températures sont reportées sur la Figure III.1.13. Sur cette figure nous constatons qu'en dessous d'un certain niveau de chargement la température stabilisée n'évolue pas. Une fois qu'un certain niveau de chargement est atteint, cette température augmente de manière linéaire avec le niveau de chargement.

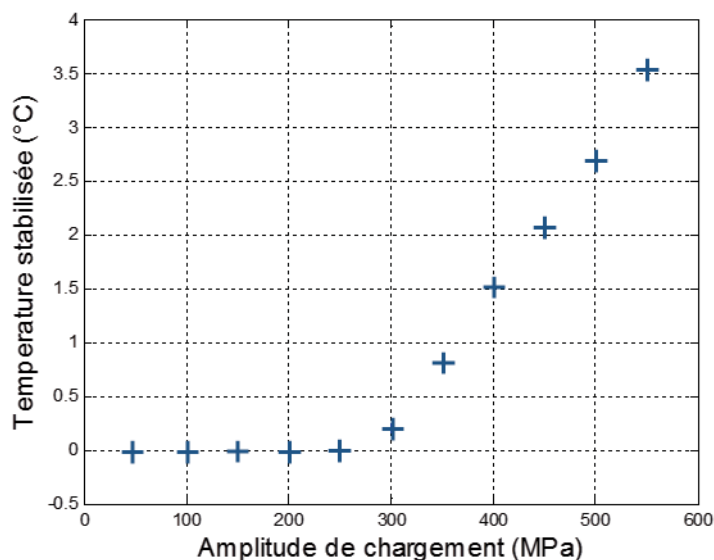


Figure III.1.13 : Modélisation d'une courbe d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique

Dans la modélisation adoptée, la température stabilisée évolue avec le niveau de chargement mais uniquement si le niveau de chargement dépasse la limite de début de transformation de l'inclusion. Dans tous les résultats montrés, la matrice conserve un comportement élastique. Les ingrédients introduits dans cette modélisation, basés sur la micro-transformation de phase, semblent intéressants pour la description de l'auto-échauffement. Cependant si on observe bien les courbes d'auto-échauffement obtenues à partir des essais, l'élévation de température est plus progressive. Ce qui n'est pas le cas des résultats de la modélisation. Comme cela est déjà fait pour décrire correctement l'auto-échauffement dans les métaux, nous introduirons un caractère probabiliste dans la modélisation. C'est à dire que l'apparition des sites de micro-transformation sera décrite de manière probabiliste. Ces détails sont discutés dans la section suivante.

III.2. Modélisation probabiliste de l'auto-échauffement

Nous avons précédemment vu que pour modéliser nos essais d'auto-échauffement, nous avons besoins d'un modèle à deux échelles avec une inclusion ayant un comportement AMF et évoluant dans une matrice élastique. Ce modèle nous permet de modéliser le phénomène d'auto-échauffement mais ne permet pas de rendre compte de l'élévation progressive de température. Dans la version précédente le VER comportait uniquement une inclusion. C'est-à-dire que nous faisons l'hypothèse que la micro-transformation était localisée dans

une seule inclusion. Or les sites de micro-transformation peuvent être nombreux et ils apparaissent progressivement avec le chargement. Pour pouvoir décrire l'élévation progressive de la température, nous allons donc adopter un VER ayant un certain nombre d'inclusions qui suivent une loi d'apparition de type probabiliste.

III. 2. 1. Une première version de modélisation probabiliste de l'auto-échauffement sous sollicitation cyclique

III. 2. 1. 1. Processus ponctuel de Poisson

Dans ce paragraphe, nous allons adopter un scénario d'apparition des sites de micro-transformation basé sur un processus ponctuel de Poisson. Nous allons donc étudier un VER de volume V_0 , composé d'une matrice élastique et d'un ensemble d'inclusions de limite d'élasticité aléatoire. Dans ce cadre, le nombre moyen de sites actifs, c'est-à-dire affectés par la micro-transformation, dans un volume V est donné par :

$$N(\Omega) = \lambda V \quad \text{Eq 72}$$

Où λ est l'intensité du processus.

Nous supposons que l'intensité du processus, qui représente la densité moyenne de sites actifs, suit une loi puissance en fonction de l'amplitude de chargement (Doudard 2004).

$$\lambda = \frac{1}{V_0} \left(\frac{\Sigma_0}{S_0} \right)^m \quad \text{Eq 73}$$

Où m et $V_0 S_0^m$ sont deux paramètres dépendants du matériau. Σ_0 est l'amplitude du chargement. La Figure III.2.1 représente qualitativement l'évolution du nombre moyen de sites actifs en fonction de l'amplitude de chargement.

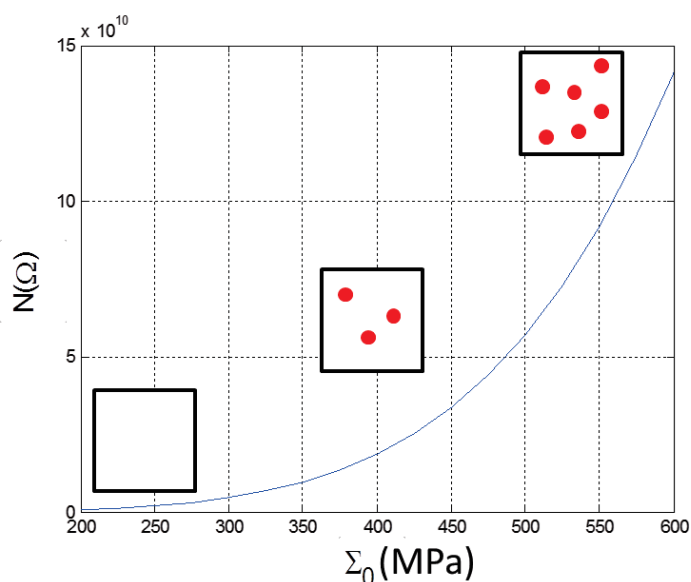


Figure III.2.1 : Evolution du nombre moyen de sites actifs en fonction de l'amplitude de chargement

III. 2. 1. 2. Calcul de la dissipation pour un site

Dans cette partie, nous calculons la dissipation pour un site actif. Pour cela nous allons considérer un comportement super-élastique parfait dans chacune des inclusions (Figure III.2.2).

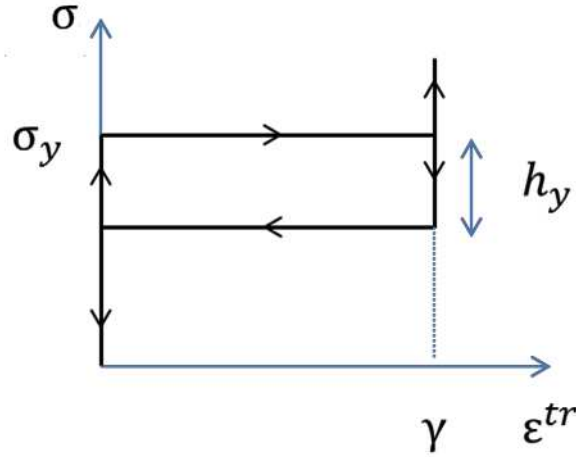


Figure III.2.2 : Comportement super-élastique parfait d'une inclusion

La dissipation volumique liée à la super-élasticité lors de la transformation directe de l'austénite en martensite est donnée par l'énergie libre choisie :

$$\rho\Psi(\varepsilon, T, \varepsilon^{tr}, H) = \frac{1}{2} E (\varepsilon - \varepsilon^{tr})^2 + \rho C \left((T - T_0) - T \ln \frac{T}{T_0} \right) + \gamma(\mu z(T - T^*) + H) \quad \text{Eq 74}$$

On calcule ensuite les forces thermomécaniques associées aux variables d'état :

$$\sigma = \frac{\partial\Psi}{\partial\varepsilon} = E(\varepsilon - \varepsilon^{tr}) \quad \text{Eq 75}$$

$$s = -\frac{\partial\Psi}{\partial T} = C \ln \frac{T}{T_0} - \gamma\mu z \quad \text{Eq 76}$$

$$\pi = -\rho \frac{\partial\Psi}{\partial\varepsilon^{tr}} = \sigma - \mu(T - T^*) \quad \text{Eq 77}$$

$$P = -\rho \frac{\partial\Psi}{\partial H} = -\gamma \quad \text{Eq 78}$$

La dissipation volumique intrinsèque liée à la super élasticité est donc donnée par :

$$\Delta = f(\pi\gamma\dot{z} - \gamma\dot{H}) \quad \text{Eq 79}$$

On connaît l'évolution de la variable interne H :

$$\dot{H} = -\frac{1}{2} h_y |\dot{z}| \quad \text{Eq 80}$$

L'énergie dissipée D au cours d'un cycle de chargement de traction charge-décharge s'écrit donc :

$$D = \oint f \left(\pi \gamma \dot{z} + \frac{1}{2} h_y \gamma |\dot{z}| \right) dt = f \gamma h_y z_M \quad \text{Eq 81}$$

Où z_M est la fraction volumique de martensite maximale atteinte lors du cycle de chargement.

Maintenant nous cherchons à déterminer l'expression de l'énergie dissipée au cours d'un cycle de chargement de traction charge-décharge en fonction du chargement macroscopique. Pour cela nous allons considérer la même loi de localisation que pour le modèle déterministe (Eq 3).

$$\dot{\sigma} = \dot{\Sigma} - 2\mu(1 - \beta)\varepsilon^{\dot{t}r} \quad \text{Eq 82}$$

Compte tenu du modèle de super-élasticité parfaite retenu et durant la transformation, on peut écrire :

$$\dot{\Sigma} = 2\mu(1 - \beta)\varepsilon^{\dot{t}r} \quad \text{Eq 83}$$

Nous avons donc trois cas à considérer :

$$\text{Pour } \Sigma_0 < h_y : D = 0 \quad \text{Eq 84}$$

$$\text{Pour } h_y < \Sigma_0 < \sigma_y + 2\mu(1 - \beta)\gamma : D = f \frac{\Sigma_0 - h_y}{2\mu(1 - \beta)} h_y \quad \text{Eq 85}$$

$$\text{Pour } \Sigma_0 > \sigma_y + 2\mu(1 - \beta)\gamma : D = f \left(\gamma - \frac{h_y - \sigma_y}{2\mu(1 - \beta)} \right) h_y \quad \text{Eq 86}$$

La dissipation sur un cycle d'une inclusion avec une limite d'élasticité notée σ_y , avec $\sigma_y < h_y$ sous un chargement de contrainte maximale Σ_0 peut s'écrire sous la forme suivante :

$$D_{site}(\Sigma_0, \sigma_y < h_y) = \min \left(V_0 h_y \frac{\langle \Sigma_0 - h_y \rangle}{2\mu(1 - \beta)}, V_0 h_y \left(\gamma - \frac{h_y - \sigma_y}{2\mu(1 - \beta)} \right) \right) \quad \text{Eq 87}$$

Dans le cas où $\sigma_y \geq h_y$, l'expression de la dissipation sur un cycle va avoir la forme :

$$D_{site}(\Sigma_0, \sigma_y \geq h_y) = \min \left(V_0 h_y \frac{\langle \Sigma_0 - h_y \rangle}{2\mu(1 - \beta)}, V_0 h_y \gamma \right) \quad \text{Eq 88}$$

III. 2. 1. 3. Calcul de la dissipation du VER

Dans cette partie nous allons remonter à la dissipation du VER. Pour cela, la loi d'apparition des sites de micro-transformation est utilisée. Dans un domaine Ω , $N(\Omega, \Sigma)$ et $N(\Omega, \Sigma + d\Sigma)$ sont respectivement les nombres de sites actifs pour des amplitudes de contraintes Σ d'une part et $\Sigma + d\Sigma$ d'autre part. En utilisant aussi l'équation 72, le nombre de sites $dN_\alpha(\Sigma)$, s'activant pour une amplitude comprise entre Σ et $\Sigma + d\Sigma$ est donné par :

$$dN_a(\Sigma) = V\lambda(\Sigma + d\Sigma) - V\lambda(\Sigma) = V \frac{\partial \lambda}{\partial \Sigma} d\Sigma \quad \text{Eq 89}$$

Pour un volume V , la dissipation cyclique totale, DV , est égale à la somme des dissipations associées aux différentes inclusions de limite d'élasticité Σ pondérées par le nombre de sites ayant cette limite d'élasticité :

$$DV = \int_0^{\Sigma_0} D_{site}(\sigma_y = \Sigma) V \frac{d\lambda}{d\Sigma} d\Sigma \quad \text{Eq 90}$$

Nous avons trois cas à considérer :

Pour $\Sigma_0 < h_y$: $DV = 0$ Eq 91

Pour $h_y < \Sigma_0 < h_y + 2\mu(1 - \beta)\gamma$:

$$DV = \frac{h_y V}{2\mu(1 - \beta)S_0^m} \left((\Sigma_0 - 2\mu(1 - \beta)\gamma)^{m+1} \frac{(-2m + 1)}{m + 1} + (h_0 - 2\mu(1 - \beta)\gamma)^{m+1} \frac{2m + 1}{m + 1} + \frac{\Sigma_0^{m+1}}{m + 1} - h_y^{m+1} \frac{1}{m + 1} \right) \quad \text{Eq 92}$$

Pour $\Sigma_0 > h_y + 2\mu(1 - \beta)\gamma$:

$$DV = \frac{h_y V}{2\mu(1 - \beta)S_0^m} \left(h_y^m (\Sigma_0 - h_y) + \gamma 2\mu(1 - \beta) ((\Sigma_0 - 2\mu(1 - \beta)\gamma)^m - h_y^m) + \frac{\Sigma_0^{m+1}}{m + 1} - (\Sigma_0 - 2\mu(1 - \beta)\gamma)^m \frac{\Sigma_0 + 2\mu m(1 - \beta)\gamma}{m + 1} \right) \quad \text{Eq 93}$$

Lorsque cette dissipation est analysée dans le détail, on se rend compte que, pour que la dissipation augmente avec l'amplitude de chargement, il faut que le paramètre β soit proche de 1. Cela revient à adopter une approche en contrainte uniforme (Eq 82). Une seconde modélisation basée sur cette hypothèse est donc proposée dans la suite.

III. 2. 2. Une seconde version de modélisation probabiliste de l'auto-échauffement

Dans la version précédente, il a été montré que β devait prendre une valeur très proche de 1. Ceci signifie que la contrainte locale est égale à la contrainte globale.

$$\sigma = \dot{\Sigma} \quad \text{Eq 94}$$

Nous conservons le scénario d'apparition progressive des sites de micro-transformation basé sur le processus ponctuel de Poisson. Et nous introduisons un pseudo-écrouissage à l'échelle locale pour éviter les problèmes numériques dus au pilotage en effort.

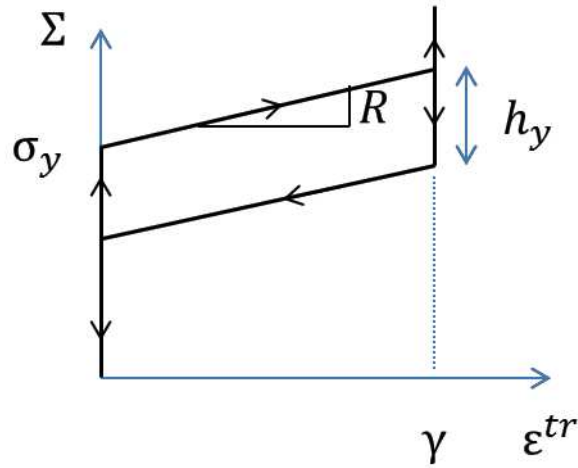


Figure III.2.3 : Comportement super-élastique d'une inclusion avec un pseudo écrouissage

La forme de l'énergie libre reste la même que dans la version précédente du modèle. L'énergie dissipée D au cours d'un cycle de charge-décharge en traction reste inchangé. Nous rappelons l'expression :

$$D = \oint f \left(\pi \gamma \dot{z} + \frac{1}{2} h_y \gamma |\dot{z}| \right) dt = f \gamma h_y z_M \quad \text{Eq 95}$$

Nous allons maintenant déterminer l'expression de l'énergie dissipée au cours d'un cycle de traction en fonction de la contrainte macroscopique Σ . Pour cela on sait que :

$$\varepsilon_m^{tr} = \gamma z_M \quad \text{Eq 96}$$

$$D = f h_y \varepsilon_m^{tr} \quad \text{Eq 97}$$

Avec :

$$\varepsilon_m^{tr} = \frac{\langle \sigma_m - \sigma_y \rangle}{R} \quad \text{Eq 98}$$

La dissipation peut donc se mettre sous la forme suivante :

$$D = f h_y \frac{\langle \sigma_m - \sigma_y \rangle}{R} = f h_y \frac{\langle \Sigma_m - \sigma_y \rangle}{R} \quad \text{Eq 99}$$

Nous avons différents cas à considérer. Nous allons commencer par le cas où la limite de début transformation, σ_y , est inférieure à la taille de l'hystérésis, h_y (Figure III.2.4).

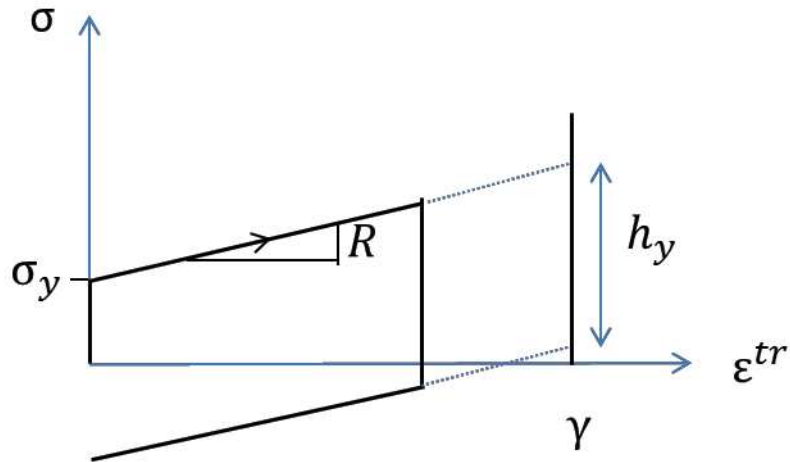


Figure III.2.4 : Cas de chargement où la limite de début de transformation est inférieure à la taille de l'hystérésis

Nous avons donc trois sous-cas à étudier :

Pour $\Sigma_0 < h_y$: $D = 0$

Pour $h_y < \Sigma_0 < \sigma_y + R\gamma$: $D = f \frac{\Sigma_0 - h_y}{R} h_y$ Eq 100

Pour $\Sigma_0 > \sigma_y + R\gamma$: $D = f \left(\gamma - \frac{h_y - \sigma_y}{R} \right) h_y$ Eq 101

Nous pouvons donc établir que la dissipation cyclique d'une inclusion sous un chargement de contrainte maximale Σ_0 , dans le cas où $\sigma_y < h_y$ peut se mettre sous la forme suivante :

$$D_{site}(\Sigma_0, \sigma_y < h_y) = \min \left(V_0 h_y \frac{\langle \Sigma_0 - h_y \rangle}{R}, V_0 h_y \left(\gamma - \frac{h_y - \sigma_y}{R} \right) \right) \quad \text{Eq 102}$$

De la même manière dans le cas où $\sigma_y \geq h_y$:

Pour $\Sigma_0 < \sigma_y$: $D = 0$

Pour $\sigma_y < \Sigma_0 < \sigma_y + R\gamma$: $D = f \frac{\Sigma_0 - \sigma_y}{R} h_y$ Eq 103

Pour $\Sigma_0 > \sigma_y + R\gamma$: $D = f\gamma h_y$ Eq 104

Donc :

$$D_{site}(\Sigma_0, \sigma_y \geq h_y) = \min \left(V_0 h_y \frac{\langle \Sigma_0 - \sigma_y \rangle}{R}, V_0 h_y \gamma \right) \quad \text{Eq 105}$$

Comme pour le modèle précédent nous allons maintenant écrire l'expression de la dissipation cyclique totale. On remarque que lorsque le chargement Σ_0 est inférieur à la valeur de l'hystérésis alors la dissipation est nulle. Il reste donc à calculer la dissipation entre h_y et Σ_0 .

On distingue alors deux cas. Pour le premier cas, lorsque $\Sigma_0 < h_y + R\gamma$, la dissipation d'un site vaut :

$$DV = \frac{h_y V}{RS_0^m} \left(m \left((\Sigma_0 - R\gamma)^m \left(\frac{R\gamma - h_y}{m} - \frac{\Sigma_0 - R\gamma}{m+1} \right) + (h_y - R\gamma)^{m+1} \frac{2m+1}{m(m+1)} \right) + (\Sigma_0 - h_y)(h_y^m - (\Sigma_0 - R\gamma)^m) + \left(\frac{\Sigma_0^{m+1}}{m+1} - h_y^m \Sigma_0 + \frac{m}{m+1} h_y^{m+1} \right) \right) \quad \text{Eq 106}$$

Pour le second cas, lorsque $\Sigma_0 \geq h_y + R\gamma$, la dissipation d'un site peut s'écrire :

$$DV = \frac{h_y V}{S_0^m} \left(\left(h_y^m \gamma - \frac{h_y^{m+1}}{R} \frac{2m+1}{m+1} + \frac{(h_y - R\gamma)^{m+1}}{R} \frac{2m+1}{m+1} \right) + \gamma((\Sigma_0 - R\gamma)^m - h_y^m) + \frac{1}{R} \left(\frac{\Sigma_0^{m+1}}{m+1} - (\Sigma_0 - R\gamma) \frac{\Sigma_0 + R\gamma m}{m+1} \right) \right) \quad \text{Eq 107}$$

On remarque que l'on retrouve les mêmes expressions que la version précédente du modèle probabiliste à deux échelles en remplaçant $2\mu(1-\beta)$ par le coefficient de pseudo-écrouissage local R . Ce qui vient simplifier le modèle.

III. 2. 3. Une troisième version simplifiée du modèle probabiliste de l'auto-échauffement

Dans le but de simplifier le modèle nous avons développé une troisième version. Ceci dans l'objectif de faciliter son identification et son intégration numérique. Nous conservons les hypothèses de départ de la deuxième modélisation. A savoir une approche en contraintes uniformes et un scénario d'apparition des sites de micro-transformation basé sur le processus ponctuel de Poisson. Nous allons nous affranchir du paramètre h_y caractérisant la taille de l'hystérésis. Nous introduisons donc une relation de proportionnalité entre h_y et σ_y la limite de début de transformation.

$$h_y = K\sigma_y \quad \text{Eq 108}$$

Avec K un paramètre inférieur à 1.

Le cadre thermodynamique reste inchangé. L'énergie dissipée D au cours d'un cycle de charge-décharge reste donc la même. La dissipation peut donc se mettre sous la forme suivante :

$$D = f\gamma h_y Z_M = f\gamma K\sigma_y Z_M \quad \text{Eq 109}$$

On exprime maintenant la dissipation D en fonction du chargement macroscopique Σ , qui est aussi la variable de pilotage.

Nous avons trois cas à considérer :

Pour $\Sigma_0 < \sigma_y$: $D = 0$

Pour $\sigma_y < \Sigma_0 < \sigma_y + R\gamma$: $D = fK\sigma_y \frac{\Sigma_0 - \sigma_y}{R}$ Eq 110

Pour $\Sigma_0 > \sigma_y + R\gamma$: $D = fK\sigma_y\gamma$ Eq 111

Cette configuration nous permet d'éviter les situations particulières où $\sigma_y < h_y$ et simplifie le modèle et son utilisation. L'expression de la dissipation d'un site peut alors s'écrire :

$$D_{site}(\Sigma_0, \sigma_y) = \min\left(V_0 K \sigma_y \frac{\langle \Sigma_0 - \sigma_y \rangle}{R}, V_0 K \sigma_y \gamma\right) \quad \text{Eq 112}$$

On peut ensuite écrire l'expression de la dissipation cyclique totale, DV , qui a la forme suivante :

$$DV = \frac{K\gamma V m (\Sigma_0 - R\gamma)^{m+1}}{S_0^m (m+1)} + \frac{KV m}{RS_0^m (m+1)(m+2)} \left(\Sigma_0^{m+2} - (\Sigma_0 - R\gamma)^{m+1} (\Sigma_0 + R\gamma(m+1)) \right) \quad \text{Eq 113}$$

Il nous reste maintenant à résoudre l'équation de la chaleur afin d'obtenir l'évolution de la température stabilisée et ainsi modéliser les courbes d'auto-échauffement sous sollicitations cycliques. Pour cela nous avons adopté le modèle 0D et voici la solution de l'équation de la chaleur :

$$\theta = \frac{\tau_{eq} f_r}{\rho C} D \quad \text{Eq 114}$$

Nous sommes en mesure d'exploiter cette dernière modélisation. On vient ensuite identifier les paramètres du modèle sur nos essais d'auto-échauffement.

m	$S_0^m V_0$	R	K	γ
3	450	10 MPa	0,4	7,5 %

Tableau III.2.1 : Identification du modèle

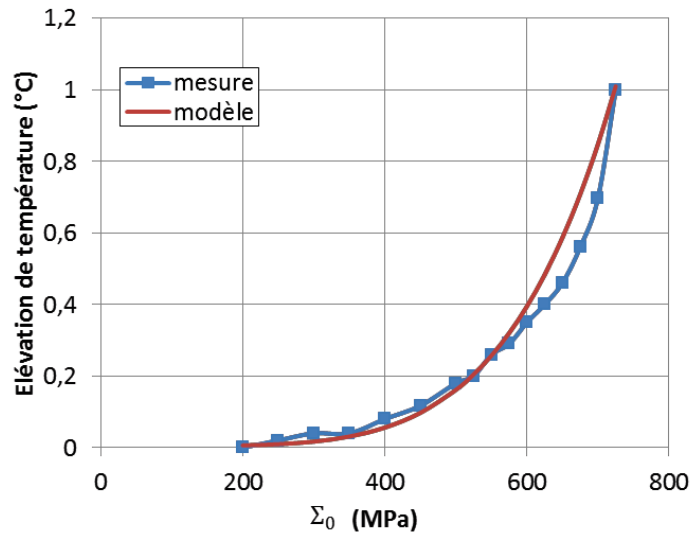


Figure III.2.5 : Identification du modèle à partir de l'essai d'auto-échauffement réalisé sur une éprouvette diabolo de diamètre 1 mm

La Figure III.2.5 montre que ce modèle permet de simuler l'essai d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique. L'identification de ce modèle est simple. Une étude paramétrique a permis d'étudier l'influence des différents paramètres sur les résultats d'auto-échauffement obtenus. La Figure III.2.6a montre le paramètre $S_0^m V_0$ vient décaler vers la gauche ou vers la droite la courbe d'auto-échauffement.

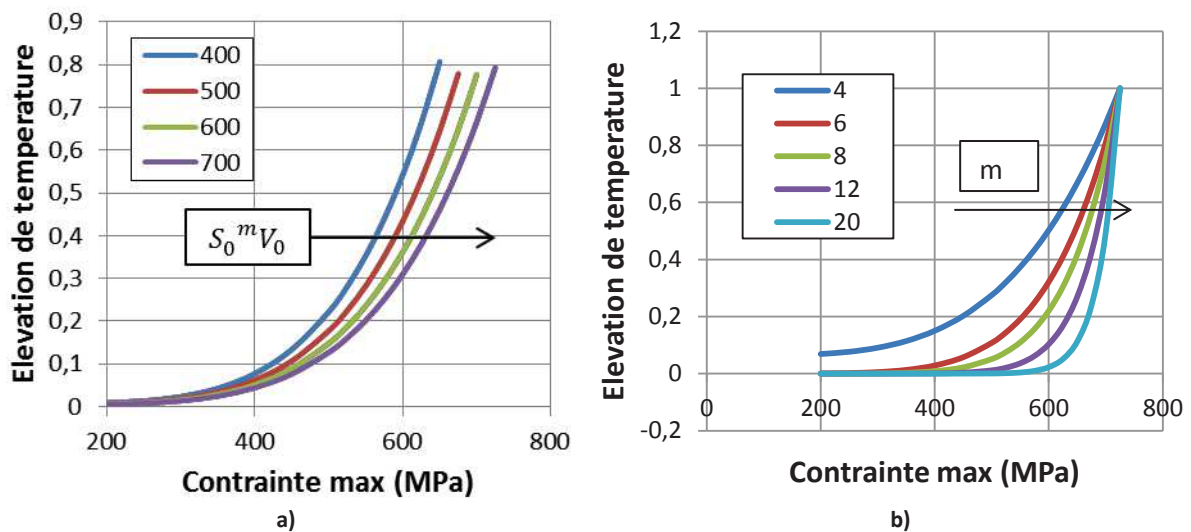


Figure III.2.6 : Influence des paramètres sur la forme de la modélisation de l'auto-échauffement, a) influence de $S_0^m V_0$, b) influence de m

La Figure III.2.6b montre que le paramètre m a une influence sur la forme du coude lorsque la température augmente. Pour des m petits, l'élévation de température arrive progressivement et pour des m grands, l'élévation de température arrive brutalement.

L'auto-échauffement étant modélisé, il reste à faire le lien entre l'essai d'auto-échauffement et la fatigue du matériau.

III.3. Modélisation des courbes de fatigue

III. 3. 1. Mise en place d'une modélisation des courbes de fatigue

Il nous faut désormais montrer comment nous pouvons décrire, à l'aide de la modélisation de l'auto-échauffement sous sollicitation cyclique, les courbes de fatigue en considérant que la dispersion des résultats de fatigue est due au caractère aléatoire de l'apparition de la micro-transformation. Ainsi nous aurons une description probabiliste de la tenue en fatigue de notre matériau à partir de l'auto-échauffement.

Pour cela nous allons mettre en place l'hypothèse du maillon le plus faible. Sur la modélisation de l'auto-échauffement tous les sites actifs sont pris en compte pour le calcul de l'évolution de la température. Pour la modélisation de la fatigue nous allons faire l'hypothèse que la rupture arrivera si un site est actif. Pour un processus ponctuel de Poisson, la probabilité de trouver k sites actifs dans un domaine Ω de volume V s'écrit :

$$P_k(V) = \frac{(\lambda V)^k}{k!} e^{-\lambda V} \quad \text{Eq 115}$$

La probabilité de rupture P_F est égale à la probabilité de trouver au moins un site actif. En utilisant les équations Eq 73 et Eq 115 on peut relier la probabilité de rupture à l'amplitude des contraintes par l'équation :

$$P_F = 1 - e^{-\frac{V}{V_0} \left(\frac{\Sigma_0}{S_0}\right)^m} \quad \text{Eq 116}$$

Cette équation correspond au modèle de Weibull (1951) et peut être obtenue dans le cadre d'un processus ponctuel de Poisson couplé à l'hypothèse du maillon le plus faible. Le paramètre m correspond donc également au module de Weibull. En tenant compte de l'hétérogénéité des contraintes, la probabilité de rupture d'une structure peut s'écrire :

$$P_F = 1 - e^{-\frac{V_{eff}(\Sigma_F)}{V_0} \left(\frac{\Sigma_F}{S_0}\right)^m} \quad \text{Eq 117}$$

Avec $V_{eff} = VH_m$ qui est le volume effectif, $H_m = \frac{1}{v} \int \left(\frac{\Sigma_0}{\Sigma_F}\right)^m dV$ est le facteur d'hétérogénéité des contraintes et $\Sigma_F = \max_V(\Sigma_0)$ (Hild 1992).

On peut alors remonter au comportement en fatigue en définissant la limite d'endurance moyenne $\overline{\Sigma_\infty}$ et l'écart type $\overline{\Sigma_\infty^2}$:

$$\overline{\Sigma_\infty} = \int_0^\infty \Sigma_0 \frac{dP_F}{d\Sigma_0} d\Sigma_0 \quad \text{Eq 118}$$

$$\overline{\Sigma_\infty^2} = \int_0^\infty (\Sigma_0^2 - \overline{\Sigma_\infty}^2) \frac{dP_F}{d\Sigma_0} d\Sigma_0 \quad \text{Eq 119}$$

En utilisant l'équation Eq 117 on obtient :

$$\bar{\Sigma}_{\infty} = S_0 \left(\frac{V_0}{V_{eff}} \right)^{\frac{1}{m}} \Gamma \left(1 + \frac{1}{m} \right) \quad \text{Eq 120}$$

Où $\Gamma(a) = \int_0^{+\infty} t^{a-1} e^{-t} dt$ est la fonction gamma (Abramowitz, 1965).

On remarque que l'équation Eq 120 rend compte de l'effet de volume associé au modèle. Plus le volume des éprouvettes sollicitées en fatigue est grand, plus la limite d'endurance sera faible. De la même manière l'hétérogénéité des contraintes a une influence sur la limite d'endurance.

La dispersion est généralement caractérisée par le coefficient CV , plutôt que par l'écart type. Ce coefficient est le rapport entre l'écart type et la moyenne :

$$CV = \frac{\sqrt{\Gamma \left(1 + \frac{2}{m} \right) - \Gamma^2 \left(1 + \frac{1}{m} \right)}}{\Gamma \left(1 + \frac{1}{m} \right)} \quad \text{Eq 121}$$

Ce rapport dépend uniquement du module de Weibull, m . Le comportement en fatigue dépend donc de deux paramètres m et $S_0^m V_0$ qui sont identifiés à partir d'un essai d'auto-échauffement.

Pour décrire les courbes de fatigue nous utilisons un critère énergétique. Les courbes associées à chaque limite de fatigue sont donc reliées à l'amplitude des contraintes par :

$$N = \frac{A}{(\Sigma_0 - \Sigma_{\infty}(P_F))^2} \quad \text{Eq 122}$$

Avec $\Sigma_{\infty}(P_F)$ qui est la limite d'endurance pour une probabilité de rupture P_F . Et A un paramètre matériau relatif à l'énergie dissipée critique. Il est identifié à l'aide d'un essai de fatigue à grande amplitude afin de diminuer le temps de l'essai (Tableau III.3.1).

Valeurs de A		
$\varnothing_f = 1\text{mm}$ vierge	$\varnothing_f = 1\text{mm}$ électropolies	$\varnothing_f = 1,2\text{mm}$
45 369 600 MPa ²	48 401 600 MPa ²	18 390 000.MPa ²

Tableau III.3.1 : Identification du paramètre A

En utilisant l'expression Eq 116 cette limite peut être obtenue par la relation suivante :

$$\frac{\ln(1 - P_F)}{\ln(1 - 0,5)} = \left[\frac{\Sigma_{\infty}(P_F)}{\Sigma_{\infty}(0,5)} \right]^m \quad \text{Eq 123}$$

Le modèle d'auto-échauffement proposé est basé sur la micro-transformation. Il rend compte des effets thermiques au cours de chargements cycliques ainsi que la rupture aléatoire en fatigue. Dans la suite nous allons identifier les paramètres du modèle à l'aide

des résultats d'auto-échauffement pour différents lots et mettre en place le modèle de fatigue pour prévoir les courbes S/N. En dernier, les courbes S/N obtenues par la modélisation seront comparées aux résultats d'essais de fatigue classiques.

III. 3. 2. Identification du modèle et comparaison avec les essais de fatigue

Dans cette partie trois lots d'éprouvettes ont été considérés :

- Diamètre de fil $\varnothing_f = 1\text{mm}$, diamètre de l'entaille $\varnothing_e = 0,6\text{mm}$, vierges ;
- Diamètre de fil $\varnothing_f = 1\text{mm}$, diamètre de l'entaille $\varnothing_e = 0,6\text{mm}$, électropolies ;
- Diamètre de fil $\varnothing_f = 1,2\text{mm}$, diamètre de l'entaille $\varnothing_e = 0,8\text{mm}$, vierges.

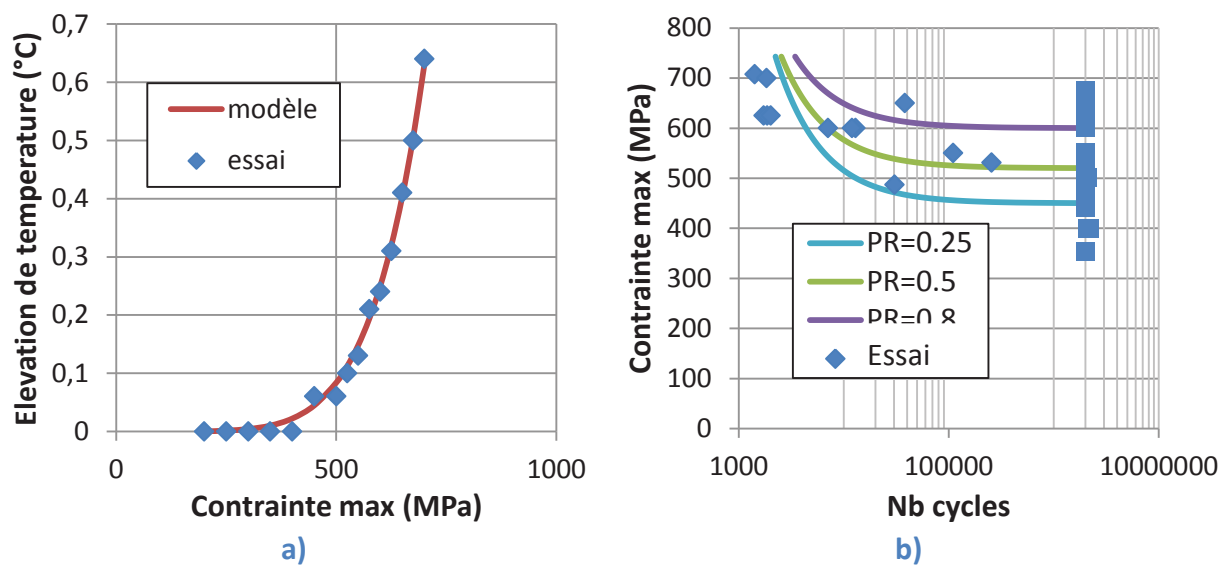


Figure III.3.1 : Résultats des éprouvettes diabolos diamètre 1 mm vierges, a) identification du modèle de fatigue à partir des essais d'auto-échauffement, b) prévision des courbes de fatigue et comparaison avec les essais de fatigue

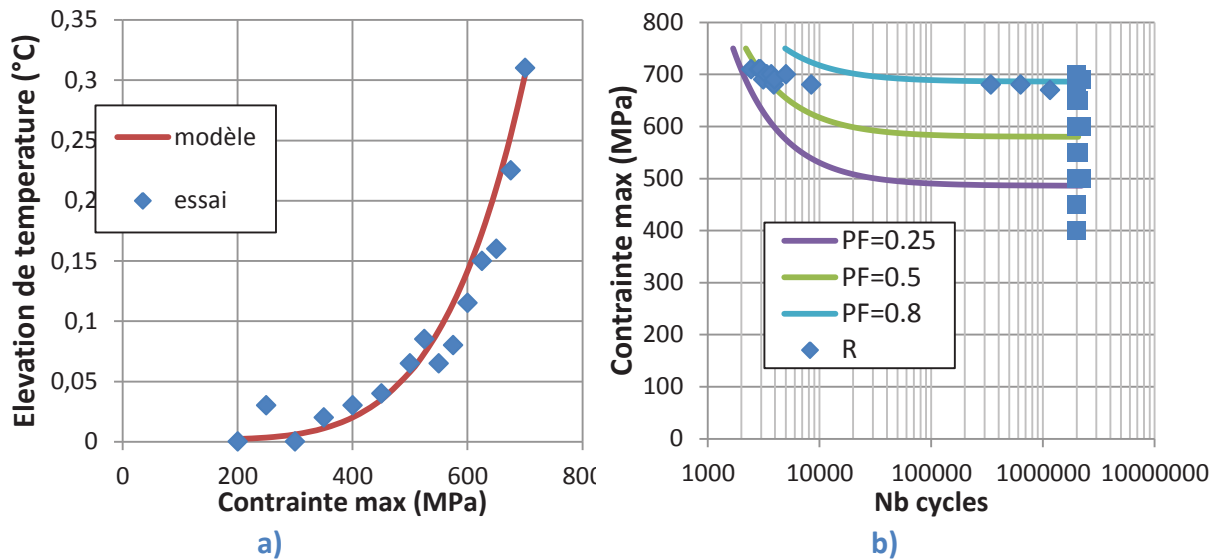


Figure III.3.2 : Résultats des éprouvettes diablo de diamètre 1 mm électroplées, a) identification du modèle de fatigue à partir des essais d'auto-échauffement b) prévision des courbes de fatigue et comparaison avec les essais de fatigue

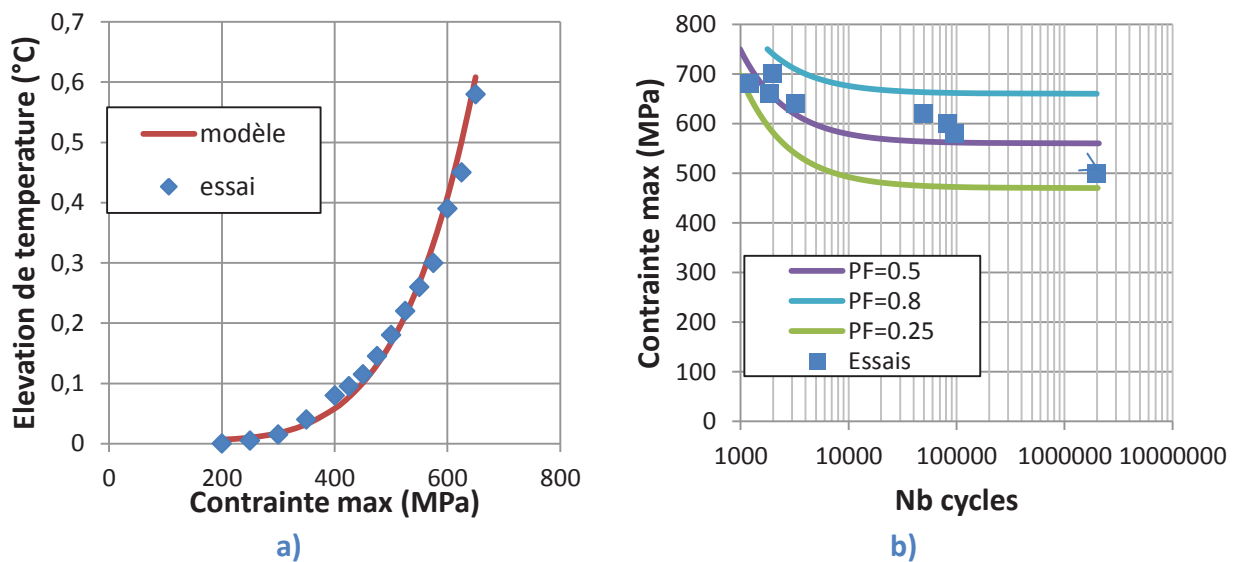


Figure III.3.3 : Résultats des éprouvettes diablo de diamètre 1,2 mm vierges, a) identification du modèle de fatigue à partir des essais d'auto-échauffement b) prévision des courbes de fatigue et comparaison avec les essais de fatigue

Pour ces trois lots, le modèle d'auto-échauffement a été identifié et les résultats de fatigue pour différentes probabilités de rupture ont été obtenus. Ces derniers ont été comparés aux résultats des essais de fatigue. Ces comparaisons sont très satisfaisantes. Les résultats de fatigue obtenus par modélisation permettent de prédire non seulement les propriétés en fatigue mais également la dispersion associée à ces résultats. Les Figure III.3.1, Figure III.3.2 et Figure III.3.3, montrent ces résultats. Sur les Figure III.3.1a, Figure III.3.2a et Figure III.3.3a l'identification et la simulation de l'auto-échauffement est montré. Sur les Figure III.3.1b,

Figure III.3.2b et Figure III.3.3b les résultats de fatigue à partir des essais et des simulations sont montrés.

III.4. Bilan

Dans ce chapitre nous avons commencé par étudier différents modèles de comportement pour AMF afin d'identifier les éléments nécessaires à la modélisation de l'auto-échauffement constaté expérimentalement. Il a été observé que pour décrire l'auto-échauffement et pour retrouver les spécificités de comportement thermomécanique des AMF, il était nécessaire d'une part d'introduire le couplage thermomécanique et d'autre part la dissipation intrinsèque. Ces ingrédients ont été pris en compte dans une modélisation à deux échelles. Une première version de cette modélisation était basée sur la prise en compte d'un VER qui comportait une inclusion, avec un comportement de type AMF, noyée dans une matrice élastique. Cette première version déterministe a permis de décrire l'auto-échauffement. Cependant l'augmentation de la température obtenue était brutale et de manière linéaire. Une deuxième version de la modélisation a donc été proposée. Dans cette version, un scénario probabiliste d'apparition des sites de micro-transformation a été introduit. Des variantes de cette modélisation probabiliste à deux échelles ont été considérées et l'équivalence entre certaines a été démontrée. Toutes les versions probabilistes développées permettaient de décrire l'auto-échauffement. La version finale avait l'avantage de réduire le nombre de paramètres à identifier et de simplifier le modèle.

Un modèle de fatigue a ensuite été mis en place. Le modèle proposé a été systématiquement identifié à partir d'une courbe d'auto-échauffement expérimentale. Ce qui a permis l'alimentation du modèle de fatigue. De cette manière, les courbes S/N du matériau ont été obtenues. La modélisation a été appliquée aux différents lots du matériau et les résultats de fatigue obtenus par simulation ont été systématiquement comparés aux résultats expérimentaux de fatigue. La modélisation prédit correctement non seulement les propriétés en fatigue mais également la dispersion associée. Toutes les comparaisons ont été réalisées pour des sollicitations de type traction-traction sur des éprouvettes diablo. Dans le chapitre suivant, cette démarche sera généralisée et appliquée aux éprouvettes diablo mais soumises à de la flexion rotative et également à des instruments en flexion rotative.

Chapitre IV : Chaîne numérique pour la prévision de la tenue à la fatigue d'instruments dentaires en NiTi

Sommaire :

IV.1.	Conception et réalisation d'une machine de flexion rotative	117
IV. 1. 1.	Cahier des charges	117
IV. 1. 2.	Configurations de la machine.....	118
IV. 1. 3.	Architecture de la machine	120
IV. 1. 4.	Electronique de commande	121
IV. 1. 5.	Capteurs de position.....	123
IV. 1. 6.	Commande de la machine.....	123
IV.2.	Modélisation des courbes de fatigue sur structure : application aux éprouvettes diabolos et aux instruments	124
IV. 2. 1.	Mise en place des essais de comportement.....	124
IV. 2. 2.	Mise en place des essais de fatigue	126
IV. 2. 3.	Mise en place du modèle de fatigue HCF identifié à l'aide d'essais d'auto-échauffement	128
IV.3.	Bilan.....	133

L'objectif de ce chapitre est d'une part de mettre en place une chaîne numérique de calcul de prévision de la tenue en fatigue des instruments endodontiques et d'autre part, de valider cette chaîne numérique à partir des comparaisons essais/calculs.

Pour cela nous avons adopté la démarche suivante. Dans un premier temps nous avons mis en place la chaîne numérique pour des éprouvettes diabolo en flexion rotative avec une validation expérimentale. Pour cela l'identification du modèle de fatigue a été effectuée à l'aide d'un essai d'auto-échauffement en traction-traction et d'un point de fatigue sur les mêmes éprouvettes. Le modèle de fatigue utilisé est le modèle du chapitre précédent.

Nous avons par la suite mis en place la même procédure pour les instruments endodontiques.

La mise en place de cette chaîne numérique et sa validation ont nécessité la conception et la fabrication d'une machine de flexion rotative qui permet la réalisation d'essais de fatigue sur les éprouvettes et sur les instruments.

IV.1. Conception et réalisation d'une machine de flexion rotative

Dans l'optique de valider le modèle de prévision de la tenue en fatigue des instruments, une machine de flexion rotative a été conçue et réalisée. Cette dernière permet d'appliquer différents types de sollicitation. Tout d'abord des chargements statiques afin d'obtenir le comportement en flexion et en torsion des instruments ou des structures de faibles dimensions. Puis des chargements de fatigue, de type flexion rotative, qui sont plus représentatifs des conditions d'utilisation des instruments dentaire.

IV. 1. 1. Cahier des charges

Comme on l'a vu dans le premier chapitre, les essais de fatigue en flexion rotative peuvent être réalisés de différentes manières. Principalement à l'aide de tube guide ou en imposant une déformée sur les fils ou les instruments par obstacle. Dans ces cas, les conditions aux limites et les chargements imposés durant les essais ne sont pas parfaitement maîtrisés. L'objectif de la machine de flexion rotative développée est la réalisation d'essais de fatigue avec des conditions aux limites maîtrisées. De plus, il est important que la machine d'essais puisse permettre de réaliser des essais de fatigue en flexion rotative sur des instruments mais également sur des fils lisses ou sur des éprouvettes diabolo. Il nous a semblé également intéressant de pouvoir réaliser des essais quasi-statiques de comportement pour pouvoir comparer le comportement mécanique de différents instruments. Il est donc souhaitable de disposer de deux axes de commande : le premier pour imposer la rotation continue de l'instrument autour de son axe et le second pour imposer le chargement de flexion.

Ainsi on sera à même de réaliser les différents chargements suivants :

- flexion statique ;
- flexion rotative ;
- torsion statique.

Afin de bien maîtriser les conditions de pilotage et d'acquisition, il est important de mettre en place des moyens de mesure sur les différents axes. C'est dans cette optique que cette machine de flexion rotative a été développée.

IV. 1. 2. Configurations de la machine

A partir du cahier des charges, nous proposons trois schémas cinématiques pour répondre à chaque type d'essais. Ces trois schémas sont le fruit de réflexions et d'évolutions sur différents prototypes qui ont été développés. Nous détaillerons par la suite les évolutions qui nous ont amenées à la dernière version.

IV. 1. 2. 1. Essais de flexion

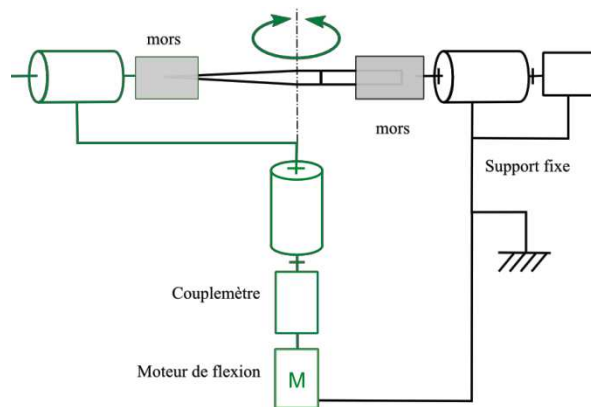


Figure IV.1.1 : Schéma cinématique de la configuration en essai de flexion

Dans cette configuration (Figure IV.1.1), l'éprouvette ou l'instrument est fixé entre les deux mors. Le moteur de torsion est bloqué avec le support fixe. Le moteur de flexion génère un moment de flexion qui est mesuré par le couplemètre. L'angle de rotation du moteur est mesuré par un codeur optique. Le mors à gauche est libre en translation pour éviter une contrainte de traction ou compression dans l'éprouvette durant la flexion.

IV. 1. 2. 2. Essai de flexion rotative.

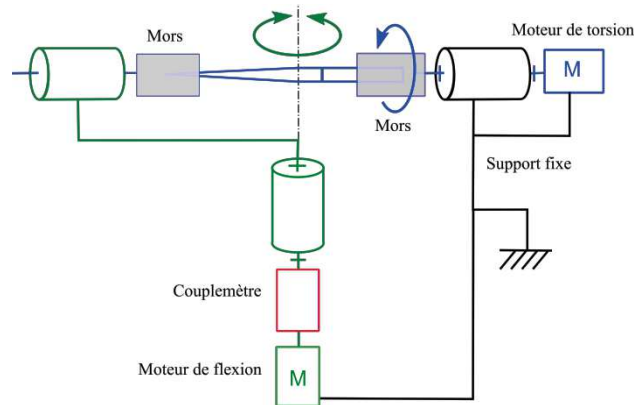


Figure IV.1.2 : Schéma cinématique de la configuration en essai de flexion rotative

Nous reprenons la même configuration que celle décrite précédemment (Figure IV.1.2), mais le moteur de torsion n'est plus fixe et entraîne en rotation l'éprouvette. Cette dernière tourne librement mais est fléchie par l'axe de flexion pendant la rotation ce qui génère une sollicitation de flexion rotative. Le moment de flexion est mesuré par un couplemètre et l'angle de flexion par un codeur optique. La vitesse de rotation du moteur est déduite de l'angle moteur mesuré par un codeur optique.

IV. 1. 2. 3. Essai de torsion.

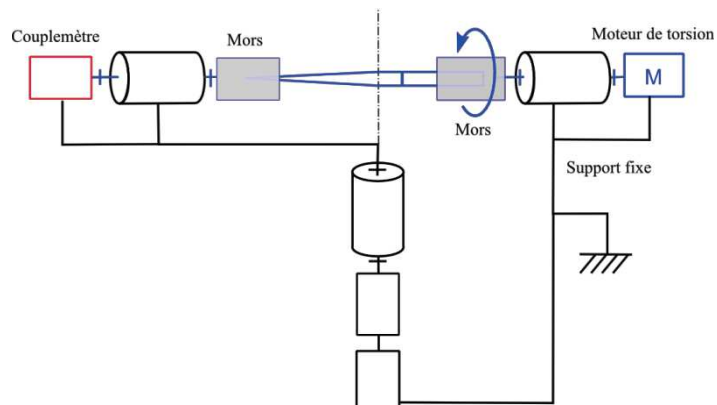


Figure IV.1.3 : Schéma cinématique de la configuration en essai de torsion

Dans cette configuration (Figure IV.1.3), l'axe de flexion est bloqué en position initiale. L'éprouvette est encadrée entre deux mors. Le moteur de torsion lui applique un couple qui est mesuré par le couplemètre au bout de l'axe de torsion.

IV. 1. 3. Architecture de la machine

Afin de garantir un alignement correct des différents mors une attention particulière a été portée sur les moyens de réglage et d'alignement. L'architecture de la machine a été définie de la sorte (Figure IV.1.5 et Figure IV.1.6) :

- Une liaison pivot indépendante du moteur de torsion est réalisée à l'aide de deux roulements à billes. Elle est accouplée à ce dernier par un accouplement élastique et un limiteur de couple mécanique. Cette liaison permet d'avoir un guidage en rotation de l'arbre d'entrée indépendante de la liaison du moteur.
- Le guidage en rotation de l'arbre de sortie est assuré par des palier lisses.
- Les supports des deux arbres des mors sont mobiles. Ils sont posés sur système de réglage (3 liaisons ponctuelles) afin de pouvoir réaliser des alignements parfaits entre nos deux axes.
- La machine est posée sur trois pieds réglables pour assurer l'horizontalité de l'arbre du mors mobile et éviter des couples parasites (Figure IV.1.6).

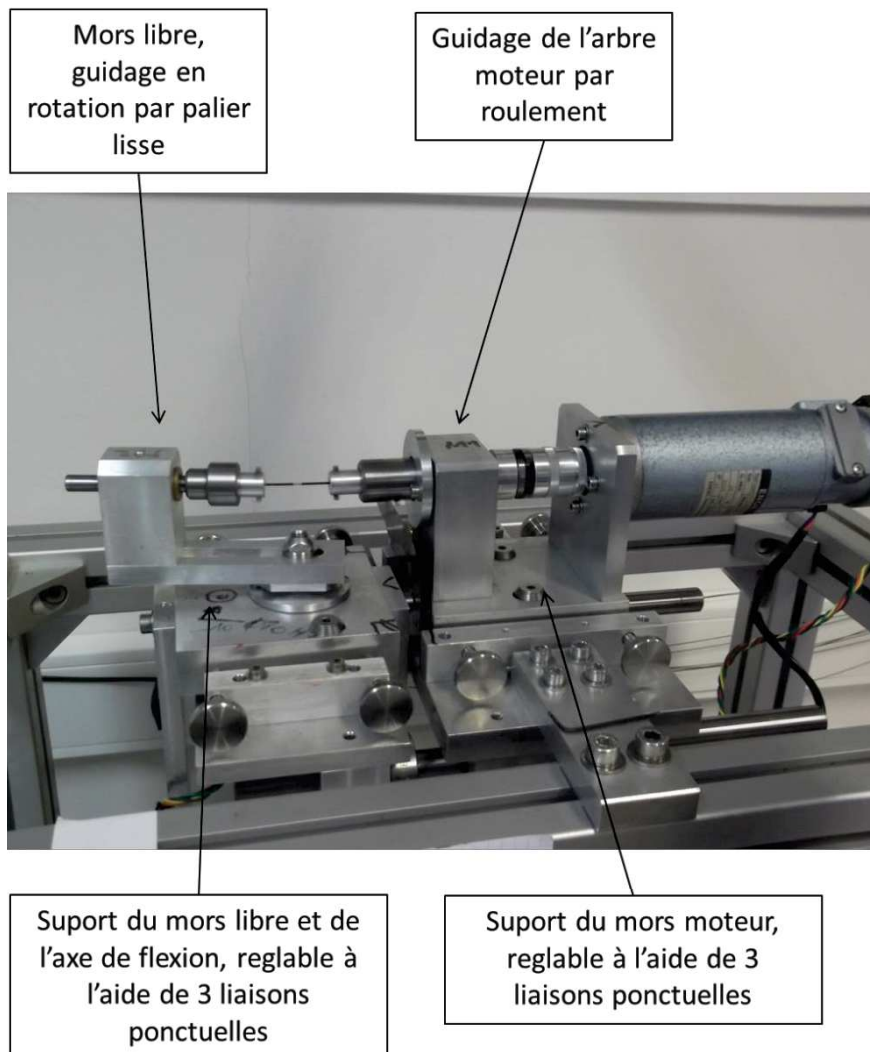


Figure IV.1.5 : Partie haute de la machine de flexion rotative

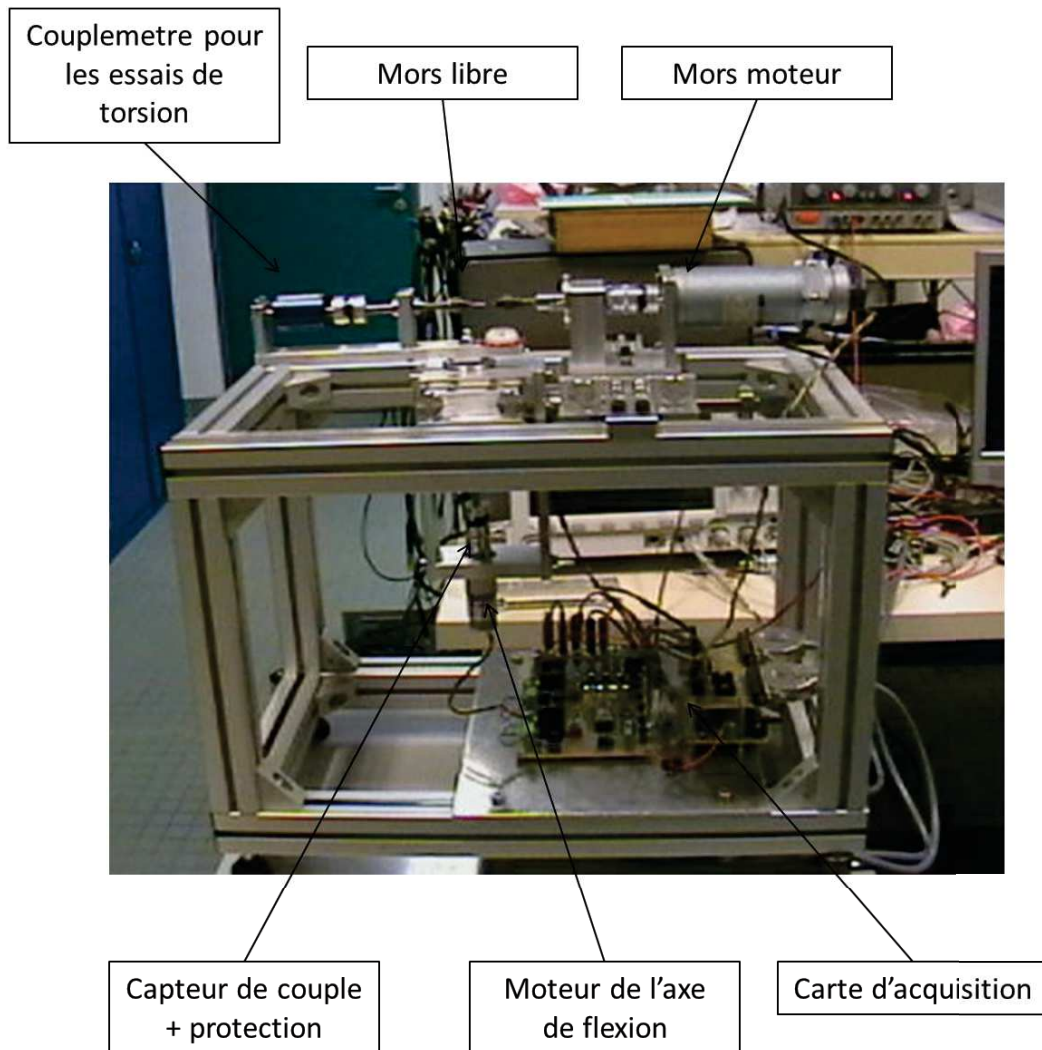


Figure IV.1.6 : Architecture de la machine de flexion rotative en mode torsion

Ces degrés de réglages garantissent un bon alignement des axes et permettent de supprimer les effets de balourd lors d'essais de flexion rotative. De plus, une attention particulière a été portée sur le système d'amarrage des instruments et éprouvettes afin d'éviter les ruptures dans les mors. Les capteurs de couples peuvent mesurer des couples jusqu'à 200 N.mm plus ou moins 0,5 N.mm.

IV. 1. 4. Electronique de commande

L'électronique de commande de la machine est décomposée en plusieurs parties (Figure IV.1.7).

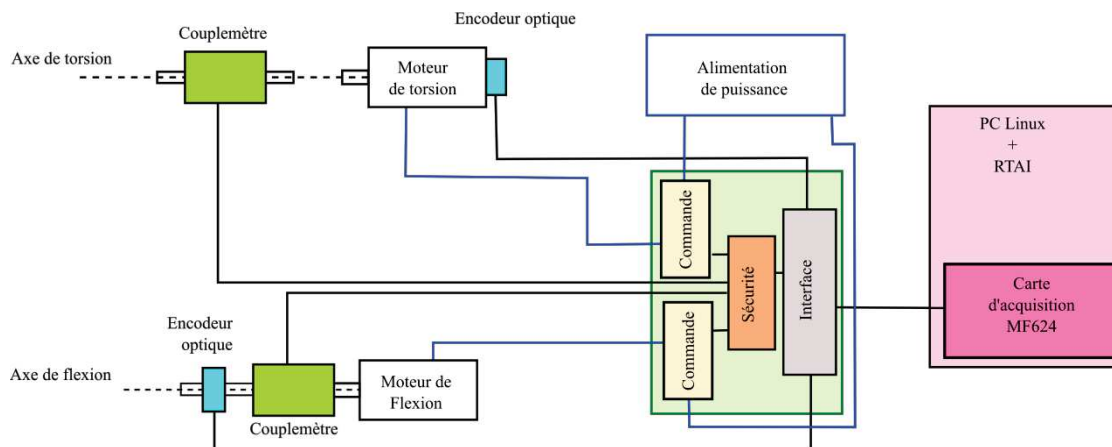


Figure IV.1.7 : Schéma de l'électronique de commande

La commande est réalisée par un PC équipé du système d'exploitation Linux et d'un noyau temps réel RTAI. Ce PC s'interface avec la machine via une carte d'acquisition MF624 de la marque Humusoft. Cette dernière permet de récupérer l'ensemble des informations issues des capteurs de la machine et de générer les signaux de commande pour les moteurs électriques.

Les signaux d'entrée et de sortie de cette carte MF624 sont dispatchés par une carte d'interface en gris sur la figure. Les signaux des encodeurs optiques sont directement récupérés par la carte d'interface puis transmis au PC.

Les couplemètres sont protégés par un limiteur de couple mécanique. Pour plus de sécurité et éviter une surcharge mécanique des couplemètre par les moteurs électriques, une carte de sécurité a été développée. Elle mesure en permanence le couple dans chacun des moteurs et coupe la commande du moteur en cas de surcharge. Cette fonction de sécurité gère également l'arrêt d'urgence. Elle est développée autour d'un circuit reconfigurable de type CPLD (Complex Programming Logic Device). Ceci permet de reconfigurer facilement l'ensemble de la gestion des sécurités en phase de mise au point. Nous avons choisi cette option car elle permet d'avoir une logique de sécurité « cablée » au lieu d'une sécurité programmée à l'aide d'un micro contrôleur. Les signaux des couplemètres sont ensuite renvoyés à la carte d'interface et transmis au PC.

La commande des moteurs est effectuée en MLI (Modulation de Largeur d'Impulsion ou PWM, Pulse Weight Modulation). Ce type de commande permet d'avoir un couple important à faible vitesse de rotation. Les signaux de commandes sont générés par le PC et la carte MF624. Ils sont envoyés via la carte interface à la carte de sécurité avant d'être envoyés à la carte de commande qui traduit les impulsions de commande en impulsions de puissance via un contrôleur de pont H de type LM18200. La commande en MLI consiste à générer un signal carré dont le rapport cyclique varie. La puissance envoyée dans le moteur est proportionnelle au rapport cyclique de commande. Ceci permet d'envoyer entre 0% et 100% de la puissance demandée par le moteur. Cela permet d'avoir également un couple

important à faible vitesse de rotation (rapport cyclique faible). La fréquence de commande est d'environ 30kHz pour éviter d'entendre les moteurs.

IV. 1. 5. Capteurs de position

Pour pouvoir mesurer les positions des axes, deux codeurs optiques ont été utilisés.

Pour l'axe de torsion le codeur optique est directement monté sur l'axe moteur. C'est un codeur de type HEDS 5500 qui génère deux signaux carrés en quadrature avec 500 impulsions par tour. Comme nous récupérons deux fronts hauts et deux front bas par créneau, ceci permet d'avoir une précision en position de l'axe moteur de $360^\circ/(500*4)=0,18^\circ$.

L'estimation de la vitesse de rotation est effectuée par une estimation de la dérivée de la position à l'aide d'un filtre Alien (Fliess 2008). Cette méthode permet de s'affranchir des problèmes liés à la dérivée brute de signaux numériques bruités.

Pour l'axe de flexion nous avons utilisé dans un premier temps le même type de codeur. Puis pour augmenter la précision, un codeur optique à 10000 impulsions par tour a été installé. Ceci amène la précision sur cet axe à 0,009°.

Pour les deux axes, les signaux issus des codeurs optiques sont directement traités par la carte MF624 via des entrées spéciales pour codeurs en quadrature. La carte détermine le sens de rotation grâce au décalage des signaux en quadrature. Elle incrémente ou décrémenté alors un compteur 32 bit à chaque front détecté. La capacité du compteur permet de faire tourner le moteur de torsion pendant plus de 2 millions de tours sans débordement de compteur, ce qui est plus que suffisant pour nos applications.

IV. 1. 6. Commande de la machine

La génération des lois de commande a été développée sur un PC équipé du système d'exploitation Linux. Pour obtenir un comportement temps réel, nous avons modifié le noyau linux à l'aide de RTAI. RTAI est un patch noyaux plus une librairie de développement qui permet d'obtenir un ordonnanceur temps réel en plus de l'ordonnanceur Linux ainsi qu'un ensemble de fonction permettant de développer plusieurs taches temps réel parallèles. L'interface homme machine (IHM) a été développée à l'aide de Gtk-- qui est une librairie de développement d'interface en C++.

Les commandes des deux axes sont basées sur un contrôle classique par PID. Chaque moteur est géré par une tache temps réel qui calcul 4000 fois par seconde la commande à générer en fonction de la consigne du moteur et de l'état de l'axe commandé.

Le moteur de torsion est commandé en vitesse pour les essais en flexion rotative et en position pour les essais de torsion.

Le moteur de flexion est seulement commandé en position.

Les consignes de position et de vitesse sont définies en fonction des essais via l'IHM.

À l'aide de cette machine de flexion rotative, nous allons donc pouvoir réaliser des essais de comportement (flexion-torsion) sur instrument ainsi que des essais de type fatigue en flexion rotative. Dans la suite nous verrons l'utilisation de ce dispositif.

IV.2. Modélisation des courbes de fatigue sur structure : application aux éprouvettes diablo et aux instruments

IV. 2. 1. Mise en place des essais de comportement

Dans un premier temps, nous avons commencé par mettre au point les essais sur les éprouvettes diablo. L'éprouvette est montée dans un cylindre percé au diamètre du fil et maintenue à l'aide de vis de pression (Figure IV.2.1a). L'ensemble est ensuite mis en place dans la machine de flexion rotative. On impose une distance de 30 mm entre les deux mors. L'entaille est positionnée au milieu, entre les deux mors. De plus l'axe de la flexion est positionné de manière centrée au niveau de l'entaille.

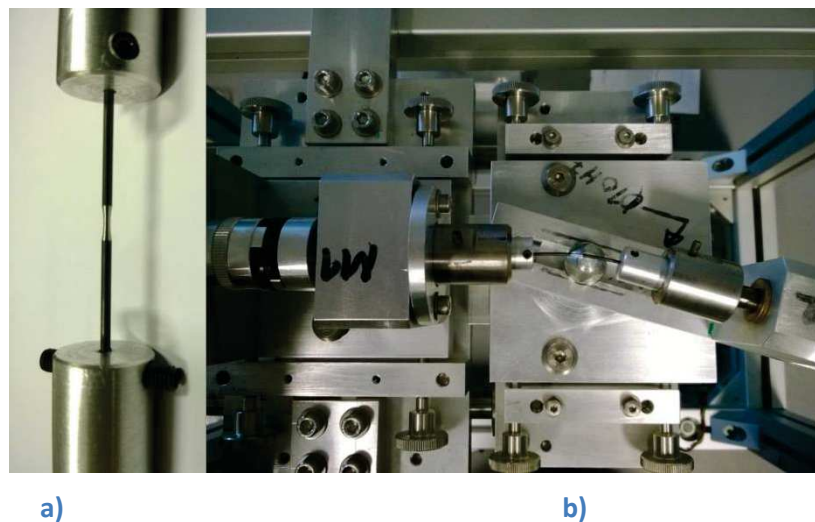


Figure IV.2.1 : Montage de flexion simple sur éprouvettes diablo, a) positionnement de l'éprouvette diablo de diamètre 1 mm vierge dans les plots de guidages, b) flexion imposée à l'éprouvette diablo de diamètre 1 mm vierge

Des essais de charges-décharges progressivement croissantes sur des éprouvettes diablo de diamètre $\varnothing_f = 1 \text{ mm}$ $\varnothing_e = 0,6 \text{ mm}$, ont été réalisés. Le couple de flexion mesuré en fonction de l'angle de flexion imposé est tracé. La Figure IV.2.2 montre le résultat pour l'éprouvette de diamètre $\varnothing_f = 1 \text{ mm}$ $\varnothing_e = 0,6 \text{ mm}$ vierge. Nous pouvons constater que pour les angles de flexion inférieure à 20° on n'observe pas de transformation. La réponse est donc élastique. Puis entre 20 et 40° de flexion, on retrouve le comportement super-élastique de la structure. Le signal est légèrement bruité du fait des faibles niveaux de chargements imposés par rapport à la sensibilité des capteurs.

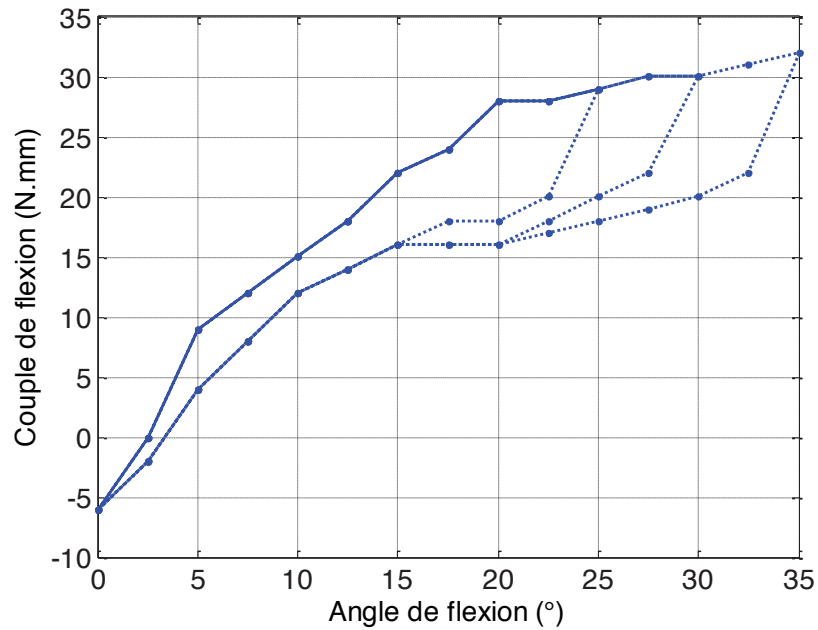


Figure IV.2.2 : Courbe de comportement en flexion simple de l'éprouvette diabolo $\phi_f = 1 \text{ mm}$ $\phi_e = 0,6 \text{ mm}$ vierge (charges décharges croissantes)

La Figure IV.2.3 montre le résultat pour l'éprouvette de diamètre $\phi_f = 1,2 \text{ mm}$ $\phi_e = 0,8 \text{ mm}$ vierge. De la même manière on retrouve un comportement élastique pour les angles de flexion inférieurs à 15° et un comportement super-élastique ensuite.

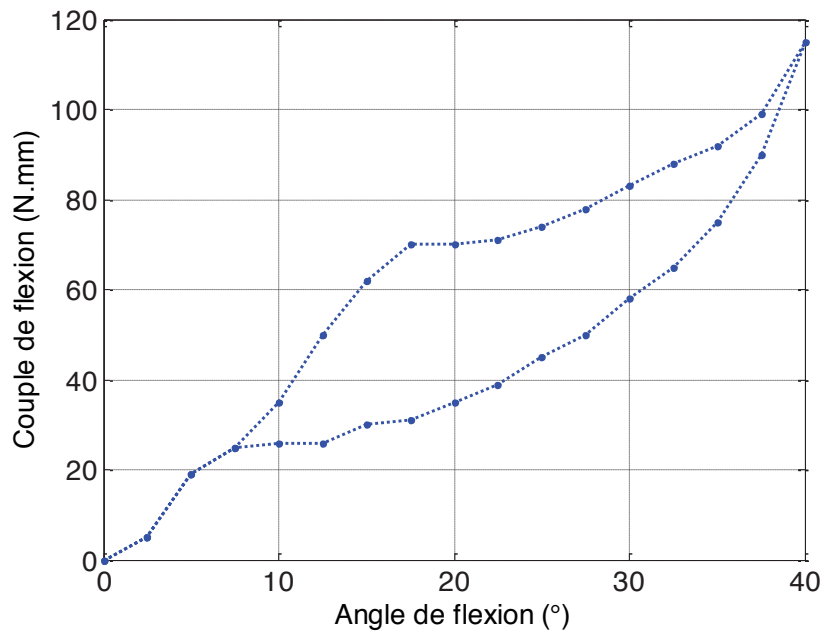


Figure IV.2.3 : Courbe de comportement en flexion simple de l'éprouvette diabolo $\phi_f = 1,2 \text{ mm}$ $\phi_e = 0,8 \text{ mm}$ vierge (charge décharge)

Ces essais sont réalisés à cinématique imposée. Durant les essais le moment de flexion est mesuré en continu. Nous avons ensuite réalisé des essais de fatigue sur les éprouvettes diablo et sur les instruments endodontiques.

IV. 2. 2. Mise en place des essais de fatigue

IV. 2. 2. 1. Essais de fatigue sur éprouvettes diablo

Nous avons donc réalisé une campagne de fatigue sur éprouvette diablo pour différents angles de flexion compris entre 5 et 35°. Chaque éprouvette a été emmenée à rupture ou l'essai a été arrêté à deux millions de cycles. La vitesse de rotation était fixée à 400 tr/min. Cette vitesse est celle utilisée par les praticiens lors de l'utilisation des instruments.

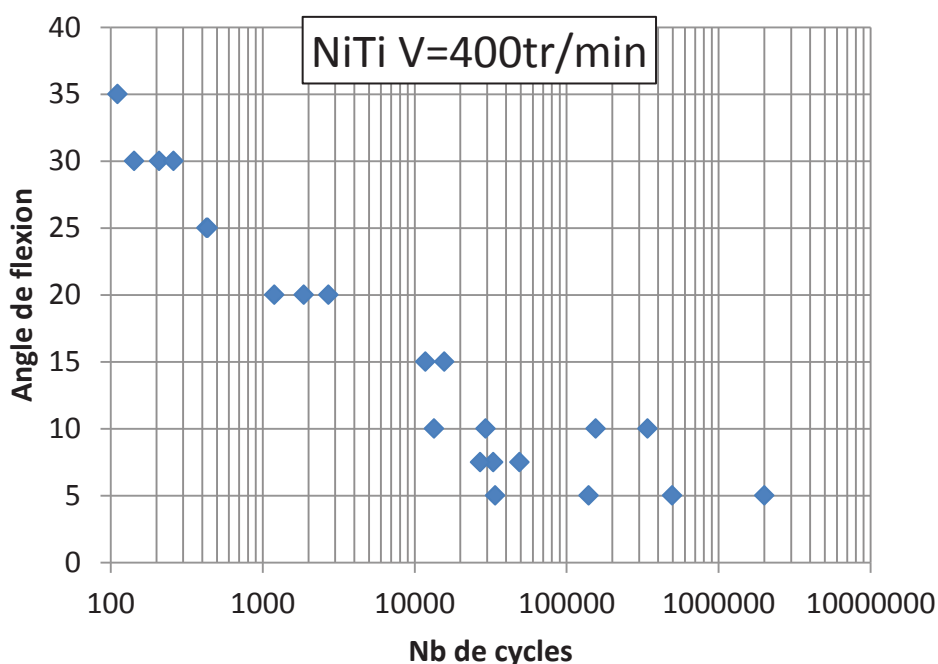


Figure IV.2.4 : Comparaison essai modèle sur éprouvettes diablo $\varnothing_f = 1 \text{ mm}$ $\varnothing_e = 0,6 \text{ mm}$

Sur la Figure IV.2.4, on peut voir les différents points de fatigue. Une vingtaine d'essais ont été réalisés. Comme on peut s'y attendre la dispersion est plus faible pour les hauts niveaux de chargement et devient plus importante pour les bas niveaux de chargement. Par exemple il est possible de voir qu'une grande dispersion existe pour un angle de flexion de 5°.

IV. 2. 2. 2. Essais de fatigue sur instruments

Nous avons mis en place une campagne de fatigue sur les instruments endodontiques OneShape® de Micro-Méga. Pour réaliser les essais de fatigue, l'instrument est maintenu en position dans un mors sur une longueur de 5 mm. L'axe de flexion est placé à 10 mm du bord extérieur du mors (Figure IV.2.5a). La pointe de l'instrument est en appui sur une lamelle rainurée afin d'imposer la flexion de l'instrument (Figure IV.2.5b). L'axe de sortie n'est donc pas mobile dans cette configuration. Nous avons été obligés d'éliminer toutes les solutions avec une liaison de type encastrement entre le mors de sortie et l'instrument car nous

observations systématiquement des ruptures dans les mors. La version retenue du montage garantit des ruptures loin des mors. Les simulations éléments finis nous ont aidé dans la mise au point de l'essai et dans la maîtrise de la zone de rupture.

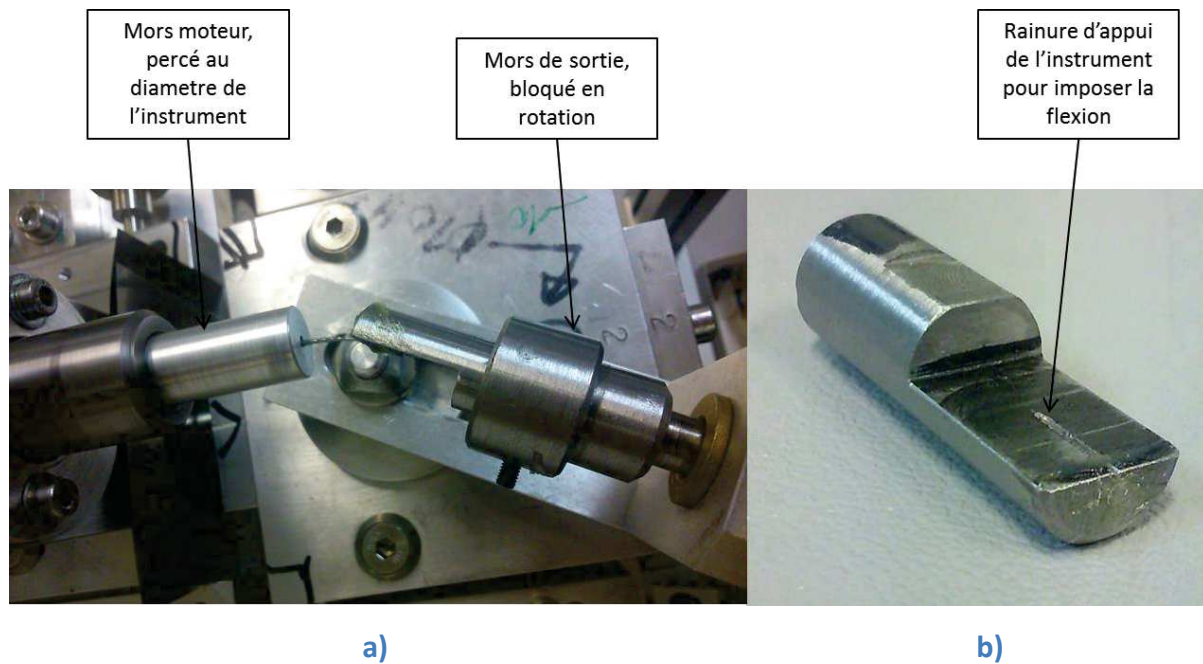


Figure IV.2.5 : a) Montage de l'instrument dans la machine de flexion rotative, b) moyen d'appui pour imposer la flexion

Nous avons donc réalisé une campagne de fatigue sur ces instruments (Figure IV.2.6). Une quinzaine d'instruments a été testée pour des chargements compris entre 5 et 35°. Nous avons choisi d'arrêter les essais à un million de cycles lorsque la rupture n'est pas survenue.

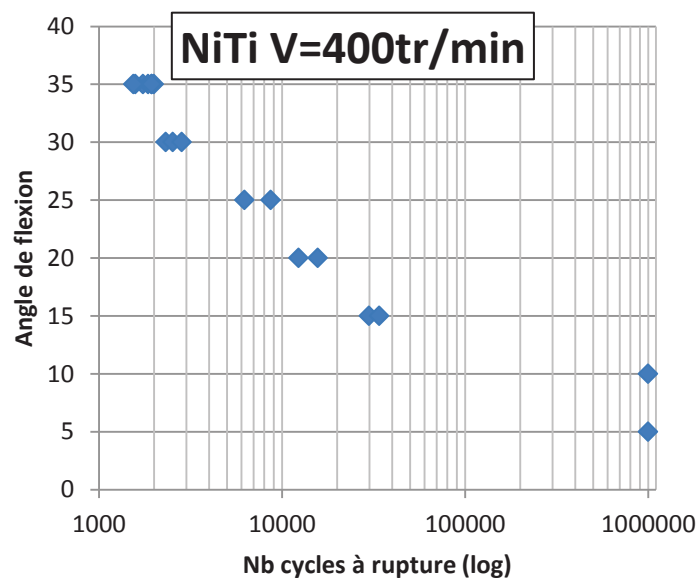


Figure IV.2.6 : Essais de fatigue sur instruments endodontiques

Ces essais vont pouvoir par la suite être comparés aux prévisions du modèle de fatigue.

IV. 2. 3. Mise en place du modèle de fatigue HCF identifié à l'aide d'essais d'auto-échauffement

Nous avons vu que nous étions capable de modéliser nos essais de flexion à l'aide d'un modèle éléments finis. Nous allons maintenant chercher à exploiter ces simulations et le modèle de fatigue que nous avons mis en place à partir des essais d'auto-échauffement. Pour le moment notre modèle de fatigue a été mis en place sur des éprouvettes diabolo et pour des chargements de type traction-traction.

A l'aide d'un calcul éléments finis élastique (on s'intéresse au niveau de chargement inférieur à la limite de début de transformation) nous allons avoir l'état de contrainte de notre éprouvette ou de notre instrument au cours d'un chargement de flexion rotative. La détermination de l'amplitude du chargement en chaque point de la structure permet alors, à partir du comportement en fatigue déterminé par les essais d'auto-échauffement et leurs modélisations, de calculer un champ de durée de vie en fatigue en fonction d'une probabilité de rupture. La durée de vie de la structure correspond à la valeur minimale sur la structure. Nous allons dans un premier temps mettre en place la méthode sur les éprouvettes diabolo puis nous l'appliquerons aux instruments.

IV. 2. 3. 1. Outil de post-traitement à la fatigue ad hoc, 4Cast

4Cast (ForeCast) est un outil numérique de post-traitement en fatigue dédié à la prévision de la tenue en fatigue polycyclique de structures. Il a été développé dans le cadre des thèses d'Ezanno (2010) et de Puget (2013) et adapté aux besoins de notre étude. Reposant sur le modèle de fatigue qui a fait l'objet du chapitre III, il permet d'étudier des structures soumises à des chargements cycliques complexes. Cette partie est consacrée à la présentation du fonctionnement de cet outil.

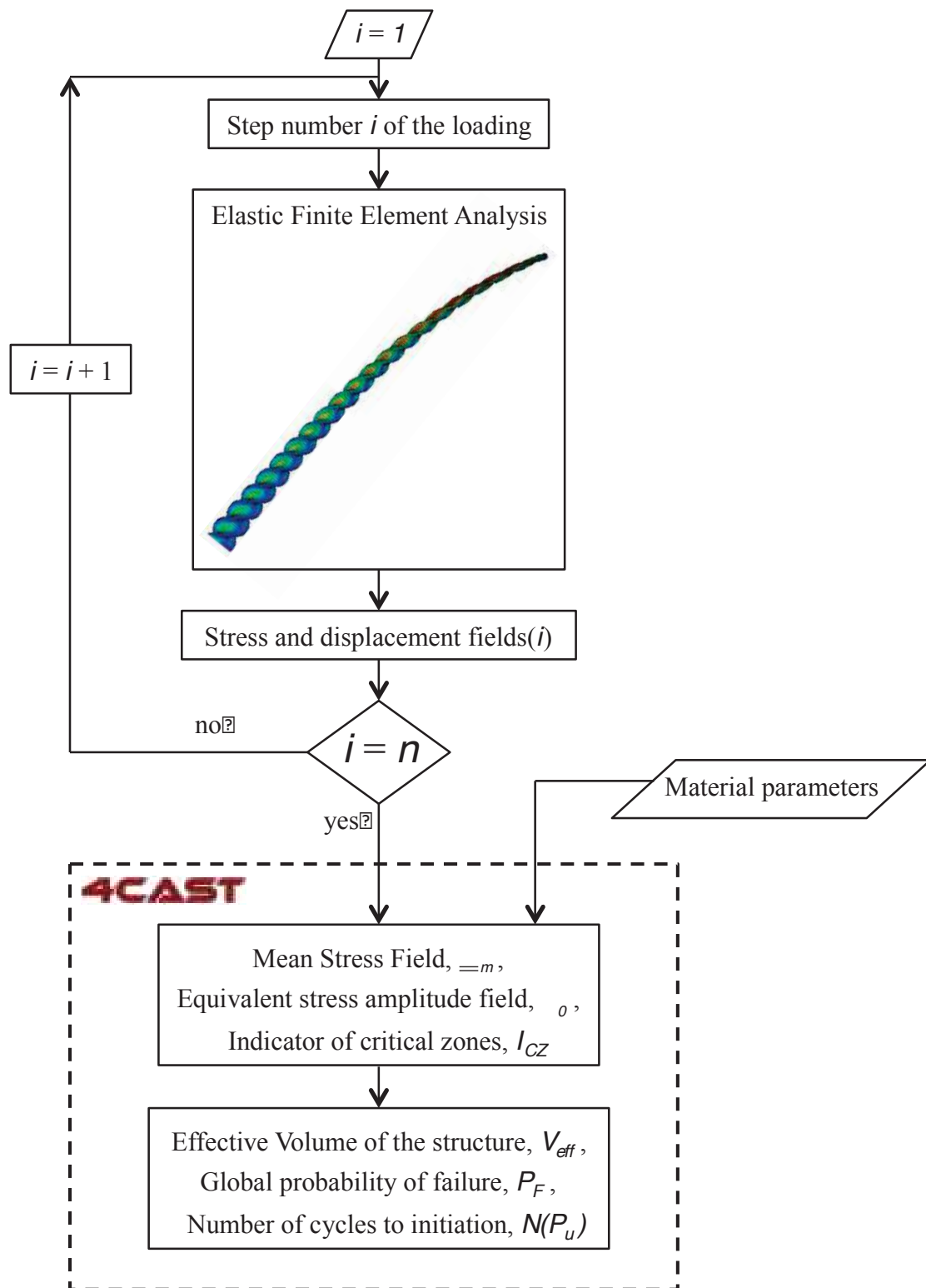


Figure IV.2.7 : Architecture de la chaîne numérique 4cast.

L'architecture de 4Cast est représentée sur la Figure IV.2.7. À partir du modèle numérique d'une pièce au design donné (e.g., le maillage d'un instrument dentaire), un chargement cyclique et des conditions aux limites lui sont appliqués afin de mener des calculs de type éléments finis (E.F.). Le chargement cyclique est discrétisé en un certain nombre de pas de chargement. Un calcul E.F. est effectué pour chacun des pas de chargement. Dans notre cas,

ces calculs E.F. sont du type élastique en grands déplacements. A l'issue de ces calculs, le champ de contrainte extrapolé aux noeuds pour chacun des points du chargement cyclique discrétisé est stocké et alimente le module de post-traitement en fatigue. Les paramètres matériaux correspondant au critère de fatigue employé, ($m, S_0^m V_0$ et A), sont également des données d'entrée de ce module. L'outil *4Cast* effectue alors les deux étapes suivantes :

- tout d'abord, il détermine le champ de contraintes moyennes du chargement cyclique ainsi que le champ d'amplitudes des contraintes associé en chaque nœud du maillage ;
- puis, il fournit en sortie les résultats de prévision de tenue en fatigue de la structure pour le chargement considéré, *i.e.* le nombre de cycles à l'amorçage pour une probabilité donnée et une carte de risque à l'amorçage de la structure.

Nous décrivons dans la suite les détails de ces deux étapes.

La première tâche de *4Cast* consiste donc à déterminer la contrainte moyenne du trajet de chargement cyclique donné. Pour illustrer cette étape, prenons le cas d'un trajet de chargement dans un plan ($\Sigma_{11}; \Sigma_{22}$). On peut se donner une représentation discrétisée dans cet espace. Celle-ci a une allure de nuage de points. L'idée est alors de trouver les coordonnées du centre du plus petit cercle englobant ce nuage de points. Pour ce faire, *4Cast* utilise l'algorithme proposé par Yildrin (2008). Il permet d'obtenir une valeur de la contrainte moyenne et du rayon de la plus petite hypersphère englobant l'ensemble des contraintes (Figure II.2.8)

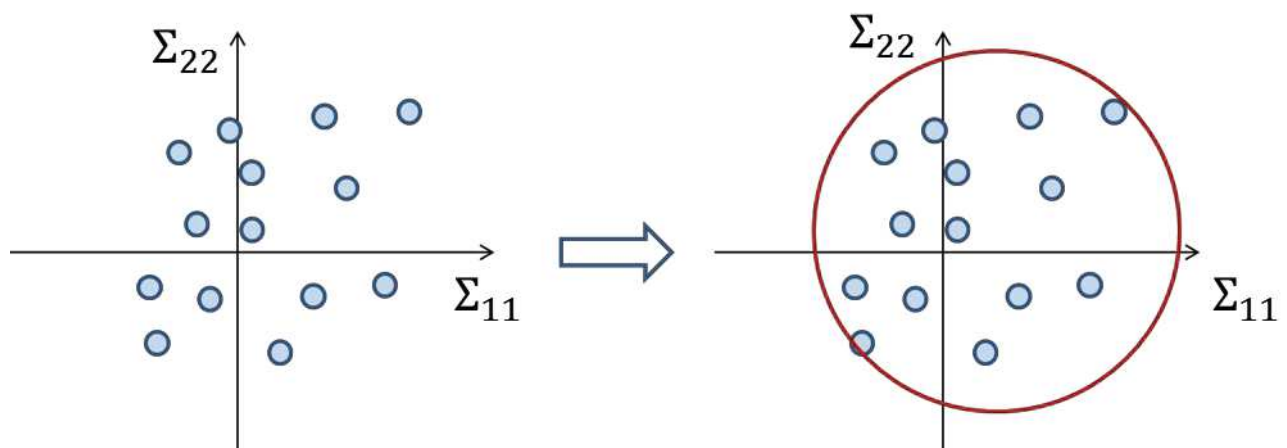


Figure IV.2.8 : Recherche du plus petit cercle englobant l'ensemble des contraintes

Dans le cas de chargements cycliques multiaxiaux fortement non proportionnels, l'espace est de dimension 6 (*i.e.* six composantes indépendantes dans le tenseur des contraintes). On doit donc trouver le centre de la plus petite hypersphère englobant tous les points du chargement cyclique discrétisé. L'algorithme employé pour répondre à ce problème a été proposé par Yildirin (2008). Il revient à déterminer le tenseur Σ_m tel que :

$$\underline{\underline{\Sigma}}_m = \min_{\underline{\underline{X}}} \left[\max_{i=\{1,\dots,n\}} \left[\left\| \underline{\underline{\Sigma}}_i - \underline{\underline{X}} \right\| \right] \right] \quad \text{Eq 124}$$

où n est le nombre de pas du chargement cyclique discrétisé, Σ_i est le tenseur des contraintes au $i^{\text{ème}}$ pas de temps et $\| \cdot \|$ est la norme de von Mises.

Le critère d'arrêt de ce processus itératif a été défini afin d'obtenir un bon compromis entre précision de valeur de la contrainte moyenne calculée et le temps de calcul.

On note alors Σ_0 le rayon de la plus petite hypersphère englobant les points de chargement :

$$\Sigma_0 = \min_{i=\{1,\dots,n\}} \left\| \underline{\underline{\Sigma}}_i - \underline{\underline{\Sigma}}_m \right\| \quad \text{Eq 125}$$

et p_m la pression hydrostatique moyenne :

$$p_m = \frac{1}{3} \text{trace} \left(\underline{\underline{\Sigma}}_m \right) \quad \text{Eq 126}$$

4Cast calcule ensuite la probabilité de rupture, P_F , de la structure à l'endurance illimitée pour le chargement considéré à partir de la relation définie dans le chapitre 3 :

$$P_F = 1 - e^{-\frac{V_{eff}(\frac{\Sigma_F}{S_0})^m}{V_0}} \quad \text{Eq 127}$$

Avec $V_{eff} = V \cdot H_m$, le volume effectif où $H_m = \frac{1}{v} \int \left(\frac{r}{\Sigma_F} \right)^m dV$ est le facteur d'hétérogénéité des contraintes et $\Sigma_F = \max_V(r)$ (Hild 1992) et V le volume de la structure.

On peut alors calculer le nombre de cycles à amorçage, N_R , pour une probabilité choisie par l'utilisateur, P_u , donné par :

$$N(P_u) = \frac{A}{\left\langle 1 - \left(\frac{\ln(1 - P_u)}{\ln(1 - P_F)} \right)^{\frac{1}{m}} \right\rangle \Sigma_0^2} \quad \text{Eq 128}$$

Cette dernière équation nous donne accès au faisceau de courbes de Wöhler paramétrées par la probabilité de rupture, P_u , choisie. Ce faisceau de courbes peut alors être comparé aux résultats d'essais de fatigue sur instruments.

IV. 2. 3. 2. Application aux éprouvettes diabolo en flexion rotative

Une simulation numérique sur les éprouvettes diabolo pour des angles de flexion inférieure à 20° a été réalisée. Cette simulation est couplé une rotation de 360° afin d'obtenir le chargement mécanique pour un cycle de fatigue. On utilise ensuite le champ de contrainte obtenu en entrée du module de fatigue. A la sortie, les points de fatigue pour différentes probabilités de rupture sont calculés. On réalise cette opération pour différents niveaux de chargement afin de représenter toute la courbe de fatigue. Ces résultats sont comparés aux essais de fatigue sur la Figure IV.2.9.

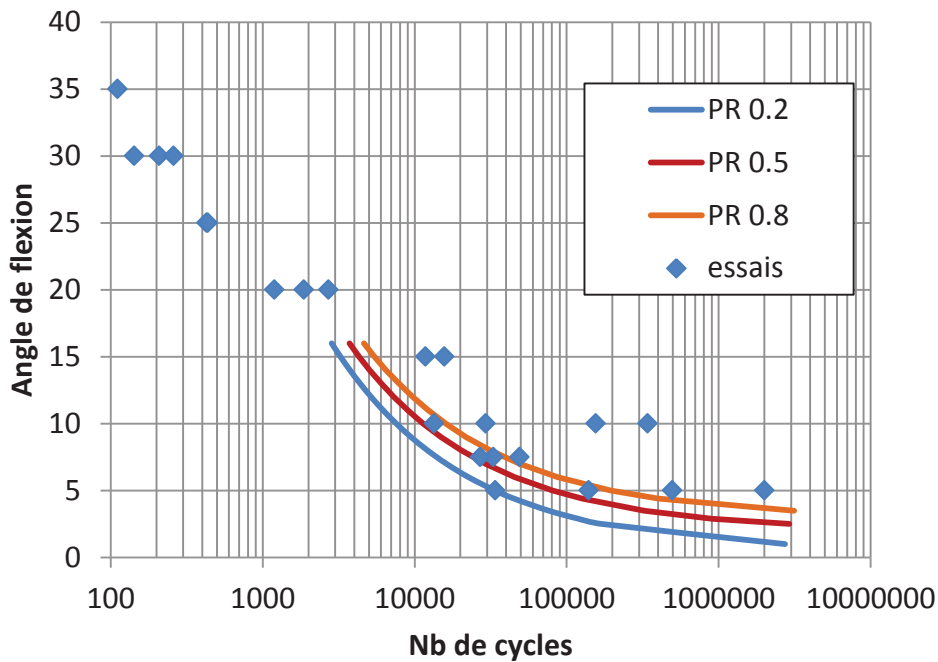


Figure IV.2.9 : Comparaison du modèle de fatigue aux essais

On remarque que le modèle prévoit assez bien les résultats de fatigue mais qu'il ne prend pas bien en compte la dispersion des résultats. Cependant le modèle est conservatif. Le modèle est fait pour la fatigue à grand nombre de cycles. Il n'y a donc pas de comparaison à faire pour des angles de flexion grands. Nous allons donc maintenant réaliser la comparaison entre le modèle et les essais de fatigue sur instrument.

IV. 2. 3. 3. Application aux instruments

Nous avons également mis en place une simulation numérique sur les instruments. A partir d'une géométrie fournie par Micro-Méga nous avons mis en place la simulation associée à nos essais de fatigue. Nous avons maillé nos instruments à l'aide d'environ 100 000 éléments tétraédriques quadratiques. Nous avons adopté les mêmes conditions aux limites que pour les essais. La base de l'instrument est encastree. On impose la flexion sur la pointe de l'instrument. Le mouvement de la pointe de l'outil est rattaché à un point situé à 10 mm de la base de l'instrument sur l'axe non déformé de l'outil. On impose ensuite une rotation à ce point. L'instrument étudié est le système mono instrumental OneShape® (Micro-Méga).

Ces résultats sont ensuite comparés à ceux obtenus par les essais de fatigue (Figure IV.2.10). Cette comparaison est très satisfaisante. Le modèle permet d'estimer non seulement la tenue en fatigue de la structure mais aussi la dispersion associée. Des résultats de fatigue à grand nombre de cycles permettront de renforcer cette comparaison.

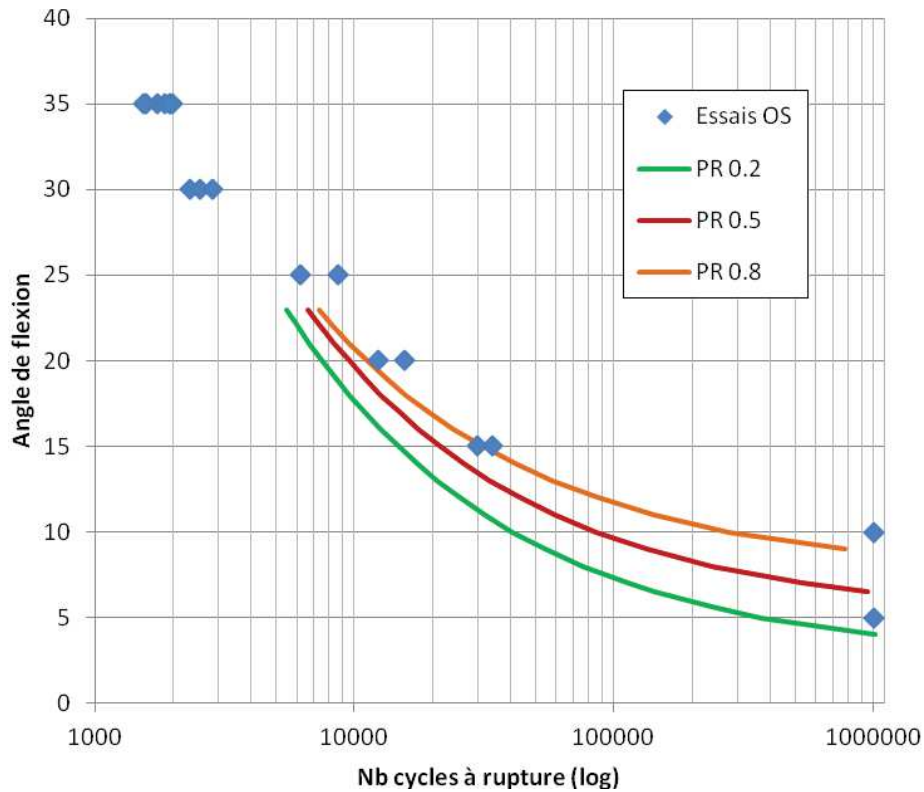


Figure IV.2.10 : Comparaison essai-modèle sur des instruments endodontiques OneShape®

IV.3. Bilan

Dans cette partie nous avons réalisé la conception et la fabrication d'une machine de flexion rotative afin de pouvoir réaliser des essais de validation sur éprouvettes diabolo et sur instruments pour des sollicitations de flexion rotative.

Nous avons ensuite mis en place un module de fatigue. Ce module est basé sur le modèle de fatigue présenté dans le chapitre III et identifié à partir des essais du chapitre II. Ce modèle nous a permis de prévoir les courbes de fatigue pour plusieurs probabilités de rupture.

Dans un troisième temps nous sommes venus réaliser des essais de fatigue sur éprouvettes diabolo et sur instruments à l'aide de la machine de flexion rotative. Nous avons ainsi obtenu des courbe de fatigue sur les éprouvettes diabolo et sur les instruments.

Finalement nous avons comparé les résultats des essais aux résultats du modèle. La comparaison est plus que satisfaisante pour la fatigue HCF.

Conclusion

L'objectif principal de la thèse, fixé en introduction, était de déterminer les propriétés en fatigue à grand nombre de cycles des instruments dentaires et de mettre en place une chaîne numérique afin de prévoir les propriétés en fatigue de ces structures à partir d'essais simples et rapides. Pour cela, nous avons choisi d'adapter la technique d'auto-échauffement, développée au laboratoire depuis quelques années, au cas des AMF. Dans un premier temps nous avons montré la mise au point du protocole expérimental. L'étude a été initiée en utilisant des éprouvettes filaires, mais il a été rapidement constaté que des problèmes de localisation de transformation au niveau des conditions aux limites apparaissaient. La forme des éprouvettes a évolué et des éprouvettes diabolos ont été proposées.

Les premiers essais d'auto-échauffement sur les éprouvettes vierges ont été réalisés. Un dépouillement empirique des essais d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique nous a permis d'estimer la limite d'endurance du matériau. Cette limite d'endurance est comparée avec celle obtenue de manière classique à l'aide d'essais de fatigue. La comparaison est très satisfaisante. L'avantage de la première méthode est de ne nécessiter qu'une éprouvette et qu'une heure d'essai contre environ une vingtaine d'éprouvettes et 300 heures d'essai.

Nous avons donc décidé d'appliquer la méthode à d'autres états du matériau afin d'étudier l'influence de différents paramètres notamment ceux liés au procédé de fabrication. Nous avons fait le choix des paramètres qui suivent :

- l'électropolissage ;
- le diamètre des fils ;
- la stérilisation

Les résultats obtenus à l'aide des essais d'auto-échauffement ont été comparés à ceux obtenus par des essais de fatigue classiques. L'auto-échauffement permettait systématiquement une bonne estimation de la limite d'endurance.

Afin d'aller plus loin dans l'exploitation des essais d'auto-échauffement et dans l'objectif de mettre en place un modèle de fatigue pour les instruments dentaires, nous avons choisi de mettre en place une modélisation de l'auto-échauffement. Cette modélisation est très importante. Elle permet non seulement de prédire la tenue en fatigue mais également de justifier le lien entre la fatigue et l'auto-échauffement du matériau sous sollicitation cyclique.

Pour cela, nous avons commencé par étudier différents modèles de comportement pour AMF afin d'identifier les éléments nécessaires à la modélisation de l'auto-échauffement constatés expérimentalement. Il a été observé que pour décrire l'auto-échauffement et pour retrouver les spécificités du comportement thermomécanique des AMF, il était nécessaire, d'une part, d'introduire le couplage thermomécanique, et d'autre part, la dissipation intrinsèque. La prise en compte du couplage thermomécanique permet de capter la

sensibilité à la vitesse de sollicitation. Tandis que la prise en compte de la dissipation permet de capter l'auto-échauffement du matériau sous sollicitation cyclique. Ces ingrédients ont ensuite été pris en compte dans une modélisation à deux échelles avec l'idée du développement des sites de micro-transformation sous sollicitation cyclique. Une première version déterministe a permis de décrire l'auto-échauffement. Cependant l'augmentation de la température obtenue était brutale et linéaire. Une deuxième version de la modélisation a donc été proposée. Dans cette version de la modélisation, un scénario probabiliste d'apparition des sites de micro-transformation a été introduit. Des variantes de cette modélisation probabiliste à deux échelles ont été considérées et l'équivalence entre certaines a été démontrée. Toutes les versions probabilistes développées permettaient de décrire l'auto-échauffement. La version finale avait l'avantage de réduire le nombre de paramètres à identifier et de simplifier son utilisation.

Un modèle de fatigue a ensuite été mis en place. Le modèle proposé a été systématiquement identifié à partir d'une courbe d'auto-échauffement expérimentale. Ce qui a permis l'alimentation du modèle de fatigue. De cette manière les courbes S/N du matériau ont été obtenues. La modélisation a été appliquée aux différents lots du matériau et les résultats de fatigue obtenus par simulation ont été systématiquement comparés aux résultats expérimentaux de fatigue. La modélisation prédit correctement non seulement les propriétés en fatigue mais également la dispersion associée. Toutes les comparaisons ont été réalisées pour des sollicitations de type traction-traction sur des éprouvettes diablo.

Une fois le modèle de fatigue testé et validé pour les chargements de traction-traction. Nous avons cherché à le mettre en place sur les instruments pour les chargements de flexion rotative. Pour valider le modèle nous avons conçu et réalisé une machine de flexion rotative dédiée aux instruments. Elle permet donc la réalisation des essais de validation sur structure. Nous avons choisi de décomposer notre validation en deux étapes. Tout d'abord sur des éprouvettes diablo puis sur des instruments.

Nous avons ensuite mis en place un module de fatigue pour la prédiction de la tenue en service des structures de NiTi. Ceci a permis de compléter l'outil 4Cast développé au laboratoire et dédié à prédire la tenue en fatigue de différents matériaux et de structures. Ce module de fatigue est basé sur le modèle de fatigue présenté dans le chapitre III et identifié à partir des essais du chapitre II. Son principe est simple. Il s'agit d'effectuer un post-traitement après un calcul élastique sur la structure à base d'un critère de fatigue choisi. Ce module nous a permis de prévoir les courbes de fatigue pour plusieurs probabilités de rupture.

Dans un troisième temps nous avons réalisé des essais de fatigue sur éprouvettes diablo et sur instruments à l'aide de la machine de flexion rotative. Nous avons ainsi obtenu des courbes de fatigue sur les éprouvettes diablo et sur les instruments.

Finalement nous avons comparé les résultats des essais aux résultats du module de fatigue. La comparaison est plus que satisfaisante pour la fatigue à grand nombre de cycles.

De multiples perspectives pourront être envisagées. Dans la suite, des observations *in situ* en exploitant les grands instruments de mesure seront nécessaires afin d'identifier de manière plus pertinente les mécanismes de fatigue dans les NiTi. Ces compréhensions permettront d'enrichir la modélisation associée.

La mise en place de la technique rapide d'identification des propriétés en fatigue permet d'étudier l'impact de la microstructure sur ces propriétés. De cette manière une microstructure optimale pourrait être proposée.

Dans le contexte de conception de nouveaux instruments dentaires, la mise en place d'une chaîne numérique de prédiction des propriétés en fatigue à faible nombre de cycles sera également une des pistes à creuser.

Annexe A : Application de l'essai d'auto-échauffement sur un autre alliage à mémoire de forme : cas du CuAlBe

A. 1. Comportement mécanique

Afin de généraliser la méthode à d'autres AMF, nous nous sommes intéressés au cas du CuAlBe. C'est un alliage à mémoire de forme polycristallin composé de cuivre, d'aluminium et de beryllium. Il est fourni par la société Némésis avec une composition en pourcentages atomiques de : Cu 87%, Al 11% et Be 2%. Il est livré sous forme de fil de diamètre 2mm. Comme pour les fils de NiTi, pour corriger les problèmes de conditions aux limites une réduction de section a été réalisée (Figure A.1).

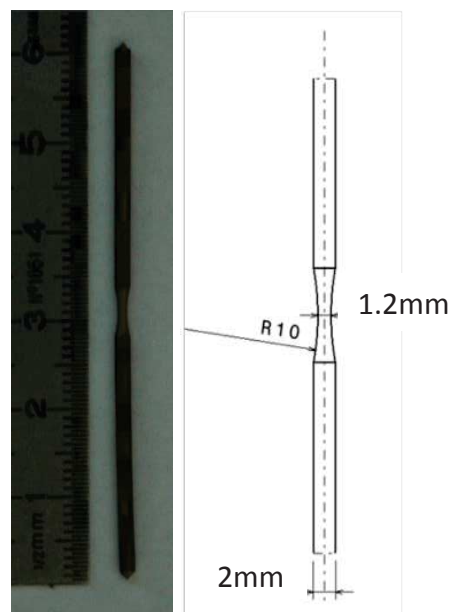


Figure A.1 : Géométrie de l'éprouvette

Toutes les éprouvettes on suivit le traitement thermique suivant :

- chauffage à 650°C pendant vingt minutes à l'air ambiant ;
- revenu à l'eau bouillante pendant une heure.

Ce traitement thermique a pour but de stabiliser le matériau en supprimant les risques de précipitation qui peuvent avoir lieu avec le temps.

Afin d'en connaitre un peu plus sur le matériau nous avons également réalisé une analyse DSC. Cet essai nous permet de déterminer les températures de changements de phase (As, Af, Ms, Mf).

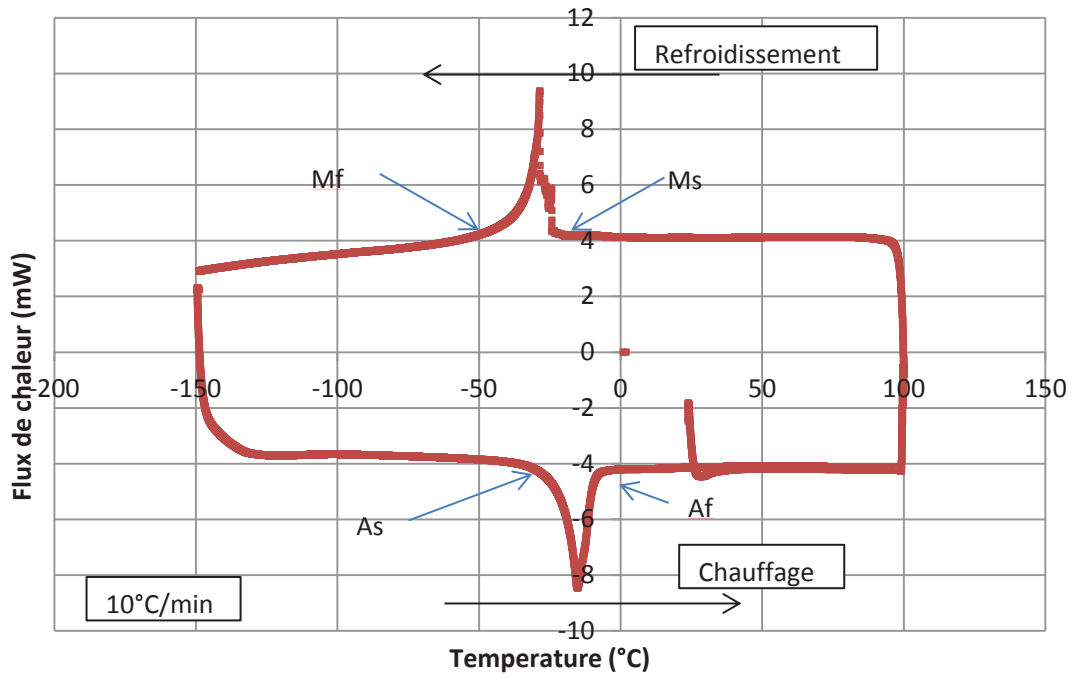


Figure A.2 : Courbe DSC du CuAlBe

Sur la Figure A.2 on peut voir que la température de début de transformation martensitique (Ms) est de -22,8°C et la température de fin de transformation martensitique (Mf) est de -41°C. La température de début de transformation austénitique (As) est de -25°C et de fin de transformation (Af) de -6°C. Nous avons donc conclu qu'à température ambiante notre matériau est à un état austénitique. Nous avons ensuite réalisé un essai de comportement mécanique afin de déterminer la limite du début de transformation.

	Température
Ms	-22.8°C
Mf	41°C
As	-25°C
Af	-6°C

Tableau A.1 : Températures de transformation

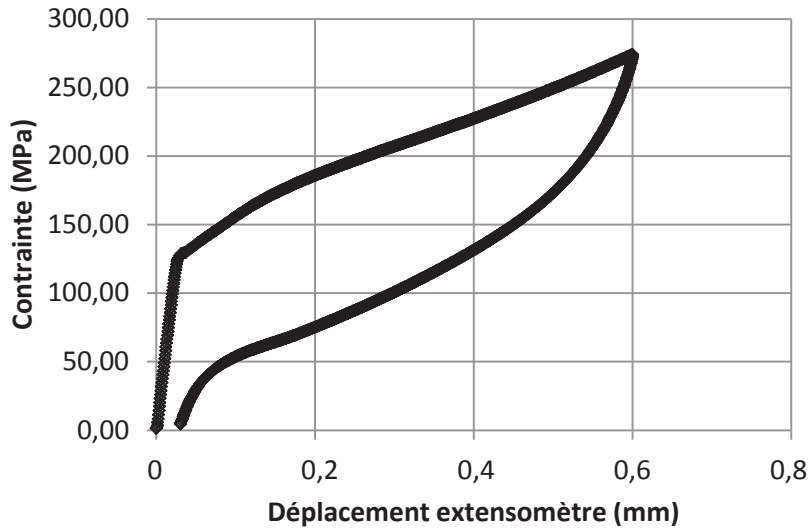


Figure A.3 : Courbe de comportement du CuAlBe de l'étude

La Figure A.3 représente l'évolution de la contrainte dans l'éprouvette en fonction de la déformation. Ainsi on peut voir que la limite du début de transformation est de 120MPa. Nous avons ensuite réalisé des essais d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique sur nos éprouvettes.

A. 2. Essais d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique

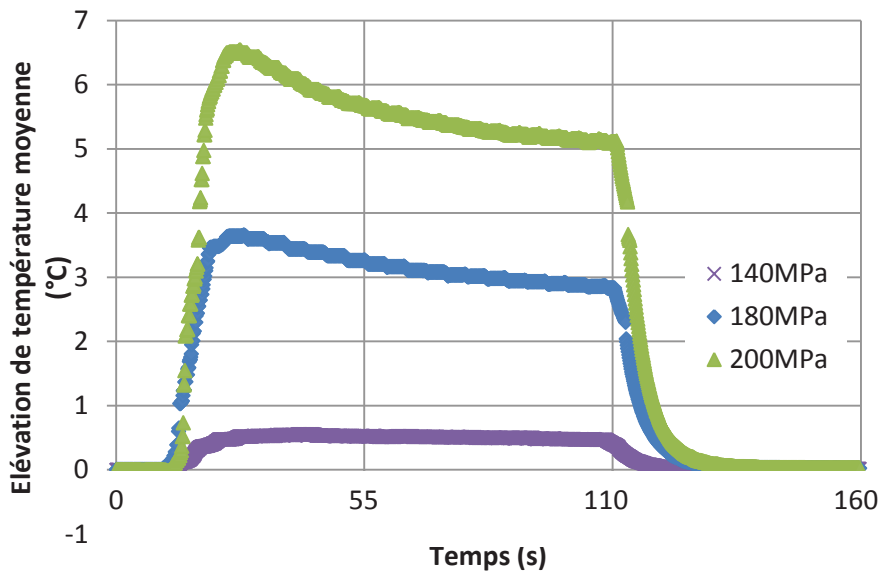


Figure A.4 : Evolution de la température pour 3 paliers de chargement

Sur la Figure A.4, on peut observer l'évolution de la température pour 3 paliers de chargement. Sur le premier palier de chargement à 140MPa on voit que la température moyenne dans l'éprouvette se stabilise rapidement vers 0,6°C. Pour les autres niveaux de chargement, l'évolution de la température est beaucoup plus significative. Le palier de

chargement à 180MPa vient se stabiliser à environs 3°C et le palier à 200MPa se stabilise à une température de 5°C. Pour les deux derniers paliers de chargement, la limite de début de transformation est largement dépassée. Lors de ce palier il y a donc changement de phase. Ce mécanisme qui est fortement dissipatif est la raison de l'élévation de température si importante.

On reporte ensuite la température de chacun des blocs de chargement en fonction du niveau de chargement afin d'obtenir la courbe d'auto-échauffement. Sur la Figure A.5, on peut voir que pour les chargements inférieurs à la limite de début de transformation de 120MPa l'évolution de la température stabilisée est très faible. Ensuite une fois la limite de début de transformation franchie, nous constatons que l'évolution de la température devient beaucoup plus importante.

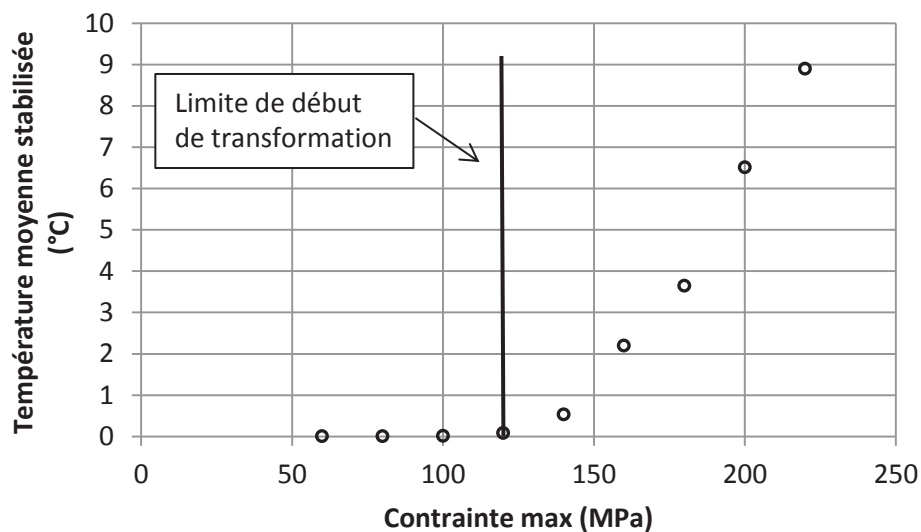


Figure A.5 : Courbe d'auto-échauffement du CuAlBe

A. 3. Essais de fatigue classiques

Afin de reproduire la démarche mise en place précédemment sur les autres éprouvettes, nous avons réalisé des essais de fatigue. Sur la Figure A.6, on peut voir les résultats des essais de fatigue. On voit que la limite d'endurance est de 115MPa, ce qui est légèrement inférieur à limite de début de transformation.

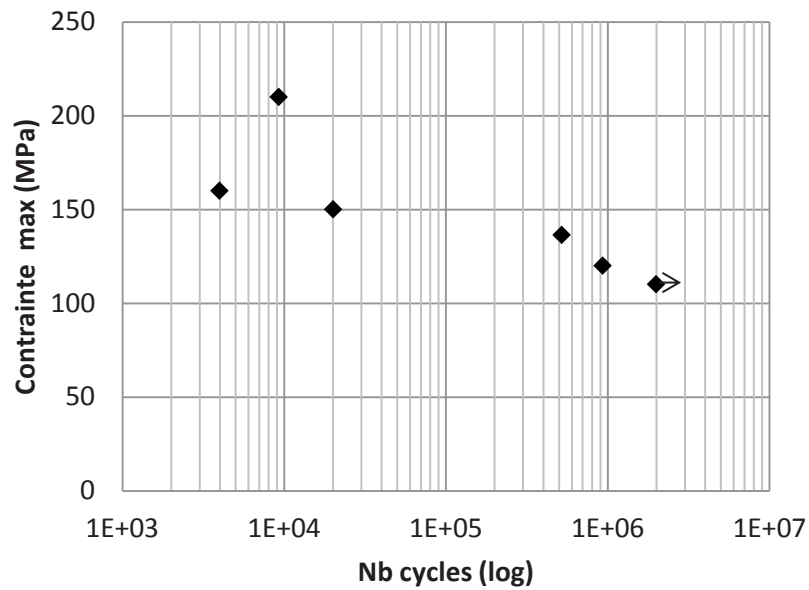


Figure A.6 : Courbe de fatigue classique du CuAlBe

L'essai d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique est applicable également à ce matériau. Cependant on remarque sur les courbes d'auto-échauffement que la température commence à augmenter rapidement une fois que la limite d'endurance est dépassée. De même, sur les essais de fatigue classiques on remarque que la limite d'endurance est proche de la limite de début de transformation. Les essais de fatigue ont fait l'objet de deux publications (Sameallah 2015a et 2015b).

Annexe B : Application de l'essai d'auto-échauffement sur des éprouvettes de NiTi ayant subies un traitement thermique

Dans cette partie nous nous sommes intéressés à l'influence d'un traitement thermique sur les propriétés en fatigue du matériau. La réalisation d'un traitement thermique est actuellement à l'étude en vue d'améliorer les propriétés mécaniques des instruments endodontiques. Nous avons donc choisi d'appliquer notre démarche dans ce cas.

B. 1. Caractérisation du matériau de l'étude

Nous avons commencé par réaliser des analyses DSC en suivant le même protocole expérimental que précédemment pour confirmer la possibilité de cette transformation supplémentaire. Sur la Figure II-42, on peut voir que l'on a un pic supplémentaire, il est dû à la transformation supplémentaire que l'on observe sur les essais mécaniques. Les températures de transformation sont plus élevées que pour les fils vierges.

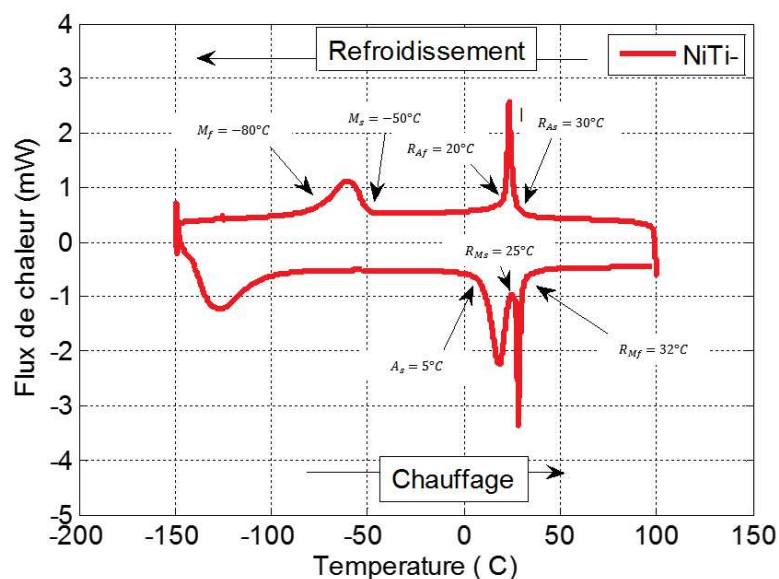


Figure B.1 : Courbe DSC des éprouvettes avec traitement thermique

Sur cette courbe on peut voir que la R-phase apparaît aux alentours de 30°C et que la transformation martensitique commence à -50°C et se termine à -70°C . A température ambiante le matériau est donc à 100% de la R-phase contrairement aux autres éprouvettes où à température ambiante le matériau était à l'état austénitique.

Refroidissement	R_{As}	R_{Af}	M_s	M_f
Température	30°C	20°C	-50°C	-80°C
Chauffage	R_{Ms}	R_{Mf}	A_f	A_s
Température	25°C	32°C	25°C	5°C

Tableau B.1 : Températures de transformation des éprouvettes avec traitement thermique

Nous avons ensuite regardé l'influence de ce traitement thermique sur le comportement de l'éprouvette. La Figure II-43 montre que le traitement thermique modifie complètement le comportement du matériau. En effet on observe un premier plateau entre 50 et 100 MPa. Ce traitement thermique modifie l'état microstructural du matériau et introduit une possibilité de transformation supplémentaire. Cette transformation qui a lieu avant l'apparition de la martensite peut être introduite sous l'effet d'un chargement mécanique. Elle affecte directement le comportement mécanique du matériau. Le scénario est le suivant : au lieu d'avoir la transformation classique de l'austénite en martensite, on passe par une phase intermédiaire appelé R-phase, avant d'avoir la transformation martensitique à des niveaux de chargement plus élevés (ici vers 370 MPa). De plus on observe une déformation résiduelle importante à la fin du premier cycle. Cette déformation résiduelle est liée à la réorientation de la R-phase. Elle disparaît sous un chargement thermique à contrainte nulle.

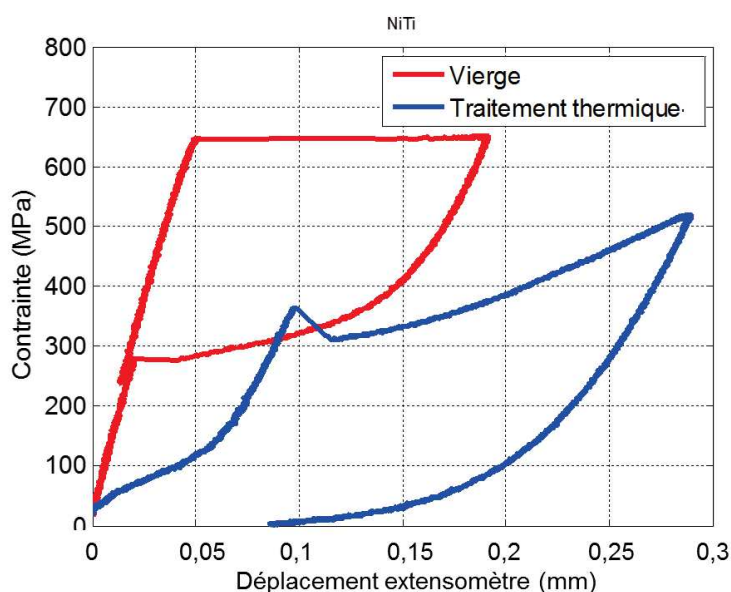


Figure B.2 : Courbes de contrainte en fonction de l'allongement de la zone centrale de l'éprouvette pour éprouvette vierge et éprouvette traitée thermiquement

B. 2. Essais d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique

Nous avons ensuite réalisé des essais d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique. Sur la Figure II-44, on peut voir l'élévation moyenne de la température au cours de quatre paliers de chargement. On voit sur le premier palier de chargement à 200 MPa que la température

passe par un pic pendant les premiers cycles puis diminue pour venir se stabiliser à la fin du palier de chargement. Cette élévation brutale de température est due à l'apparition de la R-phase qui est fortement dissipative sur les premiers cycles avant de se stabiliser sur les cycles suivants. De plus on peut voir que l'élévation de température est beaucoup plus importante que sur les autres éprouvettes pour les paliers à 400 et 500 MPa. En effet, ces paliers sont situés au-delà de la limite de début de transformation martensitique, la variation de température est donc beaucoup plus importante étant donné que cette transformation est fortement exothermique.

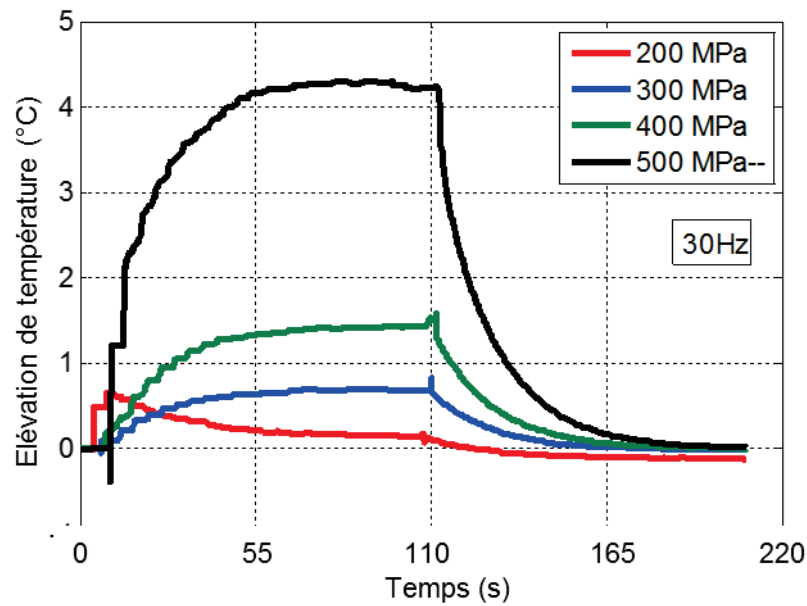


Figure B.3 : Elévation moyenne de la température pour différents paliers de chargement

On reporte ensuite les différentes températures stabilisées pour chaque palier sur la courbe d'auto-échauffement (Figure B.4).

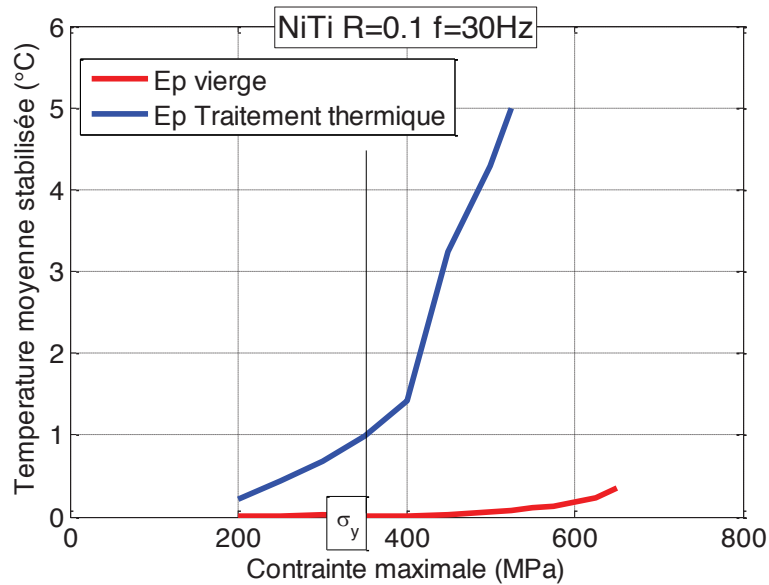


Figure B.4 : Comparaison des courbes d'auto-échauffement entre une éprouvette vierge et une éprouvette avec traitement thermique

Sur la Figure II-45 on peut voir que la différence entre une éprouvette vierge et une éprouvette avec traitement thermique est importante. De plus, on remarque que sur les paliers à des niveaux de chargement inférieurs à la limite de début de transformation (ici 370 MPa) la température stabilisée est beaucoup plus importante que pour les éprouvettes vierges. Cette différence est due à l'état initial de nos éprouvettes qui est différent, notamment au développement de R-phase à faible niveau de chargement. On peut également appliquer le dépouillement empirique afin de déterminer la limite d'endurance. Cette limite est de 340MPa. Au vu de ce résultat on aurait tendance à dire que le traitement thermique vient diminuer les propriétés en fatigue de l'éprouvette. Nous avons voulu vérifier cette tendance en réalisant des essais de fatigue classiques.

B. 3. Essais de fatigue classiques

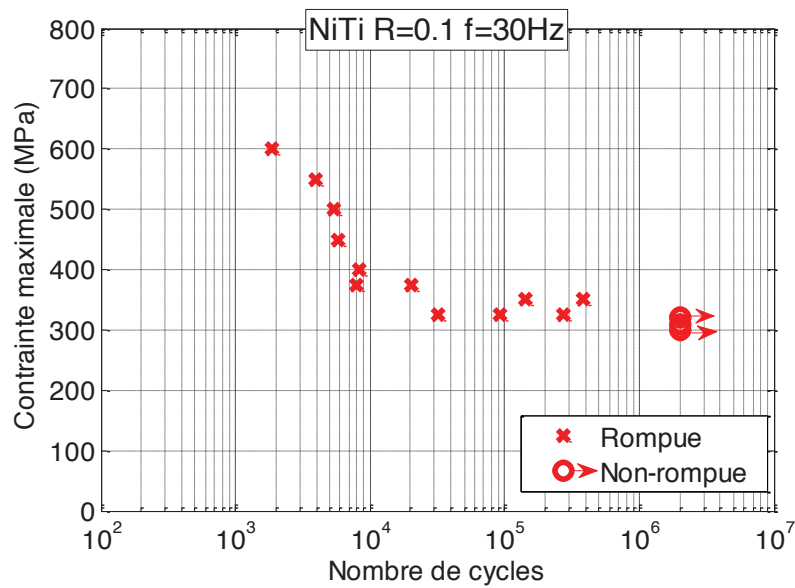


Figure B.5 : Courbe de fatigue classique pour les éprouvettes avec traitement thermique

Sur la Figure II-46, on peut voir les résultats des essais de fatigue classiques. Sur cette courbe, la limite d'endurance pour ces éprouvettes est de 320 MPa. Cette valeur est très inférieure au résultat obtenu sur les éprouvettes vierges. On peut donc dire que le traitement thermique réalisé a un impact important sur le comportement et sur la tenue en fatigue des éprouvettes.

Nous observons sur les éprouvettes ayant subi un traitement thermique que le comportement est modifié. De plus, la transformation associée à la phase R étant fortement dissipative, l'élévation de température sur les courbes d'auto-échauffement est plus importante. Les résultats d'auto-échauffement semblent montrer que les propriétés en fatigue seraient dégradées avec ce traitement thermique. Ceci semble être confirmé avec les résultats de fatigue.

Bibliographie

ABRAMOWITZ M.; STEGUN I. A. : Handbook of Mathematical Functions. Dover Publications, Inc., New York (USA), 1965.

AKCAY I. ; YIGIT-OZER S. ; ADIGUZEL O. ; KAVA S. : Deformation of the self-adjusting file on simulated curved root canals: a time-dependent study. Oral Surg, Oral Med, Oral Pathol, Oral Radiol and Endod, 2011 Nov; 112(5):e12-7

AL-HADLAQ SM. : Evaluation of cyclic flexural fatigue resistance of 25/0.04 and 25/0.06 twisted file rotary nickel-titanium endodontic instruments. Aust Endod J, 2013, Aug; 39(2):62-5

AL-SUDANI D. : Topographic Analysis of HyFlex(®) Controlled Memory Nickel-Titanium Files. J Int Oral Health 2014 Nov-Dec; 6(6):1-4.

ALAPATI SB. ; BRANTLEY WA. ; SVEC TA. ; POWERS JM. ; NUSSTEIN JM. ; DAEHN GS. .SEM observation of nickel titanium rotary endodontic instruments that fracture during clinical use. J Endod, 2005; 31(1):40-3

ANDEM : Agence Nationale pour le Développement de l'Evaluation Médicale, Recommandations et références dentaires. 1996, 59-104

ANDERSON ME. ; PRICE JWH. ; PARASHOS P. : Fracture resistance of electropolished rotary nickel-titanium endodontic instruments. J Endod, 2007; 33(10):1212-16

ARBAB CHIRANI R. ; CHEVALIER V. ; ARBAB CHIRANI S ; CALLOCH S : Etude du comportement mécanique des instruments endodontiques par simulations numériques : phase préliminaire, Collège Nationale en Odontologie Conservatrice, Bordeaux, France, 2005.

ARBAB-CHIRANI R.; CHEVALIER V.; ARBAB-CHIRANI S.; CALLOCH S. : Instrumentation canalaire de préparation. EMC(Elsevier Masson SAS, Paris), Médecine buccale, 28-725-A-10, 2010

ARBAB-CHIRANI R. ; CHEVALIER V. ; ARBAB-CHIRANI S. ; CALLOCH S. : Comparative analysis of torsional and bending behavior through finite-element models of 5 Ni–Ti endodontic instruments, Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology, Volume 111, Issue 1, January 2011, Pages 115-121, ISSN 1079-2104,

ARGHAVANI J. ; AURICCHIO F. ; NAGHDABADI R. ; REALI A. ; SOHRABPOUR S. : A 3-D phenomenological constitutive model for shape memory alloys under multiaxial loadings, International Journal of Plasticity, Volume 26, Issue 7, July 2010, Pages 976-991, ISSN 0749-6419

ARSLAN H.; ALSANCAK M.; DOGANAY E.; KARATAS E.; DAVUT ÇAPAR İ.; ERTAS H. : Cyclic fatigue analysis of Reciproc R25® instruments with different kinematics. Aust Endod J 2015 Jul 7 doi: 10.1111/aej.12115. [Epub ahead of print]

AURICCHIO F.; PETRINI L.; CACCIAFESTA V.; PIETRABISSA R. : On the mechanics of superelastic orthodontical appliances. *Dental Biomechanics*, 2003; 132–58

BAL S. : Du Hero 6.4.2 au One Shape. *Clinic*, 2013; 34

BELLOUARD Y. ; CLAVEL R. ; BIDAUX JE. ; GOTTHARDT R. ; SIDLER T. ; PELTON A. ; HODGSON D. ; RUSSELL S. ; DUERIG T. : Proceedings of the SMST-97, SMST, 1997, p. 245.

BENKIRAN I. ; LAHLOU Kh. ; JABRI M. ; EL OUAZZANI A. ; HIRECHE H. : Introduction du Nickel-Titane en endodontie. *Le courrier du dentiste ; le dossier du mois ; Octobre 1999*

BERGMANS L. ; VAN CLEYNENBREUGEL J. ; WEVERS M. ; LAMBRECHTS P. : Mechanical root canal preparation with Ni-Ti rotary instruments : rationale, performance and safety. Status report for the American Journal of Dentistry. *Am J Dent*, 2001; 14(5):324-33

BERVEILLER M. ; PATOOR E. : Les alliages à mémoire de forme. *Hermes*, 1990

BOUVET C. ; CALLOCH S. ; LEXCELLENT C. : A phenomenological model for pseudoelasticity of shape memory alloys under multiaxial proportional and nonproportional loadings. *Eur J Mech A/Solids*, 2004, 23:37-61

CAMPBELL L. ; SHEN Y. ; ZHOU HM. ; HAAPASALO M. : Effect of fatigue on torsional failure of nickel-titanium controlled memory instruments. *J Endod* 2014 Apr; 40(4):562-5

CAPAR ID. ; ERTAS H. ; ARSLAN H. : Comparison of cyclic fatigue resistance of novel nickel-titanium rotary instruments. *Aust Endod J* 2015 Apr; 41(1):24-8

CAZEAUD R. : La fatigue des métaux. *Dunod*, Paris (France), 1948

CHANG SW. ; KIM YC. ; CHANG H. ; JEE KK. ; ZHU Q. ; SAFAVI WJ. ; SHON WJ. ; BAE KS. ; SPANGBERG LS. ; KUM KY. : Effect of heat treatment on cyclic fatigue resistance, thermal behavior and microstructures of K3 NiTi rotary instruments. *Acta Odontol Scand*, 2013, Nov; 71(6):1656-62

CHARKALIK E. ; BIGONNET A. ; CONSTANTINESCU A. ; DANG VAN : Fatigue design of structures under thermomechanical loadings. *Fat. Fract. Eng Mat. Struct.*, 25 : 1199–1206, 2002.

CHEMISKY Y. ; DUVAL A. ; PATOOR ; BEN ZINEB T. : Constitutive model for shape memory alloys including phase transformation, martensitic reorientation and twins accommodation, *Mechanics of Materials*, Volume 43, Issue 7, July 2011, Pages 361-376, ISSN 0167-6636

CHEVALIER V. : Etude expérimentale et numérique du comportement mécanique des instruments endodontiques en NiTi. *Thèse de doctorat*, 2012

CHRYSOCHOOS A. ; PHAM H. ; MAISONNEUVE O. : Energy balance of thermoelastic martensite transformation under stress, *Nuclear Engineering and Design*, Volume 162, Issue 1, March 1996, Pages 1-12, ISSN 0029-5493

CHRYSOCHOOS A. ; LOUCHE H. : An infrared image processing to analyse the calorific effects accompanying strain localisation. *Int. J. Eng. Sci.*, 38 : 1759–1788, 2000

CLAISSE A. ; HAIKEL Y. ; SERFATY R. : Les dossiers de l'ADF : Les systèmes Nickel-Titane en rotation continue. Paris, ADF édit., 2000

CNEOC, Dictionnaire francophone des termes d'Odontologie Conservatrice, Endodontie et Odontologie restauratrice, Edition 2010

DA FROTA MF.; ESPIR CG.; BERBERT FL.; MARQUES AA.; SPONCHIADO-JUNIOR EC.; TANOMARU-FILHO M.; GARCIA LF.; BONETTI-FILHO I. : Comparison of cyclic fatigue and torsional resistance in reciprocating single-file systems and continuous rotary instrumentation systems. J Oral Sci 2014; 56(4):269-75

DARABARA M. ; BOURITHIS L. ; ZINELIS S. ; PAPANIMITRIOU G. : Assessment of elemental composition, microstructure and hardness of stainless steel endodontic files and reamers. J Endod, 2004; 30:532-7

DE ARRUDA SANTOS L. ; GUIOMAR DE AZEVEDO BAHIA M. ; BARBOSA DE LAS CASAS E. ; TADEU LOPES BUONO V. Comparison of the mechanical behavior between controlled memory and superelastic nickel-titanium files via finite element analysis. J Endod, 2013, Nov; 39(11):1444-7

DE ARRUDA SANTOS L. ; BAYOD LOPEZ J. ; BARBOSA DE LAS CASAS E. ; GUIOMAR DE AZEVEDO BAHIA M. ; TADEU LOPES BUONO V. : Mechanical behavior of three nickel-titanium rotary files: A comparison of numerical simulation with bending and torsion tests, Materials Science and Engineering: C, Volume 37, 1 April 2014, Pages 258-263, ISSN 0928-4931,

DOS SANTOS M.; GAVINI G.; SIQUEIRA EL. ; DA COSTA C. : Effect of nitrogen ion implantation on the flexibility of rotary nickel-titanium instruments. J Endod, 2012, May;38(5):673-5

DOUDARD C. ; CALLOCH S. ; HILD F. ; CUGY P. ; GALTIER A. : Identification of the scatter in high cycle fatigue from temperature measurements, Comptes Rendus Mécanique, Volume 332, Issue 10, October 2004, Pages 795-801, ISSN 1631-0721

ELNAGHY AM. : Cyclic fatigue resistance of ProTaper Next nickel-titanium rotary files. Int Endod J 2014 Nov;47(11):1034-9

ELNAGHY AM.; ELSAKA SE. : Torsion and bending properties of OneShape and WaveOne instruments. J Endod 2015 Apr;41(4):544-7

ESHELBY JD. : The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion and related problems. Proc. Roy. Soc. London, A 241 : 376-396, 1957

ES SOUNI M. ; ES SOUNI M. ; FISCHER-BRANDIES H. : Assessing the biocompatibility of NiTi shape memory alloys used for medical applications. Anal Bioanal Chem, 2005, 381(3):557-67

EZANNO A. ; DOUDARD C. ; CALLOCH S. ; MILLOT T. ; HEZE JL. : Fast characterization of high-cycle fatigue properties of a cast copper-aluminum alloy by self-heating measurements under cyclic loadings, Procedia Engineering, Volume 2, Issue 1, April 2010, Pages 967-976, ISSN 1877-7058

FLIESS M. ; Join C. ; SIRA-RAMIREZ H. : Non-linear estimation is easy. *Int. J. Modelling Identification and Control*, Inderscience Enterprises Ltd., 2008, Special Issue on Non-Linear Observers, 4 (1), pp.12-27

FLORIN P. ; FACCHINETTI M. ; DOUDARD C. ; CALLOCH S. : Fast Fatigue Properties Identification by "Self-heating" Method: Application to Automotive Welded Joints, *Procedia Engineering*, Volume 66, 2013, Pages 676-683, ISSN 1877-7058

FRICK C. ; ORTEGA A. ; TYBER J. ; MAKSSOUND M. ; MAIER H. ; LIU Y. ; GALL K. : Thermal processing of polycrystalline NiTi shape memory alloys. *Mat Sci Eng A*, 2005, 405 : 34-49

GALL K. ; SEHITOGLU H. ; MAIER HJ. ; JACOBUS K. : Stress-induced martensitic transformation in the polycrystalline CuZnAl shape memory alloys under different stress states, *Met. Mat Trans*, 1998, pp. 765-773

GALL K. ; MAIER HJ. : Cyclic deformation mechanisms in precipitated NiTi shape memory alloys. *Acta Materialia*, 2002, 50:4643-57

GALTIER A. : Contribution à l'étude de l'endommagement des aciers sous sollicitations uni ou multi-axiales. These de doctorat, École Nationale Sup. d'Arts et Métiers, 1993.

GAMBARINI G. : Cyclic fatigue of nickel titanium rotary instruments after clinical use with low and high torque endodontic motors. *J Endod*, 2001;27(12):772-4

GAMBARINI G. ; GRANDE NM. ; PLOTINO G. ; SOMMA F. ; GARALA M. ; DE LUCA M. ; TESTARELLI L. : Fatigue resistance of engine-driven rotary nickel-titanium instruments produced by new manufacturing methods. *J Endod*, 2008, 34:1003-5.

GRANDE NM. ; PLOTINO G. ; PECCI R. ; BEDINI R ; MALAGNINO VA. ; SOMMA F. : Cyclic fatigue resistance and three-dimensional analysis of instruments from two nickel-titanium rotary systems. *Int Endod J*. 2006 Oct;39(10):755-63

GUTMANN JL. ; GAO Y. : Alteration in the inherent metallic and surface properties of nickel-titanium root canal instruments to enhance performance, durability and safety : a focused review. *Int Endod J*, 2012, 45:113-28

HAIKEL Y. ; SERFATY R. ; WILSON G. ; SPEISSER M. ; ALLEMAN C. : Mechanical properties of NiTi endodontic instruments and the effect of sodium hypochlorite treatment. *J Endod*, 1998;24:731-5

HAIKEL Y. ; SERFATY R. ; BATEMAN G. ; SENGER B. ; ALLEMANN C. : Dynamic and cyclic fatigue of engine-driven rotary nickel-titanium endodontic instruments, *Journal of Endodontics*, Volume 25, Issue 6, June 1999, Pages 434-440, ISSN 0099-2399

HILD F. ; BILLARDON R. ; Marquis D. : Hétérogénéité des contraintes et rupture des matériaux fragiles. *C. R. Acad. Sci. Paris, t. 315(Serie II) : 1293- 1298*, 1992.

HOF R. ; PEREVALOV V. ; ELTANANI M. ; ZARY R. ; METZGER Z. : The self-adjusting file (SAF). Part 2 : Mechanical analysis. *J Endod*, 2010, 36(4):691-96

JEGOU L. ;MARCO Y. ; LE SAUX V. ; CALLOCH S. : Fast prediction of the Wöhler curve from heat build-up measurements on Short Fiber Reinforced Plastic, International Journal of Fatigue, Volume 47, February 2013, Pages 259-267, ISSN 0142-1123

JORDAN L. ; MACHTOU P. ; CALAS P. : Instrumentation mécanisée en endodontie. Le cercle dentaire, 1999, n°2

KARATAS E. ; ARSLAN H. ; BUKER M. ; SECKIN F. ; ÇAPAR ID. : Effect of movement kinematics on the cyclic fatigue resistance of nickel-titanium instruments. Int Endod J 2015 Mar 30

KATGE F. ; PATIL D. ; POOJARI M. ; PIMPALÉ J. ; SHITOOT A. ; RUSAWAT B. : Comparison of instrumentation time and cleaning efficacy of manual instrumentation, rotary systems and reciprocating systems in primary teeth: an in vitro study. J Indian Soc Pedod Prev Dent 2014 Oct-Dec;32(4):311-6

KAZEMI RB. ; STENMAN E. ; SPANBERG LSW. : A comparison of stainless steel and Nickel Titanium H-type instruments of identical design : torsionnal and bending tests. Oral Surg., Oral Med., Oral Pathol., Oral Radiol. and Endod., 2000, 90(4): 500-6

KIEFNER P. ; BAN M. ; DE-DEUS G. : Is the reciprocating movement per se able to improve the cyclic fatigue resistance of instruments? Int Endod J, 2013, Jul; 12

KIM HC. ; CHEUNG GS. ; LEE CJ. ; KIM BM. ; PARK JK. ; KANG SI. : Comparison of Forces Generated During Root Canal Shaping and Residual Stresses of Three Nickel–Titanium Rotary Files by Using a Three-Dimensional Finite-element Analysis, Journal of Endodontics, Volume 34, Issue 6, June 2008, Pages 743-747, ISSN 0099-239

KIM HC. ; YUM J. ; HUR B. ; CHEUNG GS. : Cyclic fatigue and fracture characteristics of ground and twisted nickel-titanium rotary files. J Endod, 2010, 36:147-52

KRAPEZ J.C. ; PACOU D. ; BERTIN C. : Application of lockin thermography to a rapid evaluation of the fatigue limit in metals. Dans Ed E. Grinzato et Al., éditeur, 5th AITA, Int. Workshop on Advanced Infrared Techn. and Appl., pages 379–385, Venezia (Italy), 1999.

KRIEF A. : Le Nickel-Titane fait sa révolution. Inf Dent, 2001, 40: 3439-40

KUHN G. ; TAVERNIER B. ; JORDAN L. Influence of structure on nickel-titanium endodontic instruments failure. J Endod, 2001, 27(8):516-20

LA ROSA G. ; RISITANO A. : Thermographic methodology for rapid determination of the fatigue limit of materials and mechanical components. Int. J. Fat., 22(1) : 65–73, 2001.

LASFARGUES JJ. : Evolution des concepts de préparation : nouveaux concepts-nouvelles techniques. Inf Dent, 1997; 22:1469-89

LEE W.; HWANG YJ.; YOU SY.; KIM HC. : Effect of reciprocation usage of nickel-titanium rotary files on the cyclic fatigue resistance. Aust Endod J, 2013, Dec;39(3):146-50

LEGRAND V. ; MOYNE S. ; PINO L. ; ARBAB CHIRANI S. ; CALLOCH S. ;CHEVALIER V. ; ARBAB CHIRANI R. : Mechanical behavior of a NiTi endodontic file during insertion in an anatomic

root canal using numerical simulations. *Journal of Materials Engineering and Performance*.2015. Accepté.

LEHR E. : Die dauerfestigkeit, ihre bedeutung für die praxis und ihre kurzfristige ermittlung mittels neuartiger prüfmaschinen. *Glaser's Annalen*, 1184 : 109–114, 1926

LOPES HP. ; MAIA CHIESA WM. ; CORREIA NR. ; DE SOUZA NAVAGANTE NC. ; ELIAS CN. ; LIMA MOREIRA EJ. ; CABRAL CHIESA BE. : Influence of curvature location along an artificial canal on cyclic fatigue of a rotary nickel-titanium endodontic instrument, *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology*, Volume 111, Issue 6, June 2011, Pages 792-796, ISSN 1079-2104

LUONG M. P. : Fatigue limit evaluation of metals using an infrared thermographic technique. *Mechanics of Materials*, 28 : 155–163, 1998

MAQUIN F. ; PIERRON F. : Refined experimental methodology for assessing the heat dissipated in cyclically loaded materials at low stress levels. *C.R. Mecanique*, 335(3) : 168–174, 2007

MAREAU C. : Modélisation micromécanique de l'échauffement et de lamicroplasticité des aciers sous sollicitation cyclique. These de doctorat, ENSAM Metz, 2007

MASQUELIER I. ; MARCO Y. ; LE SAUX V. ; CALLOCH S. CHARRIER P. : Determination of dissipated energy fields from temperature mappings on a rubber-like structural sample: Experiments and comparison to numerical simulations, *Mechanics of Materials*, Volume 80, Part A, January 2015, Pages 113-123, ISSN 0167-6636

MCGUIGAN MB.; LOUCA C.; DUNCAN HF. : Endodontic instrument fracture: causes and prevention. *Br Dent J*, 2013, Apr; 214(7):341-8

MEDIONI E. : Instrumentation endodontique. EMC (Elsevier Masson SAS, Paris), Odontologie, 23-050-A608, 1995:6p

MELO RIBEIRO MV.; SILVA-SOUSA YT.; VERSIANI MA.; LAMIRA A.; STEIER L.; PECORA JD.; DE SOUSA-NETO MD. : Comparison of the clearing efficacy of self-adjusting file and rotary sytems in the apical third of oval-shaped canals. *J Endod*, 2013, Mar;39(3):398-401

METZGER Z. ; TEPEROVICH E. ; ZARY R. ; COHEN R.; HOF R. : The self-adjusting file (SAF). Part 1: respecting the root canal anatomy--a new concept of endodontic files and its implementation. *J Endod*, 2010, 36(4):679-90

METZGER Z. : The self-adjusting file (SAF) system: An evidence-based update. *J Conserv Dent* 2014 Sep;17(5):401-19

MIYAZAKI S. ; MIZUKOSHI K. ; UEKI T. ; SAKUMA T. YINONG LIU : Fatigue life of Ti–50 at.% Ni and Ti–40Ni–10Cu (at.%) shape memory alloy wires, *Materials Science and Engineering: A*, Volumes 273–275, 15 December 1999, Pages 658-663, ISSN 0921-5093

MOORE H.F. ; KOMMERS J.B. : Fatigue of metals under repeated stress. *Chem. Met. Eng.*, 25 : 1141–1144, 1921

MUNIER R. ; DOUDARD C. ; CALLOCH S. ; WEBER B. : Towards a faster determination of high cycle fatigue properties taking into account the influence of a plastic pre-strain from selfheating measurements, *Procedia Engineering*, Volume 2, Issue 1, April 2010, Pages 1741-1750, ISSN 1877-7058

MUNIER R. : Etude de la fatigue des aciers laminés à partir de l'auto-échauffement sous sollicitation cyclique : essais, observations, modélisation et influence d'une pré-déformation plastique, Thèse de doctorat, 2012

NEELAKANTAN P. ; REDDY P. ; GUTMANN JL. : Cyclic fatigue of two different single files with varying kinematics in a simulated double-curved canal. *J Investig Clin Dent* 2015 May 3. doi: 10.1111/jicd.12159. [Epub ahead of print]

NINAN E. ; BERZINS DW. : Torsion and bending properties of shape memory and superelastic nickel-titanium rotary instruments. *J Endod*, 2013 Jan; 39(1):101-4

OH SR. ; CHANG SW. ; LEE Y. ; GU Y. ; SON WJ. ; LEE W. ; BAEK SH. ; BAE KS. ; CHOI GW. ; LIM SM. ; KUM KY. : A comparison of nickel-titanium rotary instruments manufactured using different methods and cross-sectionnal areas : ability to resist cyclic fatigue. *Oral Surg, Oral Med, Oral Pathol, Oral Radiol and Endod*, 2010, 109:6622-8

OLSEN J.S. ; ZHANG Z.L. ; LU H. ; VAN DER EIJK C. : Fracture of notched round-bar NiTi-specimens, *Engineering Fracture Mechanics*, Volume 84, April 2012, Pages 1-14, ISSN 0013-7944

OTSUKA K. ; WAYMAN C-M. : *Shape Memory Materials*. 2nd edition Cambridge, England: Cambridge University Press (1999)

PARASHOS P. ; MESSER HH. : Rotary NiTi instruments fracture and its consequences. *J Endod*, 2006, 32(11):1031-43

PARK SY. ; CHEUNG GSP. ; YUM J. ; HUR B. ; PARK JK. ; KIM HC. : Dynamic torsional resistance of nickel-titanium rotary instruments. *J Endod*, 2010, 36 (7):1200-03

PELLETIER H. ; MULLER D. ; MILLE P. ; GROB JJ. : Effect of high energy argon implantation into NiTi shape memory alloy. *Surface and coatings technology*, 2002, 158-59: 301-8

PEREIRA ES. ; GOMES RO. ; LEROY AM. ; SINGH R. ; PETERS OA. ; BAHIA MG. ; BUONO VT. : Mechanical behavior of M-Wire and conventional NiTi wire used to manufacture rotary endodontic instruments. *Dent Mater*, 2013, Dec;29(12):e318-24

PEREIRA ÉS. ; VIANA AC. ; BUONO VT. ; PETERS OA. ; BAHIA MG. : Behavior of nickel-titanium instruments manufactured with different thermal treatments. *J Endod* 2015 Jan;41(1):67-71

PEREZ-HIGUERAS JJ. ; ARIAS A. ; DE LA MACORRA JC. : Cyclic fatigue resistance of K3,K3XF and twisted file nickel-titanium files under continuous rotation or reciprocating motion. *J Endod*, 2013,Dec;39(12):1585-8

PEREZ-HIGUERAS JJ. ; ARIAS A. ; DE LA MACORRA JC. ; PETERS OA. : Differences in cyclic fatigue resistance between ProTaper Next and ProTaper Universal instruments at different levels. J Endod. 2014 Sep; 40(9):1477-81

PESSOA OF. ; DA SILVA JM. ; Giulio GAVINI G. : Cyclic Fatigue Resistance of Rotary NiTi Instruments after Simulated Clinical Use in Curved Root Canals. Brazilian Dental Journal (2013) 24(2): 117-120

PETERS OA. : Current challenges and concepts in the preparation of root canal systems : a review. J. Endod, 2004; 30(8):559-67

PETERS OA. ; GLUSKIN AK. ; WEISS RA. ; HAN JT. : An in-vitro assessment of the physical properties of novel Hyflex nickel-titanium rotary instruments. Int Endod J, 2012, Nov; 45(11):1027-34

PIRANI C. ; CIRULLI PP. ; CHERSONI S. ; MICELE L. ; RUGGERI O. ; PRATI C. : Cyclic fatigue testing and metallographic analysis of nickel-titanium rotary instruments. J Endod, 2011, 37:1013-16

PLOTINO G. ; GRANDE NM. ; TESTARELLI L. ; GAMBARINI G. : Cyclic fatigue of Reciproc and WaveOne reciprocating instruments. Int Endod J, 2012, Jul; 445(7):614-8

PLOTINO G.; TESTARELLI L.; AL-SUDANI D.; PONGIONE G.; GRANDE NM.; GAMBARINI G. : Fatigue resistance of rotary instruments manufactured using different nickel-titanium alloys: a comparative study Odontology, 2014, Jan; 102(1):31-5

PLOTINO G.; GIANIRACUSA RUBINI A.; GRANDE NM.; TESTARELLI L.; GAMBARINI G. Cutting efficiency of Reciproc and waveOne reciprocating instruments. J Endod 2014 Aug; 40(8):1228-30

POHL M. ; HELBING C. ; FRENZEL J. : Electrolytic processing of NiTi shape memory alloys. Mat Sci Eng A, 2004; 378:191-99

PONCELET M. ; DOUDARD C. ; CALLOCH S. ; HILD F. ; WEBER B. ; GALTIER A. : Prediction of self-heating measurements under proportional and nonproportional multiaxial cyclic loadings. *Comptes Rendus Mécanique*, 335 : 81–86, 2007

PONGIONE G. ; POMPA G. ; MILANA V. ; DI CARLO S. ; GIANIRACUSA A. ; NICOLINI E.; DE ANGELIS F. : Flexibility and resistance to cyclic fatigue of endodontic instruments made with different nickel-titanium alloys: a comparative test. Ann Stomatol (Roma), 2012, Jul-Dec; 3(3-4):119-22

PRUETT J. ; CLEMENT D. ; CARNES D. : Cyclic fatigue testing of nickel-titanium endodontic instruments, Journal of Endodontics, Volume 23, Issue 2, February 1997, Pages 77-85, ISSN 0099-2399

PUGET M. : Influence du procédé sur la tenue à la fatigue des pièces forgées : application à une tige fémorale. Thèse de doctorat, 2013

RAMASETTY PRABHAKAR A. ; YAVAGAL C. ; KRISHNA VALLU R. : Twisted vs Protaper Files in Contemporary Pediatric Endodontics. *Int J Clin Pediatr Dent* 2014 May; 7(2):93-6

SAINT SULPICE L. ; ARBAB CHIRANI S. ; CALLOCH S. : A 3D super-elastic model for shape memory alloys taking into account progressive strain under cyclic loadings, *Mechanics of Materials*, Volume 41, Issue 1, January 2009, Pages 12-26, ISSN 0167-6636

SAMEALLAH S ; KAKHODAEI M. ; LEGRAND V ; SAINT SUPLICE L ; ARBAB CHIRANI S. : Direct numerical determination of stabilized dissipated energy of shape memory alloys under cyclic tensile loadings, *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 2015, vol. 26 no. 16, pp. 2137-2150.

SAMEALLAH S ; LEGRAND V. ; SAINT SUPLICE L. ; KAKHODAEI M. ; ARBAB CHIRANI S. : A comprehensive energy approach to predict fatigue life in CuAlBe shape memory alloy, *Smart Materials and Structures*, 2015, 24 (2), 025004.

SATTAPAN B. ; NERVO GJ. ; PALAMARA JE. ; MESSER HH. : Defects in rotary Nickel-Titanium files after clinical use. *J Endod*, 2000; 26(3):161-5

SCHRADER C. ; ACKERMANN M. ; BARBAKOW F. : Step by step description of a rotary root canal preparation technique. *Int Endod J*, 1999; 32:312-20

SCHRADER C ; PETERS OA. : Analysis of torque and force with differently tapered rotary endodontic instruments in vitro. *J Endod*, 2005, 31(2):120-3

SERENE TP. ; ADAMS JD. ; SAXENA A. : Nickel-Titanium Instruments. Applications in endodontics. Ishiyaku Euroamerica, 1995

SETZER FC. ; BOHME CP. : Influence of combined cyclic fatigue and torsional stress on the fracture point of nickel-titanium rotary instruments. *J Endod*, 2013, Jan; 39(1):133-7

SHAY B. ; MOSHONOV J. : Single file endodontic treatment: a new era? *Refuat Hapeh Vehashinayim*, 2013, Apr; 30(2):6-9,76

SHEN Y. ; ZHOU HM. ; WANG Z. ; CAMPBELL L. ; ZHENG YF. ; HAAPASALO M. : Phase transformation behavior and mechanical properties of thermomechanically treated K3XF nickel-titanium instruments. *J Endod*, 2013, Jul; 39(7):919-23

SHEN Y. ; COLL JM. ; ZHOU H. ; ZHENG Y. ; HAAPASALO M. : Hyflex nickel-titanium rotary instruments after clinical use: metallurgical properties. *Int Endod J*, 2013, Aug; 46(8):720-9

SIREDEY N. ; HAUTECOEUR A. ; EBERHARDT A. : Lifetime of superelastic Cu–Al–Be single crystal wires under bending fatigue, *Materials Science and Engineering: A*, Volume 396, Issues 1–2, 15 April 2005, Pages 296-301, ISSN 0921-5093

STROMEYER C. E. : The determination of fatigue limits under alternating stress conditions. *Proc. Roy. Soc. London*, A90 : 411–425, 1914.

TAILLARD K. ; ARBAB-CHIRANI S. ; CALLOCH S. ; LEXCELLENT C. : Equivalent transformation strain and its relation with martensite volume fraction for isotropic and anisotropic shape

memory alloys, *Mechanics of Materials*, Volume 40, Issues 4–5, April–May 2008, Pages 151-170, ISSN 0167-6636

TESTARELLI L. ; PLOTINO G. ; AL-SUDANI D. ; VINCENZI V. ; GIANSIRACUSA A. ; GRANDE NM. ; GAMBARINI G. : Bending properties of a new nickel-titanium alloy with a lower percent by weight of nickel. *J Endod*, 2011; 37(9):1293-95

TOBUSHI H. ; LIN P. H. ; HATTORI T. ; MIKATA M. : Cyclic deformation of NiTi shape memory alloy. *JSME International Journal Series A : Mechanics and Material Engineering*, 38 (1) : 59-67, 1995

THOMPSON SA. : An overview of nickel titanium alloys used in dentistry. *Int End J*, 2000; 33:297

TOCCI L.; PLOTINO G.; AL-SUDANI D.; RUBINI AG.; SANNINO G.; PIASECKI L.; PUTORTI E.; TESTARELLI L.; GAMBARINI G. : Cutting efficiency of instruments with different movements: a comparative study. *J Oral Maxillofac Res* 2015 Mar 30; 6(1):e6

VADHANA S.; SARAVANAKARTHIKEYAN B.; NANDINI S.; VELMURUGAN N. : Cyclic fatigue resistance of RaCe and Mtwo rotary files in continuous rotation and reciprocating motion. *J Endod* 2014 Jul; 40(7):995-9

VIANA AC.; GONZALES BM.; GERSTEIN H. : Influence of sterilization on mechanical properties and fatigue resistance of nickel-titanium rotary endodontic instruments. *Int Endod J*, 2006; 39:709-15

WAGNER M. ; SAWAGUCHI T. ; KAUSTRATER G. ; HOFFKEN D. ; EGGELER G. : Structural fatigue of pseudoelastic NiTi shape memory wires, *Materials Science and Engineering: A*, Volume 378, Issues 1–2, 25 July 2004, Pages 105-109, ISSN 0921-5093

WALIA H.; BRANTLEY WA.; GERSTEIN H. : An initial investigation of the bending and torsional properties of nitinol root canal files. *J Endod*, 1988; 14:346-51

WEIBULL W : A statistical distribution function of wide applicability. *ASME J. Appl. Mech.*, 18(3) : 293-297, 1951

WEIGER R. ; BRUCKNER M. ; ELAYOUTI A. ; LOST C. : Preparation of curved root canals with rotary FlexMaster instruments compared to Lightspeed instruments and Ni-Ti hand files. *Int Endod J*, 2003; 36(7):483-90

WELTER G. : Essais d'endurance par traction et compression. *Wiadomosci Instytutu Metalurgii i Metaloznawstwa*, 4 : 30–39, 1937.

WOHLER A. : Wöhler's experiments on the strength of metals. *Engineering*, 4 : 160–161, 1867

WOLLE CF. ; VASCONCELLOS MA. ; HINRICHS R. ; BECKER AN. ; BARLETTA FB. : The effect of argon and nitrogen ion implantation on nickel-titanium rotary instruments. *J Endod*, 2009, Nov; 35(11):1558-62

YE J. ; GAO Y. : Metallurgical characterization of M-Wire nickel-titanium shape memory alloy used for endodontic rotary instruments during low-cycle fatigue. J Endod, 2012, Jan; 38(1):105-7

YILDIRIM E. A.: Two algorithms for the minimum enclosing ball problem. SIAM Journal on Optimization, 19(3):1368–1391, jan. 2008.

YUM J. ; CHEUNG GSP. ; PARK JK. ; HUR B. ; KIM HC. : Torsional strength and toughness of nickel-titanium rotary files. J Endod, 2011; 37(3):382-6

ZHAO T. ; LI Y. ; LIU Y. ; ZHAO X. : Nano-hardness, wear resistance and pseudoelasticity of hafnium implanted NiTi shape memory alloy. J Mech Behav Biomed Mater, 2012, Sep; 13:174-84

Étude de la Fatigue d'Instruments Endodontiques en Alliage à Mémoire de Forme du type NiTi

Résumé :

Ce travail de thèse concerne l'étude et la modélisation de la fatigue à grand nombre de cycles des instruments endodontiques en Alliage à Mémoire de Forme (AMF) de type Nickel-Titane (NiTi). Ces outils sont plus souples et épousent mieux la forme plus ou moins complexe des racines. Ces deux avantages sont dus à un aspect tout à fait particulier du comportement mécanique de l'alliage NiTi : la *super-élasticité* qui permet au matériau de se déformer jusqu'à des niveaux de déformation pouvant atteindre 8% à 10%. En service, parfois, des cas de rupture d'outils dentaires arrivent, soit par déformation excessive, soit par fatigue ce qui complexifie la tâche du praticien. L'étude et la prévision de la rupture des outils en Nickel-Titane, que ce soit par déformation excessive ou par fatigue, sont des problèmes complexes. Nous nous sommes donc intéressés dans ce travail à l'étude de la fatigue à grand nombre de cycles des instruments dentaires en Nickel-Titane. Pour cela, nous avons mis en place trois blocs de travail. Le premier bloc concerne l'étude et la modélisation des propriétés en fatigue à grand nombre de cycles des fils en NiTi utilisés pour la fabrication des instruments dentaires. Nous proposons de caractériser les propriétés HCF (high cycle fatigue) du NiTi à partir de mesures d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique. Ces mesures vont alimenter un modèle probabiliste à deux échelles qui permet de modéliser les courbes de Wöhler du matériau. Ce modèle est ensuite validé par comparaison avec des résultats d'essais classiques de fatigue. Le deuxième bloc est dédié à la mise en place de la chaîne numérique pour la prévision de la tenue à la fatigue d'instruments dentaires en NiTi. Elle repose sur l'utilisation du modèle de fatigue développé en post-traitement d'un calcul éléments finis sur instrument. Enfin, dans le troisième bloc, les prévisions de cette chaîne numérique sont validées par comparaison avec des résultats expérimentaux de fatigue sur différents instruments endodontiques pour des cas de chargement en flexion rotative.