Contribution au développement d'une nouvelle génération de limes endodontiques en alliage à mémoire de forme monocristallin cuivreux

Paul Xolin

▶ **To cite this version:**

Paul Xolin. Contribution au développement d'une nouvelle génération de limes endodontiques en alliage à mémoire de forme monocristallin cuivreux. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Lorraine, 2020. Français. NNT : 2020LORR0256 . tel-03284798

HAL Id: tel-03284798
https://hal.univ-lorraine.fr/tel-03284798

Submitted on 12 Jul 2021

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.

AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4
Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10
http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php
http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm

UNIVERSITÉ DE LORRAINE

Ecole doctorale C2MP - n°606

Contribution au développement d'une nouvelle génération de limes endodontiques en alliage à mémoire de forme monocristallin cuivreux

THÈSE

Soutenue le 4 Décembre 2020

pour l'obtention du

Doctorat de l'Université de Lorraine
Mention Mécanique des Matériaux

par

Paul Xolin

Composition du jury

Président :	Etienne Patoor	Professeur - Georgia Tech Lorraine
Rapporteurs :	Laurence Jordan	Professeur - Université de Paris
	Ziad Moumni	Professeur - ENSTA ParisTech
Examinateurs :	Nadia Bahlouli	Professeur - Université de Strasbourg
	Christophe Collard	Ingénieur de recherche - CNRS
	Martine Guigand	Professeur - Université de Reims
Invités :	Stéphane Claude	Directeur général - Coltène Micro-Méga
	Alain Hautcoeur	Directeur général - Nimesis Technology
	Frédéric Thiébaud	Maître de conférences - Université de Lorraine
Encadrants :	Tarak Ben Zineb	Professeur - Université de Lorraine
	Marc Engels-Deutsch	Professeur - Université de Lorraine

Laboratoire d'Étude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux - UMR 7239

Mis en page avec la classe thesul.

Remerciements

Cette thèse CIFRE est le résultat de la collaboration entre le Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3) de l'Université de Lorraine (UL) et l'entreprise Coltène-Microméta©, financé par l'Agence Nationale de la Recherche et de la Technologie (ANRT).

Je souhaite présenter mes sincères remerciements aux membres du jury pour avoir accepté d'évaluer mes travaux. Merci à Laurence Jordan et Ziad Moumni pour avoir réalisé la tâche de rapporteurs, ainsi qu'à Nadia Bahlouli, Christophe Collard, Martine Guigand et Etienne Patoor pour avoir porté de l'intérêt à mes travaux et les avoir examinés. La discussion avec l'ensemble du jury a fourni de nouvelles idées et questions pertinentes pour l'avancée des travaux. Des remerciements particuliers vont vers Christophe Collard, qui aura grandement participé à l'aboutissement de mes travaux grâce à son aide et ses conseils sur la partie numérique.

Je tiens à remercier mes deux co-directeurs de thèse, Tarak Ben Zineb et Marc Engels-Deutsch pour leur encadrement et leur soutien tout au long de mes travaux. Merci de m'avoir offert l'opportunité de participer à l'aventure qu'est la thèse au travers de votre confiance et votre soutien. Vous avez su me transmettre votre goût de la recherche ainsi que vos connaissances, mais aussi votre enthousiasme sans faille et votre bonne humeur. Ces ingrédients sont clairement les clés de l'aboutissement de ce travail.

Mes remerciement s'adressent également à Coltène-Microméta en la personne de Stéphane Claude, qui suit et soutient ce projet depuis plusieurs années. L'expérience dans la conception et la fabrication des limes endodontiques apportée par les différents membres de l'équipe de production a été essentielle pour la réalisation des nombreux prototypes en AMF cuivreux.

Ce travail est aussi le fruit du soutien des équipes du LEM3, de Polytech Nancy et du LEMTA, sans qui le dispositif expérimental et la réalisation de calculs numériques n'aurait pas pu voir le jour. Tout particulièrement, je souhaite remercier Simon Becker pour son énorme travail sur l'automatisation du dispositif expérimental et Boris Piotrowski pour sa disponibilité au quotidien sur le cluster de calcul. De même, je remercie vivement la professeure Shabnam Arbab-Chirani ainsi que les membres de son équipe, Célia Caer et Vincent Le Saux, de l'ENSTA à BREST pour la réalisation des essais de DSC.

J'adresse mes remerciements à toute l'équipe du LEM3 de Polytech Nancy, Patrice Basher, Valérie Berry-Kromer, Céline Bouby et Frédéric Thiébaud pour les bons moments passés pendant les pauses. Evidemment, je ne saurais passer sous silence l'aide de Frédéric qui a su m'initier aux essais expérimentaux et me conseiller tout aux long de mon travail.

Je remercie chaleureusement mes compagnons de travail, Nicolas Ulff et Yohann Couqueberg pour la bonne ambiance qu'ils ont su diffuser au quotidien. Malgré leur court passage, je souhaite remercier Achref Sallami, Rui Xu et Yajun You qui ont contribué a de nombreux bons moments.

Merci à mes amis : Gautier, Valentin, Vincent, Louise, Pauline, Pauline, Sabrina qui m'ont permis de m'échapper quand j'en avais besoin. Un merci particulier pour Claire, qui m'a sauvé de la fournaise de mon appartement sous les combles lors de l'été 2019 en m'accueillant chez elle.

Un grand merci à ma famille, Julien, Sylvain, Aurélie, Stéphanie, mes neveux et nièces, mes cousins et cousines, mes oncles et mes tantes et (enfin) mémère pour m'avoir toujours soutenu, avant et pendant ma thèse.

Et comment ne pas te remercier Margot, tu m'as aidé et supporté tout au long de ce travail. S'il a pu aboutir, c'est grâce à toi.

Je souhaite enfin remercier toutes les personnes que j'oublie de citer, elles sont nombreuses. Merci !

À mes parents.

Sommaire

Glossaire et notations **ix**

Table des figures **xix**

Liste des tableaux **xxv**

Introduction **1**

1 État de l'art **5**

1.1 Préparation canalaire . . . 6
1.1.1 Mode opératoire . . . 6
1.1.2 Instruments manuels . . . 7
1.1.3 Instruments rotatifs . . . 9
1.1.4 Traitement antimicrobien durant la préparation canalaire . . . 12
1.1.5 Discussion . . . 12
1.2 Les Alliage à Mémoire de Forme . . . 13
1.2.1 Principales propriétés des AMF . . . 15
1.2.2 Les différentes familles d'alliages à mémoire de forme . . . 21
1.2.3 Application des AMF . . . 24
1.2.4 Caractérisation du comportement des AMF . . . 28
1.2.5 Modélisation du comportement des AMF . . . 31
1.2.6 Discussion . . . 36
1.3 Études numériques et expérimentales de la réponse des instruments endodontiques 36
1.3.1 Propriétés géométriques d'instruments endodontiques . . . 37
1.3.2 Tests de caractérisation de la réponse des instruments . . . 40
1.3.3 Influence des paramètres géométriques, matériaux et de chargement . . . 45
1.3.4 Tenue en service en statique et en fatigue . . . 48
1.3.5 Discussion . . . 51
1.3.6 Conclusion . . . 52

2 Analyse expérimentale de la réponse de limes prototypes en Cu-Al-Be monocristallin : comparaison avec des limes en Ni-Ti **55**

2.1 Caractérisation des alliages à mémoire de forme étudiés 56
2.1.1 Essais de traction uni-axiale à différentes températures 57
2.1.2 Essais de Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC) 59
2.1.3 Détermination partielle des diagrammes de transformation 61
2.1.4 Discussion et conclusion 63
2.2 Conception et réalisation d'un dispositif de flexion-torsion adapté aux limes endodontiques 64
2.2.1 Introduction 64
2.2.2 Conception du dispositif de flexion-torsion 64
2.2.3 Présentation détaillée des différentes sous-parties du dispositif 68
2.2.4 Système de pilotage et d'acquisition des données 71
2.2.5 Acquisition et traitement des données 73
2.3 Caractérisation du dispositif d'essais de flexion-torsion 74
2.3.1 Fils en Ni-Ti polycristallin 74
2.3.2 Essais sur des limes endodontiques F4© et F6 Sky Taper© 78
2.3.3 Réponses de limes endodontiques en Ni-Ti polycristallin du commerce . . 78
2.4 Comparaison des réponses des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin et en Ni-Ti polycristallin 80
2.4.1 Tests de flexion-torsion sur des fils en Cu-Al-Be monocristallin 82
2.4.2 Essais sur des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin et Ni-Ti polycristallin 82
2.4.3 Essais complémentaires sur des limes en Cu-Al-Be monocristallin 84
2.4.4 Analyse globale des résultats fournis par le dispositif d'essais 84
2.5 Etude d'influence des paramètres géométriques sur la réponse des limes en Cu-Al-Be monocristallin et Ni-Ti polycristallin 87
2.5.1 Introduction aux plans d'expériences de Taguchi 87
2.5.2 Détermination des facteurs d'intérêts 88
2.5.3 Modalités et niveaux des facteurs 89
2.5.4 Choix d'un plan d'expériences pour des essais expérimentaux 90
2.5.5 Estimation du nombre de prototypes à réaliser 91
2.5.6 Analyse statistique des résultats 92
2.6 Résultats expérimentaux issus des plans d'expériences de Taguchi 94
2.6.1 Présentation des résultats obtenus sur les prototypes en Cu-Al-Be monocristallin 96
2.6.2 Présentation des résultats obtenus sur les prototypes en Ni-Ti polycristallin 102

3 Simulation par éléments finis de la réponse en flexion-torsion des limes endodontiques en AMF **113**

3.1 Modèles éléments-finis de limes endodontiques sollicitées en flexion-torsion combinées . . . 114
3.1.1 Construction géométrique d'un modèle de lime endodontique . . . 114
3.1.2 Maillage d'une lime endodontique . . . 120
3.1.3 Application des conditions aux limites et des chargements de flexion et de torsion . . . 121
3.2 Description des lois de comportement utilisées . . . 122
3.2.1 Modèle phénoménologique adapté aux AMF polycristallins . . . 122
3.2.2 Modèle micromécanique adapté aux AMF monocristallins . . . 125
3.3 Identification des paramètres matériaux . . . 129
3.3.1 Paramètres matériaux utilisés pour le modèle phénoménologique . . . 130
3.3.2 Paramètres matériaux utilisés pour le modèle micromécanique . . . 131
3.4 Simulations par éléments-finis de la réponse en flexion-torsion des limes endodontiques . . . 136
3.4.1 Simulations par éléments-finis de la réponse des limes endodontiques F4© en Ni-Ti polycristallin . . . 136
3.5 Plan d'expériences de Taguchi avec l'approche numérique . . . 137
3.5.1 Présentation du plan d'expériences . . . 137
3.5.2 Approche préliminaire de la modélisation de prototypes en Cu-Al-Be monocristallin . . . 142
3.5.3 Répartition des contraintes et de la fraction volumique de martensite . . . 143
3.5.4 Présentation des résultats du plan numérique de Taguchi . . . 147
3.5.5 Conclusion des simulations numériques sur le Cu-Al-Be monocristallin et le plan numérique de Taguchi . . . 147
3.6 Conclusion du chapitre simulations numériques . . . 147

4 Discussion générale des résultats expérimentaux et numériques **151**

4.1 Analyse critique des méthodes et résultats expérimentaux . . . 152
4.1.1 Caractérisation des matériaux . . . 152
4.1.2 Dispositif de tests en flexion-torsion combinées . . . 153
4.1.3 Analyse du comportement des fils et prototypes en Cu-Al-Be monocristallin 155
4.1.4 Interprétation des résultats du plan d'expériences de Taguchi sur des prototypes en Ni-Ti et Cu-Al-Be . . . 156
4.2 Analyse critique des simulations numériques . . . 158
4.2.1 Construction du modèle numérique . . . 158

4.2.2 Loi de comportement thermomécanique et identification des paramètres matériau 159
4.2.3 Simulations des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin avec le modèle micromécanique 160
4.2.4 Résultats issus du plan d'expériences de Taguchi avec l'approche numérique 162
4.3 Discussion générale 162

Conclusion et perspectives **165**

Bibliographie **169**

Glossaire et notations

Abaqus© Programme de simulation numérique basé sur la méthode des éléments finis et développé par Simulia© (Dassault Systèmes©).

CATIA© Programme de conception assistée par ordinateur et développé par Dassault Systèmes©.

LEM3 Laboratoire d'Etude des Micro-structures et de Mécanique des Matériaux.

Python© Langage de programmation multi-plateforme. Il est utilisé pour le développement des scripts de génération de modèle numérique de lime endodontique avec la bibliothèque de fonction Abaqus©. Il est également utilisé pour le développement du programme de post-traitement.

Ratio Signal-Bruit Le ratio signal-bruit, abrégé de l'anglais *Signal-to-Noise Ratio*, permet de déterminer la qualité des mesures par rapport aux perturbations. Utilisé dans les plans d'expériences de Taguchi, il permet de déterminer la valeur optimale correspondant à un critère défini.

Abréviations

AMF	Alliage à Mémoire de Forme.
Ni-Ti	Nickel-Titane.
Cu-Al-Be	Cuivre-Aluminium-Béryllium: 87,63% de cuivre, 11,7% d'aluminium et 0,67% de béryllium (m/m) (Wasmer et al., 2009).
VER	Volume Élémentaire Représentatif.
CAO	Conception Assistée par Ordinateur.

UMAT	Abrégé de l'anglais *User-defined MATerial*, c'est une routine d'Abaqus© permettant à l'utilisateur d'intégrer sa propre loi de comportement dans le code d'Abaqus©.
DSC	Calorimétrie différentielle à balayage (abrégé de l'anglais *Differential Scanning Calorimetry*). Technique de mesure par analyse thermique, mesure la différence de chaleur d'un échantillon par rapport à une référence, ce qui permet de déterminer les transitions de phase.
EBSD	Diffraction d'électrons rétrodiffusés (abrégé de l'anglais *Electron Backscatter Diffraction*). Technique de mesure par analyse christallographique, mesure l'orientation christallographique d'un matériau et permet de déterminer sa texture.
PMMA	Polyméthacrylate de méthyle (abrégé de l'anglais *polymethyl methacrylate*). Polymère thermoplastique transparent, son nom commercial est le Plexiglas.
S/N	Ratio Signal-Bruit.
ANOVA	Analyse de la Variance.
PPMC	Plus Petit Multiple Commun.
CRM	Couple à Rotation Maximale.
HYST	Taille de L'hystérésis.
RIG	Rigidité durant la transformation de phase directe.

Notations usuelles

θ_F	Angle de rotation pour la flexion.
θ_T	Angle de rotation pour la torsion.
Fθ_F	Chargement de flexion avec un angle de rotation de θ_F.
Tθ_T	Chargement de torsion avec un angle de rotation de θ_T.
pcFθ_F	Chargement constant de flexion appliqué comme précontrainte (pc) avec un angle de rotation de θ_F.

pcTθ_T	Chargement constant de torsion appliqué comme précontrainte (pc) avec un angle de rotation de θ_T.
Fθ_FTθ_T	Chargement combiné de flexion et de torsion avec un angle de rotation de θ_F pour la flexion et θ_T pour la torsion.

Notations pour les lois de comportement

$\vec{n}$	Normale au plan d'habitat.
$\vec{m}$	Direction de transformation.
g	Intensité de distorsion.
n	Une variante de martensite.
$\tilde{\varepsilon}^n$	Déformation de transformation intrinsèque de chaque variante n.
R^n	Partie symétrique du tenseur de Schmid de la variante n.
ε^{tr}	Déformation de transformation globale résultante de la déformation de chacune des variante n.
f^n	Fraction volumique de la variante de martensite n.
V^n	Volume occupé par la variante de martensite n.
V^{VER}	Volume total du VER.
G_{ch}	Énergie chimique entre les phases austénitique et martensitique.
W_{elas}	Energie élastique.
W_{inter}	Energie d'interface.
H^{nm}	Matrice d'interaction définissant les incompatibilités entre chaque variante, présentée dans le tableau 3.2.
δ	Symbole de Kronecker.
α	Expansion thermique isotrope.
λ	Multiplicateur de Lagrange.
ψ_{const}	Conditions sur la fraction volumique de chaque variante.
$\mathcal{L}$	Lagrangien.
F_c^n	Force critique d'activation associée à chacune des variantes n.
$\mathbb{C}$	Tenseur de compliance d'ordre 4.
$\dot{f}^n$	Taux de fraction volumique de chacune des variantes de martensite n active.
C	Coefficient de compatibilité entre les variantes de martensite.

I	Coefficient d'incompatibilité entre les variantes de martensite.
ϕ_1	Angle de précession: rotation autour de l'axe $\vec{z}$, fait passer du référentiel ($\vec{x}$,$\vec{y}$,$\vec{z}$) au référentiel ($\vec{u}$,$\vec{v}$,$\vec{z}$).
Φ	Angle de nutation: rotation autour de l'axe $\vec{u}$, fait passer du référentiel ($\vec{u}$,$\vec{v}$,$\vec{z}$) au référentiel ($\vec{u}$,$\vec{w}$,$\vec{z'}$).
ϕ_2	Angle de rotation propre, ou giration: rotation autour de l'axe $\vec{z'}$, fait passer du référentiel ($\vec{u}$,$\vec{w}$,$\vec{z'}$) au référentiel ($\vec{x'}$,$\vec{y'}$,$\vec{z'}$) lié au solide.
μ	Module de cisaillement.
$\boldsymbol{\varepsilon}$	Tenseur de déformation totale.
$\boldsymbol{\varepsilon}^{el}$	Tenseur de déformations élastiques.
$\boldsymbol{\varepsilon}^{th}$	Tenseur des déformations induites par la dilatation thermique.
$\boldsymbol{\varepsilon}^{T}$	Tenseur des déformations de transformation induites par l'orientation des variantes de martensite.
$\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{T}$	Orientation moyenne de la déformation de transformation due à la formation de martensite orientée.
$\boldsymbol{\varepsilon}^{twin}$	Tenseur des déformations induites par l'accommodation des variantes de martensite.
$\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{twin}$	Orientation moyenne de la déformation due à la formation de martensite auto-accommodée.
$\bar{\varepsilon}^{T}_{eq}$	Déformation de transformation moyenne équivalente de Mises.
$\bar{\varepsilon}^{T}_{SAT}$	Paramètre matériau caractérisant la déformation de transformation maximale.
$\boldsymbol{\sigma}$	Tenseur de contraintes moyennes du VER.
$\boldsymbol{\sigma}^{d}$	Déviateur du tenseur de contraintes.
$\mathbb{S}$	Tenseur des souplesses d'ordre 4.
$\boldsymbol{\alpha}$	Tenseur de dilatation thermique $\boldsymbol{\alpha} = \alpha\boldsymbol{\delta}$.
T	Température courante du VER.
T_{ref}	Température de référence où $\boldsymbol{\varepsilon}^{th} = 0$.

T_0	Température d'équilibre de la transformation.
G	Potentiel thermodynamique du VER au sens de l'enthalpie libre de Gibbs.
S^A et S^M	Entropie de l'austénite et de la martensite.
B	Variation linéaire de l'entropie autour de T_0 ($B = \Delta S$).
C_v	Chaleur spécifique de l'AMF.
V_k	Variables internes ($k =f$,f^{FA}, $\bar{\varepsilon}^T$, $\bar{\varepsilon}^{twin}$).
A_k	Forces motrices associé à la variable interne V_k ($k =f$, f^{FA}, $\bar{\varepsilon}^T$, $\bar{\varepsilon}^{twin}$).
$\vec{q}$	Flux de chaleur.
f	Fraction volumique de martensite sur le VER.
f^{FA}	Fraction volumique de martensite auto-accommodée.
E	Module d'Young.
ν	Coefficient de Poisson.
ε^T_{trac}	Déformation de transformation en traction.
ε^T_{comp}	Déformation de transformation en compression.
ε^{TFA}_{trac}	Déformation de transformation liée à l'auto-accommodation des macles.
B_f	Coefficient directeur de la pente de transformation directe.
B_r	Coefficient directeur de la pente de transformation inverse.
$H_{\boldsymbol{\varepsilon}}$	Paramètre d'interaction intra et inter-granulaire au niveau du VER relatif aux incompatibilités géométriques.
H_f	Paramètre d'interaction intra et inter-granulaire au niveau du VER relatif aux incompatibilités entre variantes.
H_{twin}	Paramètre d'interaction intra et inter-granulaire au niveau du VER relatif à l'accommodation des macles.
H_s	Décalage des températures de retour austénitique de la martensite orientée.
F_ε	Contrainte limite de début de réorientation.
r_f	Coefficient définissant l'amplitude des boucles internes.

A_s	Température de début de transformation inverse, martensite - austénite.
A_f	Température de fin de transformation inverse martensite - austénite.
M_s	Température de début de transformation directe, austénite - martensite.
M_f	Température de fin de transformation directe, austénite - martensite.

Notations liées à la géométrie d'une lime endodontique

x	Coordonnée suivant le premier axe du repère global.
y	Coordonnée suivant le deuxième axe du repère global.
z	Coordonnée suivant le troisième axe du repère global.
P	Point positionné sur le segment entre deux sommets d'une section.
A	Point positionné sur une arête.
F	Point positionné sur une face.
r	Rapport entre les distances $\lvert\overrightarrow{A_1P}\rvert$ et $\lvert\overrightarrow{A_1A_2}\rvert$.
$f(r)$	Distance entre la courbe de la forme de la section droite et le segment $[A_1A_2]$.
a	Ratio entre la distance d'une arête d'origine à l'arête de référence et de la nouvelle arête à l'arête de référence.
β	Angle formé entre le vecteur $\vec{d}$ et l'axe $\vec{z}$.
$\vec{d}$	Vecteur qui détermine la valeur de l'angle β.
l	Position sur l'axe $\vec{x}$ d'un point d'une arête ($0 < l < L$).
ψ	Angle formé entre le point d'origine de l'arête (situé à $l = 0$) et le point à la longueur l ($\psi = \frac{-2\pi l}{l_{pas} \times n_{filet} \times L}$).
d_t	Diamètre de tige.
d_p	Diamètre de pointe.
r_t	Rayon de tige.
r_p	Rayon de pointe.
C	Conicité.
L	Longueur de la lame active.

l_{pas}	Longueur du pas.
n_{filet}	Nombre d'arêtes d'une lime endodontique.

Notations liées aux plans d'expériences

ζ	Facteur du système.
l	Niveau d'un facteur.
ζ_l	Niveau l du facteur ζ.
h	Numéro d'un prototype.
h_{ζ_l}	Numéro du prototype h avec un niveau de facteur ζ_l donné.
y	Une réponse d'un prototype h.
n_{Tag}	Nombre de lignes d'une table orthogonale de Taguchi.
$n_{h_{\zeta_l}}$	Nombre de prototypes avec un niveau de facteurs ζ_l donné.
n_y	Nombre de réponses d'un prototype h.
n_T	Nombre total de mesures réalisées pour un plan d'expérience de Taguchi.
n_ζ	Nombre de facteurs du système.
n_{ζ_l}	Nombre de niveaux l d'un facteur ζ.
dof_M	Nombre de degrés de liberté du modèle.
dof_{Tag}	Nombre de degrés de libertés de la table de Taguchi.
dof_e	Nombre de degrés de liberté de l'erreur.
dof_ζ	Nombre de degrés de liberté du facteur ζ.
S_T	Somme de toutes les réponses observées.
S_{ζ_l}	Somme des réponses observées pour un niveau de facteur ζ_l.
$R_{\zeta,l}$	Réponse moyenne de chaque niveau l de chacun des facteurs ζ.
S/N_h	Valeur du S/N du prototype numéro h.
S/N_{ζ_l}	Valeur du S/N où le niveau de facteur ζ_l est impliqué.
SS_T	Somme de toutes les réponses y observées au carré.
SS_ζ	Somme des réponses au carré pour un facteur ζ.

SS_e	Somme de l'erreur au carré.
MS_ζ	Variance du facteur ζ.
MS_e	Variance de l'erreur.
Y	Réponse théorique du système.
y_{moy}	Réponse globale moyenne du système.
$\mathcal{F}$	Test de Fisher.
p_ζ	Significativité de la contribution d'un facteur ζ sur la réponse.
F_ζ	F-value du facteur ζ.
C_ζ	Contribution du facteur ζ (en %).
Δ	Différence entre le S/N minimal et maximal des niveaux l d'un facteur ζ.

Table des figures

1.1 Illustration des différents types de conicité (Claisse et al., 2014). 11
1.2 Schématisation de la transformation martensitique à l'échelle du réseau cristallin. 14
1.3 Visualisation de la transformation martensitique avec la formation de plusieurs variantes de martensite. 14
1.4 Pseudo diagrammes de phase d'un AMF en deux et trois dimensions. 15
1.5 Représentation du trajet de chargement caractéristique de l'effet superélastique . 17
1.6 Visualisation de plusieurs phénomènes liés à la transformation martensitique. . . 18
1.7 Représentation de l'effet mémoire simple sens 19
1.8 Courbes expérimentales de l'effet mémoire simple sens sur des barres en AMF à base Fer, mise en évidence du comportement non-linéaire et du phénomène de boucles internes (Shahverdi et al., 2016). 20
1.9 Représentation de l'effet mémoire double sens 21
1.10 Comparaison expérimental et numérique des boucles internes issues de l'effet mémoire double sens (Bo and Lagoudas, 1999). 22
1.11 Représentation de l'effet caoutchoutique, il apparaît lors du cyclage après réorientation de la martensite. 22
1.12 Application des AMF base Fer (Awaji, 2008). 24
1.13 Application des AMF utilisant l'effet superélastique. 25
1.14 Micro-actionneurs utilisant la propriété mémoire de sens des AMF (Choudhary and Kaur, 2016). 26
1.15 Exemples d'application biomimétique utilisant des AMF. 27
1.16 Aileron de voiture modulable grâce à un fils en AMF (Sellitto and Riccio, 2019). 27
1.17 Béton précontraint à l'aide de barres en AMF ferreux (Shahverdi et al., 2016). . 27
1.18 Applications industrielles et biomédicales des AMF. 28
1.19 Restauration et préservation de la Basilique St-François d'Assises à l'aide d'amortisseurs en AMF (Castellano et al., 2001) 29
1.20 Différentes techniques de caractérisation des AMF. 30
1.21 Cartographie de la température sur une éprouvette en Cu-Al-Be lors d'un essais de traction dynamique (Delpueyo et al., 2011). 31
1.22 Modèle basé sur l'approche micro-plan. V-D : Volumic-Deviatoric ; V-D-T : Volumic-Deviatoric-Tangential (Mehrabi et al., 2014) 33
1.23 Modèle prenant en compte l'effet de cyclage des AMF (Auricchio et al., 2003) . . 35
1.24 Description des différents paramètres géométriques d'une lime endodontique. . . 37

1.25 Différentes formes de section droite d'instruments endodontiques en Ni-Ti. 38
1.26 Changement de section du système OneShape©. 38
1.27 Différence d'attaque de l'angle de coupe. 39
1.28 Système ProTaper Gold© avec conicité variable. 40
1.29 Système Race© avec pas discontinu. 40
1.30 Plan des appareillages pour réaliser les différents tests de flexion et de torsion (Int. Org. for Standardization, 2008). 41
1.31 Banc d'essais expérimental de flexion pour AMF (Rejzner et al., 2002). 41
1.32 Banc d'essais pour instruments et éprouvettes en AMF. 43
1.33 Dispositif de torsion pour lime endodontique basé sur les recommandations de la norme ISO3630-1 (Bahia et al., 2006). 44
1.34 Dispositif de torsion pour lime endodontique avec un ressort de rappel pour permettre au système d'essais de déterminer l'instant précis de la rupture (La Rosa et al., 2016) 44
1.35 Banc de tests utilisés pour caractériser séparément en flexion et en torsion une lime endodontique (Predki et al., 2004). 45
1.36 Dispositifs d'essais utilisés pour visualiser l'influence de la section, de la longueur du pas et de l'AMF sur les capacités de coupe des limes endodontiques avec une reproduction des mouvements opératoires. 46
1.37 Différents dispositifs de tests de la tenue en fatigue de limes endodontiques. . . . 49
1.38 Relation entre la température du traitement thermique et la tenue en fatigue d'une lime endodontique en Ni-Ti (Zinelis et al., 2007). 51

2.1 Machine de traction uni-axiale Zwick© LTM1 avec sa chambre thermique et les températures d'essais appliquées aux deux AMF et tableau des conditions thermiques appliquées à chaque matériau. 57
2.2 Réponses de fils en Ni-Ti polycristallin de 0,6 mm de diamètre soumis à 10 cycles de traction avec une déformation de 8% à différentes températures. 58
2.3 Réponses des fils en Cu-Al-Be monocristallin de 0,79 mm de diamètre soumis à 10 cycles de traction avec une déformation de 8.5% à différentes températures. . 59
2.4 Fils en Ni-Ti polycristallin de 0,6 mm de diamètre 60
2.5 Résultats des mesures de DSC sur un échantillon en Cu-Al-Be monocristallin . . 61
2.6 Diagramme contrainte-température des fils de 0,6 mm de diamètre en Ni-Ti polycristallin et un exemple de représentation numérique de ce diagramme obtenu avec le modèle numérique de (Chemisky et al., 2011) 62
2.7 Diagramme contrainte-température des fils de 0,79 mm de diamètre en Cu-Al-Be monocristallin. 63
2.8 Chargements appliqués par le dispositif d'essais à une lime endodontique, inspirés de la norme ISO 3630-1 (Int. Org. for Standardization, 2008). 65
2.9 Schéma de principe de l'interaction des différents éléments du dispositif d'essais . 66
2.10 CAO du dispositif d'essais 67

2.11 Banc d'essai avec vues agrandies du dispositif de fixation de la lime endodontique. A : Vue d'ensemble du dispositif (1 : Capteur de couple de flexion ; 2 : Capteur de couple de torsion) ; B : Vue détaillée du mors de pointe et du mandrin de tige ; C : Vue détaillé d'une lime endodontique chargée en flexion. 68
2.12 Vue en coupe du mors de pointe avec l'échantillon désaxé avec l'axe de flexion (à gauche) et l'échantillon axé avec l'axe de flexion grâce à la modification de la cale fixe (à droite). 71
2.13 Chargements réalisables par le dispositif d'essais - évolution de l'angle de rotation en fonction du temps. 72
2.14 Schéma représentatif du dialogue entre les différents composants du dispositif d'essais. 73
2.15 Comparaison de différents essais de flexion sur des fils de 0.6 mm de diamètre en Ni-Ti polycristallin 76
2.16 Comparaison de différents essais de torsion sur des fils de 0.6 mm de diamètre en Ni-Ti polycristallin 77
2.17 Essais de flexion-torsion combinées. Comparaison de l'effet de la variation de la flexion et de l'effet de la variation de la torsion sur la réponse des fils de 0.6 mm de diamètre en Ni-Ti polycristallin 77
2.18 Réponses des limes endodontiques F4© 25-04 et F6 Sky Taper© 25-06 et 30-06 pour des chargements simples de flexion et de torsion. 79
2.19 Réponses des limes endodontiques F4© 25-04 et F6 Sky Taper© 25-06 et 30-06 pour un chargement de flexion de 60° avec une précontrainte en torsion de 120°. . 80
2.20 Réponses des limes endodontiques F4© 25-04 et F6 Sky Taper© 25-06 et 30-06 pour un chargement de torsion de 120° avec une précontrainte en flexion 60°. . . 81
2.21 Réponses des limes endodontiques F4© 25-04 et F6 Sky Taper© 25-06 et 30-06 pour des chargements combinées de flexion et de torsion de 60° et 120° respectivement. 81
2.22 Réponses en flexion, torsion et flexion torsion combinées de fils de 0,79 mm de diamètre en Cu-Al-Be monocristallin. 83
2.23 Comparaison des réponses de prototypes de Cu-Al-Be monocristallin et Ni-Ti polycristallin, avec une section droite de type HeroShaper, d'un diamètre de pointe de 0.35 mm et de conicité 3%. 85
2.24 Essais complémentaires de torsion sur des prototypes de limes endodontiques en Cu-Al-Be monocristallin de diamètre de pointe de 0,3 mm et 3,75% de conicité. Tests jusqu'à rupture. 86
2.25 Essais complémentaires de flexion-torsion combinées sur des prototypes de limes endodontiques en Cu-Al-Be monocristallin de diamètre de pointe de 0,3 mm et 4% de conicité. 86
2.26 Schéma des réponses étudiées dans le plan d'expérience de Taguchi 95

3.1 Etapes de construction d'une lime endodontique. 115
3.2 Représentation de la construction d'une section droite symétrique. 117

3.3 Construction d'une section droite à l'aide d'une reconnaissance d'image. Exemple pour une section du type HeroShaper© 118
3.4 Représentation de la construction d'une section droite asymétrique. 119
3.5 Description des différentes zones de maillages pour une lime endodontique (le même découpage est réalisé pour un fil). 120
3.6 Application des conditions aux limites pour la simulation d'un chargement de flexion-torsion en utilisant la méthode des éléments-finis. 121
3.7 Comparaison des réponses numériques et expérimentales de fils en Ni-Ti polycristallin de 0,6 mm de diamètre. 131
3.8 Comparaison de la réponse expérimentale et numérique pour un chargement de traction uni-axiale sur un fils de 0,79 mm de diamètre en Cu-Al-Be monocristallin avec un comportement isotrope dans le domaine élastique de l'austénite. 133
3.9 Comparaison des réponses numériques et expérimentales de fils en Cu-Al-Be monocristallin de 0,79 mm de diamètre avec un comportement isotrope dans le domaine élastique. 133
3.10 Comparaison de la réponse expérimentale et numérique pour un chargement de traction uni-axiale sur un fil de 0,79 mm de diamètre en Cu-Al-Be monocristallin avec un comportement symétrique cubique dans le domaine élastique de l'austénite. 135
3.11 Comparaison des réponses numériques et expérimentales de fils en Cu-Al-Be monocristallin de 0,79 mm de diamètre avec un comportement de symétrie cubique dans le domaine élastique. 135
3.12 Lime endodontique F4© et maillage du modèle géométrique éléments-finis correspondant. 136
3.13 Comparaison des réponses expérimentales et numériques d'une lime endodontique F4© 25-04 en Ni-Ti polycristallin 138
3.14 Contrainte de Von Mises [MPa]et fraction volumique de martensite sur un modèlefvm de lime endodontique F4© 25-04 pour un chargement de flexion. 139
3.15 Contrainte de Von Mises [MPa] et fraction volumique de martensite sur un modèle de lime endodontique F4© 25-04 pour un chargement de torsion. 140
3.16 Contrainte de Von Mises [MPa] et fraction volumique de martensite sur un modèle de lime endodontique F4© 25-04 pour un chargement de flexion-torsion combinées. 141
3.17 Prototypes en Cu-Al-Be monocristallin et maillage du modèle géométrique éléments-finis correspondant. 142
3.18 Comparaison des réponses expérimentales et numériques de prototypes en Cu-Al-Be monocristallin (figure 3.17) en flexion, torsion et flexion-torsion combinées . . 143
3.19 Répartition des contraintes pour un prototype en Cu-Al-Be monocristallin avec un diamètre à 3 mm de 0,45 mm et 3% de conicité avec une section-droite de type HeroShaper© 144
3.20 Répartition de la fraction volumique de martensite pour un prototype en Cu-Al-Be monocristallin avec un diamètre à 3 mm de 0,45 mm et 3% de conicité avec une section-droite de type HeroShaper© 145

3.21 Différentes variantes de martensite générées par un chargement de flexion-torsion combinée 146
3.22 Réponses moyennes observées pour chaque niveaux de facteur pour le chargement de flexion-torsion combinées. Facteurs de gauche à droite : Forme de la section-droite, Diamètre à 3 mm, Conicité et Longueur du pas 148

4.1 Mise en évidence du second plateau de transformation du Cu-Al-Be monocristallin. 153
4.2 Illustration de la modification du diamètre maximal encastré en fonction du contrôle du paramètre géométrique diamètre de pointe ou diamètre à 3 mm. . . . 157

Liste des tableaux

1.1 Représentation de 3 instruments manuels de référence (lime K, lime H et broche) Arbab Chirani et al. (2010). 8

1.2 La valeur-p est obtenue après analyse de la variance ; LdF : Longueur du fragment ; NCF : nombre de cycles avant rupture ; les valeurs avec une lettre en exposant identique ne sont pas statistiquement différentes (Kaval et al., 2016). 50

2.1 Résultats issus de l'essai de DSC sur le Ni-Ti polycristallin. 60

2.2 Résultats issus de l'essai de DSC sur le Cu-Al-Be monocristallin. 61

2.3 Notation des différents chargements appliqués par le dispositif d'essai. 74

2.4 Essais réalisés sur des fils en Ni-Ti polycristallin de 0.6 mm de diamètre. 75

2.5 Essais réalisés sur des limes endodontiques F4© et F6 Sky Taper© en Ni-Ti polycristallin. 78

2.6 Amplitudes de rotation pour les essais de flexion, torsion et flexion-torsion combinées sur des fils de 0,79 mm de diamètre en Cu-Al-Be monocristallin. 82

2.7 Détails des essais réalisés sur des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin et des limes endodontiques équivalentes en Ni-Ti polycristallin. 83

2.8 Récapitulatif des facteurs conditions aux limites 89

2.9 Modalités et niveaux des facteurs 90

2.10 tableau de calcul du PPMC 91

2.11 Table orthogonale $L_9(3^4)$ 92

2.12 Prototypes fabriqués pour le plan d'expériences de Taguchi correspondant à une table orthogonale $L9(3^4)$. 93

2.13 Réponses moyennes des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin ; chargements de flexion à 60°, torsion à 30° et chargements combinés de flexion à 60° et torsion à 30°, avec les composantes de flexion et de torsion 98

2.14 S/N des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin ; chargements de flexion à 60°, torsion à 30° et chargements combinés de flexion à 60° et torsion à 30°, avec les composantes de flexion et de torsion 99

2.15 ANOVA des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin ; chargements de flexion à 60°, torsion à 30° et chargements combinés de flexion à 60° et torsion à 30° . . . 100

2.16 ANOVA des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin ; composantes de flexion et de torsion pour des chargements combinés de flexion à 60° et torsion à 30° 101

2.17 Visualisations graphiques des réponses moyennes des prototypes en Ni-Ti polycristallin ; chargements de flexion à 60°, torsion à 30° et torsion à 100° 103
2.18 Visualisations graphiques des réponses moyennes des prototypes en Ni-Ti polycristallin ; chargements combinés de flexion à 60° et torsion à 30° 104
2.19 Visualisations graphiques des réponses moyennes des prototypes en Ni-Ti polycristallin ; chargements combinés de flexion à 60° et torsion à 100°, avec les composantes de flexion et de torsion 105
2.20 S/N des prototypes en Ni-Ti polycristallin ; chargements de flexion à 60°, torsion à 30° et torsion à 100° 106
2.21 S/N des prototypes en Ni-Ti polycristallin ; chargements combinés de flexion à 60° et torsion à 30° 107
2.22 S/N des prototypes en Ni-Ti polycristallin ; chargements combinés de flexion à 60° et torsion à 100° 108
2.23 ANOVA des prototypes en Ni-Ti polycristallin ; chargements de flexion à 60°, torsion à 30° et torsion à 100° 109
2.24 ANOVA des prototypes en Ni-Ti polycristallin ; chargements combinés de flexion à 60° et torsion à 30° 110
2.25 ANOVA des prototypes en Ni-Ti polycristallin ; chargements combinés de flexion à 60° et torsion à 100° 111

3.1 Valeurs de $\vec{n}$ and $\vec{m}$ pour un cristal de Cu-Al-Be. 126
3.2 Matrice symétrique d'interactions H^{nm} avec C le coefficient de compatibilité et I le coefficient d'incompatibilité entre les variantes de martensite. 128
3.3 Paramètres matériau utilisés pour le calcul par éléments-finis des fils en Ni-Ti de 0.6 mm de diamètre. 130
3.4 Paramètres matériaux utilisés avec le modèle micromécanique pour un comportement isotrope dans le domaine élastique de l'austénite du Cu-Al-Be monocristallin (Collard and Ben Zineb, 2012). 132
3.5 Paramètres matériaux utilisés avec le modèle micromécanique pour un comportement symétrique cubique dans le domaine élastique du Cu-Al-Be monocristallin (Collard and Ben Zineb, 2012). 134
3.6 Matrice partielle d'interaction entre les variantes 7, 13, 14 et 22 d'après le tableau 3.2 147

Introduction

L'endodontie est une discipline exigeante de l'odontologie consacrée au traitement des maladies de la pulpe. Selon Laurichesse, la finalité de tout traitement endodontique est d'assurer le maintien l'organe dentaire dépulpé dans un état de santé permanent en prévenant l'apparition de lésions péri-apicales, ou en les éliminant lorsqu'elles existent (Laurichesse and Jacques, 1986). L'éviction de tous les débris organiques accessibles du système canalaire est considérée actuellement comme suffisante pour maintenir, ou rétablir l'état de santé des tissus préiapicaux. Ainsi, l'endodontie est une discipline dont la clef tient en deux propositions : exérèse de la pulpe ou du contenu organo-minéral et mise en place d'une unité biocompatible de substitution par le scellement canalaire.

L'outil au centre du traitement endodontique est la lime endodontique, son évolution accompagne toujours une amélioration de cette discipline. Aux origines de l'endodontie, les traitements étaient réalisés manuellement avec des limes endodontiques en acier inoxydable. Les soins apportés avec ces instruments étaient chronophages et source d'erreurs opératoires. De plus, les propriétés mécaniques de l'acier inoxydable augmentent le risque d'incidents comme la création de faux canaux ou de butées canalaires.

L'apparition du Nickel-Titane (Ni-Ti) polycristallin, un Alliage à Mémoire de Forme (AMF), en substitution de l'acier inoxydable pour la mise en forme canalaire a permis d'étendre l'utilisation mécanisée des limes endodontiques (Glosson et al., 1995). La mise en rotation, continue ou alternée, de la lime endodontique à l'intérieur du canal dentaire lui permet d'agir avec plus d'efficacité. En effet, les caractéristiques mécaniques du Ni-Ti profitent d'une meilleure flexibilité et d'une résistance à la fatigue supérieure. Ainsi, les risques de transports canalaires, fausses routes, et butées sont fortement diminués avec l'utilisation d'instruments mécanisés en AMF. Ces instruments endodontiques sont généralement utilisés en séquences afin de permettre une augmentation progressive du volume canalaire et faciliter l'obturation avec le matériau d'obturation. Aujourd'hui, l'utilisation du Ni-Ti polycristallin connaît encore des évolutions, notamment avec les opérations post-fabrication mais également au travers de l'amélioration des designs instrumentaux.

L'amélioration perpétuelle des caractéristiques mécaniques des limes endodontiques, au travers de l'avènement du Ni-Ti polycristallin, ont apporté reproductibilité et fiabilité au traitement endodontique. Cependant, l'élimination des micro-organismes du canal dentaire reste un point clé pour permettre un état de santé permanent de l'organe dentaire. En effet, une cause d'échec du traitement endodontique est la présence d'agents pathogènes résistants aux solutions d'irrigation désinfectantes. Ces micro-organismes sont responsables de recolonisation bactérienne après

la fin du traitement endodontique. Pour cela, le développement d'un outil endodontique, utilisé en synergie avec le produit d'irrigation et disposant de caractéristiques mécaniques semblables au Ni-Ti polycristallin, permettrait une élimination plus efficace de ces micro-organismes. Les matériaux avec ces caractéristiques sont les AMF à base de cuivre. C'est sur cette base que s'est établi le projet de développement d'une lime endodontique en AMF monocristallin cuivreux et plus précisément le Cuivre-Aluminium-Béryllium (Cu-Al-Be) constitué à 87,63% de cuivre, 11,7% d'aluminium et 0,67% de béryllium (m/m) (Wasmer et al., 2009).

Pour correspondre aux besoins endodontiques, le Cu-Al-Be monocristallin doit répondre à certains critères mécaniques et biologiques. D'un point de vu biologique, sa forte concentration de cuivre lui procure des propriétés antimicrobiennes très avantageuse face au Ni-Ti polycristallin. En effet, sa forte teneur en cuivre (supérieure à 70%) lui permet d'apporter une action antimicrobienne supplémentaire à l'intérieur du canal dentaire (Grass et al., 2011; Prado et al., 2012). Cette caractéristique en fait un allié de choix dans la lutte contre les micro-organismes multi-résistants tel que *Enterococcus faecalis* et *Candida albicans*.

Ce travail de thèse se positionne donc dans un projet plus global de collaboration entre l'entreprise Coltène-MicroMéga® et le LEM3 de l'Université de Lorraine dont l'objectif ultime est la commercialisation d'un instrument endodontique composé d'un AMF monocristallin cuivreux.

Le développement d'une lime endodontique en Cu-Al-Be vise à améliorer l'efficacité du traitement endodontique dans la lutte contre les micro-organismes. Depuis quelques années, un projet d'étude tend à montrer que les capacités mécaniques de ces AMF, et plus particulièrement le Cu-Al-Be monocristallin, sont au moins équivalentes à celles du Ni-Ti polycristallin. La finalité de ce projet est la mise sur le marché d'une lime endodontique avec les propriétés antimicrobiennes du cuivre. Mais avant cela, une étude poussée de la géométrie instrumentale et des capacités de tenue mécanique du Cu-Al-Be monocristallin est nécessaire. Dans cette intention, des travaux réalisés dans le cadre du Master de Saifeddine Bel Haj Khalifa et de la thèse d'université de Marin Vincent posent les bases de ce projet (Vincent et al., 2018). Tout d'abord, une étude numérique utilise un modèle phénoménologique pour représenter le comportement en flexion-torsion combinées d'un modèle de lime endodontique. Elle met en lumière les paramètres géométriques favorables à la réduction des contraintes dans une lime endodontique soumise à de la flexion-torsion combinées. L'objectif est de minimiser la réponse issue de ces deux chargements lorsque l'instrument endodontique est bloqué sur sa pointe dans le canal dentaire. Cette situation est caractérisée par de la flexion, du fait de la courbure du canal dentaire, combinée à de la torsion, du fait du mouvement de rotation continue de la lime endodontique lors du traitement canalaire. Par la suite, des essais de pénétration/retrait de limes endodontiques en Ni-Ti polycristallin et de prototypes en Cu-Al-Be monocristallin dans des canaux en Polyméthacrylate de méthyle (PMMA) ont été réalisés. Ils montrent que les capacités de mise en forme et de tenue en service de cet AMF sont semblables au Ni-Ti polycristallin mais dépendent du design de l'instrument (Vincent et al., 2017).

Dans la continuité de ces travaux, l'étude innovante réalisée dans le cadre de ce travail de thèse a pour objectif d'analyser, de manière expérimentale et numérique, la réponse en flexion-torsion des instruments en Cu-Al-Be monocristallin, à l'aide d'outils expérimentaux et numé-

riques, basés sur la méthode des éléments finis. Afin d'obtenir une base de comparaison, les tests réalisé sur le Cu-Al-Be monocristallin sont réalisés en parallèle sur le Ni-Ti polycristallin, principal AMF utilisé pour la fabrication des limes endodontiques. La sensibilité de cet instrument aux différents paramètres géométriques est également analysée.

Chapitre 1

État de l'art

1.1 Préparation canalaire 6
1.1.1 Mode opératoire 6
1.1.2 Instruments manuels 7
1.1.3 Instruments rotatifs 9
1.1.4 Traitement antimicrobien durant la préparation canalaire 12
1.1.5 Discussion 12
1.2 Les Alliage à Mémoire de Forme 13
1.2.1 Principales propriétés des AMF 15
1.2.2 Les différentes familles d'alliages à mémoire de forme 21
1.2.3 Application des AMF 24
1.2.4 Caractérisation du comportement des AMF 28
1.2.5 Modélisation du comportement des AMF 31
1.2.6 Discussion 36
1.3 Études numériques et expérimentales de la réponse des instruments endodontiques 36
1.3.1 Propriétés géométriques d'instruments endodontiques 37
1.3.2 Tests de caractérisation de la réponse des instruments 40
1.3.3 Influence des paramètres géométriques, matériaux et de chargement . . 45
1.3.4 Tenue en service en statique et en fatigue 48
1.3.5 Discussion 51
1.3.6 Conclusion 52

Introduction

L'objectif de ce travail de recherche, comme indiqué auparavant, est l'analyse expérimentale et numérique de la réponse d'une nouvelle version de lime endodontique fabriquée en Alliage à Mémoire de Forme (AMF) à base Cuivre ayant une microstructure monocristalline avec la mise en évidence de l'influence des paramètres géométriques et des propriétés de la section droite.

Avant de développer le contenu de ce travail dans les chapitres qui suivent, il est important d'effectuer l'état de l'art des études déjà menées en lien avec les différents aspects de ce travail de recherche. Ainsi ce chapitre commencera par la présentation générale de l'opération de préparation canalaire, les principales évolutions au niveau mode opératoire comme par exemple le type d'instrumentation utilisée, manuelle ou mécanisée en rotation. Par la suite, comme désormais la quasi-totalité des instruments commercialisés sont en AMF de type Ni-Ti et que l'instrument étudié est également en AMF mais à base Cuivre, la deuxième partie de ce chapitre est consacrée à la présentation de ces différentes familles d'AMF, de leurs propriétés, les applications correspondantes, particulièrement dans le domaine biomédical et plus précisément en endodontie ainsi que la caractérisation expérimentale et la modélisation du comportement de ces AMF. L'avant dernière partie de ce chapitre présente une synthèse non exhaustive des travaux numériques par éléments finis et expérimentaux au sujet de la réponse des instruments endodontiques. Les sollicitations considérées sont représentatives de l'opération de préparation canalaire (flexion, flexion rotative, torsion et flexion-torsion combinées) aussi bien en quasi-statique qu'en fatigue. Ce chapitre se termine par une conclusion mettant en évidence les problématiques toujours en cours d'investigation dans ce domaine. Ce travail de recherche est une tentative de contribuer à optimiser la préparation canalaire en combinant des performances mécaniques et antibactériennes par l'utilisation d'un AMF à base Cuivre dont les propriétés bactéricides ont été démontrées dans des travaux parallèles.

1.1 Préparation canalaire

L'endodontie est la discipline de l'odontologie qui concerne la prévention, le diagnostic et le traitement des maladies de la pulpe et des manifestations périradiculaires associées. Le traitement endodontique est la procédure thérapeutique des canaux radiculaires réalisée dans le respect de la triade endodontique classique de Marmasse : préparation, antisepsie et obturation (Lasfargues and Machtou, 2010). Il se décompose, lorsqu'il est réalisé par voie orthograde en plusieurs étapes : l'anesthésie, la pose du champ opératoire, l'éviction carieuse totale, la réalisation d'une cavité endodontique, la préparation canalaire chimio-mécanique divisée en deux temps : le cathétérisme et la mise en forme canalaire sous irrigation à l'hypochlorite de sodium, l'obturation canalaire tridimensionnelle étanche et l'obturation coronaire étanche.

1.1.1 Mode opératoire

La mise en forme canalaire doit respecter des impératifs biologiques et mécaniques, c'est-à-dire : éliminer de manière optimale le tissu organique pulpaire, la prédentine et la dentine infectées, ainsi que les micro-organismes pathogènes ; respecter l'anatomie endocanalaire, à savoir trajet canalaire, structures apicales, position et diamètre du foramen ; obtenir une forme canalaire adéquate, depuis la chambre pulpaire jusqu'au foramen, notamment en terme de conicité régulière, afin de favoriser l'accès et le renouvellement des solutions d'irrigation, ainsi que de réaliser une obturation tridimensionnelle étanche (Arbab Chirani et al., 2010).

1.1.2 Instruments manuels

Les instruments endodontiques manuels répondent à la norme NF EN ISO 3630-1 (Int. Org. for Standardization, 2008) ainsi qu'aux spécificités émises par l'American Dental Association (ADA). Cette norme définit plusieurs paramètres :

- Une conicité fixe de 2% traduisant une augmentation de diamètre de deux centièmes de millimètres par millimètre de lame active ;
- Un code couleur correspondant au diamètre apical en centièmes de millimètres (de $^{6}/_{100}$ de mm à $^{140}/_{100}$ de mm) ; Un angle de pointe (entre 60° et 90°) ;
- La longueur totale tige-lame active des instruments (généralement de 21 mm, 25 mm et 29 mm) ;
- La longueur de la lame active (16 mm).

Caractéristiques des instruments manuels en acier inoxydable

Chaque instrument de mise en forme canalaire comporte des caractéristiques qui lui sont propres. On retrouve parmi celles-ci : le procédé de fabrication (usinage ou torsadage), la section instrumentale (quadrangulaire, ronde ou triangulaire), la conicité, le diamètre apical, le pas et l'angle d'hélice, l'angle de coupe ou d'attaque, l'angle de pointe et l'angle de transition. La section instrumentale correspond au profil global de l'instrument. Elle est caractérisée par sa masse centrale ou âme résiduelle et par son profil de lame en périphérie (Lasfargues and Machtou, 2010). Elle a une influence sur la flexibilité et la résistance à la fracture de l'instrument, ainsi que sur l'évacuation des débris (Claisse et al., 2014). Le pas d'hélice est la distance entre deux spires successives sur la lame active de l'instrument. L'angle d'hélice correspond à l'angle formé entre l'axe longitudinal de l'instrument et l'axe des spires (Lasfargues and Machtou, 2010). Il a une influence sur l'évacuation coronaire des débris (Calas and Vulcain, 1999) mais aussi sur la tendance au vissage de l'instrument dans le canal. Cet angle est de 20° pour les broches, 40° pour les limes K et 60° pour les limes H. L'angle de coupe ou angle d'attaque est l'angle formé entre les lames et les parois canalaires. Il est directement lié à l'efficacité travaillante des instruments (Lasfargues and Machtou, 2010). Cet angle peut être positif (coupe active), neutre ou négatif (coupe passive). S'il est légèrement positif, cela permet d'avoir un effet de coupe suffisant et de diminuer les risques de blocage en favorisant la remontée des débris en direction coronaire (Ricci et al., 1999). Cet angle est de 45° pour les limes K et de 90° pour les limes H. L'angle de pointe correspond à l'angle formé par l'intersection des lames à l'extrémité de l'instrument (Lasfargues and Machtou, 2010). La norme ISO fixe sa variation entre 60° et 90°. Les instruments de traitement endodontique sont à pointe mousse non travaillante, ce qui permet d'assurer leur guidage dans le canal. L'angle de transition est l'angle formé à la jonction entre la pointe et la première spire de l'instrument (Lasfargues and Machtou, 2010). Les industriels ont tendance à l'adoucir par meulage afin d'éviter une éventuelle encoche dentinaire, une butée ou une fausse route (Claisse et al., 2014).

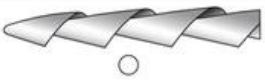
Instruments	Lime K	Lime H	Broche
Photographie			
Radiographie			
Profil et section			

Tableau 1.1 – Représentation de 3 instruments manuels de référence (lime K, lime H et broche) Arbab Chirani et al. (2010).

Instrumentation manuelle de référence

Les instruments de mise en forme canalaire manuels en acier inoxydable existent depuis des décennies et ont tendance, depuis l'avènement du nickel-titane, à être moins utilisés. Bien que les préparations canalaires purement manuelles soient aujourd'hui délaissées par rapport aux mises en forme mécanisées, certains instruments manuels restent indispensables dans les premières phases d'un traitement endodontique comme le cathétérisme, ou bien dans la préparation de canaux difficiles (fins, courbes, calcifiés), mais aussi dans le maintien de la perméabilité apicale durant la mise en forme canalaire. Il s'agit de la broche, la lime K, la lime H, la lime MMC® et la lime MME® (tableau 1.1). La broche ou alésoir est un instrument torsadé de section triangulaire. Elle possède un pas long (faible nombre de spires) et un angle d'hélice de 20°. De par son profil, on l'utilise en rotation horaire d'un quart de tour puis retrait. Elle trouve son intérêt dans l'élimination des débris organiques et minéraux en fin de préparation, voire en cas de retraitement endodontique (Etienne, 1995). La lime K (Kerr) est un instrument torsadé ou usiné de section quadrangulaire, voire triangulaire ou losangique pour plus de flexibilité. Elle possède un pas court (grand nombre de spires), un angle d'hélice de 40° et un angle de coupe de 45°. On l'utilise en rotation horaire d'un huitième de tour et/ou en traction. Elle est principalement employée pour les phases de pénétration (repérage et cathétérisme), de maintien de la perméabilité apicale, voire aussi pour l'élargissement (Camps and Pertot, 1992; Etienne, 1995). La lime H (Hedström) ou racleur est un instrument usiné de section ronde. Elle possède un pas court et constant, un angle d'hélice de 60° et un angle de coupe de 90°. Son profil de vis à bois justifie son utilisation en traction pure avec un appui pariétal. Elle est employée pour l'élargissement après le passage d'une lime K de même diamètre apical, elle sert également à l'évacuation des débris et tissus organiques, mais aussi à la désobturation lors d'un retraitement endodontique (Etienne, 1995; Pecchioni, 1985). La lime MMC® (Micro-Méga Cathétérisme®) est un instrument dérivé de la lime K, usiné, de section hexagonale, afin de faciliter le cathétérisme. Elle est obtenue à partir d'un alliage métallique, coulé sous vide, par découpe d'une matrice cylindrique (Launay, 1986). De par sa modification de section (anciennement quadrangulaire), elle est plus rigide et paradoxalement plus souple. Elle possède un pas court avec des lames cependant moins prononcées. Elle est disponible en quatre diamètres ($^{06}/_{100}$ mm, $^{08}/_{100}$ mm, $^{10}/_{100}$ mm, $^{15}/_{100}$ mm). On l'utilise en

rotation horaire d'un huitième de tour puis retrait antihoraire. Cette dynamique implique une précourbure de l'instrument dans les derniers millimètres avant pénétration, on étend ce principe, que l'on doit à Beveridge, à tous les instruments de cathétérisme en acier inoxydable (Ingle, 1976). La lime MME® (Micro-Mega Élargisseur®) est un instrument dérivé de la lime H, usiné, de section ronde, afin de faciliter l'élargissement au cours du cathétérisme. Elle est obtenue de la même manière que la lime MMC® (Launay, 1986). Elle possède un angle de coupe et une amplitude de lames modérés par rapport à la lime H, la grande différence est qu'elle comporte une pointe mousse. Elle est complémentaire de la lime MMC® car cette dernière ne suffit pas à elle seule pour élargir le canal (Launay, 1986). Elle est disponible en trois diamètres ($^{08}/_{100}$ mm, $^{10}/_{100}$ mm, $^{15}/_{100}$ mm). On l'utilise en traction pure avec un appui pariétal après le passage d'une lime MMC® de même diamètre.

1.1.3 Instruments rotatifs

La mécanisation de la préparation canalaire a débuté par le développement de différentes pièces à main spécifiques et différents types d'instruments ou de séquences instrumentales. Les instruments rotatifs de préparation canalaire sont d'abord apparus en acier inoxydable puis en Ni-Ti. Roane et al. (1985) décrivent la nécessité de rotation dans le canal sur toute sa longueur avec les instruments endodontiques. Ce sont là les prémices de la rotation continue (Roane et al., 1985). Ces instruments sont généralement utilisés en séquences instrumentales et sont introduits dans les canaux en rotation. Cette rotation est continue, c'est-à-dire que l'instrument restera en mouvement tout le temps de son utilisation intracanalaire.

La rotation continue

La rotation continue, comme tout moyen de préparation canalaire mécanisé, permet de s'affranchir d'une partie des mouvements intra-canalaires liés à l'opérateur. La mise en forme s'effectue en grande partie par la rotation de l'instrument (grâce à ses lames actives). Or cette rotation est donnée par un contre-angle spécifique qui peut être paramétré selon les données d'utilisation des instruments des constructeurs. Seuls les mouvements verticaux et de brossages pariétaux sont opérateur dépendants. Cela permet une certaine standardisation de la mise en forme du système endo-canalaire (Baumann and Roth, 1999). La rotation continue s'est imposée aujourd'hui comme la référence en matière de préparation canalaire mécanisée et ce dans presque tous les cas de figure. La flexibilité du Ni-Ti a permis la mécanisation de la mise en forme des canaux courbes même dans des cas extrêmes (Bürklein et al., 2013, 2015; Saber et al., 2015). Le travail canalaire par rotation continue a permis d'obtenir une préparation des canaux qui soit reproductible, fiable, plus simple et en un temps plus court.

La réciprocité

En réciprocité, les instruments réalisent des successions de cycles de mouvements antihoraires et horaires d'amplitudes différentes. Ce mouvement a été mis en place afin de diminuer les risques de rupture instrumentale liés à l'accumulation trop importante des contraintes de rotation conti-

nue. L'inconvénient de la mécanisation instrumentale repose sur les contraintes majorées subies par les limes endodontiques, augmentant leur risque de rupture. Cette conséquence est liée à la sollicitation de flexion rotative induisant une succession de traction/compression subie par l'instrument lorsqu'il travaille dans le canal et ceci étant directement lié au rayon de courbure canalaire (Larsen et al., 2009; Sattapan et al., 2000; Spili et al., 2005). C'est pour minimiser ce risque de séparation que la réciprocité asymétrique a été développée. Le mouvement antihoraire permet d'éliminer les risques d'aspiration et de vissage instrumental grâce à l'alternance de mouvements horaires et antihoraires, de relâcher les contraintes de torsion accumulées sur l'instrument afin d'éviter une rupture par fatigue (Abou El Nasr and Abd El Kader, 2014; Kiefner et al., 2014; Pedullà et al., 2013; Vadhana et al., 2014), de diminuer les risques d'extrusion de débris dans le péri-apex (De-Deus et al., 2015; Tinoco et al., 2014), de parfaire le centrage de l'instrument au sein du canal (Yared, 2008) et de diminuer les risques de fêlures dentinaires (Abou El Nasr and Abd El Kader, 2014; Kansal et al., 2014).

Caractéristiques des instruments mécanisés en Nickel-Titane

Les instruments mécanisés en Ni-Ti se distinguent essentiellement par leurs paramètres géométriques : longueur, section, conicité, profil des lames. Ces instruments sont disponibles en 4 longueurs : 21 mm, 25 mm, 29 mm et 31 mm. Généralement, la section de ces instruments est symétrique (triangulaire, quadrangulaire, pentagonale, *ect*) mais peut aussi être asymétrique (variation du profil et donc du nombre de lames actives). Une section non symétrique permettrait un meilleur centrage, une meilleure efficacité de coupe et une meilleure évacuation des débris (Shen and Haapasalo, 2008). Les conicités de ces instruments varient de 2 % à 6 % pour les instruments de préparation du système endocanalaire dans son intégralité, mais aussi 12 % voire 19 % pour les instruments courts d'évasement coronaire (openers). Une séquence instrumentale comporte des instruments de plusieurs conicités. La conicité d'un instrument peut être constante ou variable : une conicité constante correspond à une augmentation de diamètre uniforme le long de la partie active de l'instrument ; une conicité variable correspond à une augmentation de diamètre variable le long de la partie de l'instrument (Pertot et al., 2003). Concernant la conicité variable, celle-ci peut être progressive (profil de Tour Eiffel) ou régressive (profil d'obélisque) (figure 1.1). Le premier système à conicité variable disponible sur le marché a été le ProTaper® de Maillefer. Aujourd'hui, ces successeurs sont le ProTaper® Universal, le ProTaper Next® et le ProTaper Gold® de Dentsply Maillefer. Le concept de conicité variable permet de réduire le nombre d'instruments travaillant selon la technique de préparation corono-apicale, en donnant au tiers apical une conicité majorée et ainsi de favoriser une irrigation profonde et renouvelée (Claisse et al., 2014). Sur les lames des instruments de première génération, la présence de méplat radiant permet l'amélioration du centrage de l'instrument dans le canal, ce qui contribue à minimiser l'effet de vissage, le risque de blocage et la rupture ; tout cela au détriment de l'efficacité de coupe (Hülsmann et al., 2005; Martin et al., 2002; Pertot et al., 2003; Xu et al., 2006). Pour les instruments sans méplat, le concept de conicité apicale augmentée a été élaboré afin de contourner les problèmes de vissage et de fracture (Arbab Chirani et al., 2010). La variation progressive de pas et/ou de l'angle d'hélice ou la conicité variable sur un même instrument favorise

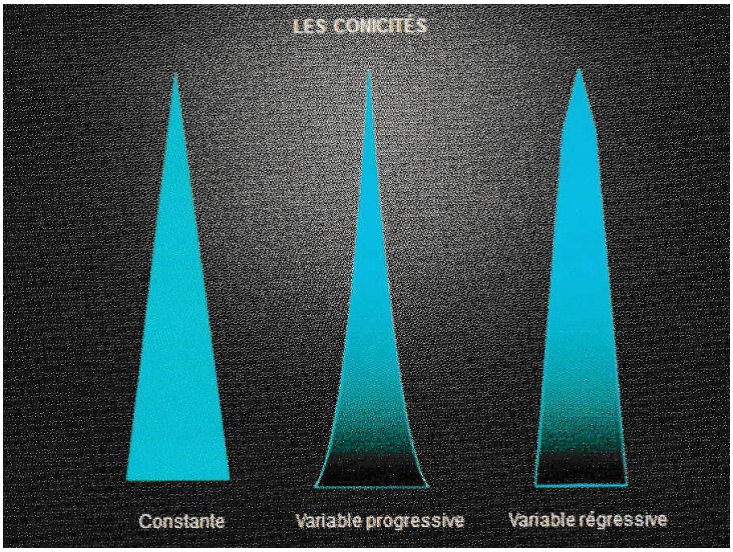


Figure 1.1 – Illustration des différents types de conicité (Claisse et al., 2014).

l'évacuation des débris (Diemer et al., 2013; Pertot et al., 2003). Pour la majorité des systèmes, l'angle de coupe est légèrement positif et la pointe non travaillante, permettant ainsi de combiner une bonne efficacité de coupe, un moindre risque de vissage et de perforation (Arbab Chirani et al., 2010).

Réflexions sur l'usinage des instruments rotatifs en Ni-Ti

Les instruments en Ni-Ti sont pour la plupart obtenus par usinage. Ce procédé de fabrication génère cependant des imperfections pouvant compromettre leur résistance à la rupture. C'est pour cette raison, mais aussi en vue d'améliorer leurs propriétés, que des traitements de surface sont appliqués. L'électropolissage ou polissage électrolytique est un procédé de finition de surface instrumentale couramment employé dans le domaine biomédical (Shabalovskaya et al., 2008). Par la perte de substance et par le développement d'une couche protectrice d'oxyde, la surface de l'instrument se retrouve régularisée et débarrassée de ses contaminants (Gutmann and Gao, 2012). Les études menées à ce sujet ne convergent pas dans le même sens. Pour certains, cette méthode permet d'accroître la résistance à la fatigue cyclique et la résistance à la corrosion (Anderson et al., 2007; Condorelli et al., 2010). Pour d'autres, il n'existe pas de différence entre des instruments électropolis et non électropolis (Barbosa et al., 2008; Bui et al., 2008). L'implantation ionique est un autre procédé utilisé en vue d'augmenter la dureté de surface de l'instrument, et donc d'améliorer son efficacité de coupe et sa résistance à la fatigue cyclique (Gutmann and Gao, 2012). L'incorporation ionique d'argon (Wolle et al., 2009) et de bore (Lee et al., 1996) donne des résultats probants, alors que l'incorporation ionique d'azote (Gavini et al., 2010; Rapisarda et al., 2000) donne des résultats mitigés.

1.1.4 Traitement antimicrobien durant la préparation canalaire

Le facteur microbiologique est omniprésent en endodontie. Le rôle de l'irrigation est de faciliter et de compléter l'action mécanique des instruments canalaires. On parle de préparation chimio-mécanique. Outre le risque d'être confronté à un biofilm endodontique, les surfaces dentinaires travaillées mécaniquement sont recouvertes par un enduit pariétal composé de microorganismes et de débris organiques pulpaires et dentinaires. Le rôle de l'irrigation est ainsi d'éliminer les débris organiques et minéraux par l'utilisation de solutions antiseptiques et chélatantes. Un irrigant canalaire doit posséder des propriétés mécaniques de lubrification des instruments et de nettoyage des parois canalaires ; des propriétés chimiques de mouillabilité, d'action solvante ; et des propriétés biologiques d'action antiseptique et de biocompatibilité (Arbab Chirani et al., 2010). L'irrigation se fait classiquement à l'aide d'une seringue et d'une aiguille à fenêtre d'éjection latérale (Bronnec et al., 2010), sous pression manuelle douce après chaque passage instrumental. Plusieurs solutions d'irrigation existent comme l'hypochlorite de sodium, le peroxyde d'hydrogène, le digluconate de chlorhexidine pour leurs actions antimicrobiennes et l'acide Ethylène Diamine Tétra Acétique (EDTA) et l'acide citrique pour leur action chélatante sur les débris minéraux (Machtou, 1980). De nos jours l'hypochlorite de sodium représente le gold standard des solutions d'irrigation pour ses propriétés antimicrobiennes (Haapasalo et al., 2014). Cependant un des gros inconvénients de cette solution est son action irritante et nécrosante lors de son injection tissulaire iatrogène provoquant douleur, œdème, hémorragies (Robotta and Wefelmeier, 2011; Zhu et al., 2013) pouvant parfois engager le pronostic vital du patient (Bowden et al., 2006). De plus, des espèces microbiologiques comme *Enterococcus faecalis* et *Candida albicans* survivent à la préparation chimio-mécanique et sont responsables de l'échec de certains traitements endodontiques (Gomes et al., 2008; Kovac et al., 2013; Siqueira and Rôças, 2004).

1.1.5 Discussion

Ni l'acier, ni le nickel-titane possèdent des propriétés antimicrobiennes. Ce travail concerne un AMF, principalement constitué de cuivre, dont seraient issus les instruments endodontiques, qui possède des propriétés superélastiques meilleures que le Ni-Ti (Entemeyer et al., 2000) et des propriétés antimicrobiennes qui pourraient être potentialisées par la solution d'irrigation. L'Agence de Protection Environnementale des États-Unis d'Amérique (`https://www.epa.gov/`) a enregistré le cuivre en tant que premier matériau solide antimicrobien (Grass et al., 2011). Sur le plan biologique, la littérature est unanime et démontre une activité antimicrobienne des surfaces contenant plus de 70% de cuivre (Prado et al., 2012). L'adjonction de cuivre dans les alliages de Ni-Ti ou simplement des alliages de titane a permis de mettre en évidence une activité antimicrobienne applicable aux dispositifs médicaux implantables (Li et al., 2011) et aux implants dentaires (Liu et al., 2018). L'activité antimicrobienne du cuivre dépend de la température, de l'humidité ambiante, de la concentration, de la forme et de la taille des éléments, du type de support d'application et du contact (Vincent et al., 2016, 2018). Les conditions cliniques d'utilisation d'un instrument endodontique permettent de regrouper la majeure partie des conditions énumérées. Par ailleurs, le peroxyde d'hydrogène a été utilisé comme irrigant

canalaire en endodontie pour ses propriétés antimicrobiennes, hémostatiques et de détersion organique. Il est aujourd'hui remplacé par l'hypochlorite de sodium qui possède un meilleur spectre antimicrobien (Dagna et al., 2011; Schäfer, 2007). Cependant, l'action antimicrobienne du peroxyde d'hydrogène est largement augmentée par l'addition de cuivre dans le milieu et ceci par l'activation de la production de radicaux libres (Dittmar et al., 1930; Hartemann et al., 1995). Cette association a d'ailleurs été suggérée dans la décontamination des dispositifs médicaux infectés par le prion (Solassol et al., 2006). C'est la réaction de Fenton qui est à la base de ce processus. Elle a été initialement découverte avec le fer. Le cuivre présente une réactivité du même type que celle du fer. Le cuivre va jouer un rôle de catalyseur dans la formation de radicaux libres (radicaux hydroxyles) (Gutteridge and Wilkins, 1983). Des travaux préalables réalisés au laboratoire ont permis de tester l'activité antimicrobienne d'une combinaison entre un alliage à mémoire de forme monocristallin cuivreux (Cu-Al-Be) et le peroxyde d'hydrogène. L'application endodontique de cette combinaison fait l'objet d'un brevet qui a été déposé en 2017 (Engels-Deutsch and Bataillard, 2017).

1.2 Les Alliage à Mémoire de Forme

Les AMF, une fois déformés au-delà de leur capacité élastique par une sollicitation thermomécanique, se distinguent des matériaux conventionnels par leur capacité à retrouver leurs formes initiales lors d'une décharge assistée ou pas par un chauffage (Guénin, 1986; Lecxellent, 2013; Patoor and Berveiller, 1994). Ils présentent ainsi une déformation inélastique réversible pouvant atteindre 6% lorsqu'ils présentent une microstructure polycristalline et jusqu'à 12% en ayant une microstructure monocristalline. Cette déformation inélastique réversible est induite par une transformation de phase sans diffusion permettant une transition entre une phase mère stable à haute température (austénite) et une phase fille métastable à basse température (martensite). Elle est définie dans (Guénin, 1986) comme « une transformation displacive de premier ordre présentant une déformation homogène du réseau cristallographique, constituée principalement par un cisaillement ». À l'échelle du réseau cristallin, la transformation martensitique correspond à une distorsion par cisaillement dans un plan donné (nommé plan d'habitat de normale $\vec{n}$) et suivant une direction donnée (nommée direction de distorsion $\vec{m}$) et une amplitude donnée (nommée glissement g), comme schématisé par la figure 1.2. En fonction de la nature de la maille élémentaire de l'austénite (plans et directions denses de la maille), chaque famille $(\vec{n}, \vec{m})$ constitue une variante donnée de martensite qu'il est possible d'activer en fonction de la direction du chargement thermomécanique appliqué. Ainsi cette transformation martensitique est la conséquence de la distorsion du réseau initial (transformation austénite-martensite) et l'évolution de la partie déjà distordue du réseau par un cisaillement dans une nouvelle direction (passage d'une variante i $(\vec{n}_i, \vec{m}_i)$ à une variante j $(\vec{n}_j, \vec{m}_j)$ correspondant à la réorientation de la martensite, figure 1.3a). À l'échelle macroscopique, cette distorsion du réseau cristallin peut ou pas se traduire par une déformation réversible appelée déformation de transformation. En effet, il est possible que les distorsions dans les différentes directions s'annihilent entre elles aboutissant à une déformation macroscopique nulle. Dans ce cas, il s'agit d'une « martensite

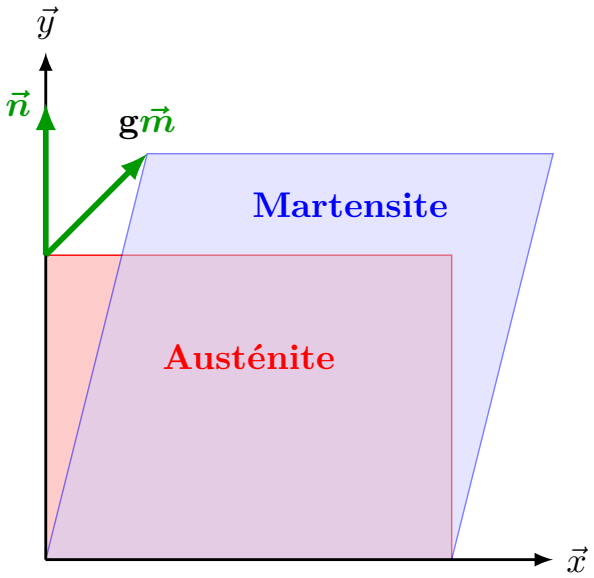
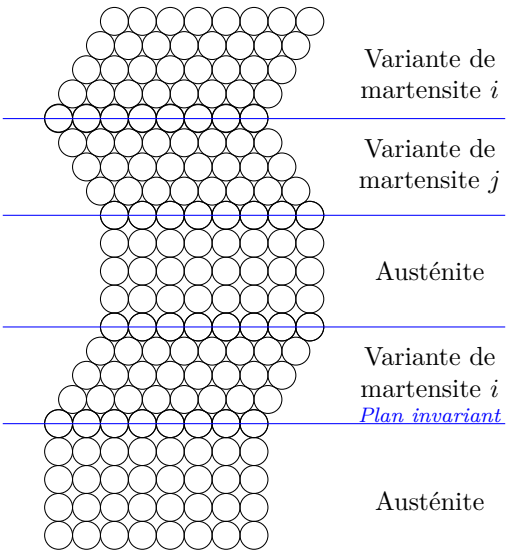
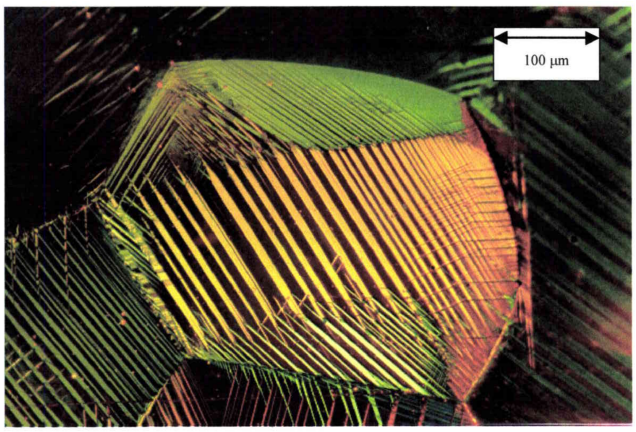


Figure 1.2 – Schématisation de la transformation martensitique à l'échelle du réseau cristallin.

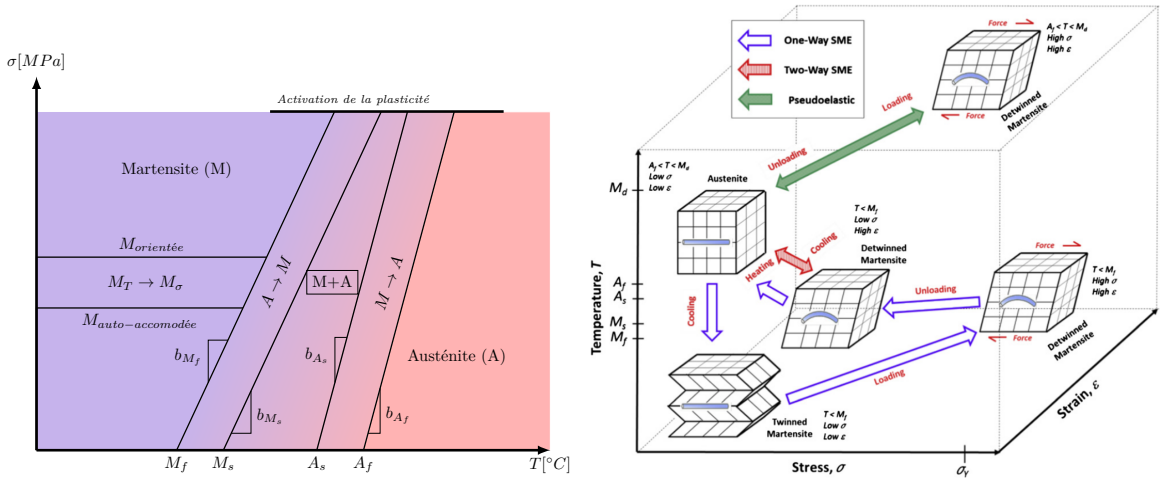


(a) Schématisation de la déformation du réseau cristallin avec différentes variantes de martensite (Otsuka and Wayman, 1998)



(b) Microstructure avec différentes variantes de martensite dans un polycristal de Cu-Al-Be, cliché A. Eberhardt (Patoor et al., 1996, 2006)

Figure 1.3 – Visualisation de la transformation martensitique avec la formation de plusieurs variantes de martensite.



(a) Pseudo diagramme de phase d'un AMF suivant les dimensions de contrainte et de température (Brinson, 1993)

(b) Pseudo diagramme de phase d'un AMF dans les trois dimensions de contrainte, température et déformation (Mohd et al., 2014)

Figure 1.4 – Pseudo diagrammes de phase d'un AMF en deux et trois dimensions.

auto-accommodée » ou désignée dans certaines références « martensite thermique ». Dans le cas où cette déformation de transformation macroscopique est non nulle, on considère que la martensite formée est une « martensite orientée » ou dans certaines références « martensite mécanique », figure 1.3b. Il est à noter que les termes « thermique » et « mécanique » font référence à la sollicitation appliquée pour induire l'état martensitique correspondant, même s'il s'agit de l'activation d'un groupe différent parmi la même famille de variantes intrinsèque à la nature du réseau cristallin. Ces mécanismes de transformation martensitique et de réorientation de la martensite confèrent à l'AMF des propriétés particulières détaillées dans le paragraphe qui suit.

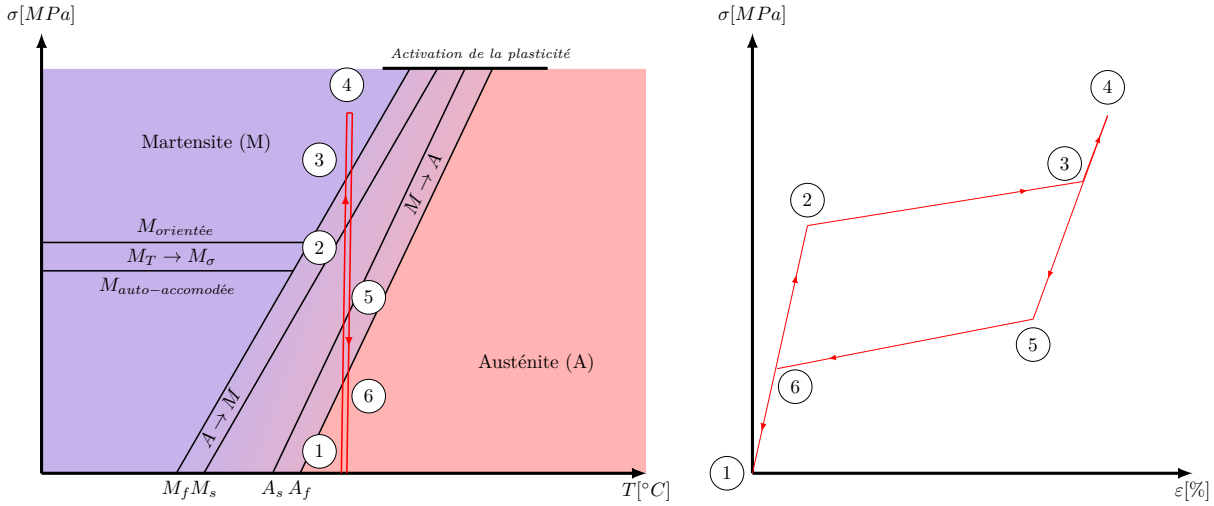
1.2.1 Principales propriétés des AMF

La transformation martensitique et la réorientation de martensite sous l'effet d'un chargement thermomécanique confèrent aux AMF des propriétés particulières récapitulées dans un pseudo-diagramme de transformation exprimé soit en 2D (contrainte-température, figure 1.4a), soit en 3D (contrainte-température-déformation, figure 1.4b). Ce diagramme est caractérisé par des zones où l'AMF est à l'état austénitique, d'autres où il est à l'état martensitique avec un sous domaine où la martensite est orientée et un autre où elle est auto-accommodée. Les frontières de ces domaines sont définies à partir des paramètres intrinsèques au type d'AMF et prennent en compte le caractère hystérétique des mécanismes de transformation martensitique et de réorientation de martensite (décalage en contrainte-déformation-température entre le mécanisme direct et inverse). La zone austénitique est séparée de la zone de martensite orientée par quatre droites dans le diagramme contrainte-température. Deux correspondent à la transformation directe (début et fin de transformation austénite-martensite) et deux autres à la transformation inverse (début et fin de transformation inverse). Chaque droite est caractérisée par sa pente et son intersection avec l'axe des abscisses. Il s'agit des températures de début et de fin de transfor-

mations martensitiques directe et inverse à contrainte nulle désignées respectivement M_s, M_f, A_s et A_f (figures 1.4a et 1.4b). La zone de martensite auto-accommodée se situe au niveau de basses contraintes et basses températures. Elle est délimitée par une droite horizontale par rapport à la zone de martensite orientée caractérisée par une contrainte seuil d'activation de la réorientation. Sa frontière avec la zone austénitique n'est pas clairement identifiée et on retrouve deux types d'hypothèses : (i) une droite verticale caractérisée par la température M_f (Tanaka et al., 1986) ou (ii) une droite inclinée de pente positive différente de celles de droites de début et de fin de transformation martensitique directe et inverse (Brinson, 1993). Il est à noter que pour un niveau de contraintes élevé (supérieur à un seuil donné) à différentes températures le mécanisme de plasticité s'active dans l'austénite et/ou dans la martensite. Enfin les zones délimitées par les droites de début et de fin de transformation directe ou inverse présentent un état biphasé d'austénite et de martensite. Suivant le trajet de chargement appliqué au niveau de ce diagramme contrainte-déformation-température l'AMF se comporte de manière spécifique. Ainsi l'application d'une contrainte à température constante supérieure à A_f aboutit au comportement particulier couramment appelé superélasticité ou pseudoélasticité. L'application d'un chargement thermomécanique constitué d'un refroidissement à contrainte nulle ou très faible jusqu'à une température inférieure à M_f suivi d'une charge-décharge à température constante et terminé par un chauffage jusqu'à une température supérieure à A_f aboutit à un autre comportement particulier couramment appelé effet mémoire de forme simple sens. L'application d'un chargement cyclique de refroidissement chauffage entre une température supérieure à A_f et une autre inférieure à M_f à contrainte constante supérieure au seuil de réorientation aboutit au comportement particulier de l'effet mémoire de forme double sens. Enfin, un chargement mécanique cyclique à une température inférieure à M_f et à contrainte maximale supérieure au seuil de réorientation confère à l'AMF un comportement particulier appelé effet caoutchoutique (Otsuka and Ren, 2001; Ren and Otsuka, 1997). Des trajets de chargement thermomécaniques plus complexes aboutissent généralement à une combinaison de ces différents comportements particuliers. Dans ce qui suit, ces comportements particuliers sont détaillés.

L'effet superélastique ou pseudoélastique

Le comportement superélastique ou pseudoélastique est obtenu à partir d'un trajet de chargement purement mécanique (à température constante supérieure à A_f) comme décrit par la figure 1.5a. Le comportement associé, décrit par la figure 1.5b, représente les transformations martensitiques directe et inverse en plus de l'élasticité de l'austénite et de la martensite. Au début du chargement (point (1) jusqu'à point (2)), le comportement linéaire observé correspond à l'élasticité de l'austénite. À partir du point (2), la contrainte seuil de début de transformation est atteinte et la transformation de l'austénite en martensite commence. Une déformation induite par cette transformation se rajoute à la déformation élastique du matériau biphasé austénite & martensite. Cette partie du comportement est non linéaire mais généralement idéalisée par un comportement pseudoélastique linéaire de pente beaucoup plus faible que le module élastique. Cette étape de transformation martensitique directe se termine au point (3) où toute l'austénite est théoriquement transformée en martensite (en réalité en raison des défauts et des hétérogé-

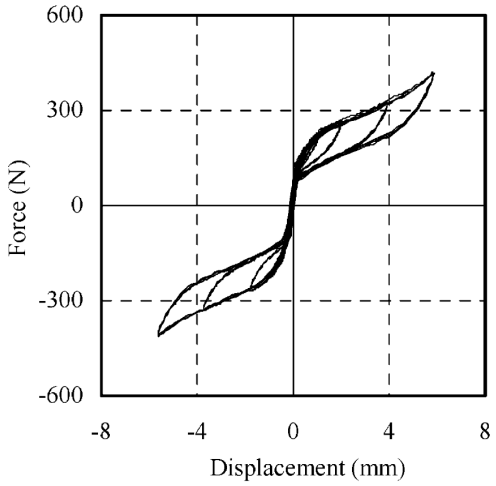


(a) Représentation de l'effet superélastique dans le diagramme contrainte-température

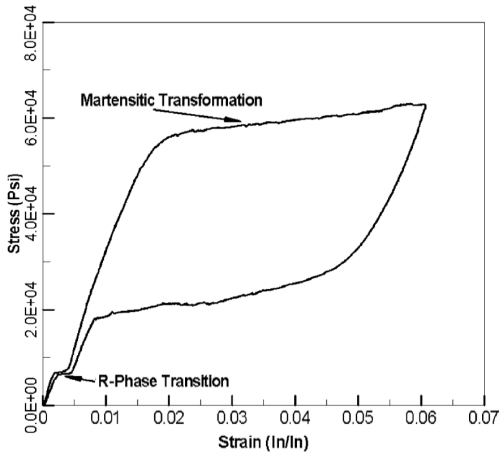
(b) Représentation de l'effet superélastique dans le diagramme contrainte-déformation

Figure 1.5 – Représentation du trajet de chargement caractéristique de l'effet superélastique

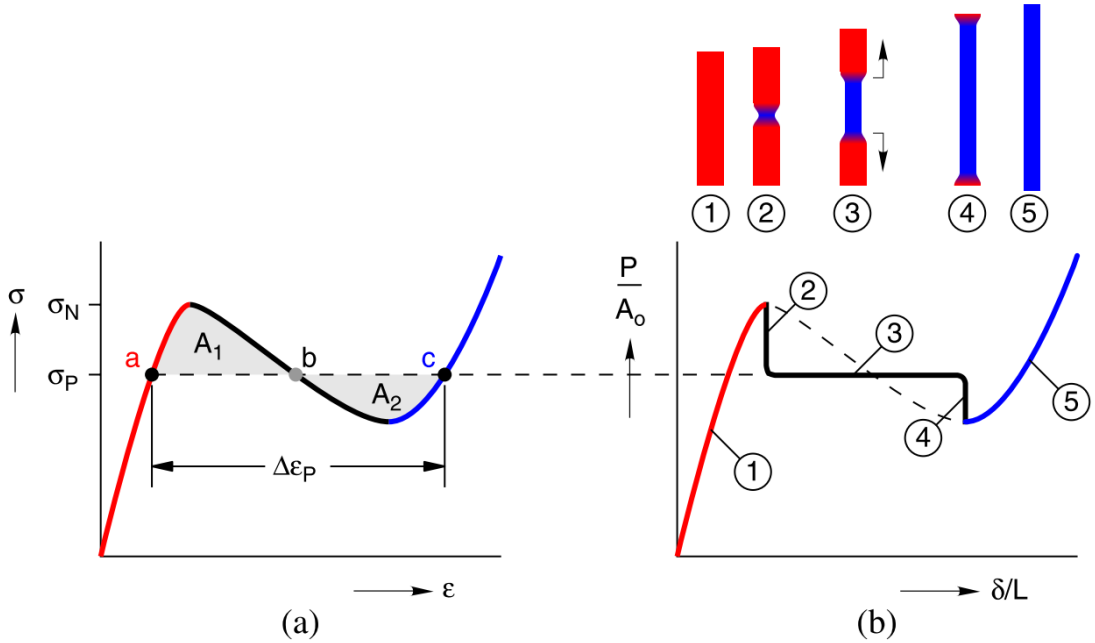
néités, cette transformation n'est jamais complète). Le comportement linéaire observé entre les points (3) et (4) correspond à l'élasticité de la martensite dont le module est généralement différent de celui de l'austénite. Ce domaine d'élasticité de la martensite est limité par la contrainte seuil d'activation de la plasticité. La déformation maximale atteinte au point (3) varie entre 3 et 12% suivant le type d'AMF, son état cristallographique monocristallin ou polyscristallin et les différents traitements thermomécaniques subis. Lors de la décharge, le début de la transformation inverse est observé au point (5) avec un décalage induit par le caractère hystérétique de la transformation martensitique ($A_s \neq M_f$). Cette transformation inverse se termine au point (6) avec un comportement non linéaire idéalisé, comme pour la transformation directe, par un comportement pseudoélastique linéaire. Enfin, on retrouve le comportement élastique linéaire de l'austénite entre les points (6) et (1). Comme indiqué auparavant le comportement réel est plutôt non linéaire pour les AMF polycristallins. Cette non linéarité est particulièrement accentuée en début et fin de transformation directe et inverse en raison de l'activation de la transformation de phase de manière décalée entre les différents grains en fonction de leurs orientations cristallographiques, figure 1.6a. De plus, cette figure montre que le comportement suite à une décharge avant la fin de transformation est différent de celui de la boucle complète et qu'il existe une différence entre le comportement de traction et en compression. Il est à noter également que pour certains AMF, notamment en Ni-Ti, une transformation intermédiaire est observée avec une phase-R qui s'intercale entre l'austénite et la martensite aboutissant au comportement décrit par la figure 1.6b (Sehitoglu et al., 2000). Cette phase R induit une décroissance du module pseudoélastique équivalent entre les points (1) et (2) de la figure 1.5b. D'autres AMF, sollicités en traction, présentent une surélévation de la contrainte au point (2) de la figure 1.5b suivie d'un plateau durant la transformation directe, figure 1.6c. Le même phénomène est observé durant la transformation inverse avec une baisse locale du niveau de contrainte suivie d'un plateau de transformation inverse. Ces phénomènes sont liés à la localisation de la transformation de phase



(a) Mise en évidence des boucles internes lors d'un essai de traction-compression (Dolce and Cardone, 2001).

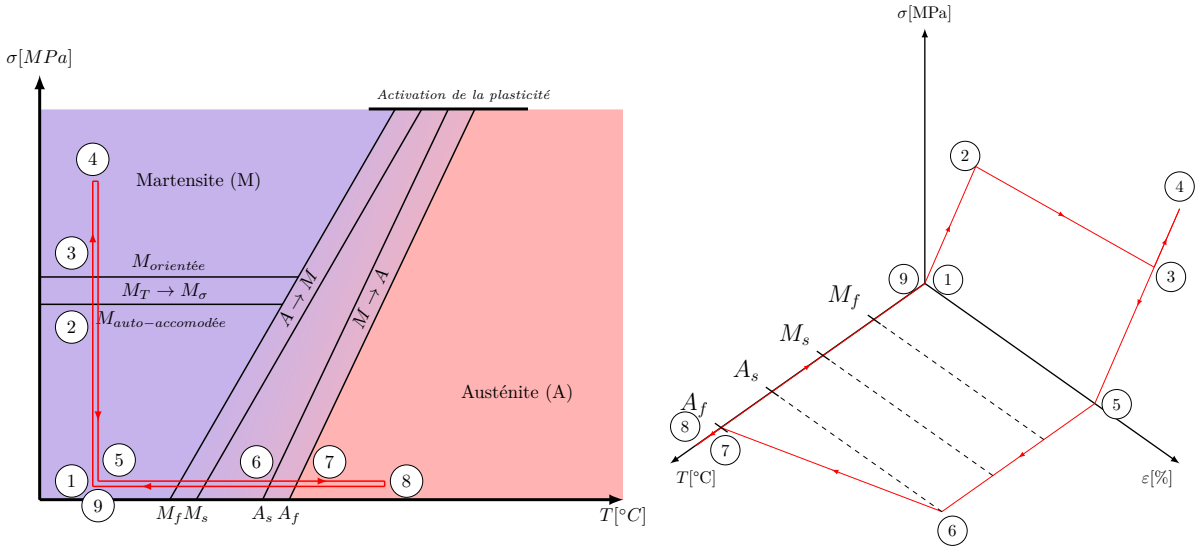


(b) Mise en évidence de la phase-R dans un Ni-Ti lors d'un essai de traction (Sehitoglu et al., 2000).



(c) Visualisation de la localisation de transformation lors du début et fin de transformation, (a) réponse locale contrainte-déformation (b) réponse globale force-allongement (Churchill et al., 2009)

Figure 1.6 – Visualisation de plusieurs phénomènes liés à la transformation martensitique.



(a) Représentation de l'effet mémoire simple sens dans le diagramme contrainte-température

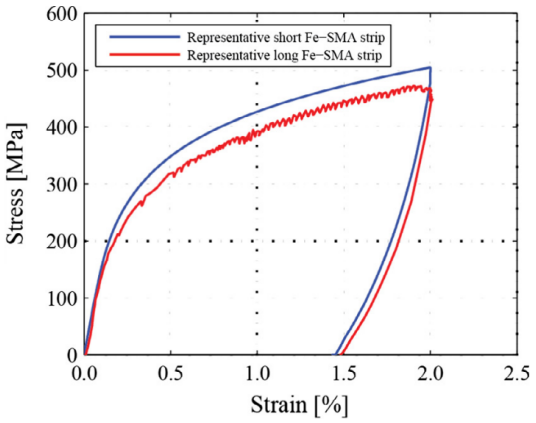
(b) Représentation de l'effet mémoire simple sens dans le diagramme contrainte-déformation-température

Figure 1.7 – Représentation de l'effet mémoire simple sens

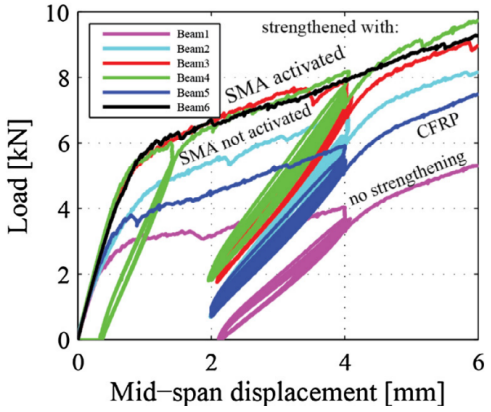
suivie d'une propagation avec un mouvement quasi-instantané de l'interface austénite-martensite (Sedmák et al., 2015, 2016). Ce phénomène est proche de la propagation des bandes de Lüders généralement observée dans les matériaux élasto-plastiques (Gall and Sehitoglu, 1999).

L'effet mémoire simple sens

L'effet mémoire de forme à simple sens est obtenu à partir d'un chargement thermomécanique défini par la figure 1.7a. Il s'agit d'appliquer un refroidissement à contrainte nulle depuis une température supérieure à A_f jusqu'à une température inférieure à M_f (point (8) jusqu'au point (1), figure 1.7a). Durant cette étape, l'austénite est totalement transformé en martensite auto-accommodée induisant une déformation de transformation macroscopique nulle. Par la suite un chargement mécanique est appliqué à température constante (point (1) à point (3), figure 1.7a) induisant, après une étape élastique jusqu'au seuil de réorientation (point (2)), une réorientation de la martensite dans la direction du chargement et une déformation de transformation correspondante non nulle, figure 1.7b. Ce comportement redevient élastique linéaire entre les points (3) et (4) après avoir totalement réorienté la quantité de martensite auto-accommodée. Le comportement dans le plan contrainte-déformation est non linéaire mais il est généralement idéalisé par un comportement multilinéaire. La décharge, toujours à température constante (point (4) à point (5), figure 1.7a), permet de recouvrir uniquement la déformation élastique, figure 1.7b. La déformation liée à la réorientation de la martensite est toujours présente. C'est seulement lors du chauffage (point (5) à point (8), figure 1.7a) que la déformation de transformation est totalement recouverte. Ce recouvrement débute à partir de la température A_s (point (6)) et se termine lorsqu'on atteint la température A_f (point (7)), figure 1.7b). Comme pour la superélas-



(a) Non linéarité de l'effet mémoire simple sens



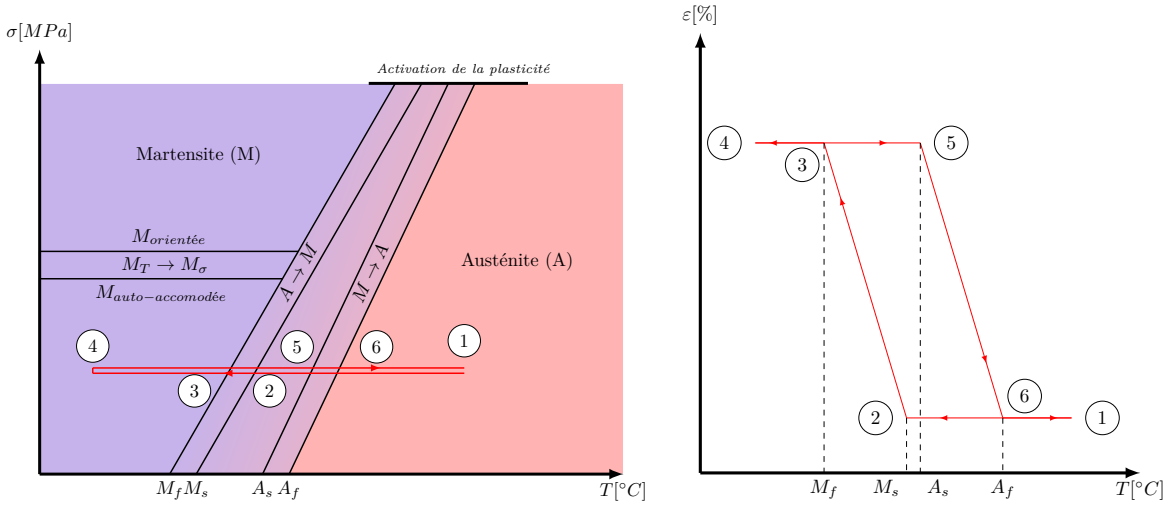
(b) Boucles internes formées à cause du chargement partiel

Figure 1.8 – Courbes expérimentales de l'effet mémoire simple sens sur des barres en AMF à base Fer, mise en évidence du comportement non-linéaire et du phénomène de boucles internes (Shahverdi et al., 2016).

ticité, l'effet mémoire de forme est un comportement non linéaire dont l'effet d'une réorientation partielle est différent de celui d'une réorientation complète (figure 1.8).

Effet mémoire double sens

Il est possible pour les AMF de figer une forme à l'état martensitique et une autre à l'état austénitique par l'activation de la plasticité au niveau de la microstructure par l'application d'un chargement cyclique thermomécanique avec un niveau de contraintes assez élevé. Cette plasticité permet de privilégier l'activation d'une ou plusieurs variantes de martensite au détriment des autres mémorisant ainsi la forme martensitique (Guénin, 1986; Patoor and Berveiller, 1994). Cette opération préalable est appelée « conditionnement de l'AMF » et certaines références utilisent le terme « éducation de l'AMF », (Amengual et al., 1995; Malarría et al., 2009; Pons et al., 1999; Scherngell and Kneissl, 2002; Stalmans et al., 1992). Une fois le conditionnement réalisé, il est possible de basculer entre les deux formes par un chargement de chauffage-refroidissement à contrainte constante entre une température inférieure à M_f et une température supérieure à A_f (figures 1.9a et 1.9b). Pour un AMF initialement à l'état austénitique (point ①), la transformation directe austénite-martensite débute lorsque la température de début de transformation directe pour le niveau de contraintes appliqué est atteinte (point ②, figures 1.9a et 1.9b). La déformation de transformation continue à croître au cours du refroidissement jusqu'à sa valeur maximale atteinte à la température de fin de transformation directe pour le même niveau de contraintes (point ③, figures 1.9a et 1.9b). À partir de cette température et jusqu'à la fin de refroidissement (point ④, figures 1.9a et 1.9b), la déformation liée à l'expansion thermique est observée (point ④, figures 1.9a et 1.9b). Cette déformation est bien souvent négligeable à côté de la déformation engendrée par le changement de phase austénite-martensite. Lors du cycle de chauffage, le même comportement est observé avec décalage où la transformation inverse débute à la température A_s correspondant au niveau de contrainte appliqué (point ⑤, figures 1.9a et



(a) Représentation de l'effet mémoire double sens dans le diagramme contrainte-température

(b) Représentation de l'effet mémoire double sens dans le diagramme température-déformation

Figure 1.9 – Représentation de l'effet mémoire double sens

1.9b) et se termine à la température A_f pour le même niveau de contrainte (point (6), figures 1.9a et 1.9b). La déformation de transformation décroît jusqu'à son annulation pour atteindre un état purement austénitique. À partir de ce point et jusqu'à la fin du chauffage (point (1), figures 1.9a et 1.9b) seule la déformation liée à l'expansion thermique est observée. Comme pour les comportements précédents, l'effet mémoire double sens présente une non linéarité du comportement, une hystérésis et un comportement en boucle interne (chargement thermique partiel) différent du comportement avec transformation complète (figure 1.10) (Bo and Lagoudas, 1999).

Effet caoutchoutique

L'application d'un chargement cyclique à un AMF à l'état martensitique (à une température inférieure à M_s met en évidence un comportement non linéaire dans le digramme contrainte-déformation avec une faible hystérésis autour d'une droite de pente beaucoup plus faible que celle d'un retour élastique pur, figure 1.11. Ce comportement pseudoélastique est appelé effet caoutchoutique. Il est induit par le mouvement des interfaces entre variantes qui est un mécanisme dissipatif d'où l'observation de l'hystérésis (Guénin, 1986).

1.2.2 Les différentes familles d'alliages à mémoire de forme

Il existe de nombreuses familles d'AMF (Guénin, 1986). Celles les plus répandues par ordre croissant d'utilisation industrielle sont les AMF à base de Ni-Ti suivis de très loin par les AMF à base Cuivre et à base Fer. Les autres AMF à base d'Au, Cd, Ag sont considérés de manière marginale.

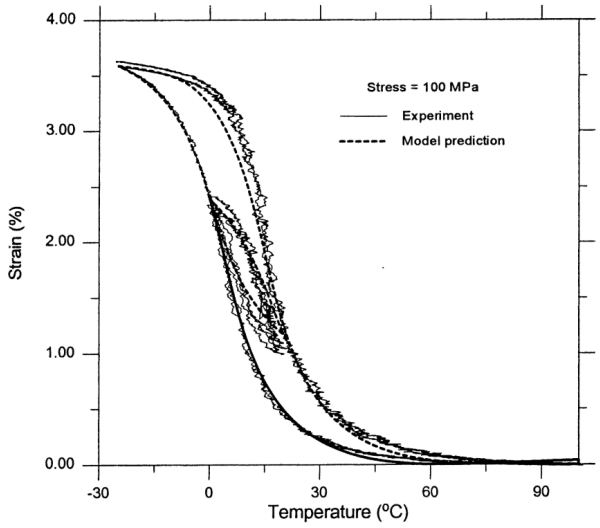
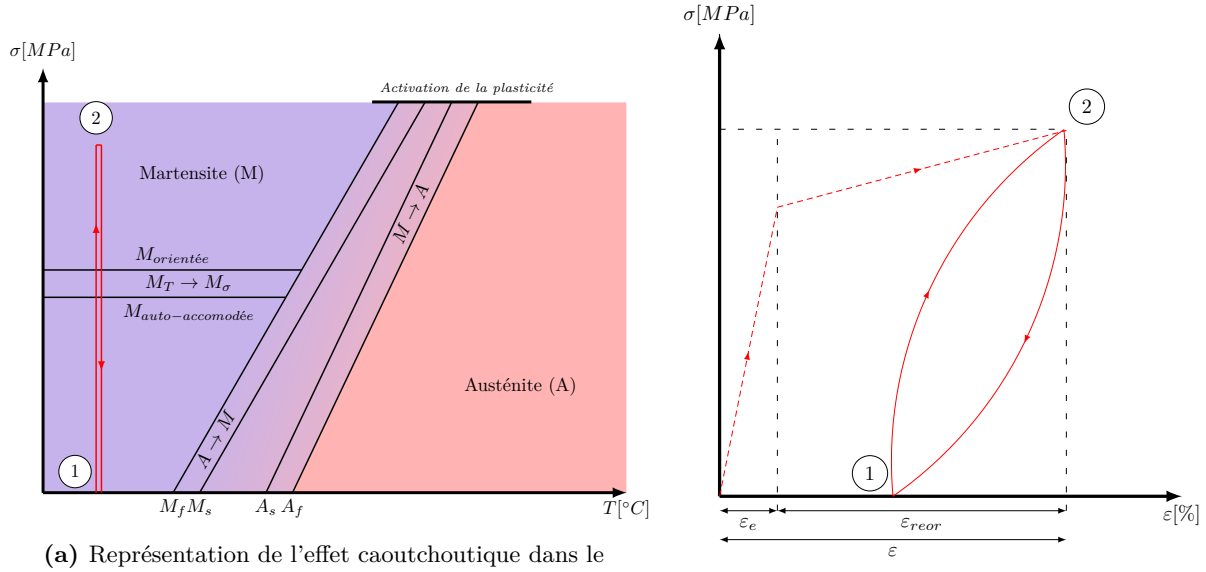


Figure 1.10 – Comparaison expérimental et numérique des boucles internes issues de l'effet mémoire double sens (Bo and Lagoudas, 1999).



(a) Représentation de l'effet caoutchoutique dans le diagramme contrainte-température

(b) Représentation de l'effet caoutchoutique dans le diagramme contrainte-déformation

Figure 1.11 – Représentation de l'effet caoutchoutique, il apparaît lors du cyclage après réorientation de la martensite.

Les AMF à base de Nickel-Titane

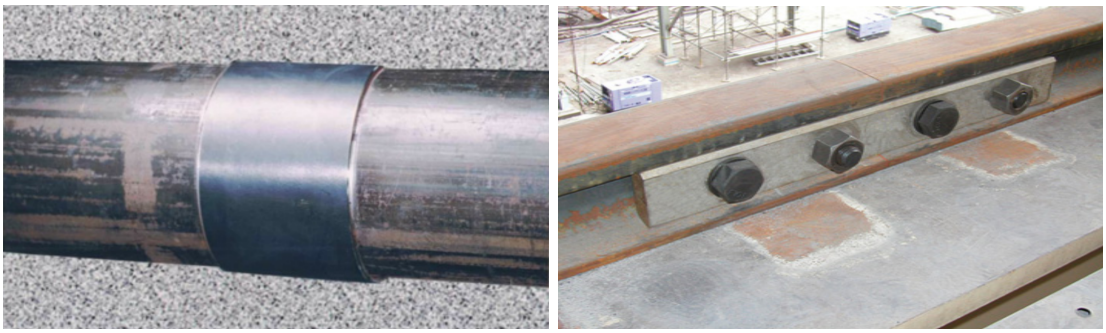
Les AMF en Ni-Ti présentent généralement une microstructure polycristalline avec une stœchiométrie équilibrée (Buehler and Wang, 1968; Hamilton et al., 2004) où le pourcentage atomique du Nickel est de l'ordre de 50% à 55%. Afin de modifier certaines propriétés de ces AMF comme la modification de la taille d'hystérésis, le décalage vers le froid ou vers le chaud des températures de début et de fin de transformations directe et inverse, des additifs sont rajoutés à faible dose comme le Cuivre, le Niobium, le Cobalt, le Hafnium, *etc* (Patoor et al., 2006; Rao et al., 2010). Les AMF en Ni-Ti existent également à l'état monocristallin mais uniquement au niveau laboratoire en raison de sa structure cristallographique complexe (Gall et al., 1999). Néanmoins, les équipes qui l'ont étudié montrent qu'il possède un comportement thermomécanique meilleur que celui de sa forme polycristalline (Gall et al., 2000; Hamilton et al., 2004; Sehitoglu et al., 2000, 2001). En plus de la transformation austénite-martensite, ces AMF à base Ni-Ti présentent une phase intermédiaire appelée phase R qui s'active à partir d'un état austénitique et qui disparaît au détriment de la martensite en augmentant le niveau de contrainte et/ou en baissant la température. La déformation maximale réversible pour les AMF à base de Ni-Ti est de l'ordre de 6%. Enfin, ces AMF à base Ni-Ti sont de loin les plus utilisés dans l'industrie, particulièrement dans le domaine médical, en raison de leur bonne biocompatibilité, tel que les stents, les agrafes d'ostéogenèse, les systèmes de fixation, les fils orthodontiques, les limes endodontiques, *etc.*

Les AMF à base de Cuivre

Les AMF à base cuivre sont disponibles en état polycristallin mais également à l'état monocristallin et en olygocristaux (Ueland et al., 2012). Les plus couramment utilisés sont les Cu-Al-Be, Cu-Al-Ni, Cu-Zn-Al et Cu-Mn-Al. Les AMF à base Cuivre polycristallins sont difficilement exploitables en raison de leur de forte anisotropie induisant d'importantes incompatibilités de déformations et par conséquent de contraintes internes très élevées provoquant une rupture prématurée (Kaouache et al., 2004). La déformation de transformation reste faible de l'ordre de 3%. Ainsi les AMF à base Cuivre monocristallins commencent à se développer au détriment des polycristallins particulièrement sous forme de fils (Zhu et al., 2009). Ces derniers présentent l'avantage de la quasi-absence de ces contraintes internes et une déformation de transformation beaucoup plus importante allant jusqu'à 12%. C'est pour cette raison, en plus de l'aspect bactéricide, que nous nous intéressons à eux dans le cadre de cette étude. Les travaux de (Sittner et al., 2003) ont montré que des tubes en Cu-Al-Ni soumis à un chargement de torsion présentent une très faible transformation martensitique et génèrent alors une forte rigidité en torsion. Les AMF à base de Cu-Al-Be monocristallin présentent une excellente tenue en fatigue en comparaison avec les AMF à base de Ni-Ti polycristallin à condition d'apporter un traitement de surface à l'échantillon testé (Siredey et al., 2005).

Les AMF à base de Fer

Les AMF à base Fer sont essentiellement composés de Fe-Mn-Si-Cr-Ni ou Fe-Ni-Co-Al-Ta-B. Ils présentent une microstructure polycristalline et se rapprochent beaucoup des aciers et en particulier des aciers TRIP. Ils ont ainsi un coût nettement plus faible par rapport aux AMF à base de Ni-Ti et de Cuivre. Ils ont également une importante hystérésis, une bonne ductilité et un module élastique élevé comme les aciers en général. L'écart important entre les températures M_s et A_s pour ces AMF les empêche d'avoir un comportement superélastique. Ainsi seul l'effet mémoire de forme est considéré pour eux. Toutefois, cette taille importante d'hystérésis s'avère très utile pour des applications de type systèmes de serrage. La large hystérésis permet en effet de maintenir la contrainte de recouvrement même après refroidissement. L'autre point faible des AMF à base Fer est le fort couplage entre plasticité et transformation de phase même à basse température. En effet, l'activation de la plasticité à un niveau de contraintes décroissant avec la température limite la transformation martensitique dans cette famille d'AMF. De plus, il est difficile de réorienter les variantes de martensite pour ces AMF. La seule alternative est d'activer directement de la martensite orientée par la contrainte. Malgré les faibles performances de ces AMF à base Fer, ils sont très utilisés pour des applications de serrage ou d'applications de précontraintes pour des systèmes de taille importante grâce à leur faible coût et leur taille d'hystérésis (figure 1.12).



(a) Bague de serrage en AMF base Fer pour la connexion de tubes

(b) Eclisse en AMF base Fer pour la jonction des rails

Figure 1.12 – Application des AMF base Fer (Awaji, 2008).

1.2.3 Application des AMF

Les AMF voient leurs applications croître de plus en plus rapidement, particulièrement dans le domaine biomédical, aéronautique et spatial. La plupart de ces applications exploitent les principales propriétés des AMF détaillées au paragraphe 1.2.1 ci-dessus.

Ainsi la superélasticité des AMF est exploitée essentiellement pour des applications nécessitant une importante flexibilité tel que les limes endodontiques (figure 1.13a), les stents (figure 1.13b), les cadres des lunettes (Zider and Krumme, 1988), *etc.* Pour ces applications l'importante déformation réversible induite par la transformation martensitique directe et inverse est

(a) Modélisation d'un stent découpé au laser (Morgan, 2004)

(b) Limes endodontiques en AMF Coltène Micro-Méga©

Figure 1.13 – Application des AMF utilisant l'effet superélastique.

recherchée. D'autant plus qu'elle a lieu à un niveau de contraintes assez élevé alliant flexibilité et résistance.

L'effet mémoire de forme à simple sens est quant à lui exploité pour le développement des applications nécessitant de générer une force de rappel ou une pression de contact importante par l'application d'un chargement thermique. Parmi les principales applications visées on pourra citer les micro-actionneurs exploitant la notion de force de rappel permettant d'induire un déplacement d'actionnement d'un objet donné (figure 1.14) (Choudhary and Kaur, 2016; Fu et al., 2004). Le biomimétisme dans le domaine médical est également un champ propice pour le développement d'applications en AMF exploitant l'effet mémoire de forme. On pourra citer notamment la conception d'un doigt (figure 1.15a) et un bras (figure 1.15b) artificiels utilisant des fils en AMF exploitant l'effet mémoire de forme (Mirzakhani et al., 2019; Price et al., 2007). L'impulsion électrique délivrée par un nerf est exploitée pour activer le chauffage des fils en AMF par un courant électrique induisant un déplacement résultant de la déformation de transformation inverse martensite austénite. Le même principe est également exploité dans le contrôle actif de la forme d'une aile d'avion en agissant sur un réseau de fils en AMF à mémoire de forme fixé de l'intérieur au profil de l'aile (figure 1.16) (Sellitto and Riccio, 2019). Il existe également des applications de renforcement des structures en béton par l'insertion des barres en AMF à base Fer initialement à l'état martensitique et chauffés pour activer la transformation inverse générant une contrainte de recouvrement (figure 1.17) exploitée comme une précontrainte au niveau béton (Shahverdi et al., 2016). Une autre possibilité d'exploitation de l'effet mémoire de forme des AMF est le développement de systèmes de serrage à différentes échelles exploitables dans les domaines du biomédical, aéronautique, forage, *etc* comme les bagues de serrage (figure 1.12a), des éclisses de jonction de rail de chemin de fer (figure 1.18a) (Awaji, 2008) ou les agrafes pour aider à la réparation des fractures de l'os (figure 1.18b) (Hoon et al., 2016). Ces types d'applications se basent sur le principe d'empêcher l'AMF lors du chauffage de retrouver sa forme austénitique générant ainsi une importante pression de contact assurant le serrage.

L'effet caoutchoutique, observé dans les AMF à l'état martensitique soumis à un chargement cyclique, est généralement exploité dans le domaine du génie civil pour développer des applications d'amortissement où l'hystérésis de ce comportement permet d'absorber par dissipation l'énergie fournie par un mouvement de vibration lié par exemple à un séisme ou tout simple-

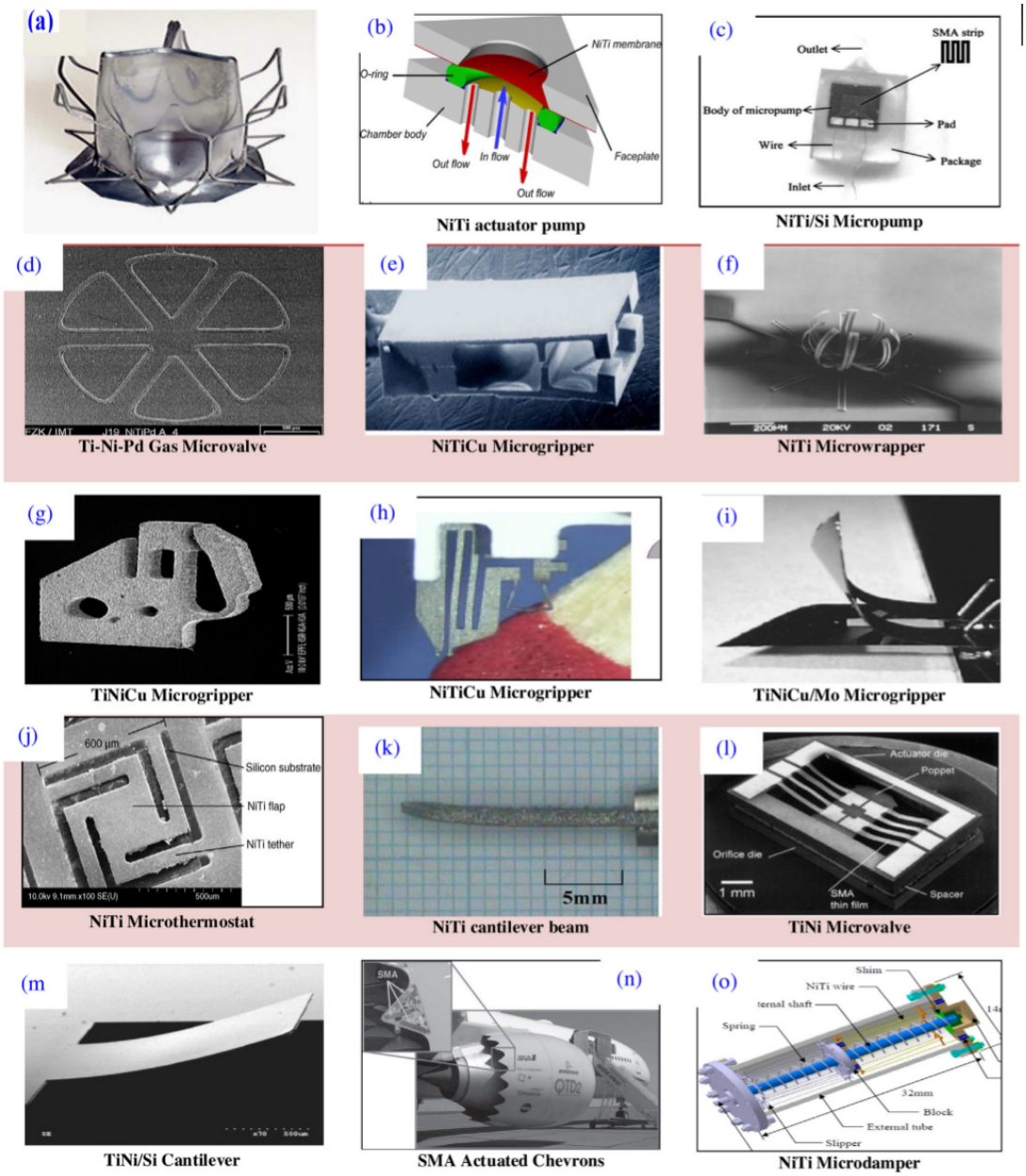
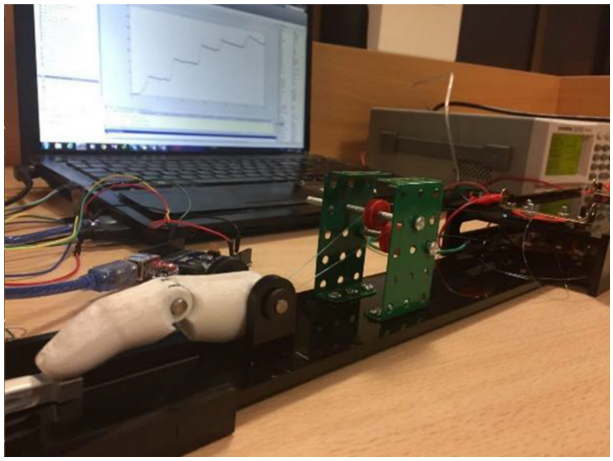
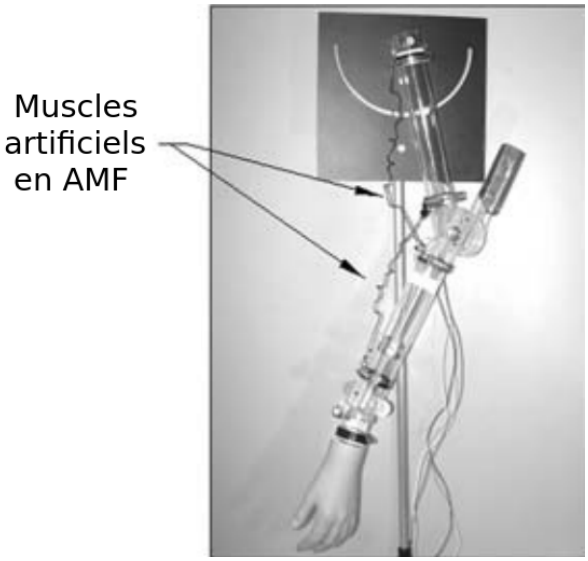


Figure 1.14 – Micro-actionneurs utilisant la propriété mémoire de sens des AMF (Choudhary and Kaur, 2016).



(a) Doigt actionné par des AMF (Mirzakhani et al., 2019)



(b) Bras actionné par des AMF ,source (Price et al., 2007)

Figure 1.15 – Exemples d'application biomimétique utilisant des AMF.

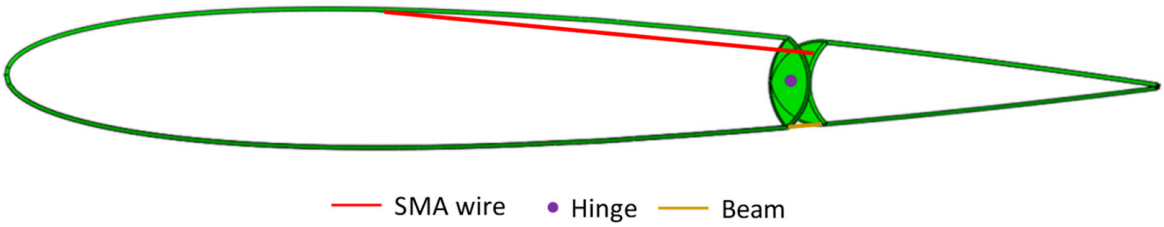
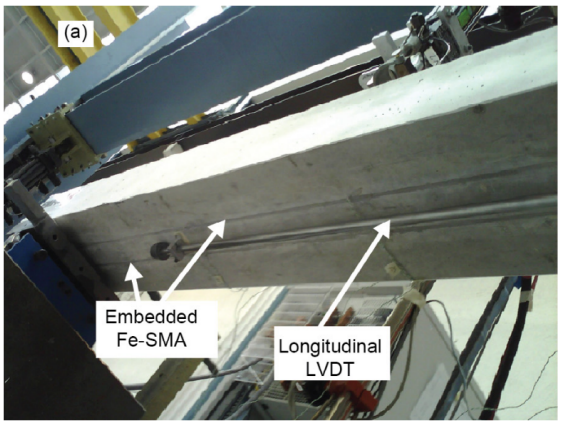
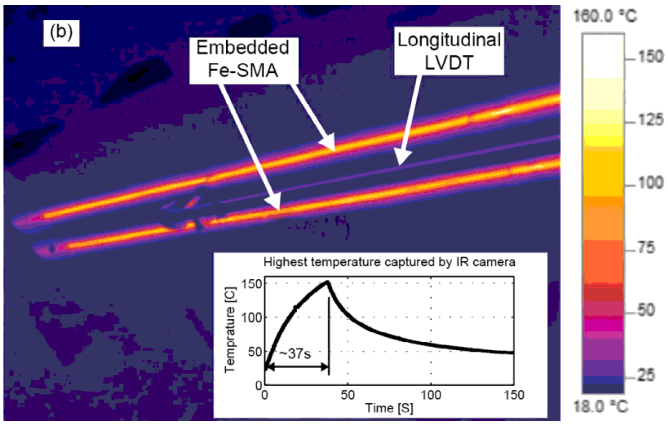


Figure 1.16 – Aileron de voiture modulable grâce à un fils en AMF (Sellitto and Riccio, 2019).



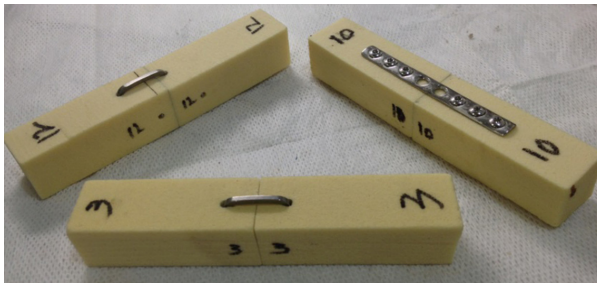
(a) Vue de la poutre en béton renforcé grâce aux barres en AMF



(b) Vue infrarouge de la chaleur émise par les barres en AMF appliquant une précontrainte sur le béton

Figure 1.17 – Béton précontraint à l'aide de barres en AMF ferreux (Shahverdi et al., 2016).

(a) Utilisation d'AMF pour le déploiement des panneaux solaires de satellite (Iwata et al., 2008), image Nimesis Technology©



(b) Agraphe orthopédique en AMF Ni-Ti pour favoriser l'ostéogenèse (Hoon et al., 2016)

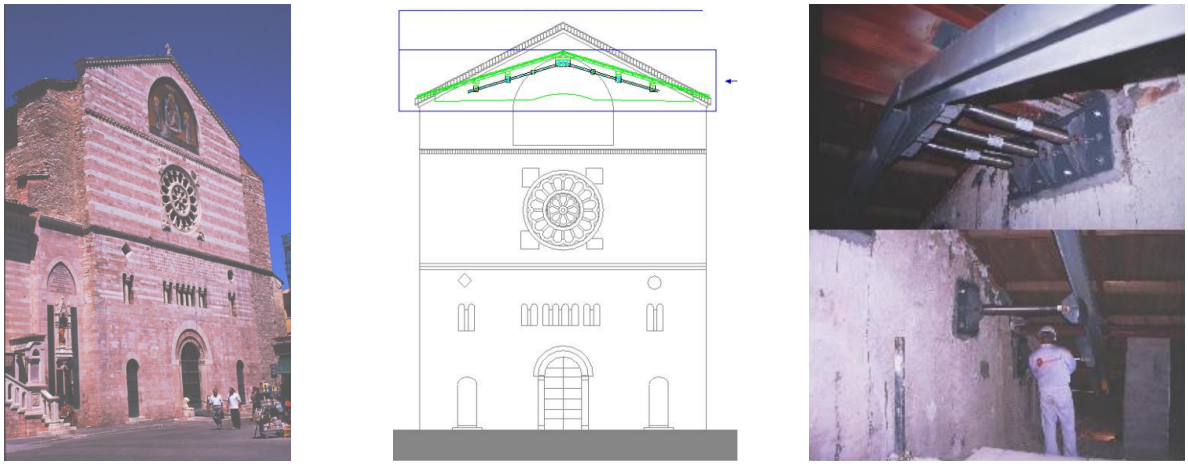
Figure 1.18 – Applications industrielles et biomédicales des AMF.

ment au fonctionnement d'un système mécanique tel qu'un véhicule ou une machine outils. Ces amortisseurs en AMF sont généralement constitués par des ressorts en Ni-Ti fonctionnant à l'état martensitique. L'exemple le plus connu étant celui des systèmes installés au niveau de la charpente de la Basilique St-François d'Assises en Italie (figure 1.19) (Castellano et al., 2001). D'autres exemples d'applications d'amortissement sont développées dans (Qiu et al., 2020).

De nombreuses autres applications sont disponibles dans la littérature et détaillées, notamment, dans (Alaneme and Okotete, 2016; Alaneme et al., 2019; Choudhary and Kaur, 2016; Mohd et al., 2014; Patil and Song, 2017; Sun et al., 2012; Wilson et al., 2007; Zainal et al., 2015). Le développement de telles applications nécessite une bonne connaissance de différents aspects du comportement thermomécanique des AMF qui passe par des travaux de caractérisation expérimentale et de modélisation couplée à une analyse numérique par éléments finis. Les deux paragraphes suivants présentent un succinct état de l'art correspondant à ces deux aspects de l'étude des AMF.

1.2.4 Caractérisation du comportement des AMF

Le développement de nouvelles applications en AMF nécessite une très bonne connaissance du comportement spécifique de ces matériaux sous différents trajets de chargement thermomécanique au travers d'une caractérisation expérimentale. En plus de la construction du diagramme de transformation dans l'espace contrainte-déformation-température (figure 1.4b), la caractérisation doit concerner également l'effet de chargements combinés tel que la flexion-torsion (Xolin et al., 2020), l'effet des boucles internes associées aux chargements partiels (Casciati et al., 2007; Qiu and Zhu, 2014), la différence de comportement en traction-compression (Gall et al., 1999; Lexcellent and Thiebaud, 2008; Patoor et al., 1995), les phénomènes de localisation de transformation et l'influence de la chaleur latente correspondante (Armattoe et al., 2014, 2016; Brinson et al., 2002; Zhang et al., 2010), l'effet de l'interaction de la transformation avec d'autres mécanismes comme le glissement plastique (Montecinos and Cuniberti, 2008), la diffusion d'hy-



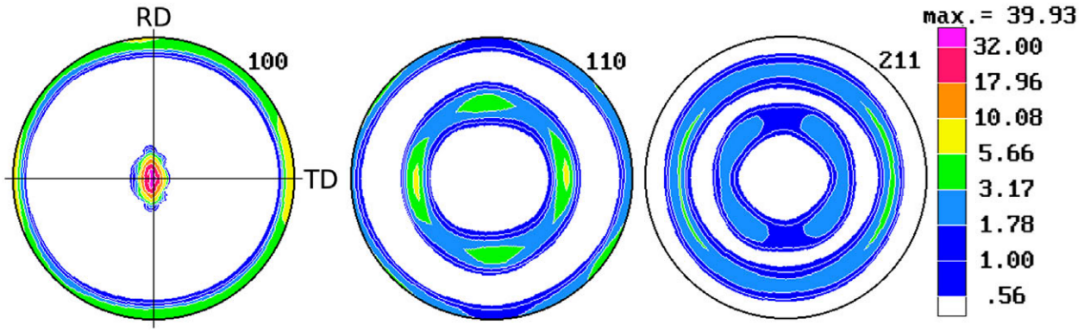
(a) Vue extérieure de la Basilique St-François d'Assises

(b) Schéma de la position des amortisseurs sous la charpente

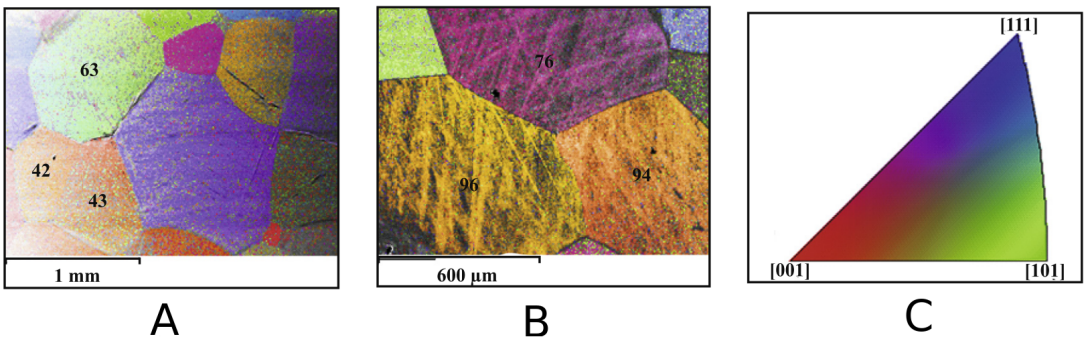
(c) Positions des amortisseurs sous la charpente

Figure 1.19 – Restauration et préservation de la Basilique St-François d'Assises à l'aide d'amortisseurs en AMF (Castellano et al., 2001)

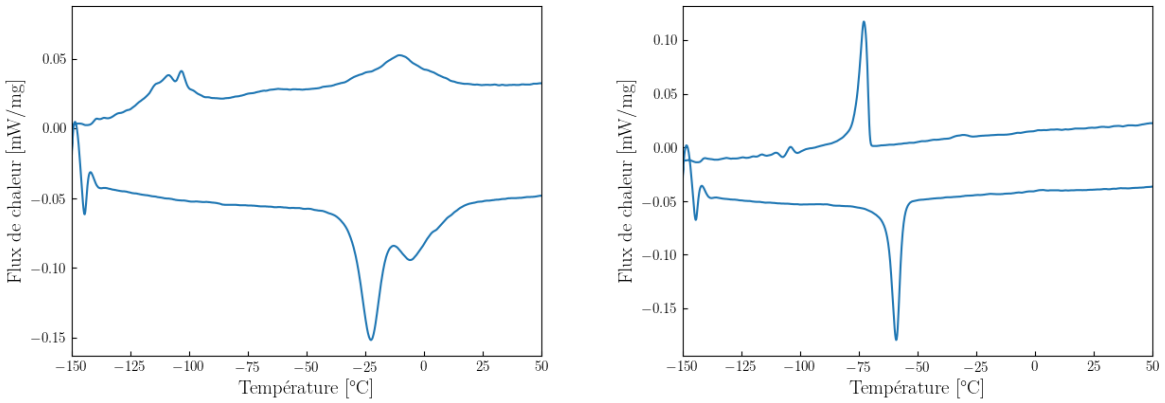
drogène (Lachiguer et al., 2016; Ulff et al., 2019), *etc.* Ces essais de caractérisation se scindent en deux parties complémentaires. Il s'agit, d'une part, des essais d'identification des propriétés métallurgiques essentielles de l'AMF tel que la texture (figure 1.20a) (Elmay et al., 2017; Isola et al., 2014), la nature et la taille de la maille élémentaire, la taille de grains qui est obtenue par observation Diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD) (figure 1.20b) (García-Castillo et al., 2015; Merzouki et al., 2010) et les températures de transformation mesurées par Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC) (figures 1.20c et 1.20d). D'autre part, il s'agit des essais permettant de caractériser l'évolution des mécanismes régissant le comportement thermomécanique de l'AMF tel que l'élasticité, la transformation de phase, la réorientation de la martensite lors d'un chargement thermomécanique. Il s'agit essentiellement d'essais de traction à différentes températures (figures 1.5 et 1.7), des essais de chauffage-refroidissement à contrainte constante (1.9). À partir de ces essais, sont identifiés, les propriétés élastiques, les pentes des droites limites de début et de fin de transformations directe et inverse, le seuil de début de réorientation, *etc.* Les essais à trajet de chargement complexes les plus utilisés sont les tests de traction-torsion (Mehrabi et al., 2015; Sun and Li, 2002), la bi-traction plane (Bouvet et al., 2002) en plus d'essais de chauffage-refroidissement à déformation constante afin d'identifier les capacités de recouvrement de ces AMF (Garrec and Jordan, 2004; Scherngell and Kneissl, 2002). Tous ces essais sont généralement réalisés en quasi-statique avec de faibles vitesses de chargement ou en dynamique avec des vitesses beaucoup plus rapides. Le trajet de chargement est généralement soit monotone soit cyclique dans le cas particulier de caractérisation du comportement en fatigue. Cette dernière caractérisation pourra faire intervenir également la géométrie de la structure. Pour ce faire, des bancs d'essais spécifiques sont adoptés (Czaderski et al., 2014; Jordan et al., 2015; Siredey et al., 2005). Il est également possible d'accompagner ces essais par des mesures de résistivité afin d'identifier, de manière globale et/ou locale, l'évolution de la fraction volumique de martensite au cours du chargement, (Otsuka and Ren, 2005; Taillard et al., 2008).



(a) Image de texture d'un AMF, représentation polaire en fonction des directions 100_{B2}, 110_{B2} et 211_{B2} de l'échantillon (Isola et al., 2014)



(b) EBSD de grains à la surface d'un AMF, A et B représentent des grains colorés en fonction de leur orientation cristallographique et C indique la couleur associée à cette orientation (García-Castillo et al., 2015)



(c) Test de DSC effectué sur un Ni-Ti polycristallin **(d)** Test de DSC effectué sur du Cu-Al-Be monocristallin

Figure 1.20 – Différentes techniques de caractérisation des AMF.

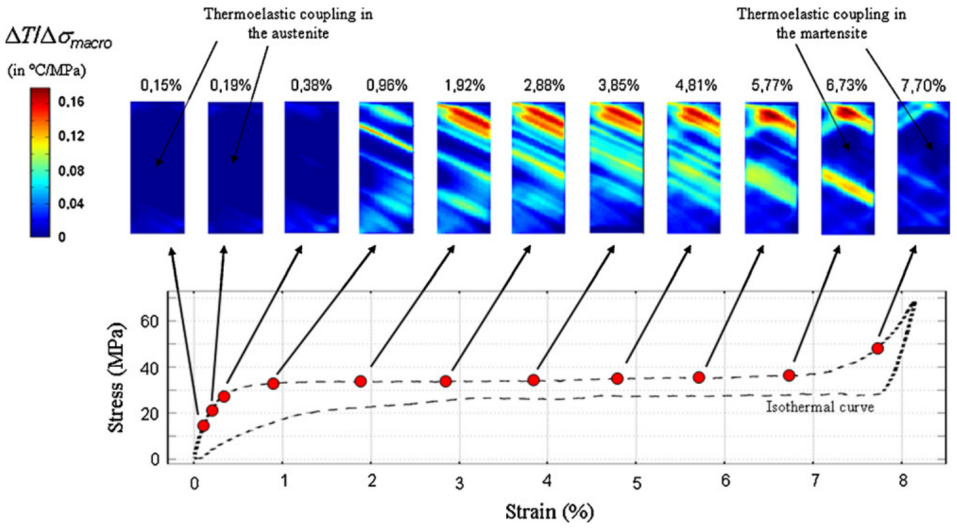


Figure 1.21 – Cartographie de la température sur une éprouvette en Cu-Al-Be lors d'un essais de traction dynamique (Delpueyo et al., 2011).

Les éprouvettes utilisées pour ces essais de caractérisation sont généralement de forme cylindrique tel que les fils, les tubes, et les lopins (pour essais de compression) ou taillées dans des plaques dont la géométrie dans le plan est généralement normalisée (Merzouki et al., 2010). Les grandeurs mesurées sont le déplacement et la force, dans différentes directions, par le biais de capteurs, la température globale et locale par thermocouple et caméra thermique (figure 1.21) (Cortés-Pérez et al., 2007; Delpueyo et al., 2011; Tabesh et al., 2012; Taillard et al., 2008; Zhu et al., 2016) et le champ de déformations. Ce dernier ne peut être mesuré par des jauges de déformation en raison du gauchissement de la surface libre. C'est plutôt les techniques de corrélation d'images qui sont le plus couramment utilisées. Toutes les grandeurs mesurées par ces essais de caractérisation servent également à identifier les paramètres matériaux des modèles de prédiction du comportement thermomécanique des AMF et également de valider leur capacité de prédiction d'un tel comportement. Le paragraphe suivant présente un état de l'art des principales familles de ces modèles.

1.2.5 Modélisation du comportement des AMF

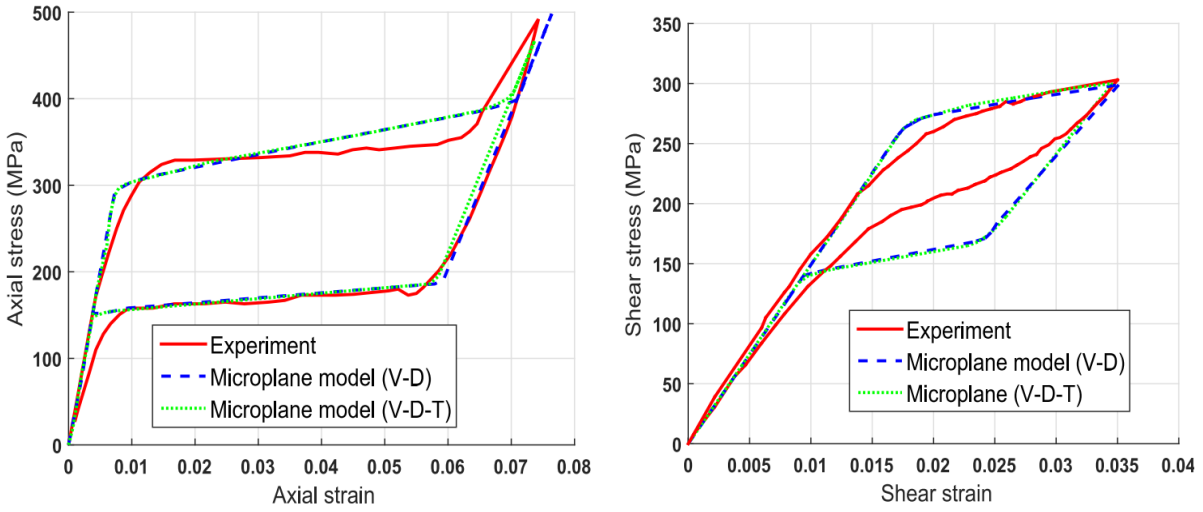
L'émergence des premières applications en AMF a mis en évidence la nécessité de disposer de lois de comportement thermomécanique capables de prédire, de manière la plus pertinente possible, l'effet de la transformation de phase et de la réorientation de martensite sur la réponse de ces AMF soumis à des chargements thermomécaniques. Les premières lois proposées sont empiriques et unidimensionnelles (Brinson, 1993; Liang and Rogers, 1990). Depuis, une multitude de lois bidimensionnelles et tridimensionnelles sont proposées, basées sur des formulations mathématiques de plus en plus poussées et avec une évolution croissante de leur capacité de décrire de manière précise et détaillée les différentes spécificités du comportement des AMF détaillées dans les paragraphes précédents. Elles sont formulées en se basant sur des approches micromécaniques avec ou sans l'association d'une technique de transition d'échelle, des approches de

physique statistique, des méthodes inspirées de modèles d'élastoplasticité et des approches thermodynamiques basées sur le postulat des expressions d'un potentiel thermodynamique et de la dissipation (Cissé et al., 2016; Lagoudas et al., 1996; Patoor et al., 1989). L'implémentation de la plupart de ces lois dans des codes éléments finis comme Abaqus©, Ansys©, *etc*, a ouvert la voie au développement de nouvelles applications innovantes des AMF.

Les modèles basés sur des approches thermodynamiques microscopiques utilisent généralement soit la théorie Ginzburg-Landau soit celle de la dynamique moléculaire. Ils permettent de décrire les mécanismes liés à la transformation de phase à l'échelle du réseau cristallin comme la nucléation de la martensite et son évolution au travers du mouvement de l'interface martensite/austénite ainsi que la réorientation de variantes. Les modèles basés sur l'approche de Ginzburg-Landau adoptent une expression polynomiale de l'énergie libre en termes de variables observables comme la température et la déformation. Initialement proposés par (Falk, 1980, 1983), ils ont été améliorés notamment par (Abeyaratne and Knowles, 1990; Ball and James, 1989; Barsch and Krumhansl, 1988). Ces modèles sont inspirés de l'application de la théorie de Ginzburg-Landau pour la modélisation du comportement magnéto-mécanique des matériaux ferromagnétiques. Ils supposent que la transformation de phase s'active lors d'une instabilité d'équilibre thermodynamique. La structure des interfaces (par analogie avec les murs de domaines magnétiques) est déterminée à partir de l'écriture de l'équilibre thermodynamique. Ces modèles ont été étendus par (Dhote et al., 2014; Levitas and Preston, 2002a,b; Wang and Melnik, 2007).

Quant aux modèles basés sur la théorie de la dynamique moléculaire, ils s'inspirent d'une approche de physique théorique apparue dans les années 60 (Alder and Wainwright, 1959; Rahman, 1964) et qui consiste à résoudre les équations de Newton pour décrire le mouvement d'une particule dans un réseau avec un nombre fini de particules. À chaque particule est associée une force motrice gouvernant son mouvement et dépend de l'énergie potentielle d'interaction entre particules ainsi que des propriétés et de la position de cette particule. Pour cette formulation basée sur la théorie de la dynamique moléculaire, la taille et la forme du réseau de particules évoluent de manière dynamique afin de vérifier à chaque instant l'équilibre entre les contraintes internes et appliquées (Parrinello and Rahman, 1981). Les principales différences entre les différents modèles de comportement des AMF basés sur l'approche dynamique moléculaire et disponibles dans la littérature réside au niveau du choix de l'expression de l'énergie potentielle d'interactions entre particules. Les expressions les plus utilisées sont celles de Lennard-Jones (LJ) (Ozgen and Adiguzel, 2004; Suzuki and Shimono, 2003) ou la méthode des atomes enrobés (Embedded-Atom-Method, EAM) initialement proposée par (Daw et al., 1993).

Les modèles adoptant une approche micro-macro sont basés sur la description du mécanisme de transformation de phase à l'échelle du réseau cristallin. Dans le cas d'une structure polycristalline, une technique de transition d'échelle est adoptée pour aboutir au comportement macroscopique d'un Volume Élémentaire Représentatif (VER) (Blanc and Lexcellent, 2004; Huang et al., 2000; Levitas and Ozsoy, 2009; Patoor et al., 1989; Sadjadpour and Bhattacharya, 2007; Sun and Hwang, 1993). Deux types de modèles micro-macro sont les plus utilisés. Il s'agit des modèles inspirés de la théorie de la plasticité cristalline et les modèles basés sur les approches



(a) Chargement de traction **(b)** Chargement de torsion

Figure 1.22 – Modèle basé sur l'approche micro-plan. V-D : Volumic-Deviatoric ; V-D-T : Volumic-Deviatoric-Tangential (Mehrabi et al., 2014)

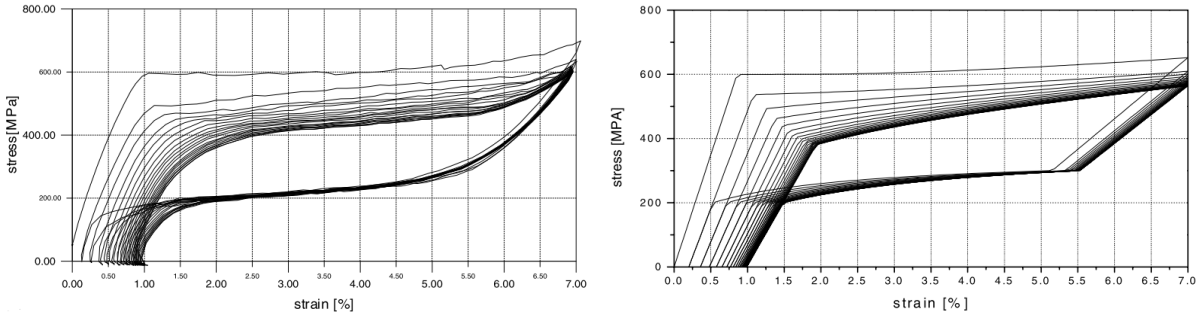
de micro-plans (figure 1.22) et micro-sphères. S'agissant des modèles s'inspirant de la plasticité cristalline, les différentes possibilités de distorsion du réseau sont définies par un couple normale au plan d'habitat-direction de distorsion. Chaque couple est appelé variante de martensite et le nombre dépend du nombre de plans et de directions denses de la maille élémentaire. Une déformation de transformation intrinsèque est associée à chaque variante. L'évolution de chaque variante est caractérisée par sa fraction volumique. La déformation inélastique du réseau est la résultante des déformations des variantes activées. Deux expressions de l'énergie libre et du potentiel sont postulées. La force motrice d'évolution de chaque variante est déduite à partir de l'équilibre thermodynamique et de la condition de Clausius-Duhem. Les interactions entre variantes sont également prises en compte afin de considérer les différentes compatibilités et incompatibilités des variantes dans la modélisation du comportement (Kudoh et al., 1985; Patoor et al., 1989; Sadjadpour and Bhattacharya, 2007; Sun et al., 1991; Wang et al., 2008; Yu et al., 2012). Pour les structures polycristallines, c'est généralement les méthodes auto-cohérente et Mori-Tanaka qui sont utilisées pour aboutir au comportement effectif du VER (Gall et al., 1999; Hackl and Heinen, 2008; Lu and Weng, 1998; Mori and Tanaka, 1973; Novák and Šittner, 2004; Patoor et al., 1989; Siredey et al., 1999; Sittner and Novak, 2000; Stupkiewicz and Petryk, 2002; Sun and Hwang, 1994; Thamburaja and Anand, 2001). La théorie des micro-plans, initialement proposée par Taylor en 1938, permet de décrire le comportement thermomécanique des AMF comme une superposition d'une succession de comportements uni-axiaux dans des plans de différentes orientations appelés « micro-plan » avec des conditions statiques (Batdorf and Bernard, 1949) ou cinématiques (Bazant, 1984; Bazant and Oh, 1985). La méthode qui considère les conditions statiques définit pour chaque micro-plan de normale $\vec{n}$, la projection de la contrainte en une composante normale et une composante tangentielle. La contrainte tangentielle est considérée pour la force motrice d'activation des variantes dans ce plan (Brocca et al.,

2002; Carol and Prat, 1990). La loi de comportement locale dans chaque micro-plan aboutit alors à l'expression de la déformation dans ce plan. La déformation résultante est déduite par la suite. La méthode avec conditions cinématiques présente le même principe avec la projection plutôt du champ de déformations, et le champ de contraintes est déduit avec la même méthode. Les modèles de micro-sphères est basé sur le même principe que le modèle micro-plans où la déformation ou la contrainte macroscopiques sont projetées suivant les différentes directions normales à chaque micro-sphère (Ostwald et al., 2010a,b). Suivant chaque direction le modèle unidirectionnel proposé par (Govindjee and Hall, 2000) et basé sur la physique statistique est appliqué.

La famille de modèles macroscopiques est basée sur une description de manière globale et moyennée du comportement thermomécanique d'un VER polycristallin en AMF. La plupart de ces modèles peut être classée dans l'une de trois familles suivantes : (i) les modèles phénoménologiques inspirés de la théorie de la plasticité, (ii) les modèles dérivant d'une formulation thermodynamique moyennée à l'échelle macroscopique et (iii) les modèles basés sur la théorie de la physique statistique toujours à l'échelle macroscopique.

(Tanaka and Nagaki, 1982) sont les premiers à proposer un modèle macroscopique phénoménologique à variables internes décrivant l'effet de la transformation de phase sous chargement uniaxial. Ce modèle a été par la suite étendu au cas de chargements tridimensionnels par (Liang and Rogers, 1990) et (Brinson, 1993) qui ont proposé une version distinguant la fraction volumique de martensite orientée (martensite mécanique) de celle auto-accommodée (martensite thermique).

Les modèles inspirés de la théorie de plasticité assimilent la déformation de transformation à une déformation plastique mais réversible et l'effet moyen macroscopique des interactions entre variantes de martensite est assimilé à un écrouissage plus ou moins complexe. Une ou plusieurs surfaces de charge sont alors introduites et l'application de la loi de normalité et de la condition de cohérence permettent de déterminer le taux de déformation de transformation permettant ainsi de déduire les équations constitutives du comportement. Ces lois ont initialement été proposées pour décrire la superélasticité et ont été étendues par la suite aux autres spécificités du comportement thermomécanique d'un AMF tel que l'effet mémoire de forme. La première de ce type a été proposée par (Bertram, 1982). D'autres lois de comportement basées sur le même principe ont été proposées plus tard (Auricchio and Taylor, 1997; Raniecki and Lexcellent, 1994, 1998; Raniecki et al., 1992; Souza et al., 1998). Pour ces modèles, des surfaces de charges de formes plus complexes ont été adoptées afin de tenir compte de l'anisotropie de l'évolution de la transformation de phase. Des surfaces supplémentaires ont été rajoutées pour tenir compte de la réorientation de la martensite et une loi d'évolution complexe liée à l'effet des interactions entre variantes est adoptée en s'inspirant d'un écrouissage combiné isotrope et cinématique (Auricchio and Bonetti, 2013; Auricchio and Petrini, 2002, 2004; Bouvet et al., 2004; Evangelista et al., 2009; Lexcellent and Thiebaud, 2008; Lexcellent et al., 2006; Saint-Sulpice et al., 2012; Thiebaud et al., 2007). Cette famille de modèles est bien adaptée aux simulations par éléments finis même si sa capacité de prédiction demeure moins fine que celle de la famille des modèles dérivant d'un potentiel thermodynamique.



(a) Résultat expériemental d'un chargement cyclique de traction sur un Ni-Ti

(b) Simulation numérique du chargement cyclique de traction sur un Ni-Ti

Figure 1.23 – Modèle prenant en compte l'effet de cyclage des AMF (Auricchio et al., 2003)

Cette dernière est basée sur le postulat d'une expression pour l'énergie libre et la dissipation décrivant de manière moyenne les effets de l'élasticité, de la transformation de phase et de la réorientation de la martensite. De nombreux auteurs ont proposé de déduire ces expressions à partir d'une simplification des expressions adoptées dans les approches micromécaniques (Boyd and Lagoudas, 1996; Chemisky et al., 2011; Lagoudas et al., 1996, 2006; Leclercq and Lexcellent, 1996; Moumni et al., 2008; Peultier et al., 2006; Qidwai and Lagoudas, 2000; Zaki and Moumni, 2007a,b). Ces expressions dépendent des variables de pilotage (contrainte ou déformation et température), des variables internes associées aux différents mécanismes (fraction volumique globale de martensite, fractions volumiques de martensite orientée et auto-accommodée, orientation moyenne de la transformation, *etc*) et des paramètres matériaux associés à l'élasticité et à la transformation de phase. L'application du premier principe de la thermodynamique et des conditions de Clausius-Duhem permettent de dériver les forces motrices associées aux variables internes. La comparaison de ces forces motrices à des forces critiques associées permet d'identifier les mécanismes activés et déduire ainsi les équations constitutives du comportement thermomécanique associé. D'autres aménagements sont proposés pour tenir compte de la saturation de la transformation de phase en utilisant des multiplicateurs de Lagrange ou des fonctions de régularisation agissant comme des coefficients de pénalisation ou pour décrire les boucles internes liées à la transformation partielle ou l'effet d'un chargement cyclique (figure 1.23) (Auricchio et al., 2003; Chemisky et al., 2011, 2014; Duval et al., 2011; Hartl et al., 2010; Hazar et al., 2013, 2015; Lagoudas et al., 2012; Lexcellent et al., 2006; Morin, 2011; Panico and Brinson, 2007; Stebner and Brinson, 2013; Zaki et al., 2014). Une extension de cette famille de modèles a également été réalisée intégrant une formulation en transformations finies (Anand and Gurtin, 2003; Arghavani et al., 2011a,b; Christ and Reese, 2009; Helm, 2007; Jung et al., 2004; Müller and Bruhns, 2006; Pan and Cho, 2007; Reese and Christ, 2008; Stupkiewicz and Petryk, 2006, 2012; Thamburaja, 2010; Zaki, 2012; Ziólkowski, 2007). Cette famille de modèles est également bien adaptée pour la simulation par éléments finis et la plupart de ses modèles sont implantés dans des codes éléments finis tel que Abaqus© ou Ansys©.

La dernière famille de modèles est basée sur la théorie de la physique statistique. (Bhattacharyya and Lagoudas, 1997) ont considéré l'équilibre local d'un monocristal en combinant les

travaux de (Boyd and Lagoudas, 1996) avec la théorie de la physique statistique pour modéliser le recouvrement de déformation induit par un chauffage. Le comportement effectif du polycristal est déduit par homogénéisation en assumant que la température est homogène au niveau du VER. Plus tard, (Fischlschweiger and Oberaigner, 2012) ont développé un modèle de physique statistique par analogie avec la transformation de phase dans les matériaux magnétiques se basant sur un paramètre d'ordre. Ils ont supposé que l'équilibre thermodynamique au niveau du VER est obtenu pour un temps assez court sous une contrainte et une température constantes. L'entropie du VER est supposée atteindre un extremum en respectant des contraintes (au sens limitations) canoniques se basant sur l'approche proposée par (Le Bellac et al., 2004). La dépendance de la déformation à la contrainte est issue d'une expression de l'énergie élastique (Hamilton et al., 2004). D'autres modèles basés sur la physique statistique ont été développés par (Müller and Seelecke, 2001) et (Müller, 2012) qui ont permis de simuler le comportement pseudo-élastique.

1.2.6 Discussion

Les principales difficultés des modèles microscopiques sont liées au nombre important des variables internes pour décrire le comportement et particulièrement pour les matériaux polycristallins limitant ainsi leur utilisation pour des simulations par éléments finis. Par contre, ils permettent de décrire de manière très réaliste et fine le comportement thermomécanique des AMF. Toutefois il est possible d'utiliser cette approche micromécanique pour la simulation par éléments finis des applications en AMF monocristallins comme c'est le cas pour notre étude où nous avons considéré le modèle monocristallin développé au sein de l'équipe et détaillé dans (Collard and Ben Zineb, 2012) pour l'étude des prototypes des limes endodontiques en AMF monocristallin à base Cuivre. La même problématique est retrouvée pour les modèles basés sur la théorie de la physique statistique. Les modèles macroscopiques, même s'ils décrivent de manière moins fine l'effet de la transformation de phase dans les AMF, sont très bien adaptés pour une implémentation dans un code éléments finis et sont donc très utilisés pour le dimensionnement d'applications en AMF. Pour la présente étude nous avons également utilisé un modèle macroscopique développé également au sein de l'équipe et détaillé dans (Chemisky et al., 2011) pour l'étude des limes endodontiques en AMF à base de Ni-Ti polycristallin. Ces études par éléments finis ont nécessité de décrire de manière représentative et précise la géométrie de ces instruments et de disposer des données expérimentales pour la validation des résultats numériques obtenues avant leur exploitation pour un éventuel dimensionnement. Le paragraphe qui suit présente un état de l'art sur ces aspects.

1.3 Études numériques et expérimentales de la réponse des instruments endodontiques

Après avoir présenté l'opération de préparation canalaire et les propriétés des AMF et en particulier le Ni-Ti qui est le principal AMF utilisé en endodontie, ce paragraphe s'intéresse à l'état de l'art concernant les instruments eux-mêmes et en particulier les limes endodontiques

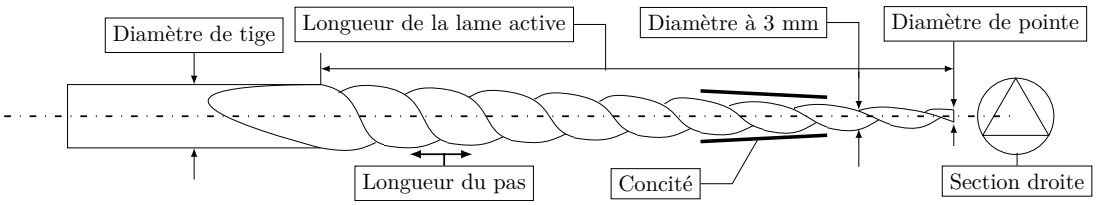


Figure 1.24 – Description des différents paramètres géométriques d'une lime endodontique.

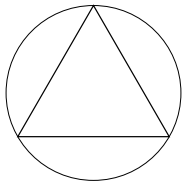
fonctionnant avec un contre-angle d'entraînement en rotation continue ou alternée. La majorité de ces instruments sont en Ni-Ti à comportement superélastique même si l'effet à mémoire de forme commence à être de plus en plus exploité pour la fabrication de ces instruments. Ce paragraphe présente donc les caractéristiques géométriques de ces instruments, et une synthèse non-exhaustive des travaux de la littérature, dédiés à la caractérisation expérimentale de leurs réponses en flexion, torsion, et en pénétration-retrait dans un canal artificiel. La synthèse de l'influence des paramètres géométriques et matériaux sur leurs réponses ainsi que de leurs tenues en service en statique et en fatigue est également développée.

1.3.1 Propriétés géométriques d'instruments endodontiques

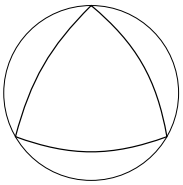
Une lime endodontique est définie par ses paramètres géométriques et la forme de sa section droite. Ils sont présentés dans la figure 1.24. Dans sa dénomination, on retrouve certains de ces paramètres comme le nom commercial, le diamètre de pointe (en $^{1}/_{100}$ ^{ème} mm) et la conicité (en %). Par exemple pour une lime HeroShaper© avec un diamètre de pointe de 0.25 mm et une conicité de 6% s'appelle : HeroShaper 25-06. Avec ces informations, l'odontologiste peut choisir quel système sera le plus adapté en fonction du cas clinique auquel il est confronté. Quand le diamètre de pointe et la conicité sont directement utilisés pour le dimensionnement de l'outil, le nom commercial donne des indications sur des paramètres propres à chaque modèle de lime endodontique comme la variation de conicité, le pas, la variation du pas et la section de l'instrument. La pointe d'un instrument mécanisé est non travaillante pour diminuer le risque de création de faux canaux, on parle de pointe mousse.

Section-droite

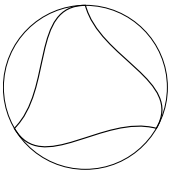
La section-droite de l'instrument endodontique est le paramètre le plus déterminant sur la réponse globale de l'instrument. La forme de la section droite peut être triangulaire (figure 1.25a), triangulaire avec arête convexe (figure 1.25b) ou sinusoïdale (figure 1.25c), carrée (figure 1.25d), rhomboïde (figure 1.25e), avec méplat (figure 1.25f), avec une face asymétrique (figure 1.25g), *etc.* Elle peut être constante ou changeante sur la longueur de la lame, avec une modification du nombre de filets comme dans le cas du système OneShape© où la section droite passe de trois à deux arêtes vers le premier tiers de la lame (figure 1.26). C'est principalement la section droite qui détermine la capacité de coupe et la flexibilité de l'instrument pour une taille donnée. La capacité de coupe est modifiée en fonction du nombre d'arêtes, de l'angle d'attaque et de l'espace pour dégager les copeaux dentinaires. La flexibilité quant à elle est modifiée en fonction



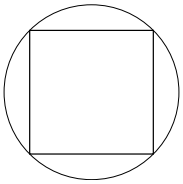
(a) Section triangulaire (lime Broche)



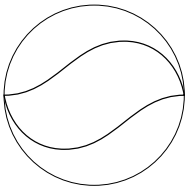
(b) Section triangulaire convexe (système ProTaper©)



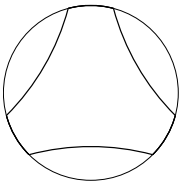
(c) Section sinusoïdale (système HeroShaper©)



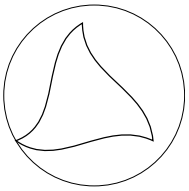
(d) Section carrée (système HyFlexCM©)



(e) Section rhomboïde arrondie (système Komet©)



(f) Section avec méplat (système ProFile©)



(g) Section avec face décalée (système RevoS©)

Figure 1.25 – Différentes formes de section droite d'instruments endodontiques en Ni-Ti.

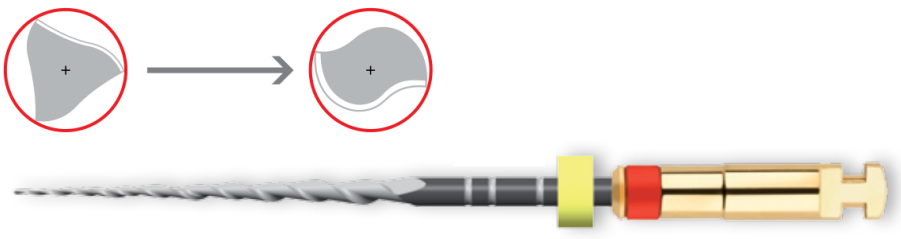
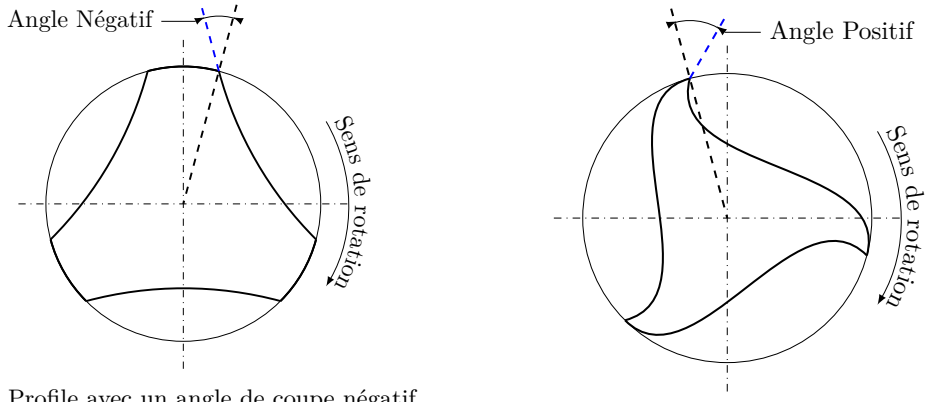


Figure 1.26 – Changement de section du système OneShape©.



(a) Profile avec un angle de coupe négatif (ProFile©)

(b) Profile avec un angle de coupe positif

Figure 1.27 – Différence d'attaque de l'angle de coupe, section droite avec méplat radian (gauche) ou avec faces sinusoïdales (droite).

de la géométrie de la section droite (aire, moments statiques et quadratiques) de la lime (figure 1.27).

Conicité, diamètre et longueur de lame

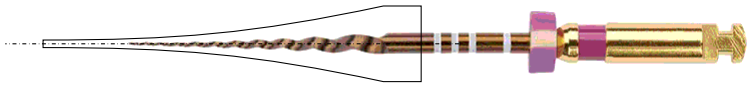
La conicité est le paramètre qui définit l'évolution du diamètre de la lime endodontique de la pointe vers la tige. Elle se définit de la manière suivante :

$$C = \frac{d_t - d_p}{L} \times 100 \tag{1.1}$$

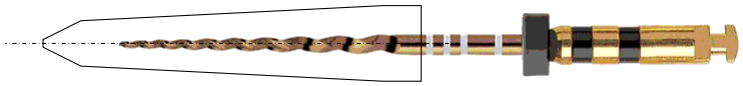
où d_p est le diamètre de pointe, d_t est le diamètre de tige, C est la conicité et L est la longueur de la lame active (figure 1.24). La conicité est constante ou variable le long de la longueur de la lame. On reconnaît deux formes de variations, régressive ou progressive : la première donne à la lime une forme d'obélisque avec une forte conicité sur les premiers millimètres de la lame puis une faible conicité sur le reste de l'instrument quand la seconde procure une forme de tour Eiffel à la lime endodontique. Les limes "shaping" et "finishing" du système Protaper© utilisent ces variations de conicités (figure 1.28). L'intérêt de ce système est d'améliorer la flexibilité de l'instrument avec le "Shaping" et faciliter l'assise du matériau d'obturation en clôturant la mise en forme avec le "Finishing" (Bergmans et al., 2003).

Pas de la lame

La longueur du pas est la distance entre deux sommets des filets de la lame. Le pas peut être constant ou variable. Le système Race© présente quant à lui un pas original puisqu'il est discontinu le long de la lame, provoquant ainsi des angles d'arêtes parallèles à l'axe de la lime (figure 1.29). Cette particularité a pour effet de limiter l'effet de vissage de l'instrument à l'intérieur du canal dentaire (Vincent, 2017).



(a) Conicité progressive depuis la pointe de la lime S1 (forme de tour Eiffel)



(b) Conicité régressive depuis la pointe de la lime F1 (forme d'obélisque)

Figure 1.28 – Système ProTaper Gold© avec conicité variable.

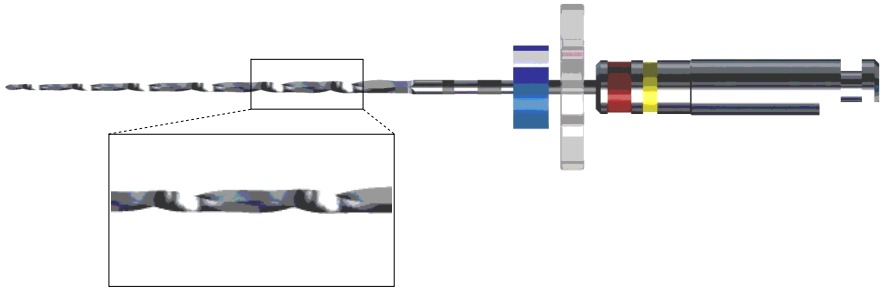
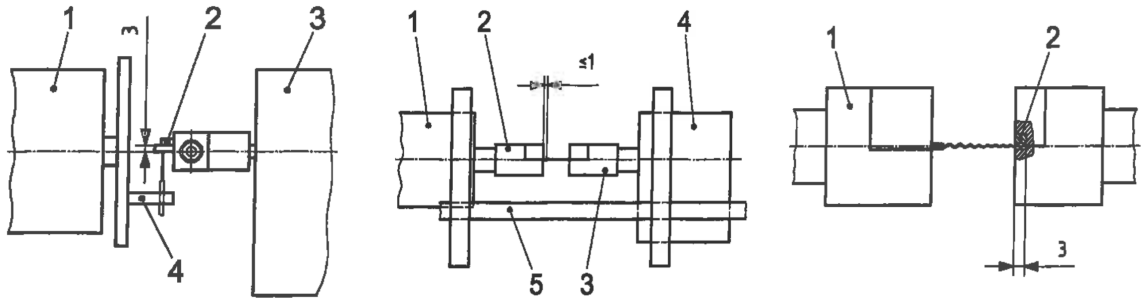


Figure 1.29 – Système Race© avec pas discontinu.

1.3.2 Tests de caractérisation de la réponse des instruments

Même si la caractérisation de la réponse des limes endodontiques rotatifs est réglementée par la norme ISO-3630-1 (Int. Org. for Standardization, 2008) (figures 1.30a, 1.30b et 1.30c), une large gamme de bancs d'essais est proposée dans la littérature pour caractériser en statique et en fatigue la réponse de ces instruments.

Cette gamme concerne des sollicitations de flexion (rotative ou pas), de la torsion et du pénétration-retrait dans un canal artificiel. Parmi les bancs de sollicitation en flexion, on retrouve celui proposé par (Rejzner et al., 2002) qui convertit une sollicitation axiale imposée par une machine de traction universelle en une sollicitation de flexion. Le prototype en AMF est encastré en ses deux extrémités par deux bras articulés. La rotation induite de leur mouvement synchronisé est transmise à l'éprouvette induisant une sollicitation de flexion pure (figure 1.31). Ce banc est conçu pour éprouvettes plates mais il pourra être adapté pour la géométrie spécifique des limes endodontiques. (Scelza et al., 2015) ont conçu un test de flexion pour les limes endodontiques permettant d'imposer une rotation constante de flexion de 45° à l'extrémité de l'instrument dont le manche est fixé à un mandrin animé en rotation (figure 1.32a). Il permet de caractériser les réponses de la lime pour une sollicitation de flexion en quasi-statique et en fatigue. Ce banc est constitué d'un mandrin fixé à une plaque en bois placée de manière inclinée de 45° par rapport à un support horizontal. Il serre la lime au niveau du manche. L'extrémité de la lime coté pointe est fixée de manière encastrée à une machine conventionnelle de traction qui permet de piloter le déplacement de la pointe et mesurer la force de réaction induite. Ce



(a) Plan de l'appareillage pour un essai de flexion : (1) Motoréducteur, (2) Butée, (3) Torsiomètre, (4) Ergot d'entraînement.

(b) Plan de l'appareillage pour un essai de torsion : (1) Motoréducteur, (2) Mandrin en acier trempé, (3) Mandrin en laiton tendre, (4) Torsiomètre, (5) Roulement à billes linéaire.

(c) Plan des mandrins pour l'encastrement des limes : (1) Mandrin en acier trempé, (2) Mors en laiton tendre.

Figure 1.30 – Plan des appareillages pour réaliser les différents tests de flexion et de torsion (Int. Org. for Standardization, 2008).

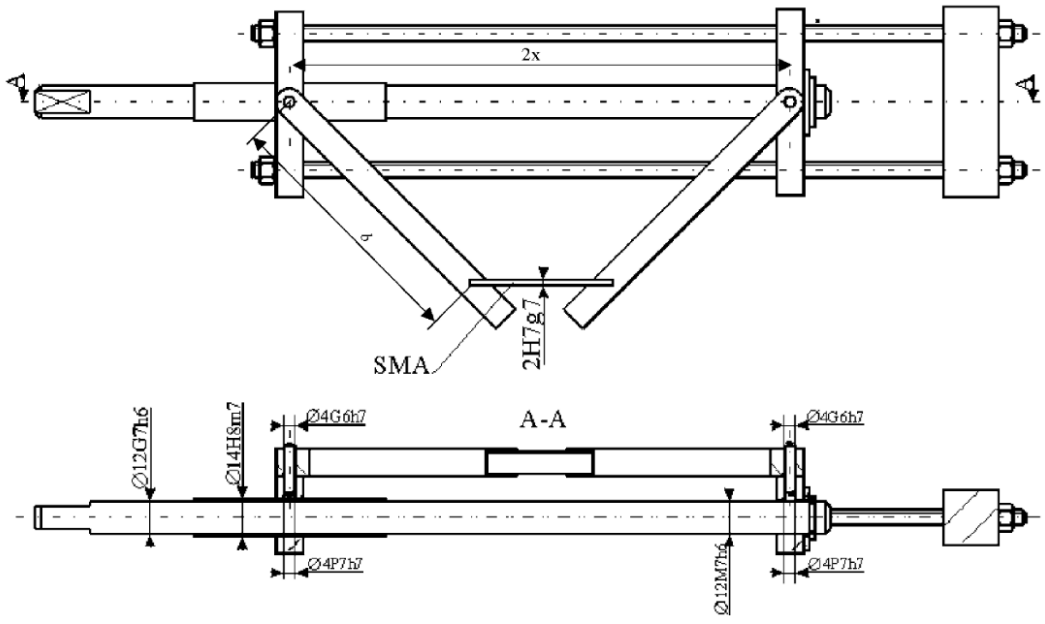


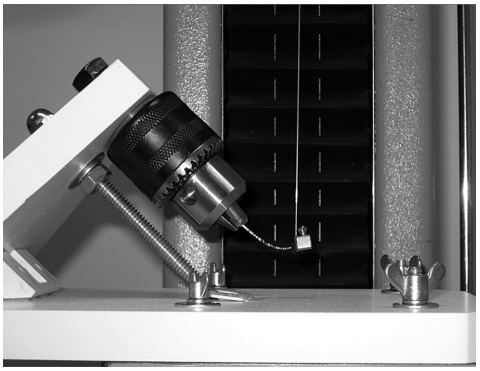
Figure 1.31 – Banc d'essais expérimental de flexion pour AMF (Rejzner et al., 2002).

banc permet d'appliquer uniquement une sollicitation de flexion en cohérence avec la norme ISO-3630-1. Le même type de banc de flexion est proposé par (Chevalier et al., 2018) où la lime est fixée plutôt à un mandrin horizontal. La flexion est induite par l'application d'une force ponctuelle à une distance donnée de la pointe par l'intermédiaire d'une pièce rigide pilotée par une machine de traction universelle (figure 1.32b). (Fortini et al., 2018) ont réalisé un banc d'essais de caractérisation de la réponse en flexion pour des éprouvettes en AMF à effet mémoire de forme encastrées par une extrémité et libres à l'autre (figure 1.32c). Un chauffage est appliqué par ventilation d'air chaud permettant à l'AMF, initialement martensitique, de retrouver sa forme austénitique en induisant une courbure de l'éprouvette. L'évolution de la déformée de l'éprouvette est mesurée par une caméra. Ce banc pourrait servir pour la caractérisation de la réponse en flexion d'une gamme de limes en AMF. D'autres bancs d'essais, proposés dans la littérature, permettent de caractériser plutôt la réponse en torsion des limes endodontiques en AMF.

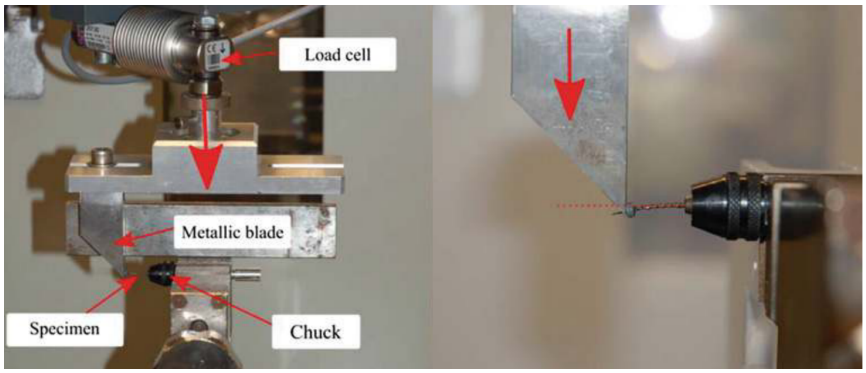
Ainsi (Bahia et al., 2006) proposent un banc de caractérisation en torsion ou la lime en AMF est encastrée au niveau de l'extrémité coté pointe à un mandrin fixe alors que l'extrémité coté manche est fixée à un autre mandrin connecté à un moteur permettant d'appliquer une rotation de torsion (figure 1.33). Un capteur de rotation permet de mesurer et asservir l'angle de rotation appliquée et un capteur de force lié à une tige rigide solidaire au mandrin fixe permet de mesurer le moment de torsion en utilisant le principe du bras de levier. Il est ainsi possible d'établir l'évolution du moment de torsion en fonction de l'angle de rotation appliqué. (Kaval et al., 2016) utilisent également le même principe pour caractériser la réponse en torsion des limes en AMF. (La Rosa et al., 2016) proposent un banc d'essais de torsion basé sur la norme ISO-3630-1 (Int. Org. for Standardization, 2008) adapté aux limes endodontiques en AMF. L'instrument est fixé entre deux mandrins, l'un est fixe et l'autre est lié à un moteur à faible vitesse de rotation (figures 1.34a et 1.34a). Ils ont rajouté un capteur de couple pour la mesure du moment de torsion induit dont le principe de fonctionnement, basé sur un capteur de force et un bras de levier, est le même que celui proposé par (Bahia et al., 2006).

(Predki et al., 2004) proposent deux bancs d'essais, l'un pour la caractérisation en torsion et l'autre en flexion des tubes et barres en AMF. Le banc de torsion est semblable à celui proposé par (La Rosa et al., 2016) où une extrémité de l'éprouvette est encastrée alors que l'autre est fixée à un servo-moteur synchrone asservi en couple de torsion (figure 1.35a). Quant au banc de flexion, il est constitué d'une partie permettant d'encastrer une extrémité de l'éprouvette et une autre permettant d'appliquer une rotation de flexion à l'autre extrémité tout en permettant le libre déplacement axial des deux extrémités afin d'éliminer les sollicitations parasites (figure 1.35b). Ces deux bancs d'essais permettent de caractériser de manière séparée les réponses en flexion et en torsion des éprouvettes et limes en AMF. Il ressort de cette synthèse que la réponse aux sollicitations combinées de flexion-torsion, couramment rencontrées lors de la préparation canalaire, n'est pas étudiée.

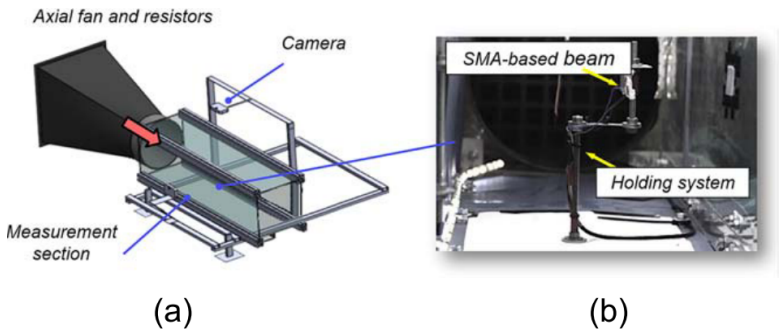
Nous avons donc proposé un nouveau dispositif d'essais permettant d'appliquer une telle sollicitation combinée en plus de la possibilité d'appliquer de manière séparée ou séquentielle la flexion et la torsion. Ce nouveau dispositif est détaillé dans le chapitre 2. Un autre type de



(a) Etude de la force de flexion générée par une lime endodontique lorsque sa pointe est fléchie avec un câble en traction (Scelza et al., 2015)

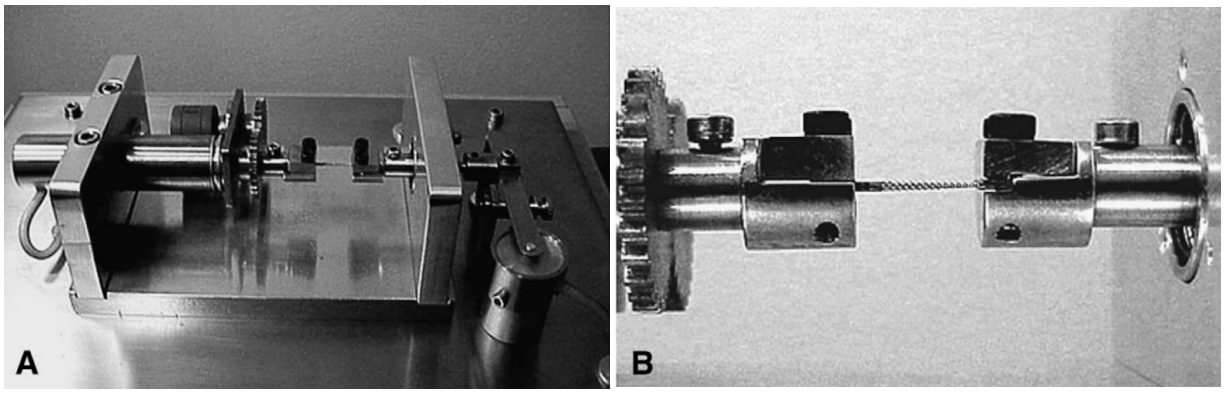


(b) Etude de la force de flexion générée par une lime endodontique lorsqu'elle est fléchie avec une lame mobile (Chevalier et al., 2018)



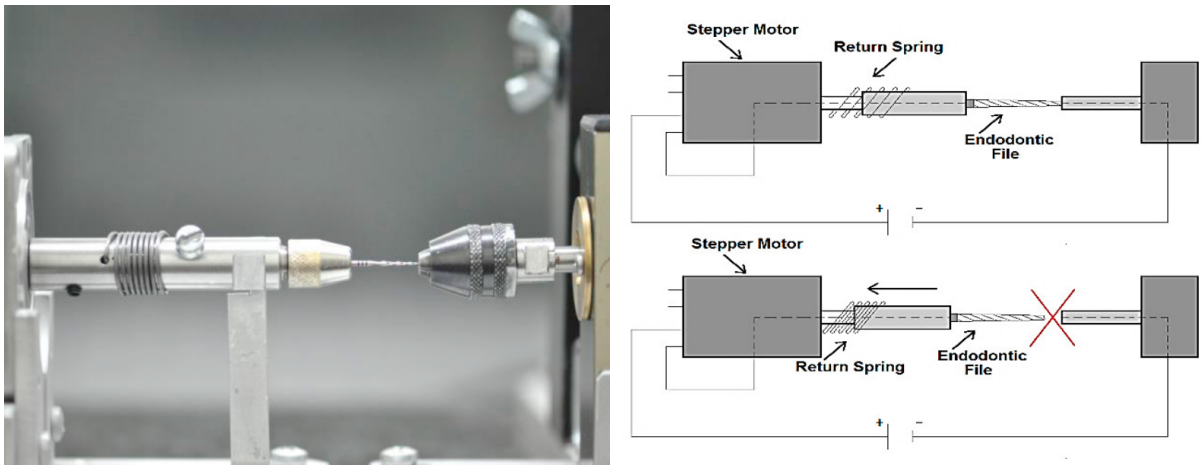
(c) Etude de la déflection d'une barre en AMF en fonction des condition de température (Fortini et al., 2018)

Figure 1.32 – Banc d'essais pour instruments et éprouvettes en AMF.



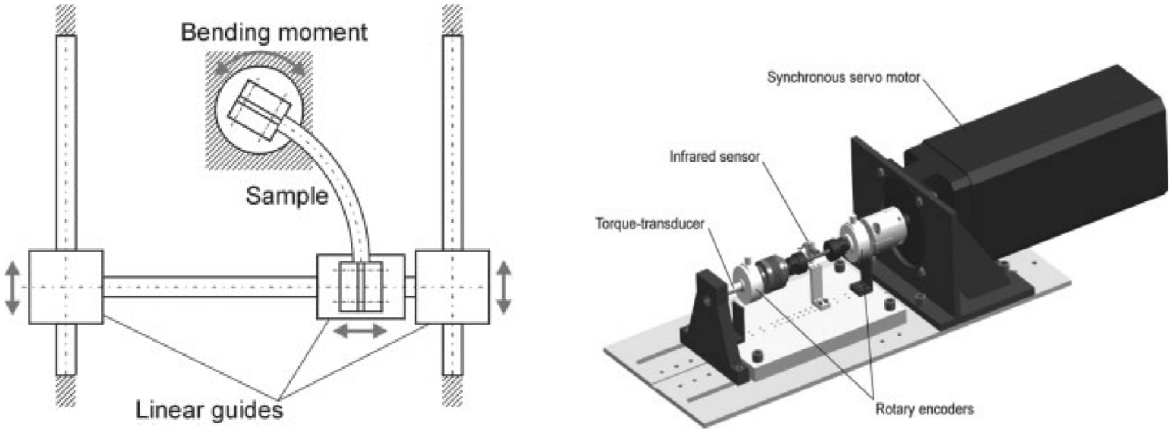
(a) Vue globale du dispositif de torsion **(b)** Vue centrée sur les mors de pointe et le mandrin

Figure 1.33 – Dispositif de torsion pour lime endodontique basé sur les recommandations de la norme ISO3630-1 (Bahia et al., 2006).



(a) Vue centrée sur les mors de pointe et le mandrin avec son ressort de rappel de la lime **(b)** Schéma explicatif du dispositif de torsion pour lime endodontique muni du ressort de rappel

Figure 1.34 – Dispositif de torsion pour lime endodontique avec un ressort de rappel pour permettre au système d'essais de déterminer l'instant précis de la rupture (La Rosa et al., 2016)



(a) Dispositif de flexion pour lime endodontique avec des guides linéaires

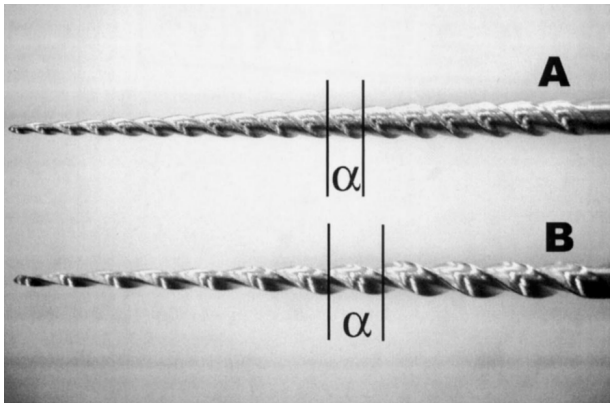
(b) Dispositif de torsion pour lime endodontique basé sur les recommandations de la norme ISO3630-1

Figure 1.35 – Banc de tests utilisés pour caractériser séparément en flexion et en torsion une lime endodontique (Predki et al., 2004).

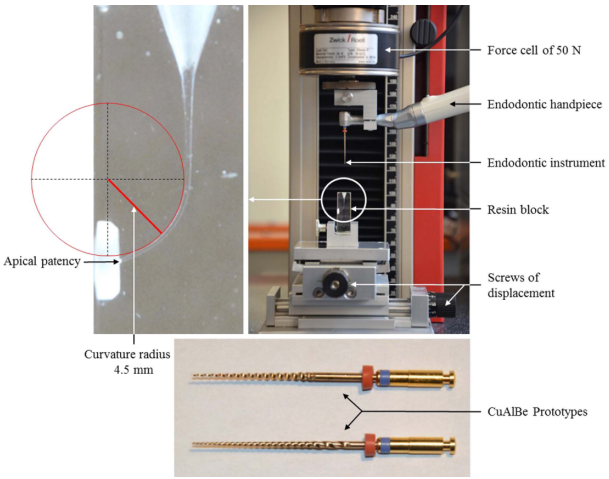
caractérisation est également proposé dans la littérature pour les limes endodontiques en AMF. Il s'agit de mesurer la résultante verticale de la force de réaction et/ou également le couple de torsion durant une opération de préparation canalaire en usinant des canaux dans des blocs artificiels en PMMA. Un mouvement cyclique de pénétration/retrait est appliqué en utilisant une lime fixée à un contre-angle animé en rotation continue (figure 1.36)(Diemer et al., 2013; Vincent et al., 2017). (Kwak et al., 2019) ont caractérisé la force de vissage en utilisant les mêmes types d'essais de pénétration-retrait sur des canaux artificiels en PMMA. Il ressort que les instruments ayant subi un traitement thermique et ayant une plus faible aire de section droite animés en rotation réciproque aboutit à la plus faible force de vissage. (Tokita et al., 2017) ont également utilisé ce type de dispositif pour mettre en évidence l'effet de la vitesse et du type de rotation sur l'intensité de la force de pénétration/retrait.

1.3.3 Influence des paramètres géométriques, matériaux et de chargement

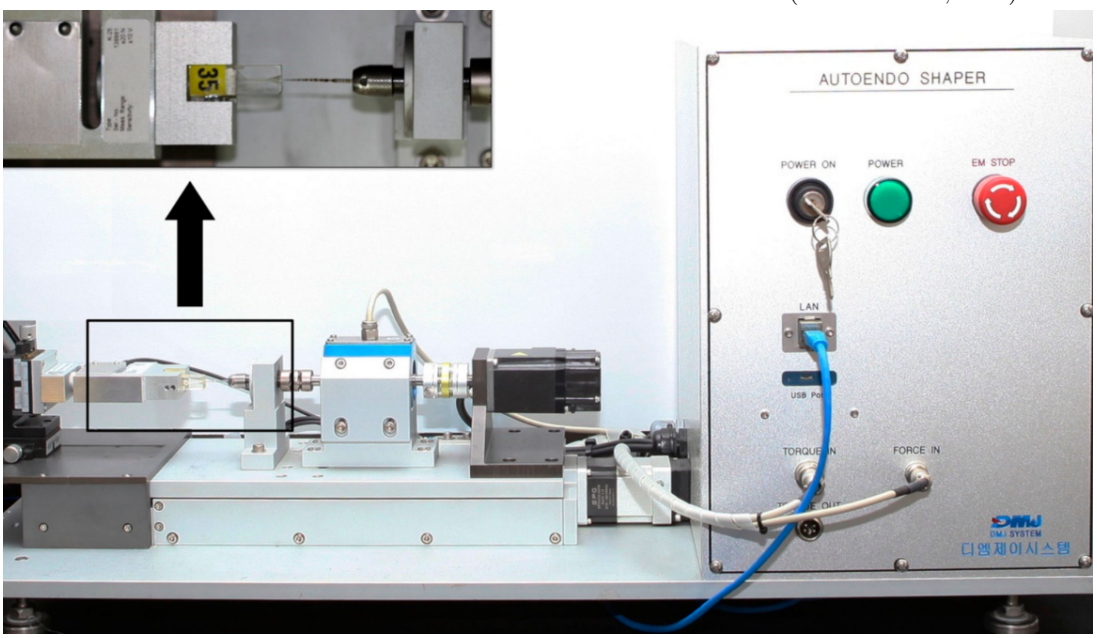
Les différents progrès réalisés en performances des limes endodontiques commercialisées sont, en partie, le fruit des travaux de recherche réalisés sur l'influence des paramètres géométriques, matériaux et de chargement sur la réponse en statique et en fatigue de ces instruments. Ces travaux sont d'ordre expérimental et numérique. Les études expérimentales se sont appuyées sur des bancs d'essais décrits ci-avant ainsi que sur une meilleure connaissance des spécificités des AMF par le biais de campagnes de caractérisation. Les études numériques se sont basées sur certains des modèles de comportement présentés au paragraphe 1.2.5 et implantés dans des codes éléments finis commerciaux. Pour ce faire des modèles géométriques paramétrés sont établis en utilisant des logiciels de Conception Assistée par Ordinateur (CAO). Ils ont servi de base pour faire varier les différents paramètres géométriques afin d'analyser leur influence. À titre d'exemple et non pas de manière exhaustive, une synthèse de quelques études expérimentales et numériques sont présentées ci-dessous qui ont concerné l'analyse de l'influence des paramètres géométriques,



(a) Différence de longueur de pas entre deux limes endodontiques (Diemer et al., 2013)



(b) Dispositif d'essais pour réaliser des tests de pénétration/retrait réalisé à l'aide d'une machine de traction (Vincent et al., 2017)



(c) Dispositif d'essais pour réaliser des tests de pénétration/retrait réalisé sur une machine conçue sur-mesure (Kwak et al., 2019)

Figure 1.36 – Dispositifs d'essais utilisés pour visualiser l'influence de la section, de la longueur du pas et de l'AMF sur les capacités de coupe des limes endodontiques avec une reproduction des mouvements opératoires.

de la forme de la section droite, du type d'AMF superélastique ou à effet mémoire de forme et de la nature de la rotation imposée par le contre angle : rotation continue ou réciproque.

(Baek et al., 2011) ont étudié par éléments finis l'influence des paramètres géométriques sur la réponse en torsion des limes endodontiques en Ni-Ti et en particulier la rigidité globale en torsion. Trois géométries de sections droites sont considérées : triangle, carré et rectangle. Trois pas d'hélices différents ont été adoptés en ayant 5, 10 et 15 hélices sur une longueur utile de 16 mm. Il en ressort que la torsion à la rupture des limes endodontiques en Ni-Ti peut être réduite par un faible pas d'hélices (plus d'hélices sur la longueur utile) et une aire de section droite plus élevée. Toutefois, ce constat est à modérer par la non-prise en compte de l'effet de la transformation de phase dans cette étude en adoptant un comportement élastique linéaire. D'autre part, les résultats en torsion nécessitent d'être combinés avec ceux en flexion. Dans la perspective de proposer un outil numérique, basé sur la méthode des éléments finis, d'aide à la conception d'instruments endodontiques, (Vincent, 2017; Vincent et al., 2015) ont étudié par des approches numérique et expérimentale l'influence des paramètres géométriques sur les réponses en flexion, en torsion et en pénétration retrait dans un canal artificiel, d'une gamme de limes en Ni-Ti superélastique et également d'un prototype en AMF monocristallin à base Cuivre.

Dans la même perspective, (Chevalier et al., 2018) ont analysé expérimentalement et par éléments finis la réponse de flexion rotative des deux instruments en Ni-Ti. L'un a une section de forme constante triangulaire avec arête sinusoïdale (figure 1.25c) et l'autre a une section de forme variable évoluant entre une section triangulaire avec arêtes sinusoïdales et une section de forme en S (figure 1.25e). Les résultats ont été comparés à ceux d'une poutre de section de forme constante cylindrique ou conique. L'étude a permis de valider une modélisation par éléments finis à partir de l'analyse expérimentale. Le même type d'étude a été mené par (Montalvão et al., 2014).

(Ha et al., 2017) ont étudié par éléments finis l'effet sur la réponse en flexion et en torsion d'un décalage du centre de gravité de la section droite par rapport à l'axe neutre de l'instrument. Quatre configurations de sections droites ayant toutes une forme rectangulaire ont été étudiées. En particulier, l'effet sur la distribution de la contrainte et la rigidité globale a été analysé. Aussi bien en flexion qu'en torsion, c'est la section de forme carrée qui aboutit à la réponse la plus rigide.

(Arbab Chirani et al., 2011) ont réalisé une étude comparative par éléments finis des réponses en flexion et en torsion de cinq instruments déjà commercialisés. Quatre d'entre eux ont une longueur de lame active de 16 mm, une conicité uniforme de 6% alors que le cinquième présente une conicité variable de 5,5% sur 12,5 mm à partir du manche et 7% sur la longueur restante de 4,5 mm pour une longueur utile totale de 17 mm. Quatre types de géométries sont adoptés pour la section droite : une section en S, une section triangulaire avec arêtes en S, circulaires convexes et circulaires concaves. Les cinq instruments sont en Ni-Ti. Le pas d'hélice n'est pas le même pour les cinq instruments. Il ressort de cette étude que la forme et les propriétés d'inertie de la section droite ont une influence sur la réponse en flexion et en torsion des instruments étudiés. Le même type d'étude a été mené également par (Kim et al., 2009) aboutissant aux mêmes conclusions mais sur un nombre plus réduit de sections droites et de conicités.

L'effet de la section droite a également été étudié par (De Arruda Santos et al., 2014) qui ont considéré trois géométries différentes de section de droite. Il est de même pour (Prados-Privado et al., 2019) qui présentent une étude par éléments finis de six instruments de sections différentes (triangle, rectangle et Forme-S) sollicités en flexion et en torsion. Deux de ces instruments ont subi un traitement thermique supplémentaire. Les résultats mettent en évidence une amélioration par le traitement thermique de la flexibilité et de la résistance.

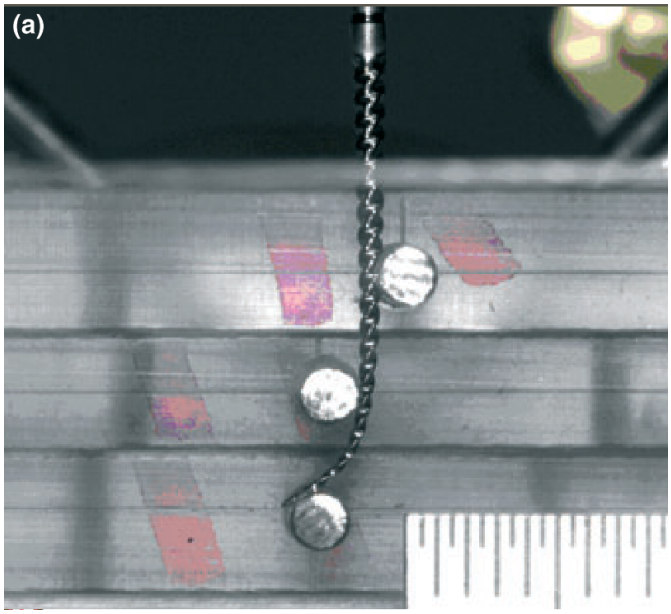
(Scelza et al., 2015) ont évalué de manière comparative, la résistance en flexion à 45° de rotation, la réponse en statique et la durée de vie en fatigue de deux types d'instruments de 25 mm de longueur et de 8% de conicité. Ils ont mis en évidence l'effet important de la forme de la section-droite et de la géométrie des instruments sur ces résistances en statique et sur la tenue en fatigue pour une sollicitation de flexion. Ils ont montré également que le gain en résistance pourrait s'accompagner par une perte d'une flexibilité.

(Elsaka et al., 2017) ont également étudié la résistance en flexion et en torsion de certains instruments de manière comparative. La comparaison de la réponse en flexion et la tenue en fatigue entre un instrument à rotation continue et un autre à rotation réciproque a été réalisée dans la littérature expérimentalement et numériquement comme par exemple dans les travaux de (El-Anwar et al., 2016). Il ressort de cette étude une légère meilleure résistance et tenue à la fatigue des instruments à rotation réciproque qui reste à confirmer. Enfin, l'effet de la présence de la phase R dans les instruments endodontiques a été étudié aussi bien numériquement qu'expérimentalement.

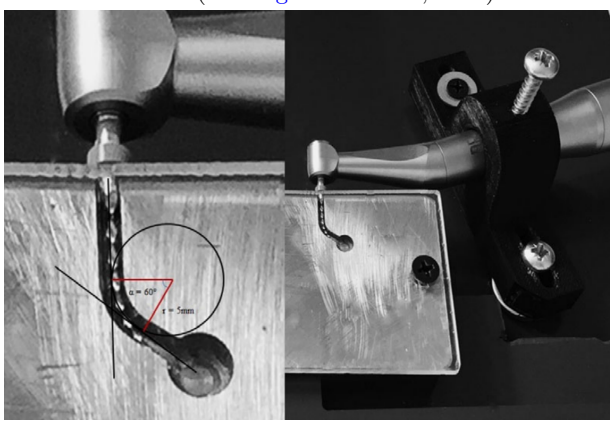
À titre d'exemple, (Santos et al., 2016) ont étudié expérimentalement et par éléments finis la réponse en flexion et en torsion d'un instrument en Ni-Ti présentant une transformation de type austénite-phase R-martensite. Les résultats obtenus confirment le fait que la phase R améliore la résistance de l'instrument et sa tenue en fatigue en réduisant l'intensité de l'état de contraintes de manière globale et au même temps augmente sa flexibilité.

1.3.4 Tenue en service en statique et en fatigue

(Alcalde et al., 2018; AlShwaimi, 2018) ont utilisé un canal artificiel en acier avec notamment une courbure de 60° pour étudier la tenue en fatigue de trois instruments ayant la même longueur utile mais une conicité différente de 6, 7 et 8%, (figure 1.37b). (Cheung and Darvell, 2007) et plus tard (De Vasconcelos et al., 2016) ont proposé un banc de flexion rotative pour la caractérisation du comportement en flexion des instruments endodontiques rotatifs (figure 1.37a). Il est simplement constitué de trois plots fixés sur une cale acrylique et positionnés de telle sorte que lorsque la lime est placée entre eux, elle présente une courbure imposée dont le rayon est égal à la distance entre les plots comme dans le cas de la flexion trois points. La lime est par la suite animée en rotation par un moteur contrôlé induisant une sollicitation de flexion rotative. Seul le nombre de cycles à rupture est mesuré (pas de mesure de réactions ou moments induits). Cet instrument permet donc d'imposer uniquement une sollicitation de flexion à courbure constante. Il ne permet pas de suivre l'évolution de la courbure au cours d'un chargement croissant de manière monotone. Le critère d'évaluation étant le nombre de cycle à rupture. Des



(a) Mise en flexion d'une lime endodontique entre 3 doigts en acier permettant ainsi de contrôler l'angle de flexion (Cheung and Darvell, 2007)



(b) Dispositif d'essais pour caractériser la tenue en fatigue de lime endodontique sous chargement cyclique (AlShwaimi, 2018).

Figure 1.37 – Différents dispositifs de tests de la tenue en fatigue de limes endodontiques.

Groupes	N	Résistance à la fatigue cyclique		Résistance à la torsion	
		LdF [mm]	NCF	Couple [gf/cm]	Angle de distorsion [°]
Hyflex EDM©	10	$7.1^{a}\pm1.8$	$3689^{a}\pm1577$	$133^{a}\pm10$	$344^{a}\pm31$
Protaper Universal©	10	$4.9^{b}\pm0.1$	$350^{b}\pm30$	$137^{ab}\pm24$	$177^{b}\pm18$
Protaper Gold©	10	$5.9^{a}\pm0.9$	$915^{c}\pm136$	$153^{b}\pm11$	$217^{c}\pm11$
Valeur-p		$<.05$	$<.001$	$<.024$	$<.001$

Tableau 1.2 – La valeur-p est obtenue après analyse de la variance ; LdF : Longueur du fragment ; NCF : nombre de cycles avant rupture ; les valeurs avec une lettre en exposant identique ne sont pas statistiquement différentes (Kaval et al., 2016).

faciès de rupture sont également analysés. Il ressort qu'une conicité à 6% aboutit à une meilleure tenue en fatigue mais une plus faible résistance à la torsion.

L'effet des propriétés de l'AMF Ni-Ti et la géométrie de l'instrument sur la résistance en torsion et sur la tenue en fatigue des limes endodontiques a été étudié par (Kaval et al., 2016). Le même type de canal artificiel et le même banc de torsion ont été utilisés. D'un instrument à l'autre plusieurs paramètres varient en même temps (type de comportement superélastique ou à effet mémoire, forme de la section droite et procédé d'élaboration par usinage ou électroérosion). Il est donc difficile d'identifier l'effet de chacun de ces paramètres alors que la comparaison est effectuée de manière globale entre différents instruments (table 1.2).

(Ha et al., 2015) ont étudié l'effet du type d'AMF Ni-Ti, le procédé de fabrication, les traitements thermiques appliqués ainsi que l'application d'une pré-charge de torsion sur la tenue en fatigue des instruments. Ils ont également utilisé un canal artificiel en acier avec une courbure de 60°. Ainsi des instruments superélastiques induisant ou pas l'activation de la phase R et à effet mémoire sont étudiés. Différents niveaux de pré-charges sont considérés. Il ressort de cette étude que les contraintes internes liées à la pré-charge de torsion améliorent la tenue en fatigue de manière plus ou accentuée en fonction du type de Ni-Ti.

L'effet du type de mouvement continu ou réciproque sur la tenue en fatigue des instruments ainsi que sur leur efficacité de coupe a fait l'objet de nombreux travaux de recherche dont ceux de (Ferreira et al., 2017) et (Karatas et al., 2016a,b) qui ont mis en évidence un effet plutôt bénéfique de la rotation réciproque sur la tenue en fatigue. Cet effet bénéfique est plus accentué pour les instruments les plus récents usinés par électroérosion et/ou traités thermiquement.

L'effet du traitement thermique a également fait l'objet d'études spécifiques dont celle de (Zinelis et al., 2007) pour laquelle des traitements thermiques sont effectués à plusieurs niveaux de températures entre 250°C et 550°C. Il ressort de cette étude que la meilleure tenue en fatigue en flexion rotative est obtenue pour une température de 430°C (figure 1.38). La nature de la courbure du canal préparé, simple ou double, plane ou tridimensionnelle, a également une

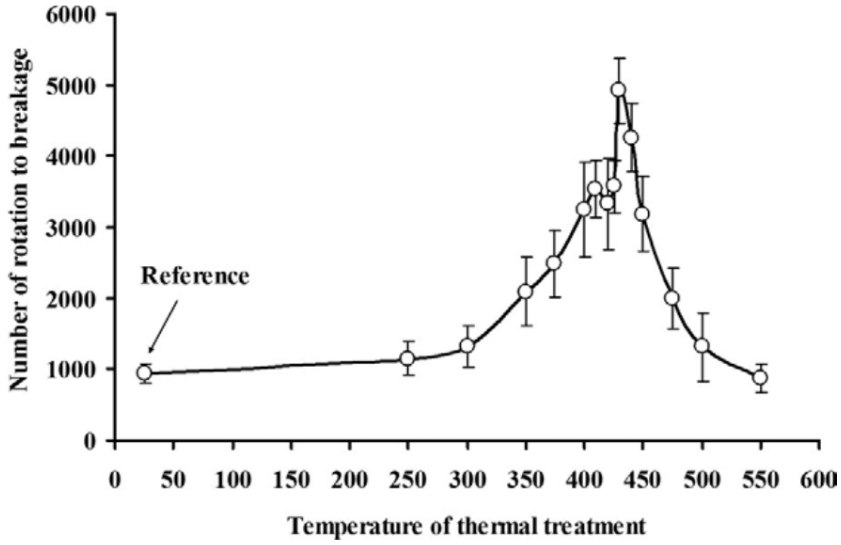


Figure 1.38 – Relation entre la température du traitement thermique et la tenue en fatigue d'une lime endodontique en Ni-Ti (Zinelis et al., 2007).

influence sur la tenue en fatigue de l'instrument (Martins et al., 2017). Plus la forme du canal préparé est complexe plus la tenue en fatigue de l'instrument utilisé est faible.

1.3.5 Discussion

Les dispositifs généralement utilisés pour la caractérisation des instruments considèrent de manière séparée les sollicitations de flexion et de torsion et jamais de manière combinée. Pour les études numériques par éléments finis, les lois de comportement adoptées ne décrivent pas de manière fine les spécificités du comportement thermomécanique des AMF. Dans certaines études, il est même supposé que le Ni-Ti a un comportement purement élastique linéaire. Quant à l'analyse de l'influence des paramètres géométriques, matériaux et de chargement sur la réponse et la tenue en service des instruments, les études disponibles dans la littérature sont réalisées a posteriori et de manière comparative sur des instruments déjà commercialisés. Ainsi c'est plutôt l'influence combinée de plusieurs paramètres qui est analysée sans avoir la possibilité d'identifier la contribution directe de chaque paramètre.

Dans la présente étude de la réponse d'un prototype de lime endodontique en AMF monocristallin à base Cuivre et afin de pallier les limitations ci-dessus, nous avons conçu et réalisé un dispositif spécifique permettant d'appliquer à l'instrument une sollicitation combinée de flexion-torsion tout en étant conforme avec la norme 3630-1. Pour l'influence des paramètres géométriques, nous avons choisi de mettre en place un plan d'expérience de type Taguchi (Ahmadkhaniha et al., 2015; Asghar et al., 2014; Ghani et al., 2004; Mustafic et al., 2018; Sabre, 2007; Shahavi et al., 2015; Wahyudin et al., 2017; Xiao et al., 2014) aussi bien au niveau numérique qu'expérimental afin d'optimiser le nombre de prototypes tout en permettant d'aboutir à l'influence de chaque paramètre. Enfin, pour la partie simulation par éléments finis, nous avons

choisi une loi de comportement micromécanique inspirée de la plasticité cristalline décrivant de manière plus fine et plus adaptée le comportement d'un AMF monocristallin à base cuivre.

1.3.6 Conclusion

Dans la perspective de contribuer à l'amélioration et la réduction de la durée de l'opération de préparation canalaire, ce travail de thèse a été réalisé dans le cadre d'un projet de recherche plus large. Il a pour objectif la conception, la réalisation et la validation d'un prototype de lime endodontique en AMF monocristallin à base cuivre dans le but d'exploiter les propriétés antimicrobiennes du Cuivre et une déformation de transformation plus élevée dans les monocristaux. Les études antérieures à cette thèse, réalisées notamment dans le cadre de la thèse de Marin Vincent (Vincent, 2017) ont permis de caractériser le caractère antimicrobien de ces prototypes (Engels-Deutsch and Bataillard, 2017; Vincent et al., 2015, 2017, 2018) et leurs réponses lors d'essais de pénétration/retrait utilisant des canaux artificiels en résine. En tenant compte de l'état de l'art dans ce domaine, développé dans le présent chapitre, pour la suite de ce projet de recherche nous avons étudié de manière numérique et expérimentale la réponse de ces prototypes en flexion, torsion et en flexion-torsion. C'est donc l'objectif des travaux de thèse qui sont développés dans les chapitres qui suivent du manuscrit.

Le deuxième chapitre présente les travaux réalisés au niveau expérimental. La première partie est dédiée à la conception, réalisation et validation d'un banc d'essais de sollicitation de flexion torsion de manière séparée ou combinée en conformité avec la norme 3630-1 spécifique à la caractérisation des limes endodontiques. La deuxième partie présente la campagne de caractérisation de l'AMF monocristallin à base cuivre par des essais de traction à différentes températures, des essais de flexion torsion sur des éprouvettes cylindriques taillées dans un fil et des essais de DSC. La troisième et dernière partie détaille les résultats d'essais sur prototypes de limes endodontiques en AMF à base cuivre lors de sollicitations de flexion, de torsion et de flexion/torsion. La géométrie et le nombre de prototypes ont été déterminés à partir d'un plan d'expériences de type Taguchi. De cette campagne expérimentale nous avons pu déduire l'influence de chaque paramètre considéré sur la réponse globale de l'instrument étudié.

Le troisième chapitre est consacré à l'approche numérique de cette thèse. La première partie de ce chapitre présente le modèle éléments finis adopté avec la méthode utilisée pour générer une géométrie paramétrée, la stratégie de maillage, les conditions aux limites et chargements appliqués à cette géométrie. Par la suite, les lois de comportement phénoménologique et micromécanique adoptées sont décrites. Les paramètres de ces lois sont identifiés à partir des résultats expérimentaux du chapitre précédent. Dans la deuxième partie, le plan d'expériences de Taguchi, réalisé expérimentalement, est reproduit numériquement par éléments finis. Enfin, des résultats obtenus telles que la répartition des contraintes et de la fraction volumique de martensite sont présentés et analysés.

Le quatrième chapitre présente une discussion de l'ensemble des travaux présentés jusqu'alors et une discussion générale concernant l'utilisation du Cu-Al-Be monocristallin comme AMF constitutif d'une lime endodontique est finalement proposée.

Une conclusion générale sur les perspectives d'études ouvertes par cette thèse clôture ce manuscrit.

Chapitre 2

Analyse expérimentale de la réponse de limes prototypes en Cu-Al-Be monocristallin : comparaison avec des limes en Ni-Ti

2.1 Caractérisation des alliages à mémoire de forme étudiés 56
2.1.1 Essais de traction uni-axiale à différentes températures 57
2.1.2 Essais de Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC) 59
2.1.3 Détermination partielle des diagrammes de transformation 61
2.1.4 Discussion et conclusion 63
2.2 Conception et réalisation d'un dispositif de flexion-torsion adapté aux limes endodontiques 64
2.2.1 Introduction 64
2.2.2 Conception du dispositif de flexion-torsion 64
2.2.3 Présentation détaillée des différentes sous-parties du dispositif 68
2.2.4 Système de pilotage et d'acquisition des données 71
2.2.5 Acquisition et traitement des données 73
2.3 Caractérisation du dispositif d'essais de flexion-torsion 74
2.3.1 Fils en Ni-Ti polycristallin 74
2.3.2 Essais sur des limes endodontiques F4© et F6 Sky Taper© 78
2.3.3 Réponses de limes endodontiques en Ni-Ti polycristallin du commerce . 78
2.4 Comparaison des réponses des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin et en Ni-Ti polycristallin 80
2.4.1 Tests de flexion-torsion sur des fils en Cu-Al-Be monocristallin 82
2.4.2 Essais sur des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin et Ni-Ti polycristallin 82
2.4.3 Essais complémentaires sur des limes en Cu-Al-Be monocristallin 84
2.4.4 Analyse globale des résultats fournis par le dispositif d'essais 84
2.5 Etude d'influence des paramètres géométriques sur la réponse des limes en Cu-Al-Be monocristallin et Ni-Ti polycristallin 87

2.5.1 Introduction aux plans d'expériences de Taguchi 87
2.5.2 Détermination des facteurs d'intérêts 88
2.5.3 Modalités et niveaux des facteurs 89
2.5.4 Choix d'un plan d'expériences pour des essais expérimentaux 90
2.5.5 Estimation du nombre de prototypes à réaliser 91
2.5.6 Analyse statistique des résultats 92
2.6 Résultats expérimentaux issus des plans d'expériences de Taguchi . 94
2.6.1 Présentation des résultats obtenus sur les prototypes en Cu-Al-Be monocristallin 96
2.6.2 Présentation des résultats obtenus sur les prototypes en Ni-Ti polycristallin 102

Introduction

Afin d'analyser et optimiser les performances de la solution proposée d'une lime endodontique en AMF à base Cuivre monocristallin, des prototypes ont été fabriqués et sollicités en flexion-torsion. Pour ce faire, nous avons conçu et réalisé un banc spécifique permettant d'appliquer une telle sollicitation. Des limes déjà commercialisées en Ni-Ti ont été également caractérisées en flexion torsion afin d'être utilisées comme référence pour situer la réponse de la solution proposée. L'influence de différents paramètres géométriques est étudiée à partir d'un plan d'expériences de Taguchi. Ce chapitre présente les détails de ces travaux et discute les résultats obtenus après avoir décrit au préalable une campagne de caractérisation des deux AMF étudiés à savoir le Cu-Al-Be monocristallin et le Ni-Ti polycristallin.

2.1 Caractérisation des alliages à mémoire de forme étudiés

L'étude des AMF demande de déterminer préalablement leur comportement thermomécanique. Ces tests préliminaires permettent de connaître les caractéristiques principales des AMF étudiés dans la suite de la thèse et identifier les paramètres de leurs propriétés thermomécaniques spécifiques : superélasticité, effet mémoire simple ou double sens. Pour cela, deux types de tests sont privilégiés, le test de Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC) et le test de traction uni-axiale à différentes températures.

Ces tests préliminaires sont réalisés sur les principaux AMF présentés dans cette thèse, d'une part le Cu-Al-Be monocristallin, composé de 87,63% de cuivre, 11,7% d'aluminium et 0,67% de béryllium (m/m) (Wasmer et al., 2009) et d'autre part le Ni-Ti polycristallin d'une composition proche de l'équilibre stœchiométrique. Le Cu-Al-Be monocristallin est produit par la société NIMESIS Technology® et le Ni-Ti polycristallin est fourni par la société Coltène-MicroMéga® pour les fils de 0,6 mm et par Komet® pour les limes endodontiques F4© et F6 Sky Taper©. A l'aide de ces essais de caractérisations, il est de plus possible d'identifier certains paramètres matériaux utilisés dans les modèles numériques décrits dans le chapitre suivant de ce manuscrit.

(a) Machine de traction uni-axiale Zwick© LTM1 avec sa chambre thermique.

	Test 1	Test 2	Test 3	Test 4
Cu-Al-Be	20°C	50°C	80°C	110°C
Ni-Ti	20°C	40°C	60°C	-

(b) Température des différents tests de traction réalisés sur des éprouvettes en Cu-Al-Be monocrisatllin et Ni-Ti polycristallin.

Figure 2.1 – Machine de traction uni-axiale Zwick© LTM1 avec sa chambre thermique et les températures d'essais appliquées aux deux AMF et tableau des conditions thermiques appliquées à chaque matériau.

2.1.1 Essais de traction uni-axiale à différentes températures

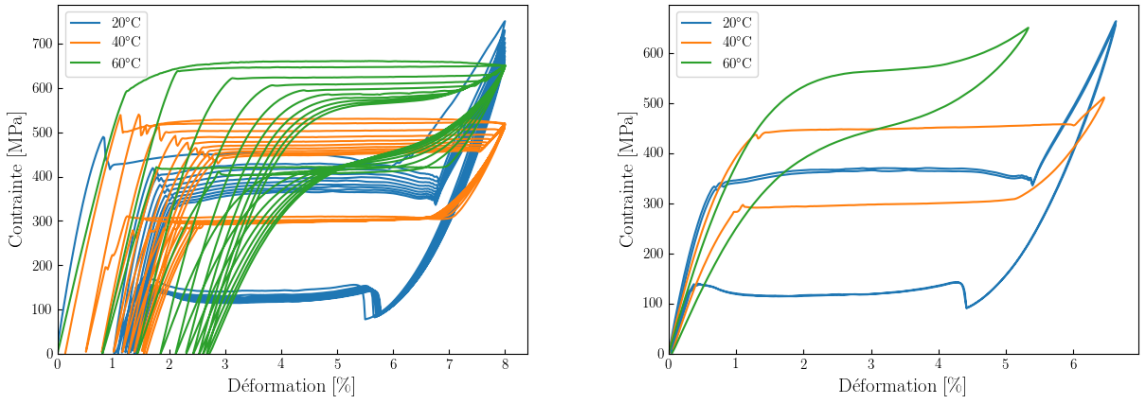
Présentation des essais de traction

Les essais de traction uni-axiale sont réalisés sur une machine de traction Zwick© LTM1 avec une chambre thermique (figure 2.1a). Les éprouvettes de Cu-Al-Be présentent une forme cylindrique de 0,79 mm de diamètre et celles en Ni-Ti sont également cylindriques de 0,6 mm de diamètre. Ces éprouvettes, pour les deux AMF, sont testées sur 10 cycles de tractions pour une déformation jusqu'à 8,5% pour le Cu-Al-Be monocristallin et 8% pour le Ni-Ti polycristallin et à une vitesse de déformation de 10^{-4} s^{-1}. Ces valeurs ont été déterminées après des tests préliminaires à température ambiante et permettent d'atteindre la fin de la transformation martensitique pour chaque AMF. Les températures appliquées aux AMF sont regroupées dans le tableau 2.1b.

Réponse du Ni-Ti polycristallin

Les figures 2.2a et 2.2b montrent la réponse en traction uni-axiale de fils en Ni-Ti polycristallin de 0,6 mm de diamètre. Ces fils sont soumis à un cycle de 10 chargements jusqu'à une déformation de 8 % afin de visualiser une transformation complète et le domaine élastique de la martensite.

Le comportement du Ni-Ti correspond à l'effet superélastique. De même, l'augmentation de la température augmente proportionnellement la contrainte seuil de transformation, contrairement à la taille de l'hystéréris qui diminue.



(a) Réponse de fils en Ni-Ti polycristallin de 0,6 mm de diamètre sous un chargement de traction **(b)** $10^{\text{ème}}$ cycle de traction isolé pour chaque température

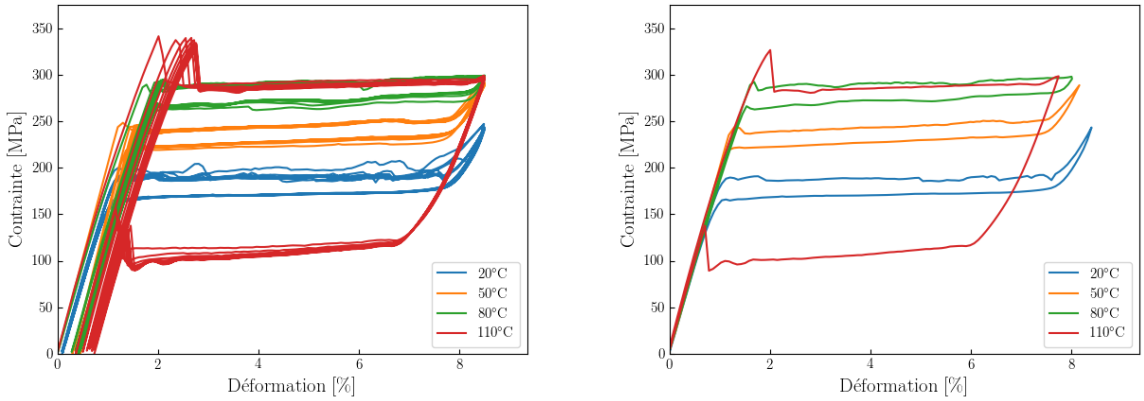
Figure 2.2 – Réponses de fils en Ni-Ti polycristallin de 0,6 mm de diamètre soumis à 10 cycles de traction avec une déformation de 8% à différentes températures.

A 20°C, le Ni-Ti polycristallin présente des localisations lors des débuts et fins de transformation directes et inverses. Ces localisations s'atténuent au fur-et-à-mesure des cycles de traction. Le premier cycle montre une large déformation résiduelle due à la martensite piégée lors de la transformation inverse. Cette déformation est moindre pour les cycles suivants. Un comportement analogue est retrouvé dans une moindre mesure lors de l'essai à 40°C où les localisations sont moins importantes et disparaissent dans les derniers cycles. De même, la déformation de transformation résiduelle est plus faible et a tendance à diminuer graduellement. A 60°C, le plateau de transformation est de moins en moins marqué au fil des cycles et la déformation de transformation résiduelle est plus importante que pour les températures de 20°C et 40°C.

Réponse du Cu-Al-Be monocristallin

Les figures 2.3a et 2.3b montrent la réponse en traction uni-axiale de fils en Cu-Al-Be monocristallin de 0,79 mm de diamètre. Ces fils sont soumis à un cycle de 10 chargements jusqu'à une déformation de 8.5 % afin de visualiser une transformation complète et le domaine élastique de la martensite sans atteindre le deuxième plateau de transformation.

Le comportement en traction uni-axiale des fils en Cu-Al-Be monocristallin montre que la contrainte seuil pour initier la transformation martensitique augmente avec l'augmentation de la température jusqu'à 80°C. En parallèle, la taille de l'hystérésis est conservée avec l'augmentation de la température. Lors de l'essai à 110°C en revanche, le comportement est modifié de façon importante. En effet, la contrainte seuil de transformation n'évolue plus et la taille de l'hystérésis augmente drastiquement. De plus, des localisations de transformation sont visibles au début de la transformation directe et à la fin de la transformation inverse. Ce comportement a déjà été mis en évidence et étudié par (Hautcoeur et al., 1995). Ces courbes montrent également que le comportement du Cu-Al-Be est peu modifié par l'effet de cyclage.



(a) Réponse sur 10 cycles de fils en Cu-Al-Be monocristallin de 0,79 mm de diamètre **(b)** 10ème cycle de traction isolé pour chaque température

Figure 2.3 – Réponses des fils en Cu-Al-Be monocristallin de 0,79 mm de diamètre soumis à 10 cycles de traction avec une déformation de 8.5% à différentes températures.

2.1.2 Essais de Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC)

Présentation des essais de DSC

Des essais de DSC sont effectués sur plusieurs échantillons en AMF à base Cuivre monocristallin ou à Ni-Ti utilisés dans la suite de ce travail. Ces essais se déroulent sur des plages de températures de -150°C à +100°C à une vitesse de chauffage/refroidissement de 10°C.min^{-1}. Le cycle de chauffage/refroidissement est répété deux fois afin de libérer la martensite éventuellement piégée au moment de la découpe. Les tests ont été réalisés sur du Cu-Al-Be monocristallin et Ni-Ti polycristallin issu des fils de 0,6 mm de diamètre et des prototypes destinés au plan d'expériences de Taguchi.

Réponse du Ni-Ti polycristallin

La figure 2.4 montre la réponse des fils en Ni-Ti polycristallin de 0,6 mm de diamètre. Lors du refroidissement, un premier pic est visible entre les températures 15°C et -26°C pour le fils de 0,6 mm de diamètre. Ce pic correspond à la transformation de l'austénite en phase-R (RM_s et RM_f). Le second pic au refroidissement représente la transformation de la phase-R en martensite (M_s et M_f) et se situe entre les températures de -96°C à -126°C. La phase de chauffage comporte elle aussi deux pics distincts, bien qu'ils soient très proches. Le premier pic se situe entre les températures -31°C et -16°C et le second pic entre les températures -12°C et 10°C (figure 2.4). Ces deux pics consécutifs caractérisent la transformation inverse de la martensite vers la phase-R (RA_s et RA_f) puis de la phase-R vers l'austénite (A_s et A_f) respectivement. Le tableau 2.1 regroupe les résultats décris ci-avant.

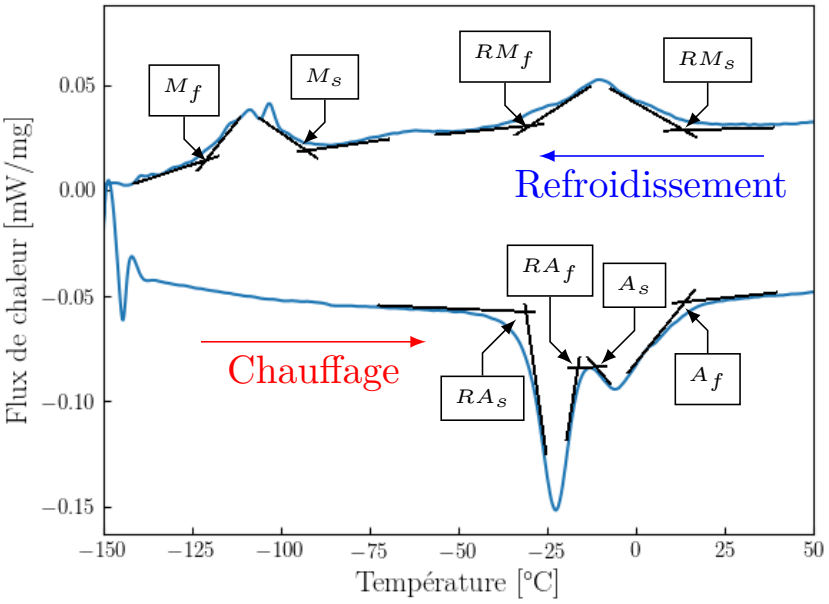


Figure 2.4 – Fils en Ni-Ti polycristallin de 0,6 mm de diamètre

	M_f	M_s	A_s	A_f
Fil en Ni-Ti de 0,6 mm de diamètre	-126 °C	-96 °C	-12 °C	10 °C
	RM_f	RM_s	RA_s	RA_f
	-26 °C	15 °C	-31 °C	-16 °C

Tableau 2.1 – Résultats issus de l'essai de DSC sur le Ni-Ti polycristallin.

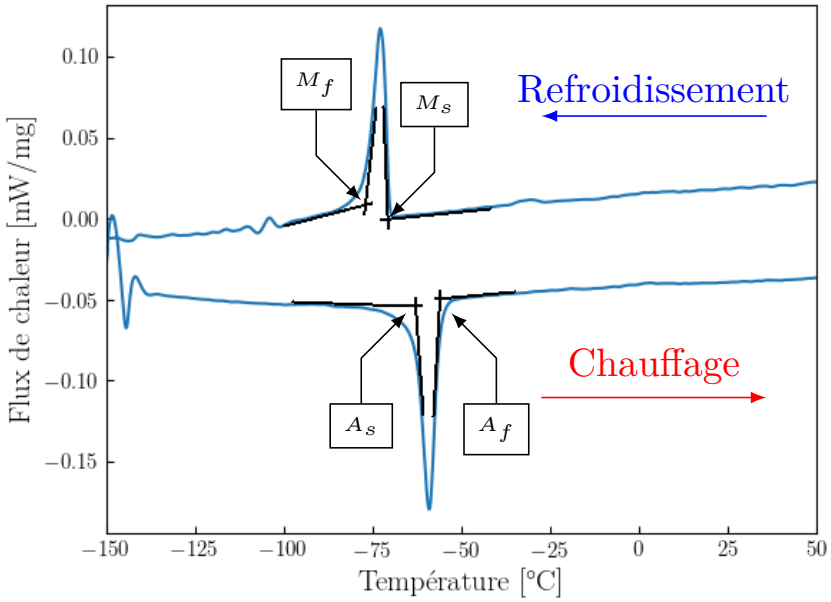


Figure 2.5 – Résultats des mesures de DSC sur un échantillon en Cu-Al-Be monocristallin

Fil en Cu-Al-Be de 0.79 mm de diamètre	M_f	M_s	A_s	A_f
	-78 °C	-70 °C	-63 °C	-57 °C

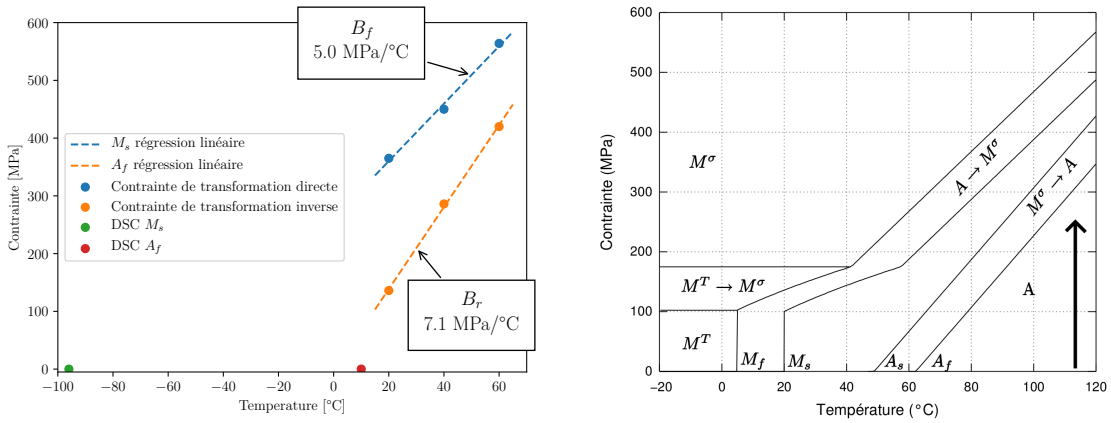
Tableau 2.2 – Résultats issus de l'essai de DSC sur le Cu-Al-Be monocristallin.

Réponse du Cu-Al-Be monocristallin

La figure 2.5 montre le flux de chaleur d'un AMF en Cu-Al-Be monocristallin lors d'un test de DSC. Lors de la phase de refroidissement, la mesure du flux de chaleur présente un pic exothermique entre les températures -70°C et -78°C correspondant aux températures de transformation directe M_s et M_f respectivement. Lors du chauffage, un pic endothermique est visible entre les températures -63°C et -57°C et montre ainsi les températures de transformation inverse A_s et A_f. Les résultats de ces mesures du flux de chaleur du Cu-Al-Be monocristallin sont visibles dans le tableau 2.2.

2.1.3 Détermination partielle des diagrammes de transformation

Avec ces données expérimentales, il est possible de déterminer partiellement les diagrammes de transformation des deux AMF. A partir de chaque courbe de traction obtenue à différentes températures, la valeur de la contrainte où la transformation directe est activée (point (2) de la figure 1.5b) et la valeur de la contrainte où la transformation inverse se termine (point (6) de la figure 1.5b) sont positionnées sur un diagramme contrainte-température. Egalement, les points à contrainte nulle obtenus par DSC sont ajoutés sur ce diagramme. A partir des ces données, il



(a) Diagramme partiel contrainte-température des fils de 0,6 mm de diamètre en Ni-Ti polycristallin.

(b) Exemple de diagramme de phase obtenu avec un modèle numérique phénoménologique en traction isotherme (Chemisky (2009), Fig 4.4)

Figure 2.6 – Diagramme contrainte-température des fils de 0,6 mm de diamètre en Ni-Ti polycristallin et un exemple de représentation numérique de ce diagramme obtenu avec le modèle numérique de (Chemisky et al., 2011)

est possible de déterminer l'inclinaison des pentes de transformation et obtenir des paramètres matériaux utilisable dans le modèle numérique phénoménologique utilisé dans le chapitre suivant (Chemisky et al., 2011).

Diagramme du Ni-Ti polycristallin

D'après les valeurs de contraintes mesurées sur les fils en Ni-Ti polycristallin de 0,6 mm de diamètre (figure 2.2b) ainsi que les valeurs des températures de transformation fournies par DSC (figure 2.4), le diagramme contrainte-température de cet AMF est présenté dans la figure 2.6a. Avec ce diagramme, il devient alors possible d'identifier les pentes de transformation directe et inverse, B_f et B_r respectivement. Ils seront utilisés pour la détermination des paramètres du modèle du comportement utilisé dans le chapitre suivant de 5 MPa/°C et 7,1 MPa/°C respectivement.

La figure 2.6b, issue de la thèse de Yves Chemisky (Chemisky et al. (2009), Fig 4.4), montre un diagramme contrainte-température construit à partir de simulations d'essais de traction isotherme. On peut voir que la courbe limite de transformation directe est linéaire pour des températures supérieures à A_f et non-linéaire pour des températures inférieures. Pour cela, seuls les points obtenus avec les essais de traction sont considérés pour construire les droites de régression linéaire.

Diagramme du Cu-Al-Be monocristallin

Les valeurs de contraintes mesurées sur les fils en Cu-Al-Be monocristallin de 0,79 mm de diamètre (figure 2.3b) ainsi que les valeurs des températures de transformation fournies par DSC (figure 2.5), le diagramme contrainte-température est présenté dans la figure 2.7. On peut voir

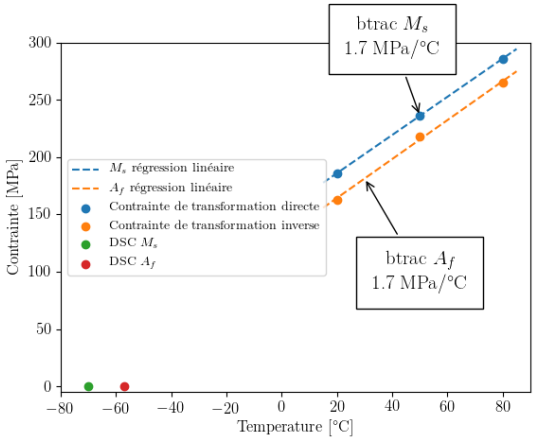


Figure 2.7 – Diagramme contrainte-température des fils de 0,79 mm de diamètre en Cu-Al-Be monocristallin.

que le Cu-Al-Be monocristallin présente une pente de transformation directe et inverse de 1,7 MPa/°C. Cependant, cela reste vrai pour des valeurs allant jusqu'à 80°C. En effet, les courbes de traction uni-axiales de la figure 2.3b montrent un changement de comportement important au delà de cette température. Ce phénomène est lié à la deuxième transformation observée pour cet AMF (Entemeyer, 1996). Il ne sera pas étudié dans ce manuscrit en raison de la non activation de cette seconde transformation dans les conditions de fonctionnement de l'instrument étudié.

2.1.4 Discussion et conclusion

Les deux AMF testés dans cette section montrent des caractéristiques propres à l'effet superélastique à température ambiante. En traction, le Cu-Al-Be monocristallin et le Ni-Ti polycristallin sont capables de réaliser une transformation directe et inverse. Le Ni-Ti polycristallin présente une forte déformation résiduelle de transformation en comparaison avec le Cu-Al-Be monocristallin. De plus, la contrainte seuil de la transformation martensitique est bien plus élevée pour le Ni-Ti polycristallin que pour le Cu-Al-Be monocristallin.

Concernant les mesures de DSC, le Ni-Ti polycristallin présente des températures de transformation sur une plage étendue. Il présente un passage par la phase-R entre les phases austénitique et martensitique. Bien qu'elle soit visible sur les mesures de DSC, la phase-R n'apparaît pas sur les courbes de traction. Le Cu-Al-Be monocristallin quant à lui ne présente que les deux pics de transformations directe et inverse. Ces pics de transformation sont très marqués et ont une base réduite en comparaison avec le Ni-Ti polycristallin où ses pics ont une base qui s'étend sur une vingtaine de degrés.

Puisque ce travail se veut précurseur, l'étude du Cu-Al-Be monocristallin comme alliage constitutif d'une lime endodontique nécessite des éléments de références, notamment pour les cas de chargements de flexion-torsion combinées abordés dans la prochaine section. Ainsi, une comparaison permanente du Cu-Al-Be monocristallin est réalisée avec le Ni-Ti polycristallin. De plus, cela permet de fournir de nouvelles données sur les limes en Ni-Ti polycristallin quant à leur réponse pour ces nouveaux cas de chargements. La section suivante présente la conception

d'un banc de tests spécifique pour appliquer ces sollicitations aux fils et limes endodontiques en AMF.

2.2 Conception et réalisation d'un dispositif de flexion-torsion adapté aux limes endodontiques

La réponse mécanique d'une lime endodontique, bien que déjà caractérisée par la norme ISO 3630-1 (Int. Org. for Standardization, 2008), ne tient pas compte de l'aspect combinatoire des chargements de flexion et de torsion. Pourtant, une lime endodontique en AMF est plus sollicitée dans ces conditions. C'est pourquoi, un dispositif d'essais, basé sur le modèle des essais proposé par la norme ISO 3630-1 (Int. Org. for Standardization, 2008), est conçu et réalisé.

2.2.1 Introduction

Les principales sollicitations appliquées à une lime endodontique en Ni-Ti polycristallin utilisée en rotation continue sont la flexion et la torsion. Ces sollicitations induisent un état de contraintes combinées de traction ou compression-cisaillement au niveau de la zone la plus sollicitée.

En endodontie, la caractérisation des limes endodontiques est régie par la norme ISO 3630-1 (Int. Org. for Standardization, 2008). Des consignes pour appliquer des tests de flexion ou de torsion y sont renseignées. Les tests de flexion et de torsion permettent de mesurer la performance de l'outil, via sa rigidité apparente, lorsqu'il est sollicité indépendamment en flexion ou en torsion.

Cependant, lors d'un traitement canalaire, la lime en AMF est soumise à une combinaison de ces deux chargements. Afin de reproduire les cas de chargements les plus sévères, la conception et la réalisation d'un dispositif d'essais innovant est une étape importante dans la caractérisation de la réponse d'une lime endodontique. Les chargements appliqués par ce dispositif d'essais à une lime endodontique correspondent à la combinaison des sollicitations de flexion et de torsion selon la norme ISO 3630-1 (Int. Org. for Standardization, 2008). La figure 2.8 schématise l'application de ces deux sollicitations sur une lime endodontique. L'enjeu d'un tel dispositif est à la fois d'améliorer les connaissances sur les limes endodontiques et d'explorer les performances d'autres échantillons en AMF soumis à des sollicitations de flexion et de torsion comme le Cu-Al-Be monocristallin.

2.2.2 Conception du dispositif de flexion-torsion

Description cinématique

Le schéma de principe présenté dans la figure 2.9 permet de comprendre comment interagissent les différents éléments qui composent le dispositif d'essais afin d'appliquer des sollicitations combinées de flexion et de torsion. Le dispositif d'essais est composé de 2 sous-systèmes : (i) le sous-système permettant d'appliquer le chargement de flexion et (ii) le sous-système permettant d'appliquer le chargement de torsion. Chacun de ces sous-systèmes est composé d'un actionneur, d'un capteur de couple et d'un palier pour générer une rotation précise. La lime

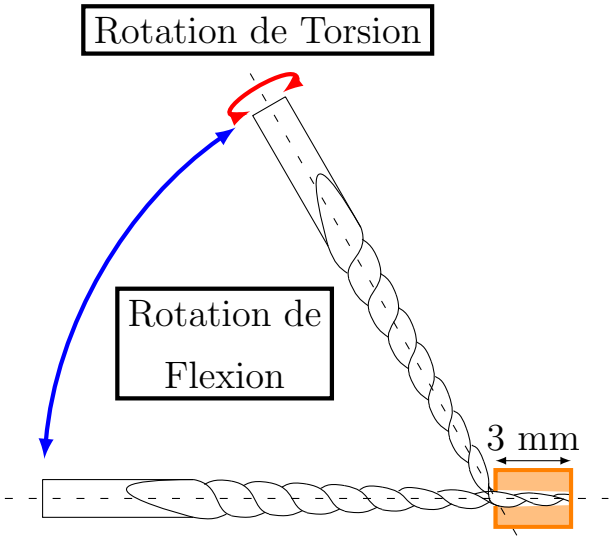


Figure 2.8 – Chargements appliqués par le dispositif d'essais à une lime endodontique, inspirés de la norme ISO 3630-1 (Int. Org. for Standardization, 2008).

endodontique est tenue au niveau de la pointe sur ses trois premiers millimètres par le mors positionné sur le capteur de couple de flexion, elle est également tenue par sa tige à l'aide du mandrin positionné sur le palier de torsion. Ses pièces structurelles sont le bras de flexion ainsi que le mors de pointe positionné sur le capteur de couple de flexion. Le sous-système de flexion est fixe par rapport au bâti du dispositif d'essais à l'exception du bras de flexion sur lequel est positionné le sous système de torsion. Ce dernier est mobile en translation grâce à la glissière, une de ses pièces structurelles avec le mandrin de tige positionné sur le palier de torsion.

Lors d'un essai associant flexion et torsion, l'actionneur de flexion applique un mouvement de rotation au bras correspondant, à l'aide du palier de flexion. Ce mouvement entraîne le sous-système de torsion ainsi que l'échantillon dans une rotation centrée sur l'axe du palier de flexion et représente la rotation correspondante. Parce que la pointe de la lime endodontique est solidaire au capteur de couple de flexion, ce dernier mesure ainsi le couple généré par la déformation de la lime lors de la rotation de flexion. L'actionneur de torsion entraîne quant à lui, la chaîne de transmission de torsion. Elle est composée du capteur de couple de torsion et du palier correspondant sur lequel est positionné le mors de tige et générant ainsi l'axe de torsion, confondu avec l'axe de la lime endodontique. Ainsi, la lime endodontique est entraînée en rotation autour de son axe par sa tige et est bloquée sur sa pointe.

Lors d'un chargement de flexion, la lime a tendance à s'enrouler autour de l'axe de flexion. Dans un plan contenant l'axe de torsion, avec pour normale l'axe de flexion, un point placé sur la tige de la lime endodontique ne se déplacera pas sur un arc de cercle, mais sur une développante de cercle. La différence entre les deux trajectoires se caractérise par un déplacement de la tige vers l'axe de flexion pendant la rotation. Cela se traduit concrètement par une traction sur la lime endodontique lors du chargement de flexion si l'on considère que la tige de la lime endodontique évolue sur un arc de cercle. Pour éliminer ce chargement parasite de traction, une

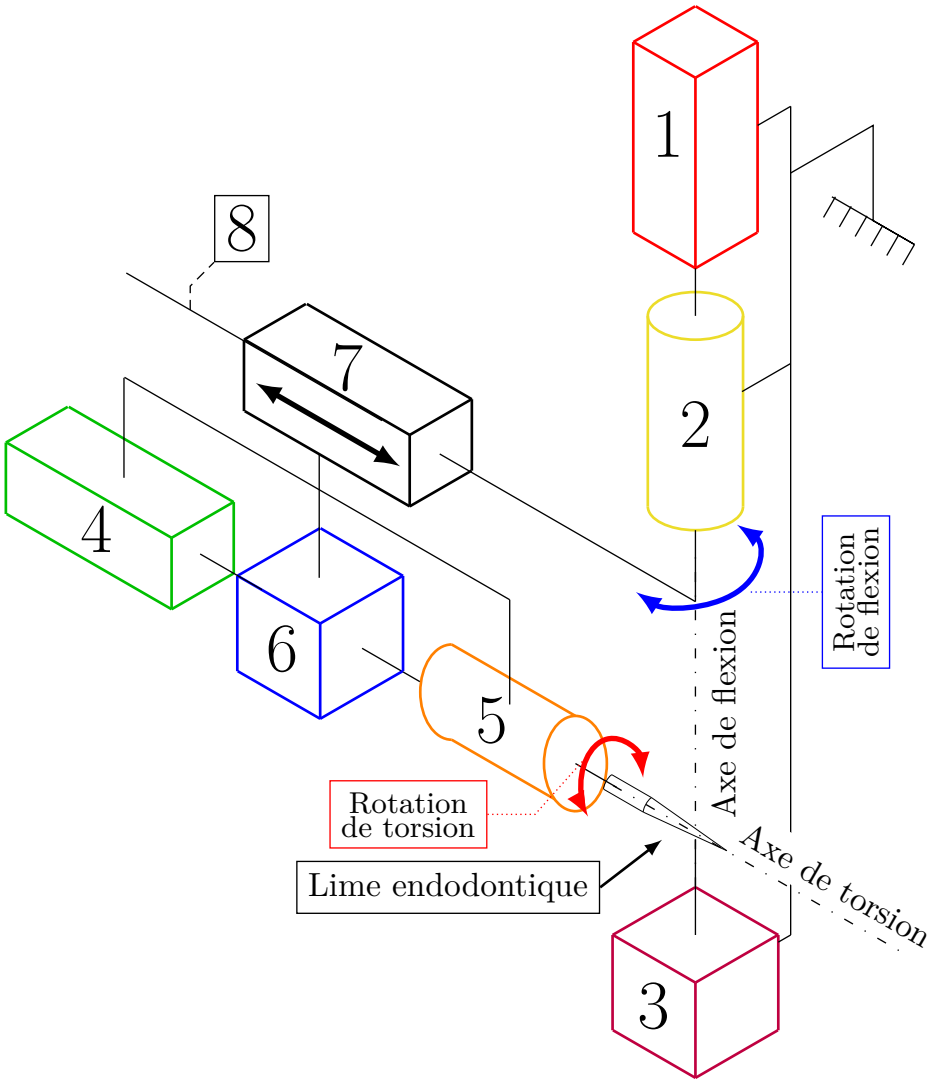


Figure 2.9 – Schéma de principe de l'interaction des différents éléments du dispositif d'essais. 1 : Actionneur de flexion ; 2 : Pallier de flexion ; 3 : Capteur de couple de flexion ; 4 Actionneur de torsion ; 5 : Pallier de torsion ; 6 : Capteur de couple de torsion ; 7 : Glissière ; 8 : Bras de flexion

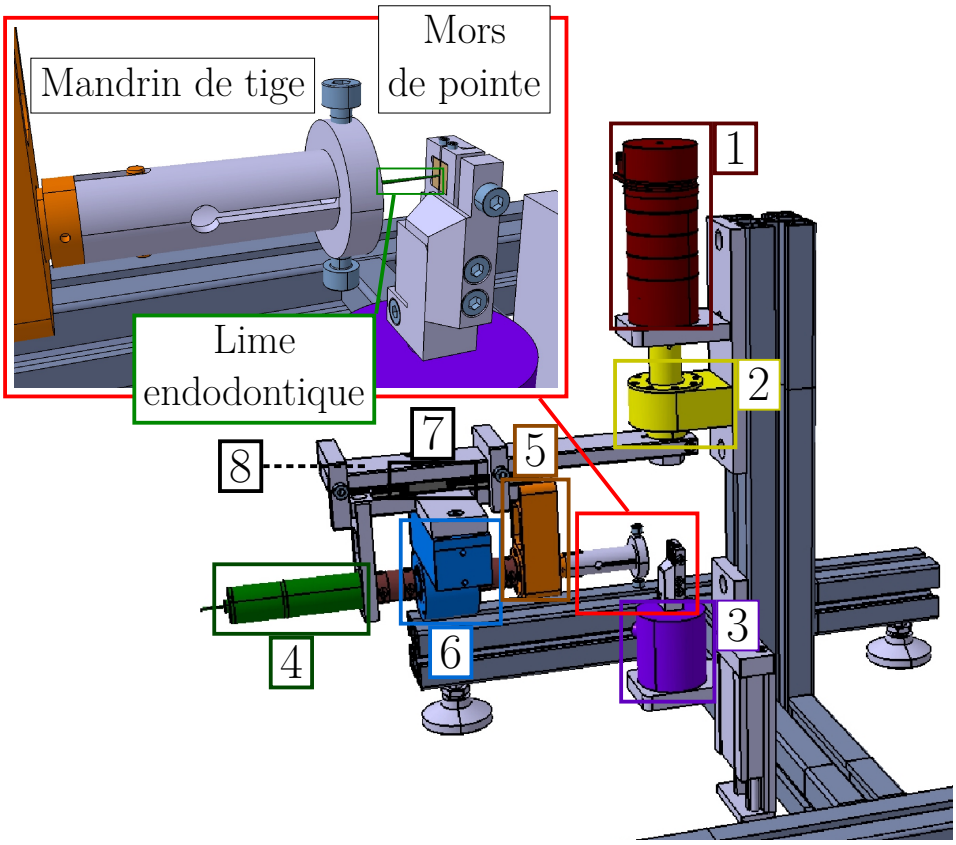


Figure 2.10 – CAO du dispositif d'essais. 1 : Actionneur de flexion ; 2 : Pallier de flexion ; 3 : capteur de couple de flexion ; 4 Actionneur de torsion ; 5 : Pallier de torsion ; 6 : Capteur de torsion ; 7 : Glissière ; 8 : Bras de flexion

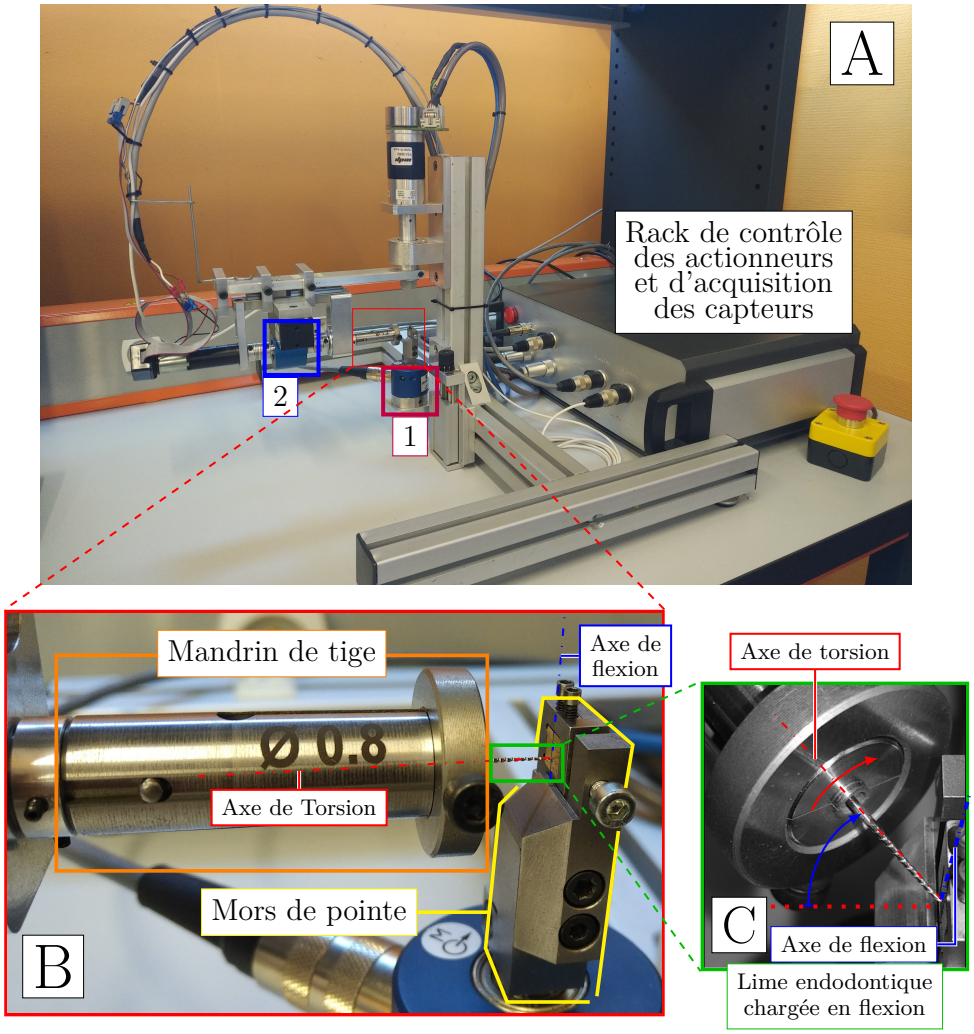


Figure 2.11 – Banc d'essai avec vues agrandies du dispositif de fixation de la lime endodontique. A : Vue d'ensemble du dispositif (1 : Capteur de couple de flexion ; 2 : Capteur de couple de torsion) ; B : Vue détaillée du mors de pointe et du mandrin de tige ; C : Vue détaillé d'une lime endodontique chargée en flexion.

glissière fait la liaison entre le bras de flexion et le sous-système de torsion (figure 2.9). Elle permet au sous-système de torsion de se déplacer librement le long de l'axe de torsion.

A partir de ce schéma et les besoins décrits ci-dessus, une CAO est développée grâce au logiciel CATIA©. Cette CAO est visible sur la figure 2.10, avec toutes les pièces précédemment décrites et permet la fabrication du dispositif présenté dans la figure 2.11.

2.2.3 Présentation détaillée des différentes sous-parties du dispositif

Sous-système de flexion

Le sous-système de flexion dispose de composants essentiels à l'application du chargement de flexion et recueillir la réponse en couple associée à la structure étudiée.

En premier lieu, l'actionneur du sous-système de flexion est un motoréducteur électrique brushless muni d'un codeur incrémental. Le rapport de réduction de ce motoréducteur est de $^1/_{51}$. Il entraîne en rotation l'axe du palier de flexion. Ce palier reçoit 2 roulements à billes obliques positionnés en "O", assurant une rotation stable avec un jeu de fonctionnement minimal.

En second lieu, le capteur de couple de flexion a une plage de mesure de ± 30 N.mm et possède un axe de mesure statique sur lequel est positionné le mors de pointe. Le mors de pointe permet de maintenir la pointe de l'échantillon solidaire au capteur de couple de flexion. Elle est composée de différentes parties :

— Un corps principal en acier faisant la liaison entre le capteur de couple de flexion et l'échantillon testé. Cette partie est capable d'accueillir une pièce martyre en laiton de 3x3x6 mm utilisée pour maintenir sans écraser la pointe de l'échantillon.

— Une pièce mobile permettant de plaquer et maintenir l'échantillon contre le corps principal. Cette partie est également capable d'accueillir une pièce martyre en laiton de 3x3x6 mm.

Sous-système de torsion

Le sous-système de torsion est composé de plusieurs éléments essentiels pour appliquer la rotation de torsion et mesurer la réponse en couple de l'échantillon.

Tout d'abord, l'actionneur de torsion est un motoréducteur électrique à courant continu muni d'un codeur incrémental. Le rapport de réduction de ce motoréducteur est de $^1/_{1601}$, permettant une rotation de torsion avec une vitesse stable et un couple élevé.

Ce motoréducteur entraîne en rotation le capteur de couple de torsion. C'est un capteur dynamique avec une étendue de mesure de ± 20 N.mm et un axe de mesure rotatif. Composé d'un rotor et d'un stator, il mesure le couple résultant de la rotation exercée sur son rotor et transmise à l'arbre du palier de torsion.

Le palier de torsion est une pièce dans laquelle sont positionnés deux roulements à billes droits assurant une rotation sans jeu à un arbre en acier. L'acier permet de diminuer au maximum la déformation de torsion de l'arbre.

Les trois éléments, motoréducteur, capteur, et palier de torsion sont reliés par deux accouplements rigides en torsion. Ces pièces admettent d'éventuels défauts d'alignement entre elles.

Le mandrin de tige est positionné sur l'arbre du palier de torsion. Il est emmanché sur ce dernier. La rotation de torsion est transmise à l'aide d'une goupille traversant de part en part l'axe de l'arbre du palier de torsion. Le mors de tige est une pièce également en acier réalisée en 5 exemplaires quasi identiques. Il est composé de 2 parties :

— Un anneau en acier sur lequel sont positionnées deux vis diamétralement opposées. Ces vis permettent d'appliquer la pression nécessaire au maintien de l'échantillon testé. Il y a un anneau pour chaque exemplaire de mors de tige, figure 2.11.

— Un corps principal en acier pour maintenir l'échantillon par sa tige. Composé d'une pièce unique avec une forme de pince, il se déforme grâce à la pression exercée par les deux vis de l'anneau positionnées au niveau de l'échantillon. Ce dernier est placé dans un trou de diamètre égal ou supérieur au sien et centré sur l'axe de rotation de torsion. Les différents

exemplaires sont différenciés par le diamètre du trou d'accueil de l'échantillon. Ainsi, le mors de tige peut maintenir des échantillons de diamètre 0.5, 0.6, 0.8, 1.0 et 1.2 mm de diamètre. Cette possibilité d'ajustement permet au corps principal du mors de tige de subir des déformations élastiques faibles et garantir une rotation de l'échantillon sans effet de balourd autour de l'axe de torsion.

Système de fixation de la lime

Durant un essai, la lime endodontique est généralement maintenue par sa tige à environ 1 mm du bord de sa lame active avec le mors de tige. Cependant, par souci de reproductibilité entre les essais, le mors de tige est toujours positionné à 17 mm de la pointe de la lime endodontique au moment du serrage. L'échantillon est maintenu par sa pointe sur les 3 premiers millimètres de l'instrument. L'axe de torsion, généré par la rotation du mors de tige, est confondu avec l'axe de rotation de la lime. L'axe de flexion, généré par la rotation de l'arbre du palier de flexion, est orthogonal et coplanaire à l'axe de torsion. Il passe par le centre de la lime à la frontière entre sa pointe encastrée et la zone libre de la lame.

Lors de la mise en place, la pointe de la lime est pincée par les deux cales en laitons du mors de pointe. Une cale est solidaire à la partie fixe du mors de pointe quand l'autre cale est mobile et applique la force de serrage. Le laiton permet à la lime d'imprimer son empreinte dans les cales afin de diminuer les sur-contraintes dues au serrage. La force de serrage est exercée via une vis de pression. Un tournevis dynamométrique permet de maîtriser le couple de serrage jusqu'à une valeur maximale de 35 N.cm, comme indiqué dans la norme (Int. Org. for Standardization, 2008). Le contact entre la pointe de l'échantillon et les deux cales en laiton est similaire à deux appuis linéiques de type cylindre-plan (figure 2.12). La tige de l'échantillon quant à elle est maintenue serrée dans le mors de tige. Le contact entre la tige et le mors de tige est un appui cylindrique.

Pour réaliser un test, la lime endodontique ou le fil est placé dans le mors de tige lorsque le sous-système de torsion est éloigné du capteur de flexion. Cette manipulation est possible grâce à la glissière qui assure un déplacement sans jeu de ce sous-système et une translation alignée sur l'axe de torsion. Ensuite, l'ensemble "sous-système de torsion-échantillon" est avancé vers le capteur de flexion jusqu'à la mise en butée du sous-système de torsion afin d'avoir une distance de 14 mm entre le mors de pointe et le mors de tige. Dans le même temps, l'échantillon est placé dans le mors de pointe dont la conception garantit une prise de 3 mm sur la pointe de l'échantillon. Le mors de pointe est ensuite serré, avant le serrage du mors de tige.

Les échantillons testés peuvent avoir différents diamètres à leur pointe. La variation de ce paramètre lors des campagnes d'essais entraîne un décalage de l'axe de l'échantillon au niveau de sa pointe équivalent au rayon de l'échantillon. De plus, la cale positionnée sur le mors fixe a son arête côté échantillon à 3 mm de la pointe confondue avec l'axe de flexion. Pour prendre en compte ce désalignement, la cale fixe du mors de pointe est rectifiée d'une valeur équivalente à la moitié du diamètre de l'échantillon à la sortie du mors. La figure 2.12 présente le défaut d'alignement dû à un diamètre d'échantillon trop important et sa correction avec la cale fixe rectifiée.

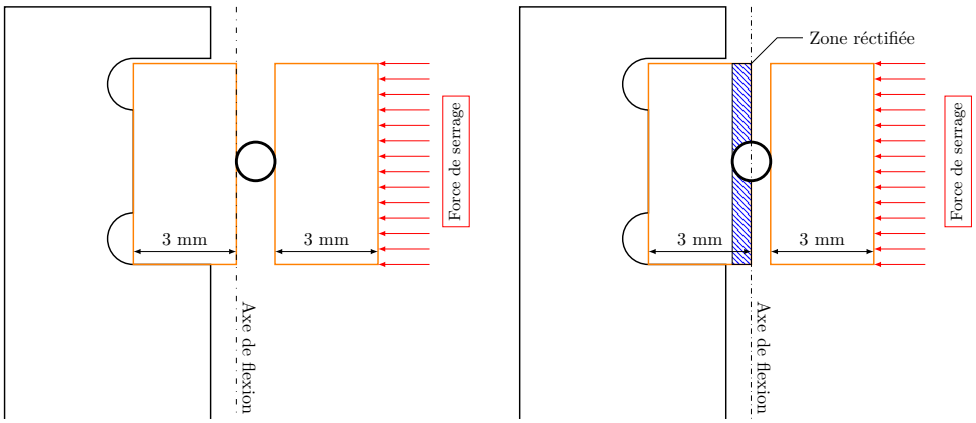


Figure 2.12 – Vue en coupe du mors de pointe avec l'échantillon désaxé avec l'axe de flexion (à gauche) et l'échantillon axé avec l'axe de flexion grâce à la modification de la cale fixe (à droite).

2.2.4 Système de pilotage et d'acquisition des données

Une fois l'échantillon mis en place et correctement maintenu, le dispositif d'essais est piloté via un programme LabView. Ce programme permet de contrôler les moteurs et déterminer les paramètres d'un essai. Le programme de contrôle permet de sélectionner deux séquences pour appliquer un chargement. La figure 2.13 montre les différentes possibilités d'utilisation du dispositif d'essais. Une séquence est caractérisée par le moteur contrôlé, le type de sollicitation, un chargement précontraint ou un chargement cyclé, l'amplitude de rotation du moteur en degrés θ ou θ_{pc}, la vitesse de rotation en degrés par seconde ω et ω_{pc} et le temps de maintien ou le nombre de cycles à réaliser pour l'essai.

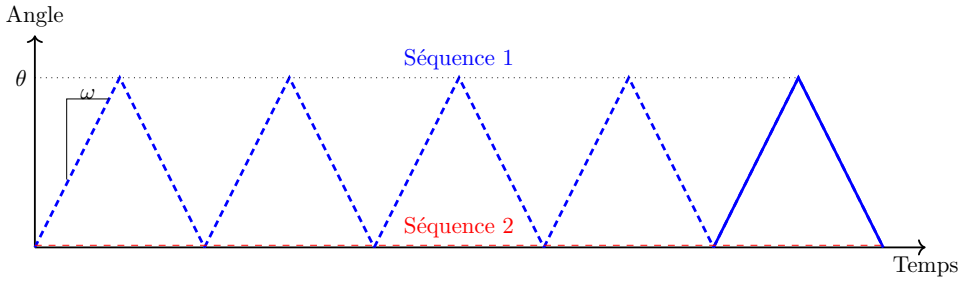
Dans le cas d'un chargement simple, figure 2.13a, seule la première séquence est utilisée. Quand un moteur effectue sa rotation, l'autre moteur reste à sa position initiale.

Pour un chargement avec précontrainte, figure 2.13b, les deux moteurs fonctionnent indépendamment. D'abord, un moteur applique un chargement et le maintien constant puis le second moteur applique son chargement. A la fin du chargement du second moteur, le premier moteur revient à sa position initiale.

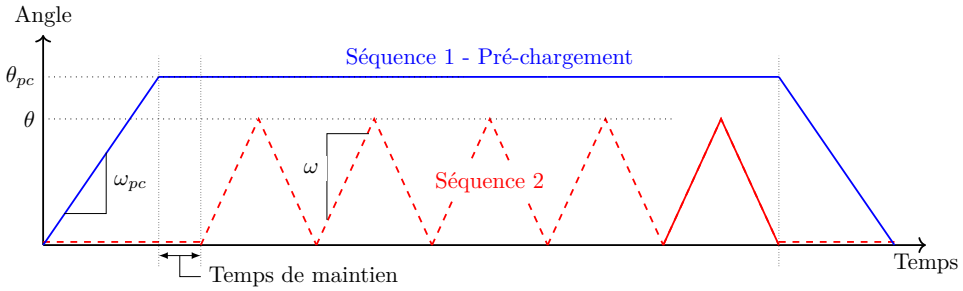
Pour un chargement combiné de flexion-torsion, figure 2.13c, les deux moteurs ont un fonctionnement synchronisé. Leurs rotations démarrent et atteignent leurs angles de consigne au même moment. Pour cela, la séquence n° 1 permet de sélectionner les différents paramètres de contrôle du premier moteur et la séquence n° 2 ne permet de sélectionner que la consigne d'angle. La vitesse et le nombre de cycles à effectuer sont automatiquement calculés par le programme pour garantir un déplacement précis des moteurs lors du chargement. Durant l'essai, le moteur de la séquence n° 1 asservit le moteur de la séquence n° 2. Une représentation graphique de l'évolution de la position des moteurs dans le temps est visible sur la figure 2.13.

La figure 2.14, décrit le fonctionnement du dispositif de test et la façon dont interagissent ses différents composants. Ce schéma montre le suivi des ordres donnés par le programme pour réaliser un essai.

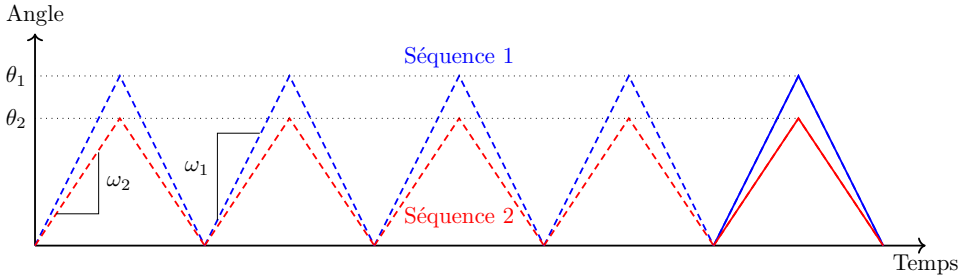
D'abord, l'utilisateur lance un essai, cette action entraîne la création d'un fichier texte dans lequel sont stockées toutes les informations relatives à l'essai. Ensuite l'acquisition commence,



(a) Chargement simple



(b) Chargement avec précontrainte



(c) Chargement combiné de flexion et de torsion

Figure 2.13 – Chargements réalisables par le dispositif d'essais - évolution de l'angle de rotation en fonction du temps.

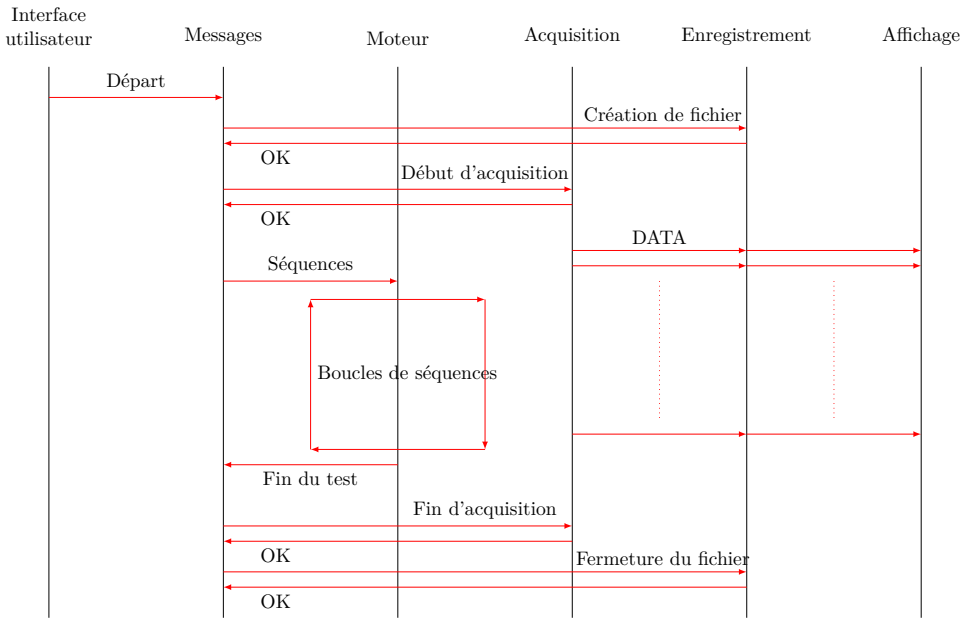


Figure 2.14 – Schéma représentatif du dialogue entre les différents composants du dispositif d'essais.

les données temporelles des 2 codeurs placés sur les actionneurs ainsi que des 2 capteurs de couple sont enregistrées puis affichées sur l'interface du programme. En parallèle, le programme teste la réalisation des séquences tout en assurant l'acquisition et l'affichage des données. A la fin du test, un signal de fin d'acquisition est envoyé et déclenche la fermeture du fichier.

2.2.5 Acquisition et traitement des données

Simultanément à la réalisation d'un essai, un fichier texte est rédigé. Il contient toutes les informations de l'essai, renseignées par l'expérimentateur. Elles sont ensuite utilisées par un programme d'exploitation développé en Python© capable de réaliser une multitude de tâches sur ces fichiers :

- lecture,
- tri à partir de critères fournis par l'utilisateur comme le nom de l'instrument testé, l'angle de flexion appliqué, le diamètre de l'instrument testé, *etc* ,
- regroupement de données identiques selon les critères fournis et réalisation de la moyenne sur ce regroupement avec calcul des écarts types sur l'ensemble du trajet de chargement,
- affichage des données sous forme de graphiques (couple = f(angle de rotation)) pour les réponses de flexion et de torsion,
- exploitation et calcul statistique de données basées sur le protocole expérimental de Taguchi

Notation	Signification
Fθ_F	Chargement de flexion avec un angle de rotation de θ_F
Tθ_T	Chargement de torsion avec un angle de rotation de θ_T
pcFθ_F	Chargement constant de flexion appliqué comme précontrainte (pc) avec un angle de rotation de θ_F
pcTθ_T	Chargement constant de torsion appliqué comme précontrainte (pc) avec un angle de rotation de θ_T
Fθ_FTθ_T	Chargement combiné de flexion et de torsion avec un angle de rotation de θ_F pour la flexion et θ_T pour la torsion

Tableau 2.3 – Notation des différents chargements appliqués par le dispositif d'essai.

2.3 Caractérisation du dispositif d'essais de flexion-torsion

Afin de tester les capacités du dispositif d'essais de flexion-torsion, différents échantillons sont chargés avec toutes les sollicitations réalisables par ce banc. Tout d'abord, des tests sont effectués sur fils en Ni-Ti polycristallin puis sur des limes endodontiques en Ni-Ti polycristallin de différents diamètres et conicités.

Ce banc d'essais, une fois validé, sera par la suite utilisé pour solliciter en flexion, torsion et flexion-torsion des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin basé sur un modèle de lime endodontique de type broche (figure 1.25a). Ils sont comparés à des limes endodontiques en Ni-Ti polycristallin de géométrie comparable. Dans la suite de ce travail, les différents chargements sont exprimés selon la codification définie dans le tableau 2.3 où θ_F et θ_T sont les angles de rotation de flexion et de torsion appliqués en degrés.

2.3.1 Fils en Ni-Ti polycristallin

Présentation des essais de flexion-torsion

Afin de visualiser l'impact des combinaisons de chargement de flexion et de torsion, des fils en Ni-Ti polycristallin de diamètre 0.6 mm sont testés. L'utilisation de fils permet d'obtenir des réponses en couple issues d'une structure simple. Les résultats obtenus montrent des réponses de compression-traction-cisaillement pour une section constante. Ceci permet de s'affranchir de l'effet de la géométrie complexe de la lime endodontique sur la distribution des contraintes. Les fils sont testés en flexion, en torsion, en flexion avec précontrainte de torsion, en torsion avec précontrainte de flexion et en flexion-torsion combinées. Le tableau 2.4 présente les essais réalisés sur les fils en Ni-Ti polycristallin et leurs figures associées. Des tests préliminaires ont montré que des rotations de flexion de 30° et de torsion de 75° sont les chargements maximaux pour lesquels les réponses fournies par les fils en Ni-Ti polycristallin ne dépassent pas les plages de mesures des capteurs de flexion et de torsion. Lors d'un test, un fil est initialement soumis à un chargement simple (flexion ou torsion) sur 6 cycles, puis, le chargement initial est maintenu

Chargement	Figure associée
F30°	
F30°pcT75°	2.15
F30°T75°	
T75°	
pcF30°T75°	2.16
F30°T75°	
F30°T75°	
F20°T75°	2.17
F30°T30°	

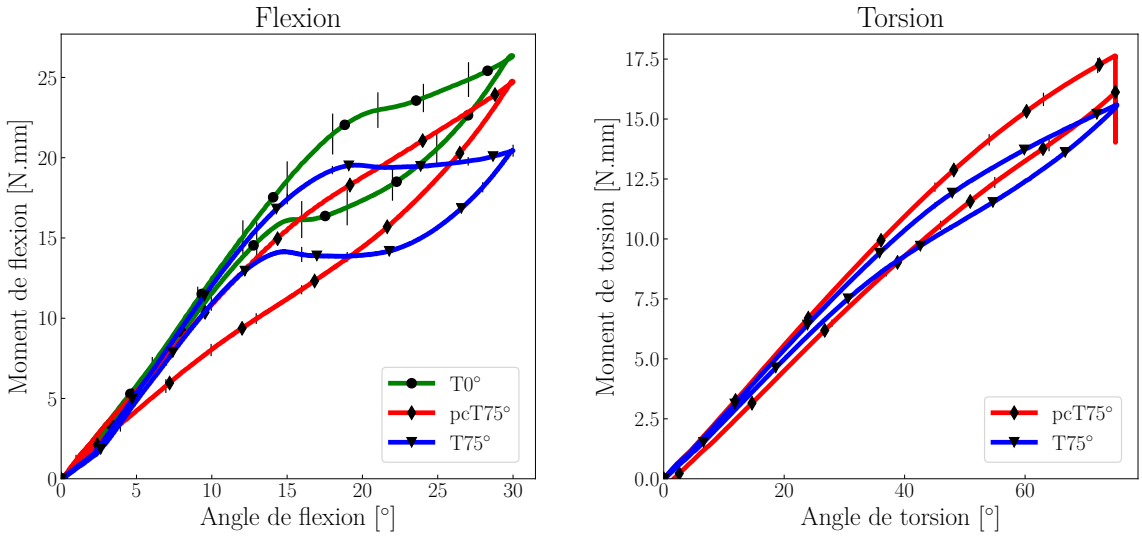
Tableau 2.4 – Essais réalisés sur des fils en Ni-Ti polycristallin de 0.6 mm de diamètre.

pendant que le chargement complémentaire (torsion ou flexion respectivement) est appliqué sur 6 cycles. Pour les chargements de flexion-torsion combinées, le chargement à amplitude de rotation maximale est d'abord appliqué sur 6 cycles, puis les chargements avec une amplitude plus faible sont appliqués. Les réponses mécaniques obtenues à partir de ces essais sont comparées avec les résultats fournis par le modèle numérique décrit dans le chapitre suivant. La cohérence des résultats expérimentaux et numériques permet de valider les deux approches adoptées dans ce travail.

Les figures 2.15, 2.16 et 2.17 présentent les réponses de fils de 0.6 mm de diamètre en Ni-Ti polycristallin pour des chargements de flexion avec différents chargements de torsion, torsion avec différents chargements de flexion et flexion-torsion combinées respectivement.

Réponses de flexion avec différents chargements de torsion

La figure 2.15 montre l'influence de différents chargements de torsion sur la flexion. Un chargement de flexion simple est réalisé pour le comparer à un chargement de flexion avec une précontrainte en torsion et à un chargement de flexion combiné avec un chargement de torsion. On constate qu'appliquer un chargement de torsion en précontrainte ou simultanément sur un fil soumis à de la flexion diminue sa réponse en couple par rapport à un chargement de flexion simple. Dans le cas d'un pré-chargement de torsion, l'ensemble de la réponse montre une baisse de rigidité pendant la phase de charge et de décharge. De plus, la transformation martensitique est débutée dès l'application de la torsion. En effet, pour le cas de chargement avec précontrainte, une hystérésis est visible sur toute l'amplitude de rotation. Lorsque la torsion est appliquée en précontrainte avec la flexion, la diminution de rigidité en flexion apparaît au début de la transformation martensitique. Lorsque la torsion est appliquée simultanément à la flexion, la structure en AMF ne présente pas de différence avec la flexion simple pendant sa déformation



(a) Composante de flexion **(b)** Composante de torsion

Figure 2.15 – Comparaison de différents essais de flexion à 30° sur des fils de 0.6 mm de diamètre en Ni-Ti polycristallin. Réponse à des chargements de flexion sans torsion (T0°), flexion avec précontrainte en torsion (pcT75°) et flexion-torsion combinées (T75°)

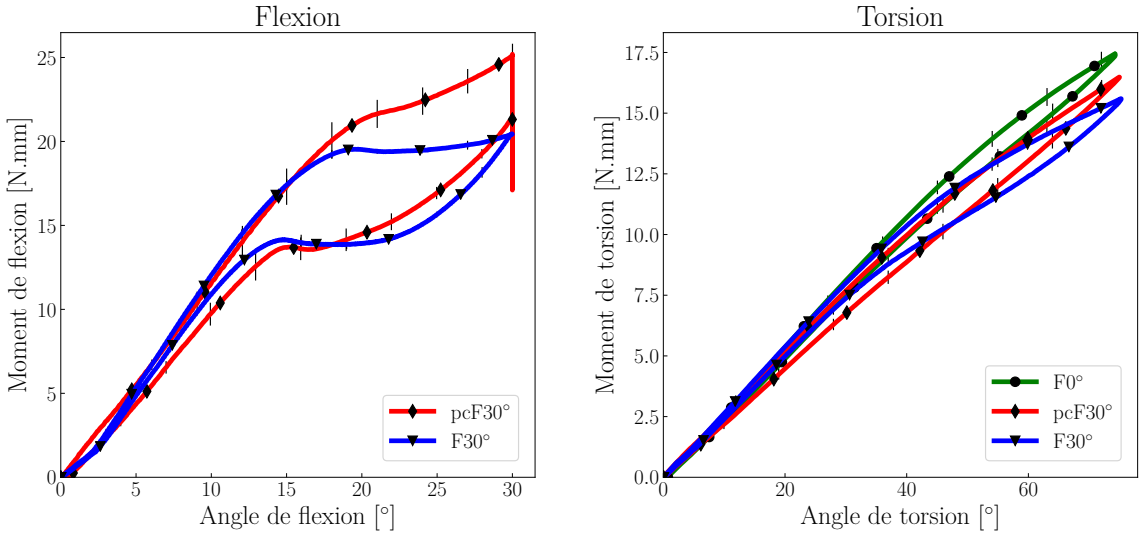
élastique. En revanche, elle montre une flexibilité supérieure lors de la transformation directe durant la charge et jusqu'à la fin de transformation inverse en décharge.

Réponses de torsion avec différents chargements de flexion

La figure 2.16 présente l'influence des différents chargements de flexion sur la torsion. Un chargement de torsion simple y est comparé avec un essai de torsion précontraint en flexion ou combiné simultanément avec un chargement de flexion. Les effets précédemment observés de l'influence de la torsion sur la réponse en flexion, sont également présents en torsion lorsque celle-ci est associée à la flexion. Avec la précharge de flexion, la transformation est activée dès le début du chargement de torsion. Lorsque la flexion et la torsion sont combinées, une diminution de la rigidité est observée uniquement à partir du début de la transformation. Néanmoins, l'influence de la flexion sur la torsion est moins importante que l'influence de la torsion sur la flexion.

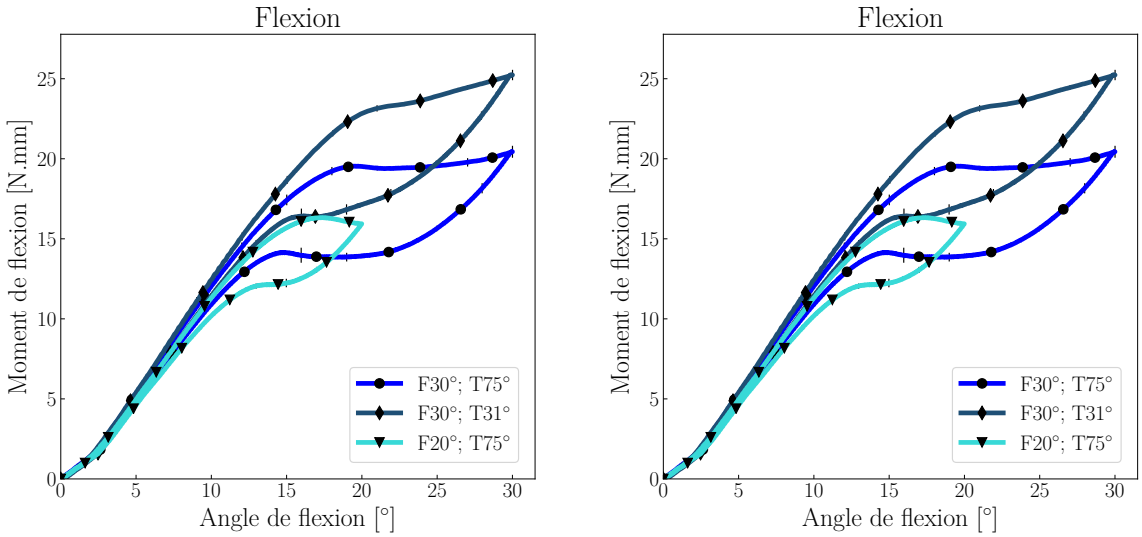
Réponses de flexion-torsion combinées

La figure 2.17 présente les réponses de flexion-torsion combinées. Les amplitudes de rotation des chargements de flexion et de torsion sont modifiées afin d'apprécier leurs influences mutuelles. Lorsque les rotations de flexion et de torsion sont importantes (F30°T75°) une baisse de rigidité est observée sur les réponses des deux chargements, en comparaison avec les chargements combinés à faible rotation de torsion (F30°T30°) ou de flexion (F20°T75°). Cette diminution de la rigidité est visible au moment de la transformation martensitique. Par ailleurs, les rigidités



(a) Composante de flexion **(b)** Composante de torsion

Figure 2.16 – Comparaison de différents essais de torsion à 75° sur des fils en Ni-Ti polycristallin. Réponse à des chargements de torsion sans flexion (F30°), torsion avec précontrainte en flexion (pcF30°) et flexion-torsion combinées (F30°)



(a) Composante de flexion **(b)** Composante de torsion

Figure 2.17 – Essais de flexion-torsion combinées. Comparaison de l'effet de la variation de la flexion et de l'effet de la variation de la torsion sur la réponse des fils de 0.6 mm de diamètre en Ni-Ti polycristallin

Chargement	Figure associé
F60°	2.18a
T120°	2.18b
F60°pcT120°	2.19
pcF60°T120°	2.20
F60°T120°	2.21

Tableau 2.5 – Essais réalisés sur des limes endodontiques F4© et F6 Sky Taper© en Ni-Ti polycristallin.

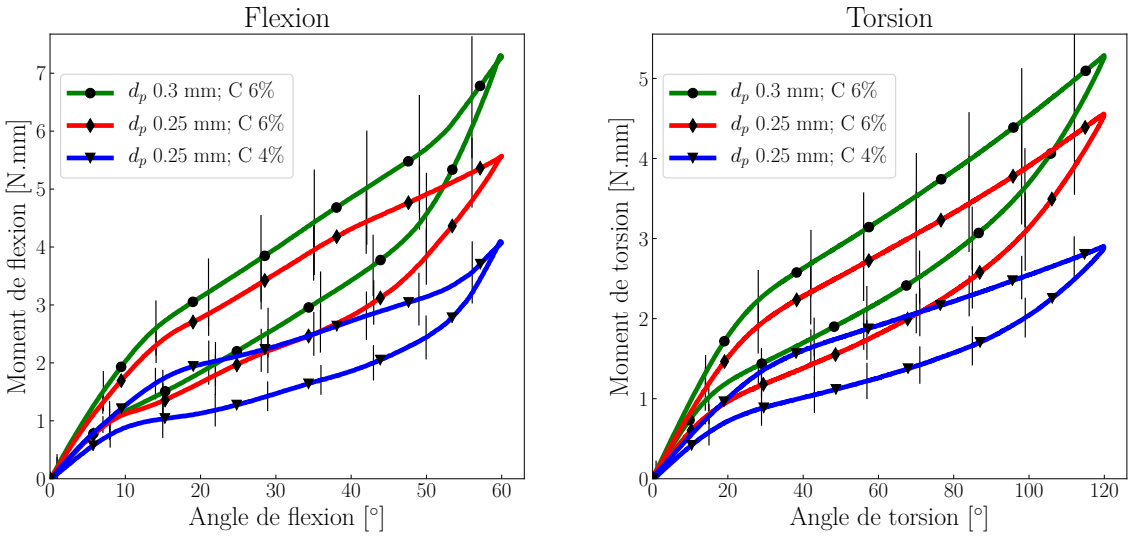
en torsion et en flexion diminuent lors de l'activation de la transformation martensitique, pour les chargements F30°T30° et F20°T75° respectivement.

2.3.2 Essais sur des limes endodontiques F4© et F6 Sky Taper©

Après avoir réalisé les essais sur des fils en Ni-Ti, polycristallin, des limes endodontiques du commerce sont testées dans les mêmes conditions de chargements. Ces essais permettent de voir si le dispositif de test est capable de visualiser l'effet du diamètre et de la conicité sur des instruments du même modèle. Il s'agit de limes endodontiques F4© avec un diamètre de pointe de 0.25 mm et de 4% de conicité (25-04) et F6 Sky Taper© avec un diamètre de pointe de 0.25 mm et 0.30 mm avec une conicité de 6% (25-06 et 30-06 respectivement). Elles sont testées en flexion, en torsion, en flexion avec précontrainte de torsion, en torsion avec précontrainte de flexion et en flexion-torsion combinées. Le tableau 2.5 présente les essais réalisés sur les limes endodontiques F4© et F6 Sky Taper© en Ni-Ti polycristallin. Le dispositif de test est dimensionné pour des couples maximaux correspondant aux réponses fournies par des limes endodontiques. Le chargement de flexion est la rotation maximale que le dispositif d'essais peut imposer à une lime endodontique, son amplitude est de 60°. Le chargement de torsion est déterminé de façon à déclencher la transformation martensitique et limiter la déformation plastique, son amplitude est de 120°. Le principe de ce protocole est identique à celui utilisé précédemment pour les fils en Ni-Ti polycristallin. Les essais réalisés avec les limes F4© sont reproduits numériquement dans la suite de ce travail par le biais du modèle éléments-finis. L'utilisation de la loi thermomécanique phénoménologique et l'outil de génération de limes endodontiques permet d'obtenir des résultats numériques et expérimentaux similaires.

2.3.3 Réponses de limes endodontiques en Ni-Ti polycristallin du commerce

Le dispositif d'essais a montré comment des fils en Ni-Ti polycristallin répondent lorsqu'ils sont chargés sous des sollicitations complexes de flexion et de torsion. La prochaine étape consiste à tester des limes endodontiques de différents diamètres et conicités. Pour cela, les limes F4© et F6 Sky Taper© sont testées en flexion et en torsion dans plusieurs cas de chargements : (i) de flexion simple (figure 2.18a) (ii) de torsion simple (figure 2.18b) (iii) de flexion avec précontrainte



(a) Réponses pour un chargement de flexion simple une rotation de 60°

(b) Réponses pour un chargement de torsion simple avec une rotation de 120°

Figure 2.18 – Réponses des limes endodontiques F4© 25-04 et F6 Sky Taper© 25-06 et 30-06 pour des chargements simples de flexion et de torsion.

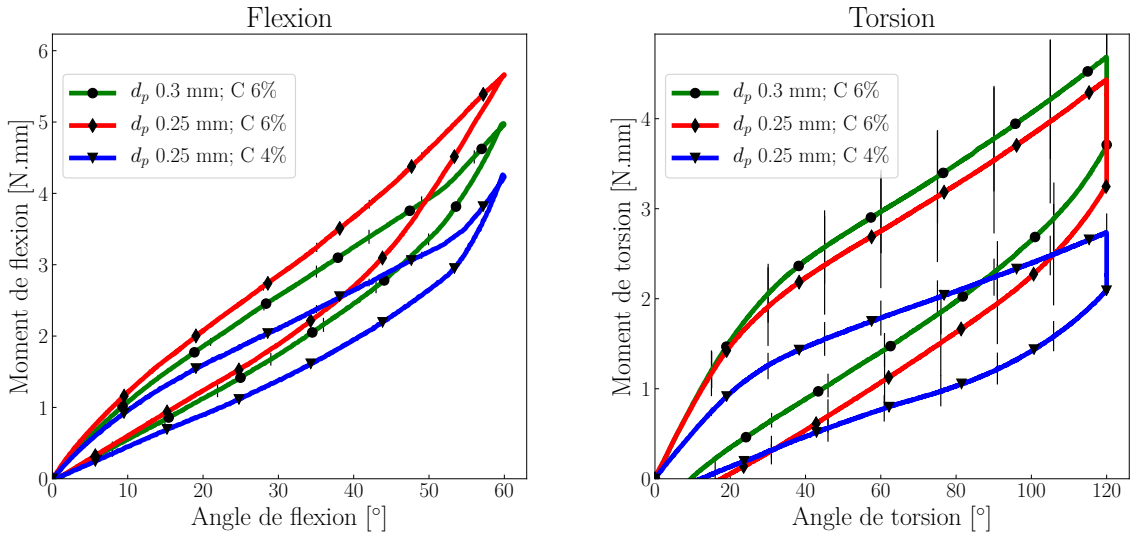
de torsion (figure 2.19) (iv) de torsion avec précontrainte de flexion (figure 2.20) (v) de flexion-torsion combinées (figure 2.21).

Chargements de flexion et de torsion simple

La figure 2.18 présente les réponses moyennes des limes endodontiques F4© et F6 Sky Taper© en 25-04, 25-06 et 30-06 pour des chargements de flexion 2.18a et torsion 2.18b simple. On constate que plus la lime endodontique présente un diamètre de pointe élevé, plus la réponse en flexion ou en torsion est élevée. La même remarque peut être réalisée pour la conicité. Cependant, on peut remarquer l'écart type est relativement important, d'une valeur de ± 1 N.mm au maximum.

Chargement de flexion avec une précontrainte en torsion

La figure 2.19 montre les réponses moyennes de flexion et de torsion de limes endodontiques soumises à un chargement de flexion avec une précontrainte en torsion. La réponse moyenne en flexion des limes 25-06 est supérieure à celle des limes en 30-06. Les réponses moyennes en torsion pour les limes 25-06 et 30-06 ne montrent pas de différences significatives entre elles. Elles sont néanmoins supérieures à la réponse moyenne des limes en 25-04. La différence de réponses entre la charge et la décharge à 120° de rotation en torsion est due à la variation de la rotation de flexion pendant le maintien de la rotation de torsion à 120°. On peut remarquer également que la réponse moyenne de torsion des trois limes endodontiques présente une rotation résiduelle lors de la décharge totale.



(a) Composante de flexion

(b) Composante de torsion

Figure 2.19 – Réponses des limes endodontiques F4© 25-04 et F6 Sky Taper© 25-06 et 30-06 pour un chargement de flexion de 60° avec une précontrainte en torsion de 120°.

Chargement de torsion avec une précontrainte en flexion

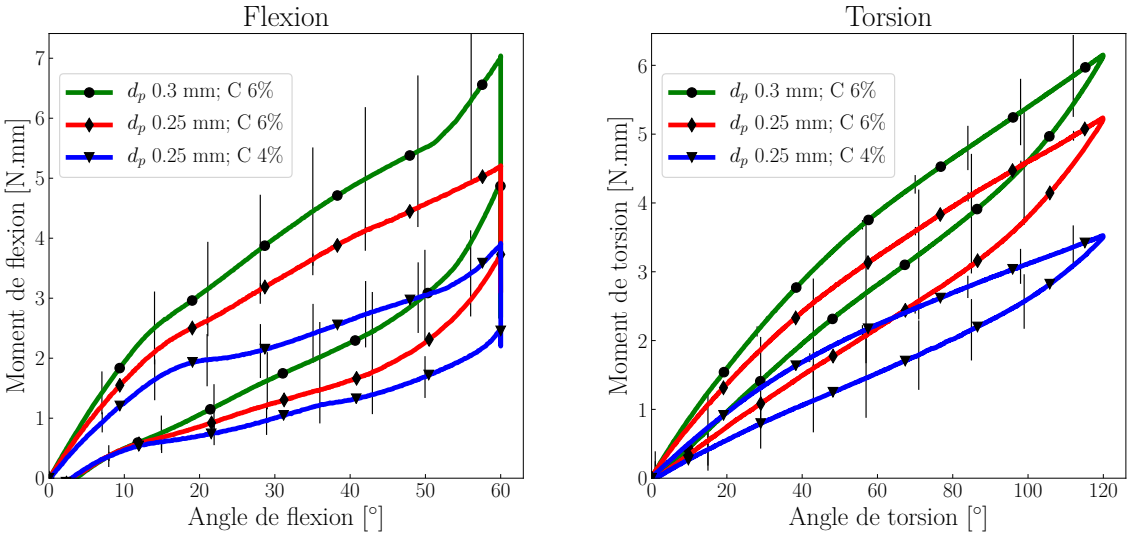
La figure 2.20 montre les réponses moyennes de flexion et de torsion de limes endodontiques soumises à un chargement de torsion avec une précontrainte en flexion. L'évolution des réponses moyennes de torsion et de la précontrainte de flexion des limes endodontiques suivent l'ordre croissant des diamètres et conicités.

Chargements combinés de flexion-torsion

La figure 2.21 montre les réponses moyennes de flexion et de torsion de limes endodontiques soumises à un chargement de flexion-torsion combinées. L'évolution des réponses moyennes de flexion et de torsion correspond à l'ordre croissant du diamètre et de la conicité. Lors du chargement combiné, la réponse moyenne de flexion des limes endodontiques est plus faible par rapport aux réponses moyennes de flexion simple (figure 2.18a). En revanche, les réponses moyennes de torsion combinée à la flexion ne présentent pas de différence significative avec la réponse moyenne des chargements de torsion simple (figure 2.18b).

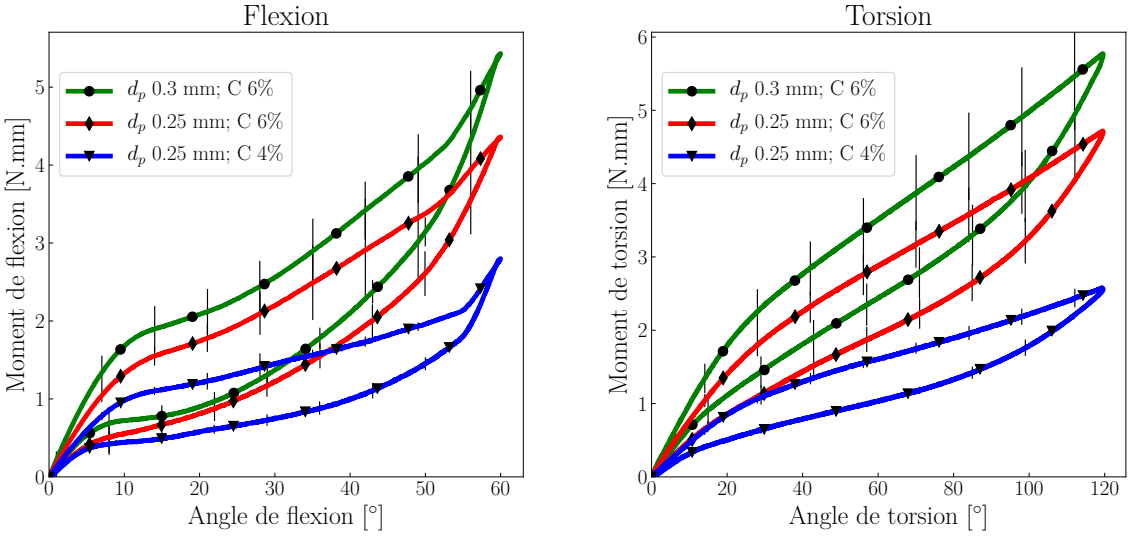
2.4 Comparaison des réponses des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin et en Ni-Ti polycristallin

Une fois que ce banc d'essais est validé par des essais sur des fils et limes en Ni-Ti, il est utilisé pour l'analyse de la réponse des prototypes des limes en AMF à base Cuivre monocristallin. Pour situer cette réponse, elle est comparée à celle des instruments en Ni-Ti. Les prototypes en Cu-



(a) Composante de flexion **(b)** Composante de torsion

Figure 2.20 – Réponses des limes endodontiques F4© 25-04 et F6 Sky Taper© 25-06 et 30-06 pour un chargement de torsion de 120° avec une précontrainte en flexion 60°.



(a) Composante de flexion **(b)** Composante de torsion

Figure 2.21 – Réponses des limes endodontiques F4© 25-04 et F6 Sky Taper© 25-06 et 30-06 pour des chargements combinées de flexion et de torsion de 60° et 120° respectivement.

	Flexion	Torsion	Flexion-Torsion
Amplitude de rotation	F30	T5	F30-T6

Tableau 2.6 – Amplitudes de rotation pour les essais de flexion, torsion et flexion-torsion combinées sur des fils de 0,79 mm de diamètre en Cu-Al-Be monocristallin.

Al-Be monocristallin testés ont une forme de section-droite de type HeroShaper© (figure 1.25c), avec un diamètre de pointe de 0.35 mm et une conicité de 3%.

2.4.1 Tests de flexion-torsion sur des fils en Cu-Al-Be monocristallin

Essais de flexion-torsion

Pour poursuivre la caractérisation du Cu-Al-Be monocristallin, des fils de 0,79 mm de diamètre sont soumis à des chargements de flexion, de torsion et de flexion-torsion combinées. Comme pour le Ni-Ti polycristallin, ces essais permettent d'apprécier le comportement de l'AMF cuivreux monocristallin grâce à la structure cylindrique du fil. Les essais sont réalisés sur le dispositif de tests de flexion-torsion décrit au début de ce chapitre. Les amplitudes de rotation sont présentées dans le tableau 2.6. Ces valeurs sont sélectionnées afin de limiter la valeur du couple mesuré et de préserver les capteurs. Pour chacun des chargements, la réponse d'un fil est présentée.

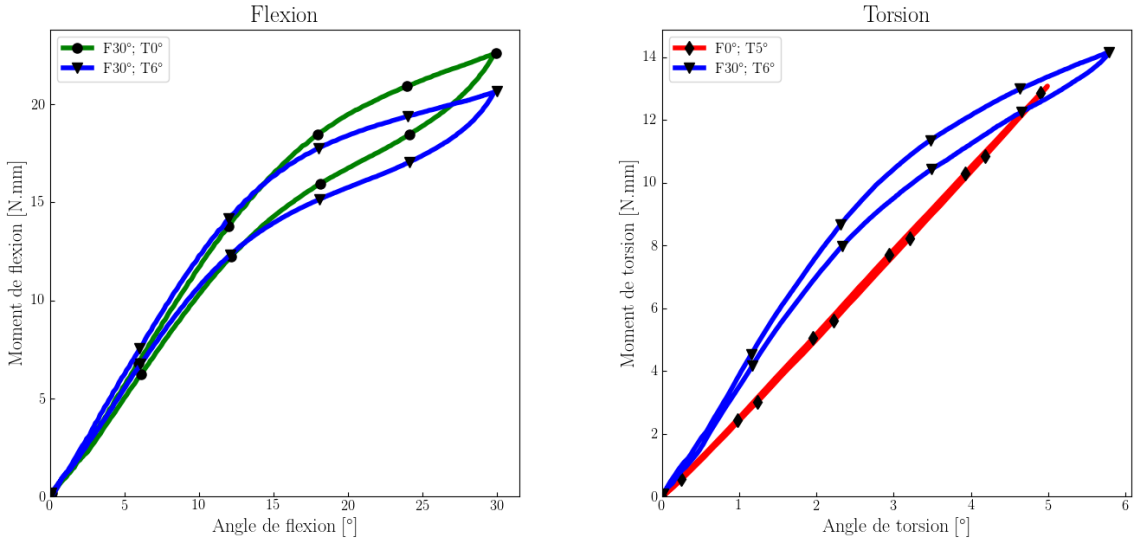
Réponses des fils en Cu-Al-Be monocristallin

Les réponses obtenues des essais de flexion, torsion et flexion-torsion combinées sont présentées dans la figure 2.22. La composante de flexion pour les essais de flexion et flexion-torsion (figure 2.22a) montre un comportement similaire à celui du Ni-Ti polycristallin. C'est-à-dire que pour un chargement de flexion, la réponse en couple du Cu-Al-Be monocristallin est plus importante que pour le chargement de flexion combinée à la torsion. En revanche, la composante de torsion (figure 2.22b) du Cu-Al-Be monocristallin montre un comportement plus rigide. En effet, pour une faible amplitude de rotation en torsion, l'AMF cuivreux a un comportement pseudo-linéaire non influencé par la très faible transformation observée. Cependant, si ce chargement de torsion est combiné à un chargement de flexion, le Cu-Al-Be monocristallin présente une transformation martensitique plus importante.

2.4.2 Essais sur des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin et Ni-Ti polycristallin

Présentation des essais

Les prototypes en Cu-Al-Be monocristallin sont soumis à des rotations de flexion de 60°, de torsion de 30° et de flexion-torsion combinées de 60° et 30°. Les prototypes en Ni-Ti polycristallin sont soumis à des rotations de flexion de 60°, de torsion de 30° et 100° et de flexion-torsion combinées de 60° et 30° (F60°T30°) ainsi que 60° et 100° (F60°T100°). Le détail de ces essais est



(a) Composante de flexion

(b) Composante de torsion

Figure 2.22 – Réponses en flexion, torsion et flexion torsion combinées de fils de 0,79 mm de diamètre en Cu-Al-Be monocristallin.

présenté dans le tableau 2.7. L'objectif de ces tests est de comparer les réponses des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin et en Ni-Ti polycristallin pour des chargements identiques, mais également pour des chargements où les réponses mécaniques de torsion sont comparables.

Comparaison des réponses obtenues de prototypes en Cu-Al-Be monocristallin et Ni-Ti polycristallin

Des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin avec une section droite du type HeroShaper (figure 1.25c), d'un diamètre de pointe de 0,35 mm et d'une conicité de 3% sont testés à l'aide du dispositif d'essais. Les figures 2.23a, 2.23b, 2.23c et 2.23d montrent les réponses de ces prototypes soumis à des chargements de flexion, de torsion et de flexion-torsion combinées avec les réponses

Essai	Matériau	Figures associées
F60°	Cu-Al-Be & Ni-Ti	2.23a
T30°	Cu-Al-Be & Ni-Ti	2.23b
T100°	Ni-Ti	
F60°T30°	Cu-Al-Be & Ni-Ti	2.23c & 2.23d
F60°T100°	Ni-Ti	

Tableau 2.7 – Détails des essais réalisés sur des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin et des limes endodontiques équivalentes en Ni-Ti polycristallin.

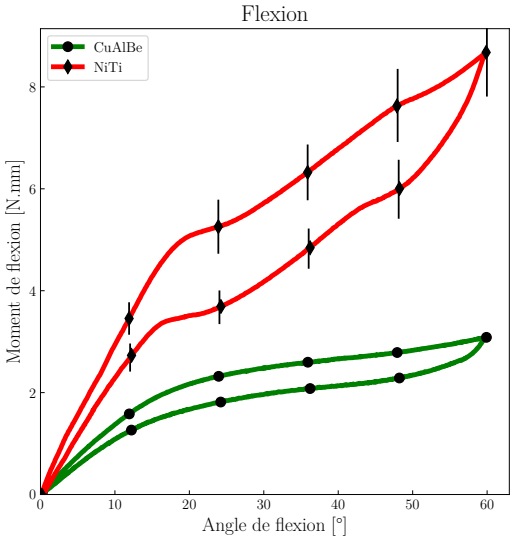
de modèles équivalents en Ni-Ti polycristallin. Pour un chargement de flexion, visible figure 2.23a, le prototype en Cu-Al-Be monocristallin présente une réponse plus flexible que la lime équivalente en Ni-Ti polycristallin sur l'ensemble du trajet de chargement. En torsion, visible figure 2.23b, le Cu-Al-Be monocristallin présente une forte rigidité élastique et une très faible d'hystérésis. En comparaison, le Ni-Ti polycristallin admet une rotation de torsion cinq fois plus importante pour une réponse de torsion équivalente de 5.9 N.mm. Pour un chargement combiné de flexion et de torsion, figures 2.23c et 2.23d, le Cu-Al-Be monocristallin présente une réponse plus flexible en flexion et plus rigide en torsion par rapport au Ni-Ti polycristallin. Cependant, la réponse de torsion, combinée à la flexion, montre un début de transformation martensitique absent pendant un chargement de torsion. On observe de fait une chute de la rigidité de torsion. Concernant l'instrument en Ni-Ti polycristallin, il reste plus rigide que celui en Cu-Al-Be monocristallin en flexion.

2.4.3 Essais complémentaires sur des limes en Cu-Al-Be monocristallin

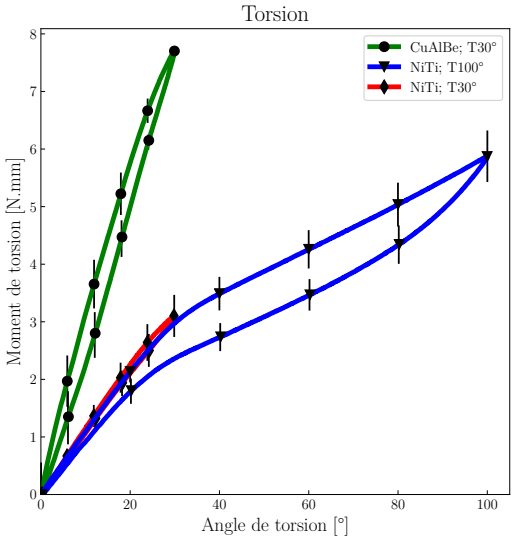
Des essais complémentaires réalisés avec des limes endodontiques en Cu-Al-Be monocristallin utilisées dans de précédentes études montrent l'effet d'une augmentation de la rotation de torsion sur le prototype en AMF cuivreux (figure 2.24). Sur ces courbes, la réponse en couple de l'instrument est caractéristique d'une rupture fragile avec peu de déformation plastique. Cette rupture apparaît pour des rotations de torsion supérieures à 40°. La rupture prend place au bord de l'encastrement. Cependant, d'autres essais permettent de mieux observer les réponses en flexion-torsion combinées, figure 2.25, de prototypes de limes endodontiques en Cu-Al-Be monocristallin. Les prototypes testés sont des broches de 0,3 mm de diamètre de pointe et de 4% de conicité en Cu-Al-Be monocristallin. Avec la transformation martensitique générée par le chargement de flexion-torsion combinées, la réponse de torsion est alors capable d'aller au delà de 40°. En parallèle, on voit que la réponse en couple de la composante de flexion diminue proportionnellement à l'augmentation de la rotation de torsion.

2.4.4 Analyse globale des résultats fournis par le dispositif d'essais

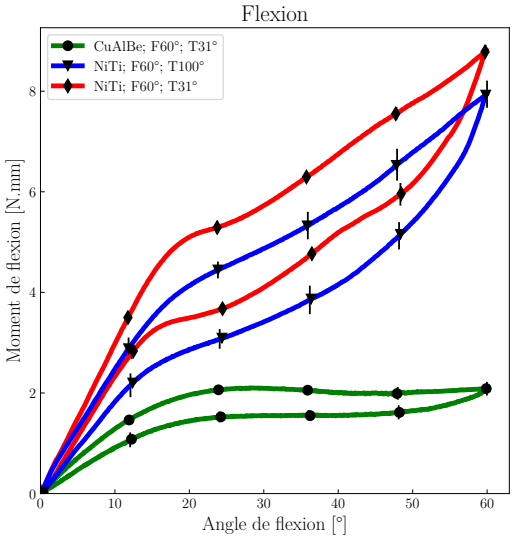
Le dispositif d'essais de flexion-torsion montre une bonne capacité à mesurer les réponses en couple de limes endodontiques en Ni-Ti polycristallin ou en Cu-Al-Be monocristallin. Concernant les fils de faible diamètre, les plages de mesures de capteurs demandent d'adapter les amplitudes de rotation afin de limiter les risques d'endommagement du dispositif. Dans tout les cas, les mesures présentées précédemment montrent qu'il est possible d'analyser la réponse de l'AMF cuivreux et de le comparer au Ni-Ti. C'est pourquoi, dans la prochaine section, un plan d'expériences basé sur le modèle de Taguchi est présenté pour les deux AMF. En plus de cette comparaison globale, ce plan a permis de mettre en évidence l'influence des paramètres géométriques sur la réponse des instruments en AMF Ni-Ti polycristallin et Cu-Al-Be monocristallin.



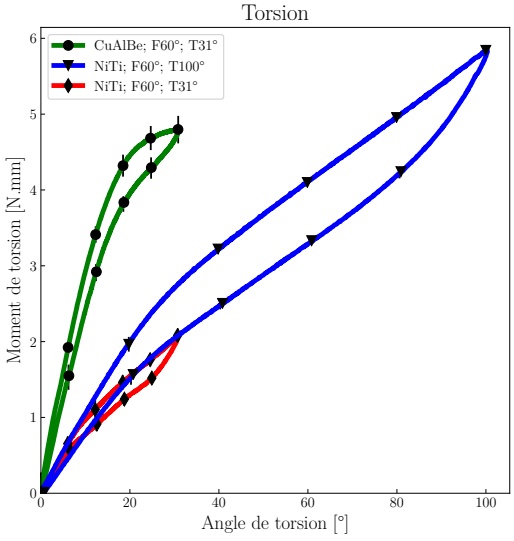
(a) Comparaison de prototype en Cu-Al-Be monocristallin et Ni-Ti polycristallin en flexion



(b) Comparaison de prototype en Cu-Al-Be monocristallin et Ni-Ti polycristallin en torsion



(c) Comparaison de prototype en Cu-Al-Be monocristallin et Ni-Ti polycristallin en flexion-torsion combinées, composante de flexion



(d) Comparaison de prototype en Cu-Al-Be monocristallin et Ni-Ti polycristallin en flexion-torsion combinées, composante de torsion

Figure 2.23 – Comparaison des réponses de prototypes de Cu-Al-Be monocristallin et Ni-Ti polycristallin, avec une section droite de type HeroShaper, d'un diamètre de pointe de 0.35 mm et de conicité 3%.

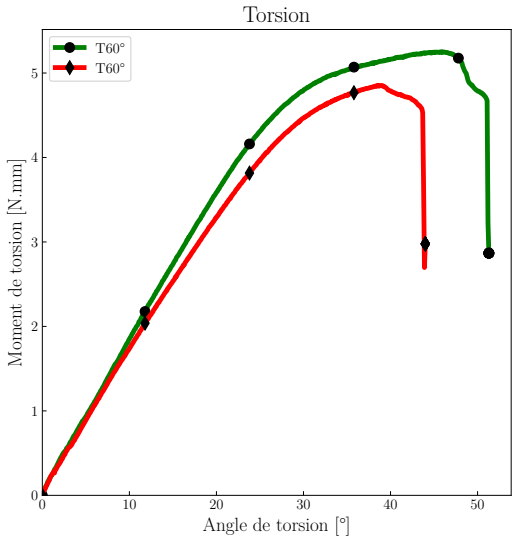
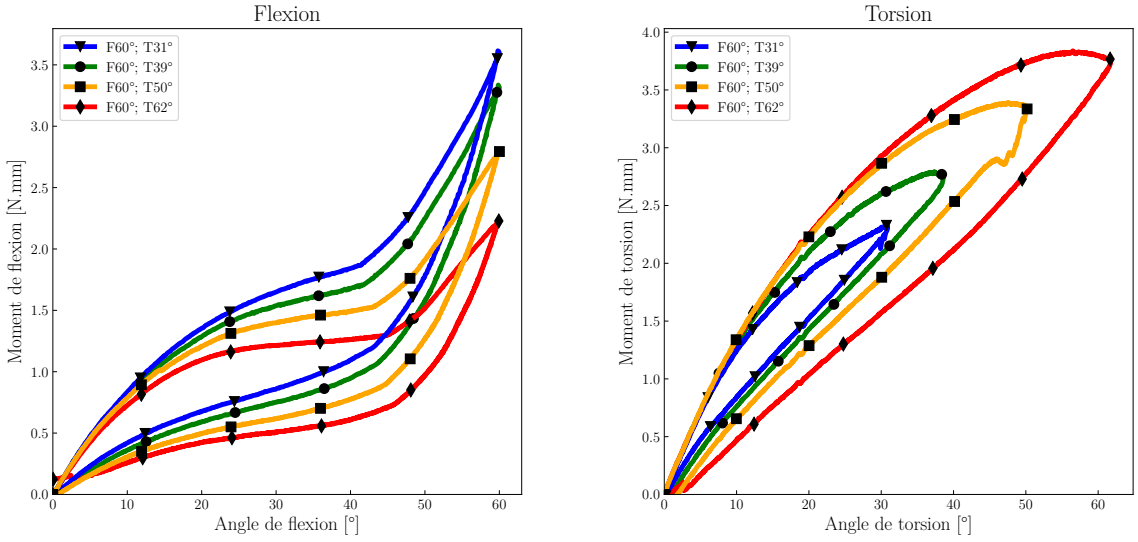


Figure 2.24 – Essais complémentaires de torsion sur des prototypes de limes endodontiques en Cu-Al-Be monocristallin de diamètre de pointe de 0,3 mm et 3,75% de conicité. Tests jusqu'à rupture.



(a) Composante de flexion **(b)** Composante de torsion

Figure 2.25 – Essais complémentaires de flexion-torsion combinées sur des prototypes de limes endodontiques en Cu-Al-Be monocristallin de diamètre de pointe de 0,3 mm et 4% de conicité.

2.5 Etude d'influence des paramètres géométriques sur la réponse des limes en Cu-Al-Be monocristallin et Ni-Ti polycristallin

Les limes endodontiques en Cu-Al-Be monocristallin présentent une réponse plutôt différente de celle en Ni-Ti polycristallin. La mise en place d'un plan d'expériences capable de déterminer les paramètres influents sur les différentes réponses de ces limes en Cu-Al-Be monocristallin est nécessaire. Un tel plan d'expériences requiert un nombre d'essais important au vu de la variété des combinaisons possibles, tant d'un point de vue des sollicitations, du matériau, que des paramètres géométriques. Pour réduire ce nombre d'essais, la méthode de Taguchi est utilisée. Elle permet d'optimiser le nombre d'essais à réaliser en les sélectionnant judicieusement.

2.5.1 Introduction aux plans d'expériences de Taguchi

La méthode de Taguchi a été développée par Genichi Taguchi pour répondre à un besoin d'amélioration des process. Cette méthode propose différents plans d'expériences adaptables à presque tous les cas. Ils permettent d'estimer l'influence de facteurs pré-déterminés sur la valeur de la réponse d'un système avec la réalisation d'un minimum d'essais. Cette méthode demande beaucoup de rigueur dans sa préparation et son exécution mais fournit des informations précieuses sur la réponse d'un système (Sabre, 2007).

Dans un premier temps, il est nécessaire de bien définir le système à étudier. Un système est défini par sa réponse en fonction d'un ou plusieurs facteurs lors de son fonctionnement. La réponse est le paramètre retenu pour comparer les résultats des tests. La réponse est influencée par la variation des facteurs. Un système peut avoir plusieurs facteurs avec un impact différent sur la réponse, un premier tri permet de déterminer les facteurs potentiellement plus influents et de les sélectionner pour la suite de la méthode.

Par la suite, la méthode de Taguchi permet de choisir un tableau orthogonal pour déterminer les essais à réaliser. La sélection d'un tableau de Taguchi dépend du nombre de facteurs étudiés, du nombre de niveaux pour chaque facteur et de l'étude des interactions entre ces facteurs. Un niveau de facteur correspond à une valeur possible que peut prendre ce facteur, en fonction de la table sélectionnée. Un facteur peut avoir 2, 3 ou 4 niveaux. L'étude de l'interaction entre les facteurs permet de déterminer si deux facteurs s'influencent mutuellement. Dans chaque colonne d'un tableau de Taguchi, on retrouve un facteur avec l'ordre de ses niveaux ligne par ligne. Chaque ligne est un essai à réaliser où sont renseignés les différents niveaux des facteurs sélectionnés. De nombreuses tables de Taguchi existent et permettent de monter un plan d'expériences souvent adapté aux besoins de l'expérimentateur. Si aucune table de Taguchi ne correspond exactement aux besoins de l'expérimentateur, il est possible d'adapter soit même un plan d'expériences existant.

Une fois les besoins identifiés et la table de Taguchi déterminée, les essais doivent être réalisés et clairement identifiés. Les résultats obtenus sont ensuite interprétés selon la variation de la réponse moyenne des niveaux d'un facteur autour de la réponse moyenne globale. Pour obtenir des résultats interprétables, tous les essais doivent être réalisés et un essai ne peut pas être

interprété indépendamment des autres. Les données ainsi obtenues permettent alors de visualiser l'influence des facteurs sur la réponse du système en fonction de leurs niveaux.

Pour cette étude, il s'agit de déterminer quels paramètres permettent d'obtenir une lime endodontique en AMF à base cuivre monocristallin possédant une rigidité minimale en flexion, en torsion et en flexion-torsion combinée. Pour cela, des sollicitations de flexion, de torsion et une combinaison de flexion-torsion sont appliquées sur l'instrument grâce au banc d'essai. La mesure du couple résultant de ces déformations nous permettra d'étudier différentes réponses. Dans cette partie, nous allons détailler les choix effectués quant à la sélection des facteurs, la table de Taguchi et l'ordre de réalisation des essais qui en résulte.

2.5.2 Détermination des facteurs d'intérêts

Identification des facteurs

Les facteurs étudiés sont séparés en 3 catégories distinctes : (i) les facteurs liés au matériau, (ii) les facteurs liés à la géométrie et (iii) les facteurs liés aux conditions aux limites appliquées à l'échantillon. Chaque facteur étudié possède plusieurs niveaux, c'est-à-dire une valeur, pour constater son influence lors du passage d'un niveau à l'autre.

Le facteur matériau est fonction du type d'AMF utilisé pour réaliser l'échantillon testé. Pour notre étude, il s'agira de s'intéresser aux AMF en Ni-Ti polycristallin et en Cu-Al-Be monocristallin. Ceci permettra de situer la réponse de la nouvelle lime endodontique en AMF monocristallin cuivreux par rapport à celles des instruments déjà utilisés en endodontie à base de Ni-Ti polycristallin.

Les facteurs géométriques correspondent aux dimensions de l'échantillon testé. La forme de la section droite, le diamètre à la pointe de la lime, la conicité et le pas sont les facteurs choisis pour cette étude, soit un total de 4 facteurs géométriques. Ils constituent les paramètres les plus influents sur la réponse d'une lime endodontique.

Le dispositif d'essais présenté auparavant dans ce chapitre est utilisé pour identifier les réponses de ces limes endodontiques pour des sollicitations de flexion (i), torsion (ii), chargement de flexion avec précontrainte (pc.) (iii), chargement de torsion avec précontrainte (iv) et flexion-torsion combinées (v). Soit 5 chargements avec différents facteurs. Pour chaque chargement, il est possible de déterminer l'angle de rotation appliqué, la vitesse et le nombre de cycles à réaliser, soit 3 facteurs. Pour les chargements avec précontrainte, l'angle maintenu peut être choisi ainsi que la vitesse pour atteindre cet angle, en plus des facteurs déterminés précédemment. Le nombre de facteurs passe alors à 5. Pour le chargement de flexion-torsion combinées, il est possible de choisir les trois facteurs initiaux et l'angle de rotation pour la seconde sollicitation, soit 4 facteurs. Soit un total allant de 3 à 5 facteurs relatifs au chargement appliqué. Les facteurs des conditions aux limites sont regroupés dans le tableau 2.8.

Sélection des facteurs à étudier

Le facteur matériau n'est pas comptabilisé. L'influence de ce facteur est étudiée avec la réalisation d'un plan d'expériences séparé pour le Cu-Al-Be monocristallin et le Ni-Ti polycristallin

Chargement	Flexion			Torsion			Nb. facteur
	A.	V.	Nb. C.	A.	V.	Nb. C.	
Flexion	•	•	•				3
Torsion				•	•	•	3
Flexion & pc Torsion	•	•	•	•	•		5
Torsion & pc Flexion	•	•		•	•	•	5
Flexion-Torsion	•	•	•	•			4

Tableau 2.8 – Récapitulatif des facteurs conditions aux limites. A. : Angle ; V. : Vitesse ; Nb. C. : Nombre de cycles ; pc : Précontrainte.

afin de comparer leurs réponses comme précisé auparavant. Ainsi, deux plans d'expériences similaires sont réalisés pour obtenir un moyen de comparer la réponse de l'instrument pour les deux AMF.

Les facteurs relatifs aux conditions aux limites apportent une grande complexité pour le choix du plan d'expériences de Taguchi et ne sont pas pris en compte dans cette étude. Il est nécessaire de réaliser des choix sur chacun des chargements et facteurs étudiés. Les chargements sélectionnés sont la flexion, la torsion et la flexion-torsion combinées. Les facteurs d'angle, de vitesse et le nombre de cycles sont fixés selon les valeurs suivantes :

- 60° pour la flexion, 30° pour la torsion des limes endodontiques en Cu-Al-Be monocristallin et en Ni-Ti polycristallin et 100° de torsion pour les limes endodontiques en Ni-Ti polycristallin. Une rotation de 30° pour un chargement de torsion est choisie afin d'empêcher une rupture fragile en torsion du Cu-Al-Be monocristallin. Le Ni-Ti polycristallin est sollicité à 30° et 100° en torsion pour, d'une part, avoir une base de comparaison avec le Cu-Al-Be monocristallin et, d'autre part, tester le matériau dans des conditions plus sévères.
- $3°.s^{-1}$ pour les vitesses de rotation de flexion et torsion afin de conserver une sollicitation quasi-statique et limiter le temps de réalisation du plan d'expérience.
- 6 cycles de chargement de flexion et de torsion pour obtenir une réponse où le matériau est conditionné.

Finalement, seuls les facteurs géométriques relatifs à la section-droite, au diamètre de la lime, à la conicité et au pas sont retenus, soit 4 facteurs.

2.5.3 Modalités et niveaux des facteurs

Il s'agit ici de déterminer, pour chaque facteur les modalités (*i.e.* le nombre de valeurs testées) et le niveau (*i.e.* la valeur testée) de chaque facteur. Les facteurs géométriques possèdent 3 modalités. Les interactions entre chacun des facteurs ne sont pas étudiées expérimentalement. Ce choix permet de visualiser si l'influence d'un facteur est linéaire. Néanmoins, il est nécessaire de limiter le nombre de prototypes à réaliser pour restreindre le temps de fabrication des différents

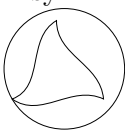
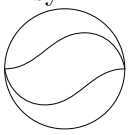
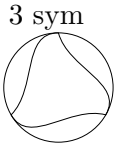
N°	Nom	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
ζ_1	Section droite	Asym 	2 sym 	3 sym 
ζ_2	$\varnothing_{\text{à } 3\ mm}$	0.40 mm	0.45 mm	0.50 mm
ζ_3	Conicité	3 %	4 %	5 %
ζ_4	Pas	0.7 mm	0.85 mm	1.00 mm

Tableau 2.9 – Modalités et niveaux des facteurs

prototypes de limes endodontiques. Pour cette étude, un nombre de 4 facteurs à 3 niveaux a été retenu pour chacun des deux AMF. Le tableau 2.9 présente les différents facteurs et les modalités de leurs niveaux. Le choix du diamètre à 3 mm pour le diamètre de l'instrument est défini plus loin dans cette partie. La prochaine étape consiste à déterminer un plan d'expériences de Taguchi adapté au choix des facteurs. Le plan d'expériences issu de ce choix sera répété pour chaque matériau utilisé pour la fabrication des limes endodontiques et pour chaque chargement.

2.5.4 Choix d'un plan d'expériences pour des essais expérimentaux

Un plan d'expériences est défini pour chaque chargement. Il est représenté par une table orthogonale prédéterminée. La prochaine partie formalise le choix de la table orthogonale et aboutit à un plan d'expériences et détermine les différents prototypes à réaliser pour effectuer les essais correspondants. Afin de choisir la table d'expériences la plus adaptée, il faut définir dof_{Tag} le nombre de degrés de libertés de la table de Taguchi ainsi que le Plus Petit Multiple Commun (PPMC). L'objectif est que le nombre d'essais n_{Tag} d'une table orthogonale respecte les deux conditions suivantes :

$$n_{Tag} = k \times PPMC \tag{2.1}$$

$$n_{Tag} \geq dof_{Tag} \tag{2.2}$$

où k représente un entier positif. Après avoir déterminé les critères de choix d'une table, un modèle de systèmes doit être sélectionné.

Un modèle définit la réponse du système étudié, comme la réponse moyenne, pondérée par l'influence des différents facteurs et de leurs niveaux. Pour cette étude, le modèle suivant est défini par la relation suivante :

$$Y = y_{moy} + \sum_{l=1,\ldots,4} [R_{\zeta,1} \vee R_{\zeta,2} \vee R_{\zeta,3}] \tag{2.3}$$

Couple	F_2	F_3	F_4
F_1	9	9	9
	F_2	9	9
		F_3	9

Tableau 2.10 – tableau de calcul du PPMC

où Y représente la réponse théorique du système, y_{moy} est la réponse globale moyenne du système, $R_{\zeta,l}$ représente la réponse moyenne de chaque niveau l de chacun des facteurs ζ, le symbole $\vee$ s'interprète comme la conjonction de coordination "ou".

Il est possible de déterminer le dof_M qui est le nombre de degrés de liberté du modèle. Ce nombre est défini par :

$$dof_M = \sum_i (n_{\zeta i} - 1) + \sum_{i,j} (n_{\zeta i} - 1) \times (n_{\zeta j} - 1) \tag{2.4}$$

où n_{ζ_l} est le nombre de niveaux du facteur ζ et $i, j = 1, 2, 3, 4$ avec $i \neq j$. Le premier terme représente le degré de liberté du facteur ζ_i et le second terme représente le degré de liberté de l'interaction entre les facteurs ζ_i et ζ_j. Pour le modèle choisi, le second terme, relatif aux interactions, n'est pas utile. Le calcul de dof_M donne alors :

$$\begin{aligned} dof_M =& (n_1 - 1) + (n_2 - 1) + (n_3 - 1) + (n_4 - 1) \\ =& 2 + 2 + 2 + 2 \\ dof_M =& 8 \end{aligned}$$

Le modèle défini par (2.3) possède donc 8 degrés de liberté.

Le PPMC représente le produit du niveau d'un couple de 2 facteurs. Pour cela, le tableau 2.10 est utilisé. Il présente le produit des niveaux des facteurs deux à deux : D'après le tableau 2.10, le PPMC est égal à 9. Or, pour respecter l'inégalité (2.2), l'entier k doit prendre la valeur 1 et l'équation (2.1) donne :

$$n_{Tag} = 1 \times 9 = 9$$

Nous avons alors besoin d'une table comportant 9 lignes, avec 4 facteurs à 3 niveaux. La table orthogonale $L_9(3^4)$ présentée dans le tableau 2.11 est adaptée à notre modèle. Le nombre de colonnes de cette table orthogonale est identique au nombre de facteurs identifiés. Les facteurs ζ_1, ζ_2, ζ_3, ζ_4 sont affectés aux colonnes 1, 2, 3 et 4 respectivement.

2.5.5 Estimation du nombre de prototypes à réaliser

D'après le plan d'expériences établi précédemment, il est possible de déterminer quels sont les besoins en prototypes de limes endodontiques. Le tableau 2.12 présente les géométries déduites

N° essais	1	2	3	4
1	1	1	1	1
2	1	2	2	2
3	1	3	3	3
4	2	1	2	3
5	2	2	3	1
6	2	3	1	2
7	3	1	3	2
8	3	2	1	3
9	3	3	2	1

Tableau 2.11 – Table orthogonale $L_9(3^4)$

de la table 2.11. Pour des raisons liées au dispositif d'essais, le diamètre à 3 mm a été privilégié au diamètre de pointe comme facteur à faire varier. Pour assurer un alignement précis et répétable avec les conditions de tests imposées par le dispositif d'essais, le diamètre maximal encastré de l'instrument, c'est-à-dire le diamètre à 3 mm, doit subir le moins de variations possibles. Un plan d'expériences de Taguchi est construit de telle sorte que, dans le cas d'une lime endodontique, l'association de la conicité et du diamètre de pointe entraîne de trop nombreuses variations du diamètre à 3 mm de l'instrument. Pour assurer des mesures réalisées dans les meilleures conditions, il est important de réduire le nombre de variations de diamètre à 3 mm au minimum. La méthode la plus simple à mettre en œuvre est de considérer dès le début, le diamètre à 3 mm comme facteur déterminant.

Pour cette étude, chaque prototype doit être testé 3 fois pour chacun des 3 chargements. Soit 9 versions de chacun des 9 prototypes, soit 81 prototypes en Cu-Al-Be monocristallin et Ni-Ti polycristallin, pour un total de 162 prototypes.

En parallèle des résultats expérimentaux, un plan d'expériences équivalent par élément-finis est réalisé. Il utilise le même modèle paramétrique et simule numériquement les CAO des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin testés pour un chargement de flexion-torsion combinées. Les résultats de ce plan numérique sont présentés au chapitre suivant.

2.5.6 Analyse statistique des résultats

Le ratio signal bruit (S/N)

Le ratio signal bruit (S/N), abrégé de l'anglais *Signal-to-Noise*, représente l'influence du bruit sur la valeur vraie de la réponse étudiée. Ce ratio est utilisé pour transformer les réponses caractéristiques du système. L'équation qui définit S/N dépend du critère utilisé pour optimiser le système. Dans cette étude, le critère souhaité est la minimisation des réponses observées.

N° Prototype	Section droite	$\varnothing_{\text{à } 3\ mm}$	Conicité	Pas
1	Asym	0.40 mm	3%	0.70 mm
2	Asym	0.45 mm	4%	0.85 mm
3	Asym	0.50 mm	5%	1.00 mm
4	2 sym	0.40 mm	4%	1.00 mm
5	2 sym	0.45 mm	5%	0.70 mm
6	2 sym	0.50 mm	3%	0.85 mm
7	3 sym	0.40 mm	5%	0.85 mm
8	3 sym	0.45 mm	3%	1.00 mm
9	3 sym	0.50 mm	4%	0.70 mm

Tableau 2.12 – Prototypes fabriqués pour le plan d'expériences de Taguchi correspondant à une table orthogonale $L9(3^4)$.

L'équation suivante correspond au critère "le plus petit, le meilleur", de l'anglais "*smaller the best*", et est appliquée à chaque réponse observée d'un prototype :

$$S/N_h = -10 \cdot log\left(\frac{1}{n_y}\sum_{i=1}^{n_y} y_i^2\right) \tag{2.5}$$

où y est une réponse du prototype et n_y est le nombre de réponses du prototype. La valeur obtenue est exprimée en décibels (dB). La valeur d'un S/N pour un niveau donné (l) d'un facteur (ζ) est donnée par l'équation suivante :

$$S/N_{\zeta_l} = \frac{1}{n_{h_{\zeta_l}}}\sum_{i}^{h_{\zeta_l}} S/N_i \tag{2.6}$$

où S/N_{ζ_l} est la valeur du S/N où le niveau de facteur ζ_l est impliqué, $n_{h_{\zeta_l}}$ est le nombre de prototypes avec un niveau de facteurs ζ_l et h_{ζ_l} le numéro du prototype avec un niveau de facteur ζ_l. Pour chaque facteur, la valeur S/N maximale calculée représente alors le meilleur choix pour correspondre au critère sélectionné avec l'équation (2.5) et ainsi réduire la réponse observée. Il est aussi possible d'étudier l'amplitude d'influence d'un facteur avec Δ, la différence entre le S/N minimal et maximal des niveaux l d'un facteur ζ.

Analyse de la variance (ANOVA)

Pour déterminer la significativité de l'influence d'un facteur et sa contribution sur la réponse, une Analyse de la Variance (ANOVA), abrégé de l'anglais *ANalysis Of VAriance*, est réalisée.

Pour cela, il est nécessaire de calculer le ratio entre la variance d'un facteur et la variance de l'erreur ainsi que la contribution de chacun des facteurs. La première étape est le calcul de SS_T :

$$SS_T = \sum_{i=1}^{n_T} y_i^2 - \frac{{S_T}^2}{n_T} \tag{2.7}$$

où S_T est la somme de toutes les réponses observées, n_T est le nombre total de mesures réalisées pour un plan d'expérience. Ensuite, la somme des réponses au carré pour un facteur ζ, SS_ζ, est calculée avec la relation suivante :

$$SS_\zeta = \left(\sum_{i=1}^{n_{\zeta_l}} \frac{{S_{\zeta_l i}}^2}{n_{\zeta_l}} \right) - \frac{{S_T}^2}{n_T} \tag{2.8}$$

où n_{ζ_l} est nombre de niveaux du facteur ζ, S_{ζ_l} est la somme des réponses observées pour un niveau de facteur ζ_l. Il est alors possible de déterminer SS_e la somme de l'erreur au carré avec la relation :

$$SS_e = SS_T - \sum_{\zeta=1}^{n_\zeta} SS_\zeta \tag{2.9}$$

où n_ζ est le nombre de facteurs du système. La variance du facteur ζ, MS_ζ, est calculée en divisant SS_ζ par dof_ζ le nombre de degrés de liberté du facteur ζ qui est son nombre de niveaux moins 1 ($dof_\zeta = n_{\zeta_l} - 1$). Le même calcul est réalisé avec la variance de l'erreur, MS_e, égale à SS_e divisé par dof_e ($= dof_M - \sum_{\zeta=1}^{n_{\zeta_l}} n_{\zeta_l}$). Il est alors possible de calculer F_ζ, la F-value du facteur ζ :

$$F_\zeta = \frac{MS_\zeta}{MS_e} \tag{2.10}$$

La contribution du facteur ζ (en %), C_ζ, est déterminée par la relation suivante :

$$C_\zeta = \frac{SS_\zeta - (dof_\zeta \times MS_e)}{SS_T} \times 100 \tag{2.11}$$

Enfin, p_ζ est la significativité de la contribution d'un facteur ζ sur la réponse. Elle est déterminée à partir du test de Fisher, $\mathcal{F}$, avec pour paramètres F_ζ, dof_ζ et dof_e. p_ζ doit respecter l'inégalité suivante : $F_\zeta > \mathcal{F}_{p_\zeta(dof_\zeta; dof_e)}$. Ces résultats sont obtenus avec le module Python© (The SciPy Community, 2019).

2.6 Résultats expérimentaux issus des plans d'expériences de Taguchi

Les résultats issus du plan d'expériences expérimental de Taguchi sont présentés dans cette section. Une première partie présente les réponses moyennes obtenues pour chaque niveau de facteurs. La deuxième partie montre les niveaux optimaux de chacun de ces facteurs avec l'utilisation du ratio signal bruit (S/N). La dernière partie présente l'Analyse de la Variance (ANOVA)

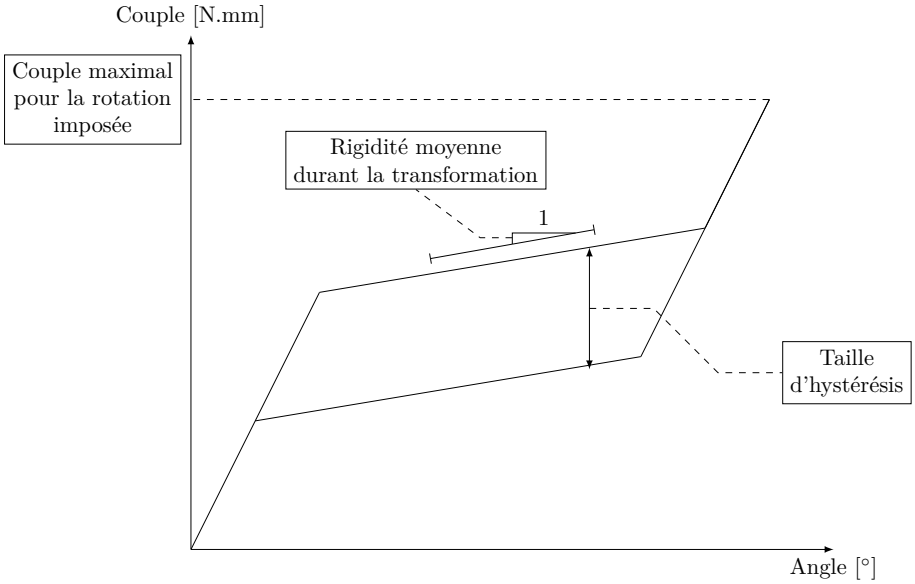


Figure 2.26 – Schéma des réponses étudiées dans le plan d'expérience de Taguchi

et indique le degré de confiance associé à l'influence des facteurs. Les tables associées à chaque résultat sont présentées à la fin de cette section pour faciliter la lecture de ce travail.

Introduction

Grâce aux données recueillies par le dispositif d'essais, il est possible d'étudier plusieurs caractéristiques pour chaque prototype. La figure 2.26 présente comment sont sélectionnées les réponses étudiées au travers du plan d'expérience de Taguchi :

— Le Couple à Rotation Maximale (CRM) : la valeur du couple lorsque la rotation de flexion ou de torsion est maximale lors du dernier cycle de chargement. Pour les chargements en flexion-torsion combinées, la valeur du couple équivalent est étudiée en plus des composantes de flexion et de torsion. Le couple équivalent C_{eq} est alors donné par l'équation suivante :

$$C_{eq} = \sqrt{C_{flexion}^2 + 3 \times C_{torsion}^2} \tag{2.12}$$

où $C_{flexion}$ et $C_{torsion}$ sont les valeurs du couple à rotation maximale des chargements de flexion et de torsion respectivement.

— La taille de l'hystérésis (HYST) : la différence entre le couple mesuré en charge et en décharge du dernier cycle à deux tiers de la rotation maximale. Cette réponse n'est pas présentée dans la suite de ce document pour les réponses du Cu-Al-Be monocristallin en torsion car les prototypes présentent une très faible hystérésis liée à la transformation de phase.

— La Rigidité durant la transformation de phase directe (RIG) : le coefficient directeur du domaine de transformation, choisi entre un premier point positionné à un tiers de rotation maximale et un second point positionné à deux tiers de rotation maximale. Cette réponse n'est pas présentée dans la suite de ce document pour les réponses du

Cu-Al-Be monocristallin en torsion car les prototypes présentent un très faible domaine de transformation pour ce cas de chargement.

Dans la suite, les valeurs calculées sont toutes arrondies à deux chiffres derrière la virgule à l'exception des SS_ζ arrondis à trois chiffres et de la p-value arrondie à quatre chiffres derrière la virgule. Pour des valeurs très faibles, certaines grandeurs sont affichées comme nulles. Ce choix prend pour origine un souci de lisibilité afin d'éviter l'affichage de chiffres non significatifs. Néanmoins, les valeurs affichées comme nulles sont considérées pour le bon déroulement des calculs car elles ne sont pas égales à 0.

2.6.1 Présentation des résultats obtenus sur les prototypes en Cu-Al-Be monocristallin

Réponses moyennes des niveaux de facteurs

Les graphiques du tableau 2.13 montrent que le diamètre de l'instrument présente une influence importante sur les réponses observées. Le CRM est influencé de la même façon par tous les facteurs à l'exception de la conicité. Ce facteur présente une influence relativement limitée sur le CRM et modifie cette réponse pour la composante de torsion d'un chargement de flexion-torsion combinées. Le pas de la lame semble être un facteur important sur l'influence du CRM.

La taille de l'hystérésis quant à elle est principalement conditionnée par le diamètre de l'instrument. Les influences présentées par chacun des facteurs sont similaires aux influences sur le CRM.

On peut remarquer également les très faibles valeurs des coefficients directeurs des domaines de transformation (RIG). Elles ne permettent pas d'exprimer de conclusions quant à l'influence des facteurs sur cette réponse.

S/N des niveaux de facteurs

Le tableau 2.14 présente les S/N des différentes réponses observées pour les différents cas de chargement étudiés. Pour le critère sélectionné, c'est à dire celui où la réponse observée est minimale, et dans tous les cas de chargement, les facteurs les plus favorables à la réduction des réponses observées sont la section droite asymétrique, un diamètre minimal et une longueur de pas de 1 mm. Il semblerait que la conicité génère les réponses les plus faibles lorsque sa valeur est de 4% à l'exception du cas de chargement de torsion pour la réponse CRM.

Dans tous les cas étudiés, le diamètre de pointe est le premier facteur le plus influent sur la réponse étudiée et la longueur du pas est le deuxième facteur le plus influent. La composante de torsion en flexion-torsion combinées est néanmoins davantage influencée par la conicité, puis la longueur du pas et enfin la forme de la section droite. La forme de la section droite ne semble pas avoir d'influence sur la taille de l'hystérésis. C'est cependant le troisième facteur avec le plus d'impact sur la réponse du CRM.

Analyse de la Variance (ANOVA) - étude de l'influence des facteurs

L'ANOVA présentée dans les tableaux 2.15 et 2.16 montrent la significativité de l'influence de chaque facteur. La part importante de l'erreur pour le chargement de flexion-torsion combinées montre qu'un paramètre non pris en compte dans le plan d'expérience influence de manière plus importante les réponses observées, et particulièrement les réponses liées à la résultante de torsion. La longueur du pas et la section droite sont les paramètres les plus influents, derrière le diamètre de l'instrument.

La faible réponse en rigidité durant la transformation de phase ne permet pas d'établir des conclusions significatives. La taille de l'hystérésis est également influencée par des paramètres non pris en compte dans le plan d'expérience.

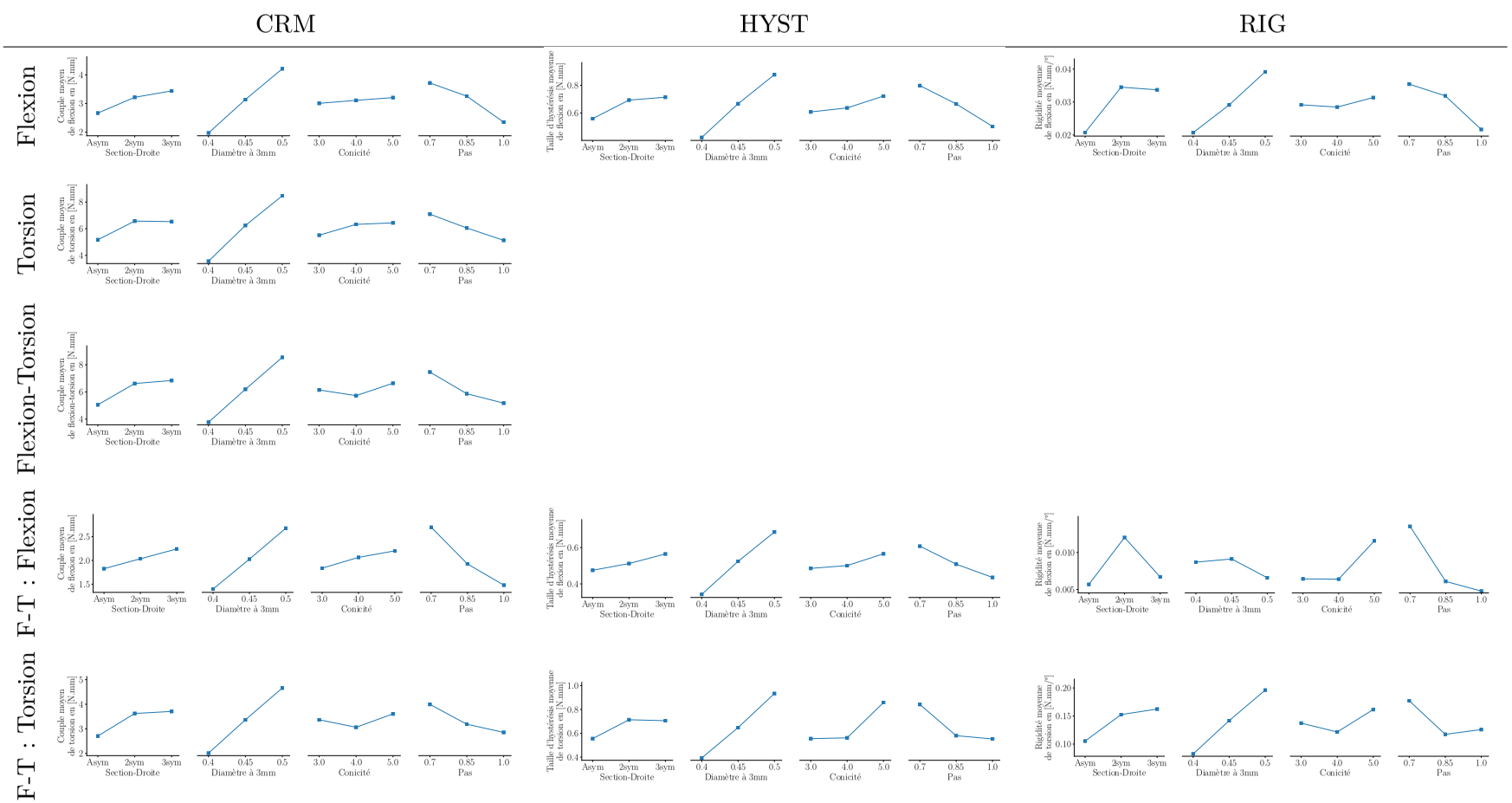


Tableau 2.13 – Réponses moyennes pour différents niveaux de facteurs en Couple à Rotation Maximale (CRM), en taille de l'hystérésis (HYST) et en Rigidité durant la transformation de phase directe (RIG) pour des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin soumis à des chargements de flexion, torsion et flexion-torsion combinées avec sa composante de flexion (F-T : Flexion) et sa composante de torsion (F-T : Torsion)

		Flexion				Torsion				Flexion-Torsion				F-T : Flexion				F-T : Torsion			
CRM	Facteur	S-D	∅à 3 *mm*	Coni	Pas	S-D	∅à 3 *mm*	Coni	Pas	S-D	∅à 3 *mm*	Coni	Pas	S-D	∅à 3 *mm*	Coni	Pas	S-D	∅à 3 *mm*	Coni	Pas
	Niv. 1	-8.47	-5.67	-9.20	-10.88	-13.81	-11.00	-14.16	-16.00	-13.88	-11.47	-15.41	-16.98	-5.20	-2.60	-5.12	-8.22	-8.45	-6.07	-10.16	-11.57
	Niv. 2	-9.08	-9.80	-8.60	-10.05	-15.73	-15.74	-15.18	-15.36	-15.51	-15.58	-14.01	-14.99	-5.24	-5.82	-4.97	-5.59	-10.30	-10.29	-8.65	-9.66
	Niv. 3	-10.25	-12.33	-10.00	-6.87	-15.69	-18.49	-15.89	-13.86	-16.32	-18.67	-16.28	-13.74	-6.33	-8.34	-6.67	-2.95	-11.06	-13.46	-11.00	-8.59
	Delta	1.78	6.66	1.40	4.00	1.92	7.49	1.74	2.14	2.43	7.20	2.27	3.23	1.13	5.74	1.71	5.27	2.61	7.39	2.35	2.98
	Rang	3	1	4	2	3	1	4	2	3	1	4	2	4	1	3	2	3	1	4	2
	Max.	-8.47	-5.67	-8.60	-6.87	-13.81	-11.00	-14.16	-13.86	-13.88	-11.47	-14.01	-13.74	-5.20	-2.60	-4.97	-2.95	-8.45	-6.07	-8.65	-8.59
	Niv.	Asym	0.4	4.0	1.0	Asym	0.4	3.0	1.0	Asym	0.4	4.0	1.0	Asym	0.4	4.0	1.0	Asym	0.4	4.0	1.0
HYST	Facteur	S-D	∅à 3 *mm*	Coni	Pas									S-D	∅à 3 *mm*	Coni	Pas	S-D	∅à 3 *mm*	Coni	Pas
	Niv. 1	5.18	7.74	4.69	2.54									6.56	9.46	6.44	4.54	5.68	8.00	5.27	1.86
	Niv. 2	4.14	3.76	5.07	3.68									6.44	5.55	7.02	5.94	4.29	4.62	6.46	4.87
	Niv. 3	3.37	1.20	2.93	6.47									5.28	3.26	4.81	7.79	3.07	0.41	1.31	6.31
	Delta	1.81	6.54	2.14	3.93									1.28	6.20	2.21	3.25	2.61	7.59	5.15	4.45
	Rang	4	1	3	2									4	1	3	2	4	1	2	3
	Max.	5.18	7.74	5.07	6.47									6.56	9.46	7.02	7.79	5.68	8.00	6.46	6.31
	Niv.	Asym	0.4	4.0	1.0									Asym	0.4	4.0	1.0	Asym	0.4	4.0	1.0
RIG	Facteur	S-D	∅à 3 *mm*	Coni	Pas									S-D	∅à 3 *mm*	Coni	Pas	S-D	∅à 3 *mm*	Coni	Pas
	Niv. 1	33.61	33.95	31.35	29.75									45.54	39.41	44.35	37.08	19.95	21.41	17.45	15.31
	Niv. 2	29.99	30.98	31.84	30.33									37.40	43.76	43.19	44.69	17.29	17.78	19.68	19.11
	Niv. 3	29.71	28.39	30.13	33.24									43.65	43.43	39.06	44.84	15.83	13.88	15.93	18.64
	Delta	3.90	5.56	1.72	3.50									8.14	4.35	5.30	7.76	4.12	7.53	3.76	3.80
	Rang	2	1	4	3									1	4	3	2	2	1	4	3
	Max.	33.61	33.95	31.84	33.24									45.54	43.76	44.35	44.84	19.95	21.41	19.68	19.11
	Niv.	Asym	0.4	4.0	1.0									Asym	0.45	3.0	1.0	Asym	0.4	4.0	0.85

Tableau 2.14 – S/N pour différents niveaux de facteurs en Couple à Rotation Maximale (CRM), en taille de l'hystérésis (HYST) et en Rigidité durant la transformation de phase directe (RIG) pour des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin soumis à des chargements de flexion à 60°, torsion à 30° et chargements combinés de flexion à 60° et torsion à 30°, avec les composantes de flexion et de torsion.

		Flexion						Torsion						Flexion-Torsion					
CRM	Facteur	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution
	S-D	2.857	2	1.43	14.31	0.9998	7.32	11.468	2	5.73	13.01	0.9997	7.06	17.099	2	8.55	4.45	0.9731	7.26
	$\varnothing_{\grave{a}\ 3mm}$	22.680	2	11.34	113.62	> 0.9999	61.97	108.651	2	54.33	123.28	> 0.9999	71.86	102.483	2	51.24	26.68	> 0.9999	54.00
	Coni	0.180	2	0.09	0.90	< 0.90	-	4.590	2	2.30	5.21	0.9836	2.47	3.748	2	1.87	0.98	< 0.90	-
	Pas	8.762	2	4.38	43.90	> 0.9999	23.60	17.338	2	8.67	19.67	> 0.9999	10.97	24.765	2	12.38	6.45	0.9923	11.45
	Erreur	1.797	18	0.10			7.10	7.932	18	0.44			7.64	34.570	18	1.92			27.29
	Total	36.275	26				100.00	149.979	26				100.00	182.665	26				100.00

HYST	Facteur	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution
	S-D	0.127	2	0.06	6.21	0.9911	6.27
	$\varnothing_{\grave{a}\ 3mm}$	0.928	2	0.46	45.49	> 0.9999	53.56
	Coni	0.064	2	0.03	3.13	0.9316	2.56
	Pas	0.392	2	0.20	19.24	> 0.9999	21.96
	Erreur	0.184	18	0.01			15.65
	Total	1.694	26				100.00

RIG	Facteur	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution
	S-D	0.001	2	0.00	16.99	> 0.9999	24.35
	$\varnothing_{\grave{a}\ 3mm}$	0.002	2	0.00	24.43	> 0.9999	35.69
	Coni	0.000	2	0.00	0.65	< 0.90	-
	Pas	0.001	2	0.00	14.59	0.9998	20.70
	Erreur	0.001	18	0.00			19.26
	Total	0.004	26				100.00

Tableau 2.15 – ANOVA des facteurs en Couple à Rotation Maximale (CRM), en taille de l'hystérésis (HYST) et en Rigidité durant la transformation de phase directe (RIG) pour des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin soumis à des chargements de flexion à 60°, torsion à 30° et chargements combinés de flexion à 60° et torsion à 30°.

		F-T : Flexion						F-T : Torsion					
CRM	Facteur	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution
	S-D	0.779	2	0.39	8.80	0.9978	4.20	5.558	2	2.78	3.64	0.9531	6.91
	∅à 3mm	7.395	2	3.70	83.62	> 0.9999	44.47	31.578	2	15.79	20.70	> 0.9999	51.48
	Coni	0.613	2	0.31	6.93	0.9941	3.19	1.336	2	0.67	0.88	< 0.90	-
	Pas	6.849	2	3.42	77.44	> 0.9999	41.14	6.182	2	3.09	4.05	0.9648	7.98
	Erreur	0.796	18	0.04			7.00	13.728	18	0.76			33.64
	Total	16.431	26				100.00	58.382	26				100.00
HYST	Facteur	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution
	S-D	0.037	2	0.02	1.13	< 0.90	0.41	0.143	2	0.07	1.19	< 0.90	0.65
	∅à 3mm	0.532	2	0.27	16.38	> 0.9999	48.58	1.315	2	0.66	10.95	0.9992	33.81
	Coni	0.033	2	0.02	1.00	< 0.90	0.01	0.537	2	0.27	4.47	0.9735	11.80
	Pas	0.134	2	0.07	4.14	0.9668	9.92	0.458	2	0.23	3.82	0.9585	9.57
	Erreur	0.292	18	0.02			41.07	1.081	18	0.06			44.16
	Total	1.028	26				100.00	3.535	26				100.00
RIG	Facteur	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution
	S-D	0.000	2	0.00	1.23	< 0.90	1.65	0.017	2	0.01	2.62	< 0.90	6.53
	∅à 3mm	0.000	2	0.00	0.19	< 0.90	-	0.058	2	0.03	9.12	0.9982	32.71
	Coni	0.000	2	0.00	0.93	< 0.90	-	0.007	2	0.00	1.14	< 0.90	0.57
	Pas	0.000	2	0.00	2.35	< 0.90	9.85	0.019	2	0.01	2.94	0.9217	7.83
	Erreur	0.002	18	0.00			88.51	0.057	18	0.00			52.36
	Total	0.002	26				100.00	0.158	26				100.00

Tableau 2.16 – ANOVA des facteurs en Couple à Rotation Maximale (CRM), en taille de l'hystérésis (HYST) et en Rigidité durant la transformation de phase directe (RIG) pour des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin soumis à des chargements combinés de flexion à 60° et torsion à 30°.

2.6.2 Présentation des résultats obtenus sur les prototypes en Ni-Ti polycristallin

Réponses moyennes des niveaux de facteurs

Les graphiques des tableaux 2.17, 2.18 et 2.19 montrent que le diamètre de l'instrument présente une influence importante sur les réponses observées. La différence des réponses moyennes pour chaque niveau de facteurs entre les chargements de torsion de 30° et 100° est d'abord visible pour la taille de l'hystérésis, mais également pour les valeurs des réponses observées en CRM, de la taille de l'hystérésis et de la rigidité du domaine de transformation.

L'influence de la longueur du pas est la même pour tous les cas de chargement de toutes les réponses à l'exception de la taille de l'hystérésis en torsion à 30°.

S/N des niveaux de facteurs

Les tableaux 2.20, 2.21 et 2.22 présentent les S/N des différentes réponses observées pour les différents cas de chargement. Pour le critère sélectionné et pour la plupart des cas de chargement, les facteurs les plus favorables à la réduction des réponses observées sont la section droite asymétrique, un diamètre minimal, une longueur de pas de 1 mm et une conicité de 3%. Concernant les facteurs de section droite Asym et 2sym ainsi que de conicité de 3% et 4%, les différences sont très faibles lorsque la réponse optimale est associée à une section droite 2sym et une conicité de 4%.

ANOVA - étude de l'influence des facteurs

L'ANOVA présentée dans les tableaux 2.23, 2.24 et 2.25 montre la significativité de l'influence de chaque facteur. Pour chaque cas de chargement, l'ensemble des facteurs influents sur les réponses étudiées semblent être prises en compte. On retrouve le diamètre de l'instrument comme facteur avec la plus grande contribution à l'exception de la taille de l'hystérésis pour un chargement de torsion à 30°. Ensuite, la taille du pas présente la deuxième contribution dans la plupart des cas. Tous les résultats montrent que la contribution accordée aux facteurs est significative pour chacun d'entre eux.

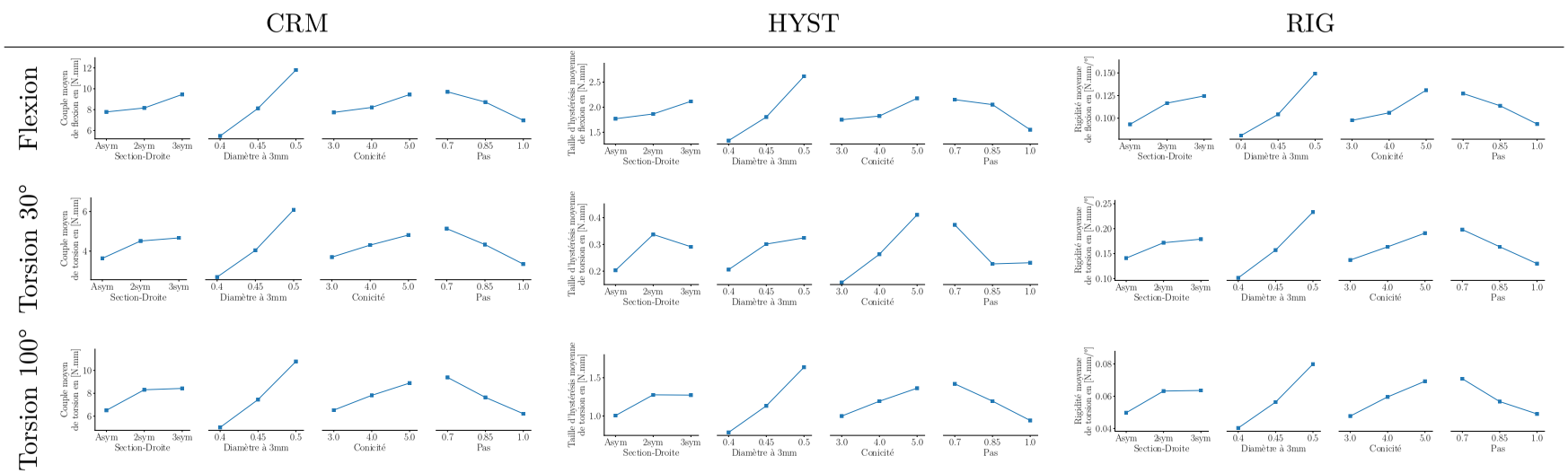


Tableau 2.17 – Visualisations graphiques des réponses moyennes des différents niveaux de facteurs sur la réponse en Couple à Rotation Maximale (CRM), entaille de l'hystérésis (HYST) et en Rigidité durant la transformation de phase directe (RIG) pour des prototypes en Ni-Ti polycristallin soumis à des chargements de flexion60°, torsion à 30° et torsion à 100°.

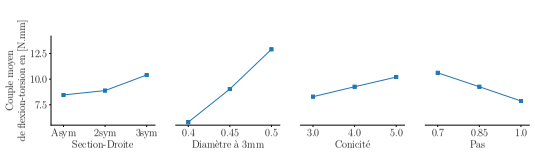
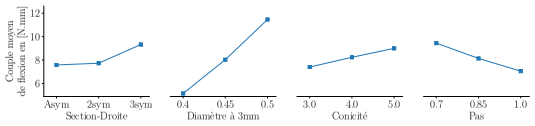
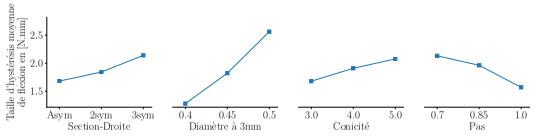
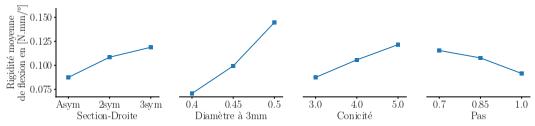
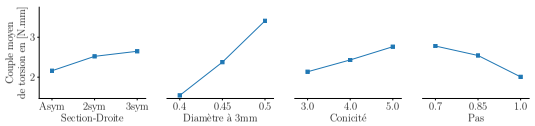
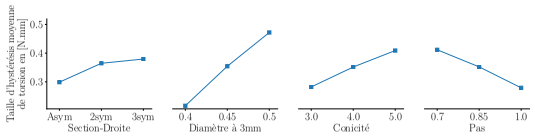
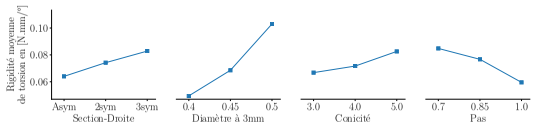
	CRM	HYST	RIG
F-T : Flexion Flexion-Torsion 30°			
F-T : Flexion			
F-T : Torsion 30°			

Tableau 2.18 – Visualisations graphiques des réponses moyennes des différents niveaux de facteurs sur la réponse en Couple à Rotation Maximale (CRM), en taille de l'hystérésis (HYST) et en Rigidité durant la transformation de phase directe (RIG) pour des prototypes en Ni-Ti polycristallin soumis à des chargements combinés de flexion à 60° et torsion à 30°.

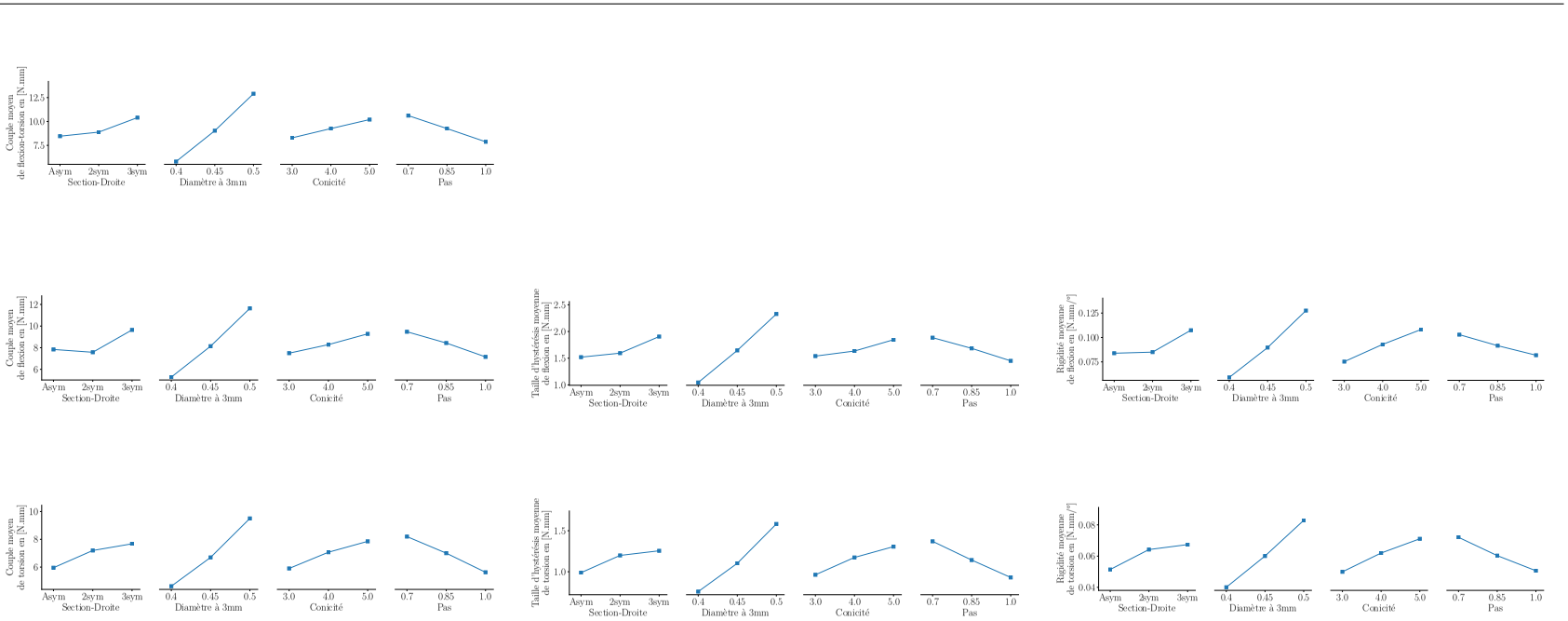
	CRM	HYST	RIG
F-T : Torsion 100° F-T : Flexion Flexion-Torsion 100°			

Tableau 2.19 – Visualisations graphiques des réponses moyennes des différents niveaux de facteurs sur la réponse en Couple à Rotation Maximale (CRM), en taille de l'hystérésis (HYST) et en Rigidité durant la transformation de phase directe (RIG) pour des prototypes en Ni-Ti polycristallin soumis à des chargements combinés de flexion à 60° et torsion à 100°, avec les composantes de flexion et de torsion.

		Flexion				Torsion 30°				Torsion 100°			
CRM	Facteur	S-D	∅à 3 *mm*	Coni	Pas	S-D	∅à 3 *mm*	Coni	Pas	S-D	∅à 3 *mm*	Coni	Pas
	Niv. 1	-17.48	-14.31	-17.39	-19.14	-10.80	-8.33	-10.72	-13.30	-15.85	-13.78	-15.72	-18.52
	Niv. 2	-17.24	-18.14	-16.98	-18.68	-12.21	-11.81	-11.49	-12.50	-17.67	-17.05	-16.84	-17.47
	Niv. 3	-19.12	-21.39	-19.46	-16.02	-12.71	-15.58	-13.52	-9.92	-17.87	-20.55	-18.83	-15.39
	Delta	1.87	7.08	2.48	3.12	1.91	7.25	2.80	3.37	2.02	6.77	3.11	3.13
	Rang	4	1	3	2	4	1	3	2	4	1	3	2
	Max.	-17.24	-14.31	-16.98	-16.02	-10.80	-8.33	-10.72	-9.92	-15.85	-13.78	-15.72	-15.39
	Niv.	2sym	0.4	4.0	1.0	Asym	0.4	3.0	1.0	Asym	0.4	3.0	1.0
HYST	Facteur	S-D	∅à 3 *mm*	Coni	Pas	S-D	∅à 3 *mm*	Coni	Pas	S-D	∅à 3 *mm*	Coni	Pas
	Niv. 1	-4.68	-2.03	-4.48	-6.19	14.78	14.36	16.17	10.44	0.35	2.33	0.62	-2.17
	Niv. 2	-4.55	-5.07	-4.13	-6.13	10.31	12.21	12.22	12.93	-1.43	-0.68	-0.60	-1.36
	Niv. 3	-6.17	-8.31	-6.79	-3.08	11.39	9.90	8.08	13.10	-1.46	-4.19	-2.56	0.99
	Delta	1.62	6.29	2.66	3.12	4.47	4.45	8.09	2.65	1.81	6.53	3.18	3.15
	Rang	4	1	3	2	2	3	1	4	4	1	2	3
	Max.	-4.55	-2.03	-4.13	-3.08	14.78	14.36	16.17	13.10	0.35	2.33	0.62	0.99
	Niv.	2sym	0.4	4.0	1.0	Asym	0.4	3.0	1.0	Asym	0.4	3.0	1.0
RIG	Facteur	S-D	∅à 3 *mm*	Coni	Pas	S-D	∅à 3 *mm*	Coni	Pas	S-D	∅à 3 *mm*	Coni	Pas
	Niv. 1	20.93	22.16	20.64	18.55	17.53	20.20	17.89	15.06	26.52	28.10	26.91	23.90
	Niv. 2	19.20	19.86	20.28	19.05	16.24	16.46	16.96	15.90	24.51	25.43	25.33	25.06
	Niv. 3	18.43	16.54	17.64	20.96	15.62	12.72	14.53	18.42	24.54	22.04	23.33	26.61
	Delta	2.49	5.61	3.00	2.41	1.91	7.47	3.37	3.36	2.01	6.06	3.58	2.71
	Rang	3	1	2	4	4	1	2	3	4	1	2	3
	Max.	20.93	22.16	20.64	20.96	17.53	20.20	17.89	18.42	26.52	28.10	26.91	26.61
	Niv.	Asym	0.4	3.0	1.0	Asym	0.4	3.0	1.0	Asym	0.4	3.0	1.0

Tableau 2.20 – S/N des différents niveaux de facteurs sur la réponse en Couple à Rotation Maximale (CRM), en taille de l'hystérésis (HYST) et en Rigidité durant la transformation de phase directe (RIG) pour des prototypes en Ni-Ti polycristallin soumis à des chargements de flexion à 60°, torsion à 30° et torsion à 100°.

		Flexion-Torsion 30°				F-T 30° : Flexion				F-T 30° : Torsion			
	Facteur	S-D	$\varnothing_{\text{à } 3\ mm}$	Coni	Pas	S-D	$\varnothing_{\text{à } 3\ mm}$	Coni	Pas	S-D	$\varnothing_{\text{à } 3\ mm}$	Coni	Pas
CRM	Niv. 1	-18.14	-14.96	-17.96	-19.77	-17.20	-13.91	-17.03	-18.78	-6.20	-3.46	-5.95	-8.01
	Niv. 2	-18.11	-19.03	-18.11	-19.20	-16.89	-18.03	-17.04	-18.09	-7.22	-7.32	-6.71	-7.95
	Niv. 3	-19.89	-22.14	-20.06	-17.16	-18.94	-21.10	-18.97	-16.16	-7.98	-10.62	-8.73	-5.43
	Delta	1.78	7.18	2.10	2.61	2.05	7.20	1.94	2.62	1.78	7.16	2.77	2.58
	Rang	4	1	3	2	3	1	4	2	4	1	2	3
	Max.	-18.11	-14.96	-17.96	-17.16	-16.89	-13.91	-17.03	-16.16	-6.20	-3.46	-5.95	-5.43
	Niv.	2sym	0.4	3.0	1.0	2sym	0.4	3.0	1.0	Asym	0.4	3.0	1.0
HYST	Facteur					S-D	$\varnothing_{\text{à } 3\ mm}$	Coni	Pas	S-D	$\varnothing_{\text{à } 3\ mm}$	Coni	Pas
	Niv. 1					-4.19	-1.82	-4.09	-5.86	-6.20	-3.46	-5.95	-8.01
	Niv. 2					-4.64	-5.12	-4.64	-5.77	-7.22	-7.32	-6.71	-7.95
	Niv. 3					-6.22	-8.10	-6.32	-3.41	-7.98	-10.62	-8.73	-5.43
	Delta					2.03	6.28	2.23	2.45	1.78	7.16	2.77	2.58
	Rang					4	1	3	2	4	1	2	3
	Max.					-4.19	-1.82	-4.09	-3.41	-6.20	-3.46	-5.95	-5.43
	Niv.					Asym	0.4	3.0	1.0	Asym	0.4	3.0	1.0
RIG	Facteur					S-D	$\varnothing_{\text{à } 3\ mm}$	Coni	Pas	S-D	$\varnothing_{\text{à } 3\ mm}$	Coni	Pas
	Niv. 1					21.91	23.48	21.94	19.92	24.21	26.46	24.02	22.10
	Niv. 2					19.76	20.23	20.28	19.49	23.39	23.40	24.00	22.48
	Niv. 3					18.90	16.85	18.34	21.15	22.08	19.81	21.65	25.10
	Delta					3.01	6.63	3.59	1.65	2.13	6.65	2.36	3.00
	Rang					3	1	2	4	4	1	3	2
	Max.					21.91	23.48	21.94	21.15	24.21	26.46	24.02	25.10
	Niv.					Asym	0.4	3.0	1.0	Asym	0.4	3.0	1.0

Tableau 2.21 – S/N des différents niveaux de facteurs sur la réponse en Couple à Rotation Maximale (CRM), en taille de l'hystérésis (HYST) et en Rigidité durant la transformation de phase directe (RIG) pour des prototypes en Ni-Ti polycristallin soumis à des chargements combinés de flexion à 60° et torsion à 30°, avec les composantes de flexion et de torsion.

		Flexion-Torsion 100°				F-T 100° : Flexion				F-T 100° : Torsion			
CRM	Facteur	S-D	$\varnothing_{\text{à } 3\ mm}$	Coni	Pas	S-D	$\varnothing_{\text{à } 3\ mm}$	Coni	Pas	S-D	$\varnothing_{\text{à } 3\ mm}$	Coni	Pas
	Niv. 1	-21.85	-19.35	-21.62	-23.85	-17.47	-13.95	-17.16	-18.82	-15.11	-13.03	-14.90	-17.41
	Niv. 2	-22.55	-22.87	-22.34	-23.28	-16.59	-18.17	-16.93	-18.44	-16.48	-16.25	-16.03	-16.78
	Niv. 3	-23.83	-26.00	-24.26	-21.10	-19.29	-21.23	-19.26	-16.09	-17.15	-19.46	-17.81	-14.55
	Delta	1.98	6.65	2.64	2.75	2.70	7.29	2.33	2.73	2.05	6.43	2.91	2.87
	Rang	4	1	3	2	3	1	4	2	4	1	2	3
	Max.	-21.85	-19.35	-21.62	-21.10	-16.59	-13.95	-16.93	-16.09	-15.11	-13.03	-14.90	-14.55
	Niv.	Asym	0.4	3.0	1.0	2sym	0.4	4.0	1.0	Asym	0.4	3.0	1.0
HYST	Facteur					S-D	$\varnothing_{\text{à } 3\ mm}$	Coni	Pas	S-D	$\varnothing_{\text{à } 3\ mm}$	Coni	Pas
	Niv. 1					-3.21	-0.01	-3.32	-4.77	-15.11	-13.03	-14.90	-17.41
	Niv. 2					-3.12	-4.26	-3.01	-4.39	-16.48	-16.25	-16.03	-16.78
	Niv. 3					-5.22	-7.28	-5.22	-2.40	-17.15	-19.46	-17.81	-14.55
	Delta					2.10	7.27	2.21	2.37	2.05	6.43	2.91	2.87
	Rang					4	1	3	2	4	1	2	3
	Max.					-3.12	-0.01	-3.01	-2.40	-15.11	-13.03	-14.90	-14.55
	Niv.					2sym	0.4	4.0	1.0	Asym	0.4	3.0	1.0
RIG	Facteur					S-D	$\varnothing_{\text{à } 3\ mm}$	Coni	Pas	S-D	$\varnothing_{\text{à } 3\ mm}$	Coni	Pas
	Niv. 1					22.24	25.10	22.93	20.79	26.31	28.26	26.61	23.89
	Niv. 2					22.10	21.02	21.79	20.79	24.48	24.76	25.06	24.51
	Niv. 3					19.76	17.99	19.38	22.53	23.96	21.73	23.08	26.35
	Delta					2.48	7.11	3.55	1.74	2.35	6.53	3.53	2.46
	Rang					3	1	2	4	4	1	2	3
	Max.					22.24	25.10	22.93	22.53	26.31	28.26	26.61	26.35
	Niv.					Asym	0.4	3.0	1.0	Asym	0.4	3.0	1.0

Tableau 2.22 – S/N des différents niveaux de facteurs sur la réponse en Couple à Rotation Maximale (CRM),en taille de l'hystérésis (HYST) et en Rigidité durant la transformation de phase directe (RIG) pour des prototypes en Ni-Ti polycristallin soumis à des chargements combinés de flexion à 60° et torsion à 100°.

		Flexion						Torsion 30°						Torsion 100°					
CRM	Facteur	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution
	S-D	13.867	2	6.93	9.39	0.9984	4.81	5.550	2	2.78	33.65	> 0.9999	6.78	20.725	2	10.36	48.74	> 0.9999	8.26
	$\varnothing_{\text{à } 3mm}$	181.688	2	90.84	123.08	> 0.9999	70.00	52.393	2	26.20	317.64	> 0.9999	65.75	150.674	2	75.34	354.34	> 0.9999	61.12
	Coni	14.055	2	7.03	9.52	0.9985	4.89	5.582	2	2.79	33.84	> 0.9999	6.82	25.126	2	12.56	59.09	> 0.9999	10.05
	Pas	34.543	2	17.27	23.40	> 0.9999	12.84	14.428	2	7.21	87.47	> 0.9999	17.95	45.464	2	22.73	106.92	> 0.9999	18.32
	Erreur	13.285	18	0.74			7.45	1.485	18	0.08			2.70	3.827	18	0.21			2.25
	Total	257.438	26				100.00	79.437	26				100.00	245.817	26				100.00
HYST	Facteur	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution
	S-D	0.578	2	0.29	5.37	0.9852	3.95	0.083	2	0.04	19.02	> 0.9999	12.96	0.434	2	0.22	47.37	> 0.9999	7.81
	$\varnothing_{\text{à } 3mm}$	7.564	2	3.78	70.29	> 0.9999	62.61	0.071	2	0.04	16.27	> 0.9999	10.99	3.298	2	1.65	360.09	> 0.9999	60.46
	Coni	0.937	2	0.47	8.71	0.9977	6.97	0.291	2	0.15	66.36	> 0.9999	47.01	0.596	2	0.30	65.10	> 0.9999	10.79
	Pas	1.862	2	0.93	17.30	> 0.9999	14.73	0.124	2	0.06	28.38	> 0.9999	19.69	1.030	2	0.51	112.42	> 0.9999	18.76
	Erreur	0.969	18	0.05			11.75	0.039	18	0.00			9.35	0.082	18	0.00			2.19
	Total	11.910	26				100.00	0.609	26				100.00	5.441	26				100.00
RIG	Facteur	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution
	S-D	0.005	2	0.00	11.14	0.9993	10.62	0.007	2	0.00	32.09	> 0.9999	5.80	0.001	2	0.00	36.63	> 0.9999	8.46
	$\varnothing_{\text{à } 3mm}$	0.022	2	0.01	50.82	> 0.9999	52.14	0.079	2	0.04	345.82	> 0.9999	64.35	0.007	2	0.00	234.35	> 0.9999	55.39
	Coni	0.005	2	0.00	12.57	0.9996	12.11	0.013	2	0.01	57.17	> 0.9999	10.48	0.002	2	0.00	68.97	> 0.9999	16.13
	Pas	0.005	2	0.00	12.02	0.9995	11.53	0.021	2	0.01	91.76	> 0.9999	16.94	0.002	2	0.00	72.35	> 0.9999	16.94
	Erreur	0.004	18	0.00			13.60	0.002	18	0.00			2.43	0.000	18	0.00			3.09
	Total	0.041	26				100.00	0.122	26				100.00	0.013	26				100.00

Tableau 2.23 – ANOVA des facteurs sur la réponse en Couple à Rotation Maximale (CRM), en taille de l'hystérésis (HYST) et en Rigidité durant la transformation de phase directe (RIG) pour des prototypes en Ni-Ti polycristallin soumis à des chargements de flexion à 60°, torsion à 30° et torsion à 100°.

		Flexion-Torsion 30°						F-T 30° : Flexion						F-T 30° : Torsion					
CRM	Facteur	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution
	S-D	18.781	2	9.39	44.93	> 0.9999	6.12	16.845	2	8.42	41.01	> 0.9999	6.91	1.151	2	0.58	15.96	0.9999	4.87
	$\varnothing_{\grave{a}\ 3mm}$	227.423	2	113.71	544.01	> 0.9999	75.63	179.932	2	89.97	438.08	> 0.9999	75.52	15.747	2	7.87	218.26	> 0.9999	70.81
	Coni	16.397	2	8.20	39.22	> 0.9999	5.32	11.446	2	5.72	27.87	> 0.9999	4.64	1.770	2	0.89	24.54	> 0.9999	7.67
	Pas	33.771	2	16.89	80.78	> 0.9999	11.11	25.783	2	12.89	62.77	> 0.9999	10.67	2.819	2	1.41	39.07	> 0.9999	12.41
	Erreur	3.762	18	0.21			1.81	3.697	18	0.21			2.25	0.649	18	0.04			4.24
	Total	300.135	26				100.00	237.702	26				100.00	22.137	26				100.00
HYST	Facteur							SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution
	S-D							0.977	2	0.49	44.90	> 0.9999	8.79	0.033	2	0.02	58.21	> 0.9999	6.73
	$\varnothing_{\grave{a}\ 3mm}$							7.476	2	3.74	343.59	> 0.9999	68.62	0.293	2	0.15	516.06	> 0.9999	60.60
	Coni							0.714	2	0.36	32.80	> 0.9999	6.37	0.072	2	0.04	127.34	> 0.9999	14.87
	Pas							1.500	2	0.75	68.93	> 0.9999	13.61	0.079	2	0.04	139.28	> 0.9999	16.27
	Erreur							0.196	18	0.01			2.60	0.005	18	0.00			1.53
	Total							10.862	26				100.00	0.483	26				100.00
RIG	Facteur							SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution
	S-D							0.005	2	0.00	35.36	> 0.9999	11.55	0.002	2	0.00	11.82	0.9995	7.22
	$\varnothing_{\grave{a}\ 3mm}$							0.025	2	0.01	192.19	> 0.9999	64.28	0.013	2	0.01	98.12	> 0.9999	64.82
	Coni							0.005	2	0.00	40.21	> 0.9999	13.18	0.001	2	0.00	8.69	0.9977	5.13
	Pas							0.003	2	0.00	20.66	> 0.9999	6.61	0.003	2	0.00	22.19	> 0.9999	14.14
	Erreur							0.001	18	0.00			4.37	0.001	18	0.00			8.68
	Total							0.039	26				100.00	0.020	26				100.00

Tableau 2.24 – ANOVAdes facteurs sur la réponse en Couple à Rotation Maximale (CRM), en taille de l'hystérésis (HYST) et en Rigidité durant la transformation de phase directe (RIG) pour des prototypes en Ni-Ti polycristallin soumis à des chargements combinés de flexion à 60° et torsion à 30°.

		Flexion-Torsion 100°						F-T 100° : Flexion						F-T 100° : Torsion					
CRM	Facteur	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution
	S-D	54.757	2	27.38	46.47	> 0.9999	7.19	22.798	2	11.40	54.50	> 0.9999	9.04	14.222	2	7.11	48.17	> 0.9999	8.10
	∅à 3mm	504.111	2	252.06	427.85	> 0.9999	67.51	182.381	2	91.19	435.98	> 0.9999	73.46	107.999	2	54.00	365.78	> 0.9999	62.63
	Coni	65.121	2	32.56	55.27	> 0.9999	8.58	14.406	2	7.20	34.44	> 0.9999	5.65	17.361	2	8.68	58.80	> 0.9999	9.92
	Pas	110.372	2	55.19	93.67	> 0.9999	14.66	24.340	2	12.17	58.19	> 0.9999	9.66	29.732	2	14.87	100.70	> 0.9999	17.12
	Erreur	10.604	18	0.59			2.06	3.765	18	0.21			2.20	2.657	18	0.15			2.23
	Total	744.966	26				100.00	247.690	26				100.00	171.971	26				100.00
HYST	Facteur							SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution
	S-D							0.751	2	0.38	54.74	> 0.9999	7.70	0.356	2	0.18	25.71	> 0.9999	6.86
	∅à 3mm							7.412	2	3.71	540.11	> 0.9999	77.24	3.088	2	1.54	223.28	> 0.9999	61.70
	Coni							0.442	2	0.22	32.20	> 0.9999	4.47	0.540	2	0.27	39.04	> 0.9999	10.56
	Pas							0.850	2	0.43	61.95	> 0.9999	8.73	0.874	2	0.44	63.22	> 0.9999	17.27
	Erreur							0.124	18	0.01			1.86	0.124	18	0.01			3.61
	Total							9.579	26				100.00	4.982	26				100.00
RIG	Facteur							SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution	SS	dof	Variance	F-ratio	p-value	Contribution
	S-D							0.003	2	0.00	28.95	> 0.9999	9.53	0.001	2	0.00	69.47	> 0.9999	9.15
	∅à 3mm							0.021	2	0.01	192.89	> 0.9999	65.41	0.008	2	0.00	447.91	> 0.9999	59.74
	Coni							0.005	2	0.00	44.34	> 0.9999	14.77	0.002	2	0.00	109.72	> 0.9999	14.53
	Pas							0.002	2	0.00	18.18	> 0.9999	5.86	0.002	2	0.00	112.03	> 0.9999	14.84
	Erreur							0.001	18	0.00			4.43	0.000	18	0.00			1.74
	Total							0.032	26				100.00	0.014	26				100.00

Tableau 2.25 – ANOVA des facteurs sur la réponse en Couple à Rotation Maximale (CRM), en taille de l'hystérésis (HYST) et en Rigidité durant la transformation de phase directe (RIG) pour des prototypes en Ni-Ti polycristallin soumis à des chargements combinés de flexion à 60° et torsion à 100°.

Chapitre 3

Simulation par éléments finis de la réponse en flexion-torsion des limes endodontiques en AMF

3.1 Modèles éléments-finis de limes endodontiques sollicitées en flexion-torsion combinées 114

3.1.1 Construction géométrique d'un modèle de lime endodontique 114

3.1.2 Maillage d'une lime endodontique 120

3.1.3 Application des conditions aux limites et des chargements de flexion et de torsion 121

3.2 Description des lois de comportement utilisées 122

3.2.1 Modèle phénoménologique adapté aux AMF polycristallins 122

3.2.2 Modèle micromécanique adapté aux AMF monocristallins 125

3.3 Identification des paramètres matériaux 129

3.3.1 Paramètres matériaux utilisés pour le modèle phénoménologique 130

3.3.2 Paramètres matériaux utilisés pour le modèle micromécanique 131

3.4 Simulations par éléments-finis de la réponse en flexion-torsion des limes endodontiques 136

3.4.1 Simulations par éléments-finis de la réponse des limes endodontiques F4© en Ni-Ti polycristallin 136

3.5 Plan d'expériences de Taguchi avec l'approche numérique 137

3.5.1 Présentation du plan d'expériences 137

3.5.2 Approche préliminaire de la modélisation de prototypes en Cu-Al-Be monocristallin 142

3.5.3 Répartition des contraintes et de la fraction volumique de martensite . . 143

3.5.4 Présentation des résultats du plan numérique de Taguchi 147

3.5.5 Conclusion des simulations numériques sur le Cu-Al-Be monocristallin et le plan numérique de Taguchi 147

3.6 Conclusion du chapitre simulations numériques 147

Introduction

En appui à l'approche expérimentale, la méthode des éléments-finis permet d'apporter des résultats locaux, en tout point matériel, inaccessibles avec le dispositif expérimental. Pour cela, le logiciel commercial Abaqus© est utilisé. Son avantage est de pouvoir être interfacé avec des scripts Python© et améliorer la génération des modèles éléments-finis. Il permet également l'implémentation de lois de comportement définies par l'utilisateur par le biais de la routine UMAT (*User-defined MATerial*). Les résultats fournis par ce logiciel permettent de visualiser la répartition des contraintes, des déformations ou du volume occupé par la transformation martensitique.

Dans ce chapitre, un outil numérique de construction de modèle éléments-finis de lime endodontique est présenté suivi de sa description avec la répartition du maillage et les conditions aux limites imposées. Ensuite, les deux modèles thermomécaniques utilisés pour représenter les comportements AMF polycristallin (Ni-Ti) et monocristallin (Cu-Al-Be) sont présentés. La dernière section de ce chapitre présente les résultats issus des simulations effectuées pour prédire numériquement les résultats expérimentaux globaux et analyser les résultats locaux correspondants.

3.1 Modèles éléments-finis de limes endodontiques sollicitées en flexion-torsion combinées

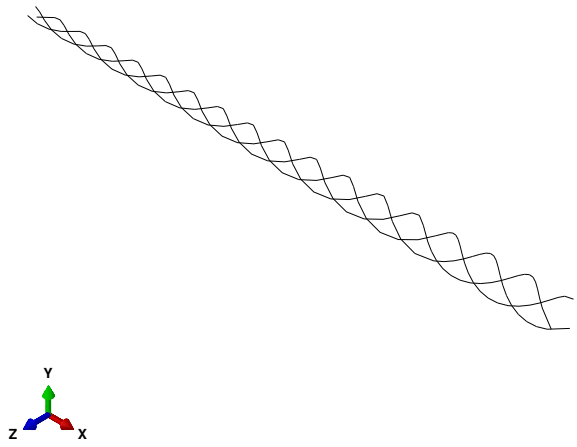
Le dispositif expérimental d'essais présenté au chapitre 2 permet de solliciter en flexion-torsion combinées des limes endodontiques avec différentes caractéristiques géométriques. Un modèle éléments-finis capable de représenter numériquement les conditions expérimentales de chargement est indispensable pour obtenir les informations complémentaires des résultats expérimentaux. Pour cela, un outil de construction de modèle numérique de limes endodontiques est conçu et présenté dans cette section. Cet outil permet de générer des modèles géométriques de limes endodontiques à partir des paramètres de base des différents systèmes et prototypes testés.

3.1.1 Construction géométrique d'un modèle de lime endodontique

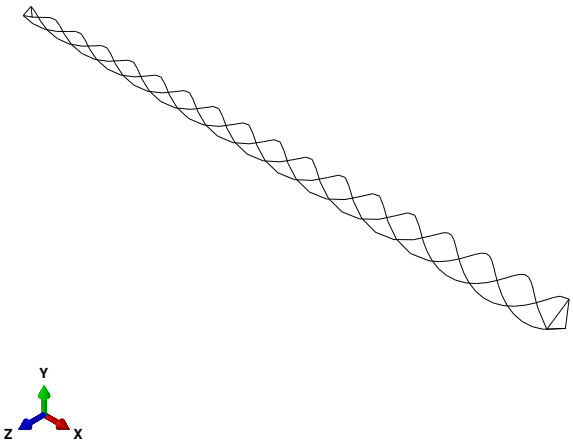
Le banc d'essai permet de tester deux types d'échantillons, des fils et des limes endodontiques. Les fils ont une géométrie très simple assimilable à un cylindre. Les deux paramètres variables sont le diamètre et la longueur.

Les limes endodontiques, quant à elles, possèdent plusieurs paramètres géométriques à prendre en compte : le diamètre de pointe, la conicité, la longueur de la lame, la forme de la section droite et le pas (figure 1.24). Chacun de ces paramètres présente différentes valeurs en fonction des modèles de limes endodontiques. Ce large choix de modèles est destiné à permettre aux dentistes de s'adapter aux nombreuses situations cliniques rencontrées lors d'un traitement endodontique. Les différentes géométries disponibles sur le marché nécessitent d'avoir un outil capable de générer fidèlement les modèles CAO correspondants, avec des paramètres géométriques différents. Avoir un outil de construction de lime souple et efficace est donc nécessaire pour être capable de

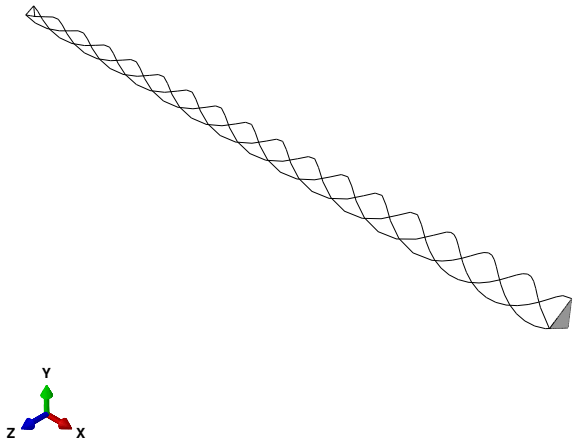
générer un modèle géométrique adapté. Pour cela, un programme est associé aux fonctions de constructions d'Abaqus© et génère les modèles géométriques des limes endodontiques en fonction de plusieurs paramètres géométriques.



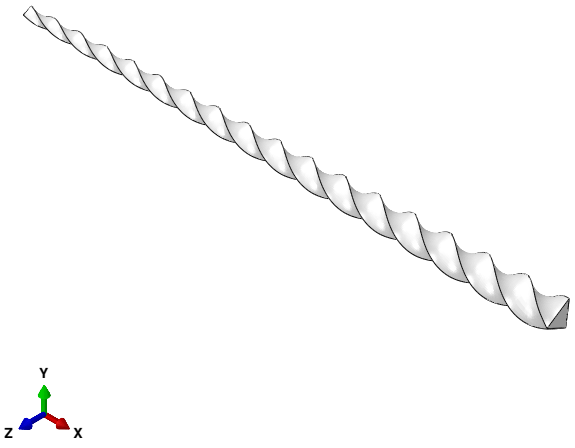
(a) Étape 1 : Création des arêtes.



(b) Étape 2 : Création des sections droites.



(c) Étape 3 : Création des faces de sections droites aux extrémités.



(d) Étape 4 : Création des faces entre arêtes - Lime complète.

Figure 3.1 – Etapes de construction d'une lime endodontique.

Pour construire numériquement un modèle géométrique de lime endodontique, il est nécessaire de prendre en compte tous ces paramètres, des plus basiques, comme le diamètre de pointe d_p, le diamètre de tige d_t la conicité C, la longueur de la lame active L, la longueur du pas l_{pas} (figure 1.24) aux plus complexes comme la variation du pas, et de la conicité, la forme de la

section droite et ses variations. Les quatre premiers paramètres sont liés par la relation (3.1) et sont la base pour la génération d'une géométrie volumique d'une lime endodontique.

$$C = \frac{d_t - d_p}{L} \times 100 \tag{3.1}$$

Génération d'une arête de coupe

La figure 3.1 montre les étapes de réalisation d'une lime endodontique. La première étape consiste à générer les arêtes de l'outil comme présenté dans la figure 3.1a. Pour cela, l'axe de l'outil est colinéaire avec l'axe $\vec{x}$ du repère global et passe par l'origine de ce repère. Les relations suivantes sont utilisées pour déterminer la position d'un point positionné sur une arête A :

$$\begin{cases} A_x = l \\ A_y = (r_p(L-l) + r_t l)\, sin(\psi) \\ A_z = (r_p(L-l) + r_t l)\, cos(\psi) \end{cases} \tag{3.2}$$

où l est la position sur l'axe $\vec{x}$ d'un point d'une arête (avec $0 \leq l \leq L$), r_p est le rayon de pointe, r_t est le rayon de tige et ψ est l'angle formé entre le point d'origine de l'arête (situé à $l = 0$) et le point à la longueur l. Cela se traduit par la relation $\psi = \frac{-2\pi l}{l_{pas} \times n_{filet} \times L}$ où n_{filet} est le nombre d'arêtes d'une lime endodontique. Ainsi, pour générer les différentes arêtes d'une lime, il suffit d'ajouter une constante à l'expression de ψ correspondant au déphasage angulaire entre deux arêtes. De plus, les variations du pas ou de la conicité peuvent être exprimées en fonction de la position l. L'expression de ces variations dépend du modèle de lime. La position d'un point selon les équations (3.2) peut être interprétée comme la position d'un point sur un cercle dans le plan YZ et de position l sur l'axe $\vec{x}$. L'évolution sur l'axe $\vec{x}$ de l entre 0 et L entraîne une variation du cercle circonscrit d'un rayon minimal r_p jusqu'à un rayon maximal r_t, ainsi qu'une rotation progressive de la position du point d'une arête autour de $\vec{x}$.

Génération de la section droite

Avec la position de chacun des points des arêtes, la deuxième étape revient à générer la section droite, comme illustrée dans la figure 3.2. Les arêtes deviennent alors les sommets de la section droite. Pour cela, on se place dans le plan YZ. La position de F, un point positionné sur une face, peut être exprimée en fonction de sa position entre deux points placés sur les arêtes A_1 et A_2 avec le système d'équations (3.3).

$$\begin{cases} F_x = P_x \\ F_y = P_y + f(r) \times sin(\beta + \frac{\pi}{2}) \\ F_z = P_z + f(r) \times cos(\beta + \frac{\pi}{2}) \end{cases} \tag{3.3}$$

où P est un point positionné sur le segment entre deux sommets d'une section. Il est défini par un vecteur $\vec{P} = \vec{A_1} + r(\vec{A_2} - \vec{A_1}) = (P_x, P_y, P_z)$ avec r le rapport entre les distances $|\overrightarrow{A_1P}|$ et $|\overrightarrow{A_1A_2}|$, $\vec{d} = (d_x, d_y, d_z) = \overrightarrow{A_1A_2}$ est le vecteur qui détermine la valeur de l'angle β formé entre

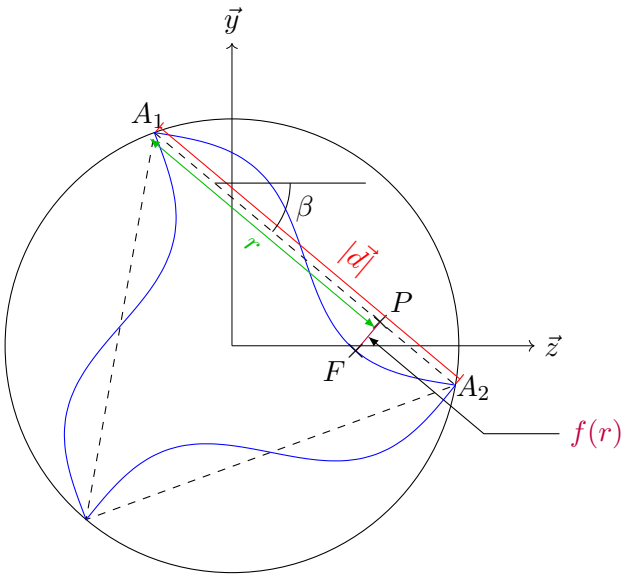


Figure 3.2 – Représentation de la construction d'une section droite symétrique.

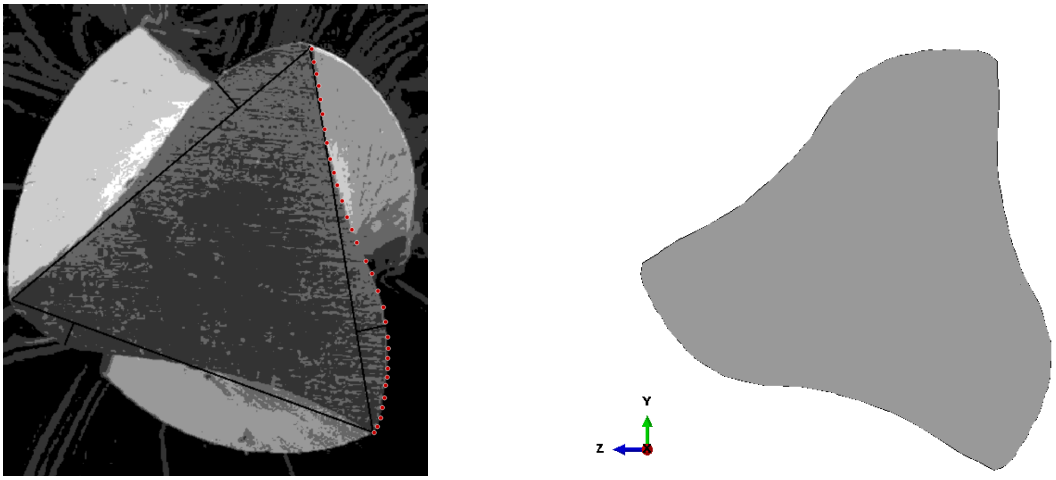
le vecteur $\vec{d}$ et l'axe $\vec{z}$. Il est déterminé selon les équations (3.4).

$$\begin{cases} \beta = arctan\left(\frac{d_y}{d_z}\right) & \text{, si } d_y > 0 \text{ et } d_z > 0 \\ \beta = \pi - arctan\left(\frac{d_y}{d_z}\right) & \text{, si } d_y > 0 \text{ et } d_z < 0 \\ \beta = -arctan\left(\frac{d_y}{d_z}\right) & \text{, si } d_y < 0 \text{ et } d_z > 0 \\ \beta = -\pi + arctan\left(\frac{d_y}{d_z}\right) & \text{, si } d_y < 0 \text{ et } d_z < 0 \\ \beta = -\frac{\pi}{2} & \text{, si } d_y \leq 0 \text{ et } d_z = 0 \\ \beta = \frac{\pi}{2} & \text{, si } d_y > 0 \text{ et } d_z = 0 \end{cases} \tag{3.4}$$

La fonction $f(r)$ est la distance entre la courbe de la forme de la section droite et le segment $[A_1A_2]$. Elle doit respecter les conditions présentées dans (3.5). En plus de ces conditions, la fonction doit également correspondre à des géométries réalisables industriellement et rester cohérente avec la lime endodontique représentée. Cela ce traduit mathématiquement par :

$$\begin{cases} f : \begin{vmatrix} [0,1] & \mapsto & \mathbb{R} \\ r & \mapsto & f(r) \end{vmatrix} \\ f(0) = 0 \\ f(1) = 0 \end{cases} \tag{3.5}$$

Une autre méthode consiste à utiliser une image en microscopie électronique à balayage de la section droite d'une lime endodontique et reprendre le tracé d'une arête de cette section point par point. Ainsi, pour une section droite avec une forme globalement triangulaire, à l'image de la section droite du HeroShaper© (figure 1.25c), le tracé précis d'une face peut être repris. En considérant la longueur d'une face du triangle comme égale à 1 et représentant l'axe $\vec{x}$ d'un



(a) Nuage de point d'une arête de section de lime endodontique HeroShaper© **(b)** Modélisation de la section droite avec la méthode du nuage de point

Figure 3.3 – Construction d'une section droite à l'aide d'une reconnaissance d'image. Exemple pour une section du type HeroShaper©

repère orthonormé en 2 dimensions, un nuage de points suivant l'arête de la section droite permet d'identifier la forme précise de l'arête. La variation de hauteur de ces points donne leur position selon l'axe $\vec{y}$. De cette façon, les coordonnées des points rouges de la figure 3.3a représentent le nuage de points de la face de la section droite. Ainsi, pour chaque face et de façon homothétique, le modèle de lime endodontique reconstruit la section droite à partir de ces coordonnées (figure 3.3).

Pour la génération de sections droites avec une forme asymétrique à l'image du système RevoS©, la méthode consiste à définir chaque point du modèle géométrique de lime endodontique comme présenté précédemment. Ensuite, une face de la section droite est sélectionnée pour être rapprochée de l'axe de la lime. Cela a pour effet de simuler une passe plus profonde d'un outil d'usinage. La figure 3.4 illustre la méthode de construction d'une section asymétrique. Tout d'abord, un point de référence A_{ref} est sélectionnée. De ce point, on détermine deux nouveaux points A_{n1} et A_{n2} disposées sur les deux faces adjacentes au point de référence. Ces deux nouveaux points correspondent à des translations des points d'origines A_{o1} et A_{o2} vers le point de référence. Une telle translation se définit avec le paramètre a, le ratio entre la distance d'une arête d'origine à l'arête de référence et de la nouvelle arête à l'arête de référence. Une nouvelle face, opposée au point de référence, est ensuite créée entre les deux nouveaux points. Cette opération modélise un enlèvement de matière plus prononcé sur une face. Après avoir obtenu le squelette filaire de la lime endodontique, il est désormais nécessaire de créer un modèle géométrique exploitable par le logiciel avec la création des faces de l'outil.

Génération des faces

Afin d'avoir un modèle géométrique utilisable par le logiciel Abaqus©, il est nécessaire de générer les faces de la version numérique. Les sections aux extrémités de l'outil ainsi que les

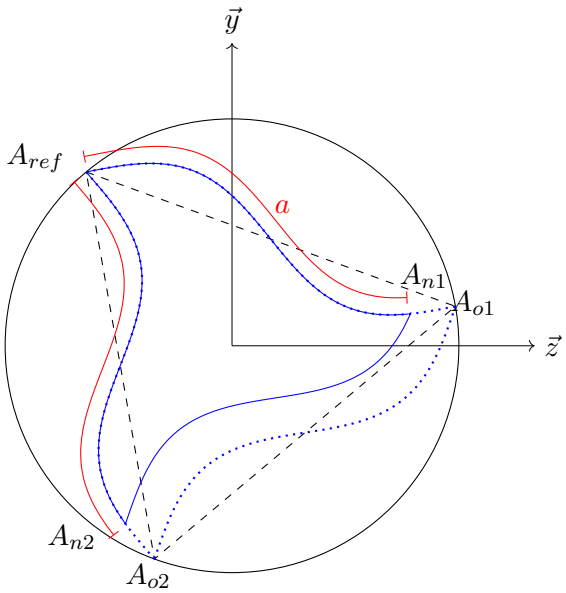


Figure 3.4 – Représentation de la construction d'une section droite asymétrique.

faces comprises entre chaque arête sont alors construites comme présenté dans les figures 3.1b et 3.1c. Pour cela, une fonction native du logiciel de simulation par éléments-finis permet de créer des surfaces en sélectionnant les groupes de lignes qui composent son contour. L'opération est terminée lorsque la CAO obtenue est un volume fermé (figure 3.1d).

Limitation pour la construction de limes endodontiques

Avec cet outil, une multitude de géométries de limes endodontiques peuvent être réalisées rapidement. De plus, le programme de génération peut continuer à évoluer avec l'apport de nouvelles fonctions pour la réalisation d'autres formes de sections droites, de variation du pas ou de la conicité. Son utilisation, bien qu'adaptée au logiciel Abaqus©, peut être exportée vers d'autres logiciels éléments-finis en effectuant des modifications dans le code de programmation. Il reste cependant des obstacles où une amélioration du programme est nécessaire. Par exemple, le modèle paramétrique ne permet pas la génération d'instruments avec une variation du nombre d'arêtes. En effet, la génération d'instruments endodontiques avec une section droite changeante le long de la lame, à l'image du OneShape© (figure 1.26), n'est pas implémentée et semble difficile à réaliser avec les outils de conception proposés par Abaqus©. Enfin, une telle génération pré-suppose que l'instrument numériquement simulé dispose d'une géométrie parfaite et homothétique, ce qui n'est jamais le cas. Ce modèle ne saurait pas modéliser les imperfections et défauts d'usinage et ne générera qu'une version simplifiée et idéale d'une géométrie réelle souvent plus complexe.

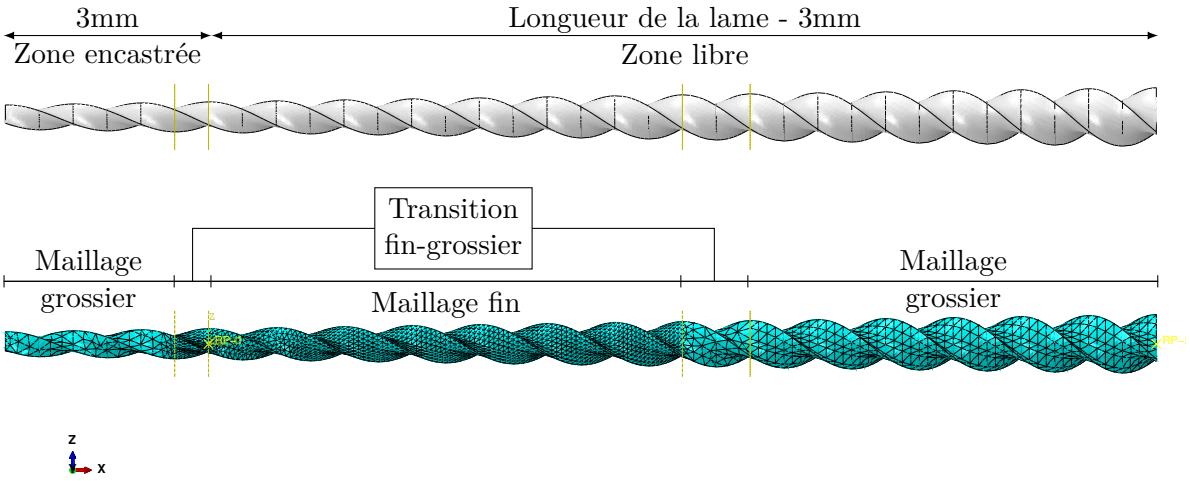


Figure 3.5 – Description des différentes zones de maillages pour une lime endodontique (le même découpage est réalisé pour un fil).

3.1.2 Maillage d'une lime endodontique

Les essais réalisés sont applicables à deux types d'échantillons, les limes endodontiques et les fils de faibles diamètres. Lors de la discrétisation par éléments-finis d'un échantillon, le même protocole est utilisé. La taille des éléments est adaptée à la taille et à la zone étudiée de l'échantillon. La figure 3.5 montre la répartition des zones de maillage sur la longueur d'un échantillon modélisé. L'échantillon est séparé en deux zones, du côté "pointe" au côté "tige" de l'échantillon :

Zone encastrée : zone d'une longueur de 3 mm, les éléments ont une taille grossière et ont une répartition désordonnée. Les éléments dans cette zone ne sont soumis à aucun mouvement puisque leurs nœuds sont liés au point de référence de flexion visible dans la figure 3.6. Le maillage dans cette zone est grossier, la taille des éléments correspond au rayon de tige excepté une partie de transition de 0.5 mm positionnée à côté de la zone libre où la taille des éléments diminue.

Zone libre : zone de la lime après les 3 premiers millimètres côté pointe. Une première partie présente des éléments avec une taille de 0.08 mm répartis de manière ordonnée. C'est dans cette partie que se concentre la majorité des contraintes comme cela a été vu dans les travaux précédents de (Vincent et al., 2015). A l'autre extrémité de cette zone, côté tige, une partie où le maillage est grossier, présente un comportement élastique. Cette stratégie de maillage aboutit à un compromis raisonnable entre précision et temps de calcul. Entre les parties où le maillage est fin et grossier, une zone de transition est présente. Elle mesure 1 mm et est positionnée à 10 mm de la zone encastrée.

Le nombre d'éléments varie en fonction de la taille du modèle géométrique. Les éléments choisis pour discrétiser l'échantillon sont tétraédriques à interpolation quadratique (dénominations

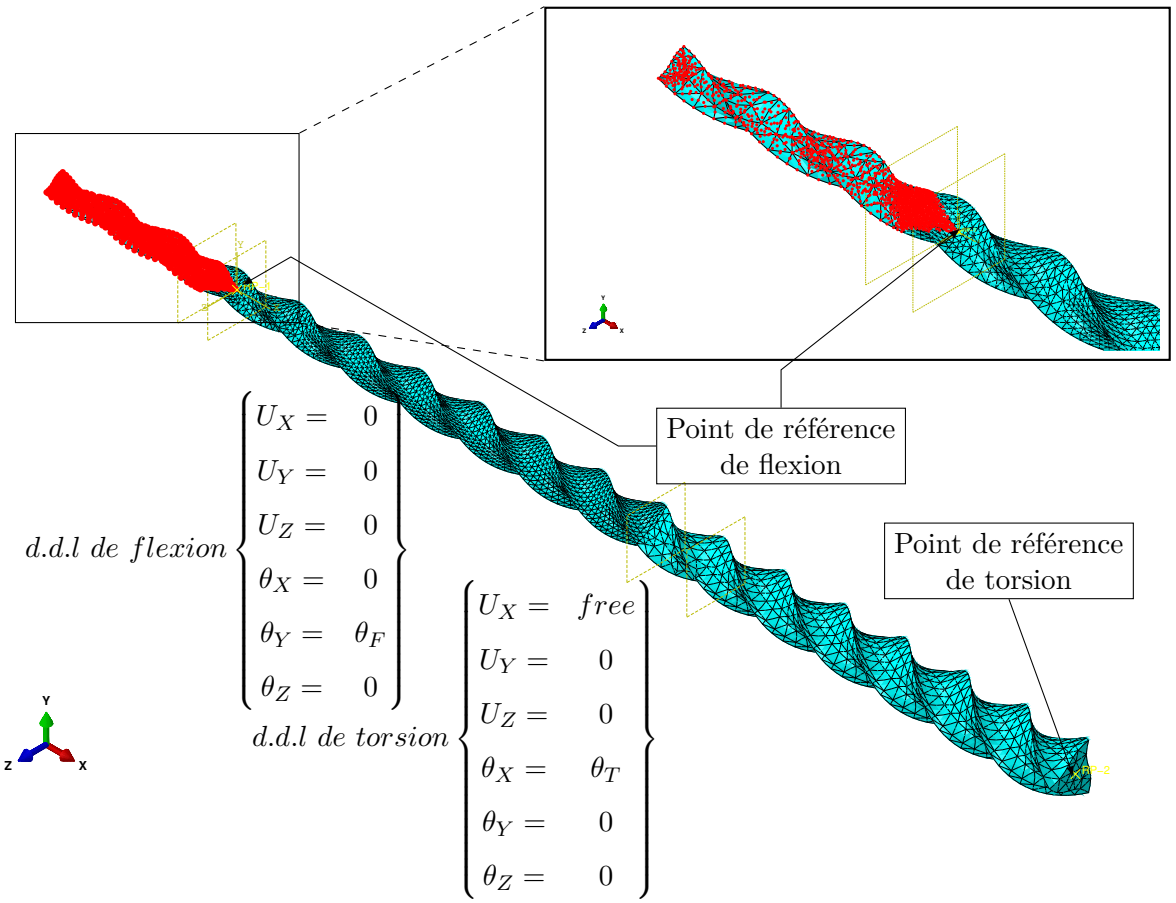


Figure 3.6 – Application des conditions aux limites pour la simulation d'un chargement de flexion-torsion en utilisant la méthode des éléments-finis.

Abaqus© : C3D10). Ces éléments présentent les meilleures performances pour prendre en compte le phénomène de flexion par rapport aux éléments à interpolation linéaire. Un modèle de lime endodontique peut être composé de 20 000 à 30 000 éléments selon la forme de la lime endodontique représentée. Une augmentation de ce nombre d'éléments peut sensiblement améliorer la précision des résultats, mais cela se fait au détriment du temps de calcul. Ainsi, les choix réalisés sont des compromis entre rapidité et précision.

3.1.3 Application des conditions aux limites et des chargements de flexion et de torsion

Cette partie présente comment les conditions aux limites appliquées par le dispositif d'essais sur un échantillon sont reportées dans un modèle éléments-finis. La figure 3.6 illustre les zones où sont appliquées les conditions aux limites et chargements de flexion et de torsion. Pour les générer, deux points de références sont utilisés. Ils sont positionnés sur l'axe neutre de la lime testée. Le point de référence d'application de la torsion est situé sur l'extrémité de la structure. Ce point entraîne, grâce à une liaison rigide, tous les nœuds présents sur la surface côté tige de

la structure. Les degrés de liberté (d.d.l) de ce point de référence sont égaux à 0, à l'exception de la rotation autour de l'axe x et de la translation le long de ce même axe. Cette translation est laissée libre puisqu'elle représente la liberté laissée par la liaison glissière entre les sous-ensembles de flexion et de torsion au niveau du dispositif expérimental (figure 2.9). Le point de référence de la flexion est positionné à 3 mm du côté pointe de l'outil. Il est lié aux nœuds présents sur les 3 premiers millimètres de l'échantillon côté pointe. Les degrés de liberté du point de référence de flexion sont égaux à 0, à l'exception de la rotation autour de l'axe $\vec{y}$, utilisée pour appliquer le chargement de flexion. Cette rotation s'applique suivant un axe orthogonal à l'axe de l'échantillon. L'encastrement de la pointe de l'échantillon est réalisé grâce à l'immobilisation du point de référence en flexion et à ses liaisons avec tous les nœuds de la pointe.

Avec cette approche pour la modélisation des conditions aux limites imposées par le dispositif d'essais, on retrouve aux points de références les réponses expérimentales de la structure lors des chargements correspondants. La réponse en couple pour la torsion correspond au moment de réaction au niveau du point de référence en torsion. La réponse en couple pour la flexion correspond au moment de réaction au niveau du point de référence de flexion selon un axe orthogonal à celui de l'échantillon. De plus, la liberté de translation laissée au point de torsion permet à la lime de se déplacer librement et d'éviter d'appliquer une sollicitation supplémentaire de traction inexistante au niveau expérimental.

Enfin, pour éviter les concentrations de contraintes au niveau de la pointe, la liaison entre le point de référence de flexion et les nœuds de la pointe est progressive. Les nœuds positionnés sur les 3 mm de la pointe sont liés au point de référence de flexion, à l'exception des nœuds proches de ce point de référence et des bords de la lime. Ainsi, un cône d'une hauteur de 0.5 mm, dont l'axe est confondu avec l'axe de l'échantillon et sa base positionnée du côté pointe, délimite les nœuds (à l'intérieur du cône) liés au point de référence de flexion et les nœuds libres (à l'extérieur du cône).

3.2 Description des lois de comportement utilisées

Les deux modèles thermomécaniques utilisés pour décrire le comportement du NiTi polycristallin et du Cu-Al-Be monocristallin sont présentés. En premier lieu, le modèle phénoménologique de (Chemisky et al., 2011) utilisé pour représenter le comportement du Ni-Ti polycristallin est présenté. Dans un second lieu, le modèle micromécanique de (Collard and Ben Zineb, 2012) utilisé pour caractériser le comportement Cu-Al-Be monocristallin est introduit. Ces deux modèles sont déjà implémentés dans le code de calcul par éléments-finis d'Abaqus© via une subroutine UMAT.

3.2.1 Modèle phénoménologique adapté aux AMF polycristallins

Le comportement thermomécanique du Ni-Ti polycristallin est décrit à l'aide d'un modèle développé par (Chemisky et al., 2011) sur la base des travaux réalisés par (Peultier et al., 2006, 2008). Sa formulation thermodynamique décrit les effets de la transformation martensitique directe et inverse, de réorientation et d'accommodation des macles. Ce modèle utilise quatre

variables internes. Deux sont scalaires, la fraction volumique de martensite globale et la fraction volumique de martensite orientée, et deux sont tensorielles, l'orientation moyenne des déformations de transformation martensitique directe/inverse et de la déformation induite par la formation de martensite auto-accommodée. Dans ce modèle, le tenseur de déformation totale, $\boldsymbol{\varepsilon}$, se décompose de la manière suivante :

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon}^{el} + \boldsymbol{\varepsilon}^{th} + \boldsymbol{\varepsilon}^{T} + \boldsymbol{\varepsilon}^{twin} \tag{3.6}$$

où :

- $\boldsymbol{\varepsilon}^{el}$ est le tenseur de déformations élastiques, il est décrit selon la loi de Hooke : $\boldsymbol{\varepsilon}^{el} = \mathbb{S} : \boldsymbol{\sigma}$ où $\mathbb{S}$ est le tenseur des souplesses d'ordre 4, supposé identique pour l'austénite et la martensite. $\boldsymbol{\sigma}$ est le tenseur des contraintes moyennes sur le Volume Élémentaire Représentatif (VER) correspondant à un point matériel de la structure et considéré comme représentatif de la microstructure polycristalline de l'AMF en Ni-Ti ;
- $\boldsymbol{\varepsilon}^{th}$ est le tenseur des déformations induites par la dilatation thermique, il est caractérisé par l'équation $\boldsymbol{\varepsilon}^{th} = \boldsymbol{\alpha}(T - T_{ref})$ où $\boldsymbol{\alpha}$ est le tenseur de dilatation thermique, T est la température courante du VER et T_{ref} est la température de référence où $\boldsymbol{\varepsilon}^{th} = 0$;
- $\boldsymbol{\varepsilon}^{T}$ est le tenseur des déformations de transformation induites par l'orientation des variantes de martensite, traduit par la formulation $\boldsymbol{\varepsilon}^{T} = f\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{T}$ avec f la fraction volumique de martensite sur le VER et $\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{T}$ traduit l'orientation moyenne de la déformation de transformation due à la formation de martensite orientée ;
- $\boldsymbol{\varepsilon}^{twin}$ est le tenseur des déformations induites par l'accommodation des variantes de martensite décrit par $\boldsymbol{\varepsilon}^{twin} = f^{FA}\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{twin}$ avec f^{FA} la fraction volumique de martensite auto-accommodée et $\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{twin}$ traduit l'orientation moyenne de la déformation due à la formation de martensite auto-accommodée.

L'équation (3.6) peut alors se réécrire sous la forme :

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \mathbb{S} : \boldsymbol{\sigma} + \boldsymbol{\alpha}(T - T_{ref}) + f\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{T} + f^{FA}\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{twin} \tag{3.7}$$

Le potentiel thermodynamique du VER au sens de l'enthalpie libre de Gibbs (3.8) est alors défini par l'expression suivante (Chemisky et al., 2011) :

$$\begin{aligned} G = &- TS^{A} + B(T - T_0)f - \frac{1}{2}\boldsymbol{\sigma} : \mathbb{S} : \boldsymbol{\sigma} - \boldsymbol{\sigma} : \boldsymbol{\alpha}\Delta T \\ &- \boldsymbol{\sigma} : \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{T} f - \boldsymbol{\sigma} : \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{twin} f^{FA} + \frac{1}{2} f H_{\varepsilon} \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{T} : \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{T} + \frac{1}{2} H_f f^2 \\ &+ \frac{1}{2} f^{FA} H_{twin} \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{twin} : \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{twin} + C_v \left[(T - T_{ref}) - T log\left(\frac{T}{T_{ref}}\right) \right] \end{aligned} \tag{3.8}$$

où S^{A} (ou S^{M}) est l'entropie de l'austénite (ou de la martensite), T_0 est la température d'équilibre de la transformation, $B = -\Delta S$ est la variation linéaire de l'entropie autour de T_0, H_{ε}, H_f, H_{twin} sont des paramètres d'interactions intra et inter-granulaire au niveau du VER et C_v est la chaleur spécifique de l'AMF supposée égale dans les deux phases. Dans l'équation de

Clausius-Duhem, l'énergie totale du système est maintenant définie par l'équation (3.8). Pour obtenir l'équation suivante, on remplace $\dot{G}$ par sa dérivée totale :

$$-\frac{\partial G}{\partial \boldsymbol{\sigma}} : \dot{\boldsymbol{\sigma}} - \frac{\partial G}{\partial T}\dot{T} - \frac{\partial G}{\partial V_k} : \dot{V_k} - \dot{\boldsymbol{\sigma}} : \boldsymbol{\varepsilon} - \vec{q} \cdot \frac{\overrightarrow{gradT}}{T} \geq 0 \tag{3.9}$$

Où l'inégalité de Clausius-Duhem est exprimée en fonction des variables d'état $\boldsymbol{\sigma}$ et T, des variables internes V_k (f, f^{FA}, $\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^T$, $\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{twin}$), du flux de chaleur $\vec{q}$, ainsi que des constantes matériaux. C'est à partir de cette inégalité que sont dérivées les expressions des forces motrices où $\boldsymbol{\sigma}^d$ est la partie déviatorique du tenseur de contraintes :

$$\begin{aligned} A_f = \frac{\partial G}{\partial f} =& B(T - T_0) f - \boldsymbol{\sigma} : \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^T - f^{FA}\boldsymbol{\sigma} : \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{twin} \\ &+ \frac{1}{2} H_\varepsilon \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^T : \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^T + \frac{1}{2} H_f f + \frac{1}{2} H_{twin} \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{twin} : \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{twin} \end{aligned} \tag{3.10}$$

$$A_{\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^T} = \frac{\partial G}{\partial \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^T} = -f\boldsymbol{\sigma}^d + f H_\varepsilon \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^T \tag{3.11}$$

$$A_{\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{twin}} = \frac{\partial G}{\partial \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{twin}} = -f^{FA}\boldsymbol{\sigma}^d + f^{FA} H_{twin} \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{twin} \tag{3.12}$$

Les forces motrices présentées dans les équations (3.10), (3.11) et (3.12) correspondent aux processus dissipatifs. Les autres forces motrices sont détaillées dans (Chemisky et al., 2011). Des forces critiques sont comparées à ces trois forces motrices pour tenir compte des propriétés d'hystérésis de la transformation de phase. Une loi d'évolution spécifique, dépendante de f est adoptée pour f^{FA} et remplace la force motrice associée à cette variable interne :

$$\dot{f^{FA}} = \xi^{FA}\dot{f} \text{ avec } \begin{cases} \xi^{FA} = \frac{\bar{\varepsilon}^T_{SAT} - \bar{\varepsilon}^T_{eq}}{\bar{\varepsilon}^T_{SAT}}, \text{ si } \dot{f} > 0 \\ \xi^{FA} = \frac{f_r^{FA}}{f_r}, \text{ si } \dot{f} < 0 \end{cases} \tag{3.13}$$

où $\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^T_{SAT}$ est un paramètre matériau caractérisant la déformation de transformation maximale, $\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^T_{eq}$ est la déformation de transformation moyenne équivalente de Mises, f_r est la fraction volumique de martensite et f_r^{FA} la fraction volumique de martensite auto-accommodée, toutes deux exprimées lors de la transformation inverse. Cela conduit aux critères de transformation de phase, d'orientation et d'accommodation des macles et offre la possibilité d'établir le diagramme de transformation visible sur la figure 1.4a. L'évolution de ces critères permet de déduire l'activation des mécanismes de transformation et des lois d'évolution des variables internes en admettant la condition de cohérence. Les propriétés de dissymétrie en traction-compression, de boucle interne et de saturation de transformation sont gérées de manière spécifique. Ce modèle de comportement a été implémenté dans le code Abaqus© et sa réponse a été validée expérimentalement sur des essais simples et complexes après avoir identifié les paramètres matériau correspondant (Chemisky et al., 2011).

3.2.2 Modèle micromécanique adapté aux AMF monocristallins

Le comportement thermomécanique du Cu-Al-Be monocristallin est décrit à l'aide d'un modèle proposé par (Patoor et al., 1989, 1996) et (Niclaeys et al., 2002), puis implémenté dans le code éléments-finis d'Abaqus© par (Merzouki et al., 2010) et (Collard and Ben Zineb, 2012). Ce modèle est basé sur une approche inspirée de la plasticité cristalline où l'activation des variantes de martensite dans le réseau cristallin caractérise le comportement thermomécanique au niveau du monocristal. Cette loi de comportement considère la fraction volumique de martensite de chaque variante de martensite par le biais de 24 variables internes. Chacune de ces variantes est caractérisée par deux vecteurs, l'un normal au plan d'habitat $\vec{n}$ et l'autre définit la direction de transformation $\vec{m}$. Le tableau 3.1 donne le sens de ces deux vecteurs pour chacune des variantes d'un cristal de Cu-Al-Be.

La figure 1.2 montre cette description sur une variante de martensite dans le repère du monocristal. Une matrice de rotation définit la position du système de coordonnées local, lié au cristal, par rapport au système de coordonnées global. Elle caractérise l'orientation du réseau cristallin. $\tilde{\varepsilon}^n$ est la déformation de transformation intrinsèque de chaque variante n et dépend alors de ses deux vecteurs $\vec{n}^n$ et $\vec{m}^n$, ainsi que de l'intensité de distorsion g. Elle est définie par l'équation (3.14) :

$$\tilde{\varepsilon}_{ij}^n = \frac{1}{2} g \left(m_i^n n_j^n + m_j^n n_i^n \right) = \frac{1}{2} g R_{ij}^n \tag{3.14}$$

où R^n est la partie symétrique du tenseur de Schmid de la variante n. Dans le cas d'une activation de plusieurs variantes simultanément, la déformation de transformation globale ε^{tr} est la résultante de la déformation de chacune des variantes n pondérée de sa fraction volumique $f^n = \frac{V^n}{V^{VER}}$ respective comme définie par l'équation (3.15).

$$\varepsilon_{ij}^{tr} = \sum_n \tilde{\varepsilon}_{ij}^n f^n \tag{3.15}$$

où V^n est le volume occupé par la variante de martensite n et V^{VER} est le volume total du VER correspondant à un point matériel de la structure. Le processus de transformation de phase est alors caractérisé par la fraction volumique des 24 variantes comme variables internes, avec comme conditions de saturation les relations suivantes :

$$0 < f^n < 1 \text{ et } \sum_n f^n \leq 1$$

En considérant la déformation de transformation globale avec la déformation élastique et la déformation thermique puis, en appliquant le premier principe de la thermodynamique, le modèle micromécanique est obtenu en dérivant l'expression de l'énergie libre de Gibbs exprimée au niveau du réseau cristallin :

$$\Delta G\left(\boldsymbol{\sigma}, T, f^n\right) = \sigma_{ij}\varepsilon_{ij} - \Delta G_{ch} - W_{elas} - W_{inter} \tag{3.16}$$

Variante	$\vec{n}_1$	$\vec{n}_2$	$\vec{n}_3$	$\vec{m}_1$	$\vec{m}_2$	$\vec{m}_3$
1	-0.168	0.688	0.705	-0.121	-0.725	0.678
2	-0.168	0.705	0.688	-0.121	0.678	-0.725
3	0.168	0.688	0.705	0.121	-0.725	0.678
4	0.168	0.705	0.688	0.121	0.678	-0.725
5	-0.688	-0.168	0.705	0.725	-0.121	0.678
6	-0.705	-0.168	0.688	-0.678	-0.121	-0.725
7	-0.688	0.168	0.705	0.725	0.121	0.678
8	-0.705	0.168	0.688	-0.678	0.121	-0.725
9	-0.168	-0.688	0.705	-0.121	0.725	0.678
10	-0.168	-0.705	0.688	-0.121	-0.678	-0.725
11	0.168	-0.688	0.705	0.121	0.725	0.678
12	0.168	-0.705	0.688	0.121	-0.678	-0.725
13	0.705	-0.168	0.688	0.678	-0.121	-0.725
14	0.688	-0.168	0.705	-0.725	-0.121	0.678
15	0.705	0.168	0.688	0.678	0.121	-0.725
16	0.688	0.168	0.705	-0.725	0.121	0.678
17	0.688	-0.705	0.168	-0.725	-0.678	0.121
18	0.705	-0.688	0.168	0.678	0.725	0.121
19	-0.688	0.705	0.168	0.725	0.678	0.121
20	-0.705	0.688	0.168	-0.678	-0.725	0.121
21	-0.705	-0.688	0.168	-0.678	0.725	0.121
22	-0.688	-0.705	0.168	0.725	-0.678	0.121
23	0.705	0.688	0.168	0.678	-0.725	0.121
24	0.688	0.705	0.168	-0.725	0.678	0.121

Tableau 3.1 – Valeurs de $\vec{n}$ and $\vec{m}$ pour un cristal de Cu-Al-Be.

où $\boldsymbol{\sigma}$, $\boldsymbol{\varepsilon}$, G_{ch}, W_{elas} et W_{inter} sont respectivement, les tenseurs des contraintes et des déformations, la variation d'énergie chimique entre les phases austénitique et martensitique, l'énergie élastique et l'énergie d'interface. Cette dernière est négligée à cause de la forme plane des variantes de martensite. L'expression de l'énergie libre de Gibbs est développée pour obtenir l'expression présentée dans l'équation (3.17).

$$\begin{aligned}\Delta G\left(\boldsymbol{\sigma}, T, f^n\right) = &\frac{1}{2}\sigma_{ij}\mathbb{S}_{ijkl}\sigma_{kl} + \sigma_{ij}\varepsilon_{ij}^{tr} + \alpha\delta_{ij}(T - T_0)\sigma_{ij} \\ &- B(T - T_0)\sum_n f^n - \frac{1}{2}\sum_{n,m} f^n H^{nm} f^m\end{aligned} \tag{3.17}$$

L'énergie élastique est exprimée en fonction du tenseur des contraintes moyennes, $\boldsymbol{\sigma}$ et du tenseur des souplesses d'ordre 4, $\mathbb{S}$. L'énergie chimique dépend linéairement de la variation de la température et de la fraction volumique de martensite de chaque variante. L'énergie totale est divisée en une partie due à la déformation élastique, et une autre due à la déformation de transformation ε^{tr} et à une partie due à l'expansion thermique isotrope définie par le scalaire α et le symbole de Kronecker δ_{ij}. Le dernier terme de l'équation (3.17) représente l'énergie d'interaction induite par les incompatibilités entre variantes en fonction d'une matrice d'interaction H^{nm} entre les différentes variantes n et m présentée dans le tableau 3.2. Ce tableau liste les compatibilités et les incompatibilités entre les 24 variantes dans le cas d'une microstructure à mailles cubiques centrées. La prise en compte des conditions sur la fraction volumique de chaque variante est faite par l'intermédiaire du terme (3.18). Le Lagrangien (3.19) est alors constitué par la somme de ΔG (3.17) et du terme (3.18).

$$\psi_{const} = \sum_n \lambda_1^n f^n + \lambda\left(1 - \sum_n f^n\right) \tag{3.18}$$

$$\begin{aligned}\mathcal{L} = \sigma_{ij}\varepsilon_{ij} - \Delta G_{ch} - W_{elas} - W_{inter} = &\frac{1}{2}\sigma_{ij}\mathbb{S}_{ijkl}\sigma_{kl} + \sigma_{ij}\varepsilon_{ij}^{tr} + \alpha\delta_{ij}(T - T_0)\sigma_{ij} \\ &- B(T - T_0)\sum_n f^n - \frac{1}{2}\sum_{n,m} f^n H^{nm} f^m \\ &- \left(\sum_n \lambda_1^n f^n + \lambda\left(1 - \sum_n f^n\right)\right)\end{aligned} \tag{3.19}$$

où λ_1^n, λ_2^n, et λ, sont des multiplicateurs de Lagrange assurant les conditions de transformation à saturation. L'inégalité de Clausius-Duhem présentée dans l'équation (3.20), avec S^{VER} est l'entropie du VER, intègre l'expression de la dérivée totale Lagrangien $\dot{\mathcal{L}}$ (3.21).

$$\dot{\mathcal{L}} - S^{VER}\dot{T} - \vec{q}\cdot\frac{\overrightarrow{gradT}}{T} \geq 0 \tag{3.20}$$

Avec :

$$\dot{\mathcal{L}} = \left(\frac{\partial\mathcal{L}}{\partial\boldsymbol{\sigma}} - \boldsymbol{\varepsilon}\right) : \dot{\boldsymbol{\sigma}} + \frac{\partial\mathcal{L}}{\partial T}\dot{T} + \sum_n\left(\frac{\partial\mathcal{L}}{\partial f^n}\dot{f}^n + \frac{\partial\mathcal{L}}{\partial\lambda_1^n}\dot{\lambda}_1^n + \frac{\partial\mathcal{L}}{\partial\lambda^n}\dot{\lambda}^n\right) \tag{3.21}$$

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24
1	C	C	C	C	I	I	C	I	C	I	C	I	I	C	I	I	I	I	I	C	C	I	I	I
2	C	C	C	C	I	I	I	C	I	C	I	C	C	I	I	I	I	I	C	I	I	C	I	I
3	C	C	C	C	C	I	I	I	C	I	C	I	I	I	I	C	I	C	I	I	I	I	C	I
4	C	C	C	C	I	C	I	I	I	C	I	C	I	I	C	I	C	I	I	I	I	I	I	C
5					C	C	C	C	C	I	I	I	I	C	I	C	C	I	I	I	I	C	I	I
6					C	C	C	C	I	C	I	I	C	I	C	I	I	C	I	I	C	I	I	I
7					C	C	C	C	I	I	C	I	I	C	I	C	I	I	C	I	I	I	I	C
8					C	C	C	C	I	I	I	C	C	I	C	I	I	I	I	C	I	I	C	I
9									C	C	C	C	I	I	I	C	I	I	I	C	C	I	I	I
10									C	C	C	C	I	I	C	I	I	I	C	I	I	C	I	I
11									C	C	C	C	I	C	I	I	I	C	I	I	I	I	C	I
12									C	C	C	C	C	I	I	I	C	I	I	I	I	I	I	C
13													C	C	C	C	I	C	I	I	C	I	I	I
14													C	C	C	C	C	I	I	I	I	C	I	I
15													C	C	C	C	I	I	I	C	I	I	C	I
16													C	C	C	C	I	I	C	I	I	I	I	C
17																	C	C	C	C	I	C	I	C
18																	C	C	C	C	C	I	C	I
19																	C	C	C	C	I	C	I	C
20																	C	C	C	C	C	I	C	I
21																					C	C	C	C
22																					C	C	C	C
23																					C	C	C	C
24																					C	C	C	C

Tableau 3.2 – Matrice symétrique d'interactions H^{nm} avec C le coefficient de compatibilité et I le coefficient d'incompatibilité entre les variantes de martensite.

L'équation (3.20) combinée à l'équation (3.21) conduit aux équations suivantes, qui correspondent aux forces motrices thermodynamiques :

$$\begin{cases} \mathbb{S}_{ijkl}\sigma_{kl} + \alpha\delta_{ij}(T - T_0) + {\varepsilon^{tr}}_{ij} = 0 \\ -B\sum_n f^n - S^{VER} = 0 \\ g\sigma_{ij}R^n_{ij} - B\,(T - T_0)\,e^n - \sum_m H^{nm} f^m - \lambda^n_1 + \lambda e^n = F^n_c \end{cases} \tag{3.22}$$

où $(e^1, ..., e^k)$ est la base canonique de $\mathbb{R}^k$. Les deux premières forces motrices sont égales à 0 puisqu'elles correspondent à la thermoélasticité activée sans dissipation alors que la troisième force motrice est liée à la transformation de phase activée avec dissipation. Ceci justifie l'introduction de F^n_c, la force critique d'activation associée à chacune des variantes n avec une valeur différente pour la transformation directe et la transformation inverse. La température

étant supposée uniforme dans le VER, le gradient de température est égal à 0. La description des équations (3.22) sous leur forme variationnelle permet de déterminer $\dot{f}^n$ le taux de fraction volumique de chacune des variantes de martensite n active :

$$\dot{f}^n = \sum_m \hat{H}^{-1}_{nm} \left[\tilde{\varepsilon}^m_{ij} \mathbb{C}_{ijkl} \dot{\varepsilon}_{kl} - \left(\tilde{\varepsilon}^m_{pq} \mathbb{C}_{pqrs} \dot{\alpha}_{rs} + Be^m \right) \dot{T} \right] \tag{3.23}$$

où $\mathbb{C} = \mathbb{S}^{-1}$ est le tenseur de compliance d'ordre 4 et $\hat{H}_{nm} = H^{nm} + \tilde{\varepsilon}^n_{ij} \mathbb{C}_{ijkl} \tilde{\varepsilon}^m_{kl}$ est une matrice inversible $k^v \times k^v$ où k^v est le nombre de variantes actives. Associer les équations (3.22) et l'équation (3.23) permet de dériver les équations constitutives du modèle micromécanique pour le Cu-Al-Be monocristallin :

$$\dot{\sigma}_{ij} = l_{ijkl} \dot{\varepsilon}_{kl} - m_{ij} \dot{T} \text{ où } \begin{cases} l_{ijkl} = \mathbb{C}_{ijkl} - \sum_{n,m} \mathbb{C}_{ijrs} \tilde{\varepsilon}^n_{rs} \hat{H}^{-1}_{nm} \tilde{\varepsilon}^m_{pq} \mathbb{C}_{pqkl} \\ m_{ij} = \mathbb{C}_{ijkl} \alpha \delta_{kl} - \sum_{n,m} \mathbb{C}_{ijrs} \tilde{\varepsilon}^n_{rs} \hat{H}^{-1}_{nm} \left(Be^m + \tilde{\varepsilon}^m_{pq} \mathbb{C}_{pqkl} \alpha \delta_{kl} \right) \end{cases} \tag{3.24}$$

Ces équations constitutives sont résolues avec une méthode itérative et sont implémentées dans Abaqus© à l'aide d'une UMAT. La résolution numérique et le processus d'implémentation sont détaillés dans (Collard and Ben Zineb, 2012). Ce modèle de comportement utilise des paramètres métallurgiques comme les températures de transformation M_s et A_f, l'orientation cristallographique, la normale au plan d'habitat $\vec{n}^n$ de chaque variante n et sa direction de distorsion $\vec{m}^n$. Il demande également d'identifier les paramètres d'élasticité du matériau, les coefficients de compatibilité et d'incompatibilité, le glissement g et les forces critiques de chaque variante F^n_c. Ces paramètres sont identifiés à partir des essais de traction uni-axiale et de flexion-torsion sur les fils en AMF et sont présentés dans la section suivante.

3.3 Identification des paramètres matériaux

Après avoir décrit chacun des modèles utilisés dans les études numériques, il est nécessaire d'identifier les paramètres à utiliser pour représenter chaque AMF. Les deux modèles ont pour paramètres d'entrés des grandeurs physiques communes comme les températures de transformations M_s et A_f ou l'élasticité (le module d'Young (E) et le coefficient de Poisson (ν) pour le modèle phénoménologique et les coefficients C_{11}, C_{12} et C_{44} du tenseur de compliance d'ordre 4 pour le modèle micromécanique), mais encore des paramètres d'interactions entre les variantes comme C et I pour le modèle micromécanique ou H_ε, H_f et H_{twin} pour le modèle phénoménologique. Les premiers sont identifiables facilement à l'aide de tests de traction uni-axiale et de DSC, présentés au chapitre précédent. Les derniers quant à eux sont plus difficiles à obtenir expérimentalement et nécessitent d'être identifiés numériquement pour obtenir des résultats satisfaisants. La suite de cette section présente les paramètres matériaux identifiés pour les deux modèles.

E [MPa]	ν	ε^T_{trac}	ε^{TFA}_{trac}	ε^T_{comp}
49,000	0.3	0.06	0.05	0.04
B_f [MPa°C^{-1}]	B_r [MPa°C^{-1}]	M_s [°C]	A_f [°C]	r_f
5	7.1	-96	10	0.7
F_ε [MPa]	H_f [MPa]	H_ε [MPa]	H_{twin} [MPa]	H_ε [MPa]
160	30	1000	40,000	10

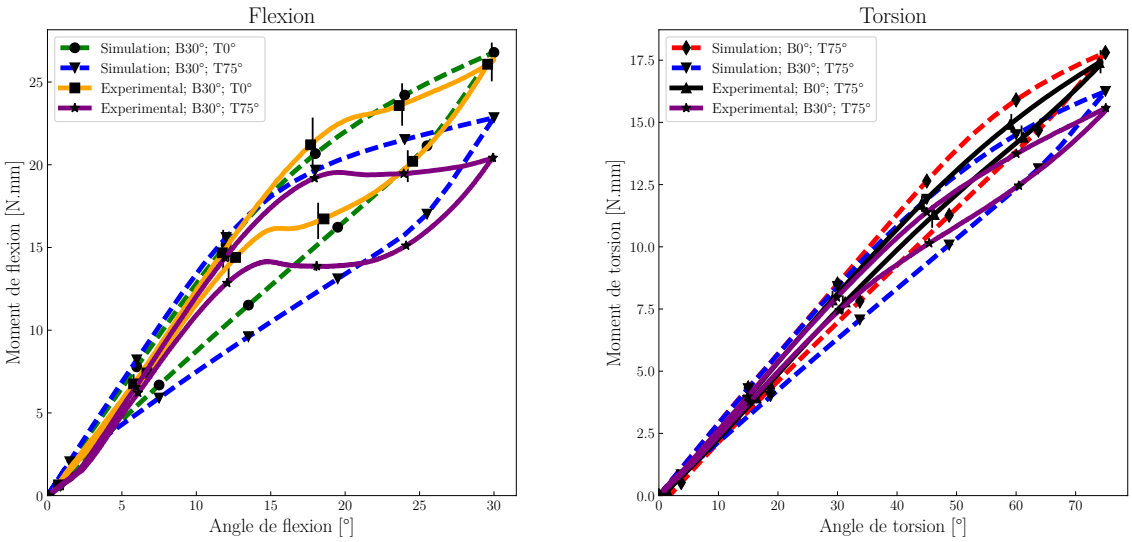
Tableau 3.3 – Paramètres matériau utilisés pour le calcul par éléments-finis des fils en Ni-Ti de 0.6 mm de diamètre.

3.3.1 Paramètres matériaux utilisés pour le modèle phénoménologique

Le modèle phénoménologique de (Chemisky et al., 2011) est utilisé pour représenter numériquement le comportement thermomécanique du Ni-Ti polycristallin. Pour cela, les paramètres matériaux sont identifiés à partir des essais de tractions uni-axiales (figure 2.2b) et de DSC (figure 2.4) sur des fils de 0,6 mm de diamètres en Ni-Ti polycristallin.

Les tests de DSC permettent d'identifier M_s et A_f. Les tests de traction uni-axiales permettent de définir le module d'Young de l'austénite et de la martensite, le coefficient de Poisson, quant à lui, est identifié à partir de la littérature. La valeur du coefficient directeur pentes de transformation martensitique directe B_f et inverse B_r sont identifiées dans la figure 2.6a grâce aux essais de traction à différentes températures. La déformation de transformation en traction (ε^T_{trac}) est identifiée sur l'essai de traction à température ambiante. Le paramètre d'écrouissage de transformation H_f est identifié numériquement, son influence est limitée lors d'un essai de traction uni-axiale. Enfin, les paramètres r_f, F_ε, H_ε, H_{twin} et H_s ont une influence négligeable sur le comportement superélastique. Le tableau 3.3 regroupe les paramètres matériaux utilisés pour les fils de 0,6 mm de diamètre en Ni-Ti polycristallin. La figure 3.7 montre une comparaison de courbes expérimentales et numériques de ces chargements pour des fils en Ni-Ti polycristallin de 0,6 mm de diamètre.

La composante de flexion (figure 3.7a) des chargements de flexion et de flexion-torsion combinées présente une réponse numérique conforme avec la réponse expérimentale. En effet, lors de la phase de charge, les réponses de flexion sont quasi confondues. En revanche, le modèle numérique sur-évalue la réponse du fil en flexion-torsion avec une rigidité de transformation moins souple que la réponse expérimentale. Cependant, la décharge montre un écart important, notamment lors de la transformation inverse. Le modèle phénoménologique ne prend pas en compte le retour dans le domaine élastique de l'austénite et considère que la fin de la transformation s'effectue jusqu'à la fin de la phase de décharge. De même, la composante de torsion (figure 3.7b) des chargements de torsion et de flexion-torsion combinées où des remarques similaires peuvent être apportées. Les réponses apportées par le modèle numérique représentent de façon cohérente la réponse expérimentale. Au regard du chargement en flexion-torsion combinées et de l'hystérésis, ils restent sur-évaluées numériquement à l'instar de la composante de flexion.



(a) Composante de flexion

(b) Composante de torsion

Figure 3.7 – Comparaison des réponses numériques et expérimentales de fils en Ni-Ti polycristallin de 0,6 mm de diamètre.

3.3.2 Paramètres matériaux utilisés pour le modèle micromécanique

Le modèle micromécanique proposé par (Patoor et al., 1989, 1996) puis développé par (Collard and Ben Zineb, 2012) est utilisé pour représenter le comportement du Cu-Al-Be monocristallin. Pour utiliser ce modèle numérique, il est nécessaire de connaître l'orientation cristallographique de chaque grains de l'AMF. Son utilisation sur un AMF polycristallin se révèle alors très lourde en temps de calcul. En l'occurrence, le Cu-Al-Be ne présente qu'un seul cristal dans une orientation proche de l'axe du fil dans lequel il est fabriqué. Cet aspect monocristallin du Cu-Al-Be permet une modélisation de sa microstructure à l'échelle globale sans recourir à des techniques de transition d'échelle.

Comme pour le Ni-Ti polycristallin, le test de DSC permet d'identifier les températures de transformation M_s et A_f du Cu-Al-Be monocristallin. De même, les coefficients C_{11}, C_{12} et C_{44} sont identifiés pour simuler son comportement élastique. L'intensité de distorsion, g, et le variation linéaire de l'entropie autour de T_0, B, sont déterminés numériquement pour être conforme à la déformation de transformation en traction et à la contrainte seuil de transformation. Les coefficients de compatibilité C et d'incompatibilité I entre variantes sont également déterminées numériquement en fonction des chargements appliqués. L'orientation du cristal dans l'échantillon testé est proche de l'axe du fil. C'est pourquoi, les trois angles d'Euler (ϕ_1,Φ,ϕ_2), respectivement l'angle de précession, l'angle de nutation et l'angle de rotation propre, sont égaux à (2°,0°,0°) pour un échantillon dont l'axe est confondu avec l'axe $\vec{x}$.

C_{11}^A [MPa]	C_{12}^A [MPa]	C_{44}^A [MPa]	A_f [°C]
25021	10723	7149	-57
C_{11}^M [MPa]	C_{12}^M [MPa]	C_{44}^M [MPa]	M_s [°C]
11153	4780	3186	-70
$\boldsymbol{\alpha}$ [°C^{-1}]	B [MPa °C^{-1}]	C [MPa]	I [MPa]
1.5e-5	0.139	20	2500
g	ϕ_1 [°]	Φ [°]	ϕ_2 [°]
0.14	2	0	0

Tableau 3.4 – Paramètres matériaux utilisés avec le modèle micromécanique pour un comportement isotrope dans le domaine élastique de l'austénite du Cu-Al-Be monocristallin (Collard and Ben Zineb, 2012).

Approche isotrope de la modélisation du comportement du Cu-Al-Be monocristallin

Dans un premier temps, les paramètres C_{11}, C_{12} et C_{44} sont identifiés à partir d'une théorie isotrope. Pour cela, le système d'équation (3.25) est utilisé pour l'austénite et la martensite avec μ le module de cisaillement.

$$\begin{cases} C_{11} = \frac{E(1-\nu)}{(1+\nu)(1-2\nu)} \\ C_{12} = \frac{E\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)} \\ C_{44} = \mu = \frac{E}{2(1+\nu)} \end{cases} \tag{3.25}$$

Le tableau 3.4 regroupe les paramètres identifiés pour un Cu-Al-Be monocristallin avec un comportement élastique et linéaire isotrope pour l'austénite et la martensite. Avec ces paramètres, il est possible de représenter le comportement en traction uni-axiale du Cu-Al-Be monocristallin. La figure 3.8 montre une comparaison des réponses expérimentale et numérique du Cu-Al-Be monocristallin à température ambiante pour un comportement dont la partie élastique est isotrope. Le comportement numérique est cohérent avec le comportement expérimental. La contrainte de début de transformation directe est correcte mais la transformation inverse semble sous-estimée par le modèle. L'identification de l'intensité de distorsion permet d'obtenir une déformation de transformation en traction conforme au comportement expérimental.

Par la suite, les simulations numérique de flexion, torsion et flexion-torsion combinées sont réalisées numériquement. La figure 3.9 montre une comparaison des réponses obtenues et des résultats expérimentaux pour le Cu-Al-Be monocristallin avec un comportement dont la partie élastique est supposée linéaire isotrope. Sur les courbes de la figure 3.9a, la réponse numérique de flexion montre une bonne correspondance avec la réponse expérimentale pour les chargements de flexion et flexion-torsion. Néanmoins, la différence entre la flexion et la flexion-torsion est très faible numériquement. En revanche, sur la figure 3.9b, la réponse numérique de torsion

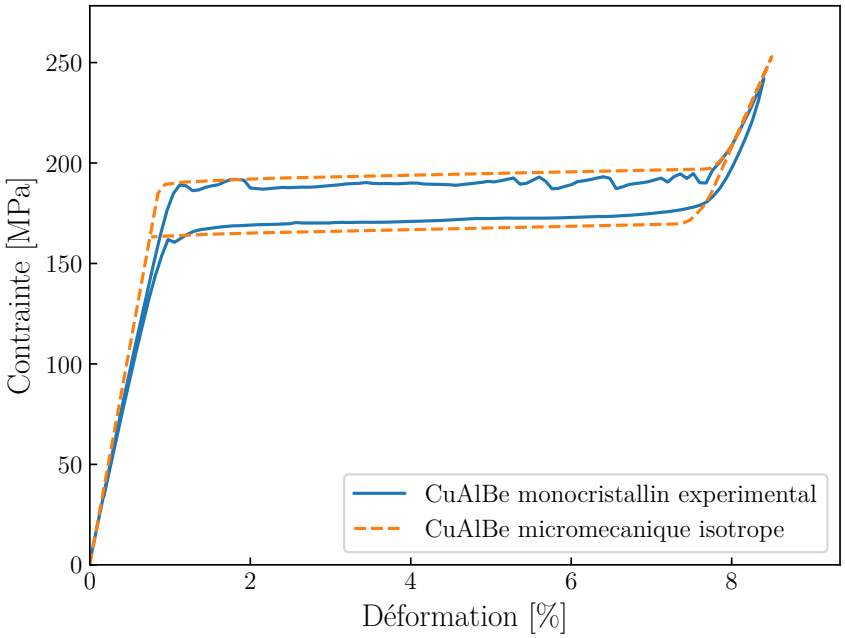
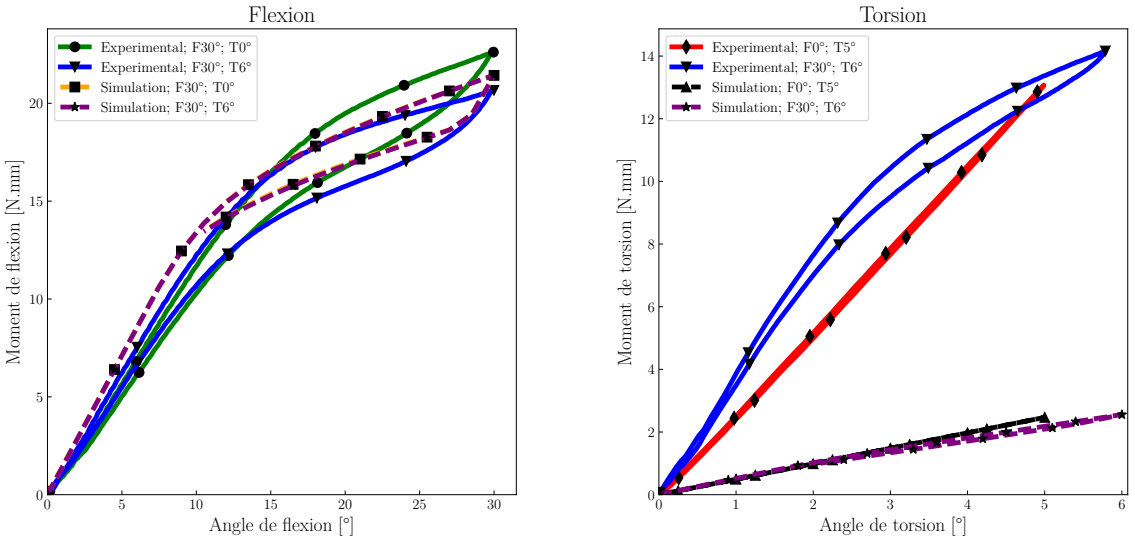


Figure 3.8 – Comparaison de la réponse expérimentale et numérique pour un chargement de traction uni-axiale sur un fils de 0,79 mm de diamètre en Cu-Al-Be monocristallin avec un comportement isotrope dans le domaine élastique de l'austénite.



(a) Composante de flexion **(b)** Composante de torsion

Figure 3.9 – Comparaison des réponses numériques et expérimentales de fils en Cu-Al-Be monocristallin de 0,79 mm de diamètre avec un comportement isotrope dans le domaine élastique.

C_{11}^A [MPa]	C_{12}^A [MPa]	C_{44}^A [MPa]	A_f [°C]
120360	58370	108290	-57
C_{11}^M [MPa]	C_{12}^M [MPa]	C_{44}^M [MPa]	M_s [°C]
94000	58370	84000	-70
$\boldsymbol{\alpha}$ [°C^{-1}]	B [MPa °C^{-1}]	C [MPa]	I [MPa]
1.5e-5	0.139	20	2500
g	ϕ_1 [°]	Φ [°]	ϕ_2 [°]
0.139	2	0	0

Tableau 3.5 – Paramètres matériaux utilisés avec le modèle micromécanique pour un comportement symétrique cubique dans le domaine élastique du Cu-Al-Be monocristallin (Collard and Ben Zineb, 2012).

montre une forte divergence entre la mesure expérimentale et la prédiction numérique pour les deux chargements de torsion et de flexion-torsion combinées. Cela montre que le Cu-Al-Be monocristallin ne présente pas un comportement dont la partie élastique est isotrope comme le Ni-Ti polycristallin et justifie l'utilisation d'un modèle capable de prendre en compte cette anisotropie.

Description de la partie élastique du comportement du Cu-Al-Be monocristallin par un modèle à symétrie cubique

Un comportement symétrique cubique est considéré pour représenter l'élasticité du Cu-Al-Be monocristallin. Pour cela les paramètres matériaux identifiés par (Belkahla, 1990) et repris par (Kaouache et al., 2004) sont utilisés pour correspondre aux comportements issus des chargement de traction, flexion, torsion et flexion-torsion combinée. Ces paramètres sont mesurés à partir d'une maille cristallographique et sont sur-évalués par rapport à des modules macroscopiques. Ces derniers représentent le la partie élastique du comportement d'un matériau à l'échelle globale et dépendent d'autres phénomènes physiques comme des défauts à l'intérieur du cristal, des déplacements de dislocations, *etc.* Afin de mieux correspondre au comportement global du fil en Cu-Al-Be monocristallin de 0,79 mm, ils sont diminué et identifiés numériquement à partir des essais de traction.

La figure 3.10 montre la comparaison des réponses expérimentale et numérique du Cu-Al-Be monocristallin avec une partie élastique pour l'austénite symétrique cubique obtenus avec les paramètres matériaux présentés dans le tableau 3.5. Nous pouvons constater que le comportement numérique en traction uni-axiale est très peu modifié et correspond au comportement expérimental. Les simulations de flexion, torsion et flexion-torsion sont ensuite réalisées, les résultats obtenus sont présentés dans la figure 3.11. La figure 3.11a montre la composante de flexion des chargements de flexion et flexion-torsion combinées du Cu-Al-Be monocristallin. La réponse de flexion est sous-évaluée et celle de flexion-torsion combinées sur-évaluées. Néanmoins, le comportement expérimental global reste correctement simulé par le modèle. La composante de

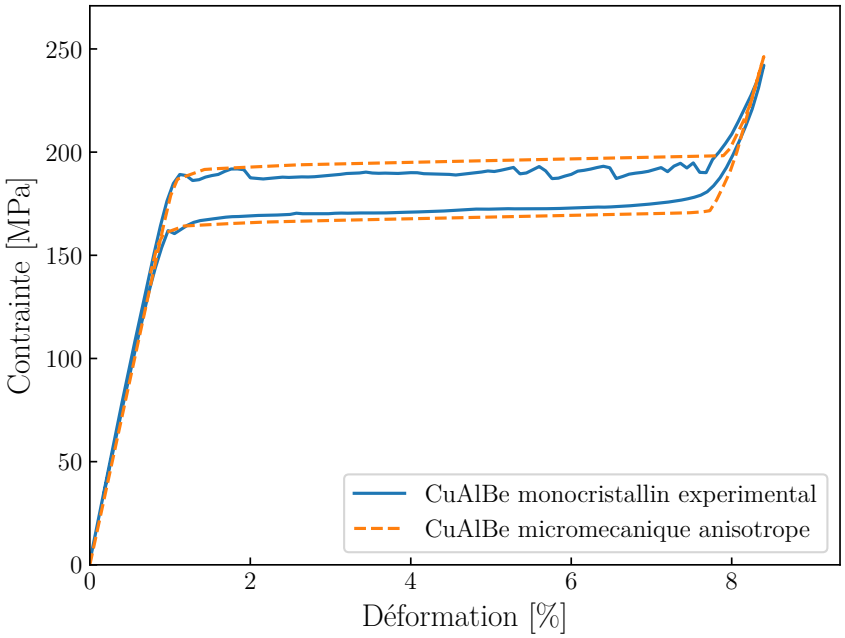
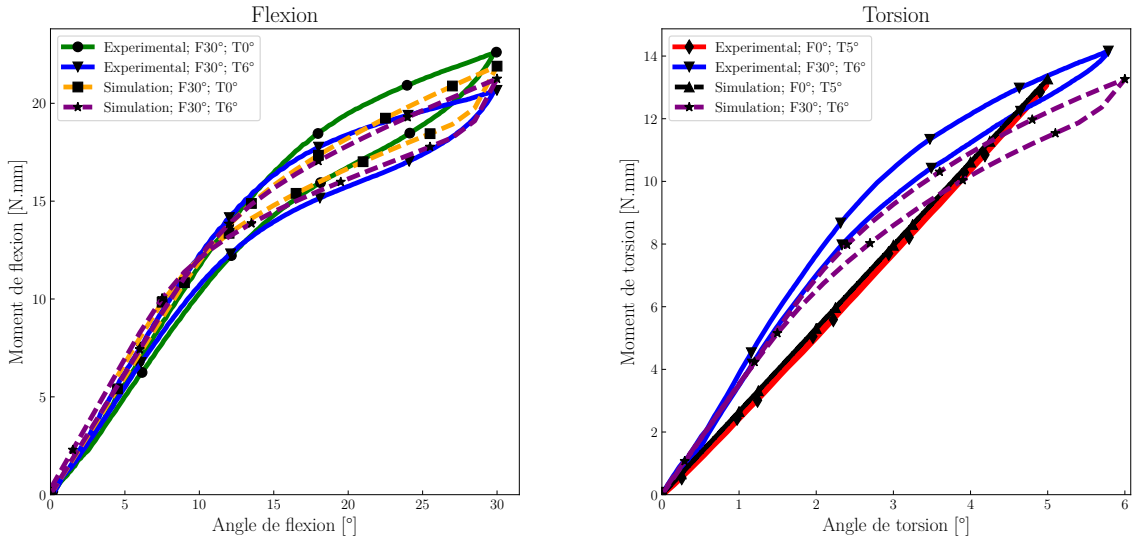
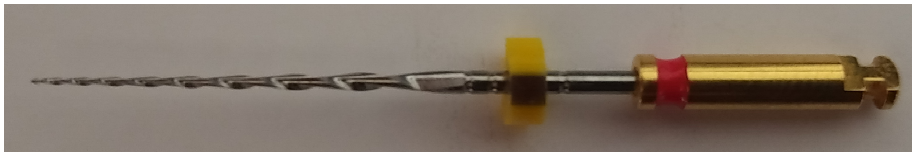


Figure 3.10 – Comparaison de la réponse expérimentale et numérique pour un chargement de traction uni-axiale sur un fil de 0,79 mm de diamètre en Cu-Al-Be monocristallin avec un comportement symétrique cubique dans le domaine élastique de l'austénite.

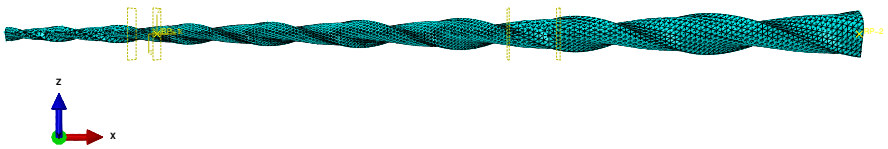


(a) Composante de flexion **(b)** Composante de torsion

Figure 3.11 – Comparaison des réponses numériques et expérimentales de fils en Cu-Al-Be monocristallin de 0,79 mm de diamètre avec un comportement de symétrie cubique dans le domaine élastique.



(a) Lime endodontique F4© d'un diamètre de pointe 0.25 mm et 4% de conicité



(b) Modèle éléments-finis correspondant à une lime endodontique F4© d'un diamètre de pointe 0.25 mm et 4% de conicité

Figure 3.12 – Lime endodontique F4© et maillage du modèle géométrique éléments-finis correspondant.

torsion, visible à la figure 3.11b des chargements de torsion et flexion-torsion combinés est bien mieux représenté avec les paramètres de symétrie cubique. La réponse numérique de torsion est en excellente adéquation avec la réponse expérimentale et la flexion-torsion est cohérente également. De plus, on retrouve la différence de coefficient directeur entre torsion et flexion-torsion combinées. Cependant, ce phénomène est sous-évalué par le modèle.

3.4 Simulations par éléments-finis de la réponse en flexion-torsion des limes endodontiques

3.4.1 Simulations par éléments-finis de la réponse des limes endodontiques F4© en Ni-Ti polycristallin

Présentation du modèle éléments-finis pour des limes endodontiques F4©

L'étape suivante consiste à réaliser des simulations numériques sur des modèles géométriques de limes endodontiques. Pour cela, l'outil de génération du modèle géométrique est utilisé pour modéliser la partie opérative de la lime F4© de diamètre de pointe 0.25 mm et de 4% de conicité. Sur les figures 3.12a et 3.12b, on constate que le générateur de modèle géométrique permet de représenter fidèlement la variation du pas de la lime ainsi que la conicité. Les paramètres matériaux utilisés pour représenter le comportement des limes endodontiques F4© en Ni-Ti polycristallin sont similaires à ceux utilisés pour les fils de 0.6 mm de diamètre. Cependant, les températures M_s et A_f sont adaptées pour une meilleure cohérence des résultats numériques avec les réponses expérimentales. Les valeurs utilisées sont M_s=-35°C et A_f=-5°C

Comparaison avec les résultats expérimentaux

La figure 3.13 montre une comparaison des réponses obtenues expérimentalement de limes F4© 25-04 et les résultats numériques du modèle équivalent. On peut voir sur ces figures que les réponses de flexion, de torsion, et de torsion en flexion-torsion combinées sont fidèlement représentées. La réponse de flexion en flexion-torsion combinées (figure 3.13c) en revanche n'est pas retranscrite avec la même cohérence. La réponse à amplitude maximale est correcte, la taille de l'hystérésis étant respectée. Cependant, la rigidité du plateau de transformation martensitique déterminée présente des valeurs supérieures lors de la transformation directe et inverse. La taille d'hystérésis est également sous-estimée par le modèle éléments-finis

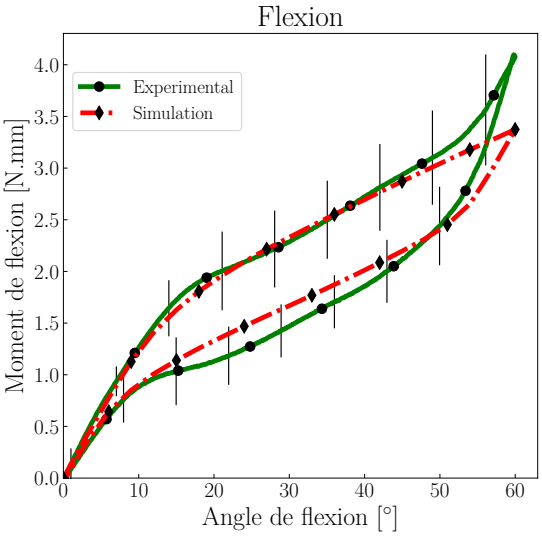
Distribution des contraintes et de la fraction volumique de martensite au niveau de la lime

Les figures 3.14, 3.15 et 3.16 montrent la répartition des contraintes et de la fraction volumique issues des résultats numériques de modèles équivalents aux limes endodontiques F4© pour des chargements de flexion simple, torsion simple et flexion-torsion combinées respectivement. En flexion, les contraintes sont réparties essentiellement dans la courbure interne et externe. Elles sont générées par des sollicitations de compression et de traction et sont plus importantes dans la courbure interne de la lime endodontique. Elles se concentrent à la base de l'encastrement et se propagent le long du filet de la lime. La répartition de la martensite quant à elle est similaire à celle des contraintes. En torsion, les contraintes se concentrent au niveau de l'encastrement et se propagent le long de la lime. La propagation suit le centre des faces entre les deux arêtes. Pour une torsion de 120°, on constate que le pas après l'encastrement est augmenté, signe d'une distorsion du modèle éléments-finis. La répartition de la fraction de martensite suit celle de la contrainte. En flexion-torsion combinées, la répartition des contraintes est une superposition des deux chargements précédents. La flexion produit des contraintes normales dans les zones internes et externes de la courbure quand la torsion génère des contraintes de cisaillement au centre de l'instrument avec une propagation le long des faces entre les arêtes. La superposition de ces chargements entraîne de fortes concentrations de contraintes surtout au niveau de l'encastrement.

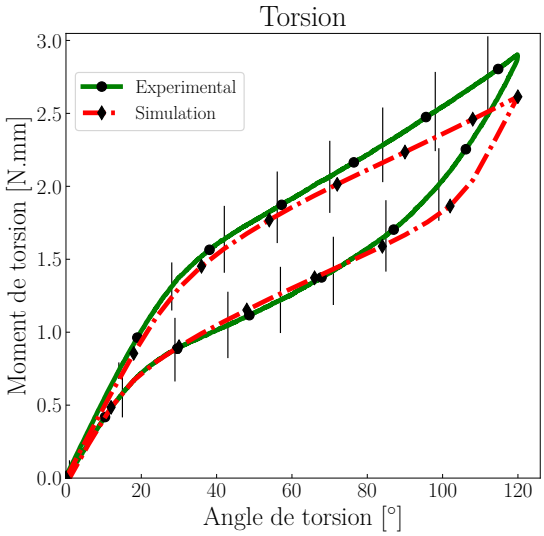
3.5 Plan d'expériences de Taguchi avec l'approche numérique

3.5.1 Présentation du plan d'expériences

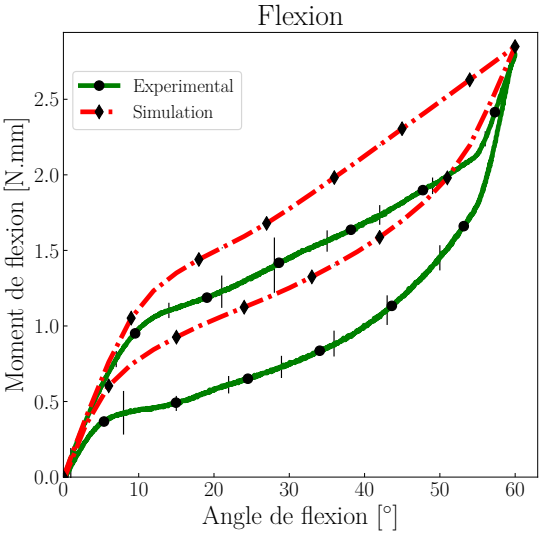
Le plan d'expérience de Taguchi avec une approche numérique reprend les mêmes principes énoncés dans le chapitre précédent. Sa construction est identique quant au nombre de facteurs étudiés et leurs valeurs. Néanmoins, le chargement pris en compte concerne uniquement la flexion-torsion combinées. Contrairement à l'étude expérimentale, l'étude ANOVA ne pourra être menée puisque les résultats issus des simulations ne présentent pas de variations au cours des calculs successifs.



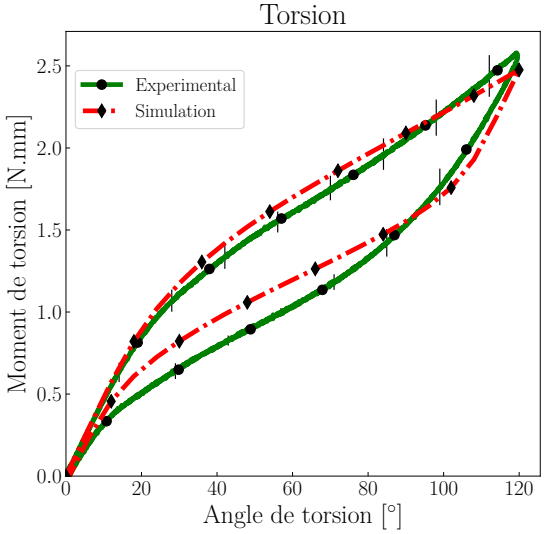
(a) Réponses issues d'un chargement de flexion



(b) Réponses issues d'un chargement de torsion

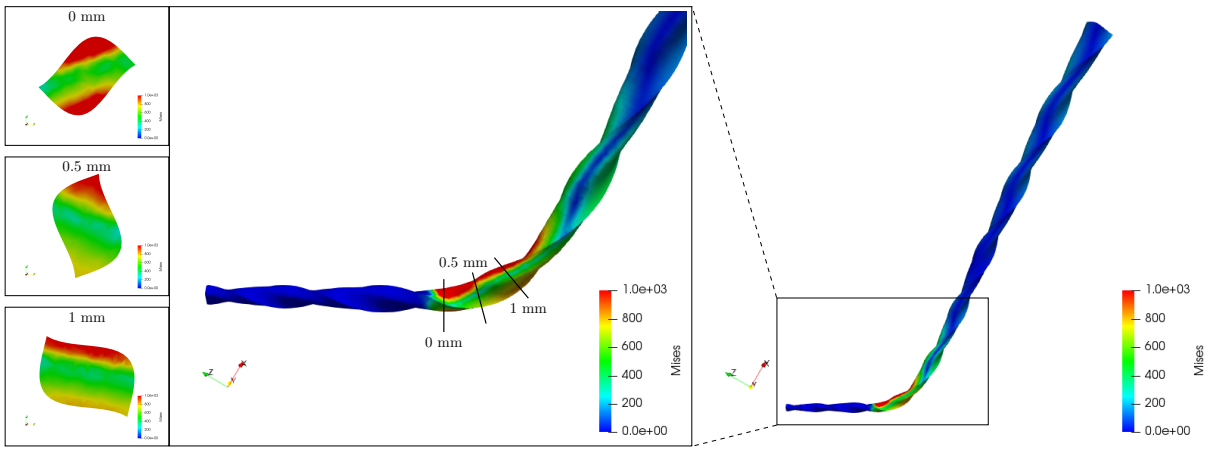


(c) Réponses issues d'un chargement de flexion-torsion, composante de flexion

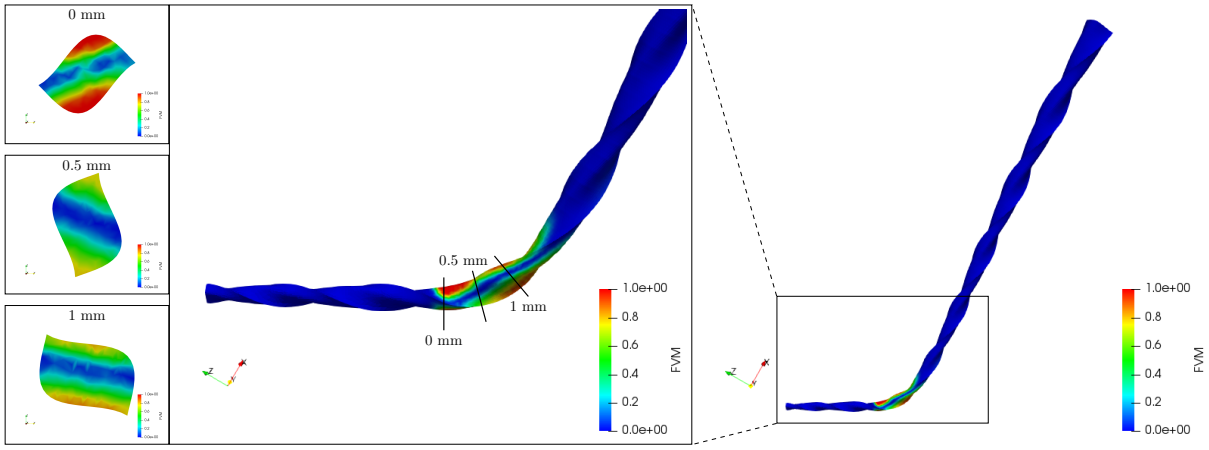


(d) Réponses issues d'un chargement de flexion-torsion, composante de torsion

Figure 3.13 – Comparaison des réponses expérimentales et numériques d'une lime endodontique F4© 25-04 en Ni-Ti polycristallin

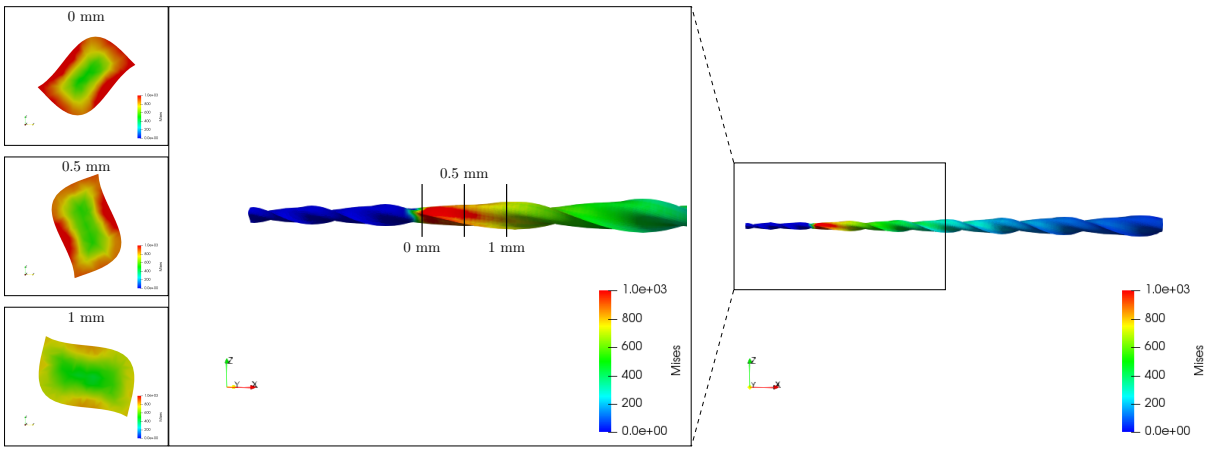


(a) Contrainte au sens de Von Mises [MPa]pour un chargement de flexion.

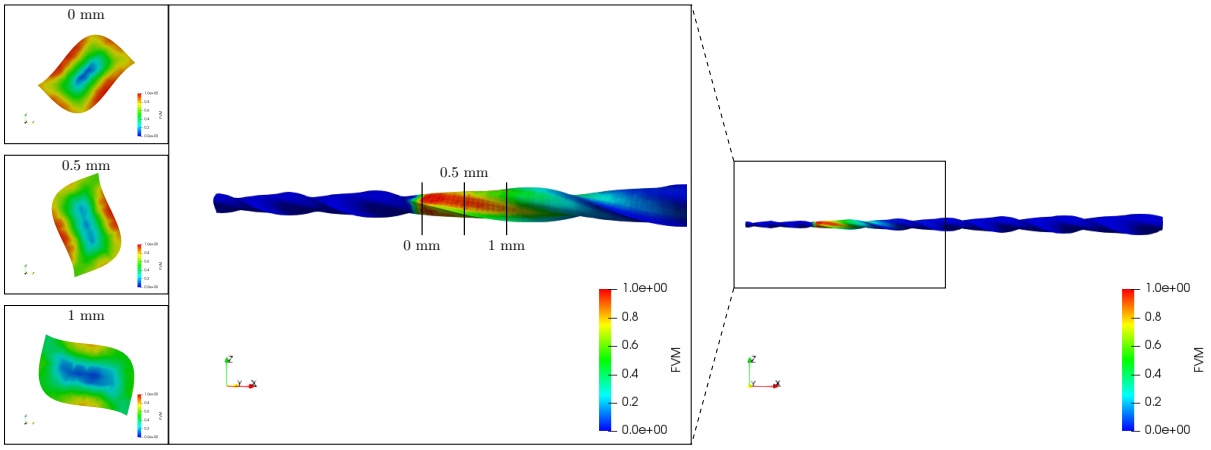


(b) Fraction volumique de martensite pour un chargement de flexion.

Figure 3.14 – Contrainte de Von Mises [MPa]et fraction volumique de martensite sur un modèlefvm de lime endodontique F4© 25-04 pour un chargement de flexion.

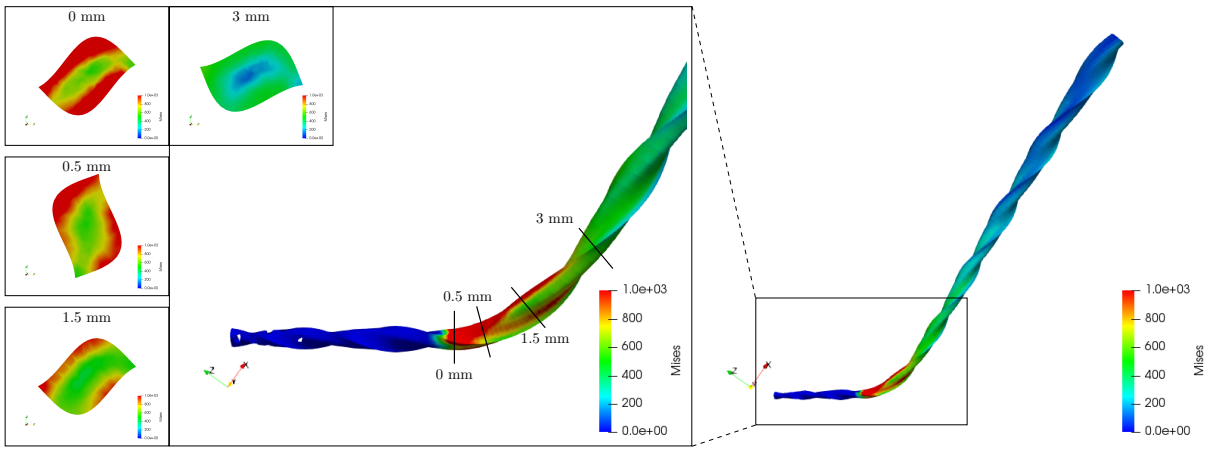


(a) Contrainte au sens de Von Mises [MPa] pour un chargement de torsion.

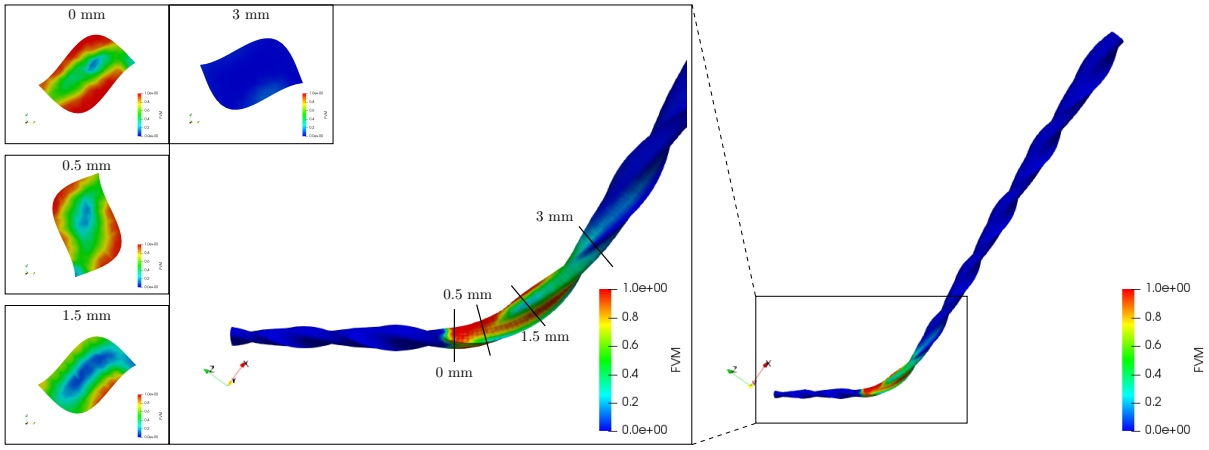


(b) Fraction volumique de martensite pour un chargement de torsion.

Figure 3.15 – Contrainte de Von Mises [MPa] et fraction volumique de martensite sur un modèle de lime endodontique F4© 25-04 pour un chargement de torsion.

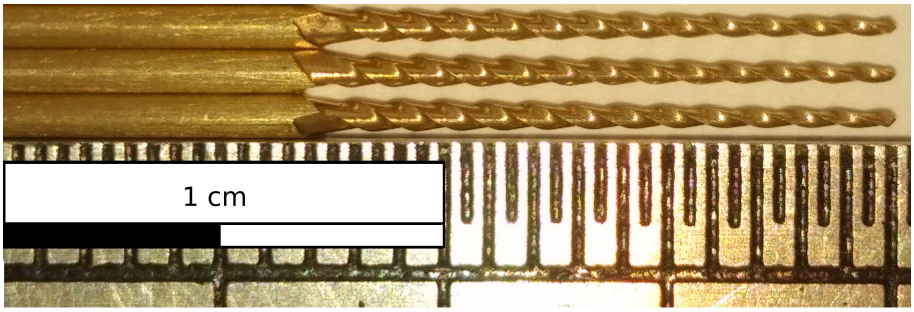


(a) Contrainte au sens de Von Mises [MPa] pour un chargement de flexion-torsion combinées.

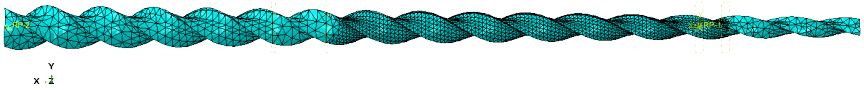


(b) Fraction volumique de martensite pour un chargement de flexion-torsion combinées.

Figure 3.16 – Contrainte de Von Mises [MPa] et fraction volumique de martensite sur un modèle de lime endodontique F4© 25-04 pour un chargement de flexion-torsion combinées.



(a) Prototypes en Cu-Al-Be monocristallin d'un diamètre à 3 mm de 0,45 mm et 3% de conicité avec une section-droite de type HeroShaper©



(b) Modèle éléments-finis correspondant à un prototype en Cu-Al-Be monocristallin d'un diamètre à 3 mm de 0,45 mm et 3% de conicité avec une section-droite de type HeroShaper©

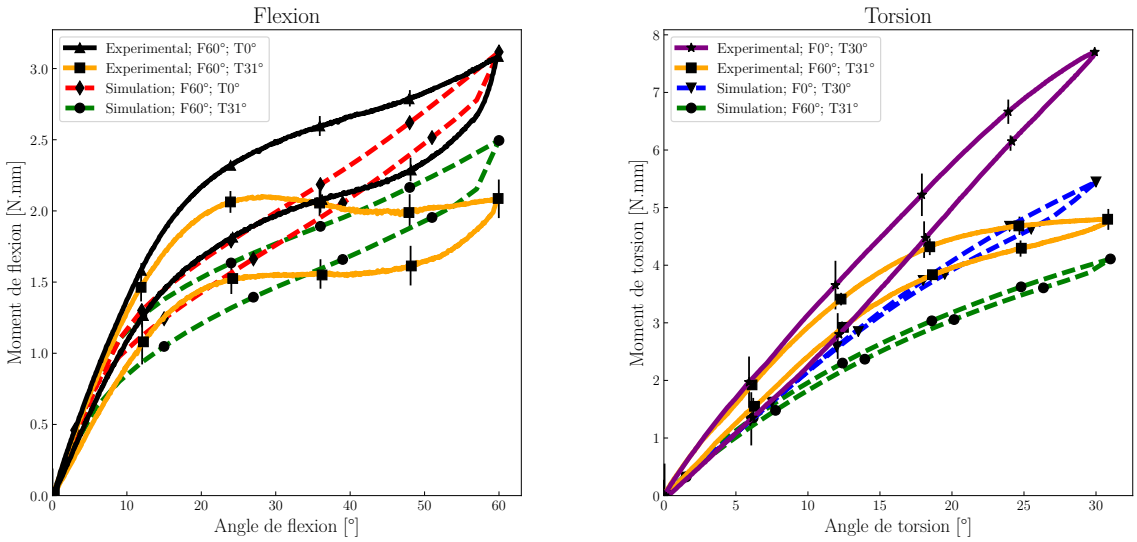
Figure 3.17 – Prototypes en Cu-Al-Be monocristallin et maillage du modèle géométrique éléments-finis correspondant.

Avec ces simulations, il est possible d'étudier la distribution des contraintes au sein d'un prototype en Cu-Al-Be monocristallin et la formation des variantes de martensite dans les points matériels représentés par les points d'intégration du modèle éléments finis, d'autant plus que la loi de comportement micromécanique adoptée offre la possibilité de visualiser la nature de variantes de martensite activées au niveau d'un point matériel. L'approche numérique permet d'accéder à des informations locales comme la quantité de martensite et l'état de contrainte en tout point matériel de la lime. Elle permet d'accéder également à la réponse globale de la lime qui est la seule information mesurable expérimentalement. En revanche, elle est coûteuse en temps de calcul, d'autant plus que le plan d'expérience de Taguchi demande 9 simulations différentes pour être complet.

Dans un premier temps, l'étude se concentre sur la modélisation d'un prototype en Cu-Al-Be monocristallin. Le prototype numéro 8, du tableau 2.12, est sélectionné pour réaliser une comparaison des résultats numériques et expérimentaux. La visualisation des contraintes et de la fraction volumique de martensite est réalisée ensuite pour cette géométrie. Dans un second temps, les résultats du plan numérique de Taguchi sont présentés.

3.5.2 Approche préliminaire de la modélisation de prototypes en Cu-Al-Be monocristallin

Les figures 3.17a et 3.17b sont une photo d'un prototype en Cu-Al-Be monocristallin et son modèle géométrique par éléments-finis. Le Cu-Al-Be monocristallin constitutif de ces prototypes est représenté avec la loi de comportement micromécanique présentée au début de ce chapitre (Collard and Ben Zineb, 2012). Les paramètres matériaux associés à ce modèle sont présentés dans le tableau 3.5. La lime modélisée est le prototype numéro 8 du plan d'expériences de



(a) Composante de flexion

(b) Composante de torsion

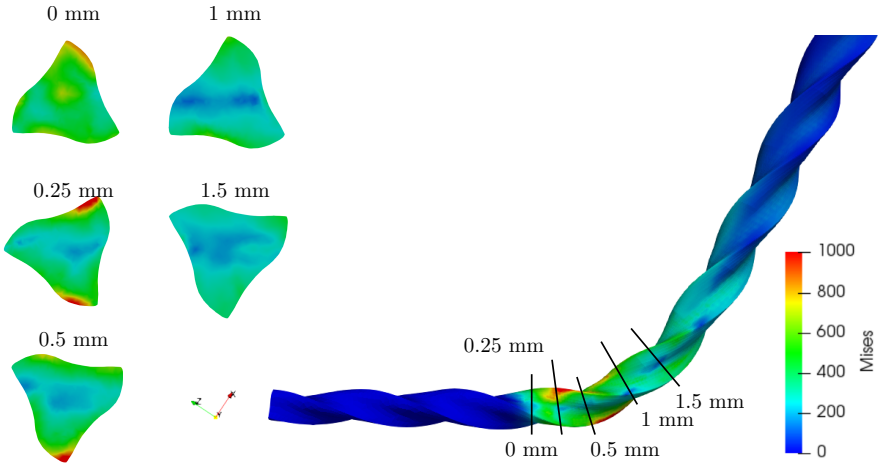
Figure 3.18 – Comparaison des réponses expérimentales et numériques de prototypes en Cu-Al-Be monocristallin (figure 3.17) en flexion, torsion et flexion-torsion combinées

Taguchi. Elle reprend une section droite de type HeroShaper© avec une longueur de pas de 1 mm, une conicité de 3% et un diamètre à 3 mm de 0.45 mm

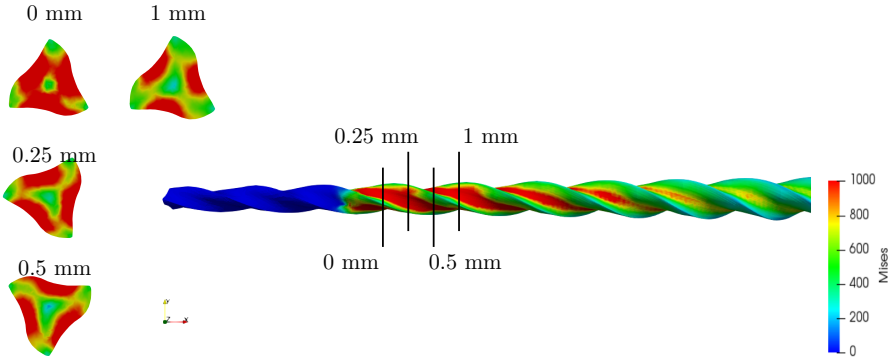
La comparaison des réponses en couples numériques et expérimentales à des chargements de flexion, torsion et flexion-torsion combinées, est présentée à la figure 3.18. Ces courbes montrent que le modèle élément finis fournit des résultats cohérents avec ceux obtenus expérimentalement mais avec des valeurs de couple sous-estimées au moment de la transformation martensitique. Ces résultats, discutés dans le chapitre suivant, permettent néanmoins de continuer l'analyse numérique avec un plan d'expériences basé sur le modèle de Taguchi présenté dans la section 2.5. Les résultats numériques obtenus avec ce plan d'expériences sont analysés pour le cas de chargement de flexion-torsion combinées. Par la suite, une visualisation du champ des contraintes et de la formation de la martensite entre les cas de chargement du prototype numéro 8 (tableau 2.12) sont présentés.

3.5.3 Répartition des contraintes et de la fraction volumique de martensite

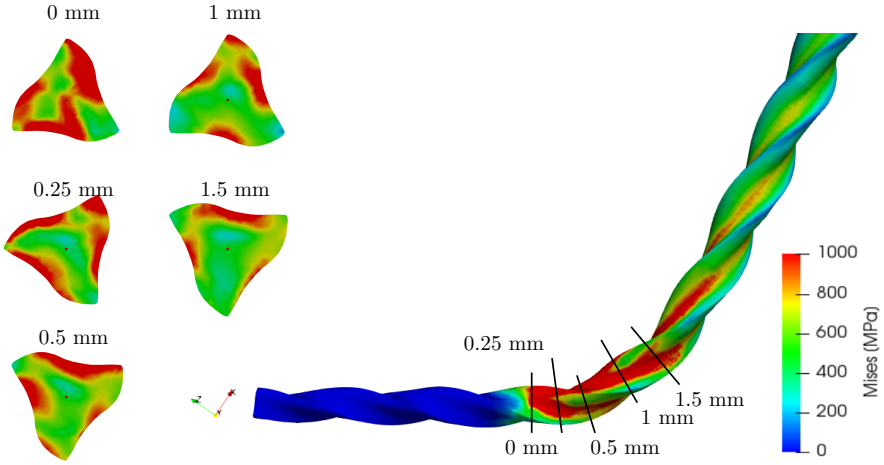
Les figures 3.19 et 3.20 montrent les contraintes et la fraction volumique de martensite générées par les chargements de flexion, torsion et flexion-torsion combinées. La figure 3.19a permet de constater que les contraintes sont principalement situées dans la zone de l'encastrement, dans les zones de traction et de compression, tout comme la répartition de la fraction volumique de martensite 3.20a. Les contraintes de torsion, figure 3.19b, se propagent sur toute la longueur de la lame avec une forte intensité. De même, la fraction volumique de martensite, figure 3.20b, ne dépasse pas 77% dans la lame alors que les contraintes sont élevées. Enfin, le chargement de flexion-torsion combinées présente des contraintes réparties à la manière d'une superposition



(a) Chargement de flexion

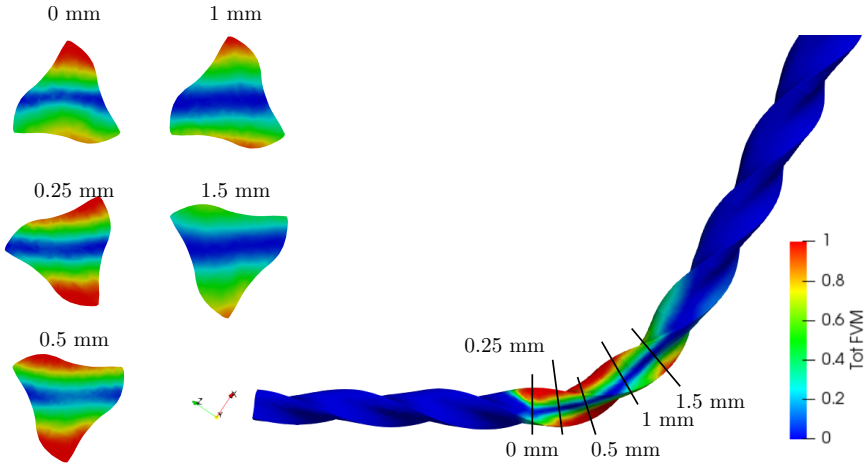


(b) Chargement de torsion

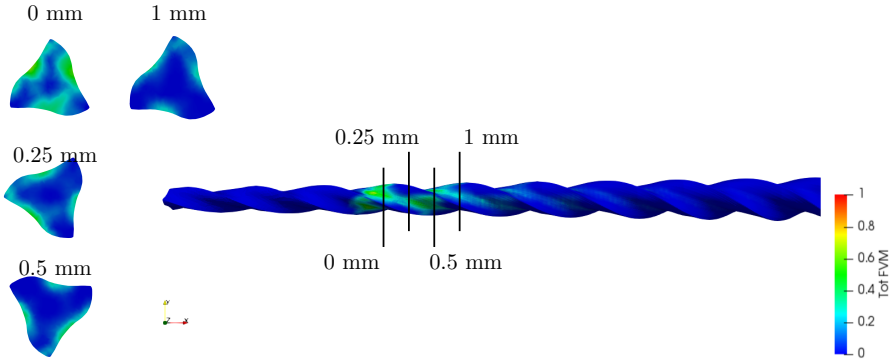


(c) Chargement de flexion-torsion combinées

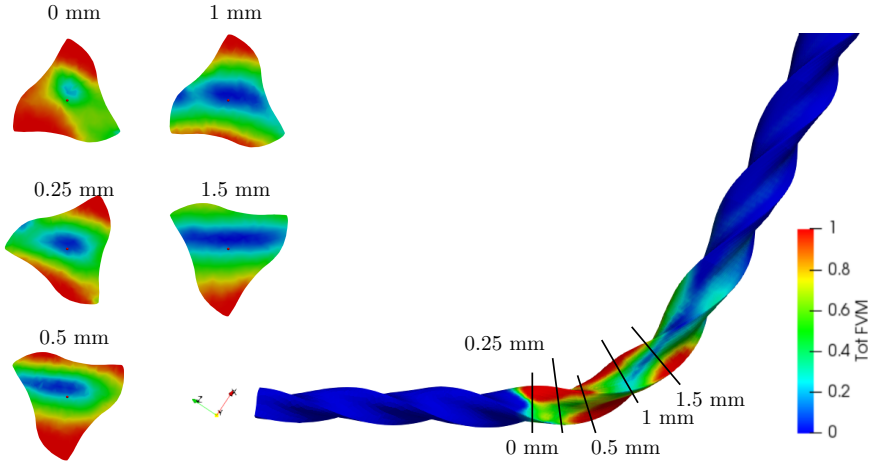
Figure 3.19 – Répartition des contraintes pour un prototype en Cu-Al-Be monocristallin avec un diamètre à 3 mm de 0,45 mm et 3% de conicité avec une section-droite de type HeroShaper©



(a) Chargement de flexion

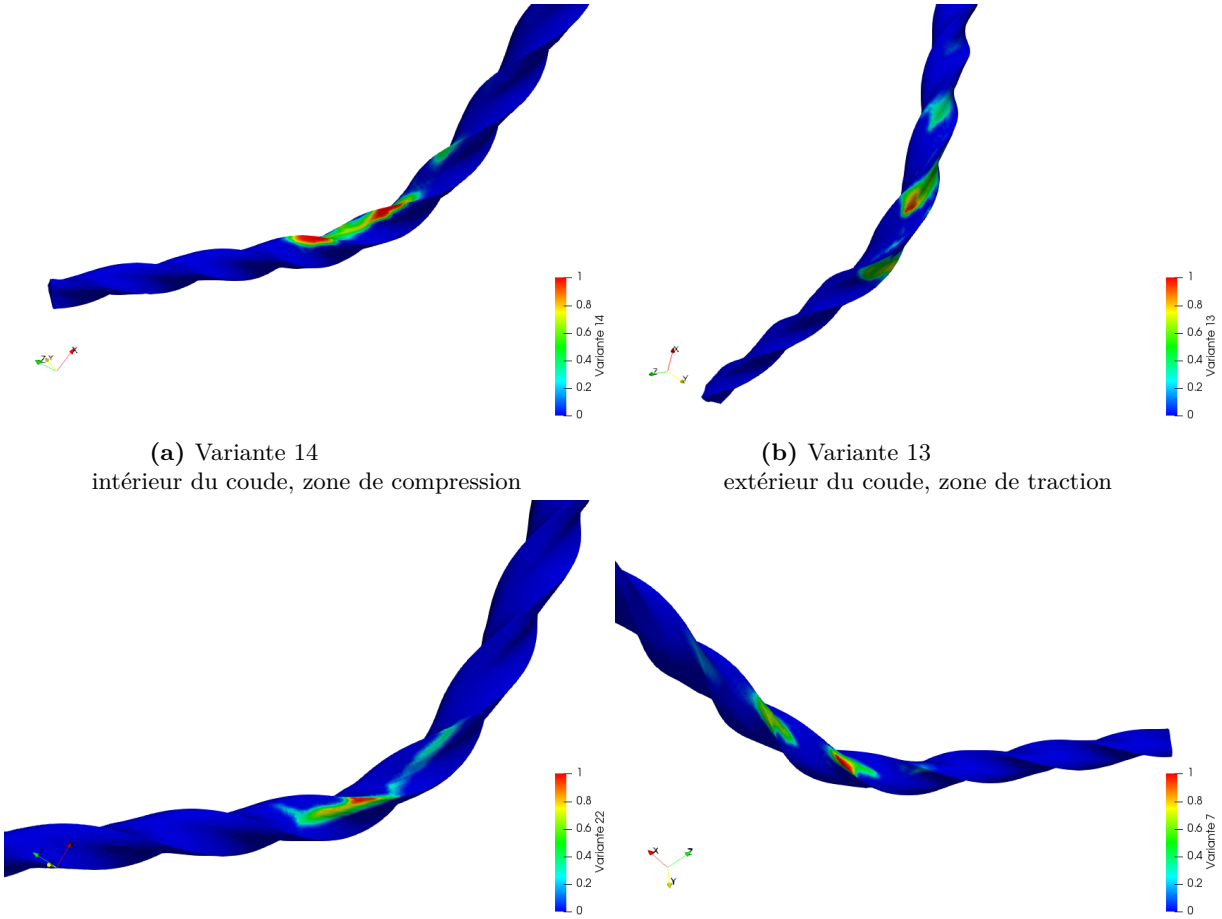


(b) Chargement de torsion



(c) Chargement de flexion-torsion combinées

Figure 3.20 – Répartition de la fraction volumique de martensite pour un prototype en Cu-Al-Be monocristallin avec un diamètre à 3 mm de 0,45 mm et 3% de conicité avec une section-droite de type HeroShaper©



(a) Variante 14
intérieur du coude, zone de compression

(b) Variante 13
extérieur du coude, zone de traction

(c) Variante 22
zone latérale intérieur du coude, coté gauche

(d) Variante 7
zone latérale intérieur du coude, coté droit

Figure 3.21 – Différentes variantes de martensite générées par un chargement de flexion-torsion combinée

des contraintes de flexion et de torsion, figure 3.19c. La fraction volumique de martensite, figure 3.20c, est quant à elle principalement située dans la zone proche de l'encastrement dans les secteurs de traction et de compression, mais se propage davantage vers le centre de la lame, en comparaison avec le chargement de flexion.

De plus, grâce au modèle thermomécanique et son approche micromécanique, il est possible de visualiser chacune des variantes de martensite. Par exemple, pour la flexion-torsion, la figure 3.21 montre 4 variantes de martensite, situées dans différentes zones de la lime. On constate que chacune des 4 variantes observées est cantonnée à un secteur. De même, d'après le tableau 3.2 (sommarisé par le tableau 3.6), on constate que les variantes 7, 14 et 22 sont situés à l'intérieur du coude et les associations 7-14 et 14-22 sont compatibles mais pas 7-22 qui sont incompatibles. Egalement, les variantes 13 et 14 sont compatibles mais ne se trouvent pas dans la même zone de contrainte mécanique (compression pour la variante 14 et traction pour la variante 13). En poursuivant une étude approfondie, il est possible d'améliorer les procédés de fabrication du Cu-Al-Be monocristallin en proposant des configurations où l'AMF active davantage de variantes lors de la transformation martensitique.

	7	13	14	22
7	C	I	C	I
13		C	C	I
14			C	C
22				C

Tableau 3.6 – Matrice partielle d'interaction entre les variantes 7, 13, 14 et 22 d'après le tableau 3.2

3.5.4 Présentation des résultats du plan numérique de Taguchi

Réponses numériques des différents niveaux de facteur

La figure 3.22 présente les résultats issus du plan d'expérience de Taguchi avec les modèles numériques des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin pour un chargement de flexion-torsion. Les réponses moyennes observées pour chaque niveau de facteurs montrent que les paramètres offrant la meilleure diminution de la réponse en couple pour un chargement de flexion-torsion combinée sont la section droite asymétrique, un diamètre à 3 mm de 0.4 mm, une conicité de 4% et une longueur de pas de 1.0 mm pour la composante de torsion de la réponse équivalente de flexion-torsion. La forme de la section droite induit la plus grande variation de la réponse, suivie du diamètre à 3 mm, de la conicité et du pas. Seule la conicité offre une variation non linéaire en fonction du niveau de ces facteurs.

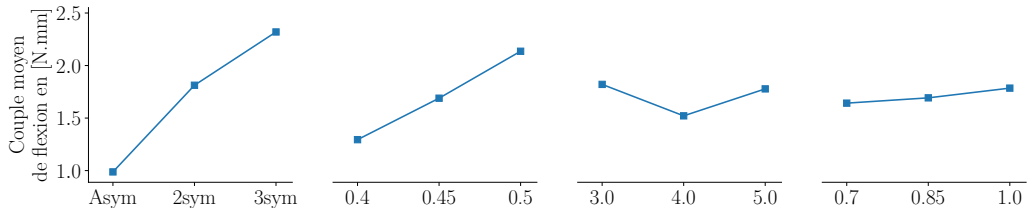
Le format des simulations numériques n'est pas adapté à une analyse statistique des résultats comme peut l'être la version expérimentale du plan de Taguchi présenté à la section 2.5 puisque les résultats de ces simulations ne sont pas soumis à l'incertitude expérimentale. C'est pourquoi une étude ANOVA de la contribution de chacun des facteurs pris en compte n'est pas réalisée.

3.5.5 Conclusion des simulations numériques sur le Cu-Al-Be monocristallin et le plan numérique de Taguchi

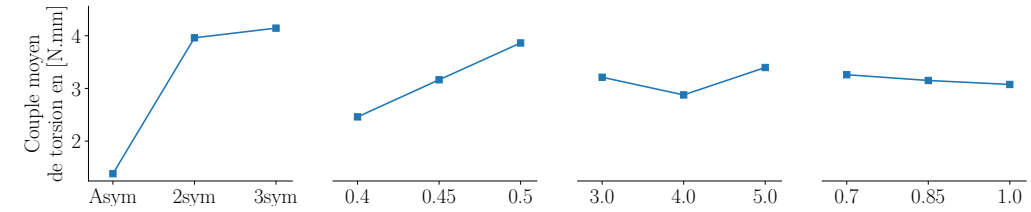
Les simulations numériques sur le Cu-Al-Be monocristallin aboutit à des résultats satisfaisants, notamment pour représenter le comportement caractéristique de la flexion combinée avec la torsion. Cependant, d'autres paramètres sont à prendre en compte pour représenter avec davantage de précision la réponse en flexion, torsion et flexion-torsion d'un prototype de lime endodontique. Le plan numérique de Taguchi fournit des résultats intéressants qui ne peuvent pas être confrontés aux résultats expérimentaux et nécessitent plus de développement pour être crédibles.

3.6 Conclusion du chapitre simulations numériques

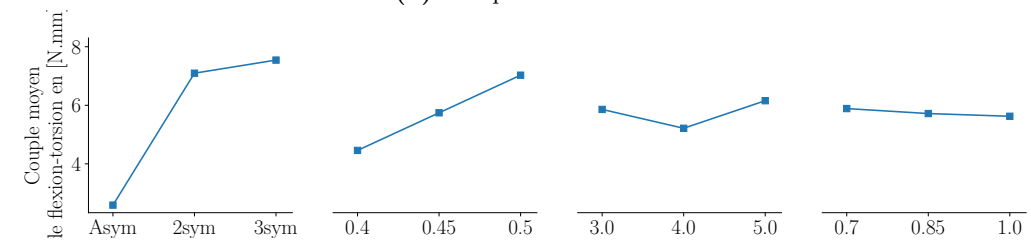
Le modèle éléments finis ainsi que les modèles thermomécaniques décrivant le comportement de chacun des AMF montrent de bons résultats pour représenter le comportement des fils en



(a) Composante de flexion.



(b) Composante de torsion



(c) Réponse équivalente de flexion et de torsion, voir (2.12)

Figure 3.22 – Réponses moyennes observées pour chaque niveaux de facteur pour le chargement de flexion-torsion combinées. Facteurs de gauche à droite : Forme de la section-droite, Diamètre à 3 mm, Conicité et Longueur du pas

AMF. Premièrement, l'identification des paramètres matériaux permet de modéliser le comportement des deux AMF dans tous les cas de chargements présentés, grâce notamment à la prise en compte de la microstructure. Les tests de DSC, associés aux essais de traction, de flexion et de torsion sur des fils fournissent d'excellents résultats pour confronter expérimental et numérique. Ensuite, les différences entre les réponses expérimentales et les résultats des simulations sur des limes endodontiques en Ni-Ti polycristallin et des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin montrent plusieurs sources de difficultés. Un chargement important, notamment en flexion à 60°, avec une charge cyclique, peut générer de la plasticité avec un écrouissage qui n'est pas pris en compte par les modèles AMF. Enfin, le plan d'expériences de Taguchi permet de modéliser les différences entre les niveaux de facteurs mais a besoin d'être approfondi.

Chapitre 4

Discussion générale des résultats expérimentaux et numériques

4.1 Analyse critique des méthodes et résultats expérimentaux 152

4.1.1 Caractérisation des matériaux 152

4.1.2 Dispositif de tests en flexion-torsion combinées 153

4.1.3 Analyse du comportement des fils et prototypes en Cu-Al-Be monocristallin 155

4.1.4 Interprétation des résultats du plan d'expériences de Taguchi sur des prototypes en Ni-Ti et Cu-Al-Be 156

4.2 Analyse critique des simulations numériques 158

4.2.1 Construction du modèle numérique 158

4.2.2 Loi de comportement thermomécanique et identification des paramètres matériau 159

4.2.3 Simulations des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin avec le modèle micromécanique 160

4.2.4 Résultats issus du plan d'expériences de Taguchi avec l'approche numérique 162

4.3 Discussion générale 162

Dans ce chapitre, une discussion autour des travaux et résultats abordés dans cette thèse sont commentés plus en détails dans l'objectif de discuter les résultats obtenus. En premier lieu, les résultats expérimentaux présentés dans le chapitre 2 sont étudiés avec les résultats issus de la caractérisation des matériaux, le fonctionnement du dispositif d'essais de flexion-torsion et les résultats obtenus avec ce dispositif. En second lieu, les résultats numériques présentés au chapitre 3 sont mis en perspectives au travers de la construction du modèle éléments finis, des paramètres matériaux utilisés avec les modèles thermomécaniques propres au Ni-Ti polycristallin et Cu-Al-Be monocristallin et les résultats issus des simulations. Enfin, une discussion générale sur la pertinence de l'utilisation d'une lime en AMF cuivreux monocristallin clôture ce chapitre.

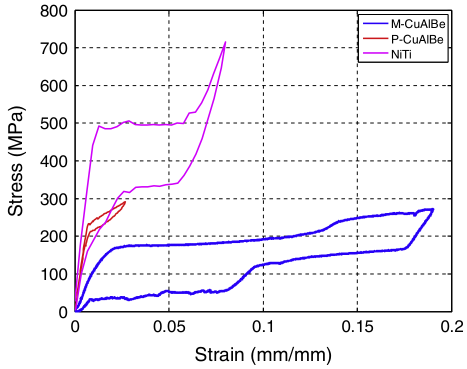
4.1 Analyse critique des méthodes et résultats expérimentaux

4.1.1 Caractérisation des matériaux

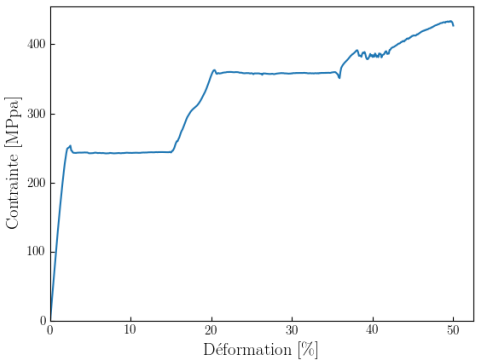
La conception et la fabrication d'un dispositif d'essais pour l'étude de la réponse de limes endodontiques en flexion-torsion combinée nécessite d'établir une base de données avec du matériel déjà existant. C'est pourquoi l'étude d'un nouvel AMF comme le Cu-Al-Be monocristallin, pour une utilisation en endodontie, demande d'étudier la réponse du Ni-Ti polycristallin afin d'avoir une base de comparaison avec des dispositifs conventionnels.

Ces deux AMF sont tout d'abord caractérisés par les moyens conventionnels que sont les essais de traction uni-axiale à différentes températures et les essais de DSC. Grâce à cela, les températures de transition de phases, les seuils de transformation et les modules d'élasticité sont identifiés. Les résultats obtenus permettent d'établir que le comportement des deux AMF à température ambiante (20°C) est superélastique. Ainsi, aucun des essais expérimentaux réalisés par la suite ne met en jeux l'effet mémoire simple sens. Ensuite, pour caractériser complètement le diagramme de transformation de ces AMF, des tests de traction à différentes températures (inférieures à -100°C jusqu'à supérieures à 100 °C) sont nécessaires. Les résultats des essais présentés dans les figures 2.2 et 2.3 permettent de placer seulement six points sur les diagrammes de contrainte-température. Néanmoins, ces six points sont suffisant pour identifier les paramètres matériaux B_f et B_r, le coefficient directeur de la pente de transformation directe et le coefficient directeur de la pente de transformation inverse respectivement, utilisés dans le modèle thermomécanique de (Chemisky et al., 2011).

Les deux AMF présentent des réponses très différentes tant au niveau du comportement en traction uni-axiale qu'au niveau de l'émission de chaleur lors du test de DSC. D'une part, le Ni-Ti polycristallin montre un comportement apparent rigide avec un seuil de transformation proche de 350 MPa à température ambiante. Les pics en début de transformation directe et inverse montrent la présence de localisation de variantes de martensite. De plus, cet AMF montre une forte sensibilité à la température avec une variation de ses seuils de transformation de 5 MPa/°C lors de la transformation directe et 7.1 MPa/°C lors de la transformation inverse. Enfin, le Ni-Ti polycristallin présente plusieurs phases de transformation avec la présence d'une phase-R, dévoilée par l'essai de DSC, mais non visible avec les essais de traction bien qu'elle puisse être visualisée avec ce type d'essai (Zhang and Sehitoglu, 2004). D'autre part, le Cu-Al-Be monocristallin montre un comportement plus flexible en traction uni-axiale avec un seuil de transformation plus bas de 180 MPa à 20 °C. Il montre très peu de localisation et son comportement en fonction de la température évolue peu jusqu'à environ 110°C où l'hystérésis entre les transformations directe et inverses augmente de 160 MPa par rapport à l'hystérésis engendré par un essai de traction à 80 °C (Hautcoeur et al., 1995). De plus, les tests de tractions uni-axiale présentés ici montre une déformation de 8.5% avec un plateau de déformation. Cependant, d'autres études ont montré que le Cu-Al-Be monocristallin présente un second plateau de transformation avec une déformation réversible jusqu'à 19% (voir figure 4.1) (Qiu and Zhu, 2014). Il est à noter également, avec une valeur de 1,7 MPa/°C pour les pentes des droites de limites de transformations directes et inverses, que la température a une faible influence sur



(a) Comparaison de la réponse en traction uniaxiale d'un Ni-Ti et d'un Cu-Al-Be polycristallin et d'un Cu-Al-Be monocristallin (Qiu and Zhu, 2014)



(b) Courbe de traction destructive sur un fil de 1 mm de diamètre en Cu-Al-Be monocristallin.

Figure 4.1 – Mise en évidence du second plateau de transformation du Cu-Al-Be monocristallin.

le seuil de transformation du Cu-Al-Be monocristallin. Cependant, cette affirmation n'est plus valable à haute température puisque le phénomène devient non-linéaire entre 80°C et 110°C. Le flux de chaleur mesuré avec les tests de DSC met en évidence deux pics de transformation distincts.

Avec les informations sur les AMF utilisés dans cette thèse, la description du dispositif d'essais en flexion-torsion vient apporter des précisions quant aux moyens mis en œuvre pour testés ces AMF une fois transformés en lime endodontique.

4.1.2 Dispositif de tests en flexion-torsion combinées

La lime endodontique a pour but de mettre en forme et élargir le canal dentaire. Pour cela, elle subit un chargement complexe, composé principalement de forces de traction compression en flexion et cisaillement en torsion, en fonction de l'anatomie canalaire de la dent traitée. La norme actuelle concernant les tests de limes endodontiques (Int. Org. for Standardization, 2008) prend en compte ces deux chargements de façon distincte au travers de la mesure des couples de flexion et de torsion. Dans l'objectif d'étudier la réponse d'une lime endodontique lorsqu'elle est soumise à un chargement combiné de flexion et de torsion, un dispositif innovant est présenté au chapitre 2.

Le dispositif de flexion-torsion est conçu sur-mesure pour tester des limes endodontiques de diamètre de pointe inférieure à 0,40 mm. Ce sont généralement des limes de diamètres de 0,25 mm et 0,30 mm qui sont utilisées et confrontées aux risques de rupture.. Les capteurs de flexion et de torsion présentent une faible plage de mesure, ±30 N.mm et ±20 N.mm respectivement, afin de mesurer précisément les réponses des structures testées. Cela présente une contrainte sur le choix des échantillons testés ainsi que le positionnement d'un échantillon, mais reste un avantage sur la précision de la mesure. De plus, le dispositif d'essais montre une grande précision dans sa conception. Ce point est indispensable puisque les couples mesurés sur des limes endodontiques sont généralement inférieurs à 8 N.mm. Cela représente un couple relativement faible

et facilement influencé par des paramètres extérieurs. C'est pourquoi une grande précaution est apportée à la réalisation des essais lors du positionnement des limes, en addition à la conception et à la fabrication du dispositif.

La calibration du dispositif est réalisée sur du Ni-Ti polycristallin, d'abord sous forme de fils de 0,6 mm de diamètre, puis des limes endodontiques F4© et F6 SkyTaper©. Ces essais permettent de visualiser les phénomènes propres au chargement de flexion-torsion combinées et les comparer aux chargements de flexion et de torsion. Pour ces deux chargements, l'effet de leur combinaison simultanée résulte en une diminution de la réponse en couple après le début de transformation martensitique. Si l'association de flexion et de torsion est réalisée avec une précontrainte, la réponse obtenue montre que la transformation est active dès le début du chargement complémentaire à cette précontrainte. Sur la figure 2.17, la combinaison simultanée de flexion et de torsion présente une inflexion à environ 2,5° de rotation. L'origine de ce comportement peut être liés à la présence de la phase-R, une étude plus approfondie sur ce sujet doit être menée. De plus, chaque chargement est réalisé sur plusieurs fils et permet ainsi d'apprécier la précision du banc d'essais avec la valeur de l'écart type à chaque instant du chargement.

De plus, les essais avec les limes endodontiques F4© et F6 SkyTaper© permettent de faire varier ces réponses en fonction des paramètres géométriques de base : le diamètre de pointe et la conicité. Le dispositif d'essais est alors utilisé au maximum de ses capacités de chargement avec pour souci de générer une déformation irréversible minimale. Les résultats obtenus montrent que l'influence de la géométrie des limes endodontiques sur la réponse en couple est bien prise en compte. Ce résultat se retrouve pour la majorité des cas de chargements à l'exception du chargement de flexion avec une précontrainte en torsion (composante de flexion figure 2.19). Pour ce cas précis, les limes endodontiques avec une conicité de 6% et un diamètre de pointe de 0,25 mm présentent un couple de flexion plus important que des limes endodontiques de 0,30 mm de diamètre avec la même conicité alors que pour les autres cas, la lime de 0,30 mm de diamètre de pointe présente toujours une réponse en couple supérieure.

Cependant, on remarque que le cas du chargement combiné de flexion-torsion présente la même influence sur la réponse des limes endodontiques que sur la réponse des fils de 0,6 mm de diamètre en Ni-Ti polycristallin. La baisse de la rigidité est liée avec le début de la transformation martensitique et a un impact limité sur le comportement élastique. Cela montre que lorsqu'une lime endodontique en Ni-Ti polycristallin subit des chargements de torsion et de flexion combinés dans le canal dentaire, sa flexibilité est supérieure mais elle transmet moins de couple aux arêtes de coupe en contact avec la dentine et demande une déformation de torsion plus importante puisque sa rigidité en torsion diminue.

Enfin, une partie des réponses observées présentent des écart types relativement élevés, parfois jusqu'à ±1,2 N.mm (composante de flexion de la figure 2.20). Cela montre que malgré les précautions prises à la réalisation des essais, d'autres sources d'erreurs existent. Elle sont principalement dues au fait que les valeurs mesurées sont faibles et facilement perturbées. Par exemple, l'orientation axiale des limes endodontiques n'est pas contrôlée lors de leur positionnement et pourrait engendrer une différence de réponse en couple lors d'un chargement de flexion. De même, la fabrication d'une lime endodontique est une source d'erreur où l'imprécision de l'usi-

nage comporte une marge d'erreur et peut faire varier les réponses mesurées. D'autres sources d'erreur peuvent exister puisque l'ordre de grandeur des mesures réalisées rend difficile leur identification et leur résolution. Néanmoins, ces essais ont permis de cibler et corriger les éventuelles perturbations et améliorer les mesures pour les tests suivants.

L'ensemble des essais préliminaires réalisés sur le Ni-Ti polycristallin mettent en évidence l'effet du chargement complexe de flexion-torsion combinées sur une structure en AMF. De plus, le banc d'essais est capable de visualiser l'influence des paramètres géométriques fondamentaux tels que le diamètre de pointe et la conicité. Par la suite, les essais sont réalisés sur des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin.

4.1.3 Analyse du comportement des fils et prototypes en Cu-Al-Be monocristallin

Les résultats préliminaires ont permis de déterminer le comportement du Ni-Ti polycristallin en flexion-torsion combinées. Les essais réalisés sur des fils et prototypes de limes endodontiques en Cu-Al-Be monocristallin sont analysés. Les réponses des prototypes de limes endodontiques en Cu-Al-Be sont comparés avec des limes en Ni-Ti polycristallin dotées les paramètres géométriques sont identiques.

Dans un premier temps, on constate que le Cu-Al-Be monocristallin ne présente pas un comportement isotrope comme le Ni-Ti polycristallin. En effet, la pente contraintes-déformations de cisaillement issue d'un essai de cisaillement ne permet pas de respecter la relation entre le module de cisaillement et le module d'Young pour un comportement élastique isotrope $G = \frac{E}{2(1+\nu)}$. De plus, lors des essais de traction, l'AMF cuivreux montre un comportement proportionnellement similaire au Ni-Ti polycristallin. Un constat identique peut être effectué pour les chargements de flexion. Cependant, la réponse de torsion est linéaire et s'accompagne d'une faible transformation pour le prototype de lime endodontique et d'une absence de transformation pour le fils en Cu-Al-Be monocristallin. La forte rigidité en torsion est caractéristique du comportement du Cu-Al-Be monocristallin.

La comparaison de prototypes en Cu-Al-Be monocristallin et Ni-Ti polycristallin avec des géométries équivalentes montre clairement la différence entre les deux AMF. D'une part le Cu-Al-Be monocristallin possède une flexibilité plus importante (figure 2.23a) et une rigidité de torsion accrue (figure 2.23b) d'autre part. En effet, pour une réponse en couple de torsion équivalente, le Ni-Ti polycristallin peut subir des déformations 4 fois plus importantes. Pour un chargement de flexion-torsion combinée, la composante de torsion de l'AMF cuivreux montre une hystérésis avec une diminution de la réponse en couple, marque d'une transformation martensitique.

Les essais complémentaires de torsion réalisés sur des prototypes de 0,30 mm de diamètre de pointe et 3,75% de conicité de la figure 2.24 présente la faiblesse du Cu-Al-Be monocritsallin en torsion. La résultante de couple en torsion est très importante et entraîne une forte augmentation des contraintes et par conséquent la rupture du prototype en AMF cuivreux. Cela est dû au comportement symétrique cubique de l'austénite dans le domaine élastique qui produit une forte rigidité en torsion. Cependant, les tests de flexion-torsion réalisés sur les prototypes en Cu-Al-Be de 0,30 mm de diamètre de pointe et 4% de conicité et présentés à la figure 2.25 montrent que

l'AMF cuivreux est capable de profiter de la transformation martensitique en torsion et ainsi d'augmenter l'amplitude de rotation pour cette composante.

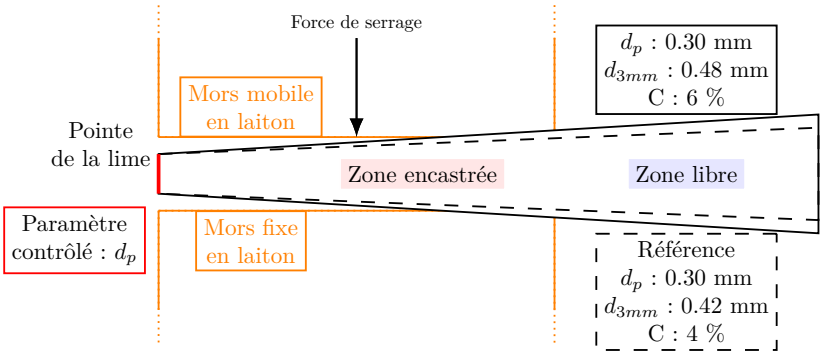
En complément, la mise en place des limes en Cu-Al-Be monocristallin est réalisée dans les mêmes conditions que pour les limes en Ni-Ti polycristallin. La force de serrage, adaptée au Ni-Ti polycristallin, est probablement trop importante pour le Cu-Al-Be monocristallin.

4.1.4 Interprétation des résultats du plan d'expériences de Taguchi sur des prototypes en Ni-Ti et Cu-Al-Be

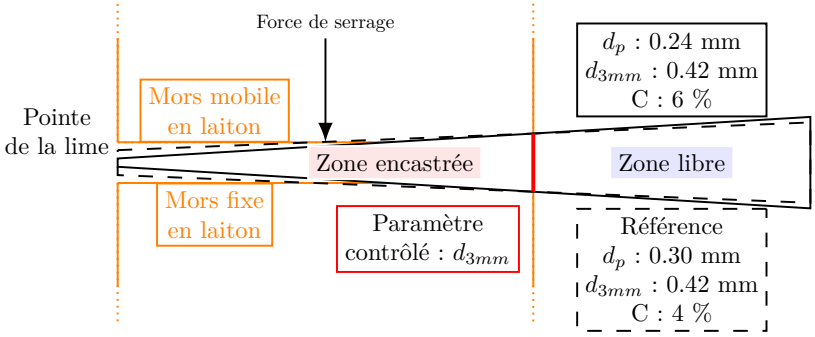
Le plan d'expériences basé sur le modèle de Taguchi présente de nombreux résultats. Il est utilisé sur des prototypes de limes endodontiques en Ni-Ti polycristallin et Cu-Al-Be monocristallin. L'utilisation de prototypes fabriqués sur-mesure, à défaut de matériel disponible sur le marché, présente l'avantage de construire le plan d'expériences avec un minimum de contraintes. Le choix des facteurs à étudier repose essentiellement sur des paramètres géométriques que les fabricants ont pour habitude de modifier selon le modèle de limes endodontiques. Cela rend plus facile l'étude de la section droite, du pas, de la conicité et du diamètre de pointe.

Le choix de faire varier le diamètre à 3 mm de la pointe, plutôt que le diamètre de pointe, consiste d'une part à limiter la variation du diamètre maximal pris entre le mors de pointe et d'autre part, visualiser l'effet de la conicité de façon indépendante du diamètre de pointe. En effet, le modèle de Taguchi consiste à faire varier les facteurs étudiés de façon contrôlée pour optimiser le nombre d'essais à réaliser. Cependant, le diamètre maximal entre les mors de pointes correspond au diamètre situé à 3 mm de la pointe de la lime endodontique. Pour des tests où la lime est encastrée sur ses 3 premiers millimètres, c'est ce diamètre qui dicte la réponse de l'instrument en AMF, et non pas le diamètre de sa pointe. Utiliser le diamètre à 3 mm permet de visualiser plus précisément l'impact de la conicité sur la zone libre du prototype testé. Avec une lime maintenue sur ses 3 premiers millimètres et un diamètre de pointe constant, la variation de la conicité revient à faire varier le diamètre maximal tenu entre les mors de pointe et indirectement, la réponse en couple de flexion et de torsion. Alors que contrôler le diamètre à 3 mm permet de visualiser uniquement la variation de conicité après l'encastrement de la pointe si le pas ne varie pas. La figure 4.2 illustre la différence entre le contrôle du d_p (figure 4.2a) et le contrôle du diamètre à 3 mm (figure 4.2b) pour une variation de la conicité. On voit que dans le premier cas, la conicité modifie le diamètre maximale de la zone encastrée et de fait, l'augmentation du moment quadratique alors que le second cas garde constant le diamètre de la lime endodontique au bord de la zone libre.

Les résultats obtenus sur le Cu-Al-Be monocristallin et le Ni-Ti polycristallin permettent de comparer l'influence de chaque paramètre étudié sur les deux AMF simultanément. Sur l'ensemble de ces résultats, on peut voir une nette corrélation entre l'augmentation du diamètre à 3 mm et des réponses observées. De même, ce paramètre a le plus d'influence parmi tous les paramètres étudiés. Ensuite, la longueur du pas est le deuxième paramètre le plus influent sur les réponses étudiées. Pour les deux AMF, ce paramètre géométrique assure une réponse minimale pour une valeur de 1 mm. Des exceptions sont visibles pour la composante de torsion en flexion-torsion du Ni-Ti polycristallin où la conicité montre une contribution supérieure à la longueur du



(a) Contrôle du diamètre de pointe



(b) Contrôle du diamètre à 3 mm

Figure 4.2 – Illustration de la modification du diamètre maximal encastré en fonction du contrôle du paramètre géométrique diamètre de pointe ou diamètre à 3 mm.

pas. Les derniers paramètres avec de l'influence sur les réponses observées sont la conicité et la forme de la section droite. Ces deux paramètres montrent un faible impact sur le comportement des prototypes fabriqués pour le plan d'expériences. Avec les données obtenues, la conicité ne semble pas contribuer de façon importante à la réponse en Couple à Rotation Maximale (CRM) des prototypes de limes endodontiques, contrairement aux données de la littérature. Ce résultat est le reflet du choix de l'étude du diamètre à 3 mm et non du diamètre de pointe. Ainsi, la variation de la conicité est prise en compte après l'encastrement et ne modifie pas indirectement, au travers de la variation de l'aire de la section droite à l'encastrement, la réponse en Couple à Rotation Maximale (CRM).

Le plan d'expériences basé sur le modèle de Taguchi permet de montrer l'influence de facteurs présélectionnés sur les réponses d'un système. En cela, si la réponse étudiée est influencée par des paramètres non-contrôlés durant les essais, alors la contribution de l'erreur visible dans les tableaux 2.15, 2.16, 2.23, 2.24 et 2.25 indique une valeur importante. On peut alors voir que pour le Cu-Al-Be monocristallin, l'étude de la rigidité est fortement influencée par des facteurs extérieurs. Pour ce cas précis, cela s'explique par la faible valeur de la rigidité mesurée. Ces mesures, proches de zéro, peuvent être facilement perturbées. De même, la composante de torsion en flexion-torsion est tributaire de facteurs non-pris en compte dans le plan d'expériences. Le Ni-Ti polycristallin, ne montre pas une part de l'erreur importante dans la contribution à la modification de la réponse. Cela indique que les paramètres non-contrôlés sont dus majoritairement

au Cu-Al-Be monocristallin. Un autre aspect du plan d'expériences est que l'interprétation des résultats ne peut pas se réaliser sans tous les résultats des essais prévus, tout comme deux essais ne peuvent pas être comparés l'un à l'autre de façon indépendante.

Pour résumer le plan d'expériences de Taguchi et la partie expérimentale, le diamètre de l'instrument est le paramètre le plus influent sur la réponse de l'instrument en flexion comme en torsion pour les deux AMF. Cependant, ce paramètre est situationnel pour s'adapter à l'anatomie canalaire à traiter comme la conicité. Finalement, le pas d'une longueur de 1 mm et la section droite asymétrique sont les paramètres les plus influant, pour les instruments en Cu-Al-Be monocristallin et en Ni-Ti polycristallin, afin d'assurer une flexibilité maximale. Le Cu-Al-Be monocristallin transmet le couple de torsion bien mieux que le Ni-Ti polycristallin. Ainsi la force de coupe sur les arêtes de la lime endodontique applique davantage de force pour éliminer la dentine et le bio-film bactérien. Cela se traduit par une faible déformation et une forte rigidité ce qui entraîne une importante augmentation des contraintes, et par conséquent, sa rupture prématurée. Là où le Ni-Ti polycristallin, pour appliquer une force de coupe sur l'arête de la lime endodontique, demande une déformation plus importante, mais profite du changement de phase pour limiter les contraintes. Cependant, en flexion-torsion combinée, on peut voir que la composante de torsion pour l'instrument Cu-Al-Be monocristallin présente une hystérésis et permet alors de profiter de la transformation martensitique lors de ce cas de chargement. Ainsi, le changement de phase limite l'intensité de contraintes, donne de la flexibilité à la composante de torsion et permet au prototype en Cu-Al-Be monocristallin d'augmenter sa déformation à la rupture.

Une question reste en suspend : est-ce que la transformation de phase en torsion pendant un chargement de flexion-torsion combinée est générée par le chargement de torsion associé à la flexion ou est-ce que le chargement de torsion conserve sa rigidité et profite de la transformation engendrée par la flexion pour générer davantage de transformation de phase ?

4.2 Analyse critique des simulations numériques

La simulation numérique avec la méthode des éléments-finis fournit des informations précises sur l'état de l'AMF. De plus, les modèles utilisés permettent de rendre compte de la transformation de phase et répondre à la question précédente. Le gros avantage reste de pouvoir générer de nombreuses géométries de limes endodontiques et de garantir une étude fiable sur le comportement des deux AMF.

4.2.1 Construction du modèle numérique

Le modèle numérique de limes endodontiques avec géométrie paramétrée est utilisé pour pouvoir simuler la réponse de nombreuses limes endodontiques. Ce modèle est développé grâce au langage de programmation Python© qui permet de générer la géométrie de la lime directement dans le logiciel Abaqus©. Les précédentes études ont montré que l'ensemble de contraintes se situe dans la zone de la lame proche de l'encastrement. C'est pourquoi, la tige de la lime endodontique n'est pas prise en compte dans la génération de la géométrie. De même, le maillage est divisé

en plusieurs zones pour diminuer le temps de calcul et garder une bonne visibilité de l'ensemble des contraintes et la fraction volumique de martensite.

Ensuite, les conditions aux limites, mécaniques et de températures, sont appliquées. Ces conditions aux limites sont choisies pour optimiser les calculs et adoucir la zone de transition entre l'encastrement et la zone libre de la lame. A cet endroit, la frontière entre les nœuds contraints et les nœuds libres est le siège d'intenses contraintes localisées. Cette solution facilite l'application de fortes déformations avec d'importantes amplitudes de rotation de flexion. De même, afin de ne pas réaliser de changements de repère lors de l'application des chargements et du post-traitement, c'est la pointe de la lime qui est mise en rotation autour de l'axe de rotation de flexion et non pas la tige. Ainsi, la composante numérique de flexion correspond alors à la résultante de la flexion de la pointe qui est équivalente à la résultante de flexion de la tige pour des conditions d'encastrements identiques. Quant au chargement de torsion, il reste appliqué selon l'axe $\vec{x}$ durant toute la simulation et permet le déplacement libre de la tige le long de l'axe pour limiter le phénomène de traction dû à la flexion.

4.2.2 Loi de comportement thermomécanique et identification des paramètres matériau

Le comportement thermomécanique des deux AMF est simulé à l'aide de deux approches différentes. Bien que différents dans leur approches, ces modèles de comportement transcrivent fidèlement le comportement global ou local de l'AMF qu'ils représentent.

D'une part, le modèle phénoménologique de (Chemisky et al., 2011) est choisi pour retranscrire le comportement du Ni-Ti polycristallin. Ce modèle prend en compte des paramètres matériau simples à identifier au travers de tests mécaniques et connus dans la littérature. Ce modèle numérique représente fidèlement le comportement thermomécanique du Ni-Ti polycristallin dans diverses cas de chargements. Les résultats numériques issus de ce modèle thermomécanique sont cohérents avec ceux obtenus expérimentalement. Néanmoins, la représentation du matériau est limitée à la visualisation globale de la fraction volumique de martensite et à un comportement dans le domaine élastique exclusivement isotrope. L'aspect microstructure n'est pas considéré, c'est pourquoi les localisations visibles sur les essais expérimentaux de tractions et de flexion-torsion des fils en Ni-Ti polycristallin ne sont pas visibles sur les résultats des simulations. De plus si ce modèle est utilisé pour représenter le Cu-Al-Be monocristallin, le comportement symétrique cubique dans le domaine élastique de l'austénite ne serait pas pris en compte.

D'autre part, le modèle micromécanique de (Collard and Ben Zineb, 2012) représente la microstructure de l'AMF d'un point de vue local. Cette caractéristique demande de prendre en compte des paramètres matériau au niveau cristallographique comme l'interaction entre chacune des variantes de martensite. Ces paramètres sont difficiles à obtenir expérimentalement mais sont disponible dans la littérature pour le Cu-Al-Be monocristallin (Entemeyer, 1996; Niclaeys et al., 2002). De plus, pour correctement représenter le comportement global du matériau, le modèle micromécanique a besoin de l'orientation cristallographique de chacun des grains de l'échantillon. Cependant, le caractère monocristallin du Cu-Al-Be est un atout puisque la struc-

ture ne comporte qu'un seul grain. De fait, le modèle micromécanique est adapté à cet AMF sans recourir à des techniques de transition d'échelle, qui font grandement augmenter le temps de calcul. Toutefois, pour le cas de polycristaux avec des grains de taille macroscopique, il est possible de considérer chaque grain de la structure de façon indépendantece qui ne demande pas de transition d'échelle (Merzouki et al., 2010). Concernant l'orientation cristallographique du Cu-Al-Be monocristallin dans le fil, son identification est réalisée par le constructeur et présente une orientation proche de celle de l'axe du fil. En addition, ce modèle considère le comportement élastique à symétrie cubique du Cu-Al-Be monocristallin et son réseau cristallographique à la température d'expérimentation. Cela se retrouve très clairement dans les essais de torsion sur les fils en Cu-Al-Be de 0,79 mm de diamètre. Bien que les deux familles de paramètres matériau (tableaux 3.4 et 3.5) soient différents, ils fournissent un comportement en traction presque identique mais un comportement de torsion très différent. Enfin, ce modèle numérique présente l'avantage de prédire quelles variantes parmi les 24 sont activées en fonction du niveau de chargement appliqué.

4.2.3 Simulations des prototypes en Cu-Al-Be monocristallin avec le modèle micromécanique

Comparaison expérimentale et numérique des prototypes de limes endodontiques en Cu-Al-Be monocristallin

Les résultats présentés à la figure 3.18 montrent un écart entre les résultats expérimentaux et numériques pour les prototypes en Cu-Al-Be monocristallin. Cette différence est visible principalement pour le cas des prototypes de limes endodontiques. Les simulations de chargements de traction et de flexion, torsion et flexion-torsion combinées présentent des résultats cohérents et proches des valeurs expérimentales.

Les principales différences entre les résultats expérimentaux et numériques concernent deux points : l'amplitude de chargement et les conditions d'encastrement. Concernant la traction, l'amplitude de chargement est adaptée afin de visualiser la totalité du plateau de transformation pour une transformation directe et inverse. Pour les autres cas, l'amplitude de chargement correspond à la rotation maximale de flexion et de torsion pour laquelle le dispositif de tests peut mesurer le couple résultant de ces chargements sur le fil en Cu-Al-Be monocristallin de 0,79 mm de diamètre. En revanche, pour les prototypes de lime endodontique en Cu-Al-Be monocristallin, l'amplitude de chargement correspond aux conditions de résistance maximales du prototype avant sa rupture. Cette caractéristique tend à emmener la structure en AMF du prototype jusqu'à ses limites, au delà des conditions de contre-indications en utilisation normale, et peut générer de l'écrouissage par plasticité dans les zones les plus sollicitées.

Ensuite, l'encastrement est une caractéristique du chargement complexe à modéliser. En traction, l'encastrement n'est pas considéré puisque la modélisation ne prend en compte qu'une fraction de l'AMF et considère exclusivement le comportement de l'éprouvette loin des zones encastrées. Pour la modélisation de la flexion-torsion, les contraintes sont principalement situées aux bords de l'encastrement (Vincent et al., 2015). De fait, il est nécessaire de modéliser la défor-

mation complète de l'échantillon testé (fils ou limes endodontiques). Egalement, l'encastrement avec les cales en laiton est adapté pour des limes endodontiques ou fils en Ni-Ti polycristallin conformément à la norme ISO 3630-1 (Int. Org. for Standardization, 2008). Concernant les prototypes en Cu-Al-Be monocristallin, l'AMF cuivreux est moins dur que le Ni-Ti polycristallin et peut subir davantage de contraintes au niveau de l'encastrement au moment de la mise en place. Concernant les fils, leur diamètre est relativement important par rapport à la largeur des cales en laiton, ils sont alors moins sensibles à l'écrasement que les prototypes en Cu-Al-Be monocristallins (0,79 mm de diamètre pour les fils et inférieure à 0,45 mm de diamètre pour les prototypes). De plus, la forme de la section droite des prototypes est moins équilibrée pour supporter un écrasement qu'une section circulaire d'un fil.

Ces points en particulier imposent des conditions expérimentales difficiles à modéliser, tant du point de vue du comportement du matériau avec les fortes déformations de flexion et torsion combinées que des conditions de chargement avec l'encastrement. Ils peuvent expliquer la différence entre les résultats numériques et expérimentaux pour les prototypes en Cu-Al-Be monocristallin.

De plus, la modélisation d'un encastrement produit une forte concentration de contraintes entre les zones encastrées et les zones libres. En effet, un encastrement avec la méthode des éléments finis se caractérise par des points positionnés dans la zone encastrée, considérés comme immobiles. Les points positionnés en zone libre et voisins des points encastrés sont alors sujet à des déplacements importants avec la génération de fortes déformations d'où découle de fortes contraintes, très localisées à la frontière des deux zones. Dans des conditions expérimentales, cela se traduit par un coude sévère lié à l'encastrement avec un rayon de courbure très faible. Ces caractéristiques font partis des contre-indications à l'utilisation d'instruments endodontique en rotation continue et nécessite une approche manuelle pour débrider les canaux à l'anatomie trop compliqué.

Répartition des contraintes et de la fraction volumique de martensite

Les figures 3.19 et 3.20 montrent que le modèle micromécanique représente de façon cohérente les mécanismes physiques en jeu au sein de l'AMF monocristallin comme la forte rigidité de torsion ou la diminution globale de la réponse en couple d'une structure lors d'un chargement combiné de flexion et de torsion. Cependant, d'autres phénomènes ne sont pas pris en compte dans ce modèle numérique, comme l'impact de l'écrasement de la pointe encastrée ou l'amplitude de chargement, comme évoqué précédemment, ou l'effet du chargement cyclique ou de l'usinage, qui peuvent apporter des modifications à l'échelle de la microstructure de l'AMF cuivreux puis engendrer des modifications de son comportement global.

Malgré cela, l'étude des résultats de ces simulations reste envisageable dans la mesure où les phénomènes physiques traduits numériquement offrent une réponse globale cohérente avec les réponses observées expérimentalement. La comparaison des figures 3.19a et 3.19c sur la répartition des contraintes, mis en parallèle avec la répartition de la fraction volumique de martensite (figures 3.20a et 3.20c) montre que l'association de la torsion à la flexion favorise la propagation de la martensite dans la lame. Cela explique la réduction de la réponse en couple de flexion

durant la transformation martensitique. La rigidité en torsion du Cu-Al-Be monocristallin, associée à la structure en hélice du prototype, augmente les contraintes dans l'AMF. Lorsqu'il est combiné à la flexion, la réponse globale de la composante de torsion montre une forme de transformation martensitique avec la présence d'une hystérésis dans sa réponse globale (figure 3.18b). Il s'agit de la transformation martensitique provoquée par la flexion qui agit en faveur de la composante de torsion. On peut alors penser que les multiples variantes de martensite activées présentent un comportement isotrope à la différence de la structure austénitique et permettent d'apporter au Cu-Al-Be une déformation supplémentaire en torsion.

4.2.4 Résultats issus du plan d'expériences de Taguchi avec l'approche numérique

Les résultats obtenus avec le modèle numérique de Taguchi demandent d'avantage d'approfondissement dans leur développement initial. Les influences observées permettent d'établir en partie des conclusions cohérentes avec l'étude expérimentale quant aux niveaux de facteurs optimaux pour la réduction de la réponse en couple. Cependant, les valeurs moyennes, ainsi que l'amplitude des variations ne correspondent pas. Cela permet d'établir le bon fonctionnement de la méthode de Taguchi numérique mais d'aboutir à des conclusions qui nécessitent d'être confortées et approfondies avec des travaux supplémentaires.

4.3 Discussion générale

Les résultats présentés dans ce travail de thèse permettent de montrer que le Cu-Al-Be monocristallin est un AMF viable pour une utilisation endodontique. Sa meilleure flexibilité que le Ni-Ti polycristallin est un atout pour suivre le chemin canalaire jusqu'à la pointe de la racine. Cet avantage s'accentue pour les limes endodontiques de gros diamètre et diminuerait le risque de déviation canalaire lors de la mise en forme canalaire. De plus, dans des conditions de superélasticité, l'AMF cuivreux monocristallin présente une meilleure résistance à la fatigue que le Ni-Ti polycristallin (Siredey et al., 2005).

Les tests de torsion montrent qu'une situation critique pour le Cu-Al-Be monocristallin est atteinte lorsque la lame est bloquée sur la pointe pendant la rotation continue. A ce moment, la lime en AMF cuivreux transmet une force de coupe importante mais atteint sa limite à la rupture après une faible déformation de cisaillement, là où le Ni-Ti polycristallin peut se déformer grâce à la transformation martensitique et retarder la rupture de la lime endodontique. La combinaison de flexion et de torsion apporte une amélioration à l'amplitude de déformation de cisaillement induite par torsion du Cu-Al-Be monocristallin mais ne surpasse pas les capacités du Ni-Ti polycristallin dans les mêmes conditions.

Le principal avantage du Cu-Al-Be monocristallin est son action anti-bactérienne liée à sa forte teneur en cuivre, supérieure à 70% w/w (Grass et al., 2011; Prado et al., 2012). Associé à un agent lubrifiant comme l'eau oxygénée, l'AMF cuivreux assure une élimination des micro-organismes plus rapide qu'un traitement classique avec l'utilisation de Ni-Ti polycristallin et d'hypochlorite de sodium (Engels-Deutsch and Bataillard, 2017; Hartemann et al., 1995;

Vincent et al., 2018). C'est pourquoi, une séquence instrumentale entièrement composée de limes endodontiques en Cu-Al-Be monocristallin n'est pas indispensable. Au contraire, la meilleure situation dans laquelle une lime endodontique en AMF cuivreux pourrait être utilisée est lors de la phase de finition du traitement endodontique. Dans une séquence mono ou multi-instrumentale, où le diamètre canalaire est progressivement augmenté par des limes en Ni-Ti polycristallin, l'instrument cuivreux clôturerait le traitement dans des conditions mécaniques optimales en éliminant l'enduit pariétal tout en faisant bénéficier de ses capacités anti-bactériennes. Ainsi, la limite à la rupture du Cu-Al-Be monocristallin en torsion ne serait plus un problème puisque l'instrument en Ni-Ti polycristallin aurait supprimé les aléas anatomiques du système canalaire infecté. L'instrument en CuAlBe interviendrait en tant qu' instrument de finition en évitant les risques de blocage de sa pointe en rotation.

Conclusion et perspectives

L'objectif principal du développement de cette nouvelle lime endodontique en AMF monocristallin cuivreux est d'améliorer l'élimination bactérienne du canal dentaire. Cependant, pour remplir ce rôle elle doit assurer une tenue mécanique au moins équivalente à celle du Ni-Ti polycristallin, même dans les conditions les plus sévères. En cela, l'étude du Cu-Al-Be monocristallin par la voie expérimentale et numérique est une étape importante en vue de la commercialisation d'un tel instrument endodontique.

L'approche expérimentale débute par la caractérisation des matériaux utilisés au cours de cette thèse. Ensuite, un dispositif d'essais de flexion-torsion est présenté. Il est capable de solliciter les limes endodontiques avec des chargements de flexion-torsion combinées, à l'image des sollicitations rencontrées dans le canal dentaire lors de la préparation canalaire mécanisés. Les premiers essais réalisés sur des fils, puis sur des limes endodontique en Ni-Ti polycristallin montrent que l'association de flexion et de torsion modifie la réponse en couple de l'échantillon testé lors de la transformation martensitique. De plus, ces tests montrent la capacité du banc d'essais à fournir des résultats fiables. Par la suite, des fils et des prototypes de limes endodontiques en Cu-Al-Be monocristallin sont testés. L'AMF cuivreux montre davantage de flexibilité que le Ni-Ti polycristallin mais une rigidité de torsion bien supérieure liée à un comportement quasi-élastique en cisaillement avec une très faible quantité de martensite activée. Après cela, une vaste campagne d'essais basée sur le plan d'expériences de Taguchi est menée. L'objectif de cette campagne d'essais est de déterminer l'influence des paramètres géométriques tels que la section-droite, le diamètre à 3 mm, la conicité et la longueur du pas sur la réponse en couple de limes endodontiques en Cu-Al-Be monocristallin et Ni-Ti polycristallin pour des chargements de flexion, torsion et flexion-torsion combinées. Les résultats obtenus montrent que pour les deux AMF, une section droite asymétrique et un pas d'une longueur minimale de 1 mm sont les paramètres optimaux pour l'augmentation de la flexibilité d'une lime endodontique. Le d_p reste le paramètre le plus influant et, comme la conicité, est déterminé lors du traitement endodontique en fonction de l'anatomie canalaire.

L'approche numérique consiste à étudier, pour chaque type de géométrie endodontique, l'évolution et la répartition des contraintes grâce à un modèle élément-finis représentatif des conditions expérimentales de flexion-torsion combinées. Tout d'abord, la construction du modèle éléments finis montre comment une lime endodontique est réalisée. Puis, les aspects liés à la discrétisation et l'application des conditions aux limites sont détaillées. Par la suite, les deux modèles thermomécaniques utilisés pour la représentation du comportement des deux AMF sont présentés. L'un adopte une approche phénoménologique et est utilisé pour représenter le Ni-Ti

polycristallin (Chemisky et al., 2011). L'autre adopte une approche micromécanique et représente le comportement thermomécanique du Cu-Al-Be monocristallin. Le premier modèle représente l'AMF de façon globale quand le second permet de visualiser clairement l'activation de chacune des variantes activées dans le monocristal. Bien que le second modèle soit plus difficile à mettre en place pour représenter correctement le comportement globale d'une structure polycristalline, le caractère monocristallin du Cu-Al-Be offre un avantage réel pour l'utilisation de ce modèle et permet de s'affranchir de la transition d'échelle. L'identification des paramètres matériaux est principalement réalisée d'après la caractérisation de chaque AMF et d'autres paramètres sont identifiés à partir de la littérature et des documents techniques des fournisseurs. Les deux modèles donnent des résultats satisfaisants sur les fils et limes endodontiques et permettent de réaliser une campagne d'essais de Taguchi sur le modèle du plan d'expériences expérimental. Les résultats issus du plan de Taguchi ne permettent pas de tirer des conclusions définitives, mais ouvre la voie vers d'avantage de travaux de recherche dans cette thématique.

A l'issue de cette étude, des outils d'analyse expérimentaux et numériques ont été développés. Ces nouveaux supports sont capables d'apporter de nombreuses informations pour l'aide à la décision quand au choix de la géométrie la plus optimale. Ils peuvent encore être améliorés pour explorer d'autres pistes pour l'étude du Cu-Al-Be monocristallin et des limes endodontiques en général.

Par exemple, une nouvelle amélioration du dispositif de tests consiste à disposer l'ensemble dans une chambre thermique pour réaliser des essais à température contrôlée à 35°C qui est la température moyenne de la cavité buccale. Les tests alors réalisés seront plus représentatifs des conditions d'utilisation de l'instrument. Le modèle numérique montre des résultats cohérents avec les réponses obtenues expérimentalement. Une nouvelle amélioration pourrait consister en la mise en place d'une boucle d'optimisation. En effet, nous avons vu que la minimisation des contraintes pour des chargements de flexion, torsion et flexion-torsion combinées passe par la modification de la géométrie de la lime endodontique. Ainsi, définir automatiquement les meilleures dimensions possibles pour un prototype, quelque soit l'AMF qui le constitue, serait un outil puissant pour le développement de nouvelles limes endodontiques.

De même, la recherche sur les conditions de coupe offertes par le AMF avec des modèles numériques capables de simuler à la fois la coupe de la dentine et les contraintes dans l'instrument endodontique permettrait de déterminer à la fois la géométrie la plus optimale pour limiter les contraintes, mais également maximiser la coupe. Bien que les tests de flexion-torsion combinées comportent une forte plus-value dans l'étude des limes endodontiques, les contraintes restent localisées dans une zone entre 3 et 6 mm depuis la pointe de la lime endodontique. Cela reste très limité en comparaison avec les contraintes générées dans un canal dentaire lors du traitement endodontique. Si le traitement endodontique est bien mené, la technique du crown-down consiste en la suppression des contraintes de la partie coronaire à la partie apicale du canal. Le piège reste un blocage à la pointe en cas de zone apicale à anatomie complexe. C'est pourquoi l'étude numérique et expérimentale de la coupe en fonction de la section droite de l'instrument ou des conditions canalaires est une piste de recherche intéressante et ambitieuse pour l'amélioration des instruments endodontiques dans leur ensemble.

Enfin, l'utilisation d'autres AMF monocristallins cuivreux est une piste intéressante pour l'avenir afin de trouver un AMF cuivreux avec des propriétés antimicrobiennes comparables au Cu-Al-Be et un comportement en torsion plus résistant (Babacan et al., 2020).

Bibliographie

R. Abeyaratne and J. K. Knowles. On the driving traction acting on a surface of discontinuity within a continuum in the presence of electromagnetic fields. *Journal of Mechanical Physic and Solids*, 38(3) :345–360, 1990. ISSN 03743535. doi : 10.1007/BF00042423.

H. M. Abou El Nasr and K. G. Abd El Kader. Dentinal damage and fracture resistance of oval roots prepared with single-file systems using different kinematics. *Journal of Endodontics*, 40 (6) :849–851, 2014. ISSN 00992399. doi : 10.1016/j.joen.2013.09.020. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.joen.2013.09.020.

D. Ahmadkhaniha, M. Heydarzadeh Sohi, A. Zarei-Hanzaki, S. M. Bayazid, and M. Saba. Taguchi optimization of process parameters in friction stir processing of pure Mg. *Journal of Magnesium and Alloys*, 3(2) :168–172, 2015. ISSN 22139567. doi : 10.1016/j.jma.2015.04.002. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.jma.2015.04.002.

K. K. Alaneme and E. A. Okotete. Reconciling viability and cost-effective shape memory alloy options – A review of copper and iron based shape memory metallic systems. *Engineering Science and Technology, an International Journal*, 19(3) :1582–1592, 2016. ISSN 22150986. doi : 10.1016/j.jestch.2016.05.010. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.jestch.2016.05.010.

K. K. Alaneme, E. A. Okotete, and J. U. Anaele. Structural vibration mitigation – a concise review of the capabilities and applications of Cu and Fe based shape memory alloys in civil structures. *Journal of Building Engineering*, 22(September 2018) :22–32, 2019. ISSN 23527102. doi : 10.1016/j.jobe.2018.11.014. URL https://doi.org/10.1016/j.jobe.2018.11.014.

M. P. Alcalde, M. A. H. Duarte, C. M. Bramante, B. C. de Vasconselos, M. Tanomaru-Filho, J. M. Guerreiro-Tanomaru, J. C. Pinto, M. V. R. Só, and R. R. Vivan. Cyclic fatigue and torsional strength of three different thermally treated reciprocating nickel-titanium instruments. *Clinical Oral Investigations*, 22(4) :1865–1871, 2018. ISSN 1436-3771. doi : 10.1007/s00784-017-2295-8.

B. J. Alder and T. E. Wainwright. Studies in molecular dynamics. I. General method. *The Journal of Chemical Physics*, 31(2) :459–466, 1959. ISSN 00219606. doi : 10.1063/1.1730376.

E. AlShwaimi. Cyclic fatigue resistance of a novel rotary file manufactured using controlled memory Ni-Ti technology compared to a file made from M-wire file. *International Endodontic Journal*, 51(1) :112–117, jan 2018. ISSN 0143-2885. doi : 10.1111/iej.12756.

A. Amengual, E. Cesari, and R. Romero. On the relationship between temperature and critical stress in the two-way shape memory effect of Cu-Zn-Al single crystals. *Scripta Metallurgica et Materiala*, 32(8) :1269–1275, 1995. ISSN 0956716X. doi : 10.1016/0956-716X(94)00014-9.

L. Anand and M. E. Gurtin. Thermal effects in the superelasticity of crystalline shape-memory materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 51(6) :1015–1058, 2003. ISSN 00225096. doi : 10.1016/S0022-5096(03)00017-6.

M. E. Anderson, J. W. Price, and P. Parashos. Fracture Resistance of Electropolished Rotary Nickel – Titanium Endodontic Instruments. *Journal of Endodontics*, 33(10) :1212–1216, 2007. doi : 10.1016/j.joen.2007.07.007.

R. Arbab Chirani, V. Chevalier, S. Arbab Chirani, and S. Calloch. Instrumentation canalaire de préparation. *Medecine buccale*, 28(June) :1–15, 2010.

R. Arbab Chirani, V. Chevalier, S. Arbab Chirani, and S. Calloch. Comparative analysis of torsional and bending behavior through finite-element models of 5 NiTi endodontic instruments. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology*, 111(1) : 115–121, 2011. ISSN 1079-2104. doi : https://doi.org/10.1016/j.tripleo.2010.07.017.

J. Arghavani, F. Auricchio, R. Naghdabadi, and A. Reali. An improved, fully symmetric, finite-strain phenomenological constitutive model for shape memory alloys. *Finite Elements in Analysis and Design*, 47(2) :166–174, 2011a. ISSN 0168874X. doi : 10.1016/j.finel.2010.09.001. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.finel.2010.09.001.

J. Arghavani, F. Auricchio, R. Naghdabadi, and A. Reali. On the robustness and efficiency of integration algorithms for a 3D finite strain phenomenological SMA constitutive model. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 85 :107–134, 2011b. doi : 10.1002/nme. URL http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/nme.3279/full.

K. M. Armattoe, M. Haboussi, and T. Ben Zineb. A 2D finite element based on a nonlocal constitutive model describing localization and propagation of phase transformation in shape memory alloy thin structures. *International Journal of Solids and Structures*, 51(6) :1208–1220, 2014. ISSN 00207683. doi : 10.1016/j.ijsolstr.2013.11.028. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2013.11.028.

K. M. Armattoe, C. Bouby, M. Haboussi, and T. Ben Zineb. Modeling of latent heat effects on phase transformation in shape memory alloy thin structures. *International Journal of Solids and Structures*, 2016.

A. Asghar, A. A. A. Raman, and W. M. A. W. Daud. A Comparison of Central Composite Design and Taguchi Method for Optimizing Fenton Process. *Scientific World Journal*, 2014 : 14, 2014. ISSN 1537744X. doi : 10.1155/2014/869120.

F. Auricchio and E. Bonetti. A new "flexible" 3D macroscopic model for shape memory alloys. *Discrete and Continuous Dynamical Systems - Series S*, 6(2) :277–291, 2013. ISSN 19371632. doi : 10.3934/dcdss.2013.6.277.

F. Auricchio and L. Petrini. Improvements and algorithmical considerations on a recent three-dimensional model describing stress-induced solid phase transformations. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 55(11) :1255–1284, 2002. ISSN 00295981. doi : 10.1002/nme.619.

F. Auricchio and L. Petrini. A three-dimensional model describing stress-temperature induced solid phase transformations : Solution algorithm and boundary value problems. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 61(6) :807–836, 2004. ISSN 00295981. doi : 10.1002/nme.1086.

F. Auricchio and R. L. Taylor. Computer methods In applied mechanics and englnserlng Shape-memory alloys : modelling and numerical simulations of the finite-strain superelastic behavior. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 143(96) :175–194, 1997.

F. Auricchio, S. Marfia, and E. Sacco. Modelling of SMA materials : Training and two way memory effects. *Computers and Structures*, 81(24-25) :2301–2317, 2003. ISSN 00457949. doi : 10.1016/S0045-7949(03)00319-5.

Awaji. Characteristics and applications of Fe-Mn-Si-based shape memory alloys, 2008. URL www.awaji-m.jp/english/r_and_d/pdf/memory_alloy.pdf.

N. Babacan, M. Caliskan, F. Alay, and N. Pehlivanli. Numerical Simulation of Cu-Al-Mn Endodontic Instruments under Bending and Torsional Conditions. *Journal of Materials Engineering and Performance*, (Ref 23), 2020. ISSN 15441024. doi : 10.1007/s11665-020-04956-x. URL https://doi.org/10.1007/s11665-020-04956-x.

S. H. Baek, C. J. Lee, A. Versluis, B. M. Kim, W. Lee, and H. C. Kim. Comparison of torsional stiffness of nickel-titanium rotary files with different geometric characteristics. *Journal of Endodontics*, 37(9) :1283–1286, 2011. ISSN 00992399. doi : 10.1016/j.joen.2011.05.032.

M. G. D. A. Bahia, M. C. C. Melo, and V. T. L. Buono. Influence of simulated clinical use on the torsional behavior of nickel-titanium rotary endodontic instruments. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology and Endodontology*, 101(5) :675–680, 2006. ISSN 10792104. doi : 10.1016/j.tripleo.2005.04.019.

J. M. Ball and R. D. James. Fine phase mixtures as minimizers of energy. *Archive for Rational Mechanics and Analysis*, pages 647–686, 1989. ISSN 00039527. doi : 10.1007/BF00281246.

F. O. G. Barbosa, J. A. d. C. P. Gomes, and M. C. P. de Araújo. Influence of Electrochemical Polishing on the Mechanical Properties of K3 Nickel-Titanium Rotary Instruments. *Journal of Endodontics*, 34(12) :1533–1536, 2008. ISSN 00992399. doi : 10.1016/j.joen.2008.08.023. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.joen.2008.08.023.

G. R. Barsch and J. A. Krumhansl. Nonlinear and Nonlocal Continuum Model of Transformation Precursors in Martensites. *Metallurgical transactions. A, Physical metallurgy and materials science*, 19 A(4) :761–775, 1988. ISSN 03602133. doi : 10.1007/bf02628355.

S. B. Batdorf and B. Bernard. A mathematical theory of plasticity based on the concept of slip. *National Advisory committee for aeronautics*, 77(5) :6, 1949. ISSN 00185744.

M. A. Baumann and A. Roth. Effect of experience on quality of canal preparation with rotary nickel-titanium files. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontics*, 88(6) :714–718, 1999. ISSN 10792104. doi : 10.1016/S1079-2104(99)70015-6.

Z. P. Bazant. Microplane Model for Strain-Controlled Inelastic Behaviour. In C. S. Desai and R. H. Gallagher, editors, *Mechanics of Engineering Materials*, chapter 3, pages 45–59. John wiley edition, 1984. ISBN 0471902764.

Z. P. Bazant and B. H. Oh. Microplane model for progressive fracture of concrete and rock. *Journal Engeeniring Mechanical 1985*, I(4) :559–582, 1985.

S. Belkahla. *Elaboration et caractérisation de nouveaux alliages à mémoire de forme basse température type Cu-Al-Be*. PhD thesis, INSA, Lyon, 1990.

L. Bergmans, J. V. Cleynenbreugel, M. Beullens, M. Wevers, and B. V. Meerbeek. Progressive versus constant tapered shaft design using NiTi rotary instruments. *InternationalEndodontic Journal*, 36 :288–295, 2003.

A. Bertram. Thermo-mechanical constitutive equations for the description of shape memory effects in alloys. *Nuclear Engineering and Design*, 74 :173–182, 1982.

A. Bhattacharyya and D. C. Lagoudas. A stochastic thermodynamic model for the gradual thermal transformation of SMA polycrystals. *Smart Materials and Structures*, 6(3) :235–250, 1997. ISSN 09641726. doi : 10.1088/0964-1726/6/3/003.

P. Blanc and C. Lexcellent. Micromechanical modelling of a CuAlNi shape memory alloy behaviour. *Materials Science and Engineering A*, 378(1-2 SPEC. ISS.) :465–469, 2004. ISSN 09215093. doi : 10.1016/j.msea.2003.11.065.

Z. Bo and D. C. Lagoudas. Thermomechanical modeling of polycrystalline SMAs under cyclic loading, Part IV : Modeling of minor hysteresis loops. *International Journal of Engineering Science*, 37(9) :1205–1249, 1999. ISSN 00207225. doi : 10.1016/S0020-7225(98)00116-5.

C. Bouvet, S. Calloch, and C. Lexcellent. Mechanical Behavior of a Cu-Al-Be Shape Memory Alloy Under Multiaxial Proportional and Nonproportional Loadings . *Journal of Engineering Materials and Technology*, 124(2) :112–124, mar 2002. ISSN 0094-4289. doi : 10.1115/1.1448324. URL https://doi.org/10.1115/1.1448324.

C. Bouvet, S. Calloch, and C. Lexcellent. A phenomenological model for pseudoelasticity of shape memory alloys under multiaxial proportional and nonproportional loadings. *European Journal of Mechanics, A/Solids*, 23(1) :37–61, 2004. ISSN 09977538. doi : 10.1016/j.euromechsol.2003.09.005.

J. R. Bowden, M. Ethunandan, and P. A. Brennan. Life-threatening airway obstruction secondary to hypochlorite extrusion during root canal treatment. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology and Endodontology*, 101(3) :402–404, 2006. ISSN 10792104. doi : 10.1016/j.tripleo.2005.06.021.

J. G. Boyd and D. C. Lagoudas. A thermodynamical constitutive model for shape memory materials. Part I. The monolithic shape memory alloy. *International Journal of Plasticity*, 12 (6) :805–842, 1996. ISSN 07496419. doi : 10.1016/S0749-6419(96)00030-7.

L. C. Brinson. One-dimensional constitutive behavior of shape memory alloys : Thermomechanical derivation with non-constant material functions and redefined martensite internal variable. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 4(2) :229–242, 1993. ISSN 1045389X. doi : 10.1177/1045389X9300400213.

L. C. Brinson, I. Schmidt, and R. Lammering. Micro and Macromechanical Investigations of CuAlNi Single Crystal and CuAlMnZn Polycrystalline Shape Memory Alloys. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 13(December) :761–772, 2002. doi : 10.1177/104538902032745.

M. Brocca, L. C. Brinson, and Z. P. Bažant. Three-dimensional constitutive model for shape memory alloys based on microplane model. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50(5) :1051–1077, 2002. ISSN 00225096. doi : 10.1016/S0022-5096(01)00112-0.

F. Bronnec, S. Bouillaguet, and P. Machtou. Ex vivo assessment of irrigant penetration and renewal during the final irrigation regimen. *International Endodontic Journal*, 43(8) :663–672, 2010. ISSN 01432885. doi : 10.1111/j.1365-2591.2010.01723.x.

W. J. Buehler and F. E. Wang. A summary of recent research on the nitinol alloys and their potential application in ocean engineering. *Ocean Engineering*, 1(1) :105–120, 1968. ISSN 00298018. doi : 10.1016/0029-8018(68)90019-x.

T. B. Bui, J. C. Mitchell, and J. C. Baumgartner. Effect of Electropolishing ProFile Nickel-Titanium Rotary Instruments on Cyclic Fatigue Resistance, Torsional Resistance, and Cutting Efficiency. *Journal of Endodontics*, 34(2) :190–193, 2008. ISSN 00992399. doi : 10.1016/j.joen.2007.10.007.

S. Bürklein, S. Benten, and E. Schäfer. Shaping ability of different single-file systems in severely curved root canals of extracted teeth. *International Endodontic Journal*, 46(6) :590–597, 2013. ISSN 01432885. doi : 10.1111/iej.12037.

S. Bürklein, D. Mathey, and E. Schäfer. Shaping ability of ProTaper NEXT and BT-RaCe nickel-titanium instruments in severely curved root canals. *International Endodontic Journal*, 48(8) :774–781, 2015. ISSN 13652591. doi : 10.1111/iej.12375.

P. Calas and J.-M. Vulcain. Le concept du Hero 642. *Rev Odonto Stomatol.*, 28(1) :47–55, 1999.

J. Camps and W. Pertot. Le choix des instruments endodontiques manuels. 3(1) :79–90, 1992.

I. Carol and P. C. Prat. A statically constrained microplane model for the smeared analysis of concrete cracking. *Computer aided analysis and design of concrete structures*, 2 :919–930, 1990.

F. Casciati, S. Casciati, and L. Faravelli. Fatigue characterization of a Cu-based shape memory alloy. *Proceedings of the Estonian Academy of Sciences : Physics, Mathematics*, 56(2) :207–217, 2007. ISSN 14060086.

M. G. Castellano, M. Indirli, and A. Martelli. Progress of application, research and development, and design guidelines for shape memory alloy devices for cultural heritage structures in Italy. *Smart Structures and Materials 2001 : Smart Systems for Bridges, Structures, and Highways*, 4330(March 2015) :250–261, 2001. ISSN 0277-786X. doi : 10.1117/12.434124.

Y. Chemisky. *Modélisation macroscopique des alliages à mémoire de forme - Application aux matériaux composites*. PhD thesis, Université Paul Verlaine de Metz, 2009.

Y. Chemisky, A. Duval, B. Piotrowski, T. Ben Zineb, V. Tahiri, and E. Patoor. Numerical tool for SMA material simulation : application to composite structure design. *Smart Materials and Structures*, 18(10) :104012, 2009. ISSN 0964-1726. doi : 10.1088/0964-1726/18/10/104012.

Y. Chemisky, A. Duval, E. Patoor, and T. Ben Zineb. Constitutive model for shape memory alloys including phase transformation, martensitic reorientation and twins accommodation. *Mechanics of Materials*, 43(7) :361–376, 2011. ISSN 01676636. doi : 10.1016/j.mechmat.2011.04.003. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.mechmat.2011.04.003.

Y. Chemisky, G. Chatzigeorgiou, P. Kumar, and D. C. Lagoudas. A constitutive model for cyclic actuation of high-temperature shape memory alloys. *Mechanics of Materials*, 68 :120–136, 2014. ISSN 01676636. doi : 10.1016/j.mechmat.2013.07.020. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.mechmat.2013.07.020.

G. S.-P. Cheung and B. W. Darvell. Fatigue testing of a NiTi rotary instrument. Part 1 : Strain-life relationship. *International Endodontic Journal*, 40(8) :612–618, 2007. ISSN 01432885. doi : 10.1111/j.1365-2591.2007.01262.x.

V. Chevalier, L. Pino, R. Arbab-Chirani, S. Calloch, and S. Arbab-Chirani. Experimental Validation of Numerical Simulations of a New-Generation NiTi Endodontic File Under Bending. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 27(11) :5856–5864, nov 2018. ISSN 1059-9495. doi : 10.1007/s11665-018-3674-2.

N. Choudhary and D. Kaur. Shape memory alloy thin films and heterostructures for MEMS applications : A review. *Sensors and Actuators, A : Physical*, 242 :162–181, 2016. ISSN 09244247. doi : 10.1016/j.sna.2016.02.026. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.sna.2016.02.026.

D. Christ and S. Reese. A finite element model for shape memory alloys considering thermomechanical couplings at large strains. *International Journal of Solids and Structures*, 46 (20) :3694–3709, 2009. ISSN 00207683. doi : 10.1016/j.ijsolstr.2009.06.017. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2009.06.017.

C. B. Churchill, J. A. Shaw, and M. A. Iadicola. Tips and tricks for characterizing shape memory alloy wire : Part 2 - Fundamental isothermal responses. *Experimental Techniques*, 33 (1) :51–62, 2009. ISSN 07328818. doi : 10.1111/j.1747-1567.2008.00460.x.

C. Cissé, W. Zaki, and T. Ben Zineb. A review of constitutive models and modeling techniques for shape memory alloys. *International Journal of Plasticity*, 76 :244–284, 2016. ISSN 07496419. doi : 10.1016/j.ijplas.2015.08.006. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.ijplas.2015.08.006.

A. Claisse, M. Guigand, D. Martin, W. Pertot, F. Perez, L. Pommel, and S. Simon. Préparation canalaire. *Commission des dispositifs médicaux*, 2014.

C. Collard and T. Ben Zineb. Simulation of the effect of elastic precipitates in SMA materials based on a micromechanical model. *Composites Part B : Engineering*, 43(6) :2560–2576, 2012. ISSN 13598368. doi : 10.1016/j.compositesb.2012.03.015. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2012.03.015.

G. G. Condorelli, A. Bonaccorso, E. Smecca, E. Schäfer, G. Cantatore, and T. R. Tripi. Improvement of the fatigue resistance of NiTi endodontic files by surface and bulk modifications. *International Endodontic Journal*, 43(10) :866–873, 2010. ISSN 01432885. doi : 10.1111/j.1365-2591.2010.01759.x.

J. Cortés-Pérez, A. S. Jiménez, G. A. L. Rodríguez, L. A. A. Ferrer, and H. F. Zúñiga. Experimental study of stress induced martensite transformation under plane state of stress. *Materials Science Forum*, 561-565(PART 2) :1485–1488, 2007. ISSN 02555476. doi : 10.4028/www.scientific.net/MSF.561-565.1485. URL http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-38349105363&partnerID=tZOtx3y1.

C. Czaderski, M. Shahverdi, R. Brönnimann, C. Leinenbach, and M. Motavalli. Feasibility of iron-based shape memory alloy strips for prestressed strengthening of concrete structures. *Construction and Building Materials*, 56 :94–105, 2014. ISSN 09500618. doi : 10.1016/j.conbuildmat.2014.01.069.

A. Dagna, C. R. Arciola, F. Florindi, A. Scribante, E. Saino, L. Visai, and C. Poggio. In vitro evaluation of antimicrobial efficacy of endodontic irrigants. *International Journal of Artificial Organs*, 34(9) :914–919, 2011. ISSN 03913988. doi : 10.5301/ijao.5000049.

M. S. Daw, S. M. Foiles, and M. I. Baskes. The embedded-atom method : a review of theory and applications. *Materials Science Reports*, 9(7-8) :251–310, 1993. ISSN 09202307. doi : 10.1016/0920-2307(93)90001-U.

L. De Arruda Santos, J. B. López, E. B. de Las Casas, M. G. De Azevedo Bahia, and V. T. L. Buono. Mechanical behavior of three nickel-titanium rotary files : A comparison of numerical simulation with bending and torsion tests. *Materials Science and Engineering C*, 37(1) :258–263, 2014. ISSN 09284931. doi : 10.1016/j.msec.2014.01.025. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.msec.2014.01.025.

G. De-Deus, A. Neves, E. J. Silva, T. A. Mendonça, C. Lourenço, C. Calixto, and E. J. M. Lima. Apically extruded dentin debris by reciprocating single-file and multi-file rotary system. *Clinical Oral Investigations*, 19(2) :357–361, 2015. ISSN 14363771. doi : 10.1007/s00784-014-1267-5.

R. A. De Vasconcelos, S. Murphy, C. A. T. Carvalho, R. G. Govindjee, S. Govindjee, and O. A. Peters. Evidence for Reduced Fatigue Resistance of Contemporary Rotary Instruments Exposed to Body Temperature. *Journal of Endodontics*, 42(5) :782–787, 2016. ISSN 00992399. doi : 10.1016/j.joen.2016.01.025.

D. Delpueyo, X. Balandraud, and M. Grédiac. Applying infrared thermography to analyse martensitic microstructures in a Cu-Al-Be shape-memory alloy subjected to a cyclic loading. *Materials Science and Engineering A*, 528(28) :8249–8258, 2011. ISSN 09215093. doi : 10.1016/j.msea.2011.07.050. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2011.07.050.

R. P. Dhote, R. N. Melnik, and J. Zu. Dynamic multi-axial behavior of shape memory alloy nanowires with coupled thermo-mechanical phase-field models. *Meccanica*, 49(7) :1561–1575, 2014. ISSN 00256455. doi : 10.1007/s11012-014-9938-5.

F. Diemer, J. Michetti, J. P. Mallet, and R. Piquet. Effect of asymmetry on the behavior of prototype rotary triple helix root canal instruments. *Journal of Endodontics*, 39(6) :829–832, 2013. ISSN 00992399. doi : 10.1016/j.joen.2012.12.022.

H. R. Dittmar, I. L. Baldwin, and S. B. Miller. The Influence of Certain Inorganic Salts on the Germicidal Activity of Hydrogen Peroxide. *J Bacteriol.*, 19(1) :203–211, 1930.

M. Dolce and D. Cardone. Mechanical behaviour of shape memory alloys for seismic applications 2. Austenite NiTi wires subjected to tension. *International Journal of Mechanical Sciences*, 43(11) :2657–2677, 2001. ISSN 00207403. doi : 10.1016/S0020-7403(01)00050-9.

A. Duval, M. Haboussi, and T. Ben Zineb. Modelling of localization and propagation of phase transformation in superelastic SMA by a gradient nonlocal approach. *International Journal of Solids and Structures*, 48(13) :1879–1893, 2011. ISSN 00207683. doi : 10.1016/j.ijsolstr.2011.02.019. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2011.02.019.

M. I. El-Anwar, S. A. Yousief, E. M. Kataia, and T. M. El-Wahab. Finite element study on continuous rotating versus reciprocating nickel-titanium instruments. *Brazilian Dental Journal*, 27(4) :436–441, 2016. ISSN 18064760. doi : 10.1590/0103-6440201600480.

W. Elmay, S. Berveiller, E. Patoor, T. Gloriant, F. Prima, and P. Laheurte. Texture evolution of orthorhombic α" titanium alloy investigated by in situ X-ray diffraction. *Materials Science and Engineering A*, 679(July 2016) :504–510, 2017. ISSN 09215093. doi : 10.1016/j.msea.2016.10.072. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2016.10.072.

S. E. Elsaka, A. M. Elnaghy, and A. E. Badr. Torsional and bending resistance of WaveOne Gold, Reciproc and Twisted File Adaptive instruments. *International Endodontic Journal*, 50 (11) :1077–1083, 2017. ISSN 13652591. doi : 10.1111/iej.12728.

M. Engels-Deutsch and L. Bataillard. Dispositif pour le traitement dentaire, 2017.

D. Entemeyer. *Etude micromecanique du comportement thermomecanique des alliages a memoire de forme.* PhD thesis, Université de Metz, 1996.

D. Entemeyer, E. Patoor, A. Eberhardt, and M. Berveiller. Strain rate sensitivity in superelasticity. *International Journal of Plasticity*, 16(10) :1269–1288, 2000. ISSN 0749-6419. doi : https://doi.org/10.1016/S0749-6419(00)00010-3.

M. Etienne. Instrumentation endodontique. In *Encycl Méd Chir.* 1995. ISBN 23-050-A-08.

V. Evangelista, S. Marfia, and E. Sacco. Phenomenological 3D and 1D consistent models for shape-memory alloy materials. *Computational Mechanics*, 44(3) :405–421, 2009. ISSN 01787675. doi : 10.1007/s00466-009-0381-8.

F. Falk. Model free energy, mechanics, and thermodynamics of shape memory alloys. *Acta Metallurgica*, 28(12) :1773–1780, 1980. ISSN 00016160. doi : 10.1016/0001-6160(80)90030-9.

F. Falk. Ginzburg-Landau theory of static domain walls in shape-memory alloys. *Zeitschrift für Physik B Condensed Matter*, 51(2) :177–185, 1983. ISSN 14346036. doi : 10.1007/BF01308772.

F. Ferreira, C. Adeodato, I. B. L. Aboud, P. Scelza, and M. Z. Scelza. Movement kinematics and cyclic fatigue of NiTi rotary instruments : A systematic review. *International Endodontic Journal*, 50 :143–152, 2017.

M. Fischlschweiger and E. R. Oberaigner. Kinetics and rates of martensitic phase transformation based on statistical physics. *Computational Materials Science*, 52(1) :189–192, 2012. ISSN 09270256. doi : 10.1016/j.commatsci.2011.03.038. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.commatsci.2011.03.038.

A. Fortini, R. Rizzoni, A. Suman, E. Fabbri, M. Merlin, and M. Pinelli. An experimentally-driven approach to model bending in a thermally activated SMA-based beam. *Smart Materials and Structures*, 27(12), 2018. ISSN 1361665X. doi : 10.1088/1361-665X/aae8cc.

Y. Fu, H. Du, W. Huang, S. Zhang, and M. Hu. TiNi-based thin films in MEMS applications : A review. *Sensors and Actuators, A : Physical*, 112(2-3) :395–408, 2004. ISSN 09244247. doi : 10.1016/j.sna.2004.02.019.

K. Gall and H. Sehitoglu. Role of texture in tension-compression asymmetry in polycrystalline NiTi. *International journal of plasticity*, 15(1) :69–92, 1999. ISSN 07496419. doi : 10.1016/S0749-6419(98)00060-6.

K. Gall, H. Sehitoglu, Y. I. Chumlyakov, and I. V. Kireeva. Tension-compression asymmetry of the stress-strain response in aged single crystal and polycrystalline NiTi. *Acta Materialia*, 47 (4) :1203–1217, 1999. ISSN 13596454. doi : 10.1016/S1359-6454(98)00432-7.

K. Gall, T. J. Lim, D. L. McDowell, H. Sehitoglu, and Y. I. Chumlyakov. Role of intergranular constraint on the stress-induced martensitic transformation in textured polycrystalline NiTi. *International journal of plasticity*, 16(10) :1189–1214, 2000. ISSN 07496419. doi : 10.1016/S0749-6419(00)00007-3.

F. N. García-Castillo, J. Cortés-Pérez, V. Amigó, F. M. Sánchez-Arévalo, and G. A. Lara-Rodríguez. Development of a stress-induced martensitic transformation criterion for a Cu-Al-Be polycrystalline shape memory alloy undergoing uniaxial tension. *Acta Materialia*, 97 : 131–145, 2015. ISSN 13596454. doi : 10.1016/j.actamat.2015.06.044.

P. Garrec and L. Jordan. Stiffness in bending of a superelastic Ni-Ti orthodontic wire as a function of cross-sectional dimension. *Angle Orthodontist*, 74(5) :691–696, 2004. ISSN 00033219. doi : 10.1043/0003-3219(2004)074<0691:SIBOAS>2.0.CO;2.

G. Gavini, O. F. Pessoa, F. B. Barletta, M. A. Vasconcellos, and C. L. Caldeira. Cyclic fatigue resistance of rotary nickel-titanium instruments submitted to nitrogen ion implantation. *Journal of Endodontics*, 36(7) :1183–1186, 2010. ISSN 00992399. doi : 10.1016/j.joen.2010.03.032. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.joen.2010.03.032.

J. A. Ghani, I. A. Choudhury, and H. H. Hassan. Application of Taguchi method in the optimization of end milling parameters. *Journal of Materials Processing Technology*, 145(1) :84–92, 2004. ISSN 09240136. doi : 10.1016/S0924-0136(03)00865-3.

C. R. Glosson, R. H. Hailer, S. B. Dove, and C. E. Rio. A Comparison of Root Canal Preparations Using Ni-Ti Instruments. *Journal of Endodontics*, 21(3) :146–151, 1995. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239906804413.

B. P. Gomes, E. T. Pinheiro, R. C. Jacinto, A. A. Zaia, C. C. Ferraz, and F. J. Souza-Filho. Microbial Analysis of Canals of Root-filled Teeth with Periapical Lesions Using Polymerase Chain Reaction. *Journal of Endodontics*, 34(5) :537–540, 2008. ISSN 00992399. doi : 10.1016/j.joen.2008.01.016.

S. Govindjee and G. J. Hall. A computational model for shape memory alloys. *International Journal of Solids and Structures*, 37(5) :735–760, 2000. ISSN 00207683. doi : 10.1016/S0020-7683(99)00048-7.

G. Grass, C. Rensing, and M. Solioz. Metallic copper as an antimicrobial surface. *Applied and Environmental Microbiology*, 77(5) :1541–1547, 2011. ISSN 00992240. doi : 10.1128/AEM.02766-10.

G. Guénin. Alliages à mémoire de forme Alliages à mémoire de forme. *Techniques de l'ingénieur*, 33(0) :1–14, 1986.

J. L. Gutmann and Y. Gao. Alteration in the inherent metallic and surface properties of nickel-titanium root canal instruments to enhance performance, durability and safety : A focused review. *International Endodontic Journal*, 45(2) :113–128, 2012. ISSN 01432885. doi : 10.1111/j.1365-2591.2011.01957.x.

J. M. Gutteridge and S. Wilkins. Copper salt-dependent hydroxyl radical formation. Damage to proteins acting as antioxidants. *BBA - General Subjects*, 759(1-2) :38–41, 1983. ISSN 03044165. doi : 10.1016/0304-4165(83)90186-1.

J. H. Ha, S. K. Kim, G. S. P. Cheung, S. H. Jeong, Y. C. Bae, and H. C. Kim. Effect of alloy type on the life-time of torsion-preloaded nickel-titanium endodontic instruments. *Scanning*, 37(3) :172–178, 2015. ISSN 19328745. doi : 10.1002/sca.21195.

J.-H. H. Ha, S.-W. W. Kwak, A. Versluis, C.-J. J. Lee, S.-H. H. Park, and H.-C. C. Kim. The geometric effect of an off-centered cross-section on nickel–titanium rotary instruments : A finite element analysis study. *Journal of Dental Sciences*, 12(2) :173–178, 2017. ISSN 22138862. doi : 10.1016/j.jds.2016.11.005. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.jds.2016.11.005.

M. Haapasalo, Y. Shen, Z. Wang, and Y. Gao. Irrigation in endodontics. *British Dental Journal*, 216(6) :299–303, 2014. ISSN 17417503. doi : 10.1038/sj.bdj.2014.204. URL http://dx.doi.org/10.1038/sj.bdj.2014.204.

K. Hackl and R. Heinen. A micromechanical model for pretextured polycrystalline shape-memory alloys including elastic anisotropy. *Continuum Mechanics and Thermodynamics*, 19(8) :499–510, 2008. ISSN 09351175. doi : 10.1007/s00161-008-0067-z.

R. F. Hamilton, H. Sehitoglu, Y. I. Chumlyakov, and H. J. Maier. Stress dependence of the hysteresis in single crystal NiTi alloys. *Acta Materialia*, 52(11) :3383–3402, 2004. ISSN 13596454. doi : 10.1016/j.actamat.2004.03.038.

P. Hartemann, M. Goepfert, and M.-F. Blech. Bactericidal effect of hydrogen peroxide on Escherichia coli. *Ann. Med. de l'Est NANCY*, 34 :85–88, 1995.

D. J. Hartl, G. Chatzigeorgiou, and D. C. Lagoudas. Three-dimensional modeling and numerical analysis of rate-dependent irrecoverable deformation in shape memory alloys. *International Journal of Plasticity*, 26(10) :1485–1507, 2010. ISSN 07496419. doi : 10.1016/j.ijplas.2010.01.002. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.ijplas.2010.01.002.

A. Hautcoeur, A. Eberhardt, E. Patoor, and M. Berveiller. Thermomechanical Behaviour of Monocrystalline Cu-Al-Be Shape Memory Alloys and Determination of the Metastable Phase Diagram. *Journal De Physique IV*, 5 :C2 459 – 464, 1995.

S. Hazar, W. Zaki, Z. Moumni, and G. Anlas. Steady state crack growth in shape memory alloys. In *Proceedings of the ASME 2013 Conference on Smart Materials, Adaptive Structures and Intelligent Systems*, Snowbird, Utah, USA, 2013.

S. Hazar, W. Zaki, Z. Moumni, and G. Anlas. Modeling of steady-state crack growth in shape memory alloys using a stationary method. *International Journal of Plasticity*, 67 :26–38, 2015. ISSN 07496419. doi : 10.1016/j.ijplas.2014.08.018. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.ijplas.2014.08.018.

D. Helm. Thermomechanics of martensitic phase transitions in shape memory alloys I. Constitutive theories for small and large deformations. *Journal of Mechanics of Materials and Structures*, 2(1) :87–112, 2007.

Q. C. J. Hoon, M. H. Pelletier, C. Christou, K. A. Johnson, and W. R. Walsh. Biomechanical evaluation of shape-memory alloy staples for internal fixation—an in vitro study. *Journal of Experimental Orthopaedics*, 3(1), 2016. ISSN 21971153. doi : 10.1186/s40634-016-0055-3.

M. Huang, X. Gao, and L. C. Brinson. Multivariant micromechanical model for SMAs. Part 2. Polycrystal model. *International journal of plasticity*, 16(10) :1371–1390, 2000. ISSN 07496419. doi : 10.1016/S0749-6419(00)00014-0.

M. Hülsmann, O. A. Peters, and P. M. H. Dummer. Mechanical preparation of root canals : shaping goals , techniques and means. *Endodontic Topics*, 10 :30–76, 2005.

J. I. Ingle. A new endodontic paradigm. *J. Dist. Columbia Dent. Soc.*, 1976.

Int. Org. for Standardization. *Root-canal instrument - Part1 : General requirements and test methods*, volume ISO 3630-1. 2008.

L. Isola, P. La Roca, A. Roatta, P. Vermaut, L. Jordan, P. Ochin, and J. Malarría. Load-biased martensitic transformation strain of Ti50-Ni47-Co3 strip obtained by a twin-roll casting technique. *Materials Science and Engineering A*, 597 :245–252, 2014. ISSN 09215093. doi : 10.1016/j.msea.2013.12.102. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2013.12.102.

T. Iwata, H. Murakami, and A. Ogawa. Solar paddle actuators for small satellites using shape memory alloy. *SMST-2007 - Proceedings of the International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies*, (September 2001) :397–404, 2008. doi : 10.1361/cp2007smst397.

L. Jordan, A. Sultan, and P. Vermaut. Microstructural and mechanical characterizations of new Ni-Ti endodontic instruments. *MATEC Web of Conferences*, 33 :1–6, 2015. ISSN 2261236X. doi : 10.1051/matecconf/20153303005.

Y. Jung, P. Papadopoulos, and R. O. Ritchie. Constitutive modelling and numerical simulation of multivariant phase transformation in superelastic shape-memory alloys. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 60(2) :429–460, 2004. ISSN 00295981. doi : 10.1002/nme.940.

R. Kansal, A. Rajput, S. Talwar, R. Roongta, and M. Verma. Assessment of dentinal damage during canal preparation using reciprocating and rotary files. *Journal of endodontics*, 40(9) : 1443–1446, 2014. ISSN 18783554. doi : 10.1016/j.joen.2014.02.015. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.joen.2014.02.015.

B. Kaouache, S. Berveiller, K. Inal, A. Eberhardt, and E. Patoor. Stress analysis of martensitic transformation in Cu-Al-Be polycrystalline and single-crystalline shape memory alloy. *Materials Science and Engineering A*, 378(1-2 SPEC. ISS.) :232–237, 2004. ISSN 09215093. doi : 10.1016/j.msea.2003.10.348.

E. Karatas, H. Arslan, M. Büker, F. Seçkin, and I. D. Çapar. Effect of movement kinematics on the cyclic fatigue resistance of nickel–titanium instruments. *International Endodontic Journal*, 49(4) :361–364, 2016a. doi : 10.1111/iej.12453.

E. Karatas, H. A. Gündüz, D. Ö. Kırıcı, and H. Arslan. Incidence of dentinal cracks after root canal preparation with ProTaper Gold, Profile Vortex, F360, Reciproc and ProTaper Universal instruments. *International Endodontic Journal*, 49(9) :905–910, 2016b. ISSN 0143-2885. doi : 10.1111/iej.12541.

M. E. Kaval, I. D. Capar, and H. Ertas. Evaluation of the Cyclic Fatigue and Torsional Resistance of Novel Nickel-Titanium Rotary Files with Various Alloy Properties. *Journal of Endodontics*, 42(12) :1840–1843, 2016. ISSN 00992399. doi : 10.1016/j.joen.2016.07.015.

P. Kiefner, M. Ban, and G. De-Deus. Is the reciprocating movement per se able to improve the cyclic fatigue resistance of instruments ? *International Endodontic Journal*, 47(5) :430–436, 2014. ISSN 13652591. doi : 10.1111/iej.12166.

H. C. Kim, H. J. Kim, C. J. Lee, B. M. Kim, J. K. Park, and A. Versluis. Mechanical response of nickel-titanium instruments with different cross-sectional designs during shaping of simulated curved canals. *International Endodontic Journal*, 42(7) :593–602, 2009. ISSN 01432885. doi : 10.1111/j.1365-2591.2009.01553.x.

J. Kovac, D. Kovac, L. Slobodnikova, and D. Kotulova. Enterococcus faecalis and Candida albicans in the dental root canal and periapical infections. *Int. J. Hyg. Environ. Health*, 114 (12) :716–20, 2013.

Y. Kudoh, M. Tokonami, S. Miyazaki, and K. Otsuka. Crystal structure of the martensite in Ti-49.2 at.by the single crystal X-ray diffraction method. *Acta Metallurgica*, 33(11) :2049–2056, 1985. ISSN 00016160. doi : 10.1016/0001-6160(85)90128-2.

S.-W. Kwak, C.-J. Lee, S.-K. Kim, H.-C. Kim, and J.-H. Ha. Comparison of screw-in forces during movement of endodontic files with different geometries, alloys, and kinetics. *Materials*, 12(9) :10–16, 2019. ISSN 19961944. doi : 10.3390/ma12091506.

G. La Rosa, F. Lo Savio, E. Pedullà, and E. Rapisarda. Developing of a new device for static and dynamic tests of Ni-Ti instruments for root canal treatment. *Procedia Structural Integrity*, 2 : 1303–1310, 2016. ISSN 2452-3216. doi : 10.1016/j.prostr.2016.06.166. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.prostr.2016.06.166.

A. Lachiguer, C. Bouby, F. Gamaoun, T. Bouraoui, and T. Ben Zineb. Modeling of Hydrogen effect on the superelastic behavior of Ni-Ti shape memory alloy wires. *Smart Materials and Structures*, 25(11) :115011–115047, 2016.

D. C. Lagoudas, Z. Bo, and M. A. Qidwai. A unified thermodynamic constitutive model for sm a and finite element analysis of active metal matrix composites. *Mechanics of Composite Materials and Structures*, 3(2) :153–179, 1996. ISSN 10759417. doi : 10.1080/10759419608945861.

D. C. Lagoudas, P. B. Entchev, P. Popov, E. Patoor, L. C. Brinson, and X. Gao. Shape memory alloys, Part II : Modeling of polycrystals. *Mechanics of Materials*, 38(5-6) :430–462, 2006. ISSN 01676636. doi : 10.1016/j.mechmat.2005.08.003.

D. C. Lagoudas, D. Hartl, Y. Chemisky, L. MacHado, and P. Popov. Constitutive model for the numerical analysis of phase transformation in polycrystalline shape memory alloys. *International Journal of Plasticity*, 32-33 :155–183, 2012. ISSN 07496419. doi : 10.1016/j.ijplas.2011.10.009. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.ijplas.2011.10.009.

C. M. Larsen, I. Watanabe, G. N. Glickman, and J. He. Cyclic Fatigue Analysis of a New Generation of Nickel Titanium Rotary Instruments. *Journal of Endodontics*, 35(3) :401–403, 2009. ISSN 00992399. doi : 10.1016/j.joen.2008.12.010. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.joen.2008.12.010.

J.-J. Lasfargues and P. Machtou. *Dictionnaire francophone des termes d'odontologie conservatrice : endodontie et odontologie restauratrice : lexique anglais-français et annexes inclus*. Collège national des enseignants en odontologie conservatrice et endodontie, Paris, livre impr edition, 2010. ISBN 2903482160 9782903482169.

Y. Launay. *Les instruments endodontiques*. Endodontie clinique, Paris, editions c edition, 1986.

J.-M. Laurichesse and B. Jacques. *Principes fondamentaux de la préparation canalaire*. Paris, editions c edition, 1986.

M. Le Bellac, F. Mortessagne, and G. G. Batrouni. *Equilibrium and non-equilibrium statistical thermodynamics*. Dunod edition, 2004. ISBN 0521821436.

S. Leclercq and C. Lexcellent. A general macroscopic description of the thermomechanical behavior of shape memory alloys. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 44(6) : 953–980, 1996. ISSN 00225096. doi : 10.1016/0022-5096(96)00013-0.

C. Lecxellent. *Les Alliages à Mémoire de Forme*. Editions l edition, 2013. ISBN 978-2-7462-4505-1.

D. H. Lee, B. Park, A. Saxena, and T. P. Serene. Enhanced surface hardness by boron implantation in nitinol alloy. *Journal of Endodontics*, 22(10) :543–546, 1996. ISSN 00992399. doi : 10.1016/S0099-2399(96)80015-X.

V. I. Levitas and I. B. Ozsoy. Micromechanical modeling of stress-induced phase transformations. Part 1. Thermodynamics and kinetics of coupled interface propagation and reorientation. *International Journal of Plasticity*, 25(2) :239–280, 2009. ISSN 07496419. doi : 10.1016/j.ijplas.2008.02.004. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.ijplas.2008.02.004.

V. I. Levitas and D. L. Preston. Three-dimensional Landau theory for multivariant stress-induced martensitic phase transformations. II. Multivariant phase transformations and stress space analysis. *Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics*, 66(13) :1–15, 2002a. ISSN 1550235X. doi : 10.1103/PhysRevB.66.134207.

V. I. Levitas and D. L. Preston. Three-dimensional Landau theory for multivariant stress-induced martensitic phase transformations.I.Austenite(formula presented)martensite. *Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics*, 66(13) :1–9, 2002b. ISSN 1550235X. doi : 10.1103/PhysRevB.66.134206.

C. Lexcellent and F. Thiebaud. Determination of the phase transformation zone at a crack tip in a shape memory alloy exhibiting asymmetry between tension and compression. *Scripta Materialia*, 59(3) :321–323, 2008. ISSN 13596462. doi : 10.1016/j.scriptamat.2008.03.040.

C. Lexcellent, M. L. Boubakar, C. Bouvet, and S. Calloch. About modelling the shape memory alloy behaviour based on the phase transformation surface identification under proportional loading and anisothermal conditions. *International Journal of Solids and Structures*, 43(3-4) : 613–626, 2006. ISSN 00207683. doi : 10.1016/j.ijsolstr.2005.07.004.

T. L. Li, Y. F. Gao, H. Bei, and E. P. George. Indentation Schmid factor and orientation dependence of nanoindentation pop-in behavior of NiAl single crystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 59(6) :1147–1162, 2011. ISSN 00225096. doi : 10.1016/j.jmps.2011.04.003.

C. Liang and C. A. Rogers. One-Dimensional Thermomechanical Constitutive Relations for Shape Memory Materials. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 1(2) :207–234, 1990. ISSN 15308138. doi : 10.1177/1045389X9000100205.

R. Liu, Y. Tang, L. Zeng, Y. Zhao, Z. Ma, Z. Sun, L. Xiang, L. Ren, and K. Yang. In vitro and in vivo studies of anti-bacterial copper-bearing titanium alloy for dental application. *Dental Materials*, 34(8) :1112–1126, 2018. ISSN 01095641. doi : 10.1016/j.dental.2018.04.007. URL https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.04.007.

Z. K. Lu and G. J. Weng. A self-consistent model for the stress-strain behavior of shape-memory alloy polycrystals. *Acta Materialia*, 46(15) :5423–5433, 1998. ISSN 13596454. doi : 10.1016/S1359-6454(98)00203-1.

P. Machtou. *Investigations sur l'irrigation en endodontie : une étude au MEB*. PhD thesis, Paris VII, 1980.

J. Malarría, F. C. Lovey, and M. Sade. Two way shape memory effect in CuZnAl single crystals after pseudoelastic cycling at low temperatures. *Materials Science and Engineering A*, 517 (1-2) :118–124, 2009. ISSN 09215093. doi : 10.1016/j.msea.2009.03.044.

D. Martin, J. Amor, P. Machtou, F. D. Chirurgie, and D. Paris. Endodontie mécanisée. *Revue d'Odonto-Stomatologie*, 31 :33–42, 2002.

R. F. Martins, A. Fernandes, G. Loios, and A. A. Ginjeira. Fatigue resistance of rotary endodontic files subjected to planar and non-planar curvatures induced by in vitro tooth canals. *International Journal of Structural Integrity*, 8(6, SI) :656–669, 2017. ISSN 1757-9864. doi : 10.1108/IJSI-01-2017-0005.

R. Mehrabi, M. Kadkhodaei, and M. Elahinia. Constitutive modeling of tension-torsion coupling and tension-compression asymmetry in NiTi shape memory alloys. *Smart Materials and Structures*, 23(7), 2014. ISSN 1361665X. doi : 10.1088/0964-1726/23/7/075021.

R. Mehrabi, M. T. Andani, M. Kadkhodaei, and M. Elahinia. Experimental Study of NiTi Thin-Walled Tubes Under Uniaxial Tension, Torsion, Proportional and Non-Proportional Loadings. *Experimental Mechanics*, 55(6) :1151–1164, 2015. ISSN 17412765. doi : 10.1007/s11340-015-0016-2.

T. Merzouki, C. Collard, N. Bourgeois, T. Ben Zineb, and F. Meraghni. Coupling between measured kinematic fields and multicrystal SMA finite element calculations. *Mechanics of Materials*, 42(1) :72–95, 2010. ISSN 01676636. doi : 10.1016/j.mechmat.2009.09.003. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.mechmat.2009.09.003.

F. Mirzakhani, S. M. Ayati, P. Fahimi, and M. Baghani. Online force control of a shape-memory-alloy-based 2 degree-of-freedom human finger via inverse model and proportional–integral–derivative compensator. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 30(10) :1538–1548, 2019. ISSN 15308138. doi : 10.1177/1045389X19835963.

J. J. Mohd, M. Leary, A. Subic, and M. A. Gibson. A review of shape memory alloy research, applications and opportunities. *Materials and Design*, 56 :1078–1113, 2014. ISSN 18734197. doi : 10.1016/j.matdes.2013.11.084.

D. Montalvão, Q. Shengwen, and M. Freitas. A study on the influence of Ni-Ti M-Wire in the flexural fatigue life of endodontic rotary files by using Finite Element Analysis. *Materials Science and Engineering C*, 40 :172–179, 2014. ISSN 09284931. doi : 10.1016/j.msec.2014.03.061.

S. Montecinos and A. Cuniberti. Thermomechanical behavior of a CuAlBe shape memory alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 457(1-2) :332–336, 2008. ISSN 09258388. doi : 10.1016/j.jallcom.2007.03.077.

N. B. Morgan. Medical shape memory alloy applications - The market and its products. *Materials Science and Engineering A*, 378(1-2 SPEC. ISS.) :16–23, 2004. ISSN 09215093. doi : 10.1016/j.msea.2003.10.326.

T. Mori and K. Tanaka. Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions. *Acta Metallurgica*, 21(5) :571–574, 1973. ISSN 00016160. doi : 10.1016/0001-6160(73)90064-3.

C. Morin. *A comprehensive approach for fatigue analysis of Shape Memory Alloys*. PhD thesis, ParisTech, 2011. URL https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00608205.

Z. Moumni, W. Zaki, and Q. S. Nguyen. Theoretical and numerical modeling of solid-solid phase change : Application to the description of the thermomechanical behavior of shape memory alloys. *International Journal of Plasticity*, 24(4) :614–645, 2008. ISSN 07496419. doi : 10.1016/j.ijplas.2007.07.007.

C. Müller and O. T. Bruhns. A thermodynamic finite-strain model for pseudoelastic shape memory alloys. *International Journal of Plasticity*, 22(9) :1658–1682, 2006. ISSN 07496419. doi : 10.1016/j.ijplas.2006.02.010.

I. Müller. Pseudo-elastic hysteresis in shape memory alloys. *Physica B : Condensed Matter*, 407 (9) :1314–1315, 2012. ISSN 09214526. doi : 10.1016/j.physb.2011.06.088.

I. Müller and S. Seelecke. Thermodynamic Aspect of shape memory alloys. *Mathematical and Computer Modelling*, 34(01) :1307–1355, 2001. doi : 10.1201/9781351074438.

A. Mustafic, S. Lovric, E. Nasic, J. Halivovic, M. Osmic, and D. Becirovic. Taguchi-based grey relational analysis of performance characteristics in the MQL turning process of X5CrNi18-10 steel. In *MMA Flexible Technologies*, number September, NOVI SAD, 2018.

C. Niclaeys, T. Ben Zineb, S. Arbab Chirani, and E. Patoor. Determination of the interaction energy in the martensitic state. *International Journal of plasticity*, 18(11) :1619–1647, 2002.

V. Novák and P. Šittner. Micromechanics modelling of NiTi polycrystalline aggregates transforming under tension and compression stress. *Materials Science and Engineering A*, 378(1-2 SPEC. ISS.) :490–498, 2004. ISSN 09215093. doi : 10.1016/j.msea.2003.10.370.

R. Ostwald, T. Bartel, and A. Menzel. A micro-sphere approach applied to the simulation of phase transformations interacting with plasticity. In A. Eriksson and G. Tibert, editors, *23rd Nordic Seminar on Computational Mechanics*, volume 1, pages 1–4, Stockholm„ 2010a. URL http://lup.lub.lu.se/record/3172832.

R. Ostwald, T. Bartel, and A. Menzel. A computational micro-sphere model applied to the simulation of phase-transformations. *ZAMM Zeitschrift fur Angewandte Mathematik und Mechanik*, 90(7-8) :605–622, 2010b. ISSN 15214001. doi : 10.1002/zamm.200900390.

K. Otsuka and X. Ren. Mechanism of martensite aging effects and new aspects. *Materials Science and Engineering A*, 312(1-2) :207–218, 2001. ISSN 09215093. doi : 10.1016/S0921-5093(00)01877-3.

K. Otsuka and X. Ren. Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys, 2005. ISSN 00796425.

K. Otsuka and C. M. Wayman. *Shape Memroy Materials*. Cambridge University Press, Cambridge, 1998.

S. Ozgen and O. Adiguzel. Investigation of the thermoelastic phase transformation in a NiAl alloy by molecular dynamics simulation. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 65(5) : 861–865, 2004. ISSN 00223697. doi : 10.1016/j.jpcs.2003.09.004.

Q. Pan and N. Cho. The investigation of a shape memory alloy micro-damper for MEMS applications. *Sensors*, 7(9) :1887–1900, 2007. ISSN 14248220. doi : 10.3390/s7091887.

M. Panico and L. C. Brinson. A three-dimensional phenomenological model for martensite reorientation in shape memory alloys. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 55 (11) :2491–2511, 2007. ISSN 00225096. doi : 10.1016/j.jmps.2007.03.010.

M. Parrinello and A. Rahman. Polymorphic transitions in single crystals : A new molecular dynamics method. *Journal of Applied Physics*, 52(12) :7182–7190, 1981. ISSN 00218979. doi : 10.1063/1.328693.

D. Patil and G. Song. A review of shape memory material's applications in the offshore oil and gas industry. *Smart Materials and Structures*, 26(9), 2017. ISSN 1361665X. doi : 10.1088/1361-665X/aa7706.

E. Patoor and M. Berveiller. *Technologie des alliages à mémoire de forme. Comportement mécanique et mise en oeuvre*. Hermes sci edition, 1994. ISBN 2-86601-426-X.

E. Patoor, A. Eberhardt, and M. Berveiller. Thermomechnical Behavior of Shape Memory Alloys. *Arch. Mech*, 40 :775–794, 1989.

E. Patoor, M. El Amrani, A. Eberhardt, and M. Berveiller. Determination of the Origin for the Dissymmetry Observed between Tensile and Compression Tests on Shape Memory Alloys. *Le Journal de Physique IV*, 05(C2) :C2–495–C2–500, 1995. ISSN 1155-4339. doi : 10.1051/jp4:1995276. URL http://www.edpsciences.org/10.1051/jp4:1995276.

E. Patoor, A. Eberhardt, and M. Berveiller. Micromechanical Modelling of Superelasticity in Shape Memory Alloys. *Le Journal de Physique IV*, 06(C1) :C1–277–C1–292, 1996. ISSN 11554339. doi : 10.1051/jp4:1996127. URL http://www.edpsciences.org/10.1051/jp4:1996127.

E. Patoor, D. C. Lagoudas, P. B. Entchev, L. C. Brinson, and X. Gao. Shape memory alloys, Part I : General properties and modeling of single crystals. *Mechanics of Materials*, 38(5-6) : 391–429, 2006. ISSN 01676636. doi : 10.1016/j.mechmat.2005.05.027.

A. Pecchioni. *Endodontie : manuel de technique opératoire*. Endodonzia.French. S.N.P.M.D., Paris, 1985. ISBN 2903482128. URL file://catalog.hathitrust.org/Record/000852198http://hdl.handle.net/2027/mdp.39015009871792.

E. Pedullà, N. M. Grande, G. Plotino, G. Gambarini, and E. Rapisarda. Influence of continuous or reciprocating motion on cyclic fatigue resistance of 4 different nickel-titanium rotary instruments. *Journal of Endodontics*, 39(2) :258–261, 2013. ISSN 00992399. doi : 10.1016/j.joen.2012.10.025.

W.-J. Pertot, S. Simon, and P. Machtou. *Le traitement endodontique*. Paris, quintessen edition, 2003.

B. Peultier, T. Ben Zineb, and E. Patoor. Macroscopic constitutive law of shape memory alloy thermomechanical behaviour. Application to structure computation by FEM. *Mechanics of Materials*, 38(5-6) :510–524, 2006. ISSN 01676636. doi : 10.1016/j.mechmat.2005.05.026.

B. Peultier, T. Ben Zineb, and E. Patoor. A simplified micromechanical constitutive law adapted to the design of shape memory applications by finite element methods. *Materials Science and Engineering A*, 481-482(1-2 C) :384–388, 2008. ISSN 09215093. doi : 10.1016/j.msea.2007.05.117.

J. Pons, M. Masse, and R. Portier. Thermomechanical cycling and two-way memory effect induced in Cu-Zn-Al. *Materials Science and Engineering A*, 273-275 :610–615, 1999. ISSN 09215093.

J. V. Prado, A. R. Vidal, and T. C. Durán. Application of copper bactericidal properties in medical practice. *Revista Medica de Chile*, 140(10) :1325–1332, 2012. ISSN 00349887. doi : 10.4067/S0034-98872012001000014.

M. M. M. Prados-Privado, R. Rojo, C. Ivorra, J. C. Prados-Frutos, J. Carlos Prados-Frutos, and J. C. Prados-Frutos. Finite element analysis comparing WaveOne, WaveOne Gold, Reciproc and Reciproc Blue responses with bending and torsion tests. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 90(October 2018) :165–172, 2019. ISSN 18780180. doi : 10.1016/j.jmbbm.2018.10.016. URL https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2018.10.016.

W. Predki, A. Knopik, and M. Klönne. Damping factors and fatigue notch factors of pseudoelastic NiTi-shape memory alloys. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 35(5) :307–312, 2004. ISSN 09335137. doi : 10.1002/mawe.200400758.

A. Price, A. Edgerton, C. Cocaud, H. Naguib, and A. Jnifene. A study on the thermomechanical properties of shape memory alloys-based actuators used in artificial muscles. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 18(1) :11–18, 2007. ISSN 1045389X. doi : 10.1177/1045389X06064000.

M. A. Qidwai and D. C. Lagoudas. On thermomechanics and transformation surfaces of polycrystalline NiTi shape memory alloy material. *International journal of plasticity*, 16(10) : 1309–1343, 2000. ISSN 07496419. doi : 10.1016/S0749-6419(00)00012-7.

C. Qiu, H. Wang, J. Liu, J. Qi, and Y. Wang. Experimental tests and finite element simulations of a new SMA-steel damper. *Smart Materials and Structures*, 29(3) :035016, 2020. ISSN 0964-1726. doi : 10.1088/1361-665x/ab6abd.

C. X. Qiu and S. Zhu. Characterization of cyclic properties of superelastic monocrystalline Cu-Al-Be SMA wires for seismic applications. *Construction and Building Materials*, 72 :219–230, 2014. ISSN 09500618. doi : 10.1016/j.conbuildmat.2014.08.065. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.08.065.

A. Rahman. Correlations in the motion of atoms in liquid argon. *Theoretical Chemistry Accounts*, 136(2A) :405–411, 1964. ISSN 1432881X. doi : 10.1007/s002149900020.

B. Raniecki and C. Lexcellent. RL-models of pseudoelasticity and their specification for some shape memory solids. *European journal of mechanics. A. Solids*, 1994. ISSN 0997-7538.

B. Raniecki and C. Lexcellent. Thermodynamics of isotropic pseudoelasticity in shape memory alloys. *European Journal of Mechanics, A/Solids*, 17(2) :185–205, 1998. ISSN 09977538. doi : 10.1016/S0997-7538(98)80082-X.

B. Raniecki, C. Lexcellent, and K. Tanaka. Thermodynamic models of pseudoelastic behaviour of shape memory alloys. *Archives of Mechanics*, 44(3) :261–284, 1992.

J. Rao, T. Roberts, K. Lawson, and J. Nicholls. Nickel titanium and nickel titanium hafnium shape memory alloy thin films. *Surface and Coatings Technology*, 204(15) :2331–2336, 2010. ISSN 02578972. doi : 10.1016/j.surfcoat.2009.12.025. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2009.12.025.

E. Rapisarda, A. Bonaccorso, T. R. Tripi, I. Fragalk, and G. G. Condorelli. The effect of surface treatments of nickel-titanium files on wear and cutting efficiency. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontics*, 89(3) :363–368, 2000. ISSN 10792104. doi : 10.1067/moe.2000.104198.

S. Reese and D. Christ. Finite deformation pseudo-elasticity of shape memory alloys - Constitutive modelling and finite element implementation. *International Journal of Plasticity*, 24 (3) :455–482, 2008. ISSN 07496419. doi : 10.1016/j.ijplas.2007.05.005.

J. Rejzner, C. Lexcellent, and B. Raniecki. Pseudoelastic behaviour of shape memory alloy beams under pure bending : Experiments and modelling. *International Journal of Mechanical Sciences*, 44(4) :665–686, 2002. ISSN 00207403. doi : 10.1016/S0020-7403(02)00011-5.

X. Ren and K. Otsuka. Origin of rubber-like behaviour in metal alloys. *Nature*, 389(6651) : 579–582, 1997. ISSN 00280836. doi : 10.1038/39277.

C. Ricci, A. Naaman, and A. Claisse-Crinquette. Les instruments en nickel-titane : les Quantecsérie 2000. *Revue d'odonto-stomatologie (Paris)*, 28(1) :65–73, 1999. ISSN 0300-9815.

J. B. Roane, C. L. Sabala, and M. G. Duncanson. The "balanced force" concept for instrumentation of curved canals. *Journal of Endodontics*, 11(5) :203–211, 1985. ISSN 00992399. doi : 10.1016/S0099-2399(85)80061-3.

P. Robotta and M. Wefelmeier. Accidental sodium hypochlorite injection instead of anaesthetic solution - a literature review. *ENDO - Endodontic Practice Today*, 5(3) :195–199, 2011.

S. E. Saber, M. M. Nagy, and E. Schäfer. Comparative evaluation of the shaping ability of ProTaper Next, iRaCe and Hyflex CM rotary NiTi files in severely curved root canals. *International Endodontic Journal*, 48(2) :131–136, 2015. ISSN 13652591. doi : 10.1111/iej.12291.

R. Sabre. Plans d'expériences Méthode de Taguchi. *Techniques de l'ingénieur*, F 1 006 :1–10, 2007.

A. Sadjadpour and K. Bhattacharya. A micromechanics inspired constitutive model for shape-memory alloys : The one-dimensional case. *Smart Materials and Structures*, 16(1), 2007. ISSN 09641726. doi : 10.1088/0964-1726/16/1/S06.

L. Saint-Sulpice, S. Arbab Chirani, and S. Calloch. Thermomechanical cyclic behavior modeling of Cu-Al-Be SMA materials and structures. *International Journal of Solids and Structures*, 49(9) :1088–1102, 2012. ISSN 00207683. doi : 10.1016/j.ijsolstr.2012.01.017. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2012.01.017.

L. D. A. Santos, P. D. Resende, M. G. D. A. Bahia, and V. T. L. Buono. Effects of R-Phase on Mechanical Responses of a Nickel-Titanium Endodontic Instrument : Structural Characterization and Finite Element Analysis. *Scientific World Journal*, page 11, 2016. ISSN 1537744X. doi : 10.1155/2016/7617493.

B. Sattapan, J. E. A. Palamara, and H. H. Messer. Torque during canal instrumentation using rotary nickel-titanium files. *Journal of endodontics*, 26(3) :156–160, 2000. ISSN 00992399. doi : 10.1097/00004770-200003000-00007.

P. Scelza, D. Harry, L. E. d. E. da Silva, I. B. B. Barbosa, and M. Z. Z. Scelza. A comparison of two reciprocating instruments using bending stress and cyclic fatigue tests. *Brazilian oral research*, 29(1) :1–7, 2015. ISSN 18073107. doi : 10.1590/1807-3107BOR-2015.vol29.0107.

E. Schäfer. Irrigation of the root canal. *Revue française d'endodontie*, 1(1) :11–27, 2007.

H. Scherngell and A. C. Kneissl. Generation, development and degradation of the intrinsic two-way shape memory effect in different alloy systems. *Acta Materialia*, 50(2) :327–341, 2002. ISSN 13596454. doi : 10.1016/S1359-6454(01)00342-1.

P. Sedmák, P. Šittner, J. Pilch, and C. Curfs. Instability of cyclic superelastic deformation of NiTi investigated by synchrotron X-ray diffraction. *Acta Materialia*, 94 :257–270, 2015. ISSN 13596454. doi : 10.1016/j.actamat.2015.04.039.

P. Sedmák, J. Pilch, L. Heller, J. Kopeček, J. Wright, P. Sedlák, M. Frost, and P. Šittner. Grain-resolved analysis of localized deformation in nickel-titanium wire under tensile load. *Science*, 353(6299) :559–562, 2016. ISSN 10959203. doi : 10.1126/science.aad6700.

H. Sehitoglu, I. Karaman, R. Anderson, X. Zhang, K. Gall, H. J. Maier, and Y. I. Chumlyakov. Compressive response of NiTi single crystals. *Acta Materialia*, 48(13) :3311–3326, 2000. ISSN 13596454. doi : 10.1016/S1359-6454(00)00153-1.

H. Sehitoglu, R. Anderson, I. Karaman, K. Gall, and Y. I. Chumlyakov. Cyclic deformation behavior of single crystal NiTi. *Materials Science and Engineering A*, 314(1-2) :67–74, 2001. ISSN 09215093. doi : 10.1016/S0921-5093(00)01924-9.

A. Sellitto and A. Riccio. Overview and future advanced engineering applications for morphing surfaces by Shape Memory Alloy Materials. *Materials*, 12(5), 2019. ISSN 19961944. doi : 10.3390/ma12050708.

S. Shabalovskaya, J. Anderegg, and J. Van Humbeeck. Critical overview of Nitinol surfaces and their modifications for medical applications. *Acta Biomaterialia*, 4(3) :447–467, 2008. ISSN 17427061. doi : 10.1016/j.actbio.2008.01.013.

M. H. Shahavi, M. Hosseini, M. Jahanshahi, R. L. Meyer, and G. N. Darzi. Clove oil nanoemulsion as an effective antibacterial agent : Taguchi optimization method. *Desalination and Water Treatment*, pages 1–12, 2015. ISSN 19443986. doi : 10.1080/19443994.2015.1092893.

M. Shahverdi, C. Czaderski, and M. Motavalli. Iron-based shape memory alloys for prestressed near-surface mounted strengthening of reinforced concrete beams. *Construction and Building Materials*, 112 :28–38, 2016. ISSN 09500618. doi : 10.1016/j.conbuildmat.2016.02.174. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.02.174.

Y. Shen and M. Haapasalo. Three-dimensional Analysis of Cutting Behavior of Nickel-Titanium Rotary Instruments by Microcomputed Tomography. *Journal of Endodontics*, 34(5) :606–610, 2008. ISSN 00992399. doi : 10.1016/j.joen.2008.02.025.

J. F. Siqueira and I. N. Rôças. Polymerase chain reaction-based analysis of microorganisms associated with failed endodontic treatment. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontics*, 97(1) :85–94, 2004. ISSN 10792104. doi : 10.1016/S1079-2104(03)00353-6.

N. Siredey, E. Patoor, M. Berveiller, and A. Eberhardt. Constitutive equations for polycrystalline thermoelastic shape memory alloys. : Part I. Intragranular interactions and behavior of the grain. *International Journal of Solids and Structures*, 36(28) :4289–4315, 1999. ISSN 0020-7683. doi : 10.1016/S0020-7683(98)00196-6. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0020768398001966.

N. Siredey, A. Hautcoeur, and A. Eberhardt. Lifetime of superelastic Cu-Al-Be single crystal wires under bending fatigue. *Materials Science and Engineering A*, 396(1-2) :296–301, 2005. ISSN 09215093. doi : 10.1016/j.msea.2005.01.021.

P. Sittner and V. Novak. Anisotropy of martensitic transformations in modeling of shape memory alloy polycrystals. *International Journal of Plasticity*, 16 :1243–1268, 2000.

P. Sittner, K. Hashimoto, M. Kato, and M. Tokuda. Stress induced martensitic transformations in tension/torsion of CuAlNi single crystal tube. *Scripta Materialia*, 48 :1153–1159, 2003. doi : 10.1016/S1359-6462(02)00583-3.

J. Solassol, M. Pastore, C. Crozet, V. Perrier, and S. Lehmann. A Novel Copper–Hydrogen Peroxide Formulation for Prion Decontamination. *Journal of Infectious Diseases*, 194 :865–869, 2006.

A. C. Souza, E. N. Mamiya, and N. Zouain. Three-dimensional model for solids undergoing stress-induced phase transformations. *European Journal of Mechanics, A/Solids*, 17(5) :789–806, 1998. ISSN 09977538. doi : 10.1016/S0997-7538(98)80005-3.

P. Spili, P. Parashos, and H. H. Messer. The Impact of Instrument Fracture on Outcome of Endodontic Treatment. *Clinical Research*, 31(12) :845–850, 2005. ISSN 00203157. doi : 10.1007/BF02481150.

R. Stalmans, J. Van Humbeeck, and L. Delaey. The two way memory effect in copper-based shape memory alloys - thermodynamics and mechanisms. *Acta Metallurgica Et Materialia*, 40(11) :2921–2931, 1992. ISSN 09567151. doi : 10.1016/0956-7151(92)90456-O.

A. P. Stebner and L. C. Brinson. Explicit finite element implementation of an improved three dimensional constitutive model for shape memory alloys. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 257 :17–35, 2013. ISSN 00457825. doi : 10.1016/j.cma.2012.12.021. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.cma.2012.12.021.

S. Stupkiewicz and H. Petryk. Modelling of laminated microstructures in stress-induced martensitic transformations. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50(11) :2303–2331, 2002. ISSN 00225096. doi : 10.1016/S0022-5096(02)00029-7.

S. Stupkiewicz and H. Petryk. Finite-strain micromechanical model of stress-induced martensitic transformations in shape memory alloys. *Materials Science and Engineering A*, 438-440 (SPEC. ISS.) :126–130, 2006. ISSN 09215093. doi : 10.1016/j.msea.2006.01.112.

S. Stupkiewicz and H. Petryk. A robust model of pseudoelasticity in shape memory alloys S. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, (February) :1102–1119, 2012. doi : 10.1002/nme. URL http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/nme.3279/full.

L. Sun, W. M. Huang, Z. Ding, Y. Zhao, C. C. Wang, H. Purnawali, and C. Tang. Stimulus-responsive shape memory materials : A review, 2012. ISSN 02641275. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2011.04.065.

Q.-P. Sun and K.-C. Hwang. Micromechanics modelling for the constitutive behavior of polycrystalline shape memory alloys-I. Derivation of general relations. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 41(1) :1–17, 1993. ISSN 00225096. doi : 10.1016/0022-5096(93)90060-S.

Q.-P. Sun and K.-C. Hwang. Micromechanics Constitutive Description of Thermoelastic Martensitic Transformations. *Advances in Applied Mechanics*, 31(C) :249–298, 1994. ISSN 00652156. doi : 10.1016/S0065-2156(08)70257-6.

Q.-p. Sun and Z.-q. Li. Phase transformation in superelastic NiTi polycrystalline micro-tubes under tension and torsion — from localization to homogeneous deformation. *International Journal of Solids and Structures*, 39 :3797–3809, 2002.

Q.-P. Sun, K.-C. Hwang, and S. W. Yu. A micromechanics constitutive model of transformation plasticity with shear and dilatation effect. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 39 (4) :507–524, 1991. ISSN 00225096. doi : 10.1016/0022-5096(91)90038-P.

T. Suzuki and M. Shimono. A simple model for martensitic transformation. *J. Phys. IV France*, 112 :129–132, 2003. doi : 10.1051/jp4:2003849.

M. Tabesh, K. C. Atli, J. Rohmer, B. E. Franco, I. Karaman, J. G. Boyd, and D. C. Lagoudas. Design of shape memory alloy pipe couplers : modeling and experiments. *Industrial and Commercial Applications of Smart Structures Technologies 2012*, 8343(March) :83430J, 2012. ISSN 0277786X. doi : 10.1117/12.915361.

K. Taillard, S. Arbab Chirani, S. Calloch, and C. Lexcellent. Equivalent transformation strain and its relation with martensite volume fraction for isotropic and anisotropic shape memory alloys. *Mechanics of Materials*, 40 :151–170, 2008. doi : 10.1016/j.mechmat.2007.07.005.

K. Tanaka and S. Nagaki. A thermomechanical description of materials with internal variables in the process of phase transitions. *Ingenieur-Archiv*, 51 :287–299, 1982. ISSN 00201154. doi : 10.1007/BF00536655.

K. Tanaka, S. Kobayashi, and Y. Sato. Thermomechanics of transformation pseudoelasticity and shape memory effect in alloys. *International Journal of Plasticity*, 2(1) :59–72, 1986. ISSN 07496419. doi : 10.1016/0749-6419(86)90016-1.

P. Thamburaja. A finite-deformation-based phenomenological theory for shape-memory alloys. *International Journal of Plasticity*, 26(8) :1195–1219, 2010. ISSN 07496419. doi : 10.1016/j.ijplas.2009.12.004. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.ijplas.2009.12.004.

P. Thamburaja and L. Anand. Polycrystalline shape-memory materials : Effect of crystallographic texture. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 49(4) :709–737, 2001. ISSN 00225096. doi : 10.1016/S0022-5096(00)00061-2.

The SciPy Community. Python `stats` module, 2019. URL http://docs.scipy.org/doc/scipy/reference/stats.html.

F. F. Thiebaud, C. Lexcellent, M. Collet, and E. Foltete. Implementation of a model taking into account the asymmetry between tension and compression, the temperature effects in a finite element code for shape memory alloys structures calculations. *Computational Materials Science*, 41(2) :208–221, 2007. ISSN 09270256. doi : 10.1016/j.commatsci.2007.04.006.

J. M. Tinoco, G. De-Deus, E. M. Tinoco, F. Saavedra, R. A. Fidel, and L. M. Sassone. Apical extrusion of bacteria when using reciprocating single-file and rotary multifile instrumentation systems. *International Endodontic Journal*, 47(6) :560–566, 2014. ISSN 13652591. doi : 10.1111/iej.12187.

D. Tokita, A. Ebihara, M. Nishijo, K. Miyara, and T. Okiji. Dynamic Torque and Vertical Force Analysis during Nickel-titanium Rotary Root Canal Preparation with Different Modes of Reciprocal Rotation. *Journal of Endodontics*, 43(10) :1706–1710, 2017. ISSN 00992399. doi : 10.1016/j.joen.2017.05.010. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.joen.2017.05.010.

S. M. Ueland, Y. Chen, and C. A. Schuh. Oligocrystalline shape memory alloys. *Advanced Functional Materials*, 22(10) :2094–2099, 2012. ISSN 1616301X. doi : 10.1002/adfm.201103019.

N. Ulff, C. Bouby, A. Lachiguer, T. Bouraoui, and T. Ben Zineb. Modeling of Hydrogen Effects on the Thermomechanical Behavior of NiTi-Based Shape Memory Alloys. *Shape Memory and Superelasticity*, 5(3) :206–217, 2019. ISSN 21993858. doi : 10.1007/s40830-019-00224-7.

S. Vadhana, B. Saravanakarthikeyan, S. Nandini, and N. Velmurugan. Cyclic fatigue resistance of RaCe and Mtwo rotary files in continuous rotation and reciprocating motion. *Journal of Endodontics*, 40(7) :995–999, 2014. ISSN 00992399. doi : 10.1016/j.joen.2013.12.010. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.joen.2013.12.010.

M. Vincent. *Développement d'un instrument endodontique en alliage à mémoire de forme monocristallin cuivreux*. PhD thesis, 2017.

M. Vincent, F. Thiébaud, S. Bel Haj Khalifa, M. Engels-Deutsch, and T. Ben Zineb. Finite Element Analysis of a Copper Single Crystal Shape Memory Alloy-Based Endodontic Instruments. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 24(Ref 19) :4128–4139, 2015. ISSN 15441024. doi : 10.1007/s11665-015-1677-9.

M. Vincent, P. Hartemann, and M. Engels-Deutsch. Antimicrobial applications of copper. *International Journal of Hygiene and Environmental Health*, 219(7) :585–591, 2016. ISSN 1618131X. doi : 10.1016/j.ijheh.2016.06.003. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.ijheh.2016.06.003.

M. Vincent, P. Xolin, A. M. Gevrey, F. Thiebaud, M. Engels-Deutsch, and T. Ben Zineb. Experimental and numerical analysis of penetration/removal response of endodontic instrument made of single crystal Cu-based SMA : comparison with NiTi SMA instruments. *Smart Materials and Structures*, 26(4) :0–35, 2017. ISSN 1361665X. doi : 10.1088/1361-665X/aa5f0b.

M. Vincent, R. E. Duval, P. Hartemann, and M. Engels-Deutsch. Contact killing and antimicrobial properties of copper. *Journal of Applied Microbiology*, 124(5) :1032–1046, 2018. ISSN 13652672. doi : 10.1111/jam.13681.

Wahyudin, A. Kharisma, R. D. J. Murphiyanto, M. K. Perdana, and T. P. Kasih. Application of Taguchi method and ANOVA in the optimization of dyeing process on cotton knit fabric to reduce re-dyeing process. In *The International Conference on Eco Engineering Development 2017*, volume 8, pages 68–74, 2017. doi : 10.1088/1755-1315. URL http://iopscience.iop.org/article/10.1088/1755-1315/140/1/012115/meta.

L. X. Wang and R. V. Melnik. Thermo-mechanical wave propagations in shape memory alloy rod with phase transformations. *Mechanics of Advanced Materials and Structures*, 14(8) : 665–676, 2007. ISSN 15376494. doi : 10.1080/15376490701673227.

X. M. Wang, B. X. Xu, and Z. F. Yue. Micromechanical modelling of the effect of plastic deformation on the mechanical behaviour in pseudoelastic shape memory alloys. *International Journal of Plasticity*, 24(8) :1307–1332, 2008. ISSN 07496419. doi : 10.1016/j.ijplas.2007.09.006.

P. M. Wasmer, G. Mussot-Hoinard, S. Berveiller, E. Patoor, and A. Eberhardt. Kinetics of precipitation and mechanical behavior of CuAlBe single crystal drawn-wires. In *ESOMAT 2009*, volume 06023, pages 0–5, 2009. doi : 10.1051/esomat/200906023.

S. A. Wilson, R. P. Jourdain, Q. Zhang, R. A. Dorey, C. R. Bowen, M. Willander, Q. U. Wahab, M. Willander, S. M. Al-hilli, O. Nur, E. Quandt, C. Johansson, E. Pagounis, M. Kohl, J. Matovic, B. Samel, W. van der Wijngaart, E. W. Jager, D. Carlsson, Z. Djinovic, M. Wegener, C. Moldovan, E. Abad, M. Wendlandt, C. Rusu, and K. Persson. New materials for micro-scale sensors and actuators. An engineering review. *Materials Science and Engineering R : Reports*, 56(1-6) :1–129, 2007. ISSN 0927796X. doi : 10.1016/j.mser.2007.03.001.

C. F. B. Wolle, M. A. Z. Vasconcellos, R. Hinrichs, A. N. Becker, and F. B. Barletta. The Effect of Argon and Nitrogen Ion Implantation on Nickel-Titanium Rotary Instruments. *Journal of Endodontics*, 35(11) :1558–1562, 2009. ISSN 00992399. doi : 10.1016/j.joen.2009.07.023.

S. Xiao, W. Sun, J. Du, and G. Li. Application of CFD, Taguchi Method, and ANOVA Technique to Optimize Combustion and Emissions in a Light Duty Diesel Engine. *Mathematical Problems in Engineering*, 2014, 2014. ISSN 15635147. doi : 10.1155/2014/502902.

P. Xolin, S. Becker, F. Thiébaud, M. Engels-Deutsch, and T. Ben Zineb. Combined bending–torsion testing device for characterization of shape memory alloy endodontic files. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 31(15) :1763–1781, 2020. doi : https://doi.org/10.1177/1045389X20932218.

X. Xu, M. Eng, Y. Zheng, and D. Eng. Comparative study of torsional and bending properties for six models of nickel-titanium root canal instruments with different cross-sections. *Journal of Endodontics*, 32(4) :372–375, 2006. ISSN 00992399. doi : 10.1016/j.joen.2005.08.012.

G. Yared. Canal preparation using only one Ni-Ti rotary instrument : Preliminary observations. *International Endodontic Journal*, 41(4) :339–344, 2008. ISSN 01432885. doi : 10.1111/j.1365-2591.2007.01351.x.

C. Yu, G. Kang, D. Song, and Q. Kan. Micromechanical constitutive model considering plasticity for super-elastic NiTi shape memory alloy. *Computational Materials Science*, 56 :1–5, 2012. ISSN 09270256. doi : 10.1016/j.commatsci.2011.12.032. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.commatsci.2011.12.032.

M. A. Zainal, S. Sahlan, and M. S. Mohamed Ali. Micromachined shape-memory-alloy microactuators and their application in biomedical devices. *Micromachines*, 6(7) :879–901, 2015. ISSN 2072666X. doi : 10.3390/mi6070879.

W. Zaki. An efficient implementation for a model of martensite reorientation in martensitic shape memory alloys under multiaxial nonproportional loading. *International Journal of Plasticity*, 37 :72–94, 2012. ISSN 07496419. doi : 10.1016/j.ijplas.2012.04.002. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.ijplas.2012.04.002.

W. Zaki and Z. Moumni. A three-dimensional model of the thermomechanical behavior of shape memory alloys. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 55(11) :2455–2490, 2007a. ISSN 00225096. doi : 10.1016/j.jmps.2007.03.012.

W. Zaki and Z. Moumni. A 3D model of the cyclic thermomechanical behavior of shape memory alloys. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 55(11) :2427–2454, 2007b. ISSN 00225096. doi : 10.1016/j.jmps.2007.03.011.

W. Zaki, C. Morin, X. Gu, Z. Moumni, and W. Zhang. Time integration and assessment of a model for shape memory alloys considering multiaxial nonproportional loading cases. In *Proceedings of the ASME 2014 Conference on Smart Materials, Adaptive Structures and Intelligent Systems*, pages 1–5, Newport, 2014. doi : 10.1016/j.ijsolstr.2014.11.005.

X. Zhang and H. Sehitoglu. Crystallography of the B2 - R - B19' phase transformations in NiTi. *Materials Science and Engineering A*, 374(1-2) :292–302, 2004. ISSN 09215093. doi : 10.1016/j.msea.2004.03.013.

X. Zhang, P. Feng, Y. He, T. Yu, and Q.-P. Sun. Experimental study on rate dependence of macroscopic domain and stress hysteresis in NiTi shape memory alloy strips. *International Journal of Mechanical Sciences*, 52(12) :1660–1670, 2010. ISSN 00207403. doi : 10.1016/j.ijmecsci.2010.08.007. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2010.08.007.

M. Zhu, X. Ye, C. Li, G. Song, and Q. Zhai. Preparation of single crystal CuAlNiBe SMA and its performances. *Journal of Alloys and Compounds*, 478(1-2) :404–410, 2009. ISSN 09258388. doi : 10.1016/j.jallcom.2008.11.051.

P. Zhu, P. Feng, Q.-P. Sun, J. Wang, and H.-H. Dai. Determining the up-down-up response through tension tests of a pre-twisted shape memory alloy tube. *International Journal of Plasticity*, 85 :52–76, 2016. ISSN 07496419. doi : 10.1016/j.ijplas.2016.07.002. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.ijplas.2016.07.002.

W. C. Zhu, J. Gyamfi, L. N. Niu, G. J. Schoeffel, S. Y. Liu, F. Santarcangelo, S. Khan, K. C. Tay, D. H. Pashley, and F. R. Tay. Anatomy of sodium hypochlorite accidents involving facial ecchymosis - A review. *Journal of Dentistry*, 41(11) :935–948, 2013. ISSN 03005712. doi : 10.1016/j.jdent.2013.08.012. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.jdent.2013.08.012.

R. B. Zider and J. F. Krumme. Eyeglass frame including shape-memory elements, 1988. URL https://patents.google.com/patent/US4772112.

S. Zinelis, M. Darabara, T. Takase, K. Ogane, and G. D. Papadimitriou. The effect of thermal treatment on the resistance of nickel-titanium rotary files in cyclic fatigue. *Oral Surgery Oral Medecine Oral Pathology Oral Radiology and Endodontology*, 103(6) :843–847, 2007. ISSN 1079-2104. doi : 10.1016/j.tripleo.2006.12.026.

A. Ziólkowski. Three-dimensional phenomenological thermodynamic model of pseudoelasticity of shape memory alloys at finite strains. *Continuum Mechanics and Thermodynamics*, 19(6) : 379–398, 2007. ISSN 09351175. doi : 10.1007/s00161-007-0060-y.

Résumé

Les dernières avancées réalisées dans le domaine de l'instrumentation canalaire ont permis de rendre le traitement endodontique plus rapide et plus efficace. L'amélioration des limes endodontiques au travers des géométries instrumentales, mouvement de travail ou propriétés mécaniques du matériau constitutif de l'instrument ont rendu le traitement plus sûr dans la préservation de l'organe dentaire et des tissus parodontaux environnants. Néanmoins, peu de recherches se sont portées sur l'utilisation d'Alliage à Mémoire de Forme (AMF) différents du Nickel-Titane (Ni-Ti). Ce travail se propose d'étudier une potentielle utilisation en endodontie d'un nouvel AMF doté de propriétés antimicrobiennes très prometteuses : le Cuivre-Aluminium-Béryllium (Cu-Al-Be) monocristallin. Cette étude se fait au travers d'une approche expérimentale, au moyen d'un dispositif d'essais innovant, capable d'appliquer des chargements combinés ou séparés de flexion et de torsion. Ces chargements sont les principales sollicitations appliquées aux limes endodontiques lors du traitement canalaire. Une approche numérique vient compléter les études expérimentales, avec un modèle éléments-finis représentatif des chargements appliqués par le dispositif d'essais. Un programme de génération de modèles géométriques de limes endodontiques est développé et permet de représenter les réponses obtenues expérimentalement à l'aide de deux lois de comportement thermomécaniques adaptées aux AMF polycristallins et monocristallins. Enfin, à l'aide de ces deux outils, un plan d'expérience capable de déterminer l'influence des paramètres géométriques d'une lime endodontique sur sa réponse mécanique est réalisé et apporte une aide précieuse à la décision pour le choix d'une géométrie et d'une utilisation adaptée pour ces limes endodontiques en Cu-Al-Be monocristallin.

Mots-clés: Limes endodontiques, Alliage à mémoire de forme, Cu-Al-Be monocristallin, Ni-Ti polycristallin, Flexion-torsion combinées

Abstract

Recent enhancements in canal instrumentation area have significantly improved the endodontic treatment making it faster and more efficient. The improvement of endodontic file quality through the instrument geometry, operating motion, and material properties made the endodontic treatment safer and thereby preserving the tooth and the surrounding periodontal tissues. Nevertheless, few research works investigated the possibility of using an alternative shape memory alloy (SMA) to the Nickel-Titanium (NiTi). This PhD work focuses on investigating the possibility of use in endodontic of Cu-based SMA having promising antimicrobial properties I.e. the Copper-Aluminum-Beryllium (Cu-Al-Be) single crystal SMA. The present study is based on an experimental approach using an original testing device able to apply bending and torsion loading in separate or combined way. Such solicitations are mainly induced by the curvature of the dental canal while the mechanical preparation. A numerical approach completes this experimental part by considering a finite element model representative of the file geometry, the thermomechanical behavior of the Cu-based single crystal or NiTi polycrystal SMAs and the bending-torsion loading and boundary conditions. A developed numerical tool allowed to build a parametrized geometry of an endodontic file and mesh it with tetrahedral finite elements in order to numerically analyze its response under combined bending-torsion loading. Based on these two approaches, an experience plan was carried out in order to analyze the influence of geometrical parameters on the response of endodontic files made of Cu-based single crystal SMA. It could be a precious tool for decision aid in choosing endodontic file geometry and its adapted use for root canal preparation.

Keywords: Endodontic files, Shape Memory Alloys, Single-crystal Cu-Al-Be, Polycrystalline Ni-Ti, Combined bending-torsion