



HAL
open science

Contribution à la caractérisation expérimentale et la simulation numérique de la réponse statique et dynamique des structures en alliages à mémoire de forme

Frédéric Thiebaud

► To cite this version:

Frédéric Thiebaud. Contribution à la caractérisation expérimentale et la simulation numérique de la réponse statique et dynamique des structures en alliages à mémoire de forme. Sciences de l'ingénieur [physics]. Université de Lorraine, 2024. tel-04501521

HAL Id: tel-04501521

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-04501521>

Submitted on 12 Mar 2024

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

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

UNIVERSITÉ DE LORRAINE

Laboratoire d'Étude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux

École doctorale C2MP

Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme
d'**HABILITATION A DIRIGER DES RECHERCHES**

par **Frédéric THIEBAUD**
Maître de Conférences

Spécialité : Mécanique des Matériaux

Contribution à la caractérisation expérimentale et la simulation numérique de la réponse statique et dynamique des structures en alliages à mémoire de forme

Composition du jury :

Karine LAVERNHE-TAILLARD	Maîtresse de Conférences HDR	ENS Paris-Saclay	Rapporteure
Xavier BALANDRAUD	Professeur des universités	Clermont Auvergne INP	Rapporteur
Yves CHEMISKY	Professeur des universités	Université de Bordeaux	Rapporteur
Shabnam ARBAB CHIRANI	Professeure des universités	ENSTA Bretagne	Examinatrice
Mohamed HABOUSSI	Professeur des universités	Université Paris 13 Nord	Examinateur
Olivier HUBERT	Professeur des universités	ENS Paris-Saclay	Examinateur
Tarak BEN ZINEB	Professeur des universités	Université de Lorraine	Parrain
Marc ENGELS-DEUTSCH	Professeur des universités - PH	Université de Lorraine	Invité

11 mars 2024

Table des matières

Introduction	1
1 Dossier professionnel	3
1.1 Curriculum vitæ synthétique	4
1.1.1 Parcours professionnel	4
1.1.2 Formation	4
1.1.3 Synthèse de l'activité scientifique	5
1.1.4 Synthèse de l'activité pédagogique	6
1.1.5 Synthèse de l'activité administrative	7
1.2 Activité pédagogique	7
1.2.1 Présentation de mes enseignements à Polytech Nancy	7
1.2.2 Tableau récapitulatif de mes enseignements à Polytech Nancy	8
1.3 Activité administrative	9
1.3.1 Membre élu du conseil de composante	9
1.3.2 Responsable de l'EIT de Polytech Nancy	9
1.3.3 Autres responsabilités	10
1.4 Activité scientifique	10
1.4.1 Formation scientifique	10
1.4.2 Production scientifique	10
1.4.3 Encadrement doctoral et scientifique	13
1.4.4 Collaborations et partenariats	15
1.4.5 Divers	16
1.4.6 Bilan	17
2 Développement et optimisation des instruments endodontiques en AMF	19
2.1 Contexte des travaux	20
2.1.1 L'endodontie et la préparation canalaire	20
2.1.2 Les limes endodontiques	20
2.1.3 L'amélioration des performances	21
2.2 Développement d'un instrument endodontique en AMF cuivreux	22
2.2.1 Stratégie	22
2.2.2 Analyse numérique en flexion-torsion	23
2.2.3 Discussion	27
2.3 Tests in vitro, validation expérimentale et numérique	28
2.3.1 Stratégie	28
2.3.2 Analyse expérimentale en pénétration-retrait	29
2.3.3 Analyse numérique en pénétration-retrait	33
2.3.4 Analyse expérimentale en flexion-torsion	36
2.3.5 Analyse numérique en flexion-torsion	38
2.3.6 Discussion	43
2.4 Influence des traitements thermiques sur la flexibilité des limes en NiTi	44
2.4.1 Stratégie	44
2.4.2 Influence du traitement thermique sur la réponse des fils en NiTi	45

TABLE DES MATIÈRES

2.4.3	Influence du traitement thermique sur la réponse des instruments endodontiques en NiTi	48
2.4.4	Performances des instruments en NiTi traités, en pénétration-retrait . . .	51
2.4.5	Discussion	53
2.5	Conclusion et bilan	53
3	Comportement dynamique et pouvoir amortissant des AMF	55
3.1	Contexte des travaux	56
3.1.1	Comportement dynamique des AMF et applications	56
3.1.2	Chronologie des travaux	56
3.2	Modélisation de la raideur et de l'amortissement	57
3.2.1	Module d'Young complexe	57
3.2.2	Raideur complexe	58
3.3	Comparaison du pouvoir amortissant de quatre nuances d'AMF	59
3.3.1	Protocole expérimental	59
3.3.2	Résultats et discussion	60
3.4	Comportement dynamique d'un ressort hélicoïdal en NiTi	69
3.4.1	Analyse expérimentale	69
3.4.2	Analyse numérique	71
3.4.3	Comportement dynamique du ressort et discussion	73
3.5	Comportement dynamique d'une plaque trouée en NiTi	74
3.5.1	Étude préliminaire statique	74
3.5.2	Réponse dynamique du disque et discussion	77
3.6	Conclusion et bilan	80
4	Les récupérateurs énergétiques piézoélectriques - AMF	83
4.1	Contexte des travaux	84
4.2	Caractérisation expérimentale des matériaux piézoélectriques	85
4.2.1	Présentation du banc expérimental	85
4.2.2	Caractérisation du comportement ferroélectrique de structures minces . .	87
4.2.3	Caractérisation du comportement ferroélastique de structures massives . .	88
4.2.4	Caractérisation du comportement ferroélectrique d'une poutre console . .	89
4.3	Caractérisation expérimentale d'un récupérateur PVDF-NiTi	91
4.3.1	Fabrication du composite PVDF-NiTi	92
4.3.2	Protocole expérimental	92
4.3.3	Résultats	93
4.4	Conclusion et bilan	94
5	Perspectives et projet de recherche	95
5.1	Contexte	96
5.2	Thème 1 : étude du comportement dynamique des AMF et optimisation de leur pouvoir amortissant	96
5.3	Thème 2 : développement de nouvelles générations de limes endodontiques en AMF cuivreux	97
5.4	Thème 3 : développement des récupérateurs énergétiques composites piézoélectriques - AMF	99
5.5	Thème 4 : étude de la propagation de fissures dans les structures en AMF	100
5.6	Thème 5 : alliages poreux et optimisation topologique en dentisterie	100
5.7	Pour aller plus loin	102
A	Modèle de comportement phénoménologique des AMF	105
B	Modèle de comportement micromécanique des AMF	109

TABLE DES MATIÈRES

C Modélisation du comportement dynamique par module d'Young complexe	113
Bibliographie	116

Table des figures

2.1	<i>Les différentes étapes du traitement endodontique d'une dent infectée.</i>	20
2.2	<i>Lime endodontiques manuelles en acier (a), lime endodontique en situation de travail (b), lime endodontiques mécanisées en AMF (c) (d'après selarl-santesourire.fr).</i>	21
2.3	<i>Essai de traction réalisé sur un fil de NiTi, un autre en CuAlBe polycristallin et un dernier en CuAlBe monocristallin ; à température ambiante (20°C) et à vitesse de chargement quasi-statique (0.0001 /s), (d'après Qiu and Zhu (2014)).</i>	22
2.4	<i>Paramétrage géométrique d'une lime endodontique.</i>	23
2.5	<i>Comparaison entre les courbes expérimentales et numériques des essais de traction après identification des paramètres matériaux pour le modèle phénoménologique de Chemisky et al. (2011) (d'après Vincent et al. (2015b)).</i>	24
2.6	<i>Modélisation numérique de l'essai de flexion-torsion basé sur la norme ISO 3630.</i>	25
2.7	<i>Évolution de la contrainte de von Mises maximale, de la rigidité en torsion et de la rigidité en flexion des prototypes de limes en CuAlBe, en fonction des paramètres étudiés : le pas (a), la conicité (b), le diamètre de pointe (c) et la longueur de lame active (d) (d'après Vincent et al. (2015b)).</i>	26
2.8	<i>Évolution du moment de flexion, du moment de torsion et de la contrainte maximale équivalente de von Mises dans les limes en CuAlBe (a) et en NiTi (b)(d'après Vincent et al. (2015b)).</i>	27
2.9	<i>Montage expérimental de l'essai en pénétration-retrait (a) et géométrie des blocs résine (b) (d'après Vincent (2017)).</i>	29
2.10	<i>Force de pénétration-retrait d'une lime en CuAlBe 25-04 au cours d'un test complet des 25 cycles du protocole clinique sur un bloc résine pré-préparé en 15-06 (d'après Vincent et al. (2015b)).</i>	30
2.11	<i>Réponse des prototypes CuAlBe de type broche en 3.75% et 4%(d'après Vincent et al. (2015b)).</i>	31
2.12	<i>Réponse mécanique des prototypes de limes CuAlBe avec une conicité de 4% et des limes NiTi : groupe 1.a (a), groupe 1.b (b) et groupe 1.c (c) (d'après Vincent et al. (2015b)).</i>	32
2.13	<i>Modélisation numérique de l'essai de pénétration-retrait de l'instrument endodontique dans un bloc canal.</i>	34
2.14	<i>Evolution de la force de pénétration-retrait en fonction du déplacement de la lime pour les différents couples instruments-blocs (d'après Vincent (2017)).</i>	34
2.15	<i>Evolution de la fraction volumique de martensite et de la contrainte de von Mises en fonction du déplacement de la lime pour les différents couples instruments-blocs (d'après Vincent (2017)).</i>	35
2.16	<i>Banc d'essai de flexion-torsion avec vue de détail du dispositif de fixation de la lime endodontique. A : vue d'ensemble, B : détail du mors de pointe et du mandrin de tige, C : détail d'une lime chargée en flexion (d'après Xolin (2020)).</i>	37
2.17	<i>Essai de flexion-torsion combinées sur un prototype en CuAlBe de type 30-04 (d'après Xolin (2020)).</i>	39
2.18	<i>Essai de flexion-torsion combinées sur un prototype en CuAlBe de type 30-04 et un instrument en NiTi de type 25-04 (d'après Xolin (2020)).</i>	39

TABLE DES FIGURES

2.19	<i>Comparaison entre les courbes expérimentales et numériques des essais de traction après identification des paramètres matériaux pour le modèle micromécanique de Patoor et al. (1989) (d'après Xolin (2020)).</i>	41
2.20	<i>Comparaison des réponses expérimentales et numériques pour la lime en NiTi(d'après Xolin (2020)).</i>	42
2.21	<i>Réponses numériques pour la lime en NiTi, contrainte de von Mises (a) et fraction volumique de martensite (b) en fin de chargement de flexion-torsion combinées (d'après Xolin (2020)).</i>	42
2.22	<i>Comparaison des réponses expérimentales et numériques pour le prototype en CuAlBe(d'après Xolin (2020)).</i>	43
2.23	<i>Réponses numériques pour le prototype en CuAlBe, contrainte de von Mises (a) et fraction volumique de martensite (b) en fin de chargement de flexion-torsion combinées (d'après Xolin (2020)).</i>	43
2.24	<i>Four Nabetherm[®] utilisé pour les traitements thermiques (a) et protocole du traitement thermique (b).</i>	45
2.25	<i>Facteurs et niveaux retenus pour le plan d'expérience (a) et grandeurs retenues en tant que variable de sortie (b).</i>	46
2.26	<i>Réponse en flexion des fils NiTi, comparaison entre un fil non traité et ceux traités dans des configurations différentes (d'après Abdelmomen (2023)).</i>	46
2.27	<i>Influence de la température de chauffe, du temps de maintien et de la méthode de refroidissement sur le couple maximum en flexion (a), la taille de l'hystérésis (b) et la raideur apparente dans la zone de transformation directe (c) (d'après Abdelmomen (2023)).</i>	47
2.28	<i>Lime endodontique 25-06 à section triangulaire en NiTi polycristallin utilisée pour les traitements thermiques (d'après Abdelmomen (2023)).</i>	48
2.29	<i>Facteurs de niveaux retenus pour le plan d'expérience (a) et détail du montage de l'essai de flexion (d'après Abdelmomen (2023)).</i>	49
2.30	<i>Réponse de l'instrument en NiTi dans le plan couple de flexion/angle de flexion pour une température de chauffe de 325 °C pour les cinq durées de maintien (a) et couple maximal de flexion en fonction de la durée de maintien en température (d'après Abdelmomen (2023)).</i>	49
2.31	<i>Réponse de l'instrument en NiTi dans le plan couple de flexion / angle de flexion pour une durée de maintien en température de 5 min pour les cinq températures de chauffe (a) et couple maximal de flexion en fonction de la température de chauffe (d'après Abdelmomen (2023)).</i>	50
2.32	<i>Effet simple de la durée de maintien en température (a) et de la température de chauffe (b) (d'après Abdelmomen (2023)).</i>	50
2.33	<i>Estimation des coefficients β pour la fonction Y (a) et représentation graphique de la fonction Y en fonction des paramètres U_1 et U_2 (d'après Abdelmomen (2023)).</i>	51
2.34	<i>Réponses moyennes des instruments testés en pénétration/retrait traités thermiquement pendant 15 min (d'après Abdelmomen (2023)).</i>	52
2.35	<i>Réponses moyennes des instruments testés en pénétration/retrait traités thermiquement à 375 °C (d'après Abdelmomen (2023)).</i>	53
3.1	<i>Machine d'essais dynamiques Zwick/Roell[®] LTM1 et son enceinte thermique.</i>	60
3.2	<i>Essais de traction destructifs sur les quatre nuances d'AMF (a) et identification des paramètres matériau caractéristiques (b).</i>	60
3.3	<i>Essais de cyclage en boucle complète. Représentation du premier et du cinquantième cycle.</i>	61
3.4	<i>Influence de la température de travail sur le comportement superélastique des quatre nuances d'AMF.</i>	62
3.5	<i>Sollicitation en déformation à amplitude variable pour une fréquence donnée et une température de travail de 21 °C.</i>	63

TABLE DES FIGURES

3.6	<i>Réponse des quatre nuances d'AMF à une sollicitation dynamique suivant une amplitude de déformation variable pour une fréquence de 1 Hz et une température de travail de 21 °C.</i>	64
3.7	<i>Module de stockage des quatre nuances d'AMF en fonction de l'amplitude de déformation pour une fréquence et une température donnée.</i>	65
3.8	<i>Facteur de perte des quatre nuances d'AMF en fonction de l'amplitude de déformation pour une fréquence et une température donnée.</i>	66
3.9	<i>Comparaison du pouvoir amortissant des quatre nuances d'AMF (fréquence : 1 Hz).</i>	67
3.10	<i>Géométrie du ressort en NiTi (a) montage dans la machine de traction (b) (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2014)).</i>	69
3.11	<i>Essais de compression du ressort à différentes amplitudes de déplacement (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2014)).</i>	70
3.12	<i>Influence du cyclage sur le ressort (a) et influence de la vitesse de charge (b) (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2014)).</i>	70
3.13	<i>Modèle numérique de compression cyclique du ressort en NiTi (a) et paramètres matériaux utilisés (b) (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2014)).</i>	71
3.14	<i>Réponse en compression du ressort. Comparaison entre la réponse expérimentale et la réponse numérique (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2014)).</i>	72
3.15	<i>Contrainte équivalente de von Mises et fraction volumique de martensite pour un taux de compression de 40% (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2014)).</i>	72
3.16	<i>Compression du ressort : module de stockage et facteur de perte en fonction de l'effort de compression (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2014)).</i>	73
3.17	<i>Géométrie du disque troué (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2023b)).</i>	74
3.18	<i>Essais de traction sur le NiTi : montage expérimental avec extensomètre (a) et réponse du matériau (b) (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2023b)).</i>	75
3.19	<i>Paramètres matériaux identifiés pour le NiTi (a) et comparaison expérimentale et numérique à un essai de traction (b) (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2023b)).</i>	75
3.20	<i>Modèle numérique de chargement mécanique du disque en NiTi (a) et comparaison expérimentale et numérique de la réponse mécanique du disque (b) (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2023b)).</i>	76
3.21	<i>Contrainte équivalente de von Mises et fraction volumique de martensite pour un taux de compression de 40% (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2014)).</i>	76
3.22	<i>Montage expérimental du disque dans la machine d'essais dynamique LTM1 (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2023b)).</i>	77
3.23	<i>Module de stockage et facteur de perte du disque en NiTi en fonction de l'amplitude des vibrations, la fréquence et la température. Lecture pour trois niveaux de fréquence Thiebaud and Ben Zineb (2023b)).</i>	78
3.24	<i>Module de stockage et facteur de perte du disque en NiTi en fonction de l'amplitude des vibrations, la fréquence et la température. Lecture pour trois niveaux de température (b) Thiebaud and Ben Zineb (2023b)).</i>	79
3.25	<i>Module de stockage et facteur de perte du disque en NiTi en fonction de l'amplitude des vibrations, la précharge statique et la température (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2023b)).</i>	80
4.1	<i>Représentation schématique d'un récupérateur énergétique piézoélectrique-AMF (a) et schématisation des différentes interactions et couplage multiphysique entre le matériau piézoélectrique et l'AMF (b) (d'après Sukumaran (2021)).</i>	84
4.2	<i>Schématization d'un montage Tower-Sawyer utilisé pour compter les charges électriques (a) et détail des équipements du parc expérimental destiné à l'étude des matériaux piézoélectriques (b) (d'après Sukumaran (2021)).</i>	86
4.3	<i>Montage expérimental pour la caractérisation électromécanique du disque et du carré en céramique ferroélectrique (a) et évolution de la polarisation en fonction du champ électrique (b).</i>	87

TABLE DES FIGURES

4.4	<i>Montage expérimental pour la caractérisation du comportement ferroélastique de la brique en céramique ferroélectrique (a) et détail avec la jauge de déformation (b).</i>	88
4.5	<i>Comportement ferroélastique de la brique en céramique ferroélectrique.</i>	89
4.6	<i>Comportement ferroélastique de la brique en céramique ferroélectrique : représentation 3D.</i>	89
4.7	<i>Etude d'une poutre console en céramique ferroélectrique sollicitée électriquement. Schématisation de l'expérience (a) et dispositif réel (b).</i>	90
4.8	<i>Réponse électromécanique d'une poutre en céramique ferroélectrique sollicitée en flexion.</i>	91
4.9	<i>Réponse électromécanique d'une poutre en céramique ferroélectrique sollicitée en flexion, représentation 3D.</i>	91
4.10	<i>Schématisme du composite PVDF-NiTi (a) et cliché du composite obtenu après fabrication (b)(d'après Sukumaran (2021)).</i>	92
4.11	<i>Montage expérimental pour la caractérisation électromécanique du composite PVDF-NiTi (d'après Sukumaran (2021)).</i>	93
4.12	<i>Réponse thermo-mécanique du composite PVDF-NiTi suite aux étapes de chargement mécanique cyclique et de chauffage (d'après Sukumaran (2021)).</i>	93
4.13	<i>Réponse thermo-électro-mécanique du composite PVDF-NiTi suite aux étapes de chargement mécanique cyclique et de chauffage (d'après Sukumaran (2021)).</i>	94
5.1	<i>Comportement vibratoire d'un AMF superélastique. Phénomène de saut de fréquence suivant le mode de montée ou descente de fréquence (a) et variation de la réponse en fréquence en fonction de l'amplitude du chargement (d'après Collet et al. (2001)).</i>	97
5.2	<i>Exemple de simulation numérique de perçage, comparaison de l'effort axial numérique et expérimental (a), déformation totale équivalente (b) et contrainte équivalente de von Mises (c) (d'après Storchak et al. (2023)).</i>	98
5.3	<i>Actionneur piézoélectrique de forme hélicoïdale (d'après Mohammadi et al. (1999)) (a) et de forme spirale (d'après Chen et al. (2008)).</i>	99
5.4	<i>Simulation numérique par la méthode XFEM de la propagation de fissures dans une plaque en NiTi, fraction volumique de martensite (d'après Ardakani et al. (2015)) (a) et interféromètre de Speckle utilisée pour la mesure expérimentale (b).</i>	100
5.5	<i>Optimisation topologique en dentisterie : machine d'essais multiaxiale (a), simulation numérique sur mandibule (b) et conception via structure lattice (c).</i>	101
5.6	<i>Mise en forme d'un tronçonné de cône par déformations plastiques. Procédé de formage incrémental (a) et procédé de fluotournage (b).</i>	102
C.1	<i>Cycle hystérétique (ellipse) d'un matériau au comportement mécanique linéaire sous chargement monoharmonique (d'après Thiebaud (2007)).</i>	115

Liste des tableaux

2.1	<i>Paramètres matériaux identifiés pour le CuAlBe et le NiTi, utilisés pour le modèle phénoménologique de Chemisky et al. (2011).</i>	24
2.2	<i>Paramètres géométriques optimaux en flexion-torsion des limes endodontiques en CuAlBe monocristallin et leurs propriétés mécaniques associées (d'après Vincent (2017)).</i>	26
2.3	<i>Couples 'bloc de résine pré-préparé' vs 'lime endodontique'.</i>	29
2.4	<i>Paramètres matériaux identifiés pour le CuAlBe, utilisés avec le modèle micromécanique de Patoor et al. (1989) (d'après Xolin (2020)).</i>	40
3.1	<i>Comparaison des performances amortissantes des quatre nuances d'AMF en fonction du facteur de perte η et de l'indice de performance I prenant en compte la déformation de transformation maximale de chaque nuance d'AMF.</i>	68
A.1	<i>Signification des paramètres matériaux pour décrire la superélasticité du modèle de Chemisky et al. (2011).</i>	107

Introduction

Ce manuscrit résume les travaux de recherche que j'ai réalisés depuis mon recrutement comme Maître de Conférences à l'Université de Lorraine en septembre 2009. Affecté au Laboratoire d'Etudes Mécaniques Théoriques et Appliquées (LEMTA) jusqu'en 2018, notre groupe de recherche a depuis cette date intégré l'équipe « milieux multiphasés et couplage multiphysique » animé par Tarak BEN ZINEB, elle-même composante du département « Mécanique des Matériaux, des Structures et du Vivant (MMSV) » du Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3).

Ma thématique de recherche concerne la caractérisation de la réponse multiphysique des structures adaptatives en alliages à mémoire de forme (AMF) et leurs applications. Je suis arrivé au LEM3 avec une première expérience dans le domaine des matériaux adaptatifs puisque j'ai effectué ma thèse de doctorat intitulée « Etude du comportement dynamique des alliages à mémoire de forme et optimisation de l'effet amortissant » à l'Institut Femto-ST sous la supervision de Christian LEXCELLENT ([Thiebaud \(2007\)](#)). A l'époque, mes compétences techniques étaient essentiellement numériques et relativement réduites en expérimental. En effet, lors de mon doctorat je me suis principalement focalisé sur l'implémentation d'un modèle de comportement phénoménologique macroscopique dans le code de calcul par éléments finis Comsol[©] ([Thiebaud et al. \(2007a\)](#), [Thiebaud et al. \(2007b\)](#)). C'est lors du démarrage de mes activités d'enseignements à Polytech Nancy que j'ai commencé à m'orienter vers la mécanique expérimentale où il m'a été proposé de développer des travaux pratiques dédiés à l'étude des matériaux métalliques et la résistance des matériaux. Ayant découvert une certaine appétence pour cette pratique, j'ai stratégiquement choisi de développer une plateforme expérimentale mutualisée entre l'enseignement et la recherche pour développer l'activité expérimentale au sein de notre équipe de recherche. Au fil des années, j'ai pu acquérir une certaine expérience en mécanique expérimentale principalement sur les essais thermo-électro-mécaniques uniaxiaux, en analyse mécanique dynamique (AMD) mais aussi en traitement et acquisition du signal par programmes Labview[©]. Ma formation initiale à L'Ecole Normale Supérieure de Paris-Saclay (ex. ENS Cachan) m'a également permis d'utiliser mes connaissances et compétences en conception et fabrication mécanique pour développer les différents pilotes et montages expérimentaux mis en oeuvre dans nos travaux de recherche. Ainsi, au fil du temps j'ai pu développer une activité de mécanique expérimentale au sein de notre équipe de recherche, complétant ainsi les compétences et prérogatives apportées par mes collègues. C'est donc principalement à travers le prisme de la mécanique expérimentale que j'ai mené mon activité de recherche consacrée à la caractérisation de la réponse multiphysique des structures adaptatives en alliages à mémoire de forme (AMF) et leurs applications, tout en gardant néanmoins une activité non négligeable en simulation numérique.

Découvert dans les années 30, les AMF sont depuis plusieurs dizaines d'années reconnus en tant que 'matériaux pour l'ingénieur' et il existe à ce jour un bon nombre d'applications dans différents secteurs industriels tels que l'aéronautique, le ferroviaire, l'aérospatial, le génie civil ou encore le biomédical ([Jani et al. \(2014\)](#)). Mes travaux de recherche se concentrent sur trois applications principales : les instruments endodontiques (biomédical), les amortisseurs passifs et structures anti-sismiques (génie civil) et les récupérateurs énergétiques (développement durable).

Dans ce manuscrit, je propose une synthèse de mes travaux menés avec mes collègues. Dans

le chapitre 2 seront décrits mon activité menée sur l'optimisation des performances des instruments endodontiques. Classiquement utilisées en dentisterie, les instruments endodontiques (limes) sont réalisées en AMF superélastique de type NiTi polycristallin leur permettant de s'adapter à la courbure du canal dentaire. Ce projet, mené en collaboration avec la société Coltene-Microméga[©] a démarré en 2014 avec les travaux de thèse de Marin VINCENT (Vincent (2017)) où la faisabilité d'utiliser un AMF cuivreux monocristallin pour fabriquer les instruments a été démontrée. L'utilisation d'AMF cuivreux est a priori pertinent en raison de la plus grande flexibilité des alliages comparés au NiTi, et surtout en raison de l'aspect bactéricide propre au cuivre. Dans cette première étude, des simulations numériques en flexion-torsion ont permis de déterminer une géométrie optimale de ces limes à base d'AMF cuivreux pour garantir leurs performances mécaniques. Ces résultats numériques ont ensuite été confirmés par des essais expérimentaux de pénétration-retrait. Ensuite, les travaux de thèse de Paul XOLIN (Xolin (2020)) ont consisté à étudier les réponses numérique et expérimentale de ces nouveaux prototypes de limes à une sollicitation de flexion-torsion combinée. Une machine originale de flexion-torsion a été développée en ce sens pour conduire les essais expérimentaux. Le projet a ensuite continué en étudiant l'influence des traitements thermiques sur le comportement mécanique des instruments en NiTi, dans le cadre de la thèse d'Ihssen ABDELMOMEN (Abdelmomen (2023)). Cette étude menée par un plan d'expérience a montré l'existence d'un traitement thermique optimal pour améliorer les performances mécaniques des instruments endodontiques.

Je présente dans le chapitre 3 les travaux que j'ai menés sur la caractérisation du comportement dynamique et l'évaluation de leur pouvoir amortissant. Basés sur l'expérience acquise dans ce domaine durant mon doctorat, je me suis d'abord intéressé à caractériser la réponse dynamique d'un ressort hélicoïdal en NiTi superélastique. Suite à l'acquisition en 2018 d'une machine de traction dynamique (DMA) couplée avec une enceinte thermique, cette thématique a pris de l'ampleur au sein de l'équipe avec une partie des travaux de thèse de Malek MEGDICHE Megdiche et al. (2020) consacrés à l'étude de l'amortissement dans les AMF à base fer. Puis, j'ai mené une campagne expérimentale destinée à classer quatre nuances d'AMF (NiTi, CuAlBe, CuZnAl et CuZnNi) suivant leur pouvoir amortissant en fonction de plusieurs paramètres physiques tels que la température et la fréquence notamment. Enfin, l'étude expérimentale du comportement dynamique d'un disque troué en NiTi superélastique a été réalisée, permettant de présenter une modélisation originale de la raideur et de l'amortissement par le concept de raideur complexe, extension de la notion de module d'Young complexe.

Dans le chapitre 4, je présente ma contribution sur un projet commun entre l'Institut Jean Lamour de Nancy et le LEM3 sur les récupérateurs énergétiques composites piézoélectriques - AMF de type PVDF-NiTi. Je commencerai par évoquer la mise en place d'un parc expérimental dédié à l'étude des matériaux piézoélectriques tels que les céramiques ferroélectriques de type PZT et les investigations expérimentales électro-mécaniques menées sur cette catégorie de matériaux. L'expérience acquise par ces premiers essais m'a permis de contribuer aux travaux de thèse de Sunija SUKUMARAN (Sukumaran (2021)) en développant un pilote expérimental destiné à mettre en évidence le couplage thermo-électro-mécanique des composites PVDF-NiTi sous une sollicitation de traction.

Tous ces travaux menés ont permis de lever certains verrous technologiques dans le domaine et ont également suscité des perspectives encourageantes de travaux pour nos thématiques. Ainsi, je présenterai dans le cinquième et dernier chapitre de ce manuscrit mon projet de recherche que je souhaite mettre en place avec mes collègues au sein de notre équipe. Ce projet s'inscrit dans la continuité des travaux actuels en intégrant deux thématiques supplémentaires : la rupture des AMF et l'optimisation topologique en dentisterie.

Chapitre 1

Dossier professionnel

Sommaire

1.1	Curriculum vitæ synthétique	4
1.1.1	Parcours professionnel	4
1.1.2	Formation	4
1.1.3	Synthèse de l'activité scientifique	5
1.1.4	Synthèse de l'activité pédagogique	6
1.1.5	Synthèse de l'activité administrative	7
1.2	Activité pédagogique	7
1.2.1	Présentation de mes enseignements à Polytech Nancy	7
1.2.2	Tableau récapitulatif de mes enseignements à Polytech Nancy	8
1.3	Activité administrative	9
1.3.1	Membre élu du conseil de composante	9
1.3.2	Responsable de l'EIT de Polytech Nancy	9
1.3.3	Autres responsabilités	10
1.4	Activité scientifique	10
1.4.1	Formation scientifique	10
1.4.2	Production scientifique	10
1.4.3	Encadrement doctoral et scientifique	13
1.4.4	Collaborations et partenariats	15
1.4.5	Divers	16
1.4.6	Bilan	17

1.1 Curriculum vitæ synthétique

FRÉDÉRIC THIEBAUD

Corps :	Maître de Conférences	Discipline :	Mécanique, Génie Mécanique
Grade :	Classe Normale, échelon 9	Section :	CNU 60
Né le :	11 octobre 1980, 43 ans	Numen :	03E0530046QOJ
Orcid ID :	0000-0001-8229-672X	HAL ID :	1372865
Tel :	+33 3 72 74 69 13	Email :	frederic.thiebaud@univ-lorraine.fr

1.1.1 Parcours professionnel

- ◇ **2010–présent** : Maître de Conférences à l'Université de Lorraine.
 - Unité d'enseignement : École Polytechnique de l'Université de Lorraine - Polytech Nancy, 2 Rue Jean Lamour 54519 Vandœuvre-lès-Nancy Cedex.
 - Unité de recherche : Laboratoire d'Étude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux - LEM3, 7 rue Félix Savart F-57070 METZ.
- ◇ **2008–2009** : Post-doc (ingénieur d'études) à l'Institut Femto-ST, dpt. Mécanique Appliquée, Besançon.
 - Mémoire : « Mise en forme des polymères chargés en nanotubes de carbone ».
- ◇ **2007–2008** : Attaché Temporaire d'Enseignement et de Recherche (1/2 ATER) à SupMicrotech (ENSMM), Besançon (Doubs-25).

1.1.2 Formation

- ◇ **2004–2007** : Thèse de Doctorat en Science de l'Ingénieur de l'Université de Franche-Comté, Institut FEMTO-ST - dpt. Mécanique Appliquée.
 - Thèse soutenue le 19 Décembre 2007 : « De l'étude dynamique des Alliages à Mémoire de Forme à l'optimisation de leur effet amortissant ».
- ◇ **2003–2004** : Magistère Sciences de Mécanique et Technologie Industrielle (SMTI), grade de Master, ENS Paris-Saclay.
- ◇ **2003–2004** : DEA Optique, Mécanique, Microsystèmes (OMM), grade de Master, Université de Franche-Comté.
 - Stage de DEA réalisé à l'Institut FEMTO-ST : « Implémentation d'un modèle superélastique d'AMF dans Comsol[©] »(3 mois).
- ◇ **2003–2004** : Diplôme d'ingénieur SupMicrotech (ENSMM), spécialité Mécanique & Matériaux, Université de Franche-Comté.
 - Stage de fin d'études réalisé à l'Institut FEMTO-ST : « Caractérisation thermo-mécanique d'un actionneur en AMF »(3 mois).
- ◇ **2000–2004** : Élève Normalien à l'École Normale Supérieure de Paris-Saclay, dpt. Génie Mécanique.
 - Agrégation externe de Mécanique (B1) : reçu deuxième du concours.
 - Maîtrise de Technologie Mécanique (SMTI) : ENS Paris-Saclay, Université Pierre & Marie Curie (Paris 6).
 - Licence de Technologie Mécanique (SMTI) : ENS Paris-Saclay, Université Pierre & Marie Curie (Paris 6).

◇ **1998–2000** : CPGE PTSI-PT au lycée Jules HAAG, Besançon.

1.1.3 Synthèse de l'activité scientifique

◇ **Laboratoire de rattachement** : Laboratoire d'Étude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux - LEM3, 7 rue Félix Savart F-57070 METZ.

Thématiques de recherches

- Optimisation des performances mécaniques des limes endodontiques en alliages à mémoire de forme.
- Caractérisation des récupérateurs énergétiques piézoélectriques - alliages à mémoire de forme.
- Comportement dynamique des alliages à mémoire de forme et évaluation de leur pouvoir amortissant.
- Alliages poreux et optimisation topologique en dentisterie.

Outils utilisés

Théoriques (modèles phénoménologiques, modèles vibratoires endochroniques), expérimentaux (essai de traction statique et dynamique (DMA) thermo-mécanique, conception et fabrication de machines d'essais spéciales), numériques (schémas d'intégration implicite et explicite, routines UMAT, Abaqus[©], Matlab[©], Maple[©]).

Encadrement doctoral et scientifique

- 4 co-encadrements de thèses : Aliae OUDICH (2013-2015), Marin VINCENT (2013-2017), Ihssen ABDELMOMEN (2020-2024), Samuel LEMAIRE (2021-2024).
- 1 co-encadrement de post-doc : Raja JAYENDIRAN (2014-2015).
- 5 co-encadrements de stagiaires Master 2 et de fin d'études ingénieur-recherche : Saiffeddine HAJ KHALIFA (2012), Paul XOLIN (2019), Achour IDIR (2019), Charlotte EHRIS-MANN (2021) et Samuel LEMAIRE (2021).

20 publications dans des revues scientifiques dont 3 en cours

Materials (1), Journal of Intelligent Material Systems and Structures (3), Smart Material and Structures (3), European Cells and Materials (1), Journal of Materials Engineering and Performance (1), Journal of Vibration and Control (1), Mechanics and industry (1), Acta Mechanica (1), Mechanics of Materials (1), Odontology (1), Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials (1), Journal of dentistry (1), Soft Nanosciences Letters (1), Composites Science and Technology (1), Scripta Materialia (1), Computational Materials Science (1).

13 communications dans des congrès internationaux avec comité de lecture et actes

10th ECCOMAS SMART, Patras, Grèce, 2023 ; Entretiens odontologique de Monastir, Monastir, Tunisie, 2023 ; IEEE sensors, Rotterdam, Netherlands, 2023 ; 9th ECCOMAS SMART, Paris, France, 2020 ; SMST-19, Constance, Allemagne, 2019 ; SMST-13, Prague, République Tchèque, 2013 ; ESAFORM-09, Twente, Pays-bas, 2009 ; COMPLAS-X, Barcelone, Espagne, 2009 ; Frontiers in polymer science, Mainz, Allemagne, 2009 ; Euromech Colloquim, Kazimierz Dolny, Pologne, 2008 ; 1st International Conference on Modern Design, Construction and Maintenance of Structures, Hanoi, Vietnam, 2007 ; Damping in SMA's composites and foams, Metz, France, 2005 ; SMST-04, Baden-Baden, Allemagne, 2004.

Diffusion et rayonnement

- 5 jurys de thèses (dont 4 hors co-encadrement),
- 1 comité de suivi de thèse,
- 1 collaboration nationale et 1 internationale,
- 2 commissions de recrutement MCF,
- co-organisation d'un séminaire sur la fatigue des matériaux,
- 1 expertise d'article.

Responsabilités scientifiques

- Participation à la rédaction de 6 projets ANR.
- Participation à la rédaction de 2 dossiers CPER.
- Porteur d'un projet région jeune-chercheur.
- Responsable de la plateforme technologique Mécanique Structure Matériaux.

Distinctions scientifiques

- Titulaire de la PEDR entre 2017 et 2021.

1.1.4 Synthèse de l'activité pédagogique

◇ **Unité d'enseignement** : École Polytechnique de l'Université de Lorraine - Polytech Nancy, 2 Rue Jean Lamour 54519 Vandœuvre-lès-Nancy Cedex.

Expériences d'enseignement

- 15 ans Maître de Conférences à Polytech Nancy (2010-2024) : en moyenne 250 heures TD/an.
- 1 année d'ATER (1/2) à SupMicrotech ENSMM, Besançon (2007-2008) : 64 heures TD.
- 3 années de monitorat à SupMicrotech ENSMM, Besançon (2004-2007) : 64 heures TD.

Service d'enseignement à Polytech Nancy

- Entre 250 et 280 H-TD en moyenne ces cinq dernières années hors responsabilités administratives (30% CM, 40% TD, 30% TP).
- Responsable de 4 unités d'enseignements.
- Création ou transformation de 7 unités d'enseignements.
- Création et animation de 2 unités d'enseignements en français et en anglais (traduction des supports pédagogiques, animations des séances en anglais).
- Adaptation d'une unité d'enseignement (58 H-TD) en distanciel (COVID19, 1^{er} confinement).
- Une publication pédagogique aux Éditions Universitaires Européennes : « les matériaux et leur mise en forme », ISBN:978-613-1-50425-9.

Responsabilités pédagogiques et investissement dans le fonctionnement de la composante

- Création et montage de la formation par apprentissage Mécanique Numérique (MécaNum) de Polytech Nancy, travaux initiés en 2019, défense du projet (dossier & soutenance) devant la CTI, accréditation obtenue en 2022.
- Responsable de la formation par apprentissage Mécanique Numérique (MécaNum) de Polytech Nancy, depuis 2022, référentiel 50 H-TD.
- Création de ressources pédagogiques : montage et développement de la plateforme technologique MSM, de 2009 à 2020; montage d'une salle de calcul en ingénierie mécanique (17 PC. Catia[©], Abaqus[©], Fluent[©]) en 2013.

1.2 Activité pédagogique

- Responsable de la plateforme technologique en mécanique des solides et des matériaux (MSM) de Polytech Nancy (170 m², 450 k€ d'équipements), depuis 2009.
- Responsable des stages de fin d'études, 3^{ème} année cycle ingénieur Polytech Nancy (spécialité EMME, parcours MSM), de 2018 à 2022, référentiel 20 H-TD.
- Responsable du pôle Mécanique Énergie Matériaux (MEM) de Polytech Nancy, de 2012 à 2014, référentiel 20 H-TD.

Diffusion, activités internationales et investissement dans le rayonnement de la composante

- Participation aux Journées Portes Ouvertes (JPO) de Polytech Nancy tous les ans : démonstration de TP matériaux. présentation de la formation par apprentissage MécaNum.
- Participation au salon des formations post-bac ORIACTION. Interview en 2022 pour présenter les classes préparatoires intégrées.
- Membre de la délégation Polytech Nancy aux assises annuelles du réseau. Participation au groupe de travail dédié à l'apprentissage.
- Présentation et démonstration des TP matériaux aux collégiens du collège Simone de Beauvoir dans le cadre du projet « Égalité des chances, les cordées de la réussite ».
- Accompagnement annuel des étudiants de 1^{ère} année de Polytech Nancy en visite d'entreprises lors de la semaine de découverte « SOIE ».
- Présentation en 2021 avec la direction de Polytech Nancy de la plateforme technologique MSM à Gérard Mourou, prix Nobel de Physique 2018.
- Collaboration avec le CNAM pour dispenser des TP Matériaux via la plateforme MSM.

1.1.5 Synthèse de l'activité administrative

Diffusion, activités internationales et investissement dans le rayonnement de la composante

- Responsable de l'Espace d'Ingénierie et de Technologie (EIT) de Polytech Nancy, 1 M€ d'équipements, répartis sur 1200m², gestion d'une équipe technique de trois techniciens et un assistant-ingénieur et d'un budget de fonctionnement de 8 000 €, depuis 2021, référentiel 20 H-TD,
- Responsable du Projet Professionnel Personnalisé (PPP) de Polytech Nancy, de 2018 à 2021, référentiel 15 H-TD,
- Référent des étudiants sportifs et artistes de haut niveau (SAHN) de Polytech Nancy, de 2018 à 2021,
- Concours GEIPI-Polytech : membre du collectif des enseignants correcteurs : correction de 150 copies de physique-chimie et une journée d'entretiens des candidats par an, depuis 2015.

Mandats locaux

- Membre élu au conseil de Polytech Nancy depuis novembre 2021.
- Membre de la commission de choix de Polytech Nancy depuis novembre 2021.

1.2 Activité pédagogique

1.2.1 Présentation de mes enseignements à Polytech Nancy

J'effectue l'intégralité de mon service d'enseignement à l'école d'ingénieurs Polytech Nancy, composante de l'Université de Lorraine et habilitée par la Commission des Titres d'Ingénieurs (CTI). Mon activité pédagogique est centrée principalement sur les thématiques suivantes :

- Mécanique des solides et des matériaux,
- Résistance des matériaux,

- Conception et fabrication mécanique,
- Simulation numérique linéaire et non linéaire par éléments finis,
- Comportement multiphysique des matériaux,
- Procédés de mise en forme des matériaux,
- Relation produit-procédé-matériau.

J'interviens exclusivement en formation initiale, en présentiel, sur les cinq années du cursus composé de deux ans de cycle préparatoire (L1 et L2) et trois ans de cycle ingénieur (L3, M1 et M2).

Le volume horaire de mon service est de 293 H-TD en 2022 et, est globalement réparti de la manière suivante : 30% de cours magistraux (CM), 40% de travaux dirigés (TD) et 30% de travaux pratiques (TP). Je précise que je suis responsable de la plupart des enseignements que je dispense.

Par année, j'encadre régulièrement quelques étudiants en stage d'assistant-ingénieur, en stage de fin d'études niveau ingénieur et quelques groupes de trois étudiants en projets tutorés entreprises ou recherche. Au bilan, cela représente un total de 21 étudiants pour 60 H-TD par an.

Je dispense certains de mes enseignements en langue française et en langue anglaise, à destination du groupe anglophone dont les ERASMUS. J'ai donc traduit mes supports de cours en anglais, je rédige les devoirs surveillés en français et en anglais et j'anime mes séances en parlant anglais.

Au cours de mon parcours professionnel, j'ai créé et transformé un nombre important de cours (séquences pédagogiques, support de cours, DS, etc.) et notamment adapté ceux-ci pour l'auto-formation des étudiants par le biais de vidéos commentées et de MOOC, notamment lors de la crise du COVID19.

Un de mes investissements importants a été, lors de mon recrutement en 2009, la construction et le développement d'une plateforme expérimentale mutualisée entre l'enseignement et la recherche destinée notamment aux TP de mécanique et matériaux ainsi qu'aux activités de projets tutorés de l'école. Cette plateforme, et donc l'activité expérimentale en mécanique des solides, n'existaient pas avant mon arrivée à l'école. J'ai donc créé une douzaine de TP de mécanique des solides et des matériaux de niveau Licence et Master.

Ces dernières années, j'ai piloté et supervisé le montage d'une nouvelle formation par apprentissage (FISA) en mécanique numérique (12 étudiants) accréditée et habilitée par la CTI en octobre 2022. Ainsi, je suis depuis septembre 2023 le responsable de ce parcours de formation.

1.2.2 Tableau récapitulatif de mes enseignements à Polytech Nancy

Année	Niveau	Intitulé	Nature étudiants	Effectifs	Volume (H-TD)	Remarques
1A	L1	Mécanique du point	CM-TD	150	57	◇ *
3A	L3	Mécanique des solides déformables	TD	24	16	
3A	L3	Mécanique des solides déformables	TP	3×24	60	♠ ♥ ♣
3A	L3	Conception et fabrication mécanique	CM	150	16	♠ ♥ ♣
3A	L3	Encadrement de stages 3A	Stages	5	10	
3A	L3	Encadrement de projets tutorés 3A	Projets	2	12	
4A	M1	Choix des matériaux en conception	TD	24	4	♥

1.3 Activité administrative

Année	Niveau	Intitulé	Nature étudiants	Effectifs	Volume (H-TD)	Remarques
4A	M1	Encadrement de stages 4A	Stages	5	10	
4A	L3	Encadrement de projets tutorés 4A	Projets	2	12	
5A	M2	Modélisation des systèmes intelligents	CM-TD	15	21	♠ ♥
5A	M2	Matériaux et procédés non conventionnels	CM-TD	15	34	♠ ♥
5A	M2	Conception et fabrication mécanique avancée	CM-TD	15	21	♠ ♥
5A	M2	Encadrement de stages de fin d'étude 5A	Stages	4	20	

Légende : ♠ responsable de l'enseignement, ♥ création complète de l'enseignement, ◇ transformation ou adaptation de l'enseignement, ♣ enseignement dispensé en français et en anglais, ★ adaptation de l'enseignement en distanciel (confinement).

1.3 Activité administrative

1.3.1 Membre élu du conseil de composante

Je suis membre élu au conseil de Polytech Nancy en tant que représentant du collège B : enseignants et enseignants-chercheurs (autre que PU & BIATSS).

Suite au renouvellement des conseils de composante de novembre 2021, j'ai monté une liste électorale avec cinq collègues. Quatre d'entre nous avons été élus.

Je participe ainsi au conseil restreint afin de discuter et arbitrer les décisions et orientations stratégiques de l'école, ainsi qu'au conseil plénier, dont la mission est de voter les décisions évoquées en conseil restreint.

Ainsi je suis, avec mes collègues élus, un interlocuteur privilégié entre la direction de l'école et l'ensemble des collègues enseignants.

1.3.2 Responsable de l'EIT de Polytech Nancy

L'Espace d'Ingénierie et de Technologie (EIT) est la halle technique de Polytech Nancy. Il regroupe plus d'1 M€ d'équipements, répartis sur 1200 m² dans les thématiques suivantes :

- Mécanique des solides et des matériaux (essais mécaniques, résistance des matériaux),
- Mécanique des fluides et thermique (écoulement laminaire, soufflerie, thermodynamique),
- Conception mécanique (deux salles de calculs équipés de Catia[©], Abaqus[©], Ansys-Fluent[©]),
- Fabrication mécanique (usinage conventionnel, usinage 5 axes, impression 3D),
- Mise en forme des matériaux (découpe plasma, cisaille automatique, strato-conception, chaudronnerie),
- Impression 3D (impression par fil polymère, FabLab),
- Robotique (robot de soudure, commandes, fiabilité).

Mon rôle en tant que responsable de l'EIT est d'encadrer l'équipe technique et de garantir le bon déroulement des activités pédagogiques, assurer le développement et le renouvellement des ressources matérielles et être l'interlocuteur privilégié entre les usagers et l'équipe technique. De plus, je gère le budget de fonctionnement de l'EIT (8 000 € par année) destiné principalement au renouvellement des consommables. Enfin, je propose régulièrement des demandes de subventions pédagogiques pour investir dans l'amélioration des équipements.

1.3.3 Autres responsabilités

- Responsable des stages de fin d'études, spécialité EMME, parcours MSM (2018-2022).
- Responsable du pôle Mécanique Énergie Matériaux (MEM) de Polytech Nancy (2012-2014).
- Responsable du Projet Professionnel Personnalisé (PPP), (2018-2021).
- Référent des Sportifs et Artistes de Haut Niveau (SAHN) de Polytech Nancy (2018-2021).
- Correcteur et jury au concours d'entrée Geipi Polytech.

1.4 Activité scientifique

1.4.1 Formation scientifique

◇ **Thèse d'université (2004 - 2007)** : « De l'étude dynamique des alliages à mémoire de forme à l'optimisation de leur effet amortissant », Directeur de thèse : Christian LEXCELLENT, Institut FEMTO-ST.

◇ **Post-doc (2008 - 2009)** : « Mise en forme des matériaux composites à matrice polymère renforcés en nanotubes de carbone », superviseur : Jean-Claude GELIN, Institut FEMTO-ST.

Depuis ma nomination à l'Université de Lorraine, dans un premier temps rattaché au LEMTA, puis, suite à une mobilité de notre équipe, au LEM3, ma thématique de recherche concerne la caractérisation du comportement multiphysique des structures adaptatives en AMF et leurs applications.

Mes activités sont organisées autour de deux axes principaux. Le premier axe vise à utiliser les modèles de lois de comportement des AMF développés et/ou enrichis par l'équipe et implémentés dans des codes de calcul par éléments finis pour prédire le comportement de structures ou des applications conçues à partir de ces matériaux. Dans le second axe, je développe des pilotes expérimentaux pour valider les simulations numériques ou mettre en évidence les mécanismes liés à ces matériaux.

Comme précisé dans la section de synthèse, mes activités de recherches sont centrés sur les quatre thèmes suivants :

- optimisation des performances mécaniques des limes endodontiques en alliages à mémoire de forme,
- caractérisation des récupérateurs énergétiques piézoélectriques - alliages à mémoire de forme,
- comportement dynamique des alliages à mémoire de forme et évaluation de leur pouvoir amortissant,
- alliages poreux et optimisation topologique en dentisterie.

1.4.2 Production scientifique

Publications dans des revues internationales avec comité de lecture

1. Interest of a porous prosthetic framework to improve a mandibular restoration with implant-supported prosthesis : a finite element study. S. Lemaire, C. Bouby, **F. Thiebaud**, V ; Berry-Kromer. Journal of Prosthetic Dentistry, 2023, *submitted, actually under review*.
2. Dynamical behavior of a shape memory alloy holed plate and investigation of the damping effect. **F. Thiebaud**, T. Ben Zineb. Journal of Vibration and Control, 2023, *submitted, actually under review*.
3. Evaluation of Young's modulus of two restorative composites using different mechanical tests. C. Ozcan, P. Lestriez, V. Berry-Kromer, **F. Thiebaud**, J-F. Angiboust, Y. Josset. Journal of dentistry, 2023, *submitted, actually under review*.

4. Experimental analysis of the influence of heat treatments on the flexibility of NiTi alloy for endodontic instruments manufacturing. I. Abdelmomen, M. Vincent, **F. Thiebaud**, J. Budzinski, T. Bastogne, T. Ben Zineb, M. Engels-Deutsch. *Materials*, 2023, DOI : doi.org/10.3390/ma16093437.
5. Processing of hybrid shape memory alloy coupled with P(VDF-TrFE) piezoelectric polymer composite for energy harvesting application. S. Sukumaran, S. Chatbouri, L. Badie, **F. Thiebaud**, T. Ben Zineb, D. Rouxel. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 2022, DOI : doi.org/10.1177/1045389X221111550.
6. Combined bending-torsion testing device for characterization of SMA endodontic files. P. Xolin, S. Becker, **F. Thiebaud**, M. Engels-Deutsch, T. Ben Zineb. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 2020, (1-9), DOI : doi.org/10.1177/1045389X20932218.
7. Experimental analysis of the pseudoelastic damping capacity of the Fe-30Mn-6Si-5Cr Shape Memory Alloy. M. Megdiche, A. Sallami, **F. Thiebaud**, T. Bouraoui, T. Ben Zineb, S. Arbab Chirani. *Smart Material and Structures*, 2020, DOI : doi.org/10.1088/1361-665X/ab9ade.
8. Recent advances in flexible PVDF based piezoelectric polymer devices for energy harvesting applications. S. Sukumaran, S. Chatbouri, D. Rouxel, E. Tisserand, **F. Thiebaud**, T. Ben Zineb. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 2020, DOI : doi.org/10.1177/1045389X20966058.
9. Misinterpretation of ISO 4049 standard recommendations : Impact on Young's modulus and conversion degree of dental composites. C. Ozcan, P. Lestriez, V. Berry-Kromer, **F. Thiebaud**, G. Sockalingum, V. Untereiner, J-F. Angiboust, Y. Josset. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 2020, DOI : doi.org/10.1016/j.jmbbm.2020.103947.
10. Experimental and numerical analysis of penetration/removal response of endodontic instrument made of single crystal Cu-based SMA comparison with NiTi SMA instruments. M. Vincent, P. Xolin, P. Gevrey, **F. Thiebaud**, M. Engels-Deutsch, T. Ben Zineb. *Smart Material and Structures*, 2017, DOI : doi.org/10.1088/1361-665X/aa5f0b.
11. A two-way shape memory alloy-piezoelectric bimorph for thermal energy harvesting. A. Oudich, **F. Thiebaud**. *Mechanics of Materials*, 2016, 102(1-6), DOI : doi.org/10.1016/j.mechmat.2016.08.006.
12. A new shape memory alloy for endodontic canal preparation : the single crystal CuAlBe. M. Vincent, P. Gevrey, **F. Thiebaud**, M. Engels-Deutsch, T. Ben Zineb. *European Cells and Materials*, 2015, 30(5), DOI : www.ecmjournal.org/journal/supplements/vol1030supp05/pdf/Vol1030Supp5a018.pdf.
13. Finite Elements Analysis of a copper single crystal shape memory alloy-based endodontic instruments. M. Vincent, **F. Thiebaud**, S. Bel Haj Khalifa, M. Engel-Deutsch, T. Ben Zineb. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2015, 24(10), DOI : doi.org/10.1007/s11665-015-1677-9.
14. Numerical study of the influence of material parameters on the mechanical behaviour of a rehabilitated edentulous mandible. L.M. Favot, V. Berry-Kromer, M. Haboussi, **F. Thiebaud**, T. Ben Zineb. *Journal of dentistry*, 2014, 42(3) DOI : doi.org/10.1016/j.jdent.2013.11.027.
15. Experimental and finite element analysis of superelastic behaviour of shape memory alloy for damping applications. **F. Thiebaud**, T. Ben Zineb. *Mechanics and industry*, 2014, DOI : dx.doi.org/10.1051/meca/2014040.
16. Determination of an Innovative Consistent Law for the Rheological Behavior of Polymer/Carbon Nanotubes Composites. **F. Thiebaud**, *Soft Nanosciences Letters*, 2011, 1(1), 1-5 DOI : doi.org/10.4236/sn1.2011.11001.

17. Characterization of rheological behaviors of polypropylene/carbon nanotubes composites and modeling their flow in a twin-screw mixer. **F. Thiebaud**, J.C. Gelin. *Composites Science and Technology*, 2010, 10(4), 647-656 DOI : doi.org/10.1016/j.compscitech.2009.12.020.
18. Determination of the phase transformation zone at a crack tip in a shape memory alloy exhibiting asymmetry between tension and compression. C. Lexcellent, **F. Thiebaud**. *Scripta Materialia*, 2008, 59(3), 321-323 DOI : doi.org/10.1016/j.scriptamat.2008.03.040.
19. Implementation of a multi-axial pseudoelastic model to predict the dynamic behavior of shape memory alloys. **F. Thiebaud**, M. Collet, E. Foltête, C. Lexcellent. *Smart Materials and Structures*, 2007, 16 (4), 935-947 DOI : doi.org/10.1088/0964-1726/16/4/001.
20. 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. **F. Thiebaud**, C. Lexcellent, M. Collet, E. Foltête. *Computational Materials Science*. 2007. 41(2), 208-221 DOI : doi.org/10.1016/j.commatsci.2007.04.006.

Communications dans des congrès internationaux avec comité de lecture et actes

1. Dynamical behavior of a shape memory alloy holed plate and investigation of the damping effect. **F. Thiebaud**, T. Ben Zineb. 10th ECCOMAS SMART, 2023, Patras Greece.
2. Analyse expérimentale de l'influence des traitements thermiques sur la flexibilité des instruments endodontiques en NiTi. I. Abdelmomen, M. Vincent, **F. Thiebaud**, J. Budzinski, T. Bastogne, T. Ben Zineb, M. Engels-Deutsch. *Entretiens Odontologique de Monastir*, 2022, Monastir, Tunisie.
3. Strain SAW sensors based on langasite substrate for high temperature applications. B. Paulmier, S. Hage-Ali, C. Floer, O. Elmazria, E. Blampain, S. Zhgoon, A. Shvetsov, A. Merkulov, **F. Thiebaud**, T. Ben Zineb. *IEEE sensors*, 2020, Rotterdam, Netherlands.
4. Study of the pseudoelastic damping behaviour of the fe-30mn-6si-5cr shape memory alloy. M. Megdiche, A. Sallami, **F. Thiebaud**, T. Bouraoui, T. Ben Zineb, S. Arbab Chirani. 9th ECCOMAS SMART, 2019, Paris, France.
5. A workbench applying combined torqion-bending loading for shape memory alloy endodontic files. P. Xolin, S. Becker, M. Engels-Deutsch, **F. Thiebaud** and T. Ben Zineb. *Shape Memory and Superelastic Technologies (SMST)*, 2019, Konstanz.
6. Experimental and finite element analysis of superelastic behaviour of shape memory alloy for damping applications. **F. Thiebaud**, T. Ben Zineb. *Shape Memory and Superelastic Technologies (SMST)*, 2013, Prague.
7. Polymer carbon nanotube composites : investigation of the melt processing by injection molding and analysis of the dynamical behavior. **F. Thiebaud**, J.C. Gelin. *ESAFORM 2009*, April 27-29, 2009, Twente, Netherlands.
8. Polypropylene / Multiwalled Carbon Nanotube Composites Prepared by Melt Processing and Related Rheological Behavior. **F. Thiebaud**, J.C. Gelin. *Complas X 2009*, September 2-4, 2009, Barcelona, Spain.
9. Polypropylene / Multiwalled Carbon Nanotube Composites Prepared by Melt Processing and Related Rheological Behavior. **F. Thiebaud**, J.C. Gelin. *Frontiers in Polymer Science 2009*, June 7-9, 2009, Mainz, Germany.
10. Nonlinear dynamical behaviour of shape memory alloys and optimization of the damping effect. Study of a passive damper. **F. Thiebaud**, M. Collet ,E. Foltête, C. Lexcellent, V. Placet. *Euromech Colloquium 498*, May 21-24, 2008, Kazimierz Dolny, Poland.

11. Numerical study of a SMA passive damper for bridge cables. E. Foltête, **F. Thiebaud**, C. Lexcellent, M. Collet. 1st International Conference on Modern Design, Construction and Maintenance of Structures, 10-11 December 2007, Hanoi, Vietnam.
12. Implémentation d'un modèle de comportement pseudoélastique d'Alliage à Mémoire de Forme pour prédire leur comportement dynamique. **F. Thiebaud**, M. Collet, E. Foltête, C. Lexcellent. Damping in SMAs Composites and Foams, Georgiatech Lorraine, 10-11 Mai 2005, Metz, France.
13. Design of an Automaton based on Shape Memory Alloy Actuators. B. Vieille, **F. Thiebaud**, C. Lexcellent. The international Conference on Shape memory and Superelastic Technologies (SMST 2004) 3-7 october 2004, Baden-Baden, Germany.

Communications dans des congrès nationaux avec comité de lecture et actes

1. Étude du comportement dynamique d'un ressort et d'une rondelle Belleville en Alliage à Mémoire de Forme et évaluation de leur pouvoir amortissant. **F. Thiebaud**, T. Ben Zineb. Congrès Français de Mécanique, 2013, Bordeaux.
2. Étude du comportement superélastique d'un stent en alliage à mémoire de forme : investigations expérimentales et numériques. **F. Thiebaud**, A. Vernet, E. Jacquot, T. Ben Zineb, Congrès Français de Mécanique, 2011, Besançon.
3. Caractérisation du comportement rhéologique d'un composite à matrice polymère renforcé en nanotubes de carbone et simulation numérique de la phase de mélangeage. **F. Thiebaud**, J.C. Gelin. Congrès Français de Mécanique, 2011, Besançon.

Séminaires, écoles d'été et workshop nationaux

1. Numerical study of a lattice structure : application for a mandibular rehabilitation with implant-supported fixed prosthesis. S. Lemaire, V. Berry-Kromer, **F. Thiebaud**, C. Bouby. Swiss-French Biomaterials young researchers, summer school, Zürich, 2023.
2. Damping effect of Shape Memory Alloys. **F. Thiebaud**, M. Collet, E. Foltête, C. Lexcellent. Lac Madine's seminar on adaptative structure, lac Madine, december 19 - 21, 2010.
3. About yield surfaces of phase transformation for some shape memory alloys : duality and convexity. Application to fracture. Dynamical behavior of SMA. C. Lexcellent, R. Laydi, E. Foltete, M. Collet, **F. Thiebaud**. Seminar of Oxford Centre for Nonlinear Partial Differential Equations, 2008, Oxford, United Kingdom. 2008.
4. Implementation of a multi-axial pseudoelastic model in COMSOL to predict the dynamical behavior of Shape Memory Alloys. **F. Thiebaud**, M. Collet, E. Foltête, C. Lexcellent. Workshop COMSOL 2006, Paris, 7 Novembre 2006.
5. Implementation of a multi-axial pseudoelastic model in Femlab to predict the dynamical behavior of Shape Memory Alloys. **F. Thiebaud**, M. Collet, E. Foltête, C. Lexcellent. Workshop COMSOL 2005, Paris, 15 Novembre 2005.

1.4.3 Encadrement doctoral et scientifique

Encadrement de thèses

◊ Thèse en cours de Samuel LEMAIRE (10/2021 - 2024) :

La thèse en cours de Samuel LEMAIRE est intitulée : « Intérêt des alliages poreux en dentisterie : application au cas d'une prothèse transvissée sur quatre implants ». Ce travail de thèse doit permettre d'améliorer la corrélation entre les différents modèles numériques de prothèses dentaires et de proposer des améliorations du concept prothétique, allant dans le sens d'un meilleur biomimétisme. Pour ce faire, l'investigation porte notamment sur l'utilisation d'alliages métalliques poreux pour la confection de la barre prothétique, qui pourraient contribuer à limiter la

rigidification excessive de la mandibule. Le financement de cette thèse est assuré par une bourse ministérielle.

Une communication dans une école d'été et un congrès national ont été réalisés dans le cadre de ces travaux de thèse (Lemaire et al. (2023)) et un article est en cours de révision.

◇ **Thèse soutenue d'Ihssen ABDELMOMEN (11/2020 - 12/2023) :**

La thèse d'Ihssen ABDELMOMEN est intitulée : « Influence des traitements thermiques sur les performances et la tenue en service des instruments endodontiques ». Ce travail de thèse a permis d'établir des conclusions sur l'influence des traitements thermiques sur la réponse mécanique des limes endodontiques. Les résultats menés via un plan d'expérience montrent l'existence d'un traitement thermique optimal pour améliorer la flexibilité et la résistance mécanique de ces limes. Ces propriétés sont étudiées dans des conditions de flexion et de pénétration-retrait, proches de la situation clinique. Le financement de cette thèse est assuré par un contrat CIFRE en collaboration avec la société Coltene-MicroMega[©].

Ces travaux de thèses ont permis la publication d'un article dans une revue internationale (Abdelmomen et al. (2023)) et d'une communication dans un congrès international (Abdelmomen et al. (2022)).

◇ **Thèse soutenue de Marin VINCENT (10/2013 - 02/2017) :**

La thèse de Marin VINCENT s'intitulait : « Développement d'un instrument endodontique en alliage à mémoire de forme monocristallin cuivreux ». Ce travail de thèse a permis la conception, la réalisation et la caractérisation mécanique d'un prototype de lime endodontique à base d'AMF cuivreux : le CuAlBe. Une première étude par éléments finis a permis de déterminer les paramètres géométriques optimaux pour garantir la tenue mécanique de la lime. Des tests expérimentaux en pénétration-retrait ont permis de valider les performances mécaniques de ces limes. Ainsi, il a été montré que les instruments endodontiques en CuAlBe monocristallin présentent des performances mécaniques équivalentes à ceux en NiTi, en plus de leurs propriétés antimicrobiennes. Cette thèse a été réalisée en collaboration avec la société Coltene-MicroMega[©]. Ces travaux de thèse ont permis la publication de 3 articles dans des revues internationales (Vincent et al. (2017), Vincent et al. (2015a), Vincent et al. (2015b)).

◇ **Thèse d'Aliae OUDICH (10/2013 - 06/2015) :**

La thèse d'Aliae OUDICH s'intitulait : « Développements d'outils numériques d'aide à la conception de récupérateur-convertisseurs d'énergie gravés dans des films minces composites et hybrides céramiques ferroélectriques-alliages à mémoire de forme ». L'objectif de ces travaux de thèse étaient d'étudier numériquement la possibilité de réaliser des récupérateurs énergétiques composés d'une couche de céramique ferroélectrique (couplage électro-mécanique) et d'AMF superélastique (couplage thermo-mécanique). Une première étude utilisant un modèle de comportement linéaire pour la céramique ferroélectrique et d'un modèle phénoménologique superélastique pour l'AMF, et implémenté dans le code de calcul par éléments finis Abaqus[©], a permis de montrer la production de charges électriques dues à des variations de température. La création d'un outil numérique tel qu'un élément fini au couplage électro-thermo-mécanique a été envisagé. Le financement de cette thèse a été assuré par une bourse ministérielle.

Bien qu'interrompue par la doctorante au bout de deux ans, ces travaux de thèse ont permis la publication d'un article dans une revue internationale (Oudich and Thiebaud (2016)).

Encadrement de post-doctorat

◇ **Post-doc de Raja JAYENDIRAN (2014 - 2015) :**

Durant son année de post-doc au LEM3, Raja a travaillé sur le comportement non-linéaire des céramiques ferroélectriques. Dans un premier temps, nous avons développé ensemble des pilotes expérimentaux pour mettre en évidence le couplage électro-mécanique de céramiques telles que le titano-zirconate de plomb (effet ferroélectrique et ferroélastique). Puis, il a développé un élément

fini hexahédrique dans le code de calcul Abaqus[©] via la routine UEL. Cet élément fini intègre une loi de comportement micromécanique et présente la particularité de prendre en compte la réorientation des domaines ferroélectriques.

Encadrement de stages de fin d'études et Master 2 ingénieur-recherche

◊ Encadrement de stagiaires niveau Master 2 :

- 2019/2020 : Co-encadrement (33%) du stage M2 d'Achour IDIR intitulé « Conception et réalisation d'un banc expérimental de polarisation de céramiques ferroélectriques », réalisé au LEM3 en collaboration avec l'IJL.
- 2014/2015 : Co-encadrement (50%) du stage M2 de Saïfeddine HAJ KHALIFA intitulé « Caractérisation expérimentale et numérique de lime endodontique en alliage à mémoire de forme », réalisé au LEMTA.

◊ Encadrement de stages de fin d'études ingénieur-recherche :

- 2021 : Co-encadrement (50%) du stage de fin d'études de Charlotte EHRISMANN intitulé « Mise en place de la certification ISO/CEI 17025 d'un centre de ressources expérimentales, conception et réalisation d'un carter climatisé de machine d'essais de flexion-torsion », réalisé au LEM3 en collaboration avec Coltene-MicroMega[©].
- 2021 : Co-encadrement (50%) du stage de fin d'études de Samuel LEMAIRE intitulé « Analyse par éléments finis de la réponse en flexion/torsion de limes endodontiques traités thermiquement », réalisé au LEM3 en collaboration avec Coltene-MicroMega[©].
- 2019 : Co-encadrement (50%) du stage de fin d'études de Paul XOLIN intitulé « Caractérisation expérimentale et numérique de limes endodontiques en alliage à mémoire de forme, conception d'un banc de flexion-torsion », réalisé au LEM3 en collaboration avec Coltene-MicroMega[©].

Ouvrages

- Caractérisation dynamique des Alliages à Mémoire de Forme. F.Thiebaud, Editions Universitaires Européennes, 2013, ISBN : 978-3-8381-8663-4.

1.4.4 Collaborations et partenariats

Collaborations

- Collaboration avec Yannick JOSSET, faculté d'odontologie de Reims, dans le cadre de la caractérisation du comportement mécanique de la résine dentaire. Cette collaboration a permis d'alimenter la thèse de Canan ÖZCAN soutenue en 2022.
- Collaboration avec Tarak BOURAUI, Université de Monastir (Tunisie), dans le cadre de la caractérisation du pouvoir amortissant des AMF à base fer. Cette collaboration a permis d'alimenter la thèse de Malek MEGDICHE, soutenue en 2022.

Partenariats

- Participant du projet ANR générique »2SORISMA ». Seismic Strengthening Of Reinforced concrete using Iron-based Shape Memory Alloys. 2023, en partenariat avec l'JL de Nancy, l'UGE et la société Freyssinet International. *Projet non retenu.*
- Participant du projet ANR générique « CALOSMA ». Elastocaloric Devices with Low Driving Energy based on Cellular Shape Memory Alloys. 2023, en partenariat avec GAMME-UTT et FEMTO-ST-UBFC. *Projet non retenu.*
- Participant du projet ANR générique « SMAPHY ». Hybrid Composites with SMA and Piezo thin layers : constitutive modeling and demonstrator development. 2021-822 120 €. En partenariat avec l'IJL de Nancy et le Karlsruhe Institute of Technology [KIT]. *Projet non retenu en dernière instance.*

- Porteur d'un projet de recherche « Région Grand Est-jeune chercheur » sur la caractérisation dynamique des alliages à mémoire de forme. 2019? 40 k€. *Projet non retenu.*
- Partenaire du projet ANR générique « Hybrid SMA-PIEZO ». Caractérisation numérique et expérimentale des récupérateurs énergétiques AMF-PIEZO ». 2020. *Projet non retenu.*
- Porteur du projet ANR ASTRID « FERROSMA ». La caractérisation numérique et expérimentale des composites hybrides à base de films minces ferroélectriques et en Alliage à Mémoire de Forme pour la récupération d'énergie. 2012. *Projet non retenu.*
- Participant du projet PUF (Partner University Fund) LEMTA-Michigan State University « Development of a numerical tool and an experimental analysis for harvesting energy applications design etched in hybrid thin films laminates with shape memory alloys and ferroelectric ceramics layers ». 2014. *Projet non retenu.*
- Participant du projet ANR émergence « SMA-ENDOFLASH ». Développement d'une combinaison instrument/solution désinfectante en thérapeutique endodontique à base d'alliage de cuivre monocristallin à mémoire de forme ». 2014. *Projet non retenu.*
- Auteur et titulaire d'un projet de recherche « Région-jeune chercheur » sur la miniaturisation d'actionneurs à couplage électromécanique, caractérisation du comportement électromécanique des films minces en céramiques ferroélectrique. 2011-37 k€. *Projet retenu.*
- Contribution à la rédaction du dossier de subvention CPER-Région de Lorraine, en vue de développer un parc expérimental dédié à la caractérisation du comportement non linéaire des céramiques ferroélectriques. 2012. *Projet retenu.*

1.4.5 Divers

Participation à des jurys de thèse

- Sunija SUKUMARAN, Aout 2021, membre invité. « Design and preparation of a micro-harvesting device made of hybrid SMA/Piezoelectric polymer composite », LEM3 IJL, Université de Lorraine.
- Paul XOLIN, Décembre 2020, membre invité. « Étude du comportement mécanique de limes endodontiques en alliage à mémoire de forme durant la préparation canalaire », LEM3, Université de Lorraine.
- François LESSIEUR, septembre 2017, thèse d'exercice en odontologie, examinateur. « Étude du comportement mécanique de limes endodontiques en alliage à mémoire de forme durant la préparation canalaire », Faculté d'odontologie, Université de Lorraine.
- Yan YU, Décembre 2014, examinateur. « Contribution au développement d'une approche simplifiée de la simulation numérique du formage incrémental », LEM3, Université de Lorraine.

Comité de suivi de thèse

- « Étude et analyse du comportement thermomécanique d'un composite hybride lors de l'opération d'usinage ». Lhoucine BOUTRIH, 2019, LEM3, Université de Lorraine.

Commission de recrutement MCF

- Poste 60-MCF n° 0305 (4126) Angers ENSAM site d'Angers, 2015. Membre du comité de sélection : rapporteur d'une partie des dossiers, audition des candidats.
- Poste 60-MCF n°0349 St-Dié-des-Vosges INSIC St-Dié-des-Vosges, 2013. Membre du comité de sélection : rapporteur d'une partie des dossiers, audition des candidats.

Expertise d'articles

- Review n° M139 - Journal of Polymer Engineering. « Numerical Analysis of Mixing Performance of Mixing Section in Pin-Barrel Single-Screw Extruder ». J. Chen, P. Dai, H.

Yao, T. Chan. Journal of Polymer Engineering. 31(1), 2011, DOI : doi.org/10.1515/polyeng.2011.009.

Distinction scientifique

- Titulaire de la PEDR de 2017 à 2021.

Organisation de colloques, conférences, journée d'étude

- Co-organisateur avec Zwick/Roell[©] d'un séminaire consacré à la fatigue des matériaux sur le site de Polytech Nancy.

Diffusion et vulgarisation du savoir

- Présentation vidéo disponible sur UL TV réalisée le 14 mars 2013 de mes activités de recherche concernant les AMF pour promouvoir la recherche à destination des étudiants (lien [ici](#), 273 vues).

1.4.6 Bilan

En résumé de ce premier chapitre de présentation de mon dossier professionnel, mon activité de recherche se concentre sur les applications des AMF et plus particulièrement la caractérisation du comportement multiphysique des structures adaptatives en AMF. Ainsi, j'ai commencé à investiguer trois thématiques clairement identifiées : les instruments endodontiques en AMF, le comportement dynamique des AMF et les récupérateurs énergétiques piézoélectriques-AMF. Ces trois thématiques sont présentées dans les chapitres suivants ainsi que les principaux résultats. Enfin, depuis deux ans je m'intéresse à l'optimisation topologique en dentisterie. Cette thématique sera évoquée dans le dernier chapitre de ce mémoire consacré à mon projet de recherche.

Chapitre 2

Développement et optimisation des instruments endodontiques en AMF

Sommaire

2.1	Contexte des travaux	20
2.1.1	L'endodontie et la préparation canalaire	20
2.1.2	Les limes endodontiques	20
2.1.3	L'amélioration des performances	21
2.2	Développement d'un instrument endodontique en AMF cuivreux	22
2.2.1	Stratégie	22
2.2.2	Analyse numérique en flexion-torsion	23
2.2.3	Discussion	27
2.3	Tests in vitro, validation expérimentale et numérique	28
2.3.1	Stratégie	28
2.3.2	Analyse expérimentale en pénétration-retrait	29
2.3.3	Analyse numérique en pénétration-retrait	33
2.3.4	Analyse expérimentale en flexion-torsion	36
2.3.5	Analyse numérique en flexion-torsion	38
2.3.6	Discussion	43
2.4	Influence des traitements thermiques sur la flexibilité des limes en NiTi	44
2.4.1	Stratégie	44
2.4.2	Influence du traitement thermique sur la réponse des fils en NiTi	45
2.4.3	Influence du traitement thermique sur la réponse des instruments endodontiques en NiTi	48
2.4.4	Performances des instruments en NiTi traités, en pénétration-retrait	51
2.4.5	Discussion	53
2.5	Conclusion et bilan	53

2.1 Contexte des travaux

2.1.1 L'endodontie et la préparation canalaire

L'endodontie, ou plutôt l'endodontie moderne est une discipline de l'odontologie consacrée au traitement des maladies de pulpe dentaire. Les objectifs de l'endodontie moderne ont été décrits par Schilder (1967) et trois étapes sont nécessaires pour assurer le succès du traitement (figure 2.1) :

1. Nettoyage : éliminer ce qui reste de tissus vivants nécrosés ou potentiellement nécrosés à l'intérieur de la dent infectée, réalisation de la cavité de traitement.
2. Préparation canalaire : grattage de la surface intérieure des canaux pulpaire à l'aide de limes endodontiques, associées à une action chimique désinfectante, jusqu'au foramen apical.
3. Rebouchage : réalisation de l'obturation canalaire à l'aide d'un composite (ciment), voire une reconstitution prothétique (couronne) afin d'assurer l'étanchéité du traitement et éviter la recolonisation bactériologique.

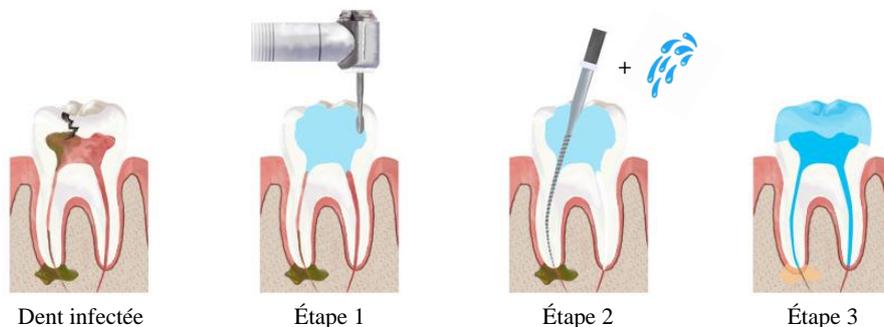


FIGURE 2.1 – Les différentes étapes du traitement endodontique d'une dent infectée.

La préparation canalaire est précisément l'étape qui nous intéresse dans le cadre de ces travaux. Cette étape de désinfection chimio-mécanique a pour but : (i) le retrait de tous les tissus pulpaire nécrosés ainsi que la préparation du canal en vue d'une obturation tridimensionnelle et étanche par travail mécanique d'une lime endodontique, et (ii) la désinfection biologique par solution liquide tel que le peroxyde d'hydrogène. La réussite du traitement endodontique dépend donc fortement des performances mécaniques de l'outil situé au centre de nos études : la lime endodontique.

2.1.2 Les limes endodontiques

Les limes endodontiques sont de petits instruments médicaux de forme conique, hélicoïdale permettant, par mouvement de rotation, de mettre en forme le canal à traiter par grattage de ses parois et d'évacuer les tissus nécrosés (figure 2.2). A l'origine, ces limes étaient réalisées en acier inoxydable et utilisées de manière manuelle (figure 2.2(a)). Les études de Schäfer and Tepel (1996) ont montré que les résultats obtenus avec de tels instruments étaient bons. Toutefois, le comportement purement élastique de l'inox et la courbure souvent difficile à gérer des canaux dentaires ont vite limité les performances de ces instruments avec notamment des risques de butées ou de perforation, conduisant à l'échec du traitement canalaire comme le précise Weine et al. (1975) dans ses travaux (figure 2.2(b)).

En parallèle, les alliages à mémoire de forme (AMF) connaissaient un intérêt grandissant pour la réalisation de capteurs et d'actionneurs et c'est dans les années 80 que l'idée est venue de réaliser les limes en AMF à base de nickel-titane (NiTi) et ainsi bénéficier de leur effet superélastique et de leur déformation réversible de l'ordre de 6% (Walia et al. (1988)) (figure 2.2(c)). Ainsi, à géométrie équivalente, les instruments en NiTi sont 6 à 8 fois plus flexibles que

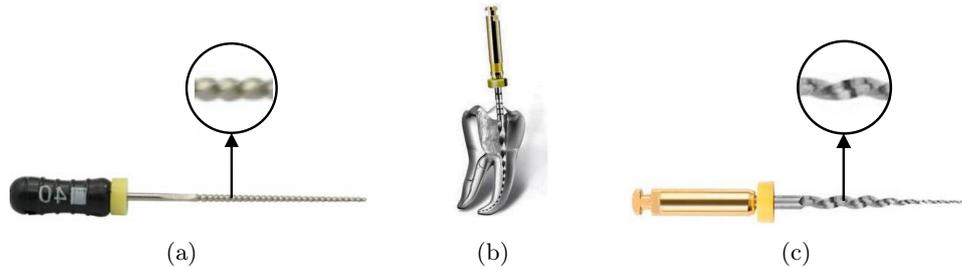


FIGURE 2.2 – Lime endodontiques manuelles en acier (a), lime endodontique en situation de travail (b), lime endodontiques mécanisées en AMF (c) (d’après selarl-santesourire.fr).

leurs homologues en inox, ce qui leur permettent de mieux encaisser les contraintes induites lors du traitement mais aussi un confort relatif pour le praticien. Leur association à la rotation continue mécanisée quelques années plus tard a permis de révolutionner le monde de l’endodontie (Esposito and Cunningham (1995)).

2.1.3 L’amélioration des performances

Si l’utilisation des AMF superélastiques pour la fabrication des limes associée à la mécanisation du mouvement a permis une avancée considérable en endodontie, elle a également généré un verrou technique à prendre en compte : le phénomène de fatigue instrumentale. A 300 tours par minute, les risques de rupture ont augmenté tant et si bien que les fabricants améliorent depuis trente ans leurs produits pour réduire ces risques mais aussi pour diminuer la durée du traitement et donc optimiser l’acte d’endodontie. Ainsi, quatre volets peuvent être explorés pour améliorer les performances mécaniques des limes :

- la géométrie instrumentale,
- le matériau AMF,
- le mouvement de travail,
- les procédés de fabrication et post-traitements.

Au niveau instrumental, l’optimisation des performances revient à trouver le meilleur compromis entre flexibilité, résistance et efficacité de coupe. C’est sur cette base que nous nous sommes intéressés au ‘matériau’ comme voie de développement des limes, avec comme idée novatrice, la réalisation d’une nouvelle génération d’instruments à base d’AMF cuivreux. En effet, l’utilisation des AMF à base cuivre monocristallin comme le cuivre-aluminium-béryllium (CuAlBe) présente deux avantages majeurs : le premier est l’aspect monocristallin de cette classe d’AMF autorisant une déformation réversible de 10 à 12%. Le second avantage est la propriété antimicrobienne du cuivre qui permet d’éliminer rapidement des pathogènes multi-résistants tels que *Enterococcus faecalis* et *Candida albicans* (Grass et al. (2011), Prado et al. (2012), Warnes and Keevil (2011)). En résumé, l’utilisation des AMF cuivreux pour réaliser des limes endodontiques apparaît prometteur pour faire progresser l’endodontie de manière significative. Encouragés par ces premiers résultats, nous nous sommes ensuite intéressés à l’influence des traitements thermiques sur les instruments en NiTi, toujours pour optimiser leur comportement mécanique. l’ensemble de ces travaux est synthétisé dans les sections de ce chapitre qui vont suivre et les principaux résultats y seront présentés.

C’est dans ce contexte qu’est née au début des années 2010 la collaboration entre notre équipe de recherche du LEM3 (à l’époque le LEMTA), la faculté d’odontologie de Nancy et la société Coltene MicroMega[©]. Cette collaboration a permis la soutenance de trois thèses d’université (Vincent (2017), Xolin (2020) et Abdelmomen (2023)), d’une thèse d’exercice en odontologie (Lessieur (2017)) et d’un stage de fin d’études ingénieur-recherche (Haj-Khalifa (2017)). Les résultats de ces travaux ont permis la publication de cinq articles dans des revues internationales à

comité de lecture (Abdelmomen et al. (2023), Xolin et al. (2020), Vincent et al. (2017), Vincent et al. (2015a), Vincent et al. (2015b)), et deux communications dans des congrès internationaux avec comité de lecture et actes (Abdelmomen et al. (2022), Xolin et al. (2019)).

2.2 Développement d'un instrument endodontique en AMF cuivreux

2.2.1 Stratégie

Outre l'intérêt de leurs propriétés antimicrobiennes, les AMF à base cuivre monocristallin ont également l'avantage de présenter une déformation de transformation bien supérieure à leurs homologues polycristallins en NiTi : environ 10-12% contre 5-6% (Entemeyer et al. (2000), Qiu and Zhu (2014)). Des essais de traction cycliques menés par Qiu and Zhu (2014) sur un fil de NiTi polycristallin et deux autres sur un fil de CuAlBe monocristallin et polycristallin dans des conditions quasi-statiques et à température ambiante illustrent parfaitement ce résultat (figure 2.3). Toutefois, cet avantage a son revers et le caractère monocristallin du CuAlBe est également à l'origine d'une moins bonne résistance à la torsion, comparée au NiTi polycristallin. Ainsi, ce serait une erreur de recopier *stricto sensus* la géométrie d'une lime existante en NiTi pour réaliser un prototype en CuAlBe.

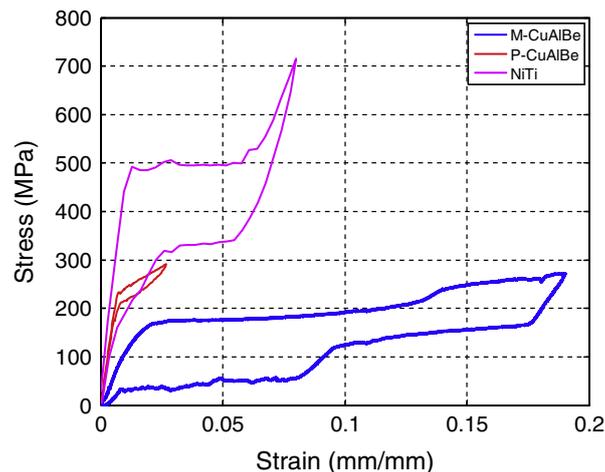


FIGURE 2.3 – Essai de traction réalisé sur un fil de NiTi, un autre en CuAlBe polycristallin et un dernier en CuAlBe monocristallin ; à température ambiante (20°C) et à vitesse de chargement quasi-statique (0.0001 /s), (d'après Qiu and Zhu (2014)).

C'est pourquoi il a été envisagé d'entreprendre une étude de conception via une campagne de simulations numériques pour déterminer la géométrie adéquate permettant de fabriquer un prototype de lime en CuAlBe monocristallin dont la tenue mécanique lors de la préparation canalaire est garantie. Cette étude de conception consiste à simuler un essai de flexion-torsion combinées pour chaque géométrie étudiée suivant la norme ISO 3630-1 ; la pointe de lime est encastree et la sollicitation de torsion-flexion combinées appliquée à l'extrémité de la tige. A l'issue d'une simulation numérique, l'état de contraintes dans la lime, la rigidité en flexion et celle en torsion sont mesurées. Cela permet alors la sélection d'un paramètre géométrique basée sur deux critères : (i) la limitation de l'état de contraintes, et (ii) un bon compromis entre résistance et flexibilité en flexion et en torsion.

Une fois le (ou les) jeu(x) de paramètres géométriques optimums identifié(s), des prototypes ont été réalisés par Coltene MicroMega[®]. Ces prototypes ont ensuite été testés expérimentalement sous sollicitations de pénétration-retrait et de flexion-torsion combinées et comparés à des instruments du commerce en NiTi. Enfin, des simulations numériques complémentaires de pénétration-retrait et de flexion-torsion ont permis d'examiner les grandeurs locales telles que la

fraction volumique de martensite afin d'expliquer la réponse mécanique globale des prototypes cuivreux.

2.2.2 Analyse numérique en flexion-torsion

Description géométrique et choix des paramètres géométriques

d'une manière générale, la géométrie d'une lime endodontique est décrite par les paramètres suivants (figure 2.4) :

- la longueur de tige L ,
- la longueur de lame active l ,
- le diamètre de tige D ,
- le diamètre de pointe d ,
- le pas p ,
- la forme de la section de coupe.

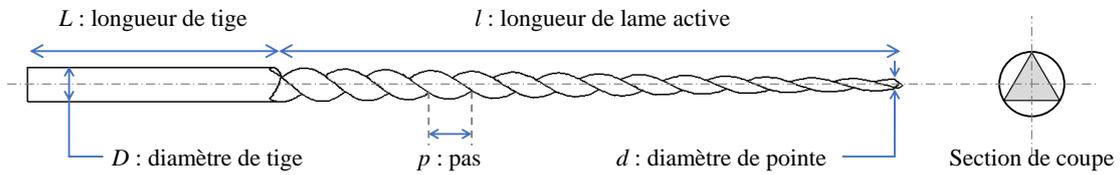


FIGURE 2.4 – Paramétrage géométrique d'une lime endodontique.

La conicité C (exprimée en %), déduite des paramètres précédents (équation 1) est également utilisée couramment dans les documentations constructeurs.

$$C[\%] = 100 \frac{D - d}{l} \quad (1)$$

Suivant des critères de standardisation ou clinique, certains de ces paramètres sont fixes, comme par exemple le diamètre de tige (0.8, 1 ou 1.2 mm) et la section de coupe choisie triangulaire donc de type broche (Kim et al. (2009)). Ainsi, les paramètres étudiés sont au final : le pas p , la conicité C , le diamètre de pointe d et la longueur de lame active l .

Comportement mécanique et paramètres matériaux

Les prototypes de limes endodontiques sont réalisés par meulage à partir de fils de CuAlBe monocristallin fourni par la société Nimesis[©]. Une étape importante consiste à identifier en amont les paramètres matériaux correspondant au modèle phénoménologique macroscopique des AMF développé par Chemisky (2009) et Duval (2009) et implémenté via une routine UMAT dans le code de calcul par éléments finis Abaqus[©]. Ce modèle est synthétisé dans l'annexe A de ce mémoire et détaillé dans l'article de Chemisky et al. (2011). J'invite donc le lecteur à consulter ces deux documents pour avoir les précisions nécessaires sur ce modèle utilisé ici.

Ainsi, des essais de traction sur le fil en CuAlBe monocristallin à température ambiante et dans des conditions quasi-statiques ont été réalisés en parallèle des simulations numériques correspondantes. Les 14 coefficients matériaux ont été déterminés pour le CuAlBe monocristallin et pour le NiTi polycristallin et sont indiqués dans le tableau 2.1. Les courbes de la figure 2.5 illustrent la bonne correspondance entre les essais de traction expérimentaux et les simulations numériques correspondantes.

Modèle numérique

Un modèle CAO de la lime est généré de manière paramétrique avec le logiciel Catia V5[©]. Cette méthode permet de générer aisément toutes les géométries de lime à étudier. Au total,

Paramètres	CuAlBe	NiTi	Paramètres	CuAlBe	NiTi
E	33 840 MPa	49 620 MPa	A_f	16 °C	-11.42 °C
ν	0.3	0.3	r_f	0.6	0.6
ε_{trac}^T	0.084	0.042	$F_{\varepsilon T}$	160 MPa	120 MPa
ε_{comp}^T	0.084	0.042	H_f	0.34 MPa	0.34 MPa
b_d	11.2 MPa/°C	5.75 MPa/°C	$H_{\varepsilon T}$	71.17 MPa	2 500 MPa
b_r	17.2 MPa/°C	3.5 MPa/°C	H_{twin}	42 375 MPa	40 000 MPa
M_s	0 °C	-36.39 °C	H_s	10 MPa	11 MPa

TABLE 2.1 – Paramètres matériaux identifiés pour le CuAlBe et le NiTi, utilisés pour le modèle phénoménologique de *Chemisky et al. (2011)*.

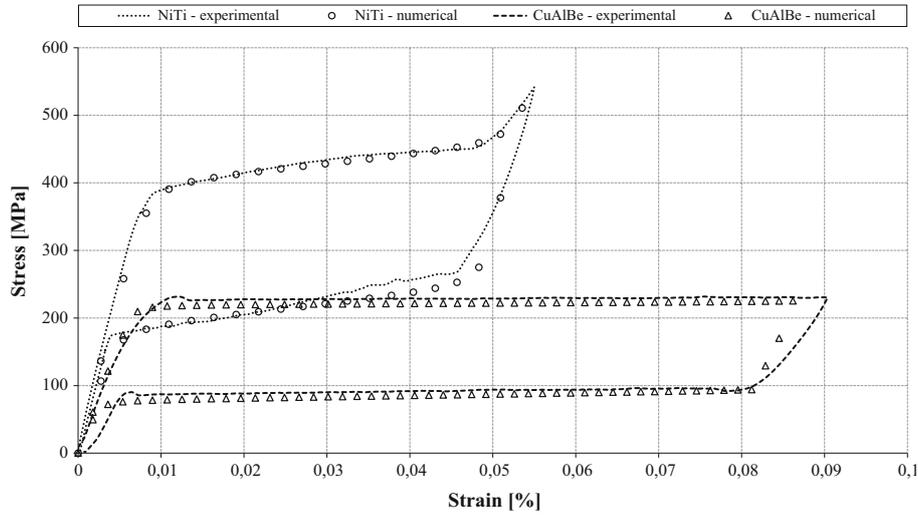


FIGURE 2.5 – Comparaison entre les courbes expérimentales et numériques des essais de traction après identification des paramètres matériaux pour le modèle phénoménologique de *Chemisky et al. (2011)* (d'après *Vincent et al. (2015b)*).

une quarantaine de géométries de limes a été réalisée, puis importée dans Abaqus[®].

La modélisation de l'essai de flexion-torsion respecte la norme ISO 3630-1. Ainsi, la lime est encastree au niveau de sa pointe sur une longueur de 3 mm. Les sollicitations de flexion et de torsion combinées sont appliquées de l'autre coté de la lime à l'extrémité de la tige et de manière cinématique. Ainsi, une rotation de 45° pour la flexion et 20° pour la torsion sont implémentées simultanément.

La discrétisation de la lime est réalisée avec l'élément solide C3D4 à interpolation linéaire directement disponible dans la bibliothèque d'Abaqus[®]. Il s'agit d'un élément solide tétraédrique à interpolation linéaire bien adapté pour la résolution des problèmes non-linéaires. Le maillage est réalisé en distinguant la zone de lime directement en sortie d'encastrement de pointe donc soumise à des gradients de contraintes élevés et le reste. Ainsi, cette zone est maillée avec trois fois plus d'éléments que le reste de la lime. Un test de convergence numérique a permis de déterminer le maillage global optimal, qui au bilan comprend en moyenne 10 200 éléments pour 8650 degrés de liberté.

La résolution du problème numérique de mécanique non-linéaire est faite en mettant en oeuvre un schéma d'intégration implicite via un cluster dédié au calcul scientifique. La figure 2.6 illustre la construction du modèle numérique mis en oeuvre.

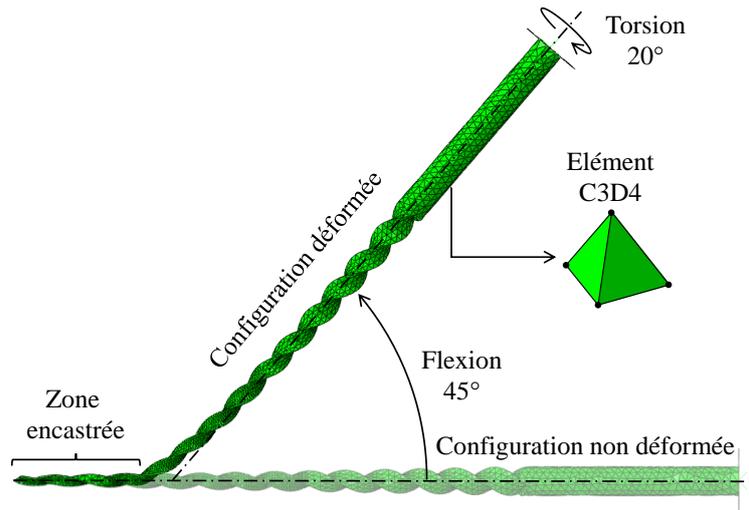


FIGURE 2.6 – Modélisation numérique de l'essai de flexion-torsion basé sur la norme ISO 3630.

Résultats

pour chaque géométrie de limes étudiées, trois grandeurs sont examinées : (i) la contrainte de von Mises maximale, (ii) la rigidité en flexion en fin de chargement et (iii) la rigidité en torsion en fin de chargement. Ces rigidités sont simplement définies comme étant le rapport entre le couple résultant mesuré (flexion ou torsion) et l'angle de chargement imposé (flexion ou torsion) en fin de chargement.

Ainsi, l'évolution de ces trois grandeurs en fonction des paramètres géométriques étudiés est donnée sur la figure 2.7.

Le pas (figure 2.7(a)) permet de contrôler la rigidité en torsion pour des valeurs inférieures à 1 mm et supérieures à 1.4 mm. De même, la stabilité de la rigidité en torsion est assurée pour des valeurs du pas inférieures à 1.25 mm. On note également une croissance importante de l'état de contraintes pour des valeurs du pas supérieures à 1.4 mm. Compte tenu de ces analyses, une valeur de pas de 1 mm a été retenue, ce qui correspond au standard des instruments endodontiques actuellement commercialisés.

Les rigidités en flexion et en torsion augmentent linéairement avec la conicité (figure 2.7(b)). Au-delà d'une conicité de 3.75% voire 4% l'état de contraintes est trop important. Afin de garantir une rigidité minimale en flexion et en torsion, deux valeurs de conicité peuvent être retenues : 3.75% et 4%.

Des valeurs du diamètre de pointe strictement supérieures à 0.3 mm entraînent un état de contrainte trop important ainsi que des rigidités en flexion et en torsion excessives ((figure 2.7(c)). On retiendra donc deux valeurs pour le diamètre de pointe compte tenu également des standards de fabrication : 0.2 mm et 0.3 mm.

Les rigidités en flexion et en torsion n'atteignent jamais des valeurs trop élevées quelque soit la longueur de la lame active (figure 2.7(d)). Celles-ci sont toutefois décroissantes avec l'augmentation de la longueur de lame active. Etant donné encore une fois les standards de fabrication, des valeurs de longueur de lame active égales à 14.6 mm, 13.33 mm et 13.75 mm sont considérées comme acceptables.

Au terme de cette analyse, après avoir testé l'ensemble des paramètres géométriques, trois géométries optimales ont été retenues en lien avec les résultats obtenus et les contraintes cliniques liées à un traitement endodontique. Ces trois géométries sont décrites dans le tableau de la figure 2.2. A l'issue, ces trois instruments ont été testés numériquement toujours dans le cadre de l'essai de flexion-torsion combinée en utilisant les paramètres matériaux du CuAlBe monocristallin et ceux du NiTi polycristallin (soit six instruments au total). Ces tests permettent de comparer les comportements mécaniques des deux matériaux pour une même géométrie.

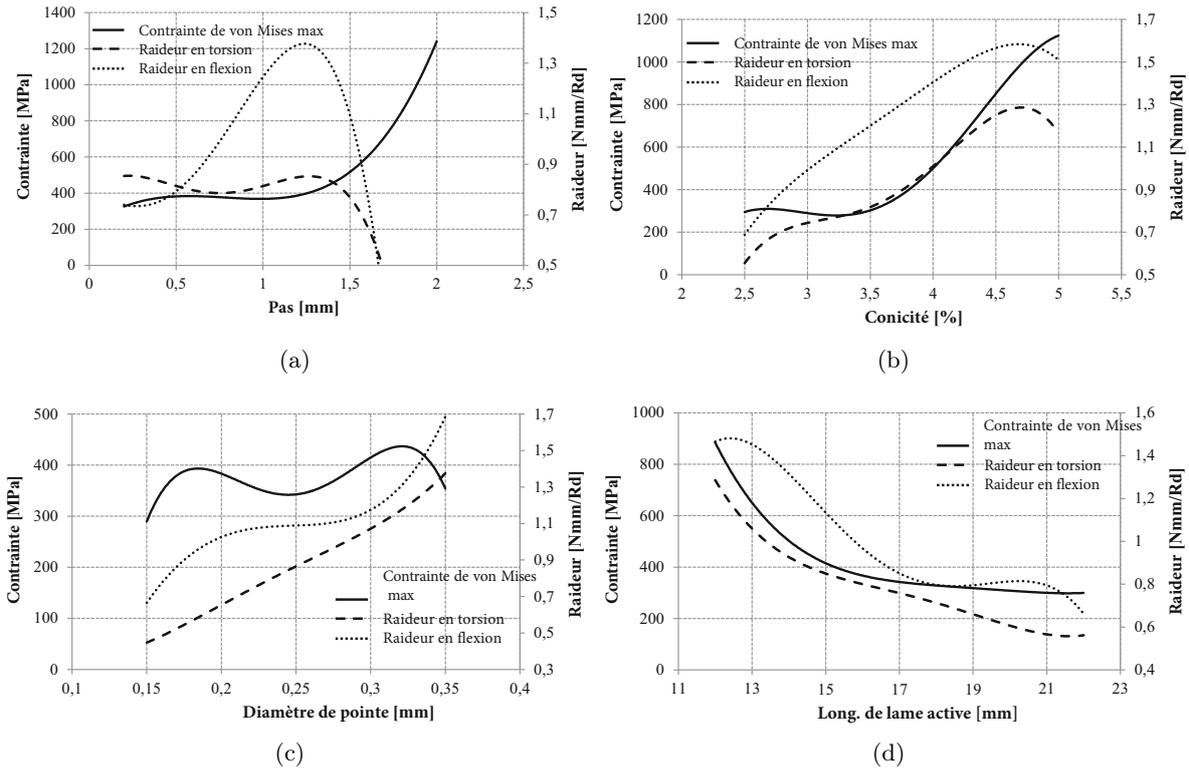


FIGURE 2.7 – Évolution de la contrainte de von Mises maximale, de la rigidité en torsion et de la rigidité en flexion des prototypes de limes en CuAlBe, en fonction des paramètres étudiés : le pas (a), la conicité (b), le diamètre de pointe (c) et la longueur de lame active (d) (d’après Vincent et al. (2015b)).

Instrument	d [mm]	C [%]	l [mm]	p [mm]	L [mm]	D [mm]
Lime 1	0.25	3.75	14.6	1	6	0.8
Lime 2	0.3	3.75	13.33			
Lime 3	0.25	4	13.75			

Instrument	Rigidité en flexion [Nmm/rad]		Rigidité en torsion [Nmm/rad]		Contraite maximale [MPa]	
	CuAlBe	NiTi	CuAlBe	NiTi	CuAlBe	NiTi
Lime 1	3.14	6.46	1.94	3.68	433	617
Lime 2	5.35	9.96	2.78	5.86	588	774
Lime 3	3.66	7.44	2.04	4.29	725	767

TABLE 2.2 – Paramètres géométriques optimaux en flexion-torsion des limes endodontiques en CuAlBe monocristallin et leurs propriétés mécaniques associées (d’après Vincent (2017)).

D’après le tableau 2.2, les instruments en CuAlBe monocristallin sont moins rigides que leurs homologues en NiTi polycristallin, que ce soit en flexion ou en torsion. Ce résultat est en accord avec la flexibilité plus importante observée dans les AMF à base cuivre. De plus, on note un état de contrainte plus faible pour les instruments en CuAlBe comparés à ceux en NiTi, à relativiser par rapport à la résistance plus faible en torsion du CuAlBe. Ces deux résultats sont en accord avec la problématique initiale, à savoir concevoir une série d’instruments encore plus flexibles que ceux en NiTi tout en garantissant leur résistance mécanique.

Si l’on se focalise maintenant sur les trois instruments en CuAlBe, on constate que le premier est

le plus flexible en flexion et en torsion et que le deuxième présente les rigidités les plus élevées. Finalement, c'est l'instrument n°2 qui présente un compromis tant au niveau des rigidités qu'au niveau des contraintes maximales mesurées de l'ordre de 588 MPa. A ce niveau de contraintes, la transformation de phase est complète.

L'examen des courbes de la figure 2.8 montre que la lime n°1 est la plus appropriée pour travailler à des contraintes élevées. L'instrument n°2 est celui qui offre les moments résultants mais aussi les rigidités les plus élevées. L'instrument n°3 est très proche de l'instrument n°1 en terme de rigidité mais est moins tolérant aux contraintes élevées.

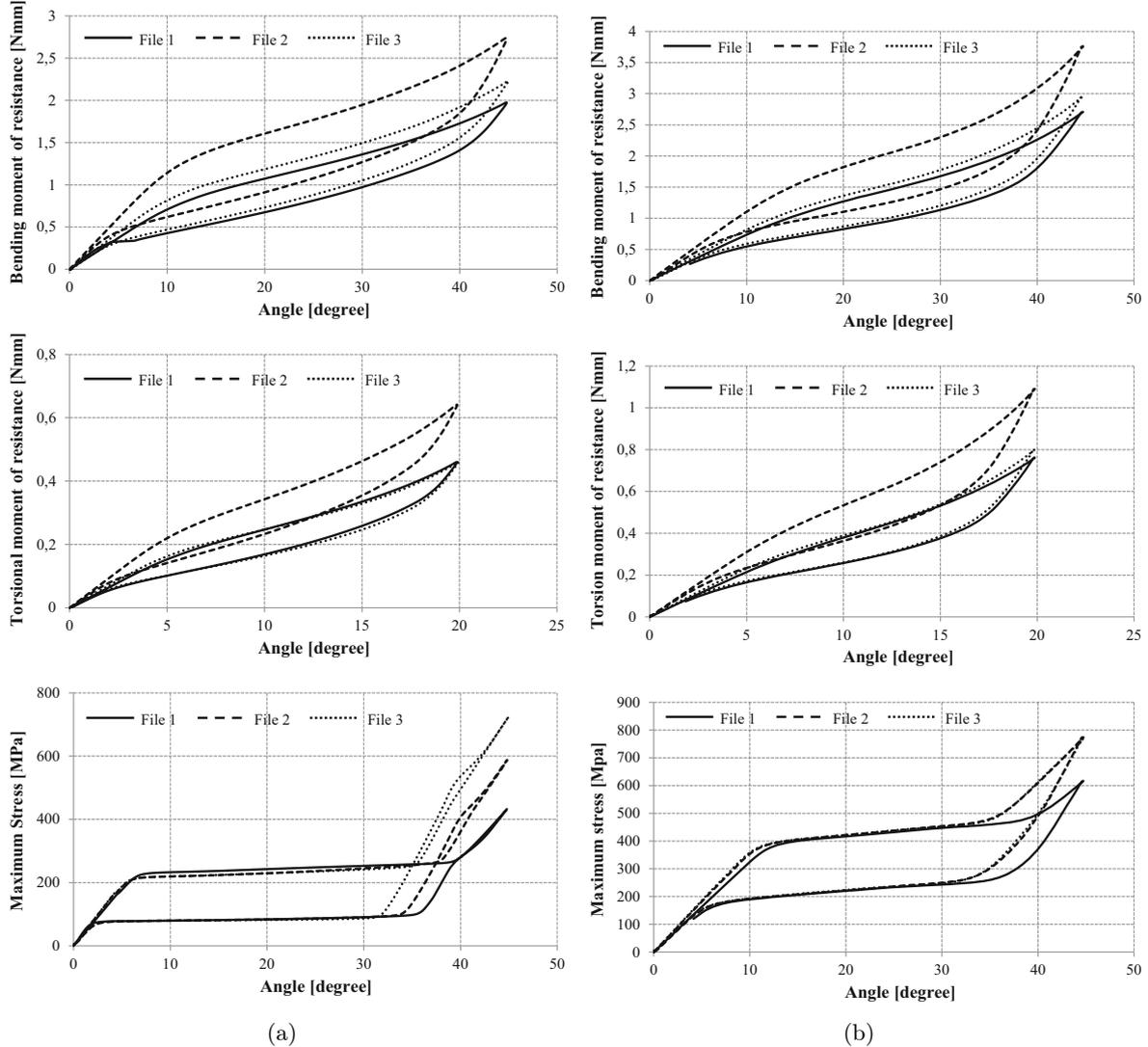


FIGURE 2.8 – Évolution du moment de flexion, du moment de torsion et de la contrainte maximale équivalente de von Mises dans les limes en CuAlBe (a) et en NiTi (b) (d'après Vincent et al. (2015b)).

2.2.3 Discussion

A la vue de ces résultats, l'influence des paramètres géométriques sur le comportement mécaniques des prototypes en CuAlBe monocristallin est démontrée. Il apparait que les paramètres géométriques identifiés pour un comportement mécanique optimisé sont relativement proches de ceux utilisés de manière standard pour les instruments en NiTi polycristallin. On peut donc affirmer que malgré le changement de matériau, les paramètres géométriques doivent globalement rester similaires pour garantir les performances mécaniques de la lime. De manière plus détaillée, c'est l'instrument n°2 qui offre le meilleur compromis rigidité/contraintes admissibles,

que ce soit en flexion ou en torsion.

En résumé, les instruments endodontiques à base cuivre possèdent un potentiel évident pour répondre aux besoins d'un traitement endodontique efficace tout en optimisant celui-ci par : (i) une flexibilité meilleure que les instruments en NiTi donc adaptés aux courbures des canaux les plus prononcées et (ii) une activité microbienne permettant de réduire la durée du traitement canalaire. Néanmoins, ces résultats actuels sont issus d'une étude numérique donc prédictive. Pour confirmer ces hypothèses, il convient donc de tester *in vitro* des prototypes réalisés à partir des géométries optimales identifiées. En ce sens, et pour se rapprocher le plus possible d'une situation clinique, des essais expérimentaux de pénétration-retrait ont été réalisés suivant un protocole clinique stricte. En complément, il s'avère important d'étudier les limites de la résistance en torsion de ces prototypes en CuAlBe. C'est pourquoi des tests expérimentaux de torsion pures sont nécessaires. Sachant qu'en situation de travail la lime travaille en torsion et en flexion, des tests expérimentaux de flexion-torsion combinées sont réalisées, ce qui constitue une originalité. Ainsi, un travail important a été mené pour concevoir et fabriquer une machine de flexion-torsion combinées permettant de caractériser le comportement mécanique des instruments sous ces sollicitations simples et étudier leur influence mutuelle. Ces études expérimentales viennent donc compléter les travaux numériques et sont présentées dans la suite de ce chapitre.

2.3 Tests *in vitro*, validation expérimentale et numérique

2.3.1 Stratégie

Les simulations numériques présentées dans la section précédente ont validé le potentiel du CuAlBe monocristallin en tant que matériau pour réaliser des limes endodontiques de nouvelles générations. Toutefois, pour valider ces résultats prédictifs il est nécessaire de réaliser des tests expérimentaux, représentatifs des situations cliniques expérimentées par le praticien. Les résultats de ces tests sont également comparés à ceux menés sur des instruments du commerce en NiTi polycristallin pour justement situer les performances mécaniques des instruments en CuAlBe par rapport à leurs homologues en NiTi.

Ainsi, deux campagnes expérimentales sont envisagées : une première (i) concerne des essais de pénétration-retrait sur des blocs en polymère modélisant un canal dentaire artificiel et a été menée dans le cadre de la thèse de Marin VINCENT (Vincent (2017)). La seconde campagne expérimentale (ii) menée dans le cadre de la thèse de Paul XOLIN (Xolin (2020)) est dédiée à des essais de flexion-torsion combinées. Cette seconde campagne implique notamment un travail important de conception et réalisation d'une machine d'essais spéciale de flexion-torsion justement dédiée à la caractérisation mécanique des limes endodontiques.

A l'issue de ces deux campagnes expérimentales, des simulations numériques correspondants aux essais expérimentaux ont été menées afin de comprendre plus précisément les phénomènes locaux mis en jeu comme la répartition austénite-martensite dans les zones contraintes de la lime.

Pour mener à bien ces deux campagnes, les prototypes d'instruments en CuAlBe ont été réalisés avec une section de coupe triangulaire de type broche et les jeux de paramètres optimums identifiés lors de l'étude numérique. Par convention, les limes sont identifiées par leur couple diamètre en pointe (exprimé en 100^e de mm) - conicité (exprimée en %). Ainsi, une lime endodontique dénommée '25-04' correspond à un diamètre de pointe de 0.25 mm et une conicité de 4%. Les instruments réalisés sont les suivants :

- Prototypes 25-0375 correspondant à l'instrument n°1 de l'étude numérique,
- Prototypes 30-0375 correspondant à l'instrument n°2 de l'étude numérique,
- Prototypes 25-04 ,
- Prototypes 30-04 .

Ces deux derniers prototypes, bien que non identifiés numériquement, répondent aux exigences chimio-mécaniques d'une séquence de préparation canalaire impliquant plusieurs instru-

ments et permettent de réaliser une comparaison avec des instruments en NiTi [25-04] géométriquement équivalents donc et provenant de trois fournisseurs différents.

2.3.2 Analyse expérimentale en pénétration-retrait

Pilote expérimental

Comme le montre la figure 2.9, le mouvement de pénétration-retrait est assuré par une machine de traction d'une capacité maximale de 2.5 kN équipée d'une cellule de force d'une capacité de 50 N. La lime à tester est montée sur un contre-angle paramétré en rotation continue à la vitesse de $350 \text{ tr}\cdot\text{min}^{-1}$ lui-même fixé sur la traverse mobile de la machine. Le bloc en résine est installé sur la traverse fixe via une table de réglage en position dans les directions du plan perpendiculaire à l'axe principal de la machine. Ce bloc de résine présente une longueur canalaire de 16 mm avec un rayon de courbure de 4.5 mm dans la zone apicale (figure 2.9(b)).

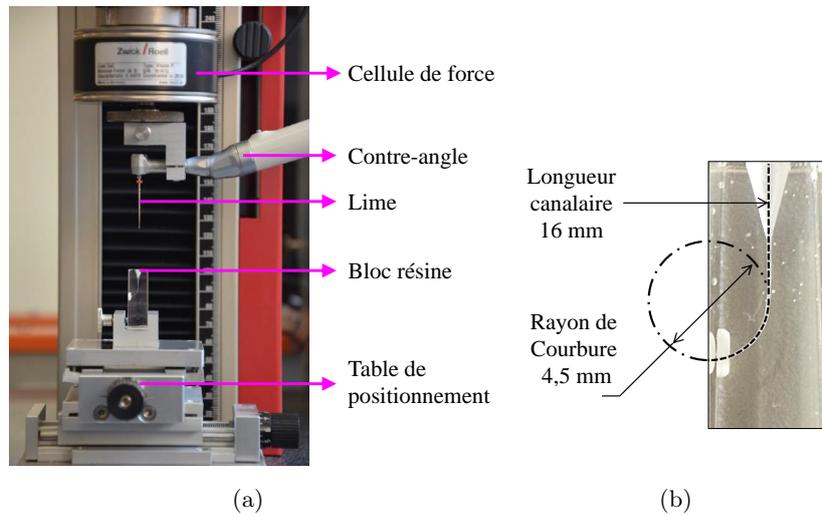


FIGURE 2.9 – Montage expérimental de l'essai en pénétration-retrait (a) et géométrie des blocs résine (b) (d'après Vincent (2017)).

Protocole clinique

Le protocole clinique consiste à réaliser 25 cycles successifs de pénétration-retrait incrémentaux permettant de parcourir toute la longueur canalaire du bloc. Ces 25 cycles sont répartis en 9 groupes terminés par un retrait complet de la lime pendant cinq secondes, où l'irrigation canalaire manuelle réalisée par l'opérateur afin d'éliminer les débris. Ces 9 groupes sont eux-mêmes répartis en 3 phases correspondantes au travail de la section canalaire associée : (i) pénétration canalaire avant courbure [8-12 mm], (ii) pénétration canalaire dans la partie coronaire de la courbure [12-14 mm], (iii) pénétration canalaire dans la partie apicale de la courbure [14-16 mm].

Matériau	Fournisseur	Groupe 1.a	Groupe 1.b	Groupe 1.c
CuAlBe	Prototype	25-04	25-04	30-04
	MicroMega [©]	25-0375	25-0375	30-0375
NiTi	NiTi 1	25-04	25-04	30-04
	NiTi 2	25-04	25-04	30-04
	NiTi 3	25-04	25-04	30-04

TABLE 2.3 – Couples 'bloc de résine pré-préparé' vs 'lime endodontique'.

Le protocole prévoit également 3 pré-préparations canalaires des blocs pour refléter plus fidèlement le traitement en conditions réelles. Ainsi, le protocole de 25 cycles sera testé sur : un premier ensemble de blocs pré-préparé par un instrument d'ébauche en 15-06 (diamètre de pointe 0.15 mm, conicité 6%) (groupe 1.a), un deuxième ensemble pré-préparé par un instrument d'ébauche en 20-04 (groupe 1.b) et enfin un troisième groupe pré-préparé par un instrument d'ébauche en 25-04 (groupe 1.c). Chaque essai correspond donc à un couple 'bloc de résine pré-préparé' vs 'lime endodontique'. Le tableau 2.3 synthétise l'ensemble des 15 couples. Un test complet du protocole clinique dure environ quatre minutes et, est réalisé cinq fois impliquant cinq limes neuves et identiques à chaque fois. Au bilan, 75 tests ont alimenté cette campagne expérimentale.

Au cours d'un essai, trois grandeurs sont mesurées : la force axiale, le déplacement de la lime via la traverse mobile et le temps d'essai. Notons qu'une force axiale mesurée positive correspond à une sollicitation de pénétration et une force axiale négative correspond à une sollicitation de retrait.

Résultats

La courbe de la figure 2.10 représente l'évolution de la force axiale de la lime sur un bloc résine pré-préparé en 15-06 en fonction de la durée de l'essai au cours du test complet correspondant au protocole clinique, pour la lime CuAlBe 25-04. Sur cette courbe qui ressemble assez à un électrocardiogramme, on distingue les neuf groupes où pour chacun d'entre eux on mesure avec une valeur maximale d'effort axial de pénétration (flèches rouges ↗) et une valeur maximale d'effort axial de retrait (flèches vertes ↘). Les groupes 1 à 3 correspondent à la pénétration canalair avant courbure : il n'y a donc pas (ou quasiment pas) de contact entre la lime et le bloc résine et les résultats mesurés pour ces trois groupes ne représentent pas d'intérêt particulier et ne sont pas exploités. Les groupes 4 et 5 correspondent à la pénétration canalair dans la partie coronaire de la courbure : il y a donc contact entre la lime et le bloc résine. Enfin, les groupes 6 à 9 correspondent à la pénétration canalair dans la partie apicale de la courbure : le contact et la courbure de l'instrument sont plus importants et donc les pics d'effort également. Chaque groupe est ponctué d'une temporisation de cinq secondes permettant à l'opérateur d'effectuer l'irrigation canalair via une micro-seringue. Les pics identifiés par une flèches noires (↗) correspondent au contact entre la micro seringue et le bloc résine et ne seront donc pas considérés ici.

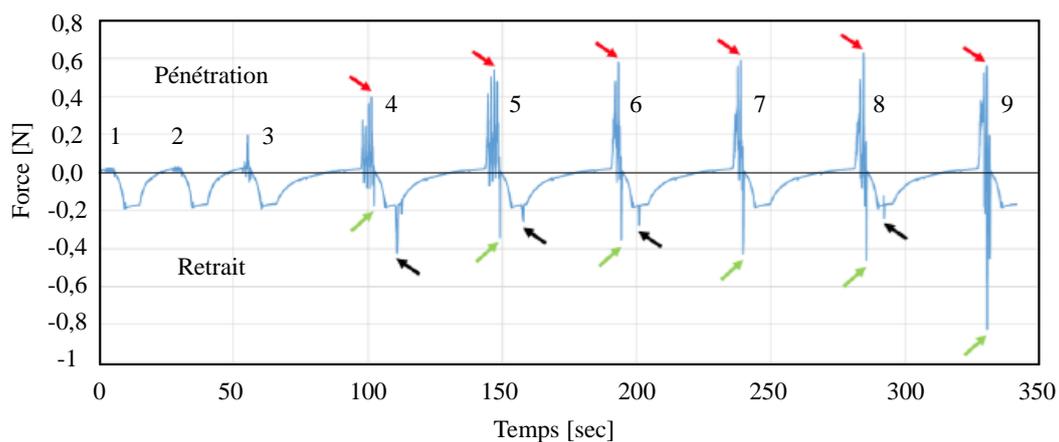


FIGURE 2.10 – Force de pénétration-retrait d'une lime en CuAlBe 25-04 au cours d'un test complet des 25 cycles du protocole clinique sur un bloc résine pré-préparé en 15-06 (d'après Vincent et al. (2015b)).

Les moyennes et les écarts-types des efforts maximums (pénétration et retrait) sont calculés pour chaque groupe de cycles de 4 à 9 et pour l'ensemble des tests effectués. Ces résultats statistiques sont alors illustrés sur les histogrammes des figures 2.11 et 2.12 en fonction du déplacement de la lime dans le bloc résine (pénétration).

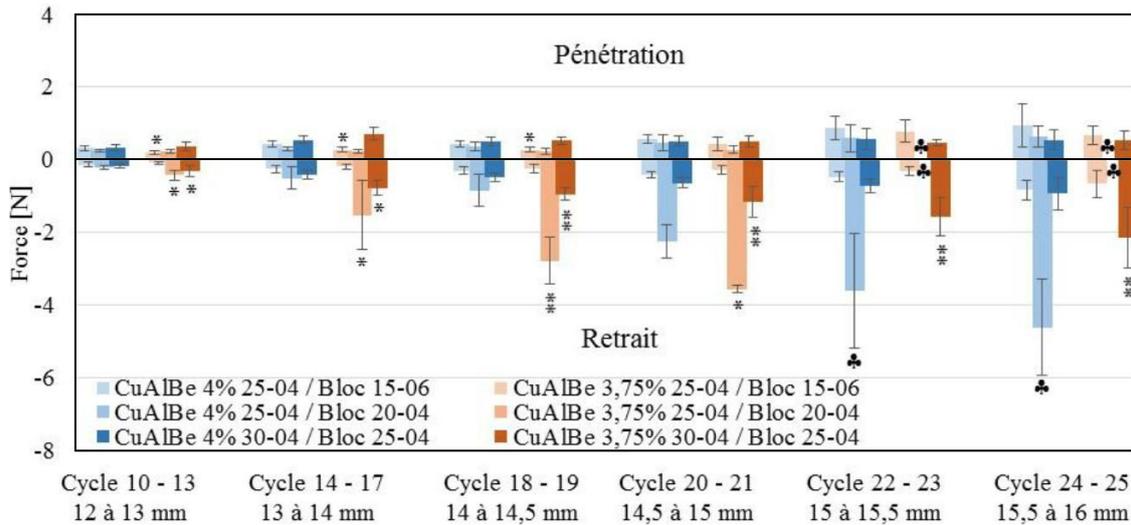


FIGURE 2.11 – Réponse des prototypes CuAlBe de type broche en 3.75% et 4% (d'après Vincent et al. (2015b)).

L'histogramme représenté sur la figure 2.11 permet de comparer les performances mécaniques des limes fabriquées en CuAlBe entre elles. Pour un diamètre de pointe donné, les limes avec une conicité de 3.75% présentent un comportement en pénétration équivalent à leurs homologues ayant une conicité de 4%. Ainsi, la conicité a une influence modérée sur le comportement en pénétration. De même, l'effort de pénétration pour une lime donnée reste constant au cours du test global et de l'ordre de 0.5-1 N.

En retrait, les résultats sont différents. Pour un instrument donné, on observe une augmentation de l'effort de retrait lors de la progression du test nettement plus importante, conduisant même à des ruptures instrumentales (symbole ♣) dans la zone apicale (au delà du cycle 22). Il est donc plus difficile d'apporter des conclusions au delà du cycle 22 en retrait.

En revanche, les limes ayant une conicité de 3.75% présentent des efforts en retrait plus importants que celles ayant une conicité à 4%. Sur cette base comparative, les instruments ayant une conicité de 4% présentent donc une meilleure garantie biomécanique et une meilleure souplesse d'utilisation que ceux à 3.75% de conicité.

Comparées aux instruments en NiTi, les prototypes en CuAlBe offrent globalement un meilleur comportement en pénétration avec un effort axial plus faible et ce, quelque soit les conditions de pré-préparation. Cet écart est d'ailleurs nettement important lors du travail dans la zone la plus apicale, là où les contraintes sont les plus élevées. Il est à noter que le lime 'NiTi 2' a beaucoup souffert lors des cycles et a montré un phénomène de dés spiralisation important. C'est clairement le moins bon instrument parmi ceux testés. En retrait, les limes en CuAlBe présentent un comportement quasiment identique mais pas meilleur que les limes 'NiTi 1' et 'NiTi 2'. En revanche, elles offrent de bien meilleures performances que les limes 'NiTi 3' qui voient les efforts axiaux exploser dès que l'on s'approche de la zone apicale, c'est à dire à partir du cycle 20.

L'analyse des données brutes en pénétration-retrait à partir de la zone apicale met en évidence un « effet de vissage », interaction mécanique de type liaison hélicoïdale entre la lime et le bloc résine. Cet effet de vissage explique en partie les fortes augmentations de l'effort axial que ce soit en pénétration ou en retrait observées sur les instruments. Au bilan et à la vue de l'ensemble de ces premiers tests expérimentaux, les prototypes en CuAlBe semblent offrir de meilleures performances mécaniques lors de la phase de travail et valide donc le choix du CuAlBe en tant que matériau pour la réalisation de limes endodontiques.

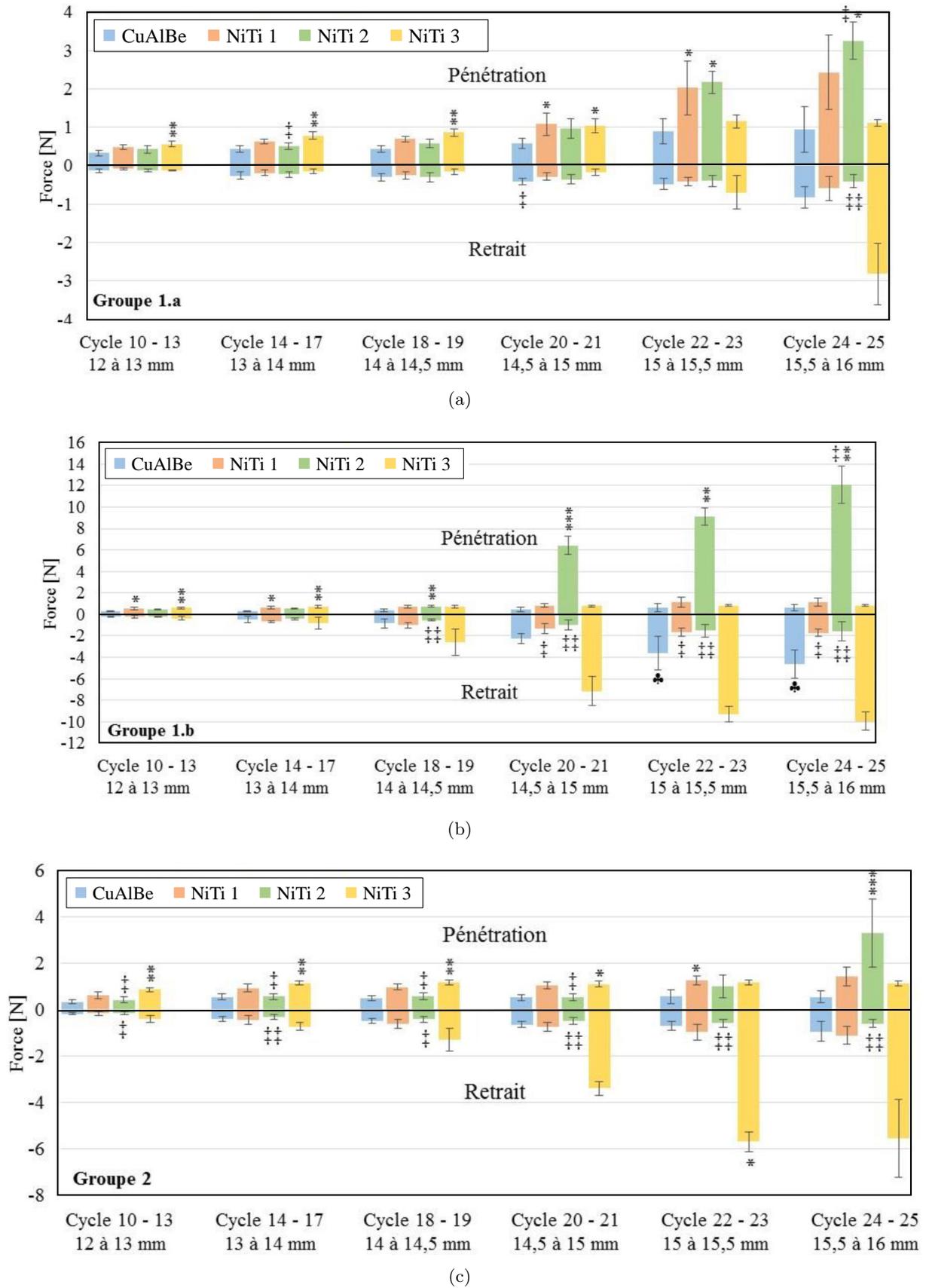


FIGURE 2.12 – Réponse mécanique des prototypes de limes CuAlBe avec une conicité de 4% et des limes NiTi : groupe 1.a (a), groupe 1.b (b) et groupe 1.c (c) (d'après Vincent et al. (2015b)).

2.3.3 Analyse numérique en pénétration-retrait

Géométrie et CAO

Le modèle CAO de limes étudiées ici est le même que celui utilisé lors de la recherche des paramètres géométriques optimaux pour concevoir les instruments en CuAlBe. Deux géométries sont ainsi étudiées : celles en 25-04 (diamètre de pointe : 0.25 mm & conicité : 4%) et celles en 30-04 (diamètre de pointe : 0.30 mm & conicité : 4%).

Le canal (ou bloc) est modélisé (CAO) via une géométrie de type surfacique, présentant une courbure de 70° , soit un rayon de courbure de 4.5 mm. Deux géométries de canaux sont réalisées : celles en 15-06 et 20-04 (associées aux limes en 25-04) et celles en 25-04 (associées aux limes en 30-04), correspondant aux groupes des tests expérimentaux précédents.

Comportement mécanique et paramètres matériaux

Comme pour les précédentes simulations numériques réalisées, le comportement mécanique du matériau utilisé pour la lime est celui du CuAlBe superélastique décrit par le modèle de [Chemisky et al. \(2011\)](#) avec les paramètres matériaux identifiés dans le tableau 2.1. Le canal est considéré comme un solide indéformable et donc infiniment rigide et résistant.

Conditions aux limites

La pénétration de l'instrument endodontique est réalisée jusqu'à son blocage dans le canal, soit 14 mm pour le couple lime 25-04 & bloc 15-06 et 13.5 mm pour les couples limes 25-04 & bloc 20-04 et limes 30-04 & bloc 25-04. Ensuite, on procède à la phase de retrait pour revenir à la position initiale de l'instrument. L'expérience montre toutefois que dans tous les cas, il n'y a aucun contact entre la lime et le canal jusqu'à un déplacement de 10 mm. Il n'est donc pas nécessaire de réaliser la simulation numérique pour un déplacement de lime compris entre 0 et 10 mm. La position initiale correspond donc finalement à celle où la lime touche quasiment le bloc, soit pratiquement 10 mm à l'intérieur du canal. La condition aux limites de déplacement réellement prise en compte est donc finalement celle qui se décompose en ces deux phases :

- étape 1 : déplacement en pénétration de 4 mm (3.5 mm) appliqué sur la tige de lime pour le couple lime 25-04 & bloc 15-06 (limes 25-04 & bloc 20-04 et limes 30-04 & bloc 25-04) couplé avec une rotation de la lime équivalente à un tour,
- étape 2 : déplacement en retrait pour un retour à la position initiale couplé avec une rotation de la lime équivalente à un tour en sens inverse.

Pour terminer, une condition d'encastrement est imposée au canal au cours de la simulation.

modèle numérique

Les instruments sont maillés avec en moyenne 10 000 éléments de type C3D4 tétraédriques à interpolation linéaire. Les canaux sont maillés avec en moyenne 1 300 éléments infiniment rigides R3D4 à interpolation linéaire. le maillage global a fait l'objet d'une étude d'optimisation afin de garantir la pertinence des résultats numériques.

Le contact entre la lime et le canal est géré par une méthode de pénalisation de type « hard contact » avec un coefficient de frottement de 0.2. Cette modélisation du contact est une première approximation mais ne prend pas en compte le phénomène de grattage entre la lime et le canal.

La résolution du problème de mécanique fortement non linéaire est faite via l'utilisation d'un schéma d'intégration implicite de type Newton-Raphson et les calculs sont réalisés sur un cluster dédié.

L'ensemble des différentes étapes du paramétrage de la simulation numérique de pénétration-retrait est représenté sur la figure 2.13.

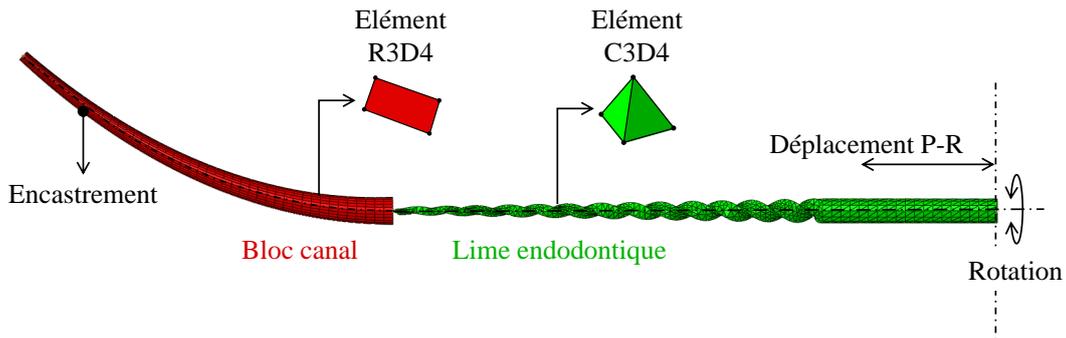


FIGURE 2.13 – Modélisation numérique de l'essai de pénétration-retrait de l'instrument endodontique dans un bloc canal.

Résultats

Les simulations numériques permettent d'identifier l'évolution de la force axiale de pénétration-retrait en fonction de la longueur de pénétration et de la comparer avec l'essai expérimental. Elle permettent également d'avoir accès à des grandeurs locales telles que la fraction volumique de martensite et la contrainte de von Mises afin d'expliquer les phénomènes physiques révélés expérimentalement.

Le graphique de la figure 2.14 représente l'évolution de la force axiale de pénétration-retrait en fonction de la longueur de pénétration, et ce pour chaque couple instrument-bloc étudié expérimentalement et numériquement. Globalement, une bonne correspondance entre les résultats numériques et expérimentaux est observée pour chaque couple et les tendances sont respectées, la différence entre les essais numériques et expérimentaux provient principalement du contact entre l'instrument et le bloc. En situation réelle, on observe très clairement un phénomène de grattage entre la lime et le canal qui s'apparente à de l'abrasion qui n'est pas pris en compte dans les simulations numériques. Une autre explication pourrait être la vitesse de rotation de la lime. Si d'un point de vue expérimental elle est de $350 \text{ tr} \cdot \text{min}^{-1}$, un seul tour est modélisé numériquement. Toutefois, à la vue de ce premier résultat, nous pouvons affirmer que le modèle numérique proposé reflète dans l'ensemble la réalité de l'essai et que l'étude des grandeurs locales est pertinente pour ses résultats.

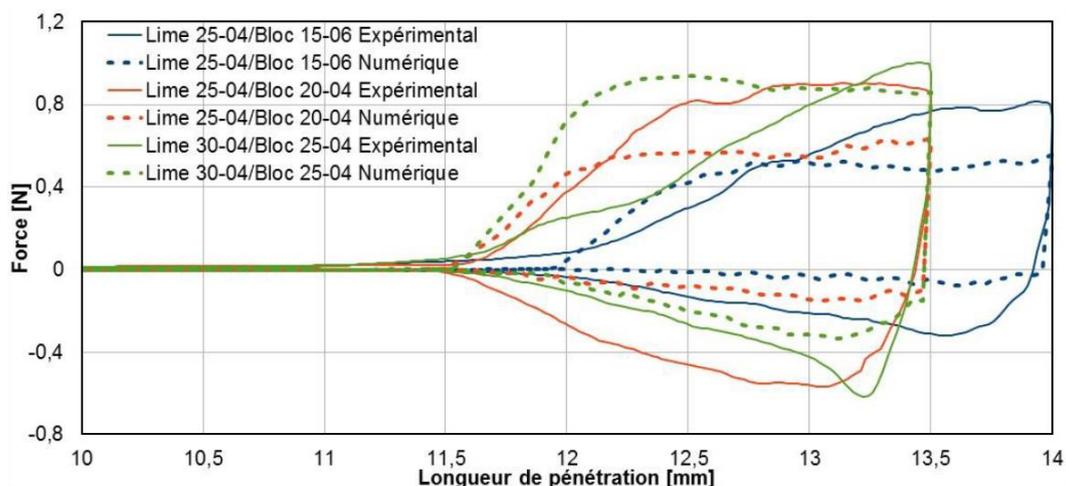


FIGURE 2.14 – Evolution de la force de pénétration-retrait en fonction du déplacement de la lime pour les différents couples instruments-blocs (d'après Vincent (2017)).

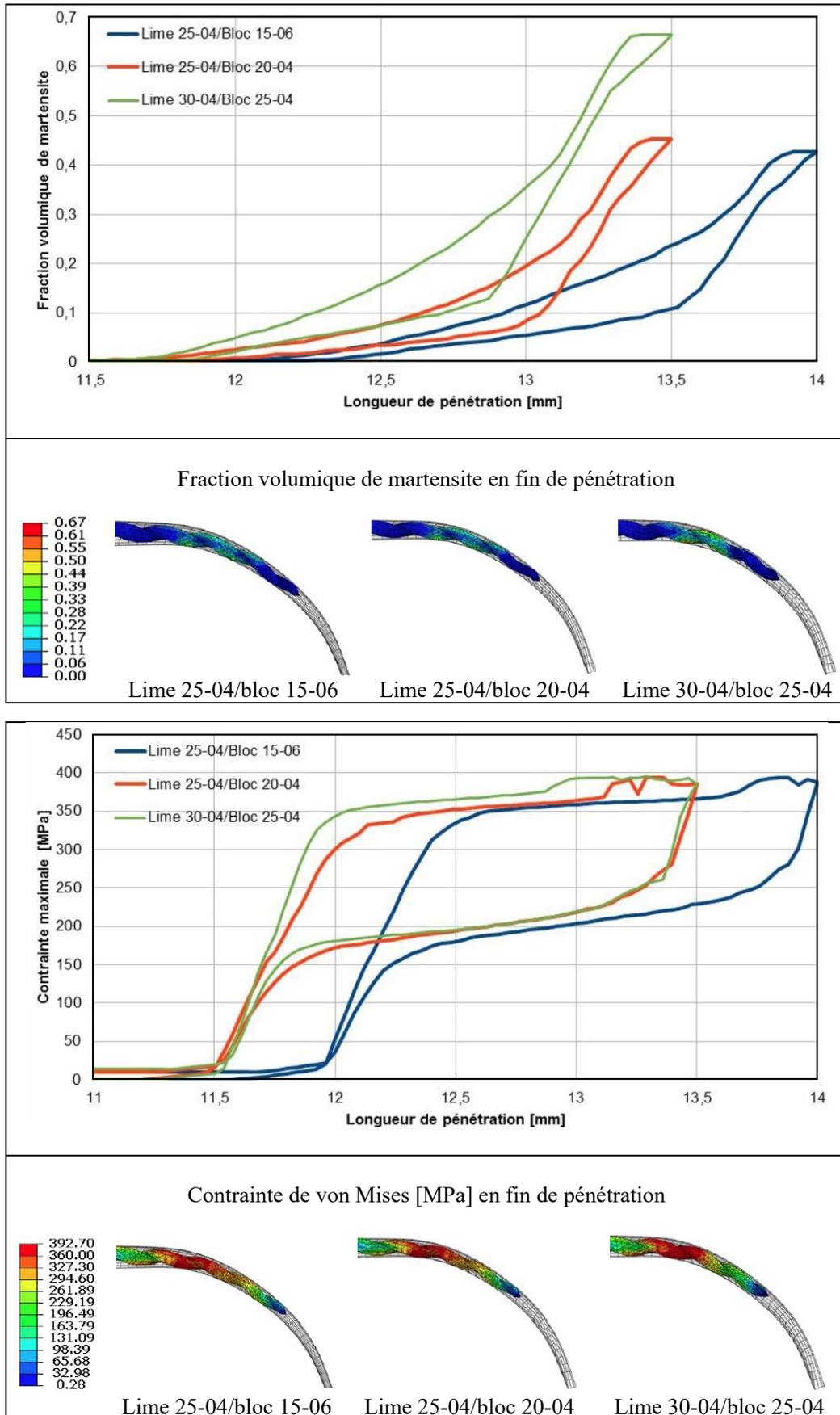


FIGURE 2.15 – Evolution de la fraction volumique de martensite et de la contrainte de von Mises en fonction du déplacement de la lime pour les différents couples instruments-blocs (d'après Vincent (2017)).

La figure 2.15 représente pour trois couples limes-blocs (25-04 & 15-06 ; 25-04 & 20-04 ; 30-04 & 25-04) l'évolution de la fraction volumique de martensite et de la contrainte de von Mises en fonction de la longueur de pénétration, ainsi que leur répartition au niveau de la zone la plus courbée de la lime en fin de pénétration.

Quelque soit le couple lime-bloc étudié, on remarque que la transformation martensitique est incomplète en fin de pénétration et qu'elle ne dépasse pas 70%. Elle est même inférieure à 50 % pour les couples limes-blocs 25-04 & 20-04 et 30-04 & 25-04. Pour les trois couples, l'état de contrainte reste constant au-delà de 12.5 % de pénétration et ne dépasse pas 350 MPa. L'examen des isovaleurs montre que la transformation martensitique est localisée principalement au niveau des zones les plus courbées. Cette zone se comporte donc comme une rotule plastique où la rigidité apparente du matériau est particulièrement réduite et c'est précisément l'effet recherché en utilisant la superélasticité du CuAlBe monocristallin. Le fait de ne jamais atteindre la transformation complète de l'austénite en martensite est un gage de sécurité pour la tenue mécanique de l'instrument au cours de son utilisation.

Toutefois, il faut garder à l'esprit que la géométrie du canal modélisé ici est calqué sur ceux utilisés lors des investigations expérimentales. Cette géométrie reste extrêmement simplifiée en comparaison avec la réalité clinique où des canaux avec double ou triple courbures dans les trois plans de l'espace et une sortie apicale à angle droit peut se présenter. La transformation martensitique partielle observée ici dans ce cas simple montre que l'on possède une certaine marge pour envisager une utilisation dans des conditions sévères.

Les résultats numériques obtenus en pénétration retrait sont en accord avec les résultats expérimentaux. Cependant, la modélisation du canal et du contact lime-canal reste très simplifiée et assez éloignée de la réalité. Ainsi, il sera judicieux d'enrichir ces simulations en proposant une modélisation plus réaliste du contact entre la lime et le canal tout d'abord en considérant le canal déformable mais aussi en prenant en compte le phénomène de grattage et d'arrachement de matière local. Une autre voie pour enrichir ces modèles numériques est de prendre en compte des canaux à la géométrie plus complexe permettant ainsi de prédire la réponse de ces instruments dans des conditions d'utilisation clinique plus sévères.

2.3.4 Analyse expérimentale en flexion-torsion

Il existe un certain nombre de travaux visant à caractériser expérimentalement la réponse en flexion des instruments endodontiques. Nous pouvons citer entre autres ceux de [Chevalier et al. \(2018\)](#) et [Fortini et al. \(2018\)](#). De même, [Bahia et al. \(2006\)](#), [Kaval et al. \(2016\)](#) et [La Rosa et al. \(2016\)](#) ont développé des pilotes expérimentaux pour caractériser expérimentalement la réponse en torsion des instruments endodontiques. Toutefois, il n'existe pas à notre connaissance de caractérisation combinée flexion-torsion. C'est dans ce contexte que la thèse de Paul XOLIN ([Xolin \(2020\)](#)) a démarré en 2017 avec comme premier objectif la conception et la réalisation d'une machine d'essais spéciale de flexion et torsion combinée, puis la caractérisation mécanique expérimentale et numérique en flexion-torsion des prototypes en CuAlBe et des instruments en NiTi.

Pilote expérimental

Les photographies représentées sur la figure 2.16 représentent la machine de flexion-torsion réalisée dans le cadre de la thèse de [Xolin \(2020\)](#). La partie opérative conçue et fabriquée en interne à Polytech Nancy est composée d'un axe de flexion et d'un axe de torsion. Chaque axe est muni d'un motoréducteur à courant continu permettant d'imposer en rotation la sollicitation de flexion (torsion) et d'un capteur à pont de jauges permettant de mesurer le couple de flexion (1) (torsion (2)) résultant. Des mors spécifiques ont été développés pour tester des géométries de limes diverses et variées pouvant atteindre 1.2 mm de diamètre.

La partie commande a été programmée via le langage LabView[©] avec l'aide du service instrumentation du LEMTA. Le logiciel permet de réaliser des essais de flexion ou de torsion, flexion-torsion combinées, cycliques ou avec offset. Il est également possible de paramétrer la

vitesse de sollicitation mais dans un intervalle modéré. Le pilotage se fait uniquement en rotation donc en boucle ouverte, il n'y a donc pas d'asservissement en couple. A l'issue d'un essai, un fichier texte contenant différentes données telles que le temps d'essai, l'angle et le couple est généré automatiquement et peut être exploité dans un tableur.

Une première campagne expérimentale menée sur des fils en NiTi superélastiques a permis de valider les performances de la machine d'essais. Typiquement, trois types d'essais ont été menés : (i) essais de flexion avec différentes précharges en torsion (nulles, constantes et combinées), (ii) essais de torsion avec différentes précharges en flexion (nulles, constantes et combinées) et (iii) flexion et torsion combinées. L'ensemble des résultats de cette campagne de validation est disponible dans la thèse de Paul XOLIN (Xolin (2020)).

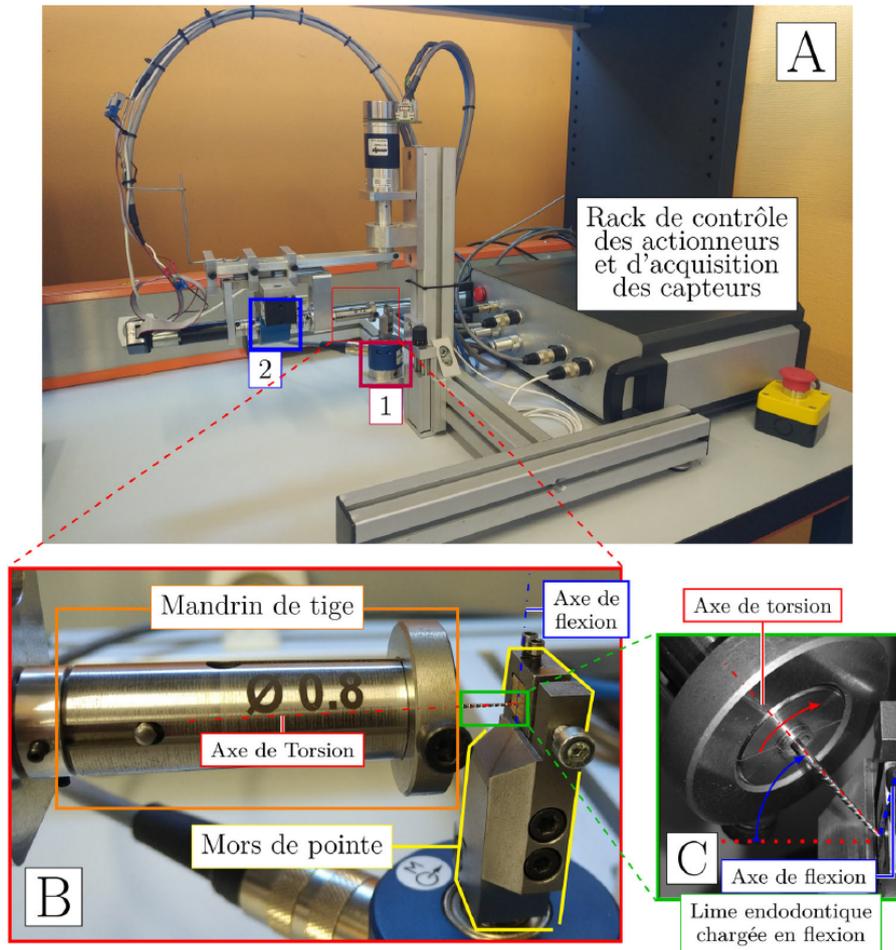


FIGURE 2.16 – Banc d'essai de flexion-torsion avec vue de détail du dispositif de fixation de la lime endodontique. A : vue d'ensemble, B : détail du mors de pointe et du mandrin de tige, C : détail d'une lime chargée en flexion (d'après Xolin (2020)).

Protocole expérimental

Deux campagnes expérimentales mettant en oeuvre la machine de flexion-torsion ont été réalisées sur des instruments endodontiques. La première campagne expérimentale concerne uniquement les prototypes en CuAlBe en 30-04 où l'influence de la sollicitation de torsion (de 31° à 62°) sur un essai cyclique de flexion (60°) est étudiée.

La seconde campagne permet de comparer la réponse des prototypes en CuAlBe monocristallin de type 35-03 à celle des instruments en NiTi polycristallin du commerce en 25-04, pour des chargements identiques mais également pour des chargements où les réponses mécaniques de torsion sont comparables. Les prototypes en CuAlBe sont soumis successivement à des rotations

de flexion seule (60°), de torsion seule (30°) et enfin de flexion-torsion combinées (60° & 30°). Les limes en NiTi sont soumises successivement à des rotations de flexion seule (60°), de torsion seule (30° & 100°) de flexion-torsion combinées (60° & 30°), et enfin de flexion-torsion combinées (60° & 100°).

Tous les essais sont réalisés à température ambiante et à une vitesse de chargement considérée quasi-statique.

Résultats

Les graphiques de la figure 2.17, représentent l'évolution du moment de flexion en fonction de l'angle de flexion (2.17(a)) et l'évolution du moment de torsion en fonction de l'angle de torsion (2.17(b)), pour un prototype en CuAlBe en 30-04 et avec un chargement cyclique en flexion de 60° et trois chargements cycliques de torsion : 31° , 39° , 50° et 62° .

On remarque qu'une augmentation du chargement de torsion décale la réponse en flexion vers le bas. Ce résultat est cohérent du fait qu'étant déjà chargé localement en torsion, un chargement plus réduit en flexion démarre la transformation de phase. Une augmentation de la souplesse en flexion est également observée avec l'augmentation du chargement en torsion ce qui va plutôt dans le bon sens d'un point de vue clinique. En effet, ces deux sollicitations sont bien plus sévères en fin de canal dans la région apicale et où une grande flexibilité est recherchée. L'examen de la réponse en torsion montre que dans ce cas, l'instrument admet des rotations de torsion de l'ordre de 60° alors qu'en torsion seule, cette limite est de l'ordre de 40° . La transformation martensitique générée par la flexion permet donc d'augmenter la rotation de torsion admissible mais aussi de diminuer le couple résultant en torsion.

Les graphiques de la figure 2.18 représentent l'évolution des couples de flexion-torsion en fonction des angles de flexion-torsion dans les cas suivants : (i) flexion seule (figure 2.18(a)), (ii) torsion seule (figure 2.18(b)) et (iii) flexion-torsion combinées (figures 2.18(c) & 2.18(d)).

En flexion seule, l'instrument en NiTi présente une rigidité, un niveau de contrainte à rotation équivalente et une taille d'hystérésis plus importantes que son homologue en CuAlBe, ce qui est cohérent d'un point de vue matériau : l'instrument en CuAlBe étant plus flexible que celui en NiTi. C'est exactement l'inverse en torsion : le moment résultant de torsion est par exemple plus de deux fois supérieur pour une rotation de torsion égale à 30° , toutefois la transformation de phase semble très réduite même à ce niveau de rotation en torsion. Sollicité seulement en torsion, un instrument en CuAlBe monocristallin présente a priori moins de garantie en terme de résistance que son homologue en NiTi, mais lors de la préparation canalaire, la torsion est toujours combinée à la flexion. Ce paramètre a son importance comme l'illustre la figure 2.18(d) : combinée avec une sollicitation de flexion égale à 60° , la transformation de phase s'active plus tôt et le moment résultant de torsion diminue. Néanmoins, la réponse mécanique en torsion de ces prototypes reste prépondérante devant les instruments en NiTi que ce soit en termes de rigidité ou de niveau de contrainte. De même, l'introduction d'une sollicitation de torsion a tendance à diminuer la réponse en flexion des instruments et celle des prototypes en CuAlBe est inférieure à celle du NiTi mais reste toutefois dans un ordre de grandeur similaire.

2.3.5 Analyse numérique en flexion-torsion

Géométrie et CAO

Deux géométries d'instruments sont considérées dans le cadre des simulations numériques en flexion-torsion : un prototype en CuAlBe monocristallin en 30-04 et un instrument du commerce en NiTi polycristallin en 25-04. Ces deux instruments sont sensés travailler dans les mêmes conditions au cours de la préparation canalaire. D'un point de vue CAO, un script en langage Python a été développé afin de générer rapidement la partie active de la lime à partir des paramètres géométriques et de la forme de la section droite.

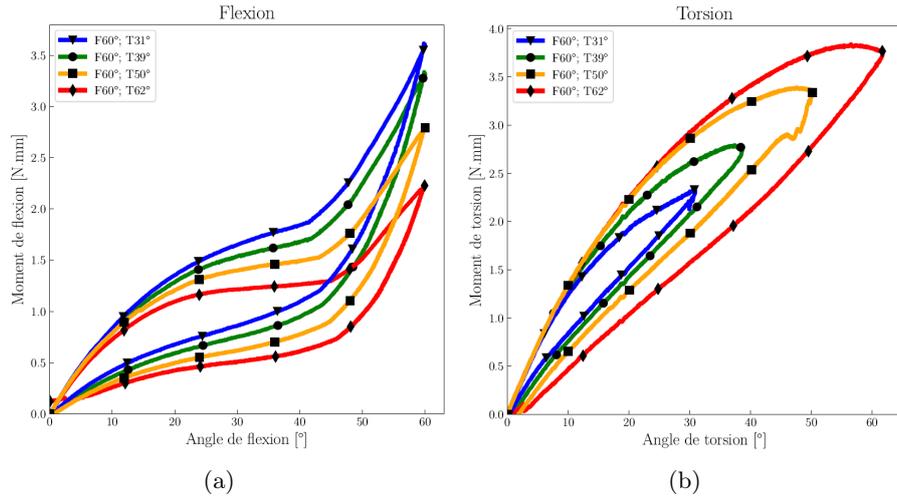


FIGURE 2.17 – Essai de flexion-torsion combinées sur un prototype en $CuAlBe$ de type 30-04 (d'après Xolin (2020)).

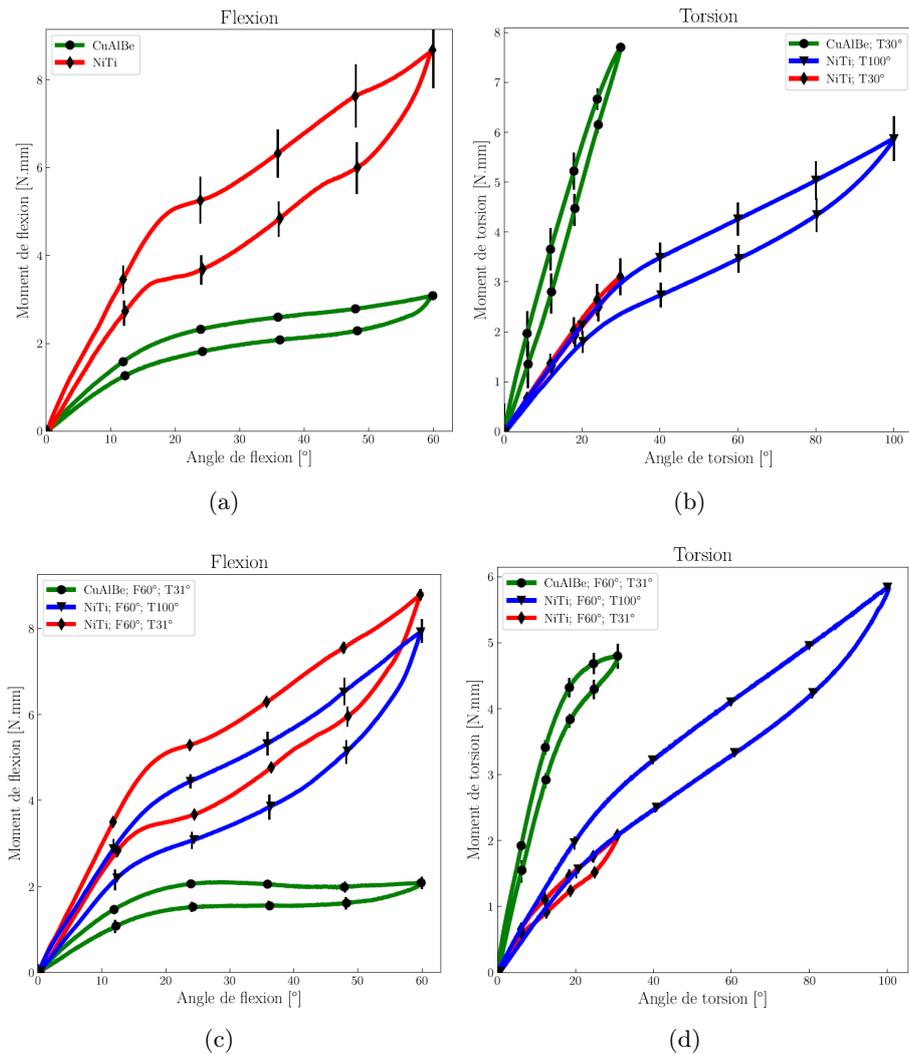


FIGURE 2.18 – Essai de flexion-torsion combinées sur un prototype en $CuAlBe$ de type 30-04 et un instrument en $NiTi$ de type 25-04 (d'après Xolin (2020)).

Comportement mécanique et paramètres matériaux

Pour ces nouvelles simulations numériques, le comportement thermomécanique des deux familles d'AMF (NiTi polycristallin et CuAlBe monocristallin) est décrit de deux manières différentes. Le comportement thermomécanique de l'AMF de type NiTi est décrit par le modèle phénoménologique de [Chemisky et al. \(2011\)](#) comme pour les simulations numériques réalisées précédemment et avec les mêmes paramètres matériaux (figure 2.1). L'AMF de type CuAlBe présente un comportement anisotrope dans le domaine élastique de l'austénite. Afin d'améliorer le modèle numérique, on considère cette fois-ci le modèle de comportement micromécanique proposé par E.PATOOR ([Patoor et al. \(1989\)](#), [Patoor et al. \(1996\)](#)) puis développé et implémenté dans Abaqus[©] par C.COLLARD ([Collard and Ben Zineb \(2012\)](#)). Outre la description de l'orientation des 24 variantes de martensite, ce modèle micromécanique permet de prendre en compte l'anisotropie élastique du CuAlBe par un comportement de type symétrique cubique. La richesse de ce modèle micromécanique comporte un inconvénient au niveau numérique : beaucoup de paramètres matériaux sont nécessaires pour son implémentation dans les codes de calcul, que ce soit pour décrire l'anisotropie élastique de l'austénite ou pour décrire l'orientation cristallographique de chacun des grains du matériau ainsi que les données cristallographiques de différentes variantes de martensite. Cependant, le caractère monocristallin du CuAlBe est ici intéressant puisque la structure ne comporte qu'un seul grain. Il n'est donc pas nécessaire de recourir à des techniques de transition d'échelle ([Merzouki et al. \(2010\)](#)) et le nombre de paramètres matériaux est au bilan modéré. Une partie d'entre eux sont considérés admis et repris de la littérature notamment pour l'élasticité symétrique cubique ([Belkahla \(1990\)](#) et [Kaouache et al. \(2004\)](#)); les autres sont identifiés expérimentalement par des tests classiques de DSC et de traction. Une description synthétique de ce modèle micromécanique est donnée à titre informatif en annexe B. Certains paramètres matériaux identifiés sont précisés dans le tableau 2.4. Enfin, la figure 2.19 compare les réponses expérimentales et numériques d'un essai de traction après identifications de ces paramètres.

Paramètres	Valeurs	Paramètres	Valeurs
C_{11}^A	120 360 MPa	C_{12}^A	58 370 MPa
C_{44}^A	108 290 MPa	A_f	-57 °C
C_{11}^M	94 000 MPa	C_{12}^M	58 370 MPa
C_{44}^M	84 000 MPa	M_s	-70 °C
α	1.5×10^{-5} /°C	B	0.139 MPa/°C
C	20 MPa	I	2500 MPa
g	0.139	ϕ_1	2 °
Φ	0	ϕ_2	0 °

TABLE 2.4 – Paramètres matériaux identifiés pour le CuAlBe, utilisés avec le modèle micromécanique de [Patoor et al. \(1989\)](#) (d'après [Xolin \(2020\)](#)).

Modèle numérique

La modélisation numérique des ces nouvelles simulations de flexion-torsion reprend la même stratégie que les précédentes. Ainsi, les deux modèles de comportement mécanique des AMF ont été implémentés dans Abaqus[©] via une routine utilisateur UMAT.

La modélisation de cet essai de flexion-torsion respecte la norme ISO 3630 : la lime est encastrée au niveau de sa pointe sur une longueur de 3 mm et les sollicitations de flexion et de torsion combinées sont appliquées de l'autre coté de la lime à l'extrémité de la tige et de manière cinématique.

La discrétisation de la lime est toujours réalisée avec l'élément C3D4 directement disponible dans

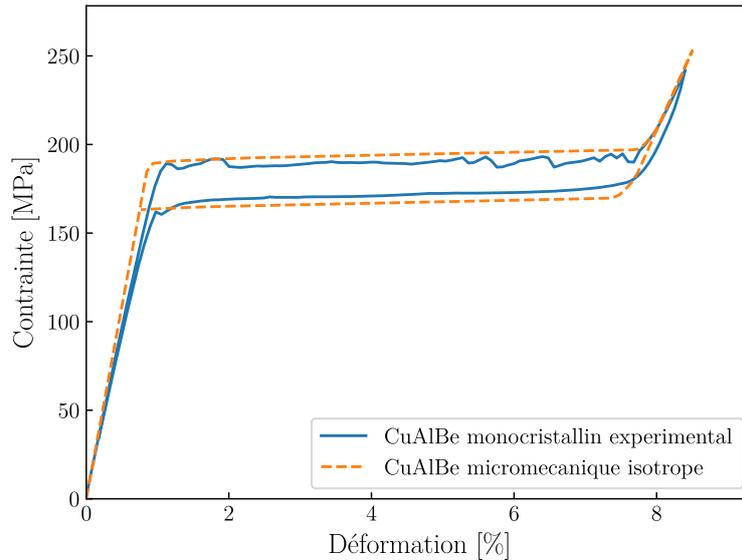


FIGURE 2.19 – Comparaison entre les courbes expérimentales et numériques des essais de traction après identification des paramètres matériaux pour le modèle micromécanique de *Patoor et al. (1989)* (d’après *Xolin (2020)*).

la bibliothèque d’Abaqus[®]. Le maillage est réalisé en distinguant la zone de lime directement en sortie d’encastrement de pointe donc soumise à des gradients de contraintes élevés et le reste. Ainsi, cette zone est maillée avec trois fois plus d’éléments que le reste de la lime. Un test de convergence numérique a permis de déterminer le maillage global optimal qui au bilan, comprend en moyenne 25 000 éléments.

La résolution du problème numérique de mécanique non-linéaire est faite en mettant en œuvre un schéma d’intégration implicite via un cluster dédié au calcul numérique.

Résultats

La figure 2.20 permet de comparer les réponses expérimentales et numériques en flexion-torsion pour la lime réalisée en NiTi polycristallin. Le chargement appliqué correspond à un angle de 60° en flexion et 120° en torsion. Si pour la flexion et la torsion séparées la correspondance est bonne, c’est moins le cas pour la sollicitation de flexion-torsion combinées, principalement sur l’axe de flexion. La taille de l’hystérésis est sous-estimée et les plateaux de transformation directs et inverses sont décalés vers le haut. Mais au bilan, les résultats du modèle numérique correspondent assez bien aux prédictions des essais expérimentaux. En flexion-torsion combinées, la répartition des contraintes correspond à une superposition de ces deux sollicitations. 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. Enfin, on note que la transformation martensitique est complète dans la zone la plus courbée donc la plus contrainte (figure 2.21).

De même que pour l’instrument en NiTi, la figure 2.22 permet de comparer les réponses expérimentales et numériques en flexion-torsion pour le prototype en CuAlBe monocristallin. Le chargement appliqué correspond à un angle de 60° en flexion et 31° en torsion. Pour la flexion et la torsion séparées, la correspondance entre la réponse expérimentale et la réponse numérique est globalement bonne avec toutefois une sous-estimation des moments résultants concernant la réponse numérique. Pour la flexion-torsion combinées, la correspondance est correcte au niveau des ordres de grandeurs mais moins évidente concernant les tendances. Cette difficulté à faire concorder les deux types de réponse peut provenir de la mise en œuvre pas toujours aisée du modèle de comportement mécanique de *Patoor et al. (1989)*. Il sera intéressant d’utiliser

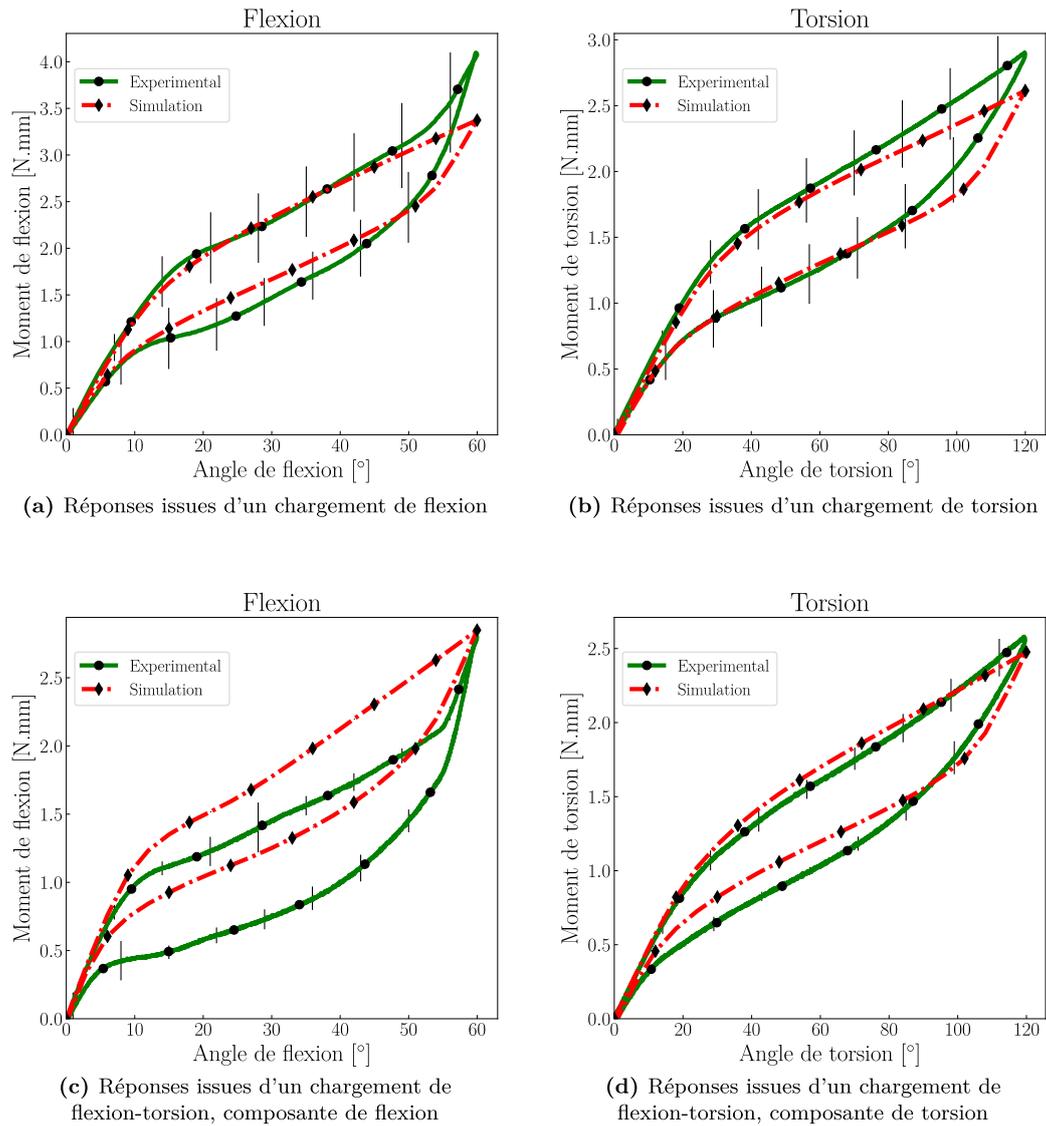


FIGURE 2.20 – Comparaison des réponses expérimentales et numériques pour la lime en NiTi (d'après Xolin (2020)).

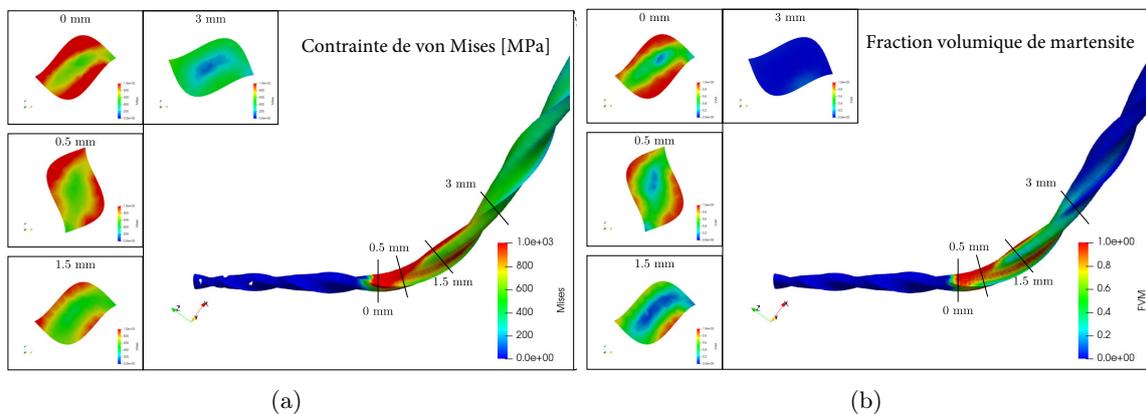


FIGURE 2.21 – Réponses numériques pour la lime en NiTi, contrainte de von Mises (a) et fraction volumique de martensite (b) en fin de chargement de flexion-torsion combinées (d'après Xolin (2020)).

tout de même le modèle de comportement phénoménologique de Chemisky et al. (2011) pour l'étude numérique des prototypes en CuAlBe pour constater si la correspondance des réponses expérimentales et numériques est meilleure.

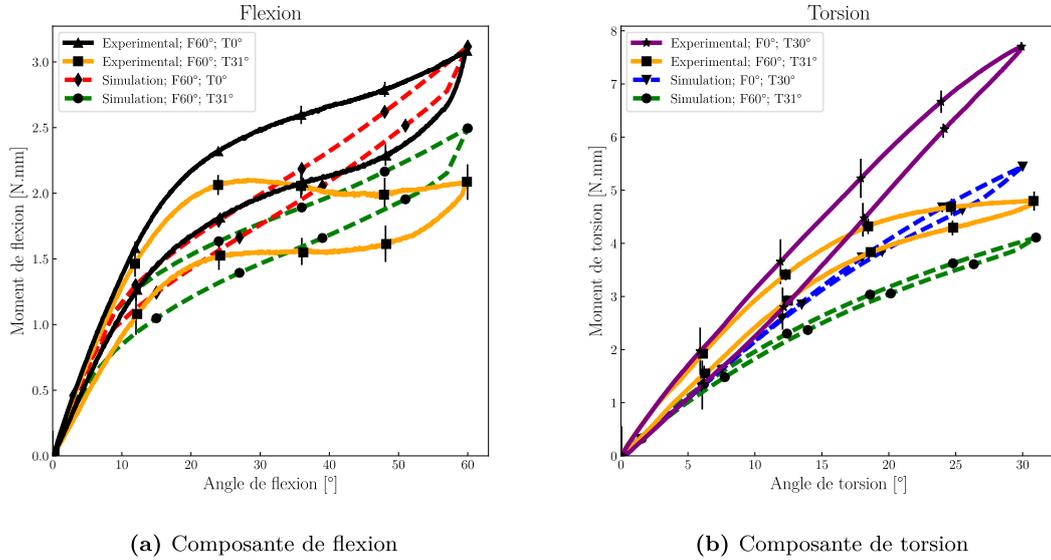


FIGURE 2.22 – Comparaison des réponses expérimentales et numériques pour le prototype en CuAlBe (d'après Xolin (2020)).

Concernant l'état de contraintes locales et la distribution de la fraction volumique de martensite (2.23), on observe un résultat similaire aux instruments en NiTi. Le niveau de contrainte, réparti à la manière d'une superposition entre les contraintes de flexion et de torsion atteint pour le prototype en CuAlBe des valeurs relativement élevées de l'ordre de 1000 MPa. Notons également que la transformation martensitique est complète dans une région assez vaste au voisinage de l'encastrement. Cette transformation martensitique se propage davantage vers le centre de la lime en comparaison avec le chargement de flexion.

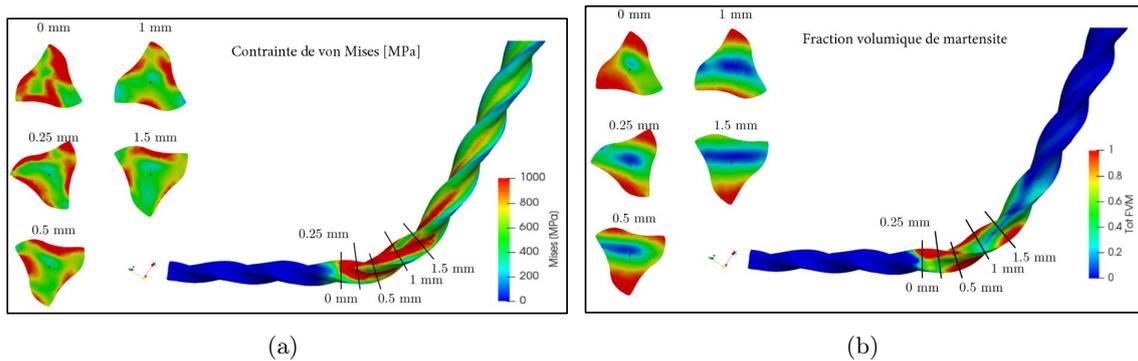


FIGURE 2.23 – Réponses numériques pour le prototype en CuAlBe, contrainte de von Mises (a) et fraction volumique de martensite (b) en fin de chargement de flexion-torsion combinées (d'après Xolin (2020)).

2.3.6 Discussion

Les résultats des essais en pénétration-retrait montrent que les prototypes en CuAlBe sont d'un point de vue purement mécanique globalement équivalents aux instruments en NiTi et qu'ils pourraient donc être utilisés dans les traitements endodontiques. Plus précisément, les prototypes en CuAlBe montrent des résultats meilleurs en pénétration mais moins bons en retrait que leurs

homologues en NiTi. Mais d'une manière générale nous pouvons considérer que la campagne expérimentale d'essais en pénétration-retrait valide les prototypes en CuAlBe monocristallin en tant qu'instruments potentiels. Les tests de torsion montrent qu'un blocage de la pointe de lime dans le canal conduit à une situation critique pour les instruments en CuAlBe. A ce moment, la limite à la rupture peut être atteinte après une faible déformation de cisaillement. Ce cas de figure n'existe pas pour les instruments en NiTi polycristallins où la transformation martensitique s'active plus tôt et permet à l'instrument d'encaisser la charge de torsion et donc de retarder la rupture instrumentale. Toutefois, lors du traitement canalaire, la torsion est toujours liée à la flexion de l'instrument, ce qui représente un avantage certain. En effet, la combinaison de flexion et de torsion apporte une amélioration à l'amplitude de déformation de cisaillement induite par torsion du CuAlBe mais ne surpasse pas les capacités du NiTi.

De plus, il est nécessaire de considérer deux résultats importants. Tout d'abord, [Xolin \(2020\)](#) et [Vincent \(2017\)](#) précisent que la meilleure flexibilité de CuAlBe monocristallin est un atout pour suivre le chemin canalaire, ce qui est d'autant plus vrai pour les instruments de gros diamètre. Ensuite, associé à un agent désinfectant comme l'eau oxygénée, le CuAlBe assure une élimination des micro-organismes plus rapide qu'un traitement classique avec des instruments en NiTi utilisés avec une solution d'hypochlorite de sodium, comme l'ont montré [Engels-Deutsch and Bataillard \(2017\)](#).

En résumé, les essais de pénétration-retrait valident les prototypes en CuAlBe en tant qu'instruments endodontiques mais les essais de flexion-torsion montrent que le cas de blocage de pointe de lime peut être un problème et pénaliser les performances de ces prototypes. Ainsi, la meilleure utilisation du CuAlBe en tant que matériaux pour les instruments endodontiques est celle où l'instrument en question clôturerait le traitement canalaire dans des conditions mécaniques optimales tout en considérant un mouvement plus adapté comme la réciprocité plutôt que la rotation continue.

2.4 Influence des traitements thermiques sur la flexibilité des limes en NiTi

2.4.1 Stratégie

Il vient d'être vu dans les paragraphes précédents qu'il est possible d'augmenter les performances des instruments endodontiques en se focalisant sur le matériau dont ils sont constitués. Toutefois, cette importante voie d'exploration n'est pas la seule et on assiste depuis une vingtaine d'années à l'étude d'autres possibilités liées aux procédés de mise en forme des instruments, du traitement de surface et les traitements thermiques ([Gavini et al. \(2018\)](#), [Hou et al. \(2021\)](#)). C'est justement les traitements thermiques qui nous intéressent ici en tant que vecteur d'amélioration des performances cliniques et mécaniques des instruments endodontiques.

D'une manière générale, les traitements thermiques sont réalisés lors de la production des fils en NiTi afin de garantir les propriétés thermomécaniques annoncées lors de leur commercialisation et effacer les conséquences du procédé de fabrication par tréfilage, le phénomène d'écrouissage et de contraintes résiduelles. Toutefois, les fabricants ont maintenant recours aux traitements thermiques avant, pendant et après fabrication des instruments pour améliorer les performances mécaniques de leurs instruments ([Testarelli et al. \(2011\)](#)). Plusieurs études ([De-Deus et al. \(2017\)](#), [Almeida and Elias \(2020\)](#), [Goo et al. \(2017\)](#), [Oh et al. \(2020\)](#)) ont montré qu'un traitement thermique adéquat permet d'augmenter à la fois la flexibilité et la résistance des instruments ce qui constitue une avancée conséquente dans le domaine, toutefois cette étude concerne principalement des instruments du commerce pour une marque donnée et les rares études qui s'intéressent à l'influence des paramètres du traitement thermique concernent seulement les échantillons coniques. Ce manque de données s'explique en partie par le fait que les fabricants ne divulguent pas leurs méthodes d'optimisation. Il est donc important de mieux comprendre comment le trai-

tement thermique influence et améliore le comportement mécanique des instruments en AMF et plus particulièrement en NiTi.

C'est dans ce contexte que s'est inscrite la thèse d'Ihsen ABDELMOMEN (Abdelmomen (2023), Abdelmomen et al. (2023) et Abdelmomen et al. (2022)). Les travaux se sont intéressés dans un premier temps à l'influence des traitements thermiques sur les performances mécaniques des fils en NiTi, et plus particulièrement la flexibilité en flexion, afin de s'affranchir des effets des procédés de fabrication et des traitements post-usinage des instruments. Dans un deuxième temps, des instruments endodontiques en NiTi du commerce ont été étudiés. Un plan d'expérience a été mis en place pour chacune de ces deux campagnes mettant en jeu des paramètres d'influences (d'entrée) ainsi que des paramètres de réponse (de sortie). Les paramètres de sortie sont issus d'essais de flexion réalisés sur les fils et les instruments traités thermiquement ou non. En complément, des tests de performances des instruments en pénétration-retrait ont permis d'évaluer l'efficacité du traitement thermique optimal.

2.4.2 Influence du traitement thermique sur la réponse des fils en NiTi

Matériau et traitement thermique

Les fils étudiés ont été fournis par la société Fort Wayne Metal[®]. Ils sont en NiTi polycristallin au diamètre de 1 mm. Des échantillons de 25 mm de longueur ont ensuite été réalisés. Les traitements thermiques sont réalisés via un four Nabertherm LHT[®] 01/17 (figure 2.24(a)), piloté par le logiciel Nabertherm VCD[®] et permettant d'atteindre des températures de chauffe de l'ordre de 1700 °C. Le traitement thermique mis en oeuvre ici se décompose en trois phases : (i) chauffe à la température cible et à la vitesse de 10 °C/min, (ii) maintien à la température cible pendant une durée déterminée, (iii) refroidissement soit par trempe à l'eau soit à l'air libre (figure 2.24(b)).

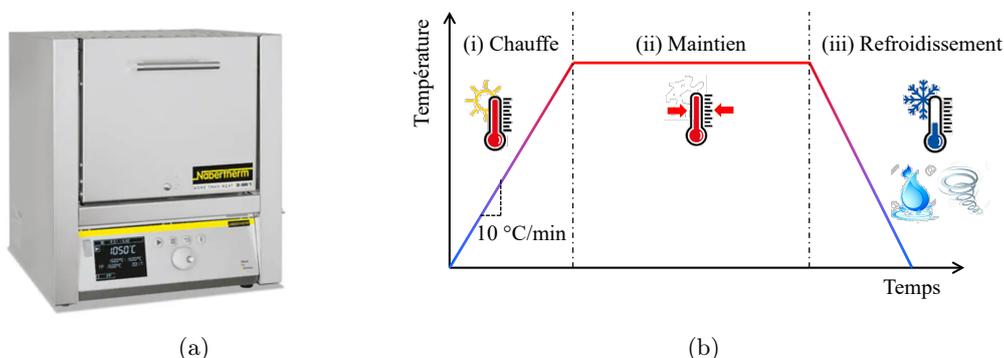


FIGURE 2.24 – Four Nabertherm[®] utilisé pour les traitements thermiques (a) et protocole du traitement thermique (b).

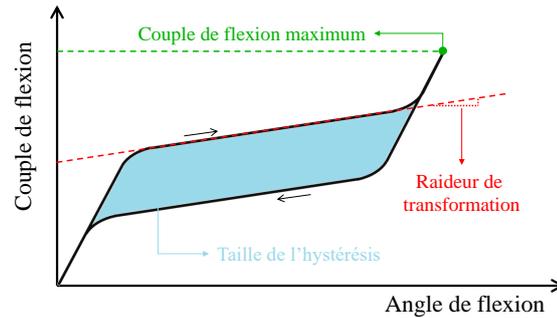
Plan d'expérience et protocole expérimental

Trois paramètres du traitement thermique sont considérés en tant que variables d'entrée pour le plan d'expérience (figure 2.25(a)) : la température de chauffe avec trois niveaux de valeurs : 325, 375 et 425 °C; le temps de maintien à la température de chauffe avec également trois niveaux de valeurs : 15, 30 et 45 min et enfin la méthode de refroidissement avec deux niveaux de valeurs : à l'air libre ou via une trempe à l'eau. Deux interactions entre ces paramètres sont retenues : celle entre la température de chauffe et le temps de maintien, et celle entre la température de chauffe et la méthode de refroidissement.

Chaque échantillon est soumis à un test de flexion identique à ceux détaillés dans les sections précédentes et respectant la norme ISO 3630-1. Une extrémité du fil est maintenue bloquée sur

Niveau	A	B	C
Température de chauffe [°C]	325	375	425
Temps de maintien [min]	15	30	45
Méthode de refroidissement	à l'air libre	trempe à l'eau	/

(a)



(b)

FIGURE 2.25 – Facteurs et niveaux retenus pour le plan d'expérience (a) et grandeurs retenues en tant que variable de sortie (b).

une longueur de 3 mm tandis que l'autre extrémité est soumise à une rotation de flexion de 45° . Les essais sont menés à température ambiante (21°C) et à une vitesse de sollicitation considérée quasi-statique ($3^\circ/\text{s}$).

A l'issue d'un essai de flexion, trois grandeurs issues de la courbe 'angle de flexion / couple résultant de flexion' sont considérées en tant que variables de sortie du plan d'expérience : le couple résultant maximum de flexion, la taille de l'hystérésis et la raideur en flexion lors de la transformation martensitique directe (figure 2.25(b)).

Résultats

Les graphiques de la figure 2.26 représentent l'évolution du couple de flexion résultant en fonction de l'angle de flexion pour un échantillon non traité thermiquement et trois échantillons traités. Deux exemples sont présentés : le cas d'une température de chauffe fixe et trois temps de maintien différents avec un refroidissement à l'air (figure 2.26(a)) et le cas d'un temps de maintien fixe et trois températures de chauffe différentes avec un refroidissement à l'eau (figure 2.26(b)). L'ensemble des résultats est disponible dans le mémoire de thèse d'Ihssen ABDELMO-MEN ([Abdelmomen \(2023\)](#)).

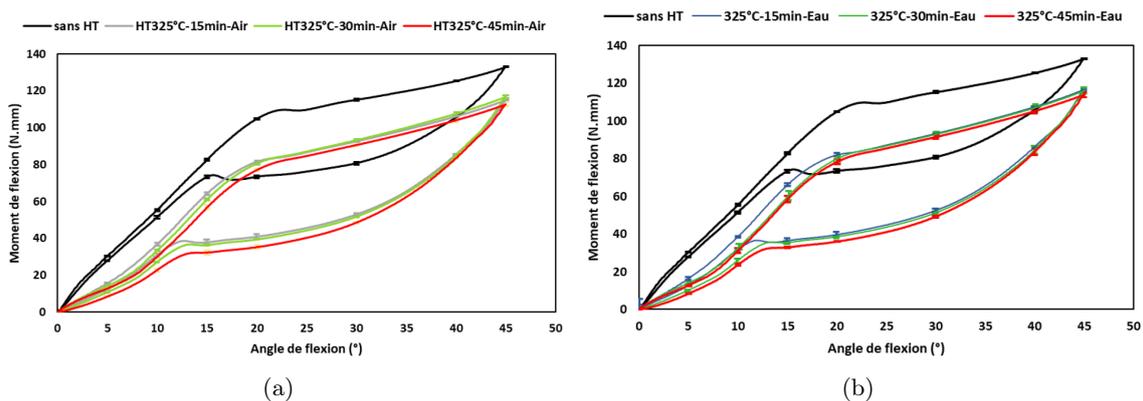


FIGURE 2.26 – Réponse en flexion des fils NiTi, comparaison entre un fil non traité et ceux traités dans des configurations différentes (d'après [Abdelmomen \(2023\)](#)).

A la vue de ces deux graphiques, on remarque qu'un traitement thermique modifie de manière significative la réponse en flexion du fil en NiTi. Tout d'abord, il a tendance à augmenter les températures de transformation de phase, ce qui est un résultat connu comme l'ont montré les travaux de [Yahata et al. \(2009\)](#), [Ebihara et al. \(2011\)](#) et [Miyara et al. \(2014\)](#). Ensuite, en début de chargement la raideur apparente est relativement faible par rapport à celle d'un fil non traité, ce qui montre la présence de la phase-R dans le l'AMF. Enfin, on remarque que globalement,

2.4 Influence des traitements thermiques sur la flexibilité des limes en NiTi

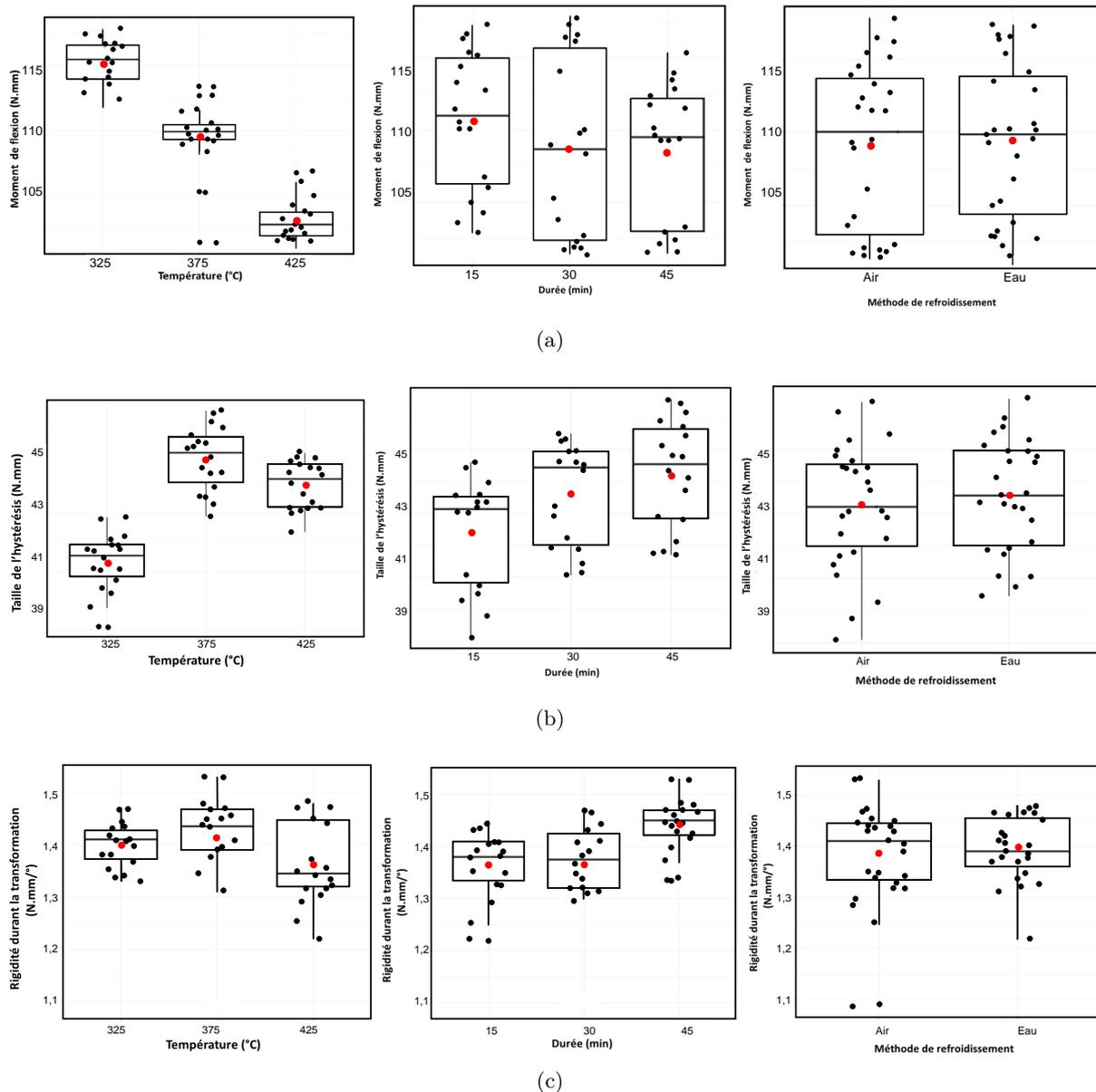


FIGURE 2.27 – Influence de la température de chauffe, du temps de maintien et de la méthode de refroidissement sur le couple maximum en flexion (a), la taille de l'hystérésis (b) et la raideur apparente dans la zone de transformation directe (c) (d'après [Abdelmomen \(2023\)](#)).

le traitement thermique conduit à une diminution de couple maximum, une augmentation de la raideur apparente dans la zone de transformation de phase directe et une augmentation de la taille de l'hystérésis.

Les graphiques de la figure 2.27 représentent l'évolution du moment de flexion (figure 2.27(a)), de la taille de l'hystérésis (figure 2.27(b)) et de la rigidité en flexion durant la transformation martensitique directe (figure 2.27(c)) en fonction des trois paramètres du plan d'expériences : la température de chauffe, le temps de maintien et la méthode de refroidissement. Les résultats sont présentés sous la forme de « boxplots » avec la médiane et les quartiles.

C'est la température de chauffe qui apparaît être le paramètre le plus influent. En effet, c'est elle qui engendre les plus grands écarts de médiane. Le plus petit moment de flexion maximum ainsi que la plus petite rigidité en flexion durant la transformation martensitique sont notés pour une température égale à 425 °C. Ces deux minimas sont obtenus pour un temps de maintien égal à 30 minutes. C'est également pour ce même temps de maintien que l'on obtient quasiment la taille d'hystérésis la plus élevée, à égalité de celle obtenue pour un temps de maintien de 45 minutes.

Enfin, ces résultats montrent que la méthode de refroidissement n'a quasiment pas d'influence. On ne détaillera pas ici l'influence des interactions entre paramètres, toutefois le principal résultat concernant ce point est que la principale interaction ayant un impact significatif sur la réponse du fil est celle entre la température de chauffe et la durée du maintien en température. J'invite le lecteur à se référer aux travaux de thèse d'Ihsen ABDELMOMEN (Abdelmomen (2023)) pour plus de détails concernant l'influence des interactions entre les paramètres considérés (Abdelmomen (2023)).

Au bilan, le jeu de paramètres optimal correspond à une température de chauffe de 425°C et un temps de maintien en température de 30 min. On choisira plutôt une méthode de refroidissement de type trempe à l'eau pour des raisons pratiques de gain de temps. Cette première campagne d'essais a permis de mettre au point le protocole d'étude via un plan d'expérience, ce qui est peu répandu dans le domaine de l'endodontie. Cette démarche va permettre maintenant de s'intéresser à l'effet des traitements thermiques sur les instruments et ainsi prendre en compte les effets de la géométrie .

2.4.3 Influence du traitement thermique sur la réponse des instruments endodontiques en NiTi

Instruments et traitement thermique

Les prototypes d'instruments utilisés pour cette étude sont des limes en 25-06 fabriqués en NiTi polycristallin et fournis par la société Coltene MicroMega[©], présentant une section de coupe triangulaire (figure 2.28). Le traitement thermique est exactement le même que celui utilisé pour l'étude des fils en NiTi : il est constitué d'une phase de montée en température à la vitesse de 10 °C/min, d'une phase de maintien en température pendant une durée déterminée et d'une dernière phase de refroidissement. Il a été montré lors de l'étude menée sur les fils en NiTi que la méthode de refroidissement n'est pas un paramètre influent. On admettra donc pour cette nouvelle étude sur les instruments que la trempe à l'eau est retenue en tant que méthode de refroidissement.



FIGURE 2.28 – Lime endodontique 25-06 à section triangulaire en NiTi polycristallin utilisée pour les traitements thermiques (d'après Abdelmomen (2023)).

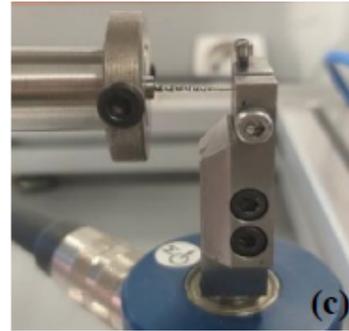
Plan d'expérience et protocole expérimental

Pour cette étude, on ne retient que deux paramètres en tant que variables d'entrée (figure 2.29(a)) : la température de chauffe avec cinq niveaux de valeurs : 325, 350, 375, 400 et 425 °C ; ainsi que le temps de maintien à la température de chauffe avec également cinq niveaux de valeurs : 5, 15, 30, 45 et 60 min. Seule l'interaction entre la température et la durée est donc considérée.

Chaque instrument est soumis au même test de flexion respectant la norme ISO 3630-1. La pointe de la lime est maintenue bloquée sur une longueur de 3 mm tandis que l'autre extrémité au niveau de la tige est soumise à une rotation de flexion de 45° (figure 2.29(b)). La mesure concerne donc le couple de flexion résultant en fonction de l'angle de flexion. Les essais sont menés à température ambiante (21°C) et à une vitesse de sollicitation considérée quasi-statique (3 °/s). Une seule grandeur issue de la courbe angle de flexion/couple résultant de flexion est

Niveau	A	B	C	D	E
Température de chauffe [°C]	325	350	375	400	425
Temps de maintien [min]	5	15	30	45	60
Méthode de refroidissement	trempe à l'eau				

(a)



(b)

FIGURE 2.29 – Facteurs de niveaux retenus pour le plan d'expérience (a) et détail du montage de l'essai de flexion (d'après [Abdelmomen \(2023\)](#)).

considérée en tant que variable de sortie du plan d'expérience : le couple résultant maximum de flexion. Etant donné qu'une flexibilité en flexion maximale de la lime est recherchée cela correspond à minimiser le couple résultant maximum.

Au bilan, cette étude représente 25 essais différents en tout. Sachant que quatre limes ont été utilisées pour reproduire quatre fois le même essai, cela représente cents essais au total.

Résultats

Une partie des résultats est présentée sur les figures 2.30 et 2.31. L'intégralité de ceux-ci peut être consultée dans les travaux de thèse d'Ihssen ABDELMOMEN ([Abdelmomen \(2023\)](#)).

La figure 2.30(a) représente l'évolution du couple de flexion en fonction de l'angle de flexion pour une température de chauffe de 325 °C et pour toutes les cinq durées de maintien en température. Le graphique de la figure 2.30(b) représente le couple de flexion maximal en fonction de la durée de maintien en température.

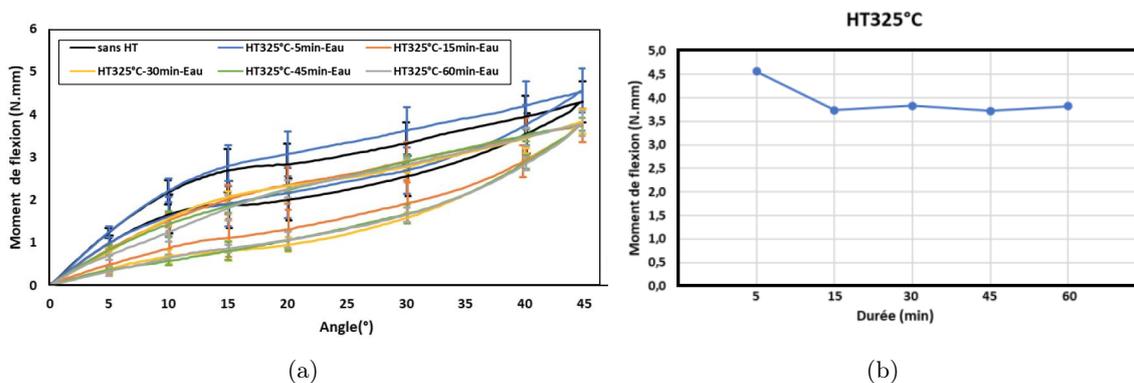


FIGURE 2.30 – Réponse de l'instrument en NiTi dans le plan couple de flexion/angle de flexion pour une température de chauffe de 325 °C pour les cinq durées de maintien (a) et couple maximal de flexion en fonction de la durée de maintien en température (d'après [Abdelmomen \(2023\)](#)).

De même, la figure 2.31(a) représente l'évolution du couple de flexion en fonction de l'angle de flexion pour une durée de temps de maintien de 5 min et pour les cinq températures de chauffe. Le graphique de la figure 2.31(b) représente le couple de flexion maximal en fonction de la température de chauffe.

On retrouve globalement les mêmes tendances que celles observées sur les fils en NiTi. Les instruments traités thermiquement offrent une plus grande flexibilité que ceux non traités et la différence de pente observée en début de charge peut s'expliquer par la présence de la phase-R. Pour un traitement thermique à 325 °C, l'augmentation de la durée du traitement thermique n'a

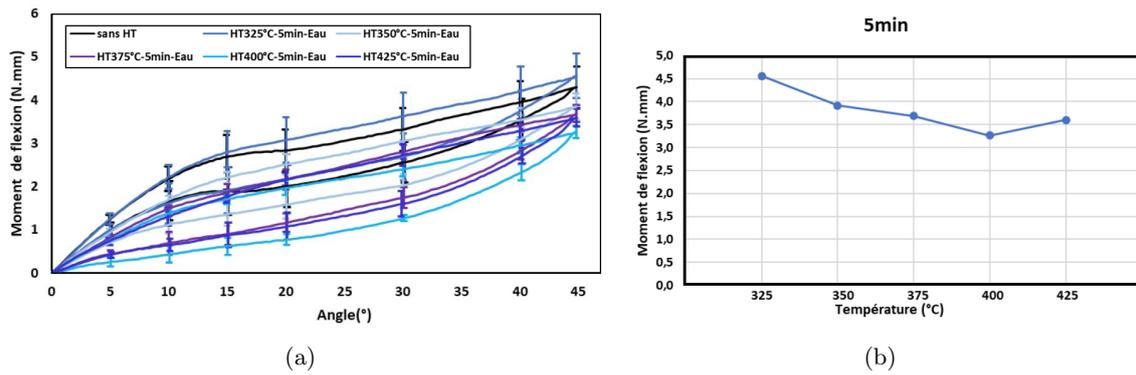


FIGURE 2.31 – Réponse de l'instrument en NiTi dans le plan couple de flexion / angle de flexion pour une durée de maintien en température de 5 min pour les cinq températures de chauffe (a) et couple maximal de flexion en fonction de la température de chauffe (d'après [Abdelmomen \(2023\)](#)).

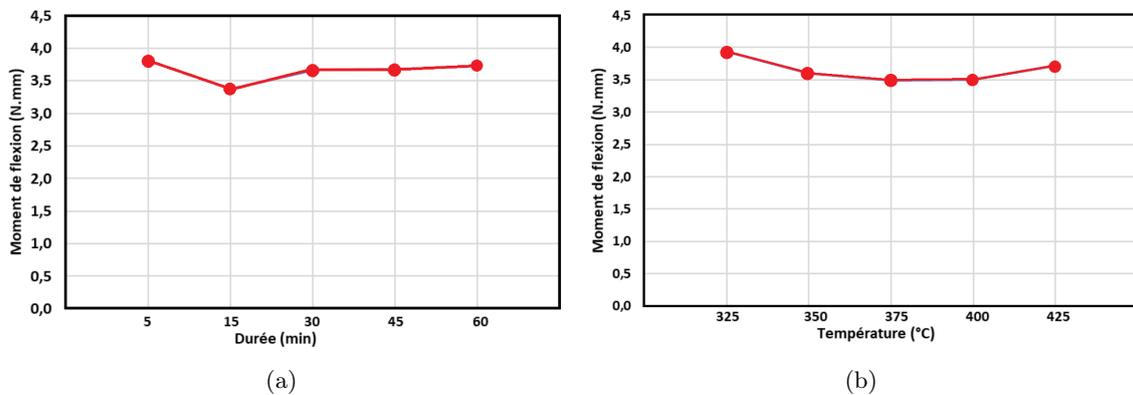


FIGURE 2.32 – Effet simple de la durée de maintien en température (a) et de la température de chauffe (b) (d'après [Abdelmomen \(2023\)](#)).

pas augmenté davantage la flexibilité des échantillons. Pour un traitement thermique avec une durée de maintien en température de l'ordre de 5 min, la flexibilité augmente avec la température de chauffe jusqu'à 400 °C avant de diminuer pour des températures au-delà.

Les figures 2.32(a) et 2.32(b) représentent respectivement sur l'ensemble des températures la moyenne de chauffe du moment de flexion résultant en fonction de la durée du maintien en température et, la moyenne sur l'ensemble des durées de maintien en température du moment de flexion résultant en fonction de la température de chauffe.

A partir de ces deux figures, une analyse directe peut être menée. En effet, on observe une moyenne des moments de flexion minimale pour une durée de maintien en température égale à 15 min et une température de chauffe de l'ordre de 375-400 °C. A l'inverse, on observe une moyenne des moments de flexion maximale pour une durée de maintien en température égale à 5 min et une température de chauffe égale à 325 °C. Donc, l'instrument testé dans le cadre de cette campagne expérimentale présente une flexibilité maximisée pour une température de chauffe de l'ordre de 375-400 °C et pour une durée de maintien en température égale à 15 min. Le plan d'expérience utilisé ici permet d'envisager une analyse statistique des résultats, plus rigoureuse que l'analyse directe. Cette analyse statistique est basée sur l'existence d'une variable Y modélisant le couple de flexion résultant à rotation maximale qu'il s'agit de minimiser (et donc maximiser la flexibilité de l'instrument). Cette variable de réponse Y est décrite par un modèle de surface de réponse de 2^{ème} ordre décrite par la relation 2 :

$$Y \simeq \beta_0 + \beta_1 U_1 + \beta_2 U_2 + \beta_{11} U_1^2 + \beta_{22} U_2^2 + \beta_{12} U_1 U_2 \quad (2)$$

où les coefficients β sont des coefficients représentant la valeur moyenne de la réponse (β_0) et les effets de la température de chauffe U_1 et de la durée de maintien en température U_2 . La méthode utilisée pour ajuster le modèle est celle des moindres carrés ordinaires. Ainsi, la procédure d'optimisation permet de déterminer la valeur des coefficients β comme le montre le tableau de la figure 2.33(a) et également les valeurs de la température de chauffe U_1 et de la durée de maintien en température U_2 permettant de minimiser le couple de flexion résultant à rotation maximale Y . La figure 2.33(b) représente la fonction Y en fonction des deux variables U_1 et U_2 . On y observe que Y atteint la valeur minimale de 3.38 Nmm pour $U_1 = 388$ °C et $U_2 = 22$ min.

Ainsi, le résultat de l'analyse statistique montre que l'instrument testé présente une flexibilité maximisée pour une température de chauffe égale à 388 °C et une durée de maintien en température de l'ordre de 22 min. Ce résultat est du même ordre de grandeur que celui fourni par l'analyse directe des essais.

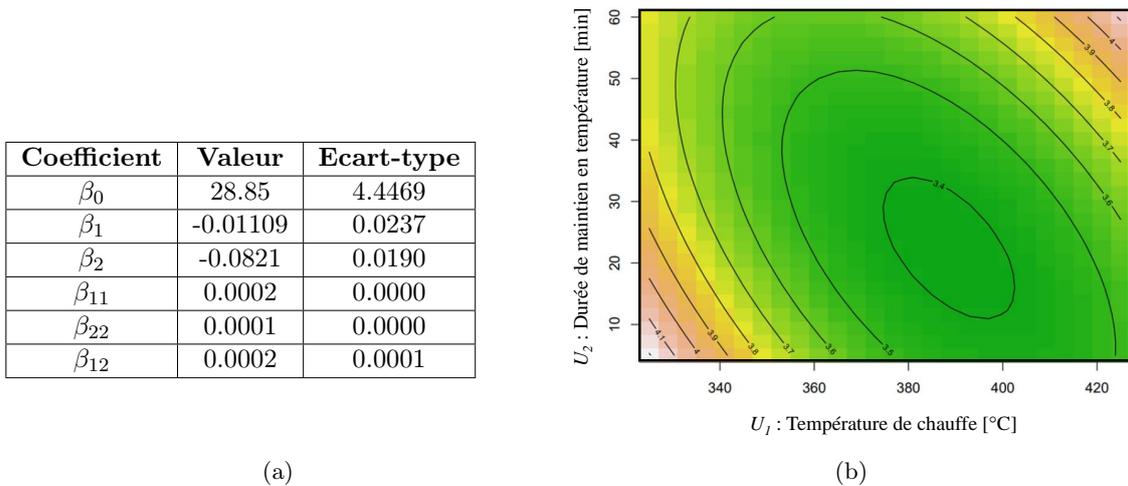


FIGURE 2.33 – Estimation des coefficients β pour la fonction Y (a) et représentation graphique de la fonction Y en fonction des paramètres U_1 et U_2 (d'après [Abdelmomen \(2023\)](#)).

2.4.4 Performances des instruments en NiTi traités, en pénétration-retrait

Protocole expérimental

Les précédents essais de flexion menés ont permis de comparer les performances mécaniques en flexion entre un instrument endodontique non traité thermiquement et ceux traités. Cette campagne expérimentale a permis d'identifier un traitement thermique optimal permettant de maximiser la flexibilité de l'instrument. Il est important maintenant d'évaluer la tenue en service des instruments traités dans des conditions cliniques proches de la réalité. C'est pourquoi une campagne d'essais de pénétration-retrait est envisagée pour évaluer l'impact d'un traitement thermique sur le comportement mécanique des instruments dans le cas de cette sollicitation particulière.

Le protocole expérimental est identique à celui utilisé précédemment et, est détaillé dans la section 2.3.2. Il consiste à réaliser 25 cycles successifs répartis en 9 groupes permettant de parcourir toute la longueur canalaire du bloc (figure 2.3). Une machine de traction est utilisée pour simuler la cinématique du protocole clinique et mesurer l'effort axial de la lime sur le bloc en résine. Pour chaque groupe, on conserve uniquement les efforts axiaux maximums positif (pénétration) et négatif (retrait).

Les instruments endodontiques utilisés pour cette campagne expérimentale sont les mêmes que ceux utilisés précédemment : il s'agit de limes en NiTi Polycristallin en 25-06. Les blocs résine utilisés sont en PMMA et présentent un rayon de courbure de 4.5 mm et une longueur canalaire de 18 mm. A noter que les blocs ont été préalablement préparés avec un instrument en 20-04

afin de respecter la procédure d'une préparation canalaire utilisant des instruments en 25-06. Les traitements thermiques réalisés sur les instruments destinés à être testés sont également identiques : cinq températures de chauffe sont considérées (325, 350, 375, 400 et 425 °C) de même que cinq durées de maintien en température (5, 15, 30, 45 et 60 min). La trempe à l'eau est la procédure retenue en tant que méthode de refroidissement. Au bilan, cette campagne représente 25 tests différents. Sachant que trois instruments sont utilisés par test, cela représente 75 essais pour les instruments traités thermiquement (78 au total).

Résultats

Les histogrammes des figures 2.34 et 2.35 permettent de comparer les efforts axiaux mesurés pour chaque groupe en fonction du déplacement dans le canal du bloc entre un instrument non traité thermiquement et ceux ayant subi un traitement thermique donné.

L'exemple donné sur la figure 2.34 considère les cinq températures de chauffe différentes pour une durée de maintien température égale à 15 min. L'exemple donné sur la figure 2.35 considère les cinq durées de maintien en température différentes pour une température de chauffe égale à 375 °C. L'ensemble des résultats et des histogrammes complémentaires peuvent être consultés dans les travaux de thèse d'Ihssen ABDELMOMEN (Abdelmomen (2023)).

D'une manière générale, un instrument traité thermiquement présente des efforts de pénétration et de retrait inférieurs à ceux d'un instrument non traité. Ce premier résultat est cohérent avec l'augmentation de flexibilité d'un instrument traité thermiquement : à déplacement imposé, l'effort résiduel est moins important. En pénétration, cela signifie qu'un instrument traité a une meilleure capacité de coupe. En retrait, il est donc plus aisé de retirer l'instrument traité ce qui témoigne d'un effet de vissage moins important. Il est à noter que cette tendance est croissante avec l'augmentation de température.

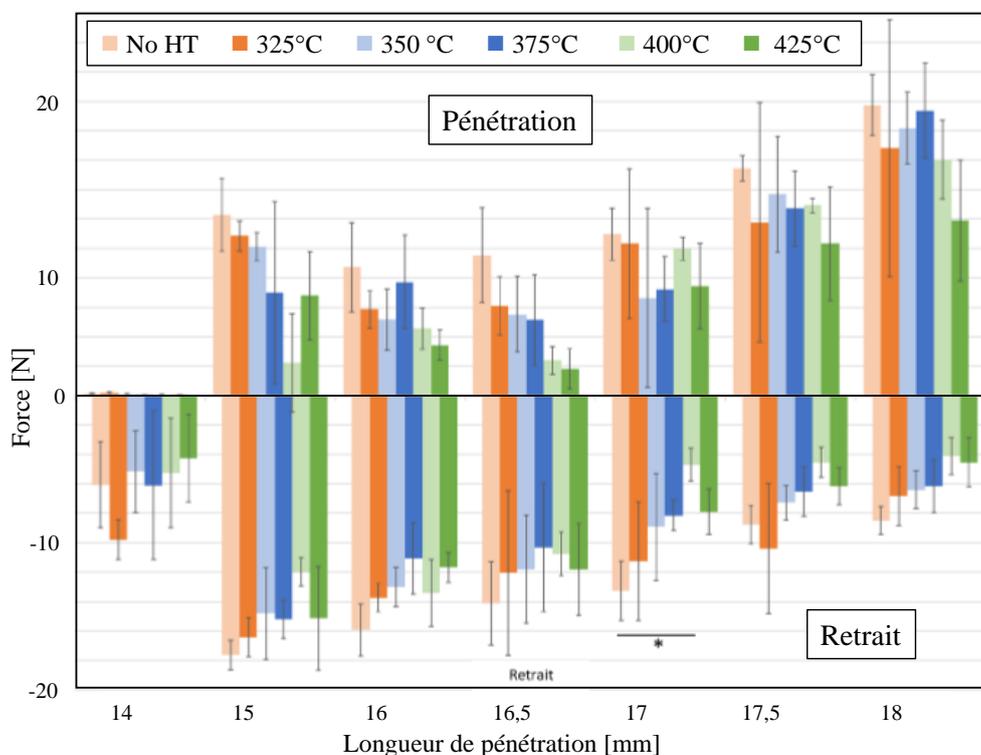


FIGURE 2.34 – Réponses moyennes des instruments testés en pénétration/retrait traités thermiquement pendant 15 min (d'après Abdelmomen (2023)).

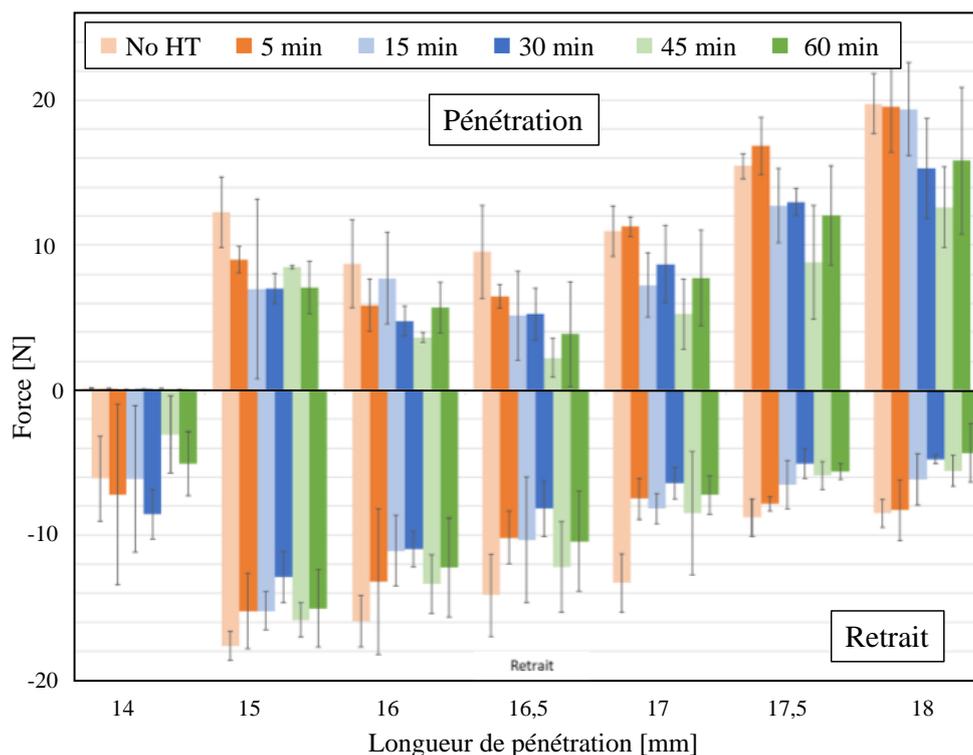


FIGURE 2.35 – Réponses moyennes des instruments testés en pénétration/retrait traités thermiquement à 375 °C (d'après [Abdelmomen \(2023\)](#)).

Si l'on examine plus précisément le comportement d'un instrument traité de manière optimale (température de chauffe égale à 388 °C et temps de maintien en température égal à 22 min), on peut estimer que l'effort de pénétration est diminué d'environ 50% et que l'effort de retrait est diminué d'environ 28%. Ces résultats méritent toutefois des études complémentaires étant donné les écarts-types non négligeables constatés.

2.4.5 Discussion

Ces travaux ont permis de montrer (ou plutôt confirmer) qu'il est possible d'améliorer les performances mécaniques des instruments endodontiques en les traitant thermiquement, après mise en forme. Un protocole optimal regroupant la température de chauffe, le temps de maintien en température et la méthode de refroidissement a été établi. L'originalité de ces travaux vient de l'utilisation d'un plan d'expériences pour aboutir à cette conclusion et de la richesse des essais expérimentaux. En effet, après une étude préliminaire sur les fils en NiTi polycristallin, une première campagne de tests de flexion nécessitant cent essais et une deuxième campagne de tests en pénétration-retrait nécessitant 75 essais ont permis d'optimiser la rigidité en flexion de l'instrument traité et de constater que celui-ci développe moins d'efforts axiaux lors d'une simulation de préparation canalair que ses homologues non traités. Il convient de rester prudent quant à ces résultats étant donné les écarts-types non négligeables constatés lors des essais. Toutefois cette étude ouvre de nouvelles perspectives et sont présentées ci-dessous.

2.5 Conclusion et bilan

Les résultats présentés dans ce chapitre ont démontré l'existence de plusieurs leviers pour optimiser les performances mécaniques des instruments endodontiques. Parmi ces leviers, deux ont été retenus et ont alimenté les travaux de cette thématique de recherche : l'optimisation du matériau utilisé pour fabriquer les instruments et l'optimisation des traitements thermiques appliqués à ces instruments. Ainsi, après une première étude de conception et de recherche

de paramètres géométriques optimaux, des prototypes en AMF cuivreux monocristallins ont été réalisés et les différents tests expérimentaux conduits en pénétration-retrait et flexion-torsion ont montré que ce matériau peut apporter une innovation majeure dans le domaine de l'endodontie. Les différentes simulations numériques menées en parallèle de ces investigations expérimentales ont permis d'acquérir une expérience significative nécessaire à l'élaboration d'un outil numérique performant pour prédire le comportement mécanique de ces instruments en situation réelle. De même, l'étude des traitements thermiques a montré qu'ils peuvent jouer un rôle important pour améliorer les performances de ces instruments. Au bilan, l'ensemble de ces travaux ouvre de nouvelles perspectives qui permettront d'apporter de l'innovation et des progrès majeurs dans le domaine de l'endodontie. Ces perspectives seront présentées dans le dernier chapitre de ce mémoire.

Chapitre 3

Comportement dynamique et pouvoir amortissant des AMF

Sommaire

3.1	Contexte des travaux	56
3.1.1	Comportement dynamique des AMF et applications	56
3.1.2	Chronologie des travaux	56
3.2	Modélisation de la raideur et de l'amortissement	57
3.2.1	Module d'Young complexe	57
3.2.2	Raideur complexe	58
3.3	Comparaison du pouvoir amortissant de quatre nuances d'AMF	59
3.3.1	Protocole expérimental	59
3.3.2	Résultats et discussion	60
3.4	Comportement dynamique d'un ressort hélicoïdal en NiTi	69
3.4.1	Analyse expérimentale	69
3.4.2	Analyse numérique	71
3.4.3	Comportement dynamique du ressort et discussion	73
3.5	Comportement dynamique d'une plaque trouée en NiTi	74
3.5.1	Étude préliminaire statique	74
3.5.2	Réponse dynamique du disque et discussion	77
3.6	Conclusion et bilan	80

3.1 Contexte des travaux

3.1.1 Comportement dynamique des AMF et applications

La transformation martensitique est à l'origine du comportement superélastique des AMF. A l'échelle macroscopique, cette superélasticité se caractérise par des déformations réversibles pouvant atteindre 5 à 6% pour les alliages à base de Nickel et 10 à 12% pour certains alliages cuivreux. On observe également un transfert de chaleur comme l'ont notamment mis en évidence [Sittner et al. \(2005\)](#) dans ces travaux, mais aussi une perte de raideur apparente au voisinage du début de la transformation de phase directe et un phénomène d'hystérésis comme le montre un simple essai de traction cyclique (figures 3.3). Ces observations mettent en évidence le comportement thermomécanique non linéaire des AMF et leur caractère dissipatif. Ainsi, ils apparaissent comme d'excellents candidats en tant que matériaux intelligents pour réaliser à eux seuls des amortisseurs passifs, ne nécessitant donc pas d'apport en énergie particulier nécessaire à leur fonctionnement.

Il est aujourd'hui reconnu que les AMF possèdent un pouvoir amortissant supérieur aux autres matériaux structurels métalliques. Ce pouvoir amortissant particulier est dû aux frottements internes à l'échelle microscopique très élevés lors de la transformation martensitique ([Liu et al. \(1997\)](#)). Des premières études ce sont intéressées à caractériser l'amortissement de structures unidimensionnelles en AMF soumises à une sollicitation simple : des barres en tension ([Wolons et al. \(1998\)](#), [Inaudi and Kelly \(1994\)](#), [Dolce and Cardone \(2001b\)](#)), des arbres en torsion ([Dolce and Cardone \(2001a\)](#), [Seelecke \(2002\)](#)) ou encore des poutres en flexion ([Collet et al. \(2001\)](#)). D'autres études ce sont focalisées à caractériser le pouvoir amortissant de certaines structures tridimensionnelles comme des ressorts hélicoïdaux ou encore des rondelles Bellevilles ([Speicher et al. \(2009\)](#), [Mirzaeifar et al. \(2011\)](#)). C'est dans le domaine du génie civil où sont le plus utilisés les AMF en tant que structures antisismiques ([Bono and Tirelli \(1999\)](#) et [Tirelli et al. \(2000\)](#) et [Dolce et al. \(2001\)](#)) et quelques articles de synthèse font le bilan des avancées réalisées dans ce domaine ([Tabrizikahou et al. \(2022\)](#), [Jani et al. \(2014\)](#) et [Abavisani et al. \(2021\)](#)).

Au bilan, il apparaît que l'ensemble des travaux se concentre principalement sur des investigations expérimentales visant à caractériser le comportement dynamique et l'amortissement de structures en AMF plus ou moins complexes dédiées au contrôle passif dans le domaine du génie civil. Cette riche base de données expérimentale peut être enrichie par le développement d'outils numériques pour prédire le comportement dynamique de ces structures en fonction des sollicitations extérieures comme la fréquence, la température ou l'amplitude des vibrations, que ce soit d'un point de vue spectrométrie mécanique dynamique (DMA) ou analyse modale. Pour cela, une modélisation rigoureuse de la raideur apparente et de l'amortissement de l'AMF mis en oeuvre et des structures amortissantes conçues à partir de ces matériaux AMF est nécessaire. Cette modélisation peut être alimentée par une base de données expérimentale concernant les différentes déclinaisons d'AMF comme ceux à base NiTi ou ceux à base cuivre et être implémentée dans un code de calcul pour concevoir l'outil numérique en question.

3.1.2 Chronologie des travaux

J'ai commencé à travailler sur le comportement dynamique des AMF et l'optimisation de leur pouvoir amortissant lors de ma thèse ([Thiebaud \(2007\)](#), [Thiebaud et al. \(2007a\)](#)) à l'institut Femto-ST à Besançon sous la supervision de Christian LEXCELLENT. J'ai repris cette thématique en 2013 au gré des différents équipements que notre équipe de recherche a pu acquérir. Ainsi, je me suis intéressé dans un premier temps à caractériser le pouvoir amortissant d'un ressort hélicoïdal en NiTi superélastique ([Thiebaud and Ben Zineb \(2013\)](#), [Thiebaud and Ben Zineb \(2014\)](#)) via des essais expérimentaux. Cette première étude a permis de présenter une modélisation originale de la raideur apparente et de l'amortissement des structures à un degré de liberté basée sur la notion de raideur complexe. En 2018, l'équipe a pu investir dans une machine d'essais dynamique (DMA) couplée à une enceinte thermique, ce qui a permis d'augmenter l'activité de la thématique. Une étude expérimentale mettant à contribution ce nouvel équipement a ensuite

été menée pour comparer le pouvoir amortissant de quatre nuances d'AMF différentes. Plus récemment, un amortisseur conçu à partir d'un disque troué en NiTi a été étudié pour caractériser son pouvoir amortissant (Thiebaud and Ben Zineb (2023a), Thiebaud and Ben Zineb (2023b)). Dans ce chapitre, je vais faire la synthèse des ces différents travaux en commençant par ceux concernant les fils en AMF (approche matériau) puis ceux menés sur le ressort hélicoïdal en compression et le disque troué (approche structure).

3.2 Modélisation de la raideur et de l'amortissement

3.2.1 Module d'Young complexe

Le module d'Young complexe est un outil mathématique principalement destiné à caractériser le comportement dynamique ainsi que les propriétés amortissantes des matériaux viscoélastiques linéaires. Son formalisme basé sur la théorie endochronique de Valanis (Valanis (1971)) est détaillée dans l'annexe C de ce mémoire. Il est néanmoins possible de généraliser cet outil dans le cas des matériaux au comportement mécanique non linéaire. Le principe de cette généralisation repose sur la méthode de pseudo-linéarisation harmonique ou encore appelée balance harmonique qui consiste à remplacer la réponse non linéaire d'un matériau sous chargement harmonique par sa restriction sur l'harmonique de sollicitation. La mise en oeuvre de la balance harmonique nécessite de considérer deux hypothèses : (i) la non linéarité matérielle est unique et invariante dans le temps, et (ii) elle est stable et se comporte comme un filtre passe bas (filtrage). Une fois le régime transitoire achevé, la réponse en contrainte du matériau suivant une sollicitation harmonique en déformation ε de pulsation ω (et donc de période T) est une fonction périodique symétrique pouvant être décomposée en série de Fourier :

$$\sigma(t) = \sigma_0(\omega) + \sum_{n=1}^{+\infty} a_n(\omega)\cos(n\omega t) + b_n(\omega)\sin(n\omega t) \quad \text{et} \quad \varepsilon(t) = \varepsilon_m \sin(\omega t) \quad (1)$$

où les coefficients de Fourier sont donnés par :

$$\sigma_0(\omega) = \frac{\omega}{\pi} \int_0^T \sigma(t) dt, \quad a_n(\omega) = \frac{\omega}{\pi} \int_0^T \sigma(t) \cos(n\omega t) dt, \quad b_n(\omega) = \frac{\omega}{\pi} \int_0^T \sigma(t) \sin(n\omega t) dt \quad (2)$$

L'hypothèse de l'équivalent harmonique permet de substituer à la contrainte $\sigma(t)$, une contrainte équivalente composée uniquement du signal fondamental ($n = 1$) ou premier harmonique. Cette approximation de l'équivalent harmonique est également appelée approximation de Dulith (Arzelier and Peaucelle (1998)). Ainsi, l'expression de la contrainte $\sigma(t)$ devient :

$$\sigma(t) \simeq a_1(\omega)\cos(\omega t) + b_1(\omega)\sin(\omega t) \quad (3)$$

où les coefficients a_1 et b_1 ont pour expression :

$$a_1 = \frac{\omega}{\pi} \int_0^T \sigma(t) \cos(\omega t) dt, \quad b_1 = \frac{\omega}{\pi} \int_0^T \sigma(t) \sin(\omega t) dt \quad (4)$$

Ainsi, en introduisant l'expression de la sollicitation harmonique en déformation d'amplitude ε_m et de pulsation ω , on obtient :

$$\sigma(t) \simeq \left(\frac{\omega}{\pi \varepsilon_m} \int_0^T \sigma(t) \cos(\omega t) dt \right) \varepsilon_m \cos(\omega t) + \left(\frac{\omega}{\pi \varepsilon_m} \int_0^T \sigma(t) \sin(\omega t) dt \right) \varepsilon_m \sin(\omega t) \quad (5)$$

L'introduction des notations q_c et q_s données par les expressions 6, permet de réécrire la contrainte $\sigma(t)$ sous la forme de l'équation 7.

$$q_c(\varepsilon_m, \omega) = \frac{\omega}{\pi \varepsilon_m} \int_0^T \sigma(t) \cos(\omega t) dt, \quad q_s(\varepsilon_m, \omega) = \frac{\omega}{\pi \varepsilon_m} \int_0^T \sigma(t) \sin(\omega t) dt \quad (6)$$

$$\sigma(t) \simeq q_c(\varepsilon_m, \omega) \frac{1}{\omega} \dot{\varepsilon}(t) + q_s(\varepsilon_m, \omega) \varepsilon(t) \quad (7)$$

Finalement, la contrainte s'écrit :

$$\sigma(t) \simeq A_m(\varepsilon_m, \omega) \varepsilon_m \sin(\omega t + \Phi(\varepsilon, \omega)) \quad (8)$$

Avec :

$$A_m(\varepsilon_m, \omega) = \sqrt{q_c^2(\varepsilon_m, \omega) + q_s^2(\varepsilon_m, \omega)}, \quad \Phi(\varepsilon_m, \omega) = \arctan\left(\frac{q_c(\varepsilon_m, \omega)}{q_s(\varepsilon_m, \omega)}\right) \quad (9)$$

Ainsi, la contrainte σ approchée sur son premier harmonique est une sinusoïde de même fréquence. Cette approximation reste valable si les composantes d'ordres supérieurs sont négligeables, ce qui est le cas grâce à la seconde hypothèse. La contrainte complexe $\tilde{\sigma}$ est alors représentée par :

$$\tilde{\sigma}(\varepsilon_m, \omega) = A(\varepsilon_m, \omega) \varepsilon_m e^{i(\omega t + \Phi(\varepsilon_m, \omega))} \quad (10)$$

On définit alors le module d'Young complexe \bar{E} comme le rapport entre la contrainte complexe $\tilde{\sigma}$ et la déformation complexe $\tilde{\varepsilon}$:

$$\bar{E}(\varepsilon_m, \omega) = \frac{A(\varepsilon_m, \omega) \varepsilon_m e^{i(\omega t + \Phi(\varepsilon_m, \omega))}}{\varepsilon_m e^{i\omega t}} = A(\varepsilon_m, \omega) e^{i\Phi(\varepsilon_m, \omega)} \quad (11)$$

En écrivant le module d'Young complexe sous forme algébrique, on définit le module de stockage E et le facteur de perte η :

$$\bar{E}(\varepsilon_m, \omega) = E(\varepsilon_m, \omega) (1 + i\eta(\varepsilon_m, \omega)) \quad (12)$$

$$E(\varepsilon_m, \omega) = \frac{\omega}{\pi \varepsilon_m} \int_0^T \sigma(t) \sin(\omega t) dt \quad (13)$$

$$\eta(\varepsilon_m, \omega) = \tan(\Phi(\varepsilon_m, \omega)) = \frac{\int_0^T \sigma(t) \cos(\omega t) dt}{\int_0^T \sigma(t) \sin(\omega t) dt} \quad (14)$$

3.2.2 Raideur complexe

La modélisation de la raideur et de l'amortissement peut être généralisée aux structures ayant une réponse non linéaires à un degré de liberté en translation. On parle alors dans ce cas de raideur complexe, qui lie le déplacement de sollicitation à l'effort résultant. Considérons une structure sollicitée par un déplacement harmonique d'amplitude u_m et de pulsation ω . La réponse en effort F de cette structure est une fonction périodique symétrique pouvant être décomposée en série de Fourier :

$$F(t) = F_0(\omega) + \sum_{n=1}^{+\infty} c_n(\omega) \cos(n\omega t) + d_n(\omega) \sin(n\omega t) \quad (15)$$

où les coefficients de Fourier sont donnés par :

$$F_0(\omega) = \frac{\omega}{\pi} \int_0^T F(t) dt, \quad c_n(\omega) = \frac{\omega}{\pi} \int_0^T F(t) \cos(n\omega t) dt, \quad d_n(\omega) = \frac{\omega}{\pi} \int_0^T F(t) \sin(n\omega t) dt \quad (16)$$

En utilisant de nouveau l'hypothèse de l'équivalent harmonique, il est possible de substituer à l'effort résultant F , un effort équivalent composé uniquement du signal fondamental. Ainsi, l'expression de l'effort résultant F devient :

$$F(t) \simeq c_1(\omega)\cos(\omega t) + d_1(\omega)\sin(\omega t) \quad (17)$$

En conduisant les calculs exactement de la même manière que pour le module d'Young complexe, on exprime l'effort résultant complexe \tilde{F} par la relation suivante :

$$\tilde{F}(u_m, \omega) = B(u_m, \omega)u_m e^{i(\omega t + \Psi(u_m, \omega))} \quad (18)$$

On définit alors la raideur complexe \bar{K} comme le rapport entre l'effort résultant complexe \tilde{F} et le déplacement harmonique complexe \tilde{u} :

$$\bar{K}(u_m, \omega) = \frac{B(u_m, \omega)u_m e^{i(\omega t + \Psi(u_m, \omega))}}{u_m e^{i\omega t}} = B(u_m, \omega)e^{i\Psi(u_m, \omega)} \quad (19)$$

Sous forme algébrique, on définit le module de stockage K et le facteur de perte η :

$$\bar{K}(u_m, \omega) = K(u_m, \omega) (1 + i\eta(u_m, \omega)) \quad (20)$$

$$K(u_m, \omega) = \frac{\omega}{\pi u_m} \int_0^T F(t)\sin(\omega t)dt \quad (21)$$

$$\eta(u_m, \omega) = \tan(\Psi(u_m, \omega)) = \frac{\int_0^T F(t)\cos(\omega t)dt}{\int_0^T F(t)\sin(\omega t)dt} \quad (22)$$

3.3 Comparaison du pouvoir amortissant de quatre nuances d'AMF

3.3.1 Protocole expérimental

L'étude porte sur quatre nuances d'AMF différentes : NiTi, CuAlBe, CuZnAl et CuZnNi fournis par la société Nimesis[©]. Il sont présentés sous forme de fils de diamètre 0.8 mm. L'objectif de cette étude menée expérimentalement par spectrométrie mécanique dynamique (DMA) est de comparer le pouvoir amortissant de ces quatre nuances d'AMF en fonction de certains paramètres physiques comme l'amplitude, la fréquence ou encore la température. Pour cela, plusieurs séries de tests sont menés et détaillés ci-après :

1. essai de traction destructif : identification du plateau de transformation martensitique direct et de la déformation de transformation maximale,
2. essai de traction cyclique : mise en évidence de la boucle d'hystérésis complète,
3. éduction : essais de traction sur 50 cycles consécutifs pour stabiliser le comportement thermomécanique de l'AMF,
4. influence de la température : mise en évidence de l'influence de la température sur le comportement statique de l'AMF,
5. essais cycliques dynamiques : étude de l'influence de l'amplitude de déformation, la température et la fréquence,
6. post-traitement : calcul de la raideur et de l'amortissement par une approche de type module d'Young complexe en fonction de l'amplitude de déformation, la température et la fréquence.

La machine d'essais utilisée est une machine de traction dynamique Zwick/Roell[©] d'une capacité de charge de 1 kN et dont la gamme de fréquences théorique est de 100 Hz (figure 3.1). La déformation longitudinale est mesurée via le déplacement de la traverse mobile. Cette machine est couplée avec une enceinte thermique dont la gamme en températures s'étend de -80 °C à 250 °C. Les températures chaudes sont produites par des résistances chauffantes et les températures froides par cryogénie. A l'époque de ces essais, la machine n'était pas encore équipée de cette unité cryogénique et seules les températures chaudes ont été étudiées.

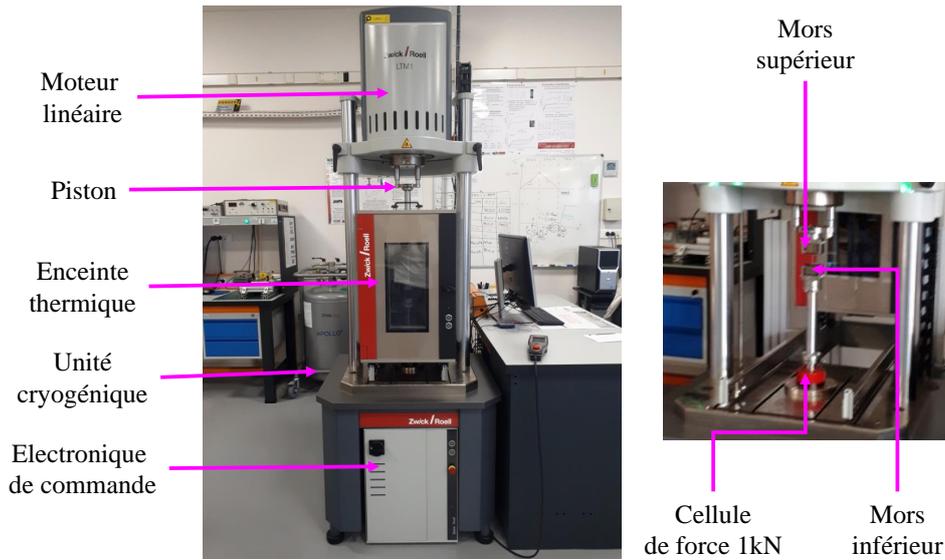


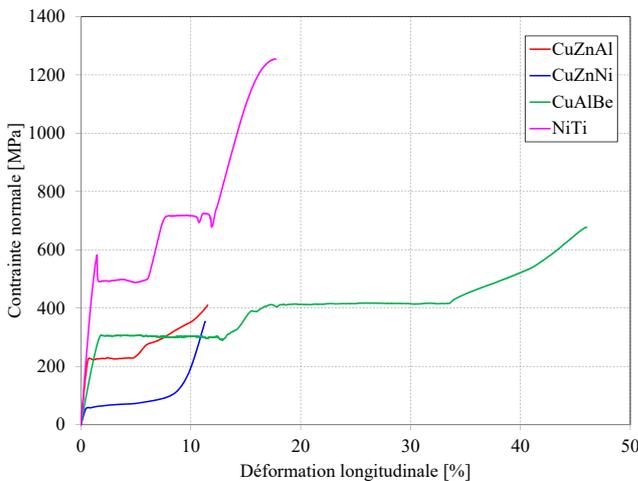
FIGURE 3.1 – Machine d'essais dynamiques Zwick/Roell[®] LTM1 et son enceinte thermique.

3.3.2 Résultats et discussion

Essais de traction destructifs

Des essais de traction ont été menés sur chaque nuance d'AMF afin d'identifier leurs limites d'utilisation en terme de contrainte et de déformation. Les essais ont été réalisés à la température ambiante de 21 °C et à une vitesse de déformation quasi-statique : 0.001 /s. L'évolution de la contrainte normale en fonction de la déformation longitudinale est donnée sur la figure 3.2(a). La contrainte de début de transformation direct σ_{AM}^s , la contrainte de fin de transformation inverse σ_{AM}^f , la contrainte de rupture σ_r et la déformation de transformation maximale sont indiquées dans le tableau de la figure 3.2(b).

Ces premiers essais de traction destructifs indiquent le niveau de déformation pour lequel on atteint une boucle d'hystérésis complète. C'est l'ordre de grandeur de la déformation maximale qui sera atteinte pour les essais dynamiques.



AMF	σ_{AM}^s [MPa]	σ_{AM}^f [MPa]	σ_r [MPa]	ε_{tr}^{max} [%]
CuZnAl	225	235	410	4.56
CuZnNi	56	118	353	8.72
CuAlBe	305	321	677	12.05
NiTi	490	522	1254	5.16

(a)

(b)

FIGURE 3.2 – Essais de traction destructifs sur les quatre nuances d'AMF (a) et identification des paramètres matériau caractéristiques (b).

Essais de cyclage : stabilisation du comportement mécanique

Les AMF ont la particularité d'être sensibles au phénomène de cyclage et l'expérience montre qu'ils atteignent un comportement mécanique stabilisé à partir d'un certain nombre de cycles (Moumni et al. (2009)). Ainsi, il est nécessaire que l'AMF soit stabilisé au niveau de son comportement mécanique avant d'être utilisé dans le cadre d'une campagne d'essais dynamiques. Pour cela, les quatre nuances d'AMF sont conditionnées : ils sont soumis à un chargement de 50 cycles successifs à amplitude de déformation constante égale à la déformation de transformation maximale. On observe une stabilisation du comportement mécanique à partir de 45-50 cycles. Tous ces essais d'éducation ont été réalisés à la température ambiante de 21 °C et à une vitesse de chargement quasi-statique : 0.001 /sec. Les figures 3.3(a) à 3.3(d) représentent le premier et le dernier cycle (cycle 50) pour chaque nuance d'AMF dans le plan contrainte normale/déformation longitudinale.

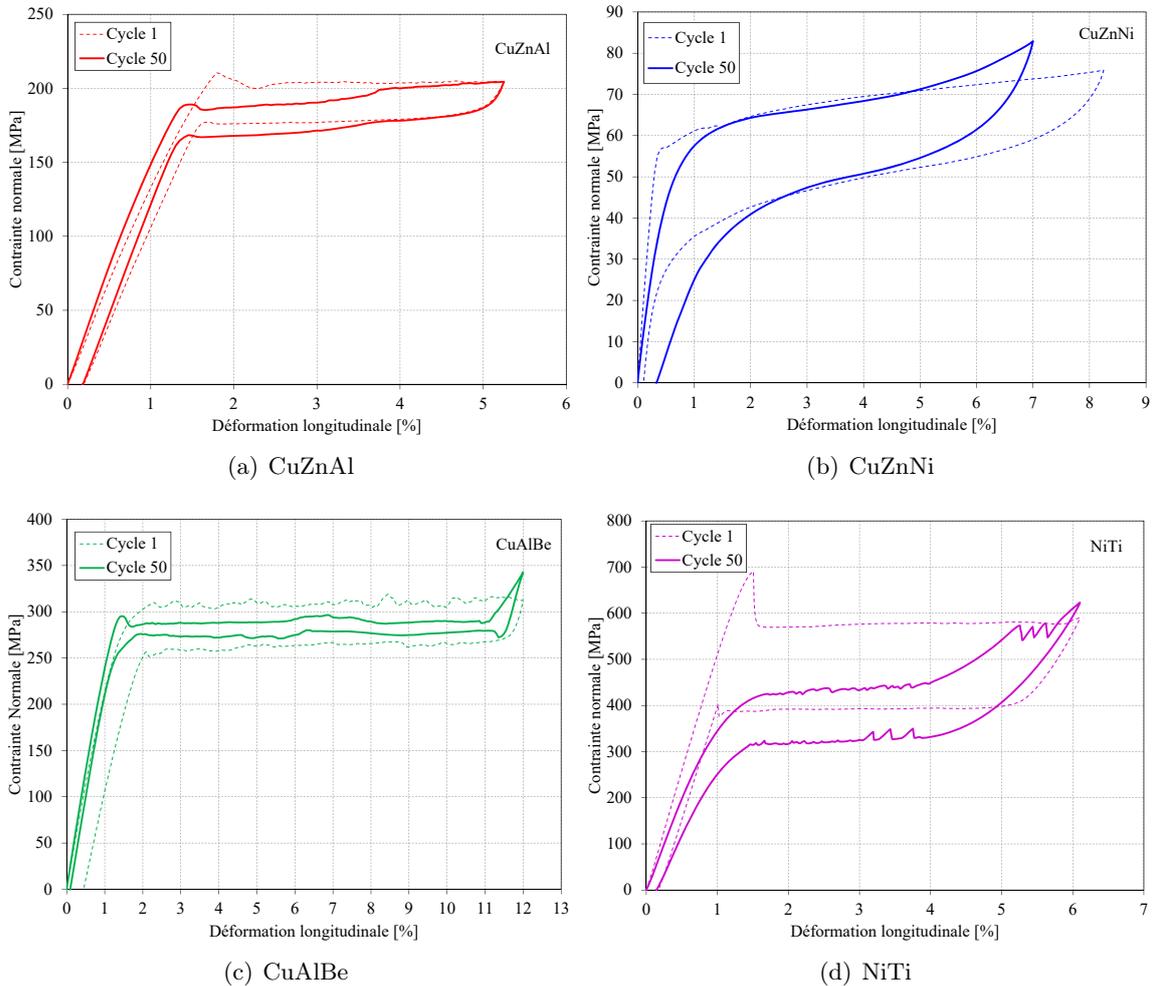


FIGURE 3.3 – Essais de cyclage en boucle complète. Représentation du premier et du cinquantième cycle.

C'est l'AMF de type NiTi qui est plus influencé par l'effet du cyclage (figure 3.3(d)). En effet, les contraintes seuils de transformation martensitique ont fortement diminué de même que la taille de l'hystérésis et la déformation de transformation maximale. Ainsi, la stabilisation du comportement mécanique de l'AMF NiTi diminue son caractère dissipatif et donc son pouvoir amortissant. On remarque également la suppression du phénomène de localisation en début de transformation directe mais l'apparition de ces phénomènes en fin de transformation directe. En revanche, la raideur apparente dans la zone de transformation martensitique reste inchangée. L'influence du cyclage est moins marquée mais tout de même non négligeable pour l'AMF de type

CuZnNi (figure 3.3(b))) ou la principale différence se situe au niveau de la taille de l'hystérésis et de la déformation de transformation maximale qui ont diminué. Enfin, l'influence du cyclage est relativement réduit pour les deux autres nuances d'AMF cuivreux : CuZnAl (figure 3.3(a)) et CuAlBe (figure 3.3(c)). Une très forte diminution de la taille de l'hystérésis pour l'AMF de type CuAlBe est remarquée à l'issue du cyclage.

Essais de traction à différentes températures

En raison de leur fort couplage thermo-mécanique, le comportement superélastique des AMF est fortement influencé par la température de travail. De nombreuses études réalisées sur différentes nuances d'AMF montrent qu'une augmentation de la température de travail augmente les contraintes seuil de transformation martensitique et décale vers le haut la boucle d'hystérésis superélastique (Shaw and Kyriakides (1995), Bouvet et al. (2004)). Ainsi, des essais de traction sur les quatre nuances d'AMF étudiés ici sont réalisés à trois températures différentes : 21, 50 et 80 °C et à une vitesse de déformation quasi-statique : 0.001 /s. La figure 3.4 illustre la réponse de chaque nuance dans le plan contrainte/déformation. On remarque que la boucle d'hystérésis est décalée vers le haut avec l'augmentation de la température, ce qui confirme les résultats de la littérature. On remarque également une très forte augmentation de la taille d'hystérésis du CuAlBe à 80 °C, ce qui est a priori très intéressant d'un point de vue amortissement.

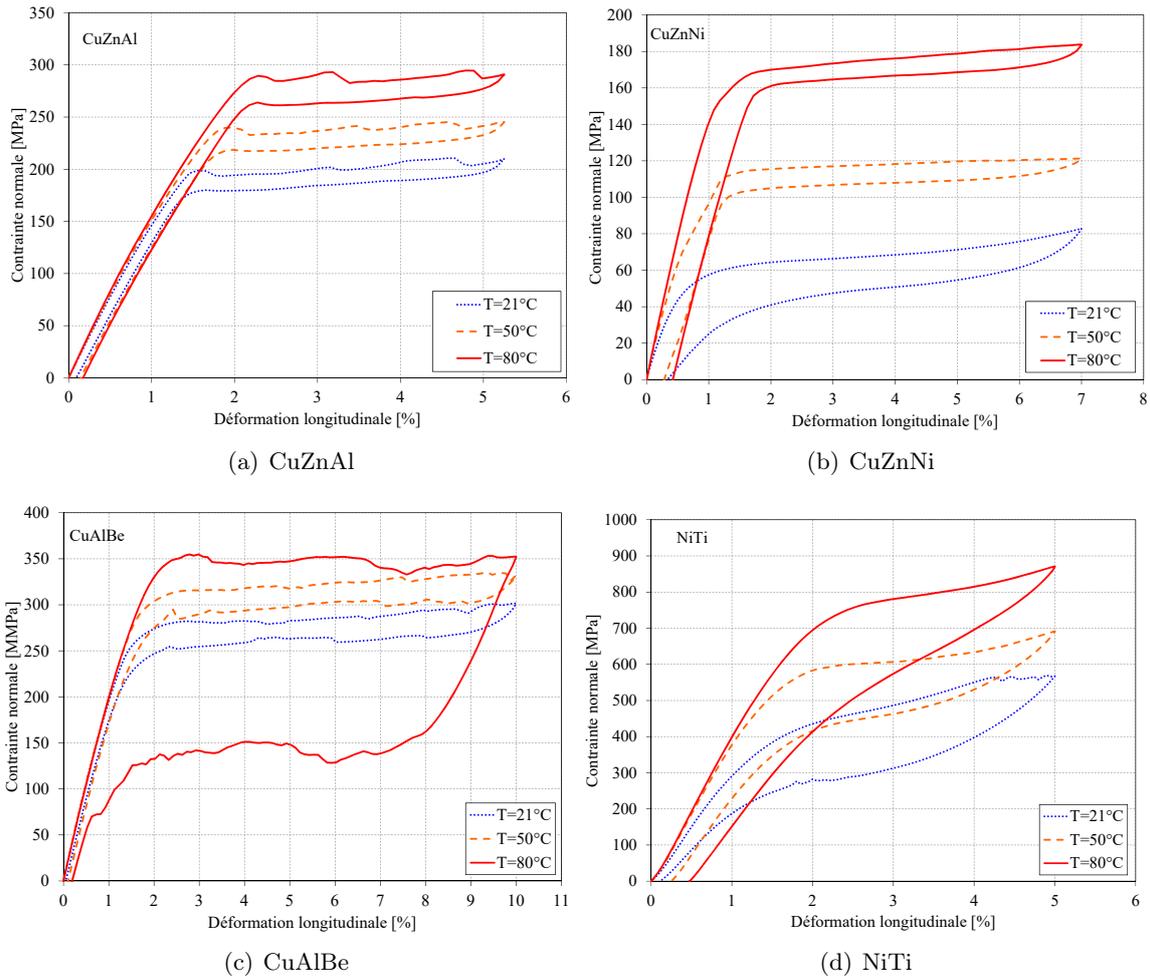


FIGURE 3.4 – Influence de la température de travail sur le comportement superélastique des quatre nuances d'AMF.

Essais dynamiques

Les essais dynamiques sont paramétrés de la manière suivante : pour une température et une fréquence donnée, une sollicitation dynamique croissante en déformation est imposée sur le fil en AMF. L'amplitude de la déformation varie de 0.5% jusqu'à la déformation de traction maximale par pas de 0.5%. Cinq cycles sont réalisés par niveaux de déformation et seul le cinquième cycle est sauvegardé pour la phase de post-traitement (figure 3.5). La procédure est répétée pour trois niveaux de fréquence : 0.25, 1 et 5 Hz et trois températures de travail : 21, 50 et 80 °C, ce qui représente neuf essais par nuance d'AMF, soit 36 essais en tout. A noter qu'une éprouvette (fil) est utilisée pour une température et une fréquence donnée, ce qui au bilan représente neuf éprouvettes utilisées par nuance d'AMF.

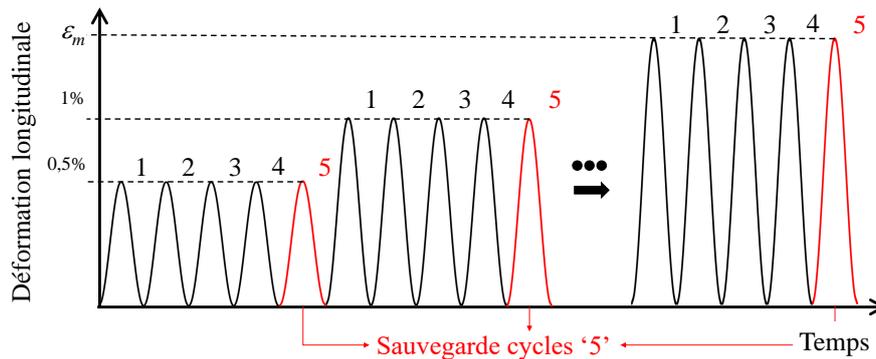


FIGURE 3.5 – Sollicitation en déformation à amplitude variable pour une fréquence donnée et une température de travail de 21 °C.

Les graphiques de la figure 3.6 représentent pour une fréquence de 1 Hz et une température de travail de 21 °C, le cinquième cycle pour chaque niveau de déformation imposée, pour les quatre nuances d'AMF. L'amplitude de déformation maximale (ϵ_m) atteinte est de 5.5% pour le CuZnAl et le CuZnNi, ce qui représente 55 cycles en tout. Elle est de 10% pour le CuAlBe soit 100 cycles et 5% pour le NiTi, soit 50 cycles. On peut remarquer l'apparition d'une déformation rémanente en fin de cycle pour les AMF de type CuZnNi et NiTi.

Pour chaque cycle sauvegardé, le module de stockage (équation 21) et le facteur de perte (équation 22) sont calculés via une routine Matlab[®]. L'évolution de ces deux paramètres en fonction de l'amplitude de déformation d'un cycle est représentée respectivement sur les figures 3.7 et 3.8. La colonne de gauche représente l'évolution d'un paramètre à la température de 21 °C pour les trois niveaux de fréquence : 0.25, 1 et 5 Hz. Sur la colonne de droite, c'est l'inverse : on représente l'évolution d'un paramètre à la fréquence de 1 Hz pour les trois niveaux de température : 21, 50 et 80 °C.

D'une manière générale, on remarque que le module de stockage des quatre nuances d'AMF diminue avec l'augmentation de l'amplitude des vibrations. Ce phénomène s'explique par l'apparition de la baisse de raideur apparente de l'AMF due à la transformation martensitique. De même, le facteur de perte est croissant avec l'amplitude des vibrations pour le CuAlBe, le CuZnAl et le NiTi. En effet, dans l'intervalle d'amplitude de déformation considéré, la taille d'hystérésis et donc le pouvoir amortissant de l'AMF augmente avec l'amplitude des vibrations. Il n'y a que pour le CuZnNi où le facteur de perte reste globalement constant. La fréquence n'a pas d'influence sur le module de stockage pour chaque nuance d'AMF, en revanche, elle est plus significative sur le facteur de perte : son augmentation a tendance à diminuer la taille de l'hystérésis, donc le caractère dissipatif de l'AMF et finalement son pouvoir amortissant. On

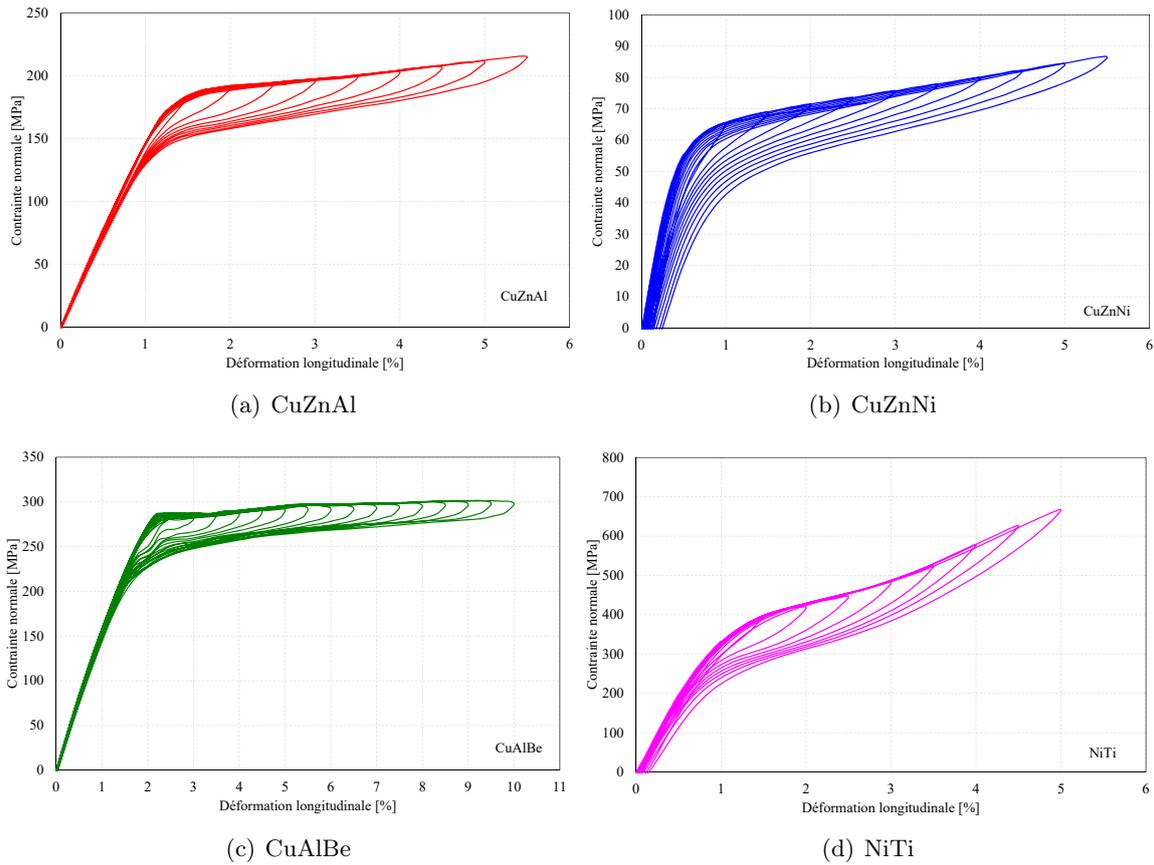


FIGURE 3.6 – Réponse des quatre nuances d’AMF à une sollicitation dynamique suivant une amplitude de déformation variable pour une fréquence de 1 Hz et une température de travail de 21 °C.

remarque ainsi que pour des amplitudes de vibration faibles, où la transformation martensitique n’est pas activée, la fréquence n’a pas d’influence sur le facteur de perte, ce qui est logique vu que l’AMF se comporte comme un matériau élastique dans ce cas-ci, mais à partir d’un certain seuil d’amplitude des vibrations, une augmentation de la fréquence entraîne une diminution du facteur de perte et cette différence a même tendance à s’accroître avec l’amplitude des vibrations. Une augmentation de la température de travail permet d’augmenter les contraintes de transformation martensitique, donc la raideur apparente de l’AMF. En conséquence, on observe une augmentation du module de stockage et une diminution du facteur de perte avec la température de travail. A noter que l’hystérésis du CuAlBe augmente considérablement à 80 °C, ce qui entraîne une augmentation importante du facteur de perte par rapport aux deux autres températures (figure 3.8(f)).

En résumé, un amortisseur passif conçu pour une application de génie civil à partir d’une de ces quatre nuances d’AMF, serait plus performant dans les régions tempérées voire froide du monde. De plus, cet amortisseur présenterait globalement le même niveau de performances quelque soit le niveau de fréquence des ondes sismiques, généralement compris entre 0.1 et 20 Hz. En revanche, pour des amplitudes sismiques relativement faibles, l’AMF pourrait rester dans son état austénitique et travailler uniquement en élasticité, ce qui le rendrait finalement inutile. Un moyen de s’assurer que l’AMF travaille en superélasticité lors d’une sollicitation vibratoire est de le précontraindre au niveau du plateau de transformation, généralement au milieu du plateau de transformation et de le laisser vibrer autour de ce point d’équilibre.

3.3 Comparaison du pouvoir amortissant de quatre nuances d'AMF

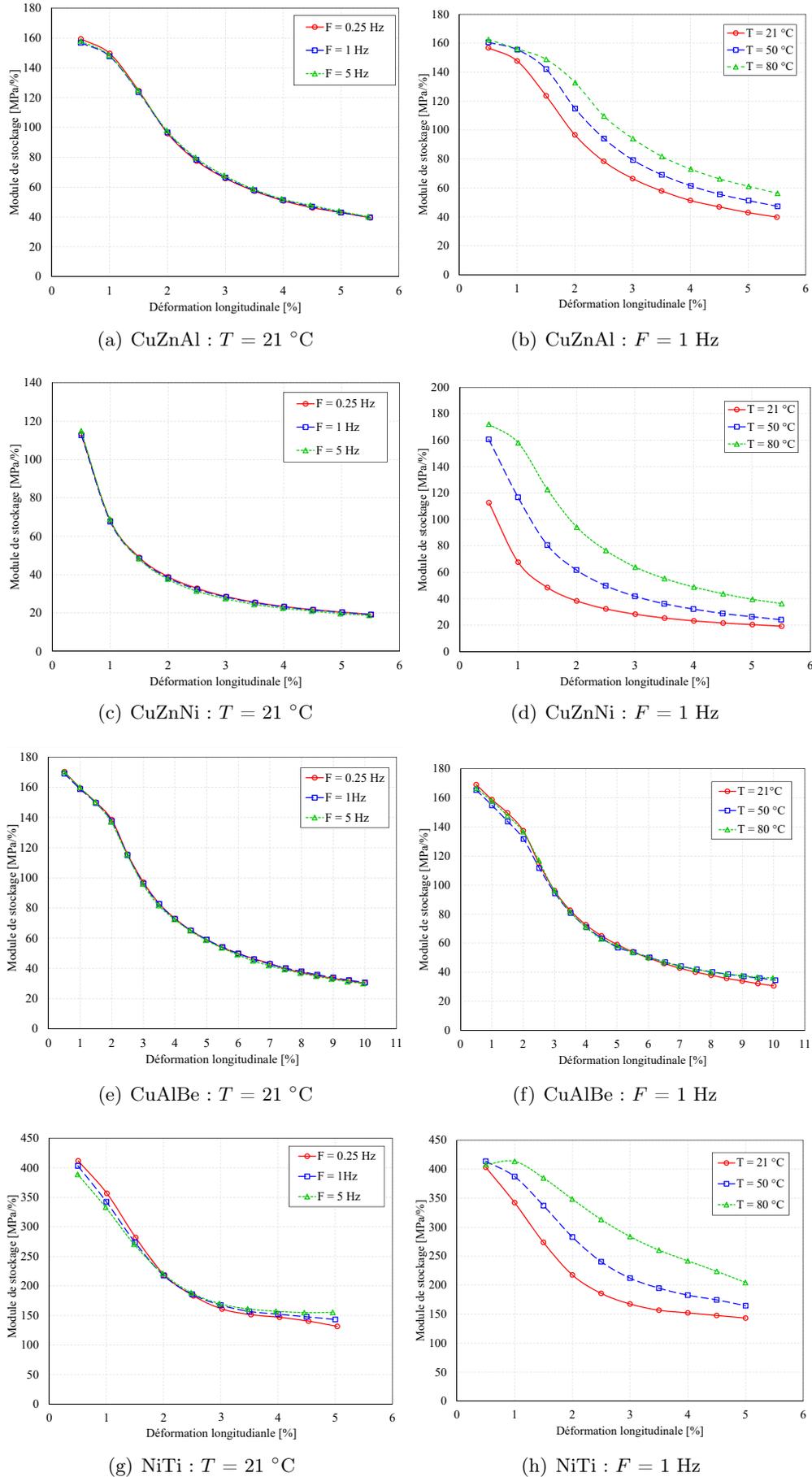


FIGURE 3.7 – Module de stockage des quatre nuances d'AMF en fonction de l'amplitude de déformation pour une fréquence et une température donnée.

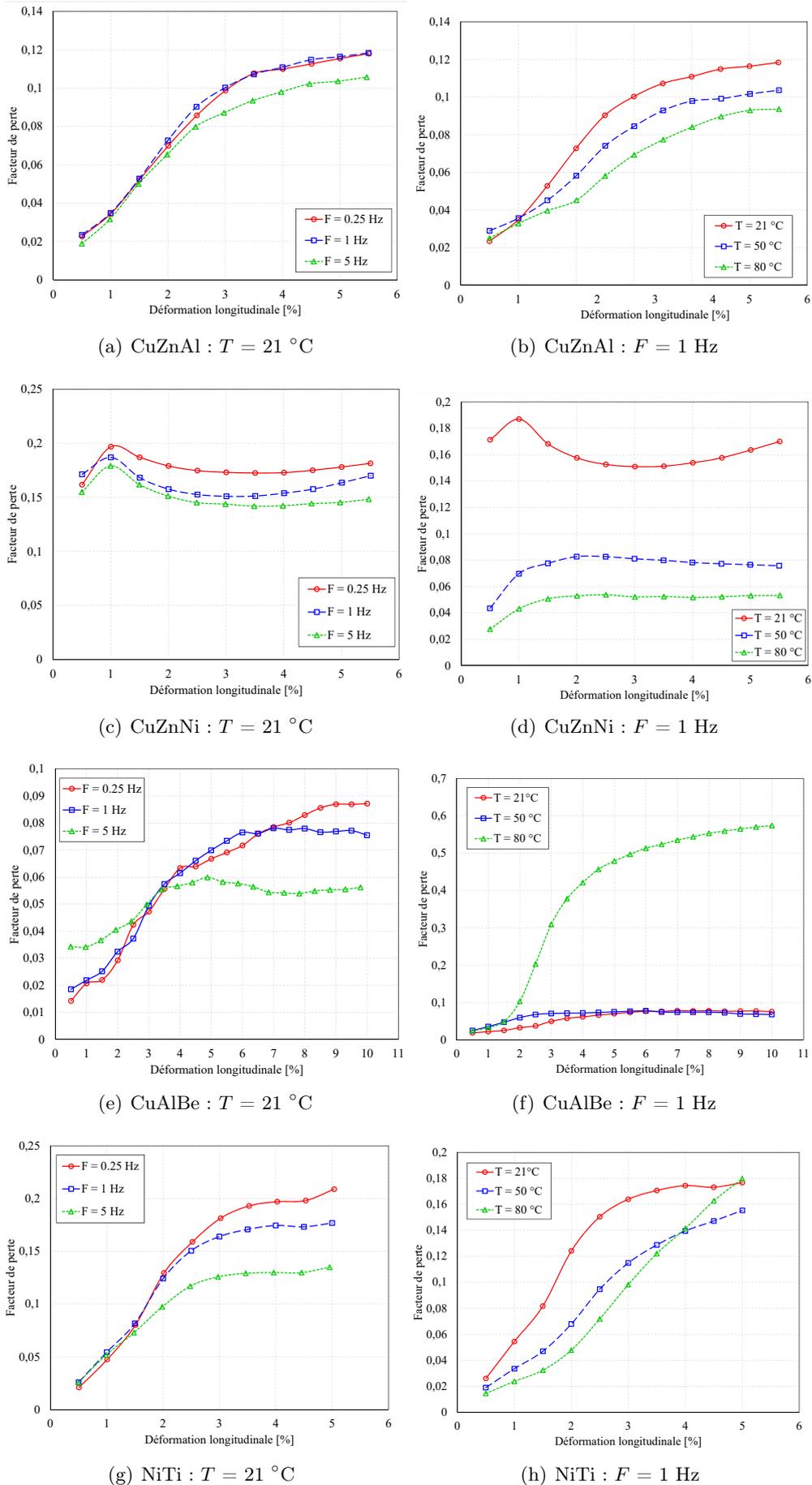


FIGURE 3.8 – Facteur de perte des quatre nuances d’AMF en fonction de l’amplitude de déformation pour une fréquence et une température donnée.

3.3 Comparaison du pouvoir amortissant de quatre nuances d'AMF

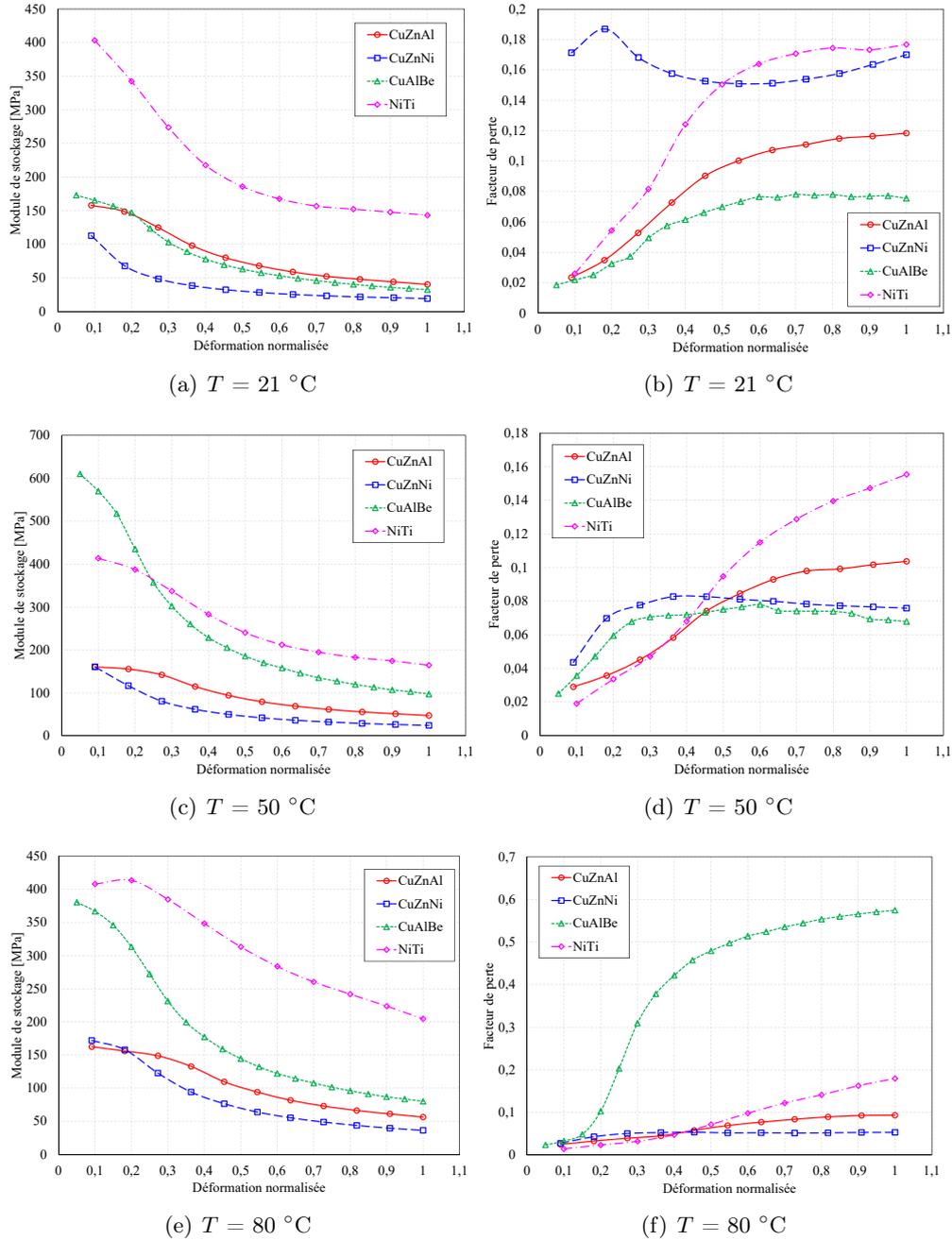


FIGURE 3.9 – Comparaison du pouvoir amortissant des quatre nuances d'AMF (fréquence : 1 Hz).

Il est maintenant intéressant de comparer entre eux les performances des quatre AMF étudiés au niveau de leur pouvoir amortissant. Pour cela, on représente sur la figure 3.9 l'évolution du module de stockage et du facteur de perte en fonction d'une 'déformation normalisée' définie comme étant le rapport entre la déformation longitudinale et la déformation maximale. Seuls les résultats obtenus pour la fréquence de 1 Hz sont présentés ici.

A la température ambiante de 21 °C, les AMF cuivreux présentent un module de stockage similaire tandis que celui du NiTi est deux à trois fois plus important, ce qui confirme le fait que les AMF cuivreux sont plus flexibles que leurs homologues en NiTi. Pour le facteur de perte, le CuZnNi affiche le même niveau de performance que le NiTi au delà de 40% de déformation normalisée tandis que les autres AMF cuivreux sont plus en retrait. Pour les déformations normalisées inférieures à 40%, le CuZnNi conserve son niveau de performance, tandis que les autres AMF ont une capacité amortissante particulièrement réduite. A 50 °C, La différence au

21 °C					
	η_{max}	rang	ε_{trac}^{max} [%]	$I \times 100$	rang
CuZnAl	0.118	3	5.5	65	4
CuZnNi	0.169	2	7	118	1
CuAlBe	0.075	4	10	75	3
NiTi	0.176	1	5	88	2
50 °C					
	η_{max}	rang	ε_{trac}^{max} [%]	$I \times 100$	rang
CuZnAl	0.103	2	5.5	57	3
CuZnNi	0.076	3	7	53	4
CuAlBe	0.069	4	10	69	2
NiTi	0.155	1	5	78	1
80 °C					
	η_{max}	rang	ε_{trac}^{max} [%]	$I \times 100$	rang
CuZnAl	0.093	3	5.5	51	3
CuZnNi	0.053	4	7	37	4
CuAlBe	0.574	1	10	574	1
NiTi	0.179	2	5	90	2

TABLE 3.1 – Comparaison des performances amortissantes des quatre nuances d'AMF en fonction du facteur de perte η et de l'indice de performance I prenant en compte la déformation de transformation maximale de chaque nuance d'AMF.

niveau du module de stockage est plus faible mais c'est toujours le NiTi qui affiche le niveau de performance le plus élevé suivi par le CuAlBe qui se détache des deux autres AMF cuivreux. C'est également le cas pour le facteur de perte pour un niveau déformation normalisé supérieur à 40%. En dessous de 40%, ce sont le CuZnNi et le CuAlBe qui affichent les meilleures performances. La même conclusion peut être énoncée à 80 °C sauf au niveau du facteur du perte, dominé par le CuAlBe étant donné l'augmentation importante de son hystérésis à cette température.

En résumé, si les résultats à 80 °C méritent sans doute quelques approfondissements notamment pour le CuAlBe, on peut affirmer que le NiTi présente les meilleures performances en terme d'amortissement par rapport à ses homologues cuivreux. Viendront ensuite le CuZnNi, le CuZnAl puis enfin le CuAlBe (table 3.1). Il est toutefois important de garder à l'esprit que ces quatre nuances d'AMF ne présentent pas la même capacité de déformation de transformation maximale. Ainsi, le CuAlBe admet une déformation de transformation maximale de 10%, le CuZnNi : 7%, le CuZnAl : 5.5 % et le NiTi : 5%. Par température, on peut donc classer les AMF en fonction de leur facteur de perte maximal η_{max} mais aussi en fonction d'un indice de performance I défini par le produit entre le facteur de perte maximal η_{max} et la déformation de transformation maximale ε_{trac}^{max} (equation 23).

$$I = \eta_{max} \cdot \varepsilon_{trac}^{max} \quad (23)$$

En moyenne, toutes températures confondues, c'est le NiTi qui affiche les meilleures performances suivi du CuAlBe, du CuZnNi et enfin du CuZnAl si on tient compte seulement du facteur de perte maximal. Si maintenant on tient compte de l'indice de performance I , le NiTi est toujours le plus performant, suivi du CuZnAl, du CuAlBe et enfin du CuZnNi. En conclusion générale, c'est l'AMF de type NiTi qui présente les meilleures garanties pour être utilisé en tant que matériau AMF amortissant.

3.4 Comportement dynamique d'un ressort hélicoïdal en NiTi

Dans cette étude, nous nous sommes intéressés à caractériser la réponse dynamique d'un ressort hélicoïdal superélastique en compression (amortisseur à un degré de liberté en translation). Historiquement, il s'agit de la première étude réalisée dans le cadre de cette thématique (2013). A l'époque, nos moyens expérimentaux étaient limités à une machine de traction statique de 100 kN sans enceinte thermique. En toute rigueur, on devrait plutôt parler de caractérisation pseudo-dynamique voire quasi-statique étant donné les faibles vitesses de sollicitation mises en jeu. L'objectif de cette première étude était de démarrer la thématique au sein de l'équipe et d'utiliser l'outil raideur complexe après en avoir présenté les tenants et les aboutissants. Un volet simulation numérique a également été réalisé pour tester les performances du modèle de Chemisky (2009) et Duval (2009) sur un nouveau cas d'étude. Ces travaux ont été valorisés dans le cadre d'une communication au Congrès Français de Mécanique en 2013 (Thiebaud and Ben Zineb (2013)) ainsi qu'une publication dans le journal 'Mechanics and Industry' en 2014 (Thiebaud and Ben Zineb (2014)).

3.4.1 Analyse expérimentale

Protocole expérimental

Le ressort hélicoïdal est réalisé à partir d'une barre de NiTi superélastique d'un diamètre de 12 mm. Après mise en forme, le ressort présente cinq spires réparties sur une longueur de 150 mm pour un diamètre primitif de 40 mm (figure 3.10(a)). Le fournisseur n'indique aucune donnée sur le matériau mais précise toutefois qu'un traitement thermique a été réalisé sur le ressort après l'étape de mise en forme permettant de lui conférer ses propriétés superélastiques.

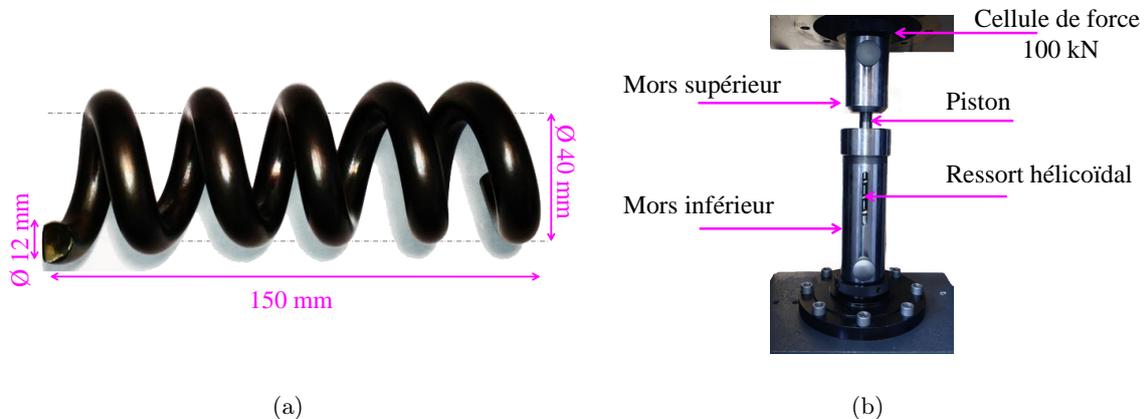


FIGURE 3.10 – Géométrie du ressort en NiTi (a) montage dans la machine de traction (b) (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2014)).

La machine d'essais utilisée est une machine de traction électromécanique Zwick/Roell[©] statique, d'une capacité de 100 kN. Un outillage spécifique a été réalisé pour permettre d'adapter le ressort dans la machine de traction tout en garantissant la sécurité de l'opérateur. Cet outillage permet au ressort de travailler en compression et la machine en traction (figure 3.10(b)). Les essais ont tous été réalisés à la température ambiante de 21 °C et sont les suivants :

1. essais de compression à différentes amplitudes de déplacement,
2. essais de compression sur plusieurs cycles consécutifs : influence du nombre de cycles,
3. essais de compression à différentes vitesses de sollicitation : influence de la vitesse de chargement.

Résultats

La figure 3.11 représente l'évolution de la force de réaction du ressort en fonction du déplacement du piston (mors supérieur). Au total, 28 cycles de charge-décharge ont été réalisés pour des amplitudes en déplacement comprises entre 2.5 et 70 mm, par pas de 2.5 mm, et à la vitesse de 0.5 mm/s. Le comportement mécanique observé est non linéaire superélastique avec hystérésis : ce ressort est donc bien adapté pour jouer le rôle d'amortisseur passif étant donné qu'il présente à la fois des caractéristiques de raideur et de dissipation d'énergie.

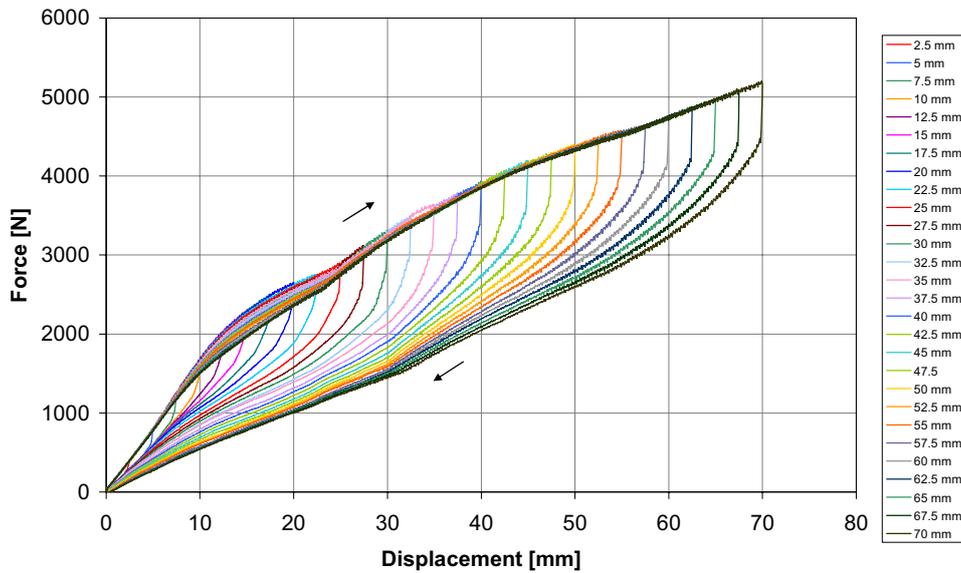


FIGURE 3.11 – Essais de compression du ressort à différentes amplitudes de déplacement (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2014)).

Afin d'étudier l'influence du phénomène de cyclage sur le ressort, 30 cycles de compression ont été réalisés à trois niveaux d'amplitude différents : 17.5, 30 et 57.5 mm, soit 90 cycles en tout. Tous les cycles ont été menés à la vitesse de 0.5 mm/s. La figure 3.12(a) représente l'ensemble de ces 90 cycles répartis sur les trois niveaux d'amplitude. On peut remarquer que le ressort présente un comportement mécanique stabilisé quel que soit le niveau d'amplitude et que le cyclage n'a pas d'influence sur sa réponse mécanique.

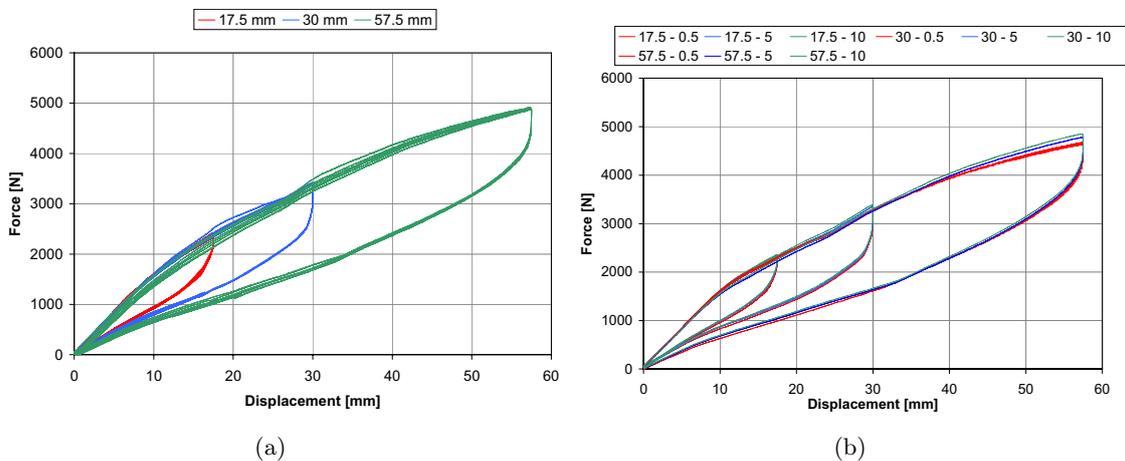


FIGURE 3.12 – Influence du cyclage sur le ressort (a) et influence de la vitesse de charge (b) (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2014)).

De même, l'influence de la vitesse de charge est étudiée en fonction de l'amplitude du cycle. Pour trois niveaux d'amplitude de cycle : 17.5, 30 et 57.5 mm, trois essais cycliques sont réalisés à trois vitesses différentes : 0.5, 5 et 10 mm/s, soit la capacité maximale de la machine. Rapportées à la longueur à vide du ressort (150 mm), ces vitesses linéaires correspondent respectivement à des vitesses de déformation égales à 0.0033, 0.033 et 0.067 /s. La réponse du ressort chargé à ces différentes vitesses est illustrée sur la figure 3.12(b). Il apparait que la vitesse de charge n'a pas d'influence sur la réponse mécanique du ressort. En effet, de part sa géométrie et sa surface de contact avec le milieu extérieur, le ressort évacue facilement la chaleur produite lors de la transformation de phase. Ce résultat mérite toutefois une étude à des vitesses de charge plus élevées, donc avec une autre machine d'essais.

3.4.2 Analyse numérique

Modélisation numérique

Une modélisation numérique sur Abaqus[®] du ressort en compression (figure 3.13(a)) est proposée pour notamment examiner les grandeurs locales telles que la contrainte équivalente de von Mises et la fraction volumique de martensite. L'outillage est modélisé par un plateau supérieur mobile sur lequel est imposé la condition de déplacement, un plateau inférieur fixe et un axe de guidage également fixe, tous infiniment rigides. Le comportement mécanique du NiTi constituant le ressort est modélisé par le modèle phénoménologique macroscopique des AMF développé par Chemisky (2009) et Duval (2009) et implémenté via une routine UMAT dans Abaqus[®]. Pour rappel, le modèle utilisé est synthétisé dans l'annexe A et détaillé dans l'article de Chemisky et al. (2011). Les paramètres matériaux utilisés ont été repris de l'étude de Speicher et al. (2009) puis optimisés pour que la réponse numérique en compression du ressort corresponde au mieux à la réponse expérimentale. Ces paramètres optimisés sont indiqués dans le tableau de la figure 3.13. Le ressort généré de manière paramétrée via Catia V5[®] est maillé avec 3051 éléments solides hexahédriques à intégration réduite de type C3D8R à interpolation linéaire, soit 10 809 degrés de libertés. Une condition de pénalisation sans frottement permet de modéliser le contact entre l'outillage et le ressort. Le problème de mécanique numérique est résolu à l'aide d'un schéma d'intégration implicite mettant en oeuvre la méthode de Newton-Raphson.

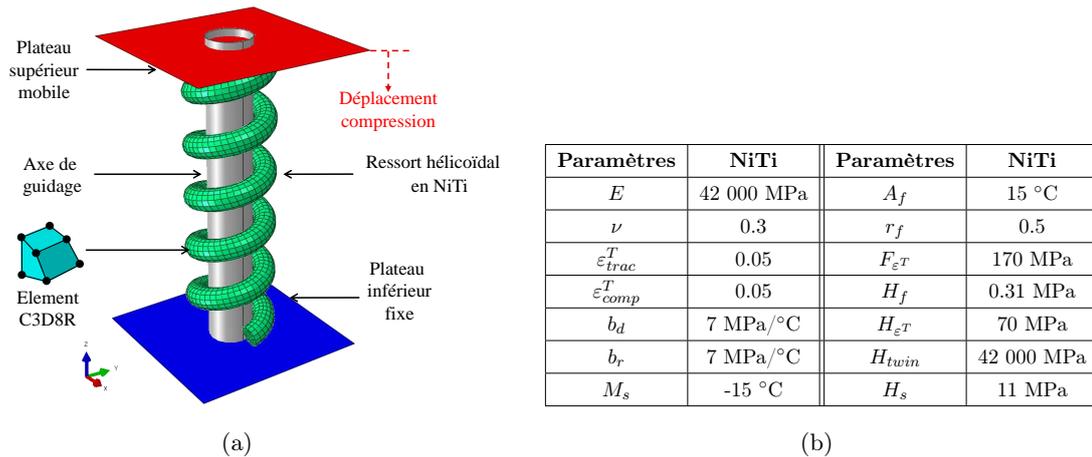


FIGURE 3.13 – Modèle numérique de compression cyclique du ressort en NiTi (a) et paramètres matériaux utilisés (b) (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2014)).

Résultats

La réponse numérique en compression du ressort est présentée sur la figure 3.14 et, est comparée à la réponse expérimentale, pour une amplitude de 60 mm, soit un taux de compression

de 40%. De même que pour la réponse expérimentale, on observe un comportement non linéaire superélastique pour la réponse numérique. Il existe quelques différences entre les deux réponses qui peuvent s'expliquer par la géométrie réelle du ressort qui n'est pas parfaite et présente quelques défauts mais aussi par le contact réel entre le ressort et l'outillage qui est simplement modélisé par une condition sans frottement ce qui constitue sans doute une hypothèse assez forte. Toutefois, une bonne concordance entre les deux réponses est observée, ce qui valide les performances du modèle de comportement phénoménologique utilisé mais aussi l'identification des paramètres matériaux.

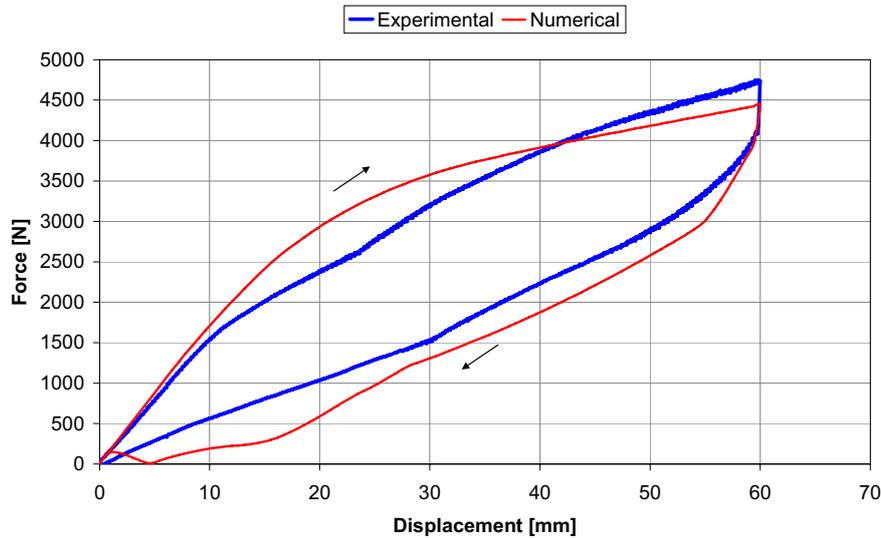


FIGURE 3.14 – Réponse en compression du ressort. Comparaison entre la réponse expérimentale et la réponse numérique (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2014)).

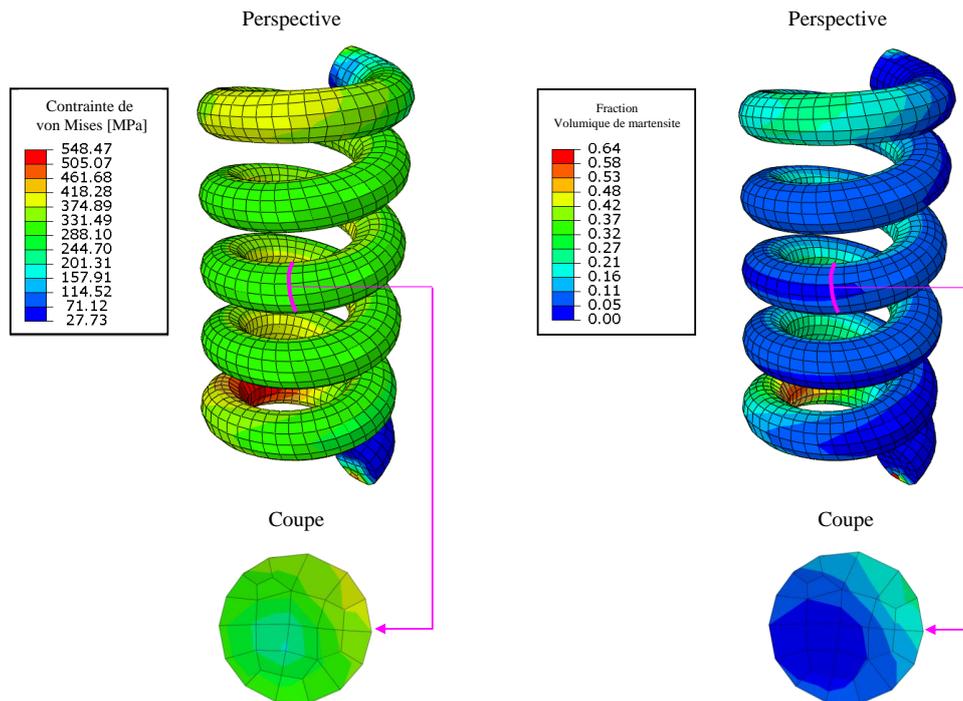


FIGURE 3.15 – Contrainte équivalente de von Mises et fraction volumique de martensite pour un taux de compression de 40% (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2014)).

La figure 3.15 représente la contrainte équivalente de von Mises et la fraction volumique de martensite pour un déplacement de 60 mm, soit un taux de compression de 40%. Il apparaît que la transformation martensitique démarre en certaines zones du ressort mais que celle-ci n'est jamais complète puisque la fraction volumique de martensite atteint au maximum 64%. Le ressort se présente donc avec une raideur locale hétérogène qui évolue au cours du chargement, ce qui explique le comportement non linéaire superélastique observé sur la figure 3.14. Les vues en coupe montrent que l'état de contrainte est maximal sur la surface du ressort et qu'il diminue vers le centre de la section droite, ce qui confirme que chaque section est finalement sollicitée en torsion.

3.4.3 Comportement dynamique du ressort et discussion

Le pouvoir amortissant du ressort en compression est évalué par le modèle de raideur complexe présenté précédemment. Le module de stockage (équation 21) et le facteur de perte (équation 22) sont calculés à partir de chaque cycle de compression du ressort obtenus par essai expérimental et simulation numérique. Ainsi, les figures 3.16(a) et 3.16(b) représentent respectivement le module de stockage et le facteur de perte en fonction de l'effort de compression. Les résultats montrent que le module de stockage diminue lorsque le ressort est comprimé. Cela s'explique par le fait que la raideur apparente du ressort diminue en raison de la transformation martensitique pendant sa compression. Cette diminution du module de stockage est significative puisque sa valeur passe de 140 N/mm en début de compression à 80 N/mm en fin de compression. De même, on observe que le facteur de perte augmente lorsque que le ressort est comprimé : plus le ressort travaille, plus son pouvoir amortissant est important. Le facteur de perte est de 8% en début de compression et 15% en fin de compression : ses performances amortissantes ont quasiment doublé entre ces deux états. Cette augmentation s'explique par l'augmentation de la taille de l'hystérésis et donc du caractère dissipatif de l'AMF avec le taux de compression observé sur la figure 3.11. Il existe quelques différences entre les courbes numériques et expérimentales. Étant donné que le calcul du module de stockage et du facteur de perte est le même dans les deux approches, ces différences s'expliquent par celles observées entre les cycles (figure 3.14). Toutefois, une bonne correspondance entre les résultats numériques et expérimentaux est observée et les tendances sont respectées.

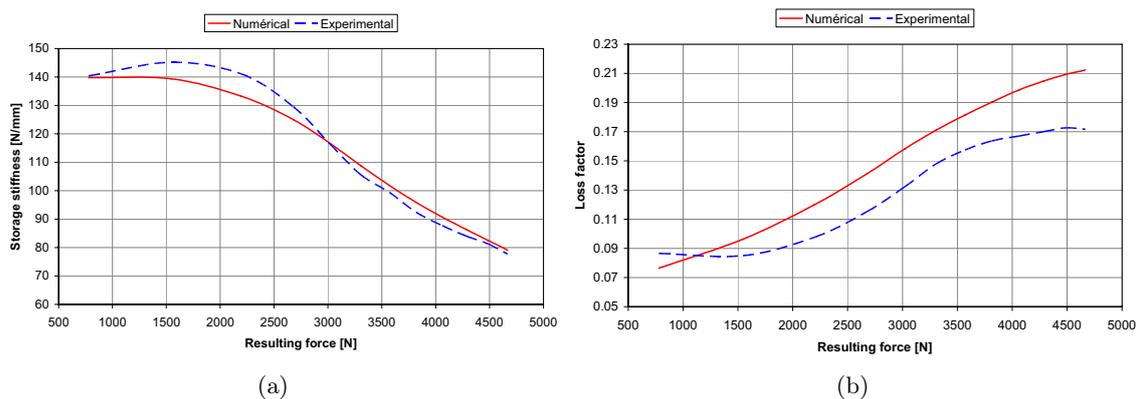


FIGURE 3.16 – Compression du ressort : module de stockage et facteur de perte en fonction de l'effort de compression (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2014)).

En résumé, cette première étude a permis de démarrer la thématique dédiée à l'étude du comportement dynamique des structures en AMF et de présenter un modèle original de l'amortissement par rapport à une approche de type raideur complexe. Cette étude mérite d'être approfondie expérimentalement en étudiant l'influence d'une vraie sollicitation dynamique (DMA) et d'autres paramètres physiques tels que la température.

3.5 Comportement dynamique d'une plaque trouée en NiTi

Cette dernière étude menée à ce jour dans le cadre de cette thématique, vise à caractériser le comportement dynamique d'une plaque trouée superélastique en NiTi travaillant comme un amortisseur linéaire à un degré de liberté en translation. Cette étude est récente (2022-2023) et a pu être menée avec les derniers équipements acquis par le laboratoire : la machine d'essais dynamiques LTM1, son enceinte thermique ainsi que l'unité cryogénique permettant une caractérisation dynamique à différentes températures inférieures ou supérieure à l'ambient (figure 3.1). Une première campagne d'essais expérimentaux et simulations numériques ont permis de définir les limites d'utilisation de cet amortisseur. Puis, la caractérisation dynamique de l'amortisseur et de son pouvoir amortissant ont été menés en fonction de plusieurs paramètres physiques comme la fréquence et l'amplitude de sollicitation, la température et une précharge statique. Ce travail a été valorisé dans le cadre d'une communication à la conférence internationale ECCOMAS-SMART en 2023 (Thiebaud and Ben Zineb (2023a)), puis par une publication actuellement en cours de révision dans le journal 'Journal of Vibration and Control' (Thiebaud and Ben Zineb (2023b))

3.5.1 Étude préliminaire statique

Géométrie

Le disque étudié possède une géométrie particulière avec des trous oblongs (figure 3.17). Il s'agit d'une architecture utilisée dans les pots vibrants où le disque joue le rôle de ressort linéaire travaillant dans l'axe normal à son plan moyen. Son diamètre extérieur est de 84 mm et son épaisseur 0.6 mm.

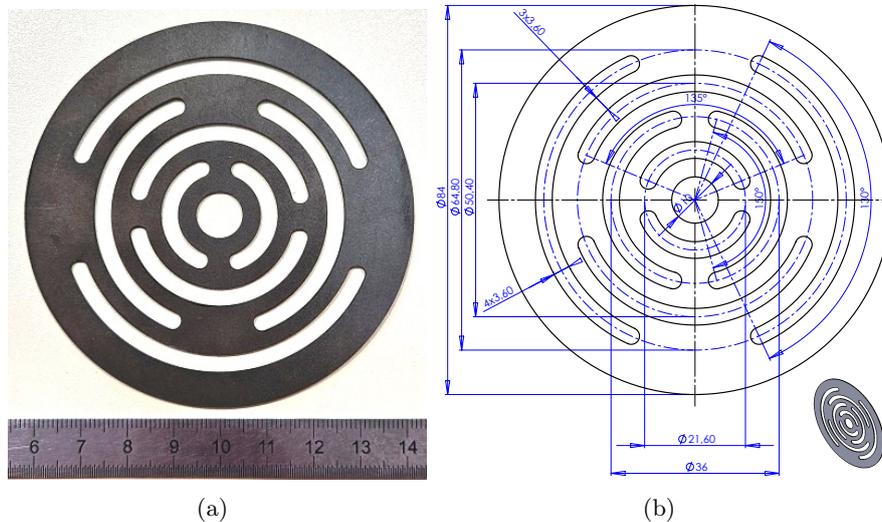


FIGURE 3.17 – Géométrie du disque troué (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2023b)).

Identification des paramètres matériaux

Ce disque a été mis en forme par électroérosion à partir d'une tôle mince de NiTi superélastique fournie par Nimesis[©]. De même, des éprouvettes de traction ont été fabriquées afin de caractériser le comportement mécanique du NiTi. La figure 3.18 représente la réponse du NiTi à un essai de traction destructif et un essai cyclique en boucle complète menés à température ambiante et une vitesse de sollicitation de 0.001 /s correspondant à des conditions quasi-statiques. Ces essais permettent d'identifier les limites d'utilisation du matériau en terme de contraintes. On mesure ainsi une contrainte de rupture autour de 1000 MPa, une contrainte de début σ_{AM}^s et de fin σ_{AM}^f de transformation directe respectivement égales à 475 et 550 MPa. Pour garantir une

3.5 Comportement dynamique d'une plaque trouée en NiTi

utilisation correcte du disque sans risquer son endommagement voire sa rupture, il est nécessaire de s'assurer que son état de contraintes ne dépasse pas localement 550 MPa afin qu'il travaille sur le plateau de transformation martensitique.

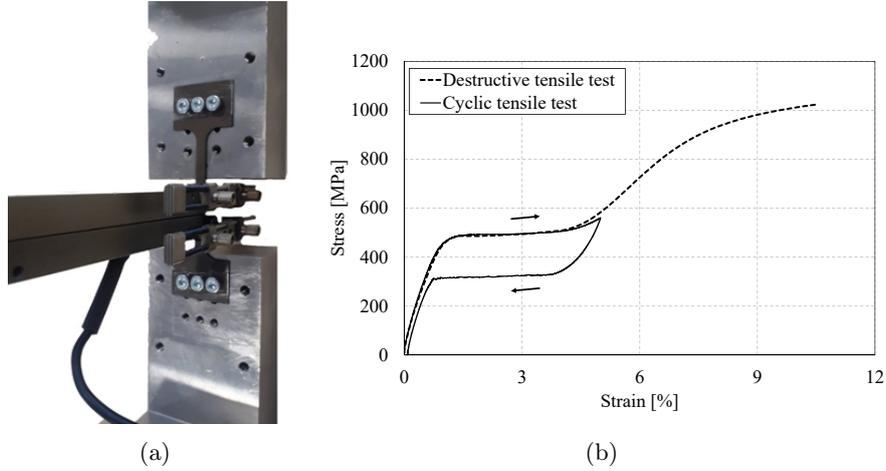


FIGURE 3.18 – Essais de traction sur le NiTi : montage expérimental avec extensomètre (a) et réponse du matériau (b) (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2023b)).

De même que pour l'étude sur le ressort hélicoïdal, la réponse mécanique du disque en NiTi est modélisée en considérant le modèle phénoménologique macroscopique des AMF développé par Chemisky (2009) et Duval (2009) et implémenté via une routine UMAT dans Abaqus[®]. Des simulations numériques d'essais de traction ont permis d'identifier les paramètres matériaux optimaux correspondant au NiTi utilisé. Le tableau de la figure 3.19(a) synthétise les valeurs numériques de ces paramètres et la figure 3.19(b) permet de comparer les réponses numériques et expérimentales d'un essai de traction cyclique en boucle complète et de constater la bonne concordance de celles-ci.

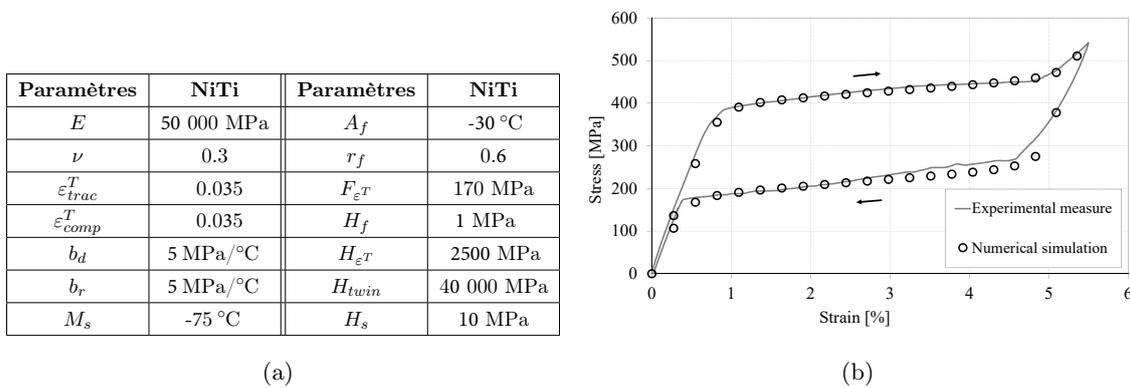


FIGURE 3.19 – Paramètres matériaux identifiés pour le NiTi (a) et comparaison expérimentale et numérique à un essai de traction (b) (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2023b)).

Identification des limites d'utilisation

Il est important pour ce type de structure de s'assurer que la superélasticité est activée lors de la phase de travail pour profiter de l'effet dissipatif donc amortissant. Pour cela, il est nécessaire de déterminer les limites d'utilisation du disque, soit le déplacement minimal à lui imposer pour que la transformation martensitique démarre et le déplacement maximal supportable par le disque pour ne pas l'endommager. Ces deux déplacements caractéristiques sont identifiés par prédiction numérique (figure 3.20) : étant donné les conditions de symétrie, un quart du

disque est considéré et maillé avec 247 éléments coque de type S4R, à interpolation linéaire et intégration réduite, soit 756 degrés de liberté. Le disque est encastré sur son bord extérieur et une condition de déplacement cyclique est imposée sur le bord intérieur. Les paramètres matériaux sont identifiés à partir des essais de traction comme le montre la figure 3.19. Le problème de mécanique numérique est résolu via un schéma d'intégration implicite mettant en oeuvre la méthode de Newton-Raphson.

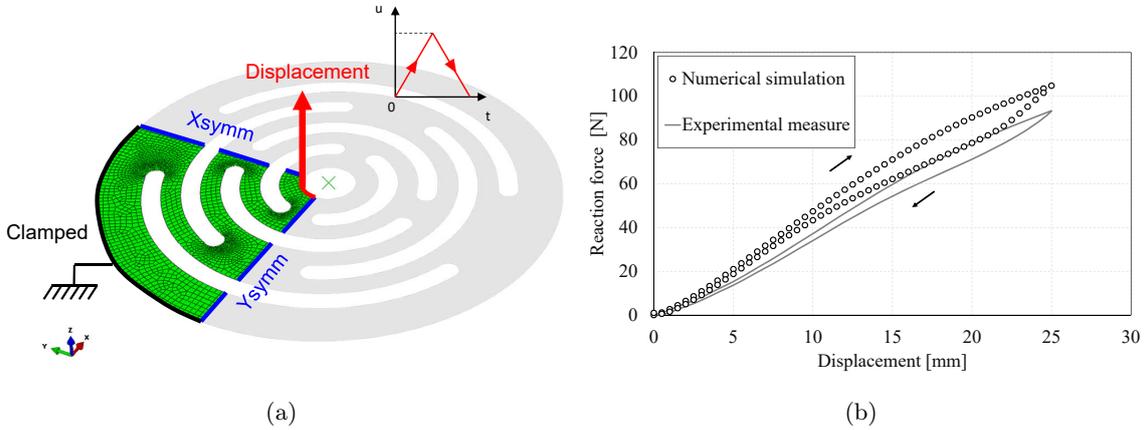


FIGURE 3.20 – Modèle numérique de chargement mécanique du disque en NiTi (a) et comparaison expérimentale et numérique de la réponse mécanique du disque (b) (d’après Thiebaud and Ben Zineb (2023b)).

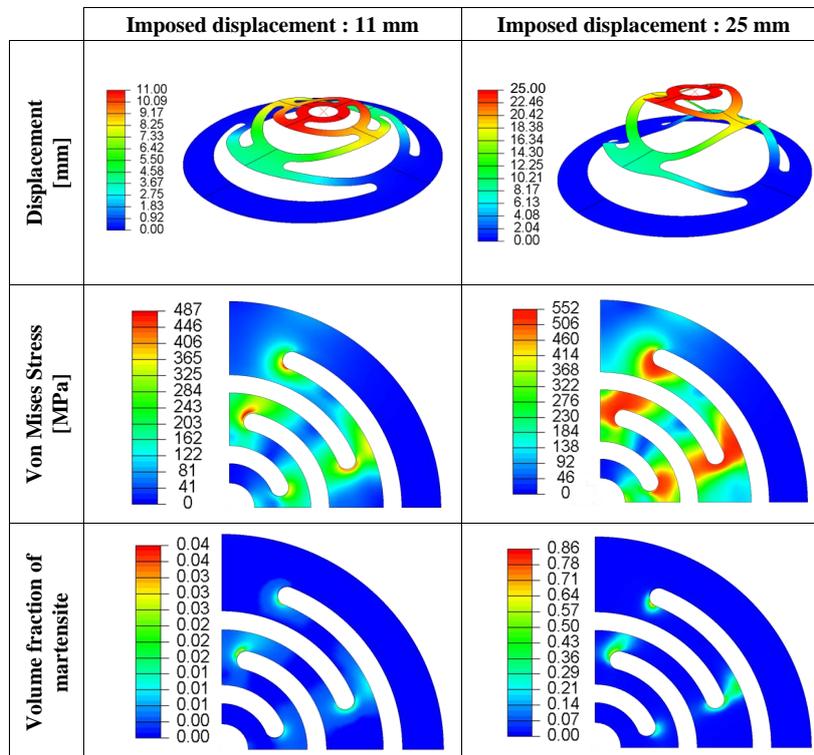


FIGURE 3.21 – Contrainte équivalente de von Mises et fraction volumique de martensite pour un taux de compression de 40% (d’après Thiebaud and Ben Zineb (2014)).

Une comparaison entre les réponses numérique et expérimentale du disque à un chargement cyclique est présentée sur la figure 3.20(b). L’essai expérimental a été réalisé à température ambiante (21 °C) et à vitesse de chargement suffisamment faible pour garantir des conditions

d'essais quasi-statiques. La bonne concordance entre les deux réponses permet de valider la modélisation du disque en tant qu'outil numérique de prédiction des limites d'utilisation de l'amortisseur.

La figure 3.21 représente la norme du champ de déplacement, la contrainte équivalente de von Mises et la fraction volumique de martensite au sein du disque. On constate que pour un déplacement imposé de 11 mm, la transformation directe démarre aux extrémités des trous oblongs. On atteint la contrainte de von Mises critique de 550 MPa pour un déplacement de 25 mm et à ce niveau de sollicitation le disque est particulièrement déformé tandis que la transformation de phase reste localisée au niveau des extrémités des trous oblongs. Cette observation confirme le fait que la réponse mécanique du disque présente un hystérésis relativement faible : les effets de structures sont prépondérants devant les effets de la transformation martensitique ce qui a priori risque de limiter le pouvoir amortissant du disque. Pour éviter d'avoir un disque trop déformé, on limitera la sollicitation en déplacement maximale à 20 mm. Donc, l'intervalle de travail en déplacement du disque est fixé à 11-20 mm.

3.5.2 Réponse dynamique du disque et discussion

Protocole expérimental

Les essais dynamiques sont effectués sur la machine d'essais Zwick/Roell[®] LTM1 présentée précédemment (figure 3.1), couplée avec l'enceinte thermique et l'unité cryogénique. Un outillage spécifique a été réalisé pour procéder au montage du disque en NiTi dans la machine d'essais (figure 3.22). Le déplacement est mesuré via le piston couplé au moteur linéaire et l'effort résultant par la cellule de force de 1 kN. Le pouvoir amortissant et les performances dynamiques du disque sont évalués par le modèle de raideur complexe déjà mis en oeuvre dans l'étude concernant le ressort hélicoïdal. Le module de stockage (équation 21) et le facteur de perte (équation 22) sont calculés à partir de chaque cycle obtenu expérimentalement. Deux campagnes expérimentales sont ainsi menées : une première où l'influence de l'amplitude de vibration est étudiée pour trois niveaux de fréquence et de température et une seconde où l'influence d'une précharge statique et de l'amplitude de vibration sont étudiées pour trois niveaux de fréquence.

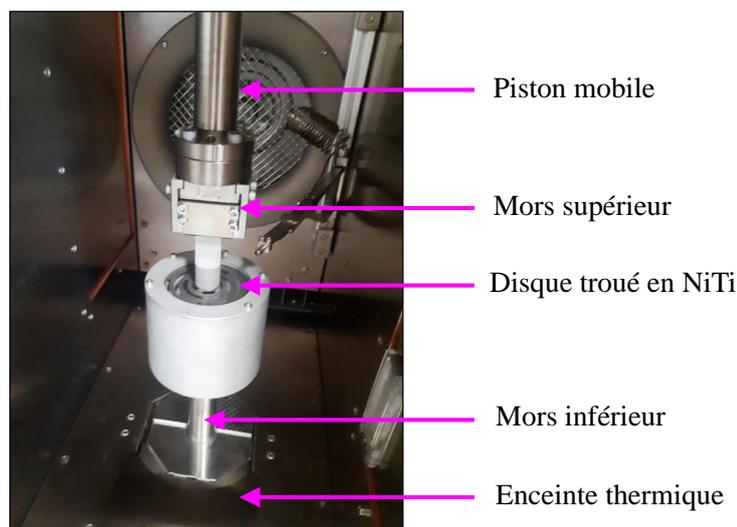


FIGURE 3.22 – Montage expérimental du disque dans la machine d'essais dynamique LTM1 (d'après Thiebaud and Ben Zineb (2023b)).

Influence de l'amplitude de vibration

Dans cette première campagne expérimentale, le disque est soumis à une sollicitation harmonique d'amplitude comprise entre 4 et 20 mm. Trois niveaux de fréquence sont testés : 1, 5 et 10

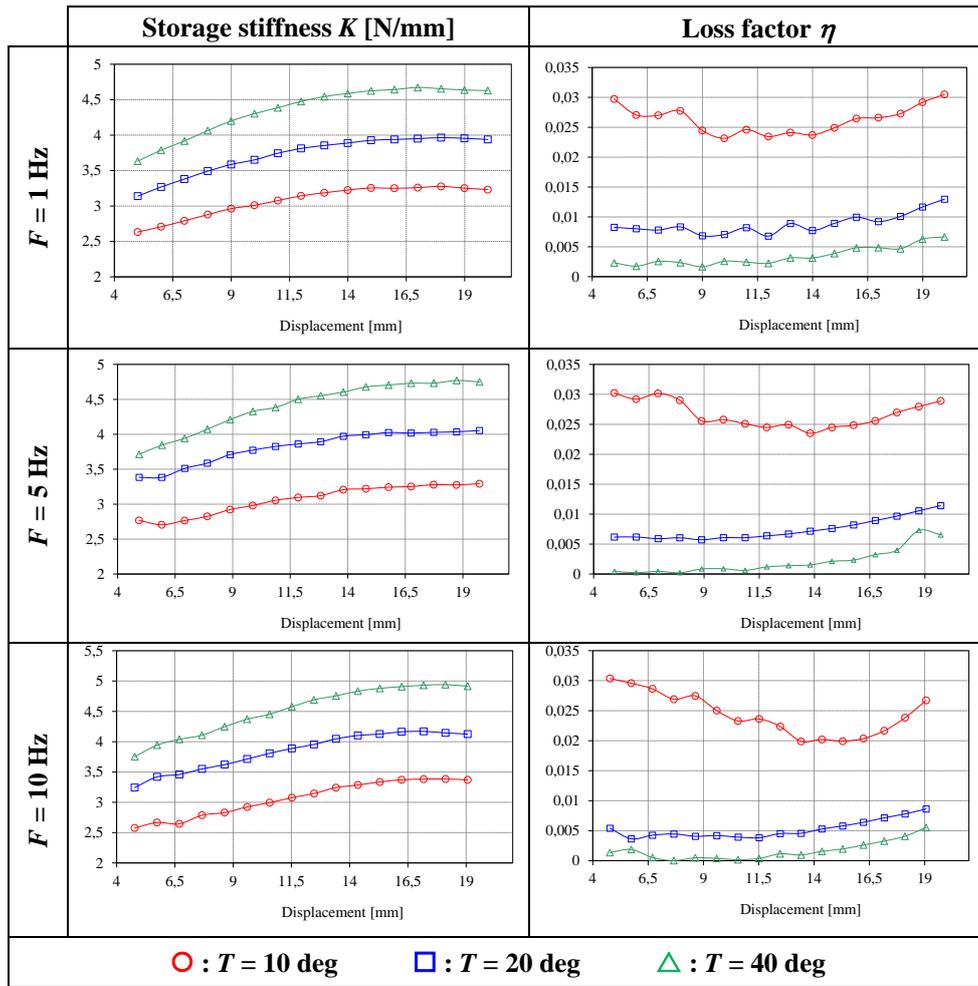


FIGURE 3.23 – Module de stockage et facteur de perte du disque en NiTi en fonction de l'amplitude des vibrations, la fréquence et la température. Lecture pour trois niveaux de fréquence Thiebaud and Ben Zineb (2023b).

Hz de même que trois niveaux de température : 10, 21 et 40 °C. Deux lectures des résultats sont possibles : l'évolution du module de stockage et du facteur de perte en fonction de l'amplitude des vibrations et de la température pour les trois niveaux de fréquence est donné sur la figure 3.23 et en fonction de l'amplitude des vibrations et de la fréquence (figure 3.24) pour les trois niveaux de température.

Pour une amplitude de vibrations inférieure à 14 mm, on remarque une croissance du module de stockage et globalement une stabilisation du facteur de perte. En effet, à ce niveau de vibrations, la transformation martensitique est trop faible pour générer un amortissement notable. Au delà de 14 mm d'amplitude, le module de stockage tend vers une valeur constante, tandis que le facteur de perte augmente légèrement : cela correspond à la transformation martensitique qui démarre dans le disque. Toutefois, la localisation de la transformation martensitique observée numériquement (figure 3.21) justifie le fait que le facteur de perte (donc l'amortissement) n'augmente pas de manière significative. On remarque également que la fréquence n'a pas d'influence notable sur les performances amortissantes du disque : quelque soit la fréquence de la sollicitation harmonique, le disque se comportera de la même manière. La température quant à elle, a une influence plus importante : lorsque celle-ci augmente, le module de stockage augmente et le facteur de perte diminue. Ainsi, si le disque est utilisé en tant que structure anti-sismique, ses performances seront meilleures dans des régions tempérées plutôt que des régions chaudes. En résumé, sous ce type de sollicitation harmonique sans précharge, le disque présente des performances amortissantes relativement modestes dont les plus élevées sont observées pour des

3.5 Comportement dynamique d'une plaque trouée en NiTi

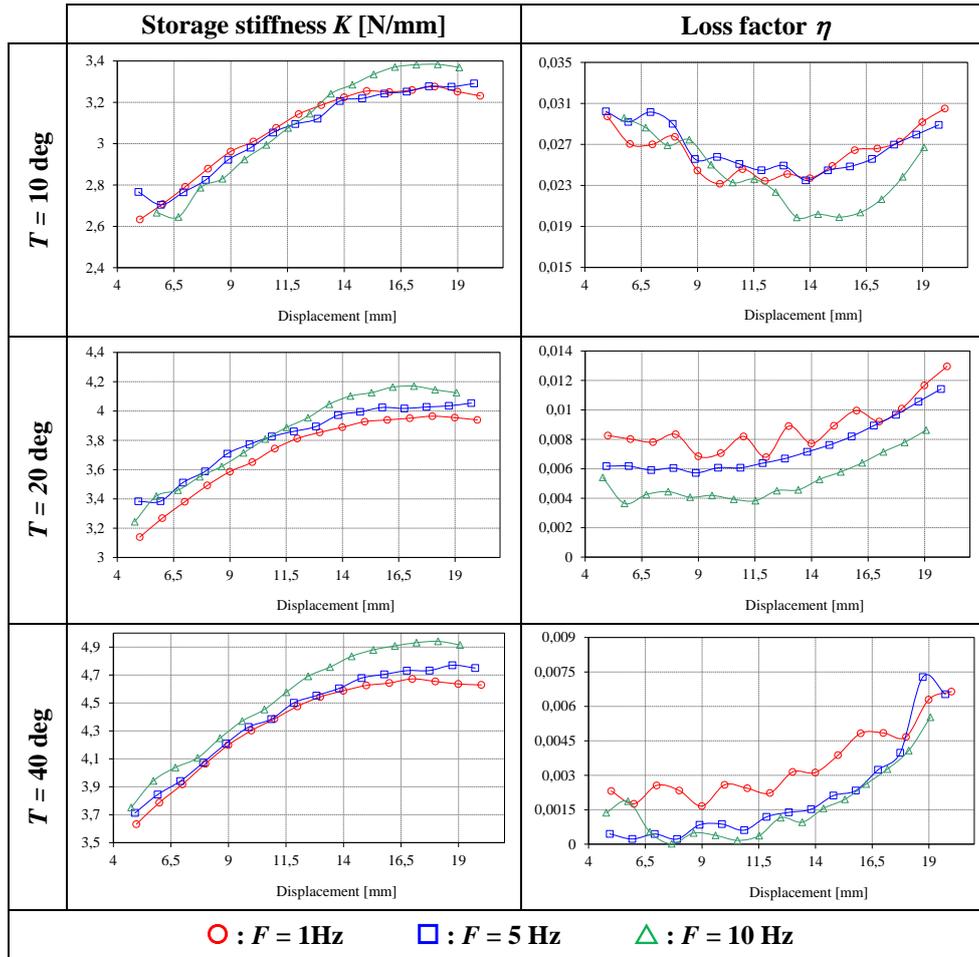


FIGURE 3.24 – Module de stockage et facteur de perte du disque en NiTi en fonction de l'amplitude des vibrations, la fréquence et la température. Lecture pour trois niveaux de température (b) *Thiebaud and Ben Zineb (2023b)*).

amplitudes de vibrations élevées et proches de ses limites d'utilisation haute.

Pour améliorer les performances amortissantes du disque, celui-ci est soumis à une précontrainte en déplacement statique (offset) pour l'obliger à travailler autour de cette position d'équilibre. Plusieurs essais sont menés dans une gamme de précontrainte comprise entre 0.5 et 10 mm et une amplitude de vibrations également comprise entre 0.5 et 10 mm sachant que si l'on considère une précontrainte correspondant à un déplacement donné u_0 , l'amplitude des vibrations u_m ne peut dépasser u_0 . L'ensemble de ces essais est réalisé pour trois niveaux de température différents : 10, 20 et 40 °C, à la fréquence de 1Hz.

La figure 3.25 représente les résultats de ces essais, à savoir l'évolution du module de stockage et du facteur de perte en fonction de la précontrainte statique et de l'amplitude des vibrations. L'amortissement optimal est obtenu pour un facteur de perte maximal, soit une précontrainte statique maximale de 10 mm et une amplitude de vibration maximale. Dans ces conditions, le disque affiche un facteur de perte d'environ 4% à 10°C ce qui est supérieur au facteur de perte maximale obtenu sans précontrainte (3%). L'augmentation de la température de travail aura tendance à diminuer les performances amortissantes du disque. Ce mode de sollicitation a donc tendance à améliorer les performances du disque mais il diminue l'amplitude des vibrations qu'il peut tolérer.

Au bilan, cette étude a permis réaliser une campagne expérimentale complète pour évaluer le pouvoir amortissant de cette structure en NiTi superélastique mais les résultats montrent que

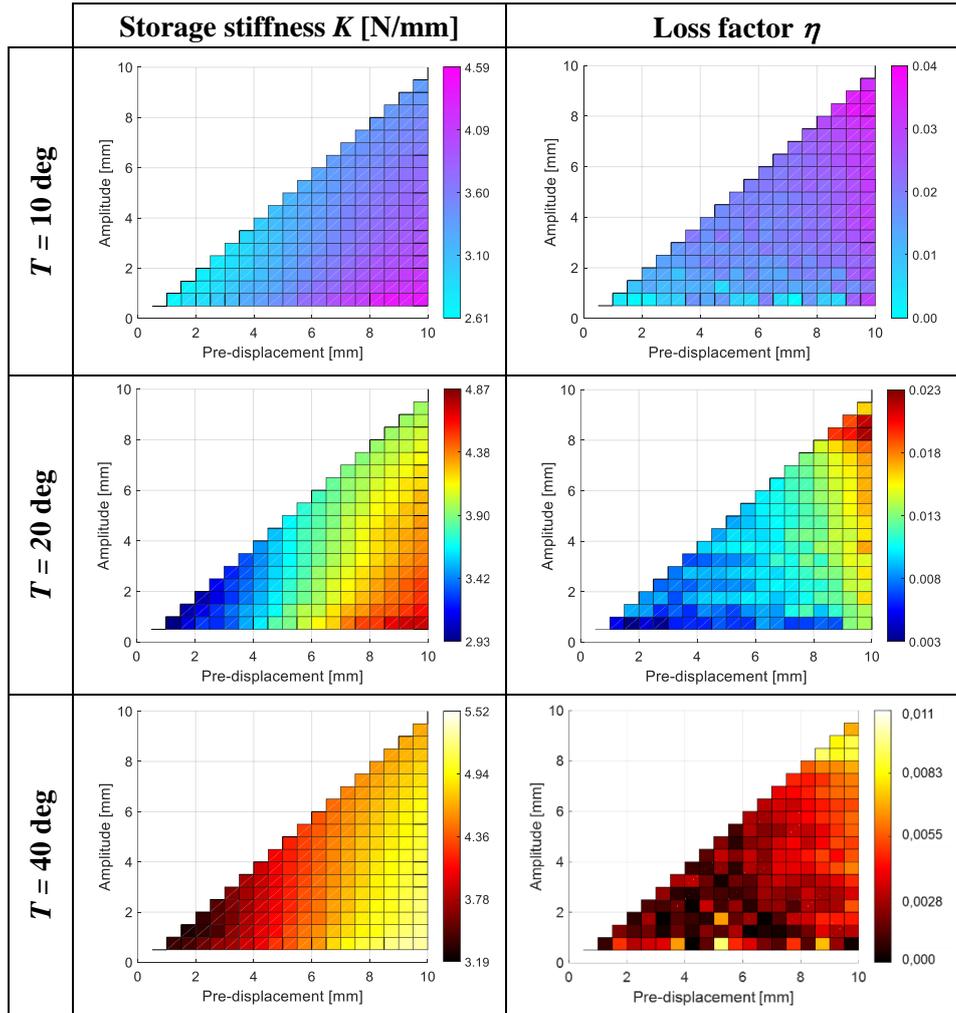


FIGURE 3.25 – Module de stockage et facteur de perte du disque en NiTi en fonction de l’amplitude des vibrations, la précharge statique et la température (d’après [Thiebaud and Ben Zineb \(2023b\)](#)).

d’un point de vue technologique, le disque présente des performances d’amortissement assez réduites en raison de la localisation trop importante de la transformation martensitique. Il pourra être intéressant d’optimiser la géométrie de ce disque pour diminuer cette localisation et ainsi favoriser les effets de la superélasticité par rapport aux effets de structure.

3.6 Conclusion et bilan

Dans ce chapitre nous avons présenté l’ensemble des travaux réalisés sur la thématique de la caractérisation du comportement dynamique des AMF et l’évaluation de leur pouvoir amortissant. Tout d’abord, nous avons démarré cette thématique en étudiant le comportement dynamique d’un ressort hélicoïdal en compression. Bien qu’à l’époque les moyens expérimentaux dont nous disposions se limitaient à une machine de traction statique, cette étude a permis de présenter une modélisation originale de la raideur dynamique et l’amortissement des AMF basée sur la notion de raideur complexe, extension du concept de module d’Young complexe. Ces travaux expérimentaux ont été couplés à des simulations numériques adéquates, permettant de tester et valider les performances de l’outil numérique de dimensionnement des structures en AMF. L’acquisition d’une machine d’essais dynamiques, couplée à une enceinte thermique puis plus tard d’une unité cryogénique a permis de donner du corps à la thématique en considérant cette fois de véritables sollicitations harmoniques. Ainsi, une première étude orientée matériaux

3.6 Conclusion et bilan

sur cette machine a permis de comparer le pouvoir amortissant de quatre nuances d'AMF en fonction de différents paramètres tels que la fréquence et la température. Enfin, nous avons étudié expérimentalement la réponse dynamique d'un disque en NiTi en mettant en oeuvre la machine d'essais dynamique, l'enceinte thermique et l'unité cryogénique. L'expérience acquise sur ces différentes études pourra être réinvesti pour étudier le comportement dynamique d'autres structures en AMF et répondre à une demande technologique toujours plus croissante dans le domaine. Les perspectives qu'ouvrent ces travaux seront présentés dans le dernier chapitre de ce mémoire.

Chapitre 4

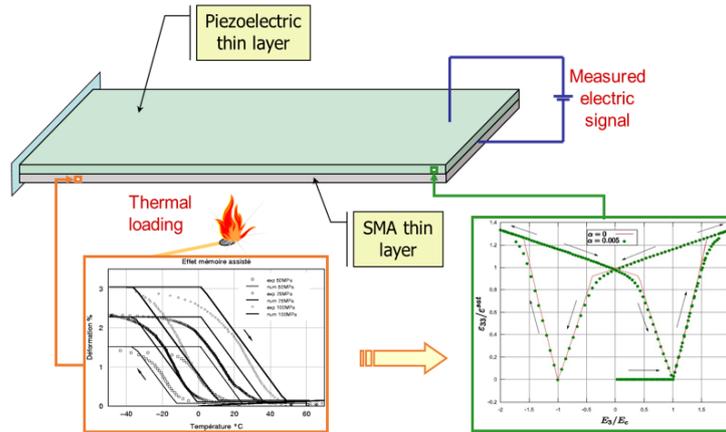
Les récupérateurs énergétiques piézoélectriques - AMF

Sommaire

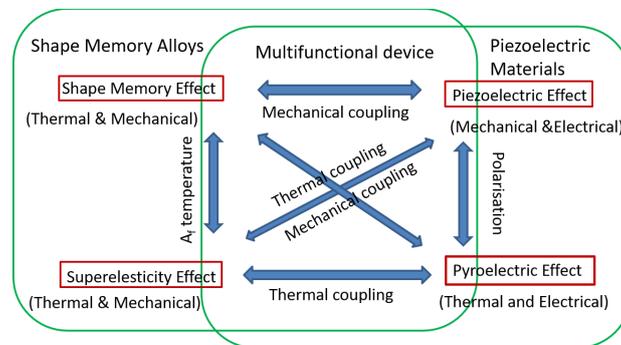
4.1	Contexte des travaux	84
4.2	Caractérisation expérimentale des matériaux piézoélectriques	85
4.2.1	Présentation du banc expérimental	85
4.2.2	Caractérisation du comportement ferroélectrique de structures minces	87
4.2.3	Caractérisation du comportement ferroélastique de structures massives	88
4.2.4	Caractérisation du comportement ferroélectrique d'une poutre console	89
4.3	Caractérisation expérimentale d'un récupérateur PVDF-NiTi	91
4.3.1	Fabrication du composite PVDF-NiTi	92
4.3.2	Protocole expérimental	92
4.3.3	Résultats	93
4.4	Conclusion et bilan	94

4.1 Contexte des travaux

L'alimentation des systèmes communicants à partir des sources d'énergies existantes dans l'environnement est une solution pertinente pour prolonger leur autonomie énergétique. Cela peut permettre de s'affranchir des sources d'énergie embarquées comme les piles et les batteries, qui présentent une durée de vie limitée, nécessitent un remplacement périodique et un coût de recyclage. Les systèmes permettant d'utiliser les sources d'énergies existantes sont appelés 'récupérateurs énergétiques' et sont généralement conçus à partir de matériaux présentant un couplage mutliphysique fort. Si l'énergie à produire est principalement l'électricité, l'énergie source à récupérer et à transformer peut-être de différentes natures : vibrations mécaniques, ondes électromagnétiques, chaleur, lumière ; ce qui implique le développement et l'optimisation de systèmes, matériaux ou structures hybrides à différents couplages multiphysiques : électro-mécanique, thermo-mécanique, électro-optique, etc. . Animés d'un couplage électro-mécanique, les matériaux piézoélectriques peuvent jouer à eux seuls le rôle de récupérateurs énergétiques en convertissant les vibrations mécaniques en charges électriques (Covaci and Gontean (2020), Sezer et al. (2019)). Une idée originale permettant d'améliorer les performances énergétiques de ces matériaux consiste à les associer aux alliages à mémoire de forme (couplage thermo-mécanique) pour concevoir une nouvelle génération de récupérateurs énergétiques. En effet, l'effet mémoire des AMF leur permettent de reprendre leur forme initiale sous chargement thermique après une sollicitation mécanique et le couplage électro-mécanique des matériaux piézoélectriques leur permet de produire des charges électriques sous une sollicitation mécanique. Par conséquent, un récupérateur énergétique associant matériaux piézoélectriques et AMF pourrait potentiellement produire de l'électricité par simple variation de température au cours d'une journée (figure 4.1).



(a)



(b)

FIGURE 4.1 – Représentation schématique d'un récupérateur énergétique piézoélectrique-AMF (a) et schématisation des différentes interactions et couplage multiphysique entre le matériau piézoélectrique et l'AMF (b) (d'après Sukumaran (2021)).

Les premiers travaux menés sur les matériaux composites piézoélectriques-AMF datent des années 90 où les céramiques ferroélectriques tels que le titanate de plomb ont été utilisées pour jouer le rôle du matériau à couplage électro-mécanique principalement en raison de leurs excellents coefficients de couplage piézoélectrique (Chen et al. (1992)). Toutefois, cette technologie a rapidement trouvé ses limites en raison de la grande rigidité de la céramique mais la faisabilité de ce type de récupérateur énergétique était démontrée. Pour contourner ce problème, une idée originale consiste à utiliser des polymères piézoélectriques de type Polyfluorure de vinylidène (PVDF). Leur flexibilité naturelle leur permet de bien s'adapter au mode de sollicitation mécanique principale imposé par l'architecture générale de la structure hybride (flexion, torsion, élongation) et ils présentent également de bonnes propriétés piézoélectriques. En outre, il est également possible d'envisager leur structure ainsi que celle de l'AMF sous forme de films minces, ce qui permet une miniaturisation de la structure composite. L'étude de telles structures est très récente et peu de travaux ont été réalisés à ce jour (Gusarov et al. (2016)).

C'est dans ce contexte que se sont inscrits les travaux de thèse de Sunija SUKUMARAN (Sukumaran (2021)). L'objectif de ces travaux a été de développer un micro récupérateur énergétique conçu à partir de films minces en polymère piézoélectrique de type PVDF et en AMF de type NiTi. En ce sens, un important volet a été consacré à la mise au point du processus de fabrication de ce matériau composite, suivi par une campagne expérimentale visant à caractériser les performances énergétiques de cette structure. Ces travaux ont été supervisés entre l'Institut Jean Lamour de l'Université de Lorraine, afin de bénéficier de leur expertise au niveau du procédé de fabrication, et le LEM3 pour l'expertise sur la partie matériaux adaptatifs. Les résultats obtenus ont permis la publication de deux articles dans des revues internationales : Sukumaran et al. (2023) et Sukumaran et al. (2021). Ma contribution dans ce projet intervient au niveau du développement du pilote expérimental permettant de mettre en évidence le couplage thermo-électro-mécanique de ces matériaux composites. En amont de ce projet, j'ai développé un pôle dédié à la caractérisation expérimentale des matériaux piézoélectriques et ferroélectriques, qui a été utilisé dans une partie des travaux de thèse de Sunija. Ainsi, je présenterai dans ce chapitre les différentes étapes du développement de ce pôle expérimental ainsi que la caractérisation expérimentale du composite PVDF-NiTi développé dans les travaux de thèse de Sunija. Je ne détaillerai pas ici le concept de ferroélectricité et de ferroélasticité propres aux aspects non linéaires des matériaux piézoélectriques. J'invite donc le lecteur à se référer aux travaux de thèse de Elhadrouz (2004) et Zouari (2010) pour plus d'informations sur ce sujet.

4.2 Caractérisation expérimentale des matériaux piézoélectriques

4.2.1 Présentation du banc expérimental

Sous sollicitation électro-mécanique, un matériau piézoélectrique produit des charges électriques au niveau de ses pôles appelées charges libres. Ainsi, mesurer la quantité d'électricité produite par ces matériaux revient à compter les charges électriques générées. Pour cela, la méthode classique utilisée est d'associer en série un condensateur avec le matériau piézoélectrique étudié (figure 4.2). Les charges électriques se déplacent donc d'une électrode du matériau piézoélectrique vers celle du condensateur. Il est alors possible de calculer la charge électrique Q produite par le matériau piézoélectrique en mesurant la tension aux bornes du condensateur U via sa capacité C_0 (équation 1). Ce type de montage porte le nom de montage Tower-Sawyer.

$$Q = C_0 \cdot U \quad (1)$$

Des précautions sont nécessaires pour mesurer convenablement la tension aux bornes du condensateur. En effet, l'utilisation d'un voltmètre conventionnel aurait pour conséquence le déplacement rapide des charges électriques à l'intérieur de celui-ci, rendant le comptage des charges faux. Pour s'affranchir de ce problème, on utilise un électromètre dont l'impédance d'entrée est très importante, ainsi les charges électriques restent localisées au niveau du condensateur.

En s'inspirant des travaux expérimentaux de Zhou et al. (2003), nous avons développé à partir

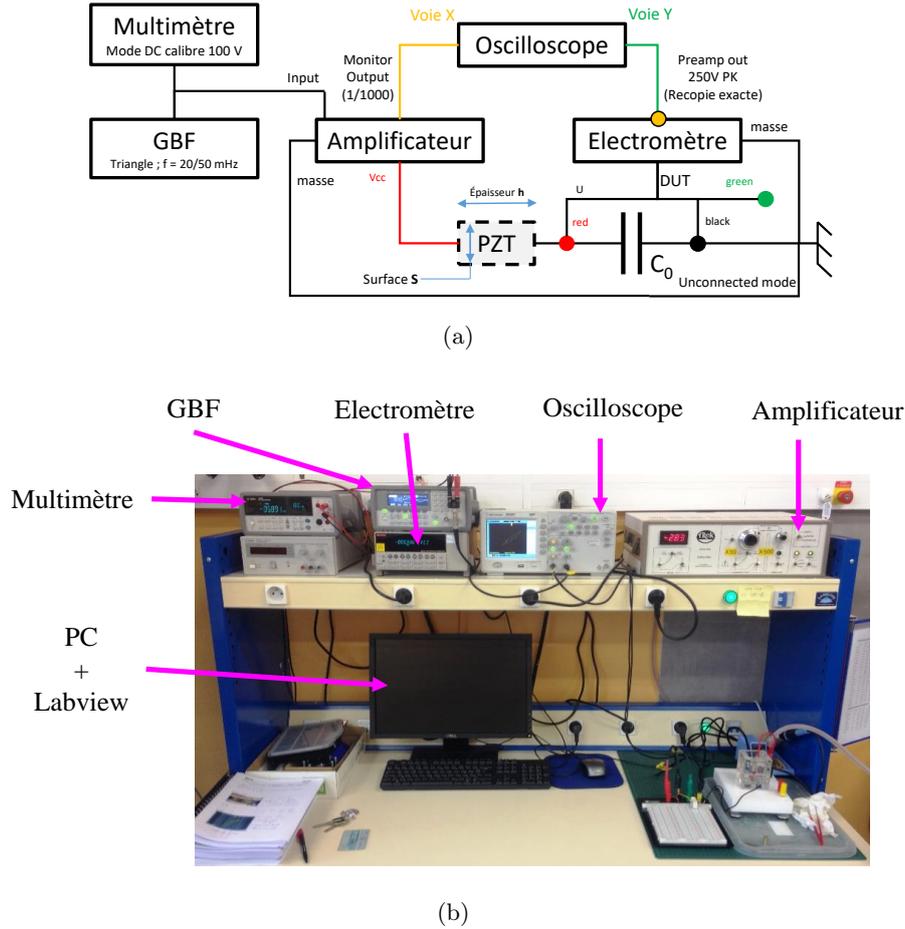


FIGURE 4.2 – Schématisation d’un montage Tower-Sawyer utilisé pour compter les charges électriques (a) et détail des équipements du parc expérimental destiné à l’étude des matériaux piézoélectriques (b) (d’après *Sukumaran (2021)*).

de 2012 grâce au financement d’un projet jeune chercheur et d’un Contrat Plan Etat Région (CPER), un pôle expérimental dédié à l’étude des matériaux piézoélectriques dont les équipements sont les suivants (figure 4.2) :

- une machine de traction Zwick/Roell[©] d’une capacité de 100 kN,
- un électromètre,
- un amplificateur de tension de l’ordre de la dizaine de kV,
- un générateur basse fréquence et un générateur stabilisé,
- un module d’acquisition LabView[©] pour le traitement des signaux.

La caractérisation du comportement piezoélectrique et/ou ferroélectrique nécessite la prise en compte de deux grandeurs physiques d’origine électrique : le champ électrique \mathbf{E} existant au sein du matériau piézoélectrique ainsi que sa polarisation (ou déplacement électrique) \mathbf{P} respectivement défini par :

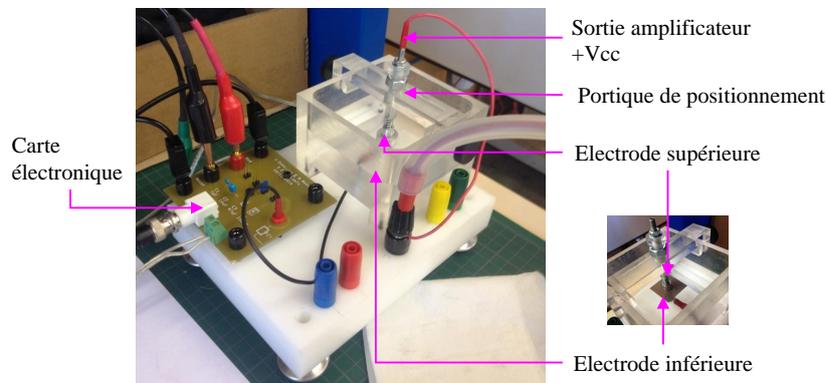
$$\|\mathbf{E}\| = \frac{U_p}{e}, \quad \|\mathbf{P}\| = \frac{Q}{S} \quad (2)$$

où U_p désigne la tension appliquée sur le matériau piézoélectrique, e et S sont respectivement l’épaisseur et la surface du matériau piézoélectrique où sont localisées les charges libres et Q la charge électrique sur une borne du condensateur du montage Tower-Sawyer. Afin de valider ces équipements expérimentaux, des essais de caractérisation électromécanique sur des céramiques ferroélectriques ont été menés. La céramique étudiée est du titano-zirconate de plomb (PZT) fourni par la société PI[©]. Ce choix de matériau est justifié par les nombreux résultats de

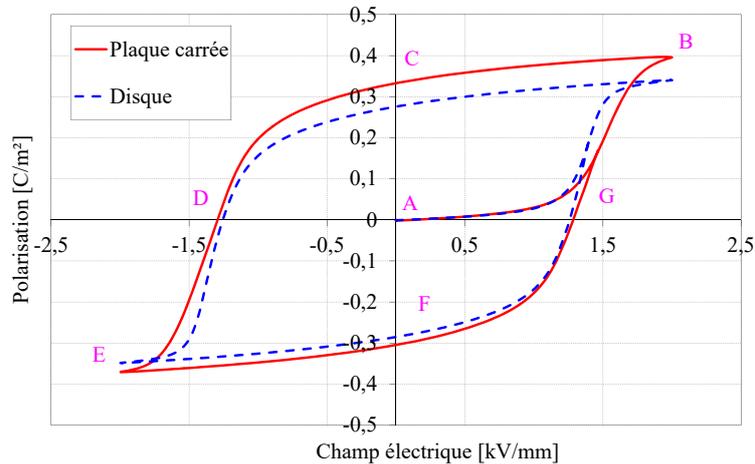
caractérisation le concernant présent dans la littérature. Quatre types de structures ont été étudiés : un disque (diamètre 50 mm, épaisseur 0.5 mm), un carré (arête 25 mm, épaisseur 0.5 mm), une brique (section droite $10 \times 10 \text{ mm}^2$, hauteur 15 mm) et une poutre (largeur : 30 mm, longueur : 50 mm, épaisseur : 0.5 mm).

4.2.2 Caractérisation du comportement ferroélectrique de structures minces

Les deux structures minces étudiées sont le disque et la plaque carrée. Chacune d'elles est placée dans un bain d'huile de silicone afin d'empêcher le phénomène de claquage que provoquerait un champ électrique trop intense à l'air libre. Deux électrodes permettent d'appliquer le champ électrique périodique d'amplitude $\pm 2 \text{ kV/mm}$ directement sur la structure via le GBF et l'amplificateur de tension. Un condensateur de $100 \mu\text{F}$ est utilisé dans le montage Tower-Sawyer implanté dans la carte électronique (figure 4.3(a)). La polarisation du matériau piezoélectrique est mesurée via la tension électrique aux bornes du condensateur. Ces deux signaux sont traités par le programme Labview[®] pour calculer la polarisation et le champ électrique (équations 2).



(a)



(b)

FIGURE 4.3 – Montage expérimental pour la caractérisation électromécanique du disque et du carré en céramique ferroélectrique (a) et évolution de la polarisation en fonction du champ électrique (b).

Le graphique de la figure 4.3(b) représente l'évolution de la polarisation de la céramique ferroélectrique en fonction du champ électrique appliqué, pour le disque et le carré. A l'instant initial (point A), le champ électrique est nul de même que la polarisation. Lorsque le champ électrique augmente, on observe un comportement électrique linéaire de la polarisation, puis dès que le champ électrique dépasse un seuil critique, appelé champ électrique coercitif (environ

1.4 kV/mm dans cet exemple), la réorientation des domaines ferroélectriques démarre, ce qui se traduit par la non linéarité de la courbe. Une fois que tous les domaines sont orientés dans la direction du champ électrique (saturation) on observe de nouveau un comportement linéaire de la polarisation avec le champ électrique (Point B). L'annulation du champ électrique, permet à certains domaines de revenir à leur état initial mais la plupart d'entre eux gardent leur orientation en mémoire. Ce phénomène a pour conséquence l'existence d'une polarisation rémanente (point C) de l'ordre de 0.3 C/m^2 . Ainsi le matériau présente un 'effet mémoire' suite au trajet A-B-C. Pour annuler cette polarisation rémanente, il est nécessaire de réorienter les domaines ferroélectriques dans la direction opposée. Pour cela, le sens du champ électrique est inversé, ce qui permet l'annulation de la polarisation de la céramique ferroélectrique (point D). Si on continue à augmenter le champ électrique en valeur absolue on observe le même phénomène de saturation au point E et l'annulation du champ électrique conduira également à une polarisation rémanente (point F). Pour annuler cette polarisation rémanente, il est nécessaire d'appliquer un champ électrique correspondant à l'état d'équilibre du point G.

Cette première étude montre que les céramiques ferroélectriques peuvent présenter trois états électriques stables : pas de polarisation rémanente (point A), une polarisation rémanente 'positive' (point B) et une polarisation rémanente 'négative' (point C). Ainsi est montré la possibilité de réaliser une mémoire ROM de type ferroélectrique avec ces matériaux.

4.2.3 Caractérisation du comportement ferroélastique de structures massives

La structure massive étudiée ici est une brique de section carrée de 10 mm d'arête et 15 mm de hauteur initialement polarisée dans le sens de sa hauteur. L'essai consiste à la soumettre à un chargement de compression et à mesurer la déformation mécanique et la polarisation résultante mettant ainsi en évidence le comportement ferroélastique du matériau. Pour cela, un outillage spécifique a été développé et illustré sur la figure 4.4.

La brique est placée entre deux mors de compression en acier faisant également office d'électrodes. Ce sous-système est isolé électriquement du milieu extérieur par deux entretoises en alumine. Le défaut d'alignement est gommé grâce à une bille en acier. L'ensemble est placé dans un bain d'huile de silicone pour éviter la formation d'arcs électriques. L'effort de compression est mesuré par une cellule de force de 20 kN et la déformation de compression est mesurée par une jauge de déformation, couplée à un conditionneur configuré en quart de pont. Le montage Tower-Sawyer est connecté à la brique au niveau de l'électrode inférieure et la polarisation est calculée via la mesure de la tension aux bornes du condensateur ($100 \mu\text{F}$). Au cours d'un cycle de charge-décharge en contrainte d'amplitude 200 MPa, les trois signaux électriques provenant de la mesure de la contrainte, la déformation et le déplacement électrique sont acquis par un module labview[®] et un programme spécifique a été créé pour leur traitement et l'export des données en fichier texte.

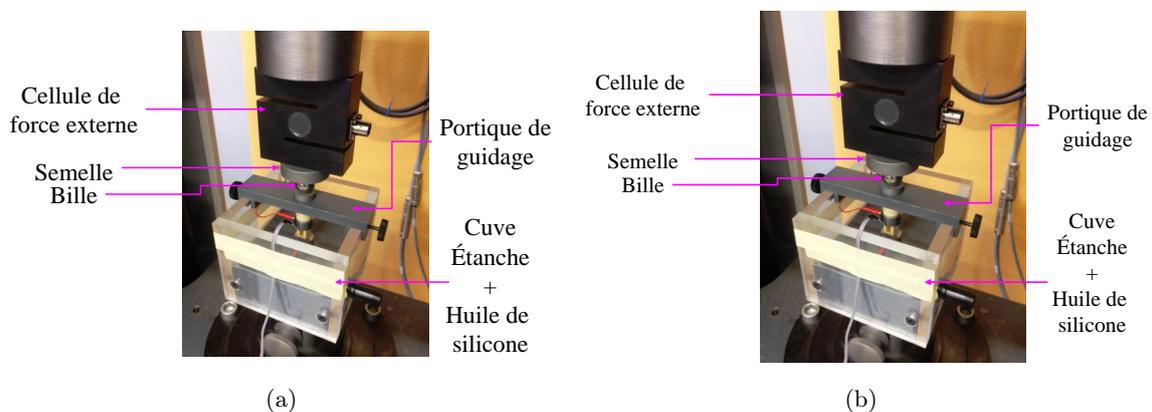


FIGURE 4.4 – Montage expérimental pour la caractérisation du comportement ferroélastique de la brique en céramique ferroélectrique (a) et détail avec la jauge de déformation (b).

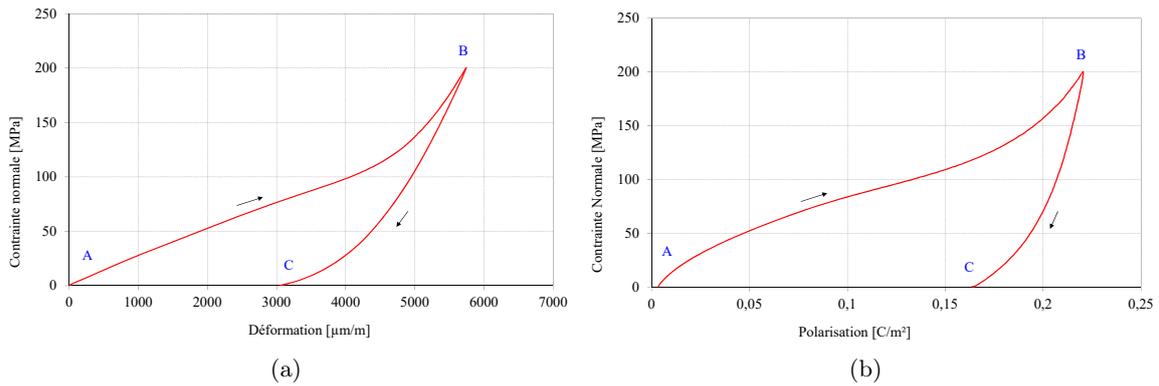


FIGURE 4.5 – Comportement ferroélastique de la brique en céramique ferroélectrique.

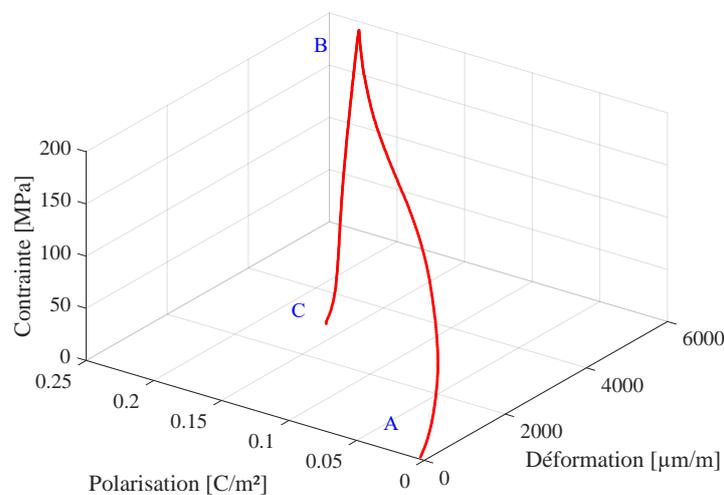


FIGURE 4.6 – Comportement ferroélastique de la brique en céramique ferroélectrique : représentation 3D.

Les graphiques des figures 4.5(a) et 4.5(b) représentent l'évolution de la contrainte normale respectivement en fonction de la déformation et la polarisation. Ces mêmes grandeurs sont représentées entre elles sur le graphique 3D de la figure 4.6. Le comportement électro-mécanique observé est de type non linéaire avec hystérésis. Ce type de réponse s'explique par la réorientation des domaines ferroélectriques induite par la contrainte de compression. L'application d'une contrainte de compression de faible intensité cause un changement linéaire réversible de la polarisation (effet piézoélectrique direct) et la contrainte évolue de manière linéaire avec la déformation. Au delà d'une contrainte critique, appelée contrainte coercitive, la réorientation des domaines ferroélectriques commence et les diminutions de la polarisation et de la déformation macroscopiques se font de manière non linéaire. Ce processus est appelé la dépoliarisation mécanique. Au point B, la réorientation des domaines est terminée. En déchargeant la céramique (point C), une déformation et une polarisation rémanentes persistent.

4.2.4 Caractérisation du comportement ferroélectrique d'une poutre console

La dernière structure ferroélectrique étudiée est une poutre encastée à une extrémité (poutre console) et soumise à un potentiel électrique sur sa face supérieure. Elle présente une longueur de 50 mm et une section droite rectangulaire de 30 mm de largeur et 0.5 mm d'épaisseur. Deux grandeurs physiques sont mesurées en réponse au champ électrique imposé : la polarisation grâce au montage Tower-Sawyer et le déplacement mécanique vertical de la poutre grâce à un capteur de déplacement laser (figure 4.7(a)). Les trois signaux électriques issus de la mesure du champ

électrique, la polarisation et le déplacement vertical sont acquis par un module Labview[®] et un programme spécifique permet de traiter les signaux. Le champ électrique imposé est un signal triangulaire d'amplitude ± 3 kV/mm.

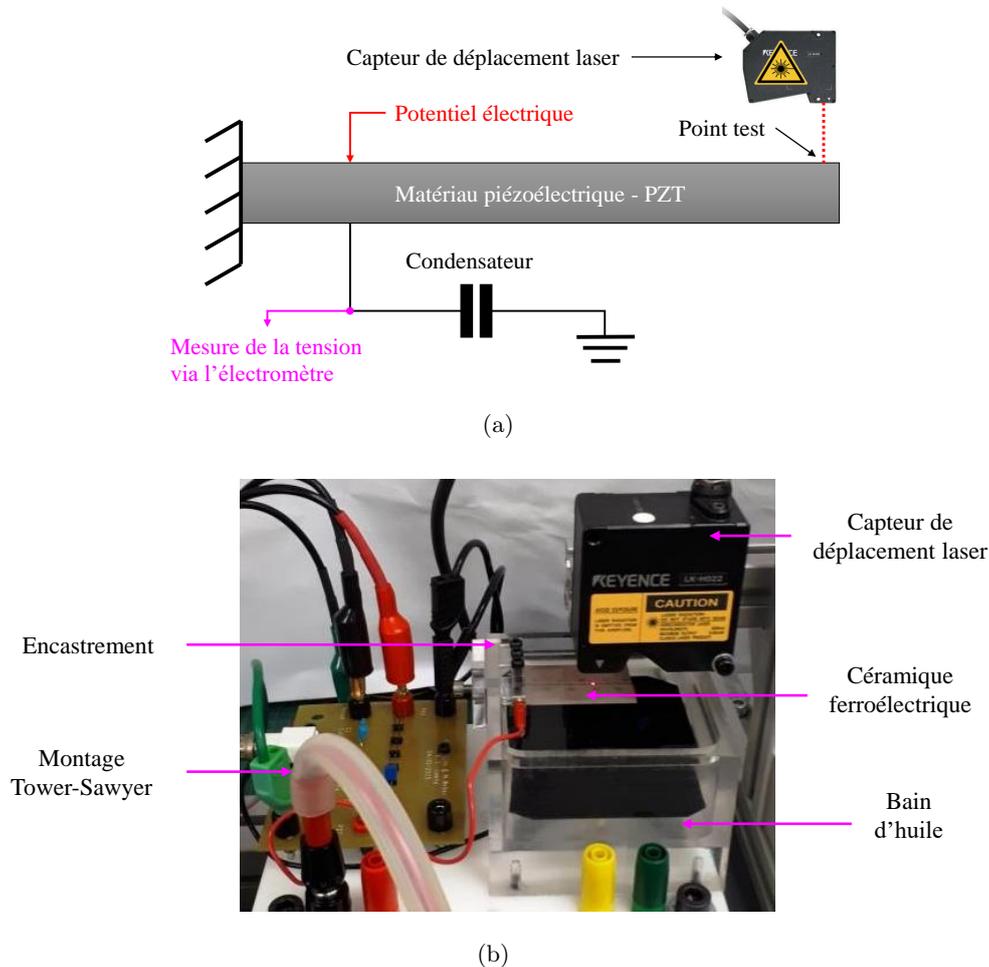


FIGURE 4.7 – *Etude d'une poutre console en céramique ferroélectrique sollicitée électriquement. Schématisation de l'expérience (a) et dispositif réel (b).*

Les graphiques des figures 4.8(a) et 4.8(b) représentent respectivement l'évolution de la polarisation et du déplacement mécanique en fonction du champ électrique imposé. Une représentation 3D est donnée sur la figure 4.9. L'étude de la polarisation en fonction du champ électrique (figure 4.8(a)) illustre un comportement diélectrique non linéaire avec hystérésis identique à celui observé lors de l'étude du disque et du carré. Il s'agit du comportement ferroélectrique issu de la réorientation des domaines ferroélectriques. Distribués aléatoirement (point A), ces domaines s'orientent dans la direction du champ électrique dès que celui-ci dépasse une certaine intensité. L'annulation du champ électrique (point B) n'annule pas la réorientation de tous les domaines et certains d'entre eux restent dans leur orientation acquise au point B, il en résulte alors une polarisation rémanente. Les mêmes phénomènes sont observés lorsque le champ électrique change de signe (points D, E, F). Pour revenir à l'état initial et dépolariiser complètement la poutre, il faut appliquer un champ électrique correspondant à l'état d'équilibre observé au point G. L'étude du déplacement mécanique en fonction du champ électrique (figure 4.8(b)) illustre un comportement électromécanique également non linéaire avec hystérésis. Il s'agit également du comportement ferroélectrique du matériau issu de la réorientation des domaines ferroélectriques. L'augmentation du champ électrique (du point A au point B) réoriente les domaines ferroélectriques et le déplacement mécanique augmente en raison du couplage électromécanique inverse. Une fois que tous les domaines sont orientés dans la direction du champ électrique, un phénomène de saturation est observé (point B) et au delà de ce niveau de sollicitation, le comportement

4.3 Caractérisation expérimentale d'un récupérateur PVDF-NiTi

du matériau redevient linéaire. L'annulation du champ électrique ne permet pas l'annulation du déplacement mécanique (point C) car certains domaines restent orientés dans la direction du champ électrique. Pour annuler ce déplacement mécanique rémanent, il est nécessaire d'imposer un champ électrique opposé. Au point D, la poutre est complètement dépolarisée et le déplacement mécanique atteint son minimum car l'effet piézoélectrique inverse global est supprimé en raison de l'orientation aléatoire des domaines ferroélectriques. Une augmentation supplémentaire du champ électrique dans le sens négatif entraîne un nouvel alignement des dipôles électriques dans le sens de la direction de chargement ce qui entraîne l'augmentation du déplacement mécanique (point D vers point E). L'annulation du champ électrique ne permet pas l'annulation du déplacement mécanique : il est nécessaire d'appliquer un champ électrique dans le sens positif correspondant à l'état d'équilibre du point G pour revenir à l'état stable initial.

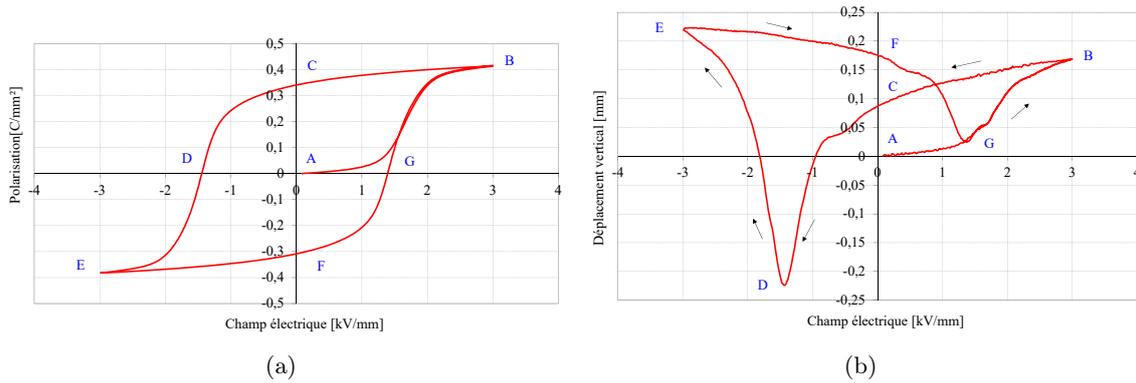


FIGURE 4.8 – Réponse électromécanique d'une poutre en céramique ferroélectrique sollicitée en flexion.

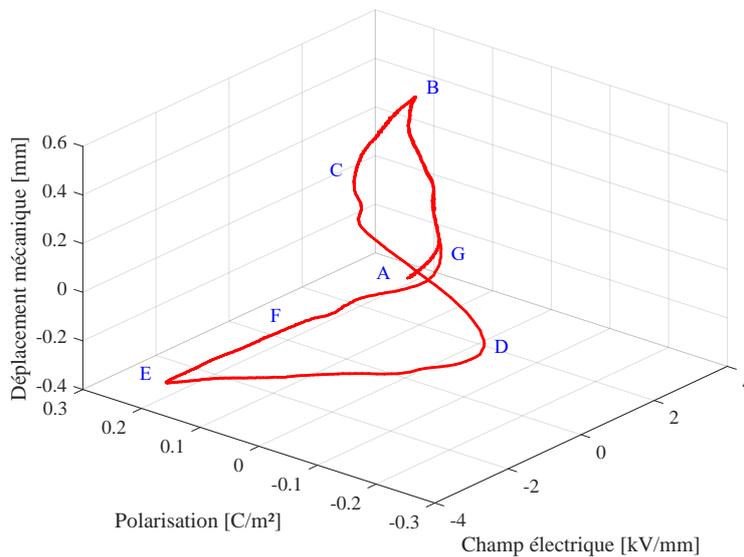


FIGURE 4.9 – Réponse électromécanique d'une poutre en céramique ferroélectrique sollicitée en flexion, représentation 3D.

4.3 Caractérisation expérimentale d'un récupérateur PVDF-NiTi

Au terme des précédentes campagnes expérimentales menées sur des céramiques ferroélectriques de type PZT, nous avons pu acquérir une certaine expérience nécessaire pour caractériser le comportement électromécanique des récupérateurs énergétiques PVDF-NiTi étudiés dans le

cadre de la thèse de Sunija SUKUMARAN. Ainsi, les compétences expérimentales acquises ont été mises à contribution pour étudier la réponse thermo-électro-mécanique d'un composite PVDF-NiTi sollicité en traction.

4.3.1 Fabrication du composite PVDF-NiTi

Le composite PVDF-NiTi a été fabriqué à l'Institut Jean Lamour (IJL) de l'Université de Lorraine. Il se présente sous la forme d'une poutre rectangulaire de longueur 50 mm. Sa section droite est de forme rectangulaire de largeur 5 mm (figure 4.10). Le composite est constitué d'un film mince de $125 \mu\text{m}$ d'épaisseur en NiTi fourni par Goodfellow[©] présentant des caractéristiques d'effet mémoire et jouant le rôle de substrat. Les températures de transformation de phase, estimées par le fournisseur, sont $A_s = 62 \text{ }^\circ\text{C}$, et $M_f = 51 \text{ }^\circ\text{C}$: l'AMF est donc en phase martensitique à température ambiante. Le polymère piézoélectrique PVDF est fourni par Piezotech[©]. D'une épaisseur de $4 \mu\text{m}$, il est déposé sur le film en NiTi par enduction centrifuge (procédé de 'spin coating'). Enfin, une électrode en chrome-aluminium (Cr-Al) dont l'épaisseur est nanométrique est déposée sur la couche piezoélectrique par technique d'évaporation par faisceau électronique. Le rôle de seconde électrode est assuré par le film mince de NiTi. Son principe de fonctionne repose sur le fait qu'une variation de température déforme la couche AMF (effet mémoire), provoquant la déformation de la couche piézoélectrique et donc la production de charges électriques (effet piézoélectrique).

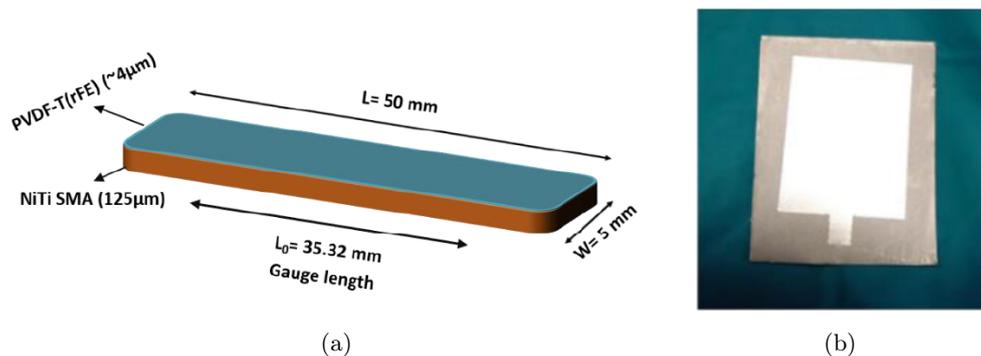


FIGURE 4.10 – Schématisation du composite PVDF-NiTi (a) et cliché du composite obtenu après fabrication (b)(d'après [Sukumaran \(2021\)](#)).

4.3.2 Protocole expérimental

Afin de mettre en évidence le couplage thermo-électro-mécanique du composite et donc son potentiel en tant que récupérateur énergétique, l'essai expérimental comprend plusieurs étapes :

1. chargement mécanique en traction selon un cycle de charge-décharge d'amplitude 80 MPa, à température ambiante ($21 \text{ }^\circ\text{C}$) et vitesse de chargement quasi-statique (2 MPa/s) ; fin de décharge à contrainte nulle,
2. chauffage à $75 \text{ }^\circ\text{C}$ à contrainte nulle régulée et à la vitesse de $10 \text{ }^\circ\text{C/min}$,
3. refroidissement à l'air libre pour un retour à la température ambiante de $21 \text{ }^\circ\text{C}$.

La machine d'essais utilisée dans le cadre de cette étude est la machine de traction LTM1 Zwick/Roell[©] couplée avec son enceinte thermique. Des mors spécifiques ont été réalisés en polycarbonate et permettent d'isoler électriquement le composite PVDF-NiTi du reste de la machine. La déformation mécanique est mesurée par le déplacement du piston lié au moteur linéaire, la contrainte de traction est mesurée par une cellule de force d'une capacité de 1 kN. Un thermocouple permet de contrôler et mesurer la température dans l'enceinte thermique. Des fils électriques sont connectés aux électrodes du composite permettant ainsi de mesurer via un

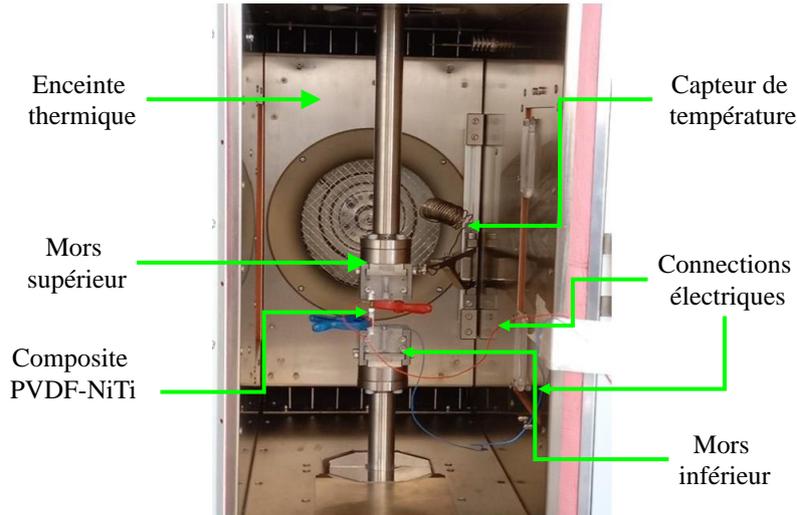


FIGURE 4.11 – Montage expérimental pour la caractérisation électromécanique du composite PVDF-NiTi (d'après Sukumaran (2021)).

module d'acquisition labview[®] la tension électrique directement produite par le composite sur la durée totale de l'essai.

4.3.3 Résultats

La réponse thermo-mécanique du composite PVDF-NiTi est donnée sur la figure 4.12. Il existe une déformation rémanente de l'ordre de 3% induite par la transformation martensitique au niveau du NiTi à l'issue du cycle de chargement mécanique. Cette déformation rémanente provient de l'effet mémoire du NiTi : la martensite autoaccommodée est orientée dans la direction de sollicitation mécanique ce qui provoque, à l'échelle macroscopique, un comportement mécanique non linéaire avec l'existence de cette déformation rémanente après la décharge. Lors du chauffage, la déformation rémanente est annulée et le NiTi retrouve sa forme initiale, entraînant avec lui la couche piézoélectrique PVDF qui subit le même état de déformation.

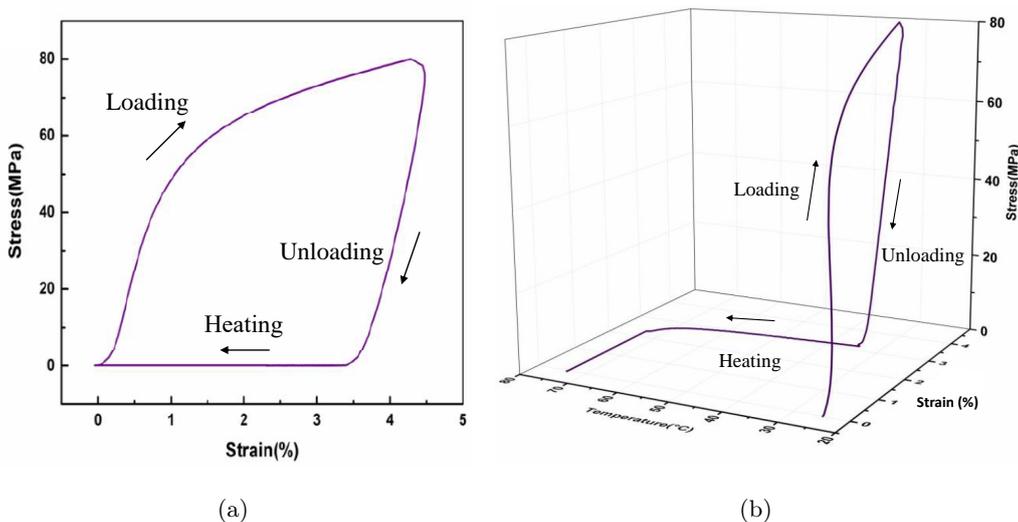


FIGURE 4.12 – Réponse thermo-mécanique du composite PVDF-NiTi suite aux étapes de chargement mécanique cyclique et de chauffage (d'après Sukumaran (2021)).

La réponse thermo-électro-mécanique du composite PVDF-NiTi est donnée sur la figure 4.13. Sur la figure 4.13(a), l'évolution du potentiel électrique généré par le composite PVDF-NiTi est donnée en fonction du temps lors des phases de chargement mécanique (temps inférieur à 200 sec) et de chauffage (temps supérieur à 200 sec). Cette courbe montre la production d'une tension électrique en sortie du composite étudié avec l'existence d'un pic pouvant atteindre 10 V lors de la phase de sollicitation mécanique et un pic plus aplati de l'ordre de -3 V lors de la phase de chauffage. Lors de la phase de sollicitation mécanique, la déformation totale due à l'élasticité du composite mais aussi à la réorientation de la martensite du NiTi entraîne la déformation du matériau piézoélectrique PVDF donc la production de charges électriques (effet piézoélectrique direct). De même, lors de la phase de chauffage, l'annulation de la déformation rémanente déforme le matériau piézoélectrique suivant la même cinématique que le NiTi ce qui provoque également la production de charges électriques. Le faible niveau de la tension électrique produite peut s'expliquer par la déformation longitudinale relativement faible propre aux essais de traction, donc sur des géométries d'éprouvettes particulières.

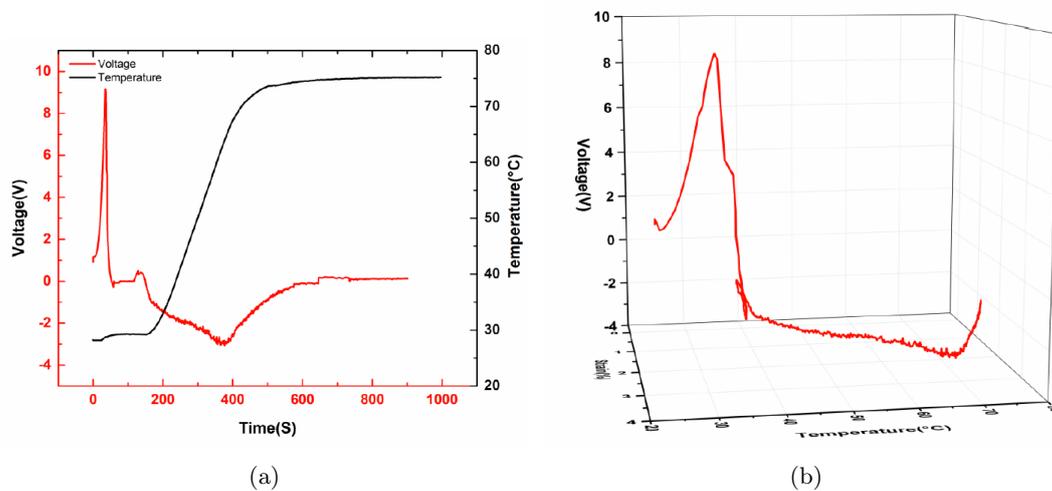


FIGURE 4.13 – Réponse thermo-électro-mécanique du composite PVDF-NiTi suite aux étapes de chargement mécanique cyclique et de chauffage (d'après [Sukumaran \(2021\)](#)).

4.4 Conclusion et bilan

Dans ce chapitre, nous avons présenté le développement d'un parc expérimental dédié à l'étude des matériaux piézoélectriques, financé par un projet jeune chercheur ainsi qu'un Contrat Plan Etat Région (CPER) déposés en 2012. Composé de nombreux équipements électriques et mécaniques, ces moyens expérimentaux ont permis d'étudier le comportement non linéaire des céramiques ferroélectriques tel que le titano-zirconate de plomb (PZT) sous différentes formes : disque, carré, brique et poutre. Les résultats obtenus, en accord avec la littérature valident le choix des équipements et le développement des différents pilotes expérimentaux, conférant ainsi à notre équipe de recherche de nouvelles compétences en mécanique expérimentale. Cette expérience acquise a été mise à contribution dans une partie de travaux de thèse de Sunija SUKUMARAN ([Sukumaran \(2021\)](#)) où l'existence du couplage thermo-électro-mécanique d'un composite PVDF-NiTi a été faite, démontrant ainsi leur potentiel en tant que récupérateur énergétique. La mise en oeuvre de cet essai thermo-électro-mécanique peut être améliorée notamment sur le volet électrique, en effet il sera intéressant de considérer les charges électriques produites et de les compter via un montage Tower-Sawyer, comme cela est fait classiquement pour l'étude des matériaux piezoélectriques. Cette amélioration de pilote expérimental sera faite lors de futures investigations dans le but d'améliorer la qualité des résultats. D'autres perspectives seront exposés dans le projet de recherche.

Chapitre 5

Perspectives et projet de recherche

Sommaire

5.1	Contexte	96
5.2	Thème 1 : étude du comportement dynamique des AMF et optimisation de leur pouvoir amortissant	96
5.3	Thème 2 : développement de nouvelles générations de limes endodontiques en AMF cuivreux	97
5.4	Thème 3 : développement des récupérateurs énergétiques composites piézo-électriques - AMF	99
5.5	Thème 4 : étude de la propagation de fissures dans les structures en AMF	100
5.6	Thème 5 : alliages poreux et optimisation topologique en dentisterie	100
5.7	Pour aller plus loin	102

5.1 Contexte

Les alliages à mémoire de forme ont depuis plusieurs dizaines d'années suscité un intérêt très important au sein de la communauté scientifique internationale que ce soit en tant que matériaux à part entière (approche purement métallurgique) ou en tant qu'applications dans la conception et la réalisation des systèmes intelligents tels que les capteurs ou les actionneurs. Cet intérêt est plus que jamais d'actualité, la preuve en est le nombre important d'équipes de recherche travaillant dans ce domaine, ainsi que la production scientifique significative. Sensible aux enjeux technologiques, sociétaux et environnementaux de notre époque, mon projet de recherche s'inscrit dans la continuité de mes travaux actuels, principalement dans le domaine des AMF et plus particulièrement sur quatre thématiques fortement connectées :

- étude du comportement dynamique des AMF et optimisation de leur pouvoir amortissant,
- développement de nouvelles générations de limes endodontiques en AMF cuivreux,
- développement des récupérateurs énergétiques composites piézoélectriques-AMF,
- étude de la propagation de fissures dans les structures en AMF.

Afin de favoriser une certaine diversité et ouverture dans mes activités scientifiques, je souhaite également m'impliquer plus fortement dans le domaine de la biomécanique et plus particulièrement dans l'optimisation topologique en dentisterie, que j'ai découvert il y a deux ans à travers le co-encadrement de la thèse de Samuel LEMAIRE.

Ayant apporté et développé une compétence de techniques expérimentales au sein de notre équipe de recherche, j'aborderai ces thématiques d'un point de vue expérimental fort mais aussi d'un point de vue numérique significatif afin de progresser dans ce domaine et présenter un profil recherche homogène et polyvalent, cela en complément avec les prérogatives et les activités de mes collègues de notre équipe de recherche.

5.2 Thème 1 : étude du comportement dynamique des AMF et optimisation de leur pouvoir amortissant

Mon projet de recherche relatif à cette thématique s'articule sur plusieurs points qui s'inscrivent dans la continuité des travaux réalisés à ce jour.

Les études dynamiques expérimentales menées sur les fils en AMF NiTi et cuivreux ont montré l'intérêt de disposer d'une base de données expérimentale sur la caractérisation du comportement dynamique de ces matériaux afin d'alimenter des outils numériques destinés au calcul de structures. Ainsi, il est intéressant de définir un cadre rigoureux et générique au protocole expérimental qui pourra être reproduit de la même manière pour caractériser le comportement dynamique des futurs nouveaux alliages. Par exemple, on peut citer comme matériau à étudier sur le plan dynamique l'alliage binaire Niobium-Titane, présenté comme un AMF et récemment investigué au niveau statique et selon une approche 'matériau' par [Caruel et al. \(2022\)](#). Une attention sera également apportée sur les AMF à base Fer.

La même procédure peut être mise en place pour étudier toujours d'un point de vue expérimental des structures amortissantes innovantes conçus à partir d'AMF et de matériaux structurels. En effet, l'étude faite sur le disque en AMF a montré que malgré une géométrie originale et prometteuse, son pouvoir amortissant était relativement réduit. L'optimisation de la géométrie conjuguée à l'intégration de matériaux structurels pourrait permettre d'optimiser les performances amortissantes de ce type de structure. On peut envisager l'utilisation de matériaux bio-sourcés ([Bourmaud et al. \(2018\)](#)) pour jouer le rôle de matériaux structurels afin de s'inscrire dans une démarche d'éco-conception et de développement durable et ainsi développer les composites AMF - matériaux biosourcés.

Au travers des différentes études dynamiques présentées au chapitre 3 sur les quatre nuances d'AMF, le ressort hélicoïdal et la plaque trouée, le module d'Young complexe et la raideur complexe apparaissent comme étant de bons outils pour modéliser le comportement dynamique des matériaux et des structures. Ce modèle prévoit une projection de la réponse statique sur le

5.3 Thème 2 : développement de nouvelles générations de limes endodontiques en AMF cuivreux

premier harmonique (balance harmonique), ce qui constitue une approximation assez forte. Pour améliorer la qualité de ce modèle il pourra être intéressant d'envisager la projection polyharmonique de la réponse statique et de mesurer l'influence du nombre d'harmoniques considérés pour la projection sur la précision du modèle.

Ces mêmes études dynamiques permettent également, suivant le cas étudié, d'identifier les paramètres physiques influents sur le module (ou la raideur) d'Young complexe. Il est donc possible de prédire le comportement dynamique d'un amortisseur de masse m à un degré de liberté de translation x , soumis à une excitation en effort F en résolvant l'équation vibratoire classique régissant l'équilibre dynamique de la structure (équation 1) :

$$m\ddot{x}(t) + k(1 + i\eta)x(t) = F(t) \quad (1)$$

La résolution d'une telle équation nécessite la mise en oeuvre de méthodes numériques étant donné la modélisation non linéaire de la raideur complexe. Certaines études ont déjà été menées en ce sens mais elles concernent seulement les matériaux et ne prennent pas en compte l'influence de certains paramètres physiques tels que la température. On peut citer par exemple les travaux de [Collet et al. \(2001\)](#) : la résolution de l'équation vibratoire via une méthode numérique implémentée dans Matlab[®] a permis de prendre en compte les non linéarités liées à la transformation de phase de l'AMF, notamment la variation de la réponse en fréquence en fonction de l'amplitude du chargement et l'apparition du phénomène de saut de fréquence (figure 5.1).

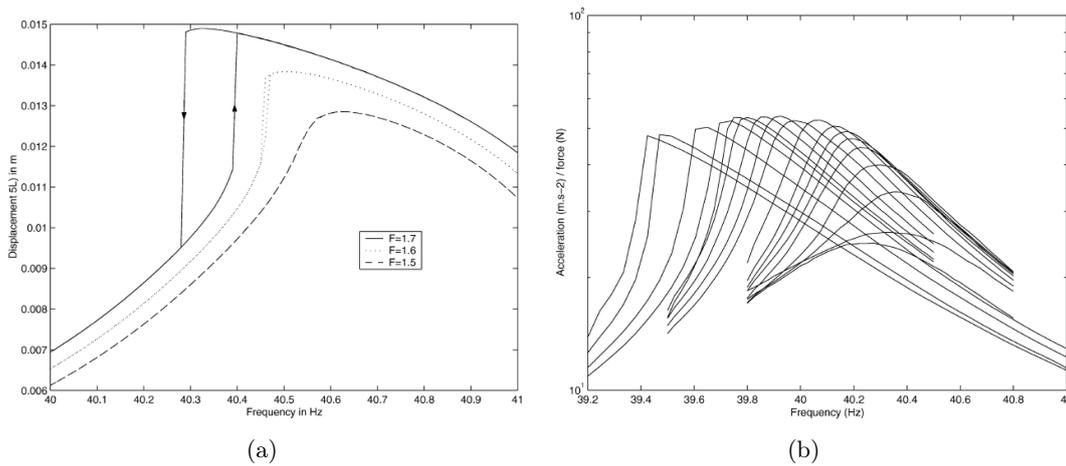


FIGURE 5.1 – *Comportement vibratoire d'un AMF superélastique. Phénomène de saut de fréquence suivant le mode de montée ou descente de fréquence (a) et variation de la réponse en fréquence en fonction de l'amplitude du chargement (d'après [Collet et al. \(2001\)](#)).*

Il existe des études portant sur les systèmes vibratoires à deux degrés de liberté en translation constitués d'un oscillateur linéaire et d'un amortisseur non linéaire ([Laxalde et al. \(2006\)](#)). Les résultats montrent que si l'apport d'énergie est suffisant, on observe une localisation des vibrations proches des modes de vibration non linéaires. L'originalité consiste donc à utiliser une structure en AMF jouant le rôle de l'amortisseur non linéaire et d'étudier la réponse vibratoire du système global. Ces investigations pourront être envisagées d'un point de vue expérimental mais aussi numérique, dans la continuité du projet proposé et ainsi envisager des applications innovantes dans le domaine du génie civil.

5.3 Thème 2 : développement de nouvelles générations de limes endodontiques en AMF cuivreux

L'ensemble des travaux menés sur les limes endodontiques présentées dans le chapitre 2 ont montré que les AMF cuivreux représentent une réelle innovation pour améliorer les performances

mécaniques de ces instruments. L'essai de pénétration-retrait mis en oeuvre pour dimensionner ces nouveaux prototypes apparait comme l'essai de référence, se rapprochant le plus d'une utilisation clinique des instruments endodontiques. Il est donc important d'améliorer sa qualité pour minimiser son écart avec la situation clinique. Cette amélioration peut s'envisager selon les aspects expérimentaux et numériques.

L'essai expérimental est réalisé sur une machine de traction uniaxiale, ainsi seule la composante axiale de l'action mécanique de la lime sur le bloc est mesurée. Une première voie d'amélioration consiste à équiper la machine de traction d'un capteur multiaxial permettant de mesurer les six composantes du torseur de l'action mécanique de la lime sur le bloc et donc de décrire plus précisément les phénomènes de vissage mais aussi ce que ressent le praticien lors du traitement canalaire en attaquant la partie courbée du canal vers le foramen apical. Les essais expérimentaux ont été réalisés à température ambiante, soit 21 °C ce qui est éloigné des conditions in situ, soit 35 °C. Il est donc important d'équiper la machine d'essai d'une enceinte thermique pour adapter la température des essais à des conditions proches de la réalité.

La simulation numérique de l'essai de pénétration retrait peut également être optimisée. En effet, le canal est modélisé par un solide rigide indéformable ce qui peut fausser l'effort résultant calculé. Pour améliorer le modèle numérique, il est envisagé de prendre en compte le phénomène de coupe provoqué par la lime sur le bloc et l'arrachement de matière. La modélisation du comportement mécanique du bloc pourrait prendre en compte des lois d'endommagement avec générations de copeaux comme cela se fait classiquement pour simuler le procédé de perçage (Nan et al. (2016), Storchak et al. (2023)).

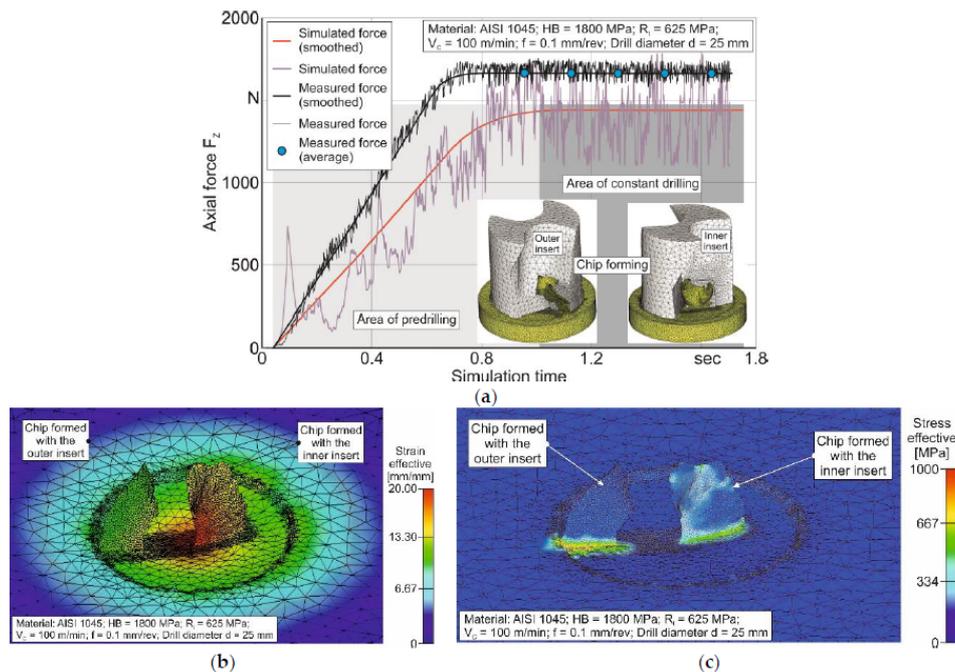


FIGURE 5.2 – Exemple de simulation numérique de perçage, comparaison de l'effort axial numérique et expérimental (a), déformation totale équivalente (b) et contrainte équivalente de von Mises (c) (d'après Storchak et al. (2023)).

Une collaboration avec les collègues du LEM3 à l'INSIC de Saint-Dié-des-Vosges peut être envisagée afin de bénéficier de leur expertise dans le domaine de l'usinage. La prise en compte du phénomène de coupe va augmenter considérablement le degré de non linéarité du modèle numérique. Il sera plus pertinent de s'orienter vers un schéma d'intégration explicite pour résoudre ce genre de problème comme cela se fait dans le domaine de la mise en forme des tôles minces métalliques par exemple (emboutissage, formage incrémental, fluotournage, etc.). Ce choix implique l'implémentation du modèle du comportement phénoménologique macroscopique de Chemisky (2009) et Duval (2009) en explicite via une routine VUMAT, ce qui constitue un travail de thèse

5.4 Thème 3 : développement des récupérateurs énergétiques composites piézoélectriques - AMF

à part entière.

Pour terminer, d'autres idées peuvent être mises en place pour faire progresser la thématique. Tout d'abord le comportement mécanique de l'AMF dans lequel sont fabriqués les instruments endodontiques est modifié lors de la mise en forme de l'instrument par meulage du fil. Il serait donc plus juste d'identifier les paramètres matériaux sur un fil ayant subi le même procédé de meulage que celui permettant de fabriquer un instrument endodontique à partir d'un fil. De même, les AMF à effet mémoire présentent une rigidité globale inférieure à leurs homologues superélastiques. Il pourrait être pertinent d'étudier la faisabilité de concevoir des instruments endodontiques à effet mémoire en appliquant la même stratégie que celle suivie pour les intruments endodontiques superélastiques.

Les différents essais expérimentaux de flexion-torsion ont montré le caractère opérateur-dépendant de la machine d'essai conçu et fabriqué par l'équipe. J'envisage donc de reprendre complètement la conception de la partie opérative de cette machine pour optimiser son ergonomie et ses performances permettant ainsi de la rendre moins opérateur-dépendant. En complément, une machine uniaxiale de flexion ou torsion sera développée et réalisée pour enrichir le parc expérimental. Pour terminer, il sera intéressant de développer des jumeaux numériques dédié à la préparation canalaire avec des applications pratiques en pédagogie et à la formation.

5.4 Thème 3 : développement des récupérateurs énergétiques composites piézoélectriques - AMF

Les travaux de thèse de Sunija SUKUMARAN (Sukumaran (2021)) ont démontré le potentiel des polymères piezoélectriques de type PVDF associés à un AMF de type NiTi à effet mémoire pour concevoir des récupérateurs énergétiques thermo-électro-mécaniques. Les essais de traction thermo-mécaniques menés sur un composite PVDF-NiTi ont montré l'existence d'un potentiel électrique produit lors du chargement thermique et du chauffage. Toutefois, la mesure directe du potentiel électrique est fortement influencée par la nature de la mesure. Pour cela, je propose d'améliorer ces essais en s'intéressant plutôt aux charges électriques produites et les compter par la mise en oeuvre d'un montage Tower-Sawyer. La mise en place de cet essai nécessitera de développer un programme d'acquisition labview[©] permettant de synchroniser la mesures des grandeurs physiques issues de la machine de traction (contrainte, déformation), de l'enceinte thermique (température) et la tension aux bornes du montage Tower-Sawyer, proportionnelle à la quantité de charges produites.

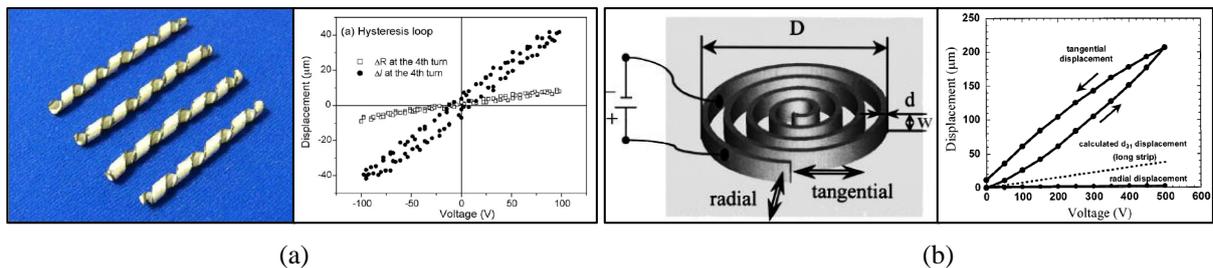


FIGURE 5.3 – Actionneur piézoélectrique de forme hélicoïdale (d'après Mohammadi et al. (1999)) (a) et de forme spirale (d'après Chen et al. (2008)).

Ce même essai à également montré que le potentiel électrique produit était relativement faible en raison du niveau de déformation faible également. L'état de déformation est très important et doit être maximisé pour un chargement thermique donné. Ainsi, pour améliorer les performances des récupérateurs énergétiques, il serait intéressant d'envisager des formes géométriques plus complexes que de simples barres ou poutres pour optimiser l'état de déformation comme cela a été fait pour les actionneurs piézoélectriques. On peut donc étudier tout d'abord numériquement

par la méthode des éléments finis la réponse des composites PVDF-NiTi sous forme de spirale (Mohammadi et al. (1999)), d'hélice (Chen et al. (2008)) par exemple (figure 5.3).

5.5 Thème 4 : étude de la propagation de fissures dans les structures en AMF

Les comportements superélastique et à effet mémoire de forme des AMF sont maintenant suffisamment connus pour concevoir des systèmes fiables dans différents domaines comme l'aéronautique, le biomédical et le génie civil. La tenue en service de ces systèmes constitue un enjeu stratégique et l'étude du comportement en rupture des AMF est très largement présente au sein de la communauté scientifique. J'ai découvert cette thématique en 2008 en travaillant sur la modélisation de la surface de charge en pointe de fissure prenant en compte la dissymétrie traction-compression de ces matériaux (Lexcellent and Thiebaud (2008)). Je souhaite explorer de nouveau cette thématique par une approche numérique et expérimentale.

Au niveau numérique, il sera intéressant de prédire la propagation de fissures dans une structure en AMF par la méthode des éléments finis étendus XFEM (Menouillard et al. (2007)). Le comportement thermo-mécanique de l'AMF étant décrit par le modèle phénoménologique de Chemisky (2009) et Duval (2009), il sera nécessaire de le coupler avec la méthode XFEM, donc en dynamique explicite. Il existe quelques travaux sur le sujet (Ardakani et al. (2015)), donc en s'inspirant de ceux-ci, nous pourrions tester les performances du modèle de comportement dans ce cadre spécifique.

Ces résultats numériques seront confondus avec les investigations expérimentales correspondantes. Pour cela, un interféromètre de Speckle sera utilisé pour mesurer le champ de déformation en pointe de fissure, ce qui permettra également d'apporter une meilleure précision qu'une mesure par corrélation d'images (Taillebot et al. (2012)). Ces investigations expérimentales permettront de nous initier aux problématiques de mesure de champs et ainsi d'apporter des compétences supplémentaires à l'équipe.

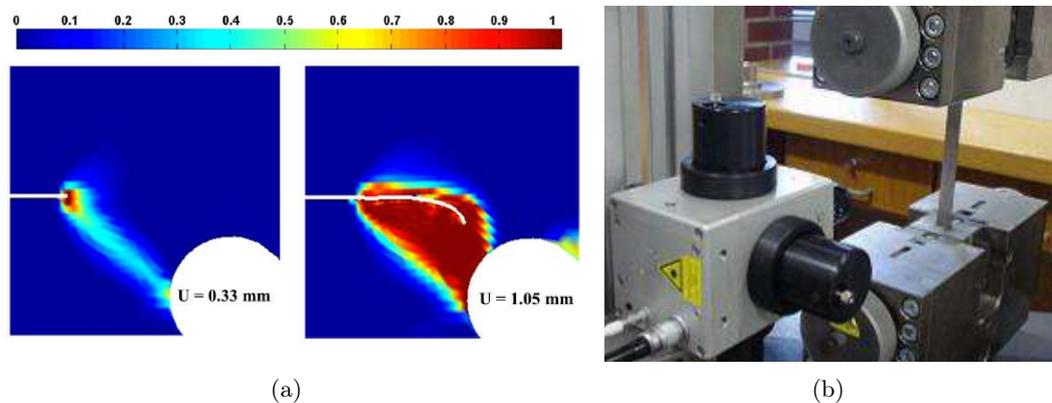


FIGURE 5.4 – Simulation numérique par la méthode XFEM de la propagation de fissures dans une plaque en NiTi, fraction volumique de martensite (d'après Ardakani et al. (2015)) (a) et interféromètre de Speckle utilisée pour la mesure expérimentale (b).

5.6 Thème 5 : alliages poreux et optimisation topologique en dentisterie

Depuis 2021, je co-encadre la thèse de Samuel LEMAIRE intitulée « Intérêt des alliages poreux en dentisterie, application au cas d'une prothèse transvisée sur quatre implants ». Ces travaux font suite à ceux de la thèse de Louis-Marc FAVOT (2013-2016) (Favot (2016), Favot et al. (2014)) et consacrés à l'étude de la tenue mécanique des prothèses dentaires transvisées

sur quatre implants, destinées au traitement des patients totalement édentés. Reposant sur un principe séduisant alliant à la fois des considérations esthétiques, économiques et médicales, ces prothèses montrent toutefois de nombreux cas de défaillances précoces, allant de problèmes de rupture de la prothèse à des descellements d'implants.

Les premiers travaux menés dans le cadre de la thèse de Louis-Marc FAVOT, ont été d'observer les conséquences d'une solution complète prothétique fixe sur les mouvements du corps mandibulaire lors des phases principales de la mastication. L'influence de plusieurs paramètres a été étudiée (matériaux et design de la prothèse, qualité de l'os mandibulaire, angulation des implants postérieurs). L'étude a été conduite, d'abord par voie numérique, grâce à un modèle par éléments finis paramétré dans Abaqus[®] (figure 5.5(b)), puis par voie expérimentale (figure 5.5(a)), par la création d'un banc test mécanique novateur, qui tente de respecter au mieux la physiologie humaine. La corrélation entre études numériques et expérimentales a permis de valider l'ordre de grandeur global des déformations au sein de la barre prothétique. Il en ressort que le biomimétisme est l'une des meilleures réponses mécaniques aux solutions prothétiques en odontologie.

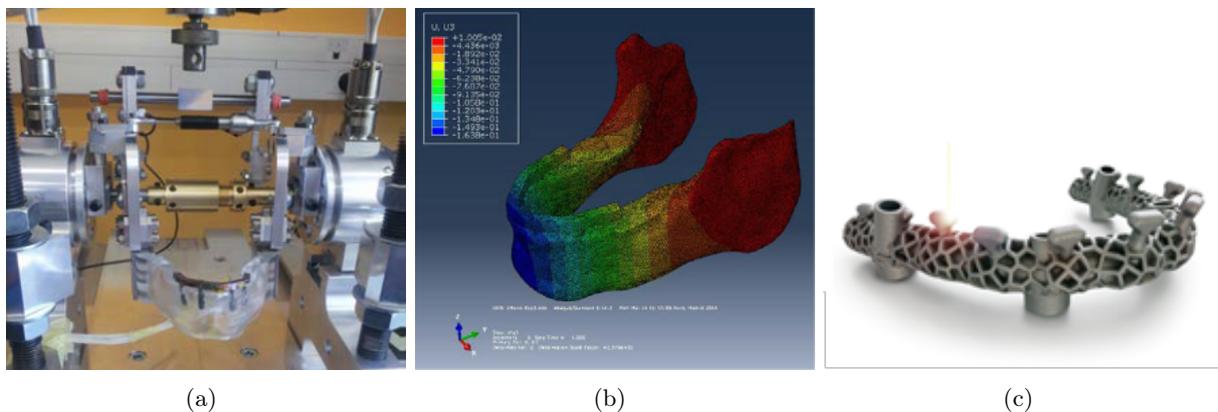


FIGURE 5.5 – *Optimisation topologique en dentisterie : machine d'essais multiaxiale (a), simulation numérique sur mandibule (b) et conception via structure lattice (c).*

La thèse de Samuel LEMAIRE démarrée en 2021, doit permettre d'améliorer la corrélation entre les différents modèles et de proposer des améliorations du concept prothétique, allant dans le sens d'un meilleur biomimétisme. Pour ce faire, l'investigation porte notamment sur l'utilisation d'alliages métalliques poreux pour la confection de la barre prothétique, qui pourraient contribuer à limiter la rigidification excessive de la mandibule (figure 5.5(c)). Ce travail de thèse prévoit un volet numérique avec la caractérisation en statique et dynamique du comportement de plusieurs alliages métalliques poreux biocompatibles (Ti poreux, NbTi poreux, etc.) ainsi qu'un volet simulations concernant la modélisation numérique du comportement de la mandibule, avec barre prothétique en alliage métallique poreux, sous sollicitations statiques et dynamiques, pour différents taux de porosité et différentes répartitions spatiales. Enfin, la caractérisation expérimentale du comportement de la mandibule, avec barre prothétique en alliage métallique poreux, sous sollicitations statiques et dynamiques, et corrélation avec les résultats du modèle numérique est également envisagée.

Ces travaux ont été valorisés au 48^{ème} congrès de société française de biomécanique à Grenoble (Lemaire et al. (2023)) et une publication dans le 'Journal of Prosthetic Dentistry' est actuellement en cours de révision (Lemaire et al. (2024)).

Ma contribution dans ce projet intervient au niveau de la partie expérimentale où je peux mettre à profit l'expérience acquise dans mes différents travaux expérimentaux menés sur les AMF.

Actuellement, le banc expérimental illustré sur la figure 5.5(a) n'est pas complètement exploité malgré son potentiel. Ainsi, dans la continuité des travaux de thèse de Samuel, j'envisage de reconsidérer sa conception et lever les différents verrous techniques liés à son utilisation afin de mener des investigations expérimentales validant les modèles numériques établis. Enfin, il pourra

être intéressant d'envisager l'utilisation des AMF superélastiques de type NiTi pour concevoir et réaliser la barre prothétique. Ce travail impliquera l'utilisation des lois de comportement adaptées pour la réalisation des modèles numériques. Des prototypes pourront être réalisés et testés sur le banc expérimental afin de valider les modèles numériques intégrant les matériaux AMF.

5.7 Pour aller plus loin

Les perspectives qui viennent d'être énoncées s'inscrivent dans la continuité logique des travaux actuels de l'équipe. Bien évidemment, si ces actions sont menées à terme, cela constituera une belle avancée et une bonne activité. Toutefois, il serait bienvenue de proposer des actions novatrices pour enrichir notre activité.

En pédagogie, j'ai monté un cours consacré à la mise en forme des tôles minces métalliques avec notamment un atelier de modélisation numérique des procédés de formage incrémental et de fluotournage (figure 5.6). Ainsi, j'envisage de m'intéresser à la mise en forme des tôles minces métalliques en AMF de type NiTi superélastique. Cette activité impliquera des investigations expérimentales du procédé lié au NiTi superélastique pour étudier sa faisabilité, couplées à des simulations numériques correspondantes à ces investigations, faisant intervenir des lois de comportement spécifiques propres aux AMF. Ce travail apportera une contribution à la thématique des AMF mais aussi à celle de la mise en forme des tôles minces métalliques. Il est à noter que certaines études concernant la mise en forme par formage incrémental du titane (sans spécificité de type AMF) existent dans la littérature, comme le précise [Balcaen \(2013\)](#). Cette nouvelle thématique s'inscrit donc dans la continuité de ces travaux.

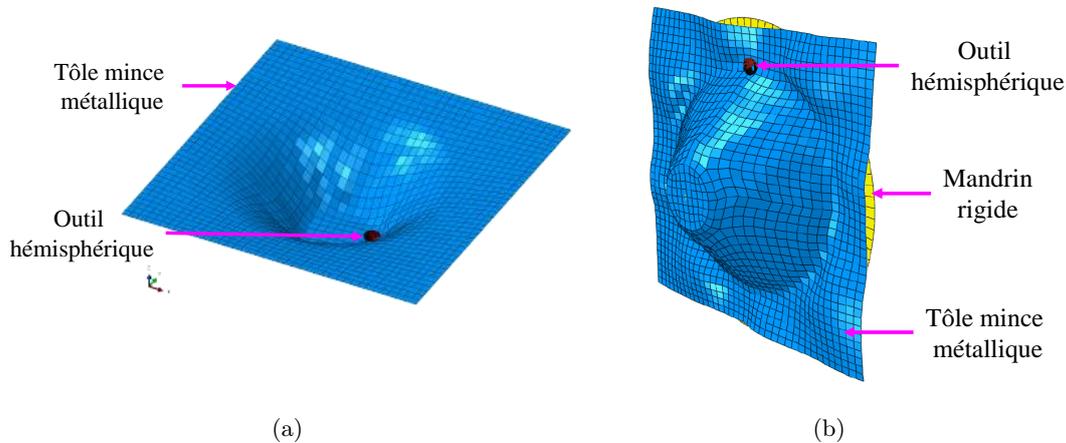


FIGURE 5.6 – Mise en forme d'un tronçonneau de cône par déformations plastiques. Procédé de formage incrémental (a) et procédé de fluotournage (b).

D'autres idées intéressantes peuvent être envisagées telles qu'une ouverture aux polymères à mémoire de forme et leur utilisation pour réaliser des composites polymères à mémoire de forme - matériaux piézoélectriques destinés à la récupération d'énergie. Un volet consacré à leur procédé de mise en forme par fabrication additive pourra également être abordé.

La mise en place de ses différentes perspectives de recherche nécessite des financements conséquents. Ainsi, j'envisage de m'impliquer de manière plus importante dans la recherche de financements en portant et déposant régulièrement des dossiers de subventions que ce soit à l'échelle locale, tels que des projets régions, nationale tels que des projets ANR ou encore internationale avec les projets européens. Même en cas d'échec, il conviendra de renouveler les demandes afin de bénéficier de l'effet mémoire propre à ce type de procédure.

Pour maximiser les chances de réussite de ces demandes de subventions, il sera nécessaire de continuer à développer des partenariats universitaires au niveau national et international. Ainsi,

j'envisage de m'impliquer davantage dans l'entretien de nos partenariats existants comme par exemple celui avec l'Institut Jean Lamour (IJL) de l'Université de Lorraine ou encore ceux avec FEMTO-ST, Michigan State University ou encore Karlsruhe Institute of Technology, avec qui nous avons eu l'occasion de déposer des dossiers de financement. J'apporterai également une attention particulière à la recherche de nouveaux partenaires industriels notamment sur la thématique des instruments endodontiques de manière à faire fabriquer les futurs prototypes des instruments.

Pour terminer sur ce point, j'envisage à cours terme de demander un congé de recherche / conversion thématique (CRCT) dans une université étrangère comme par exemple Texas A&M à College Station (Texas-USA) ou encore l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL) pour enrichir mes compétences et connaissances en simulations numériques et techniques expérimentales, et ainsi nouer des nouveaux partenariats.

Annexe A

Modèle de comportement phénoménologique des AMF

Le modèle de comportement thermomécanique utilisé dans les différents travaux présentés dans ce mémoire a été développé dans le cadre des thèses de [Chemisky \(2009\)](#) et [Duval \(2009\)](#). Ce modèle est issu d'une formulation thermodynamique décrivant les effets de la transformation de phase austénite (A) - martensite (M), de réorientation de martensite et d'accommodation de macles au niveau de la martensite auto-accommodée. Il présente deux variables scalaires (fractions volumiques de toute la martensite et de la partie orientée de la martensite) et deux variables tensorielles (orientations moyennes des déformations de transformation et d'accommodation des macles au niveau de la martensite auto-accommodée). En considérant les déformations induites par transformation et par accommodation des macles et les déformations élastique et thermique, supposées identiques dans les phases martensitique et austénitique, et en supposant un champ de température uniforme au niveau du Volume Élémentaire Représentatif (VER), la déformation totale peut être décomposée de la façon suivante :

$$\underline{\varepsilon} = \underline{\varepsilon}^e + \underline{\varepsilon}^{th} + \underline{\varepsilon}^T + \underline{\varepsilon}^{twin} \quad (1)$$

Où $\underline{\varepsilon}^e$, $\underline{\varepsilon}^{th}$, $\underline{\varepsilon}^T$ et $\underline{\varepsilon}^{twin}$ correspondent respectivement aux déformations élastique, thermique, de transformation et d'accommodation des macles.

La déformation de transformation est déterminée par la moyenne de la déformation de transformation locale sur le VER. Elle peut alors être exprimée comme une fonction de la fraction volumique de martensite f et de la déformation de transformation moyenne $\underline{\varepsilon}^T$ de la manière suivante :

$$\underline{\varepsilon}^T = \frac{1}{V} \int_V \underline{\varepsilon}^T(r) dV = \frac{V_M}{V} \int_{V_M} \underline{\varepsilon}^T(r) dV = f \underline{\varepsilon}^T \quad (2)$$

La déformation résultant de l'accommodation des macles est déterminée par la moyenne de la déformation locale des macles sur le VER. Elle peut être exprimée comme une fonction de la fraction volumique de la martensite auto-accommodée f^{FA} et de la déformation d'accommodation moyenne des macles $\underline{\varepsilon}^{twin}$ de la manière suivante :

$$\underline{\varepsilon}^{twin} = \frac{1}{V} \int_V \underline{\varepsilon}^{twin}(r) dV = \frac{V_M^{FA}}{V} \int_{V_M^{FA}} \underline{\varepsilon}^{twin}(r) dV = f^{FA} \underline{\varepsilon}^{twin} \quad (3)$$

En considérant les équations 2 et 3 et la relation entre contraintes et déformations élastiques, l'équation 1 conduit à l'expression suivante :

$$\underline{\varepsilon} = \underline{S} : \underline{\sigma} + \underline{\alpha}(T - T_{ref}) + f \underline{\varepsilon}^T + f^{FA} \underline{\varepsilon}^{twin} \quad (4)$$

Où \underline{S} , $\underline{\sigma}$, $\underline{\alpha}$, T , et T_{ref} sont respectivement le tenseur de souplesse isotrope, le tenseur de contrainte moyenne sur le VER, le tenseur de dilatation thermique et enfin les températures ambiantes et de référence.

Le premier principe de la thermodynamique combiné à la décomposition de la déformation exprimé dans l'équation 4 aboutit à l'expression suivante de l'énergie libre de Gibbs :

$$\begin{aligned}
 G = & U^A - TS^A + B(T - T_0) f - \frac{1}{2} \underline{\sigma} : \underline{S} : \underline{\sigma} - \underline{\sigma} : \underline{\alpha} (T - T_{ref}) \\
 & - \underline{\sigma} : \underline{\bar{\varepsilon}}^T f - \underline{\sigma} : \underline{\bar{\varepsilon}}^{twin} f^{FA} + \frac{1}{2} H_f f^2 + \frac{1}{2} f H_\varepsilon \underline{\bar{\varepsilon}}^T : \underline{\bar{\varepsilon}}^T \\
 & + \frac{1}{2} f^{FA} H_{twin} \underline{\bar{\varepsilon}}^{twin} + C_v \left[(T - T_0) - T \log \frac{T}{T_0} \right]
 \end{aligned} \quad (5)$$

L'énergie libre de Gibbs comprend les contributions chimiques et mécaniques, l'interaction entre les variantes de martensite et les interactions entre les grains. U^A , S^A , B , T_0 , H_f , H_ε , H_{twin} et C_v sont respectivement l'énergie interne et l'entropie de la phase austénitique, la différence entre les entropies de l'austénite et de la martensite, la température d'équilibre thermodynamique entre les phases austénitique et martensitique, le coefficient de pseudo-écrouissage induit par la transformation de phase, les deux paramètres matériau décrivant les interactions et le coefficient de chaleur latente de transformation.

L'application du second principe de la thermodynamique amène à l'expression suivante de l'inégalité de Clausius-Duhem dépendant de l'expression de l'énergie libre de Gibbs et définie par l'équation 6 :

$$-\frac{\partial G}{\partial \underline{\sigma}} : \dot{\underline{\sigma}} - \frac{\partial G}{\partial T} : \dot{T} - \frac{\partial G}{\partial V_k} : \dot{V}_k - \dot{\underline{\sigma}} : \underline{\varepsilon} - \mathbf{q} \cdot \frac{\overrightarrow{\text{grad}T}}{T} \geq 0 \quad (6)$$

Dans cette équation, l'énergie libre de Gibbs est exprimée en fonction des variables d'état $(\underline{\sigma}, T)$ et internes $(V_k = f, f^{FA}, \underline{\bar{\varepsilon}}^T, \underline{\bar{\varepsilon}}^{twin})$ et des paramètres matériaux. Ici, seules les forces motrices correspondant aux processus dissipatifs sont données. L'expression des autres forces motrices est détaillée dans [Chemisky et al. \(2011\)](#).

$$\begin{aligned}
 A_f = & \frac{\partial G}{\partial f} = B(T - T_0) f - \underline{\sigma} : \underline{\bar{\varepsilon}}^T - f^{FA} \underline{\sigma} : \underline{\bar{\varepsilon}}^{twin} \\
 & + \frac{1}{2} H_\varepsilon \underline{\bar{\varepsilon}}^T + \frac{1}{2} H_f f + \frac{1}{2} H_{twin} \underline{\bar{\varepsilon}}^{twin} : \underline{\bar{\varepsilon}}^{twin} \\
 A_{\underline{\bar{\varepsilon}}^T} = & \frac{\partial G}{\partial \underline{\bar{\varepsilon}}^T} = -f \underline{\sigma} + f H_\varepsilon \underline{\bar{\varepsilon}}^T \\
 A_{\underline{\bar{\varepsilon}}^{twin}} = & \frac{\partial G}{\partial \underline{\bar{\varepsilon}}^{twin}} = -f^{FA} \underline{\sigma} + f^{FA} H_{twin} \underline{\bar{\varepsilon}}^{twin}
 \end{aligned} \quad (7)$$

Afin de tenir compte des propriétés d'hystérésis de la transformation de phase martensitique et de réorientation, des forces critiques sont attribuées à chacune de ces trois forces motrices conduisant aux critères de transformation de phase, d'orientation et d'accommodation des macles permettant l'élaboration du diagramme de transformation de phase. A partir de ces critères et de leur évolution, l'activation des mécanismes (transformation de phase, orientation de la martensite et l'accommodation des macles) et les lois d'évolution des variables internes sont déduites en admettant la condition de cohérence. Une loi spécifique d'évolution dépendante de f est adoptée pour f^{FA} :

$$\dot{f}^{FA} = \xi^{FA} \dot{f} \begin{cases} \xi^{FA} = \frac{\varepsilon_{SAT}^T - \bar{\varepsilon}_{eq}^T}{\varepsilon_{SAT}^T}, \text{ si } \dot{f} > 0 \\ \xi^{FA} = \frac{f_r^{FA}}{f_r}, \text{ si } \dot{f} < 0 \end{cases} \quad (8)$$

Où, ε_{SAT}^T , $\bar{\varepsilon}_{eq}^T$, f_r , f_r^{FA} sont respectivement un paramètre matériau caractérisant la déformation de transformation maximale, la déformation de transformation moyenne équivalente de von Mises et les fractions volumiques de martensite et de martensite auto-accommodées au cours de la transformation inverse.

Ce modèle de comportement prend en compte la dissymétrie traction-compression en considérant que la déformation de transformation moyenne maximale dépend des deuxième et troisième invariants du tenseur des contraintes.

J'invite le lecteur à se référer aux travaux de thèse de [Chemisky \(2009\)](#) et [Duval \(2009\)](#) pour plus de détails. Le tableau de la figure A.1 synthétise la signification des différents paramètres utilisés pour décrire la superélasticité des AMF via ce modèle.

Paramètres	Description
E	Module de Young
ν	Coefficient de Poisson
ε_{trac}^T	Déformation de transformation maximale en traction
ε_{comp}^T	Déformation de transformation maximale en compression
b_d	Pente de transformation directe en traction
b_r	Pente de transformation inverse en traction
M_s	Température de début de transformation directe
A_f	Température de fin de transformation inverse
r_f	Amplitude des boucles internes
F_{ε^T}	Contrainte de début de transformation
H_f	Interaction liée à la transformation
H_{ε^T}	Interaction liée à la réorientation
H_{twin}	Interaction liée à l'accommodation des macles
H_s	Décalage des températures de retour austénitique

TABLE A.1 – Signification des paramètres matériaux pour décrire la superélasticité du modèle de [Chemisky et al. \(2011\)](#).

Annexe B

Modèle de comportement micromécanique des AMF

Le comportement thermomécanique du CuAlBe monocristallin est décrit dans le modèle proposé par [Patoor et al. \(1989\)](#), puis implémenté dans 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 par le biais de 24 variables internes. Chacune de ces variantes est caractérisée par deux vecteurs, l'un \mathbf{n} normal au plan d'habitat et l'autre \mathbf{m} définit la direction de transformation. 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. $\bar{\varepsilon}^n$ est la déformation de transformation intrinsèque de chaque variante n et dépend alors de ses deux vecteurs \mathbf{n}^n et \mathbf{m}^m , ainsi que de l'intensité de distorsion g . Elle est définie par l'équation 1

$$\bar{\varepsilon}_{ij}^n = \frac{1}{2}g (m_i^n n_j^n + m_j^n n_i^n) = \frac{1}{2}g R_{ij}^n \quad (1)$$

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 $\underline{\varepsilon}^{tr}$ 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 2

$$\varepsilon_{ij}^{tr} = \sum_n \bar{\varepsilon}_{ij}^n f^n \quad (2)$$

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 3 :

$$0 < f^n < 1 \text{ et } \sum_n f^n \leq 1 \quad (3)$$

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 comme le précise l'équation 4 :

$$\Delta G(\underline{\sigma}, T, f^n) = \sigma_{ij} \varepsilon_{ij} - \Delta G_{ch} - W_{elas} - W_{inter} \quad (4)$$

où $\underline{\sigma}$, $\underline{\varepsilon}$, G_{ch} , W_{elas} , 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 en raison 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 5.

$$\begin{aligned} \Delta G(\underline{\sigma}, T, f^n) &= \frac{1}{2} \sigma_{ij} S_{ijkl} \sigma_{kl} + \sigma_{ij} \varepsilon_{ij}^{tr} + \alpha_{ij} (T - T_0) \sigma_{ij} \\ &\quad - B (T - T_0) \sum_n f^n - \frac{1}{2} \sum_{n,m} f^n H^{nm} f^m \end{aligned} \quad (5)$$

L'énergie élastique est exprimée en fonction du tenseur des contraintes moyennes $\underline{\sigma}$ et du tenseur de souplesse d'ordre 4 \underline{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 $\underline{\varepsilon}^{tr}$ et à une partie due à l'expansion thermique isotrope définie par le tenseur de dilatation thermique $\underline{\alpha}$. Le dernier terme 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 . La prise en compte des conditions sur la fraction volumique de chaque variante est faite par l'intermédiaire du terme ψ_{const} de l'équation 6. Le Lagrangien ℓ est alors obtenu par assemblage du terme ψ_{const} et de ΔG :

$$\begin{aligned} \ell &= \sigma_{ij} \varepsilon_{ij} - \Delta G_{ch} - W_{elas} - W_{inter} \\ &= \frac{1}{2} \sigma_{ij} S_{ijkl} \sigma_{kl} + \sigma_{ij} \varepsilon_{ij}^{tr} + \alpha_{ij} (T - T_0) \sigma_{ij} \\ &\quad - B (T - T_0) \sum_n f^n - \frac{1}{2} \sum_{n,m} f^n H^{nm} f^m \\ &\quad - \left(\sum_n \lambda_1^n f^n + \lambda \left(1 - \sum_n f^n \right) \right) \end{aligned} \quad (6)$$

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 7, intègre l'expression de la dérivée totale du Lagrangien ℓ .

$$\dot{\ell} = -S^{VER} \dot{T} - \mathbf{q} \frac{\overrightarrow{\text{grad}T}}{T} \geq 0 \quad (7)$$

On peut ainsi en déduire les expressions des forces motrices thermodynamiques :

$$S_{ijkl} \sigma_{kl} + \alpha_{ij} (T - T_0) + \varepsilon_{ij}^{tr} = 0 \quad (8)$$

$$-B \sum_n f^n - S^{VER} = 0 \quad (9)$$

$$g \sigma_{ij} R_{ij}^n - B (T - T_0) e^n - \sum_m H^{nm} f^m - \lambda_1^n + \lambda e^n = F_c^n \quad (10)$$

où (e^1, \dots, 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_c^n , 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 8 sous leur forme variationnelle permet de déterminer le taux de fraction volumique de chacune des variantes de martensite active \dot{f}^n :

$$f^n = \sum_m \hat{H}_{nm}^{-1} \left[\tilde{\varepsilon}_{ij}^m C_{ijkl} \dot{\varepsilon}_{kl} - (\tilde{\varepsilon}_{pq}^m C_{psrs} \dot{\alpha}_{rs} + B e^m) \dot{T} \right] \quad (11)$$

où $\underline{C} = \underline{S}^{-1}$ est le tenseur de souplesse et \hat{H}_{nm} est un tenseur défini par :

$$\hat{H}_{nm} = H^{nm} + \tilde{\varepsilon}_{ij}^n C_{ijkl} \tilde{\varepsilon}_{kl}^m \quad (12)$$

Ainsi, on peut à partir des équations précédentes déduire les équations constitutives du modèle micromécanique pour le CuAlBe monocristallin :

$$\dot{\sigma}_{ij} = l_{ijkl} \dot{\varepsilon}_{kl} - m_{ij} \dot{T} \quad (13)$$

Avec :

$$l_{ijkl} = C_{ijkl} - \sum_{n,m} C_{ijrs} \tilde{\varepsilon}_{rs}^n \hat{H}_{nm}^{-1} \tilde{\varepsilon}_{pq}^m C_{pqkl} \quad (14)$$

$$m_{ij} = C_{ijkl} \alpha_{kl} - \sum_{n,m} C_{ijrs} \tilde{\varepsilon}_{rs}^n \hat{H}_{nm}^{-1} (B e^m + \tilde{\varepsilon}_{pq}^m C_{pqkl} \alpha_{kl}) \quad (15)$$

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 de chaque variante et sa direction de distorsion. Il demande également d'identifier le module de Young, les coefficients de compatibilité et d'incompatibilité, le glissement g et les forces critiques de chaque variante. J'invite le lecteur à se référer aux travaux de [Patoor et al. \(1989\)](#), [Merzouki et al. \(2010\)](#) et [Collard and Ben Zineb \(2012\)](#) pour plus de détails.

Annexe C

Modélisation du comportement dynamique par module d'Young complexe

De manière générale, le module d'Young complexe est un outil destiné principalement à caractériser le comportement dynamique ainsi que les propriétés amortissantes des matériaux viscoélastiques. La généralisation théorique de cet outil nécessite l'introduction d'une nouvelle formulation de la loi de comportement usuelle. Ainsi, la relation entre contraintes et déformations doit apparaître comme un opérateur introduisant la notion de comportement différé dans le temps. Cette notion de comportement a fait l'objet d'une étude approfondie et a débouché sur la théorie endochronique de [Valanis \(1971\)](#). Le point de départ de cette théorie consiste à écrire la loi de comportement comme une fonctionnelle de la forme générale donnée par l'équation suivante :

$$\sigma_{ij}(t) = \int_{s=0}^{+\infty} F(\varepsilon_{ij}(t), \varepsilon_{ij}(t-s), T(t), T(t-s)) ds \quad (1)$$

A l'instant t , l'état de contraintes dépend donc des variables d'état mais également de tous les instants $t-s$. On suppose cette loi linéaire pour se placer dans le cadre de la viscoélasticité linéaire. Si de plus on néglige la contribution de la température T , on obtient une loi de comportement linéaire donnée par le produit de convolution :

$$\sigma_{ij}(t) = \int_{-\infty}^t E_{ijkl}(t-\tau) \frac{d\varepsilon_{kl}}{d\tau} d\tau \quad (2)$$

Où σ_{ij} et ε_{ij} désignent respectivement les composantes du tenseur des contraintes et des déformations. L'opérateur d'élasticité est écrit comme étant la somme d'une valeur asymptotique E^∞ et d'un terme E^* dépendant du temps. On obtient alors :

$$E_{ijkl}(t) = E_{ijkl}^\infty + E_{ijkl}^* \quad / \quad \lim_{t \rightarrow \infty} E_{ijkl}^*(t) = 0 \quad (3)$$

En reportant l'équation 2 dans l'équation 1, la contrainte s'écrit alors de la manière suivante :

$$\sigma_{ij}(t) = E_{ijkl}^\infty \varepsilon_{kl}(t) + \int_{-\infty}^t E_{ijkl}^*(t-\tau) \frac{d\varepsilon_{kl}(\tau)}{d\tau} d\tau \quad (4)$$

Pour des raisons évidentes de causalité, $E_{ijkl}^*(t) = 0$ pour $t < \tau$. L'expression de la déformation est spécifiée comme une fonction harmonique de pulsation ω par :

$$\hat{\varepsilon}_{kl}(t) = \varepsilon_{kl}^m e^{i\omega t}, \quad \varepsilon_{kl}(t) = \text{Re} \{ \hat{\varepsilon}_{kl}(t) \} \quad (5)$$

En reportant l'équation 5 dans l'équation 4, on obtient alors comme expression complexe la contrainte :

$$\hat{\sigma}_{ij}(t) = E_{ijkl}^{\infty} \varepsilon_{kl}^m(t) e^{i\omega t} + i\omega \varepsilon_{kl}^m \int_{-\infty}^t E_{ijkl}^*(t - \tau) e^{i\omega \tau} d\tau \quad (6)$$

En considérant le changement de variable $\beta = t - \tau$, la contrainte complexe devient :

$$\hat{\sigma}_{ij}(t) = \left[E_{ijkl}^{+\infty} + i\omega \int_0^{\infty} E_{ijkl}^*(t - \tau) e^{-i\omega \beta} d\beta \right] \varepsilon_m e^{i\omega t} \quad (7)$$

En se plaçant dans l'espace de Fourier, la relation précédente se simplifie et s'écrit sous la forme d'un produit :

$$\tilde{\sigma}_{ij}(\omega) = \bar{E}_{ijkl}(\omega) \tilde{\varepsilon}_{kl}(\omega) \quad (8)$$

avec :

$$\bar{E}_{ijkl}(\omega) = \underbrace{E_{ijkl}^{\infty}}_{\text{isotherme}} + \underbrace{U_{ijkl}^{\infty}(\omega)}_{\text{conservative}} + i \underbrace{V_{ijkl}^{\infty}(\omega)}_{\text{dissipative}} \quad (9)$$

\bar{E} est donc complexe, il est la somme d'un terme isotherme, d'un autre conservatif et enfin d'un terme dissipatif. Étant donné la relation 7, on en déduit les expressions des quantités U et V :

$$U_{ijkl}(\omega) = \omega \int_0^{+\infty} E_{ijkl}^*(\beta) \sin(\omega \beta) d\beta \quad (10)$$

$$V_{ijkl}(\omega) = \omega \int_0^{+\infty} E_{ijkl}^*(\beta) \cos(\omega \beta) d\beta \quad (11)$$

Ces deux relations conduisent à la notion de modules complexes où \bar{E} est défini comme le module d'Young complexe et s'écrit finalement :

$$\bar{E}_{ijkl}(\omega) = E_{ijkl}(\omega) (1 + i\eta_{ijkl}(\omega)) \quad (12)$$

Dans le cas uniaxial, on obtient alors :

$$\bar{E}(\omega) = E(\omega) (1 + i\eta(\omega)) \quad (13)$$

Le concept peut être généralisé pour le module de Coulomb complexe G^* et le module de Poisson complexe ν^* :

$$\bar{G}(\omega) = G(\omega) (1 + i\eta_G(\omega)) \quad (14)$$

$$\bar{\nu}(\omega) = \nu(\omega) (1 + i\eta_{\nu}(\omega)) \quad (15)$$

E est défini comme étant le module de stockage et η le facteur de perte. Vu les relations 9 et 14, ils s'écrivent respectivement de la manière suivante :

$$E(\omega) = E^{\infty} + \omega \int_0^{+\infty} E^*(\beta) \sin(\omega \beta) d\beta \quad (16)$$

$$\eta(\omega) = \frac{\omega \int_0^{+\infty} E(\beta) \cos(\omega \beta) d\beta}{E^{\infty} + \omega \int_0^{+\infty} E^*(\beta) \sin(\omega \beta) d\beta} \quad (17)$$

Le nom de 'facteur de perte' traduit le fait que η correspond au ratio de l'énergie dissipée sur un cycle de chargement par 2π fois l'énergie potentielle maximale. Enfin, la partie imaginaire du module d'Young complexe $E\eta$ est définie comme étant le module de perte. Son expression est la suivante :

$$E(\omega)\eta(\omega) = \omega \int_0^{+\infty} E(\beta)\cos(\omega\beta)d\beta \quad (18)$$

En considérant une sollicitation en déformation monoharmonique de pulsation ω , la réponse en contrainte est alors :

$$\varepsilon(t) = \text{Re} \{ \hat{\varepsilon}(t) \} = \varepsilon_m \cos(\omega(t)) \quad (19)$$

$$\sigma(t) = \text{Re} \{ \hat{\sigma}(t) \} = E\varepsilon_m (\cos(\omega(t)) - \eta \sin(\omega(t))) \quad (20)$$

Une représentation graphique paramétrique est donnée sur la figure C.1 dans le plan contrainte-déformation. L'aire A de l'ellipse est une mesure de l'énergie dissipée par unité de volume au cours d'un cycle. Son expression est :

$$A = \int_0^T \sigma(t)\varepsilon(t)dt = \pi E\eta\varepsilon_m^2 \quad (21)$$

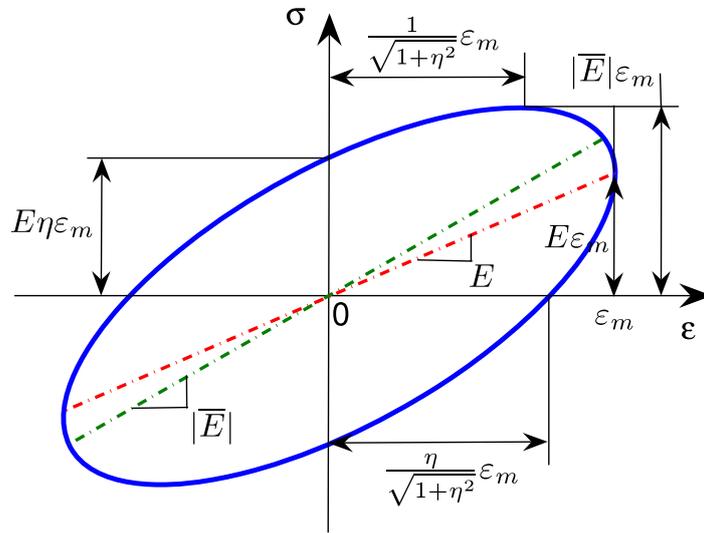


FIGURE C.1 – Cycle hystérétique (ellipse) d'un matériau au comportement mécanique linéaire sous chargement monoharmonique (d'après Thiebaud (2007)).

Bibliographie

- Abavisani, I., Rezaifar, O., and Kheyroddin, A. (2021). Multifunctional properties of shape memory materials in civil engineering applications : A state-of-the-art review. *Journal of Building Engineering*, 44 : 102657. 56
- Abdelmomen, I. (2023). *Étude de l'influence des traitements thermiques sur les instruments endodontiques en AMF NiTi*. PhD thesis, LEM3 - Université de Lorraine. vi, 2, 21, 45, 46, 47, 48, 49, 50, 51, 52, 53
- Abdelmomen, I., Vincent, M., Thiebaud, F., Budzinski, J., Bastogne, T., Ben Zineb, T., and Engels-Deutsch, M. (2022). Analyse expérimentale de l'influence des traitements thermiques sur la flexibilité des instruments endodontiques en niti. In *Entretiens Odontologiques de Monastir*. Monastir, Tunisie. 14, 22, 45
- Abdelmomen, I., Vincent, M., Thiebaud, F., Budzinski, J., Bastogne, T., Ben Zineb, T., and Engels-Deutsch, M. (2023). Experimental analysis of the influence of heat treatments on the flexibility of niti alloy for endodontic instruments manufacturing. *Materials*, 16(9) : 3437. 14, 22, 45
- Almeida, B. C. d. and Elias, C. N. (2020). Influence of heat treatment on color and flexibility of nickel-titanium endodontic instruments. *RGO-Revista Gaúcha de Odontologia*, 68 : e20200044. 44
- Ardakani, S. H., Ahmadian, H., and Mohammadi, S. (2015). Thermo-mechanically coupled fracture analysis of shape memory alloys using the extended finite element method. *Smart Materials and Structures*, 24(4) : 045031. viii, 100
- Arzelier, D. and Peaucelle, D. (1998). Systèmes et asservissement non linéaires. *Notes de cours, Version*, 4. 57
- Bahia, M., Melo, M., and Buono, V. (2006). 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. 36
- Balcaen, Y. (2013). *Etude des mécanismes de déformation du titane T40 en formage incrémental*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Toulouse-INPT. 102
- Belkahla, S. (1990). *Elaboration et caractérisation de nouveaux alliages à mémoire de forme basse température type Cu-Al-Be*. PhD thesis, Lyon, INSA. 40
- Bono, F. and Tirelli, D. (1999). Characterisation of materials for the innovative antiseismic techniques. Technical report, JRC ISPRA, Internal report. 56
- Bourmaud, A., Beaugrand, J., Shah, D. U., Placet, V., and Baley, C. (2018). Towards the design of high-performance plant fibre composites. *Progress in Materials Science*, 97 : 347–408. 96
- Bouvet, C., Calloch, S., and Lexcellent, C. (2004). 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. 62

- Caruel, M., Taillard, K., Laheurte, P., Patoor, E., and Hubert, O. (2022). Caractérisation et modélisation d'un alliage binaire niobium-titane. In *Congrès Français de Mécanique - Nantes*. 96
- Chemisky, Y. (2009). *Modélisation macroscopique des alliages à mémoire de forme - Application aux matériaux composites*. PhD thesis, LEM3 - Université de Lorraine. 23, 69, 71, 75, 98, 100, 105, 107
- Chemisky, Y., Duval, A., Patoor, E., and Ben Zineb, T. (2011). Constitutive model for shape memory alloys including phase transformation, martensitic reorientation and twins accommodation. *Mechanics of Materials*, 43(7) : 361–376. v, ix, 23, 24, 33, 40, 43, 71, 106, 107
- Chen, J., Xu, Q. C., Blaszkiewicz, M., Meyer Jr, R., and Newnham, R. E. (1992). Lead zirconate titanate films on nickel–titanium shape memory alloys : Smarties. *Journal of the American Ceramic Society*, 75(10) : 2891–2892. 85
- Chen, Y., Li, T., Boey, F., and Ma, J. (2008). Electrophoretic deposition and characterization of helical piezoelectric actuator. *Ceramics international*, 34(1) : 1–6. viii, 99, 100
- Chevalier, V., Pino, L., Arbab Chirani, R., Calloch, S., and Arbab Chirani, S. (2018). Experimental validation of numerical simulations of a new-generation niti endodontic file under bending. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 27 : 5856–5864. 36
- Collard, C. and Ben Zineb, T. (2012). Simulation of the effect of elastic precipitates in sma materials based on a micromechanical model. *Composites Part B : Engineering*, 43(6) : 2560–2576. 40, 109, 111
- Collet, M., Foltête, E., and Lexcellent, C. (2001). Analysis of the behavior of a shape memory alloy beam under dynamical loading. *European Journal of Mechanics-A/Solids*, 20(4) : 615–630. viii, 56, 97
- Covaci, C. and Gontean, A. (2020). Piezoelectric energy harvesting solutions : A review. *Sensors*, 20(12) : 3512. 84
- De-Deus, G., Silva, E. J. N. L., Vieira, V. T. L., Belladonna, F. G., Elias, C. N., Plotino, G., and Grande, N. M. (2017). Blue thermomechanical treatment optimizes fatigue resistance and flexibility of the reciproc files. *Journal of endodontics*, 43(3) : 462–466. 44
- Dolce, M. and Cardone, D. (2001a). Mechanical behaviour of shape memory alloys for seismic applications 1. martensite and austenite niti bars subjected to torsion. *International Journal of Mechanical Sciences*, 43(11) : 2631–2656. 56
- Dolce, M. and Cardone, D. (2001b). 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. 56
- Dolce, M., Cardone, D., and Marnetto, R. (2001). Sma recentering devices for seismic isolation of civil structures. In *Smart structures and materials 2001 : Smart systems for bridges, structures, and highways*, volume 4330, pages 238–249. SPIE. 56
- Duval, A. (2009). *Modélisation du comportement thermomécanique d'alliages à mémoire de forme. Application au dimensionnement de microsystèmes et extension en non local*. PhD thesis, LEM3 - Université de Lorraine. 23, 69, 71, 75, 98, 100, 105, 107
- Ebihara, A., Yahata, Y., Miyara, K., Nakano, K., Hayashi, Y., and Suda, H. (2011). Heat treatment of nickel–titanium rotary endodontic instruments : effects on bending properties and shaping abilities. *International Endodontic Journal*, 44(9) : 843–849. 46

- Elhadrouz, M. (2004). *Modélisation du comportement des céramiques ferroélectriques et ferroélastiques*. PhD thesis, Université de Lorraine. 85
- Engels-Deutsch, M. and Bataillard, L. (2017). Dispositif pour le traitement dentaire. 44
- Entemeyer, D., Patoor, E., Eberhardt, A., and Berveiller, M. (2000). Strain rate sensitivity in superelasticity. *International Journal of plasticity*, 16(10-11) : 1269–1288. 22
- Esposito, P. T. and Cunningham, C. J. (1995). A comparison of canal preparation with nickel-titanium and stainless steel instruments. *Journal of endodontics*, 21(4) : 173–176. 21
- Favot, L.-M. (2016). *Analyse de la tenue mécanique d'une prothèse dentaire transvissée sur quatre implants : approches expérimentale et numérique*. PhD thesis, Université de Lorraine. 100
- Favot, L.-M., Berry-Kromer, V., Haboussi, M., Thiebaud, F., and Ben Zineb, T. (2014). Numerical study of the influence of material parameters on the mechanical behaviour of a rehabilitated edentulous mandible. *Journal of dentistry*, 42(3) : 287–297. 100
- Fortini, A., Rizzoni, R., Suman, A., Fabbri, E., Merlin, M., and Pinelli, M. (2018). An experimentally-driven approach to model bending in a thermally activated sma-based beam. *Smart Materials and Structures*, 27(12) : 125004. 36
- Gavini, G., Santos, M. d., Caldeira, C. L., Machado, M. E. d. L., Freire, L. G., Iglecias, E. F., Peters, O. A., and Candeiro, G. T. d. M. (2018). Nickel–titanium instruments in endodontics : a concise review of the state of the art. *Brazilian oral research*, 32 : e67. 44
- Goo, H.-J., Kwak, S. W., Ha, J.-H., Pedullà, E., and Kim, H.-C. (2017). Mechanical properties of various heat-treated nickel-titanium rotary instruments. *Journal of endodontics*, 43(11) : 1872–1877. 44
- Grass, G., Rensing, C., and Solioz, M. (2011). Metallic copper as an antimicrobial surface. *Applied and environmental microbiology*, 77(5) : 1541–1547. 21
- Gusarov, B., Gusarova, E., Viala, B., Gimeno, L., Boisseau, S., Cugat, O., Vandelle, E., and Louison, B. (2016). Thermal energy harvesting by piezoelectric pvdf polymer coupled with shape memory alloy. *Sensors and Actuators A : Physical*, 243 : 175–181. 85
- Haj-Khalifa, S. (2017). Caractérisation expérimentale et numérique de lime endodontique en alliage à mémoire de forme. Master's thesis, LEM3 - Université de Lorraine. 21
- Hou, X.-M., Yang, Y.-J., and Qian, J. (2021). Phase transformation behaviors and mechanical properties of niti endodontic files after gold heat treatment and blue heat treatment. *Journal of Oral Science*, 63(1) : 8–13. 44
- Inaudi, J. and Kelly, J. (1994). Experiments on tuned mass dampers using viscoelastic, frictional and shape memory alloy materials 1st world conf. on structural control - los angeles, ca. 56
- Jani, J. M., Leary, M., Subic, A., and Gibson, M. A. (2014). A review of shape memory alloy research, applications and opportunities. *Materials & Design (1980-2015)*, 56 : 1078–1113. 1, 56
- Kaouache, B., Berveiller, S., Inal, K., Eberhardt, A., and Patoor, E. (2004). Stress analysis of martensitic transformation in cu–al–be polycrystalline and single-crystalline shape memory alloy. *Materials Science and Engineering : A*, 378(1-2) : 232–237. 40
- Kaval, M., Capar, I., and Ertas, H. (2016). Evaluation of the cyclic fatigue and torsional resistance of novel nickel-titanium rotary files with various alloy properties. *Journal of endodontics*, 42(12). 36

- Kim, H., Kim, H., Lee, C., Kim, B., Park, J., and Versluis, A. (2009). Mechanical response of nickel–titanium instruments with different cross-sectional designs during shaping of simulated curved canals. *International Endodontic Journal*, 42(7) : 593–602. 23
- La Rosa, G., Savio, F. L., Pedullà, E., and Rapisarda, E. (2016). Developing of a new device for static and dynamic tests of ni-ti instruments for root canal treatment. *Procedia Structural Integrity*, 2 : 1303–1310. 36
- Laxalde, D., Thouverez, F., and Sinou, J.-J. (2006). Dynamics of a linear oscillator connected to a small strongly non-linear hysteretic absorber. *International Journal of Non-Linear Mechanics*, 41(8) : 969–978. 97
- Lemaire, S., Berry-Kromer, V., Thiebaud, F., and Bouby, C. (2023). Numerical study of a lattice structure : application for a mandibular rehabilitation with implant-supported fixed prosthesis. In *Swiss-French Biomaterials young researchers' summer school*. Zurich, CH. 14, 101
- Lemaire, S., Berry-Kromer, V., Thiebaud, F., and Bouby, C. (2024). Interest of a porous prosthetic framework to improve a mandibular restoration with implant-supported prosthesis : a finite element study. *Journal of dentistry*, under review. 101
- Lessieur, F. (2017). *Étude du comportement mécanique de limes endodontiques en alliage à mémoire de forme durant la préparation canalaire*. PhD thesis. 21
- Lexcellent, C. and Thiebaud, F. (2008). 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. 100
- Liu, Y., Van Humbeeck, J., Stalmans, R., and Delaey, L. (1997). Some aspects of the properties of niti shape memory alloy. *Journal of alloys and compounds*, 247(1-2) : 115–121. 56
- Megdiche, M., Sallami, A., Thiebaud, F., Bouraoui, T., Ben Zineb, T., and Arbab Chirani, S. (2020). Experimental analysis of the pseudoelastic damping capacity of the fe-30mn-6si-5cr shape memory alloy. *Smart Materials and Structures*, 29(8) : 084002. 2
- Menouillard, T., Moës, N., and Combescure, A. (2007). X-fem en dynamique explicite. In *8e Colloque national en calcul des structures*. 100
- Merzouki, T., Collard, C., Bourgeois, N., Ben Zineb, T., and Meraghni, F. (2010). Coupling between measured kinematic fields and multicrystal sma finite element calculations. *Mechanics of Materials*, 42(1) : 72–95. 40, 109, 111
- Mirzaeifar, R., DesRoches, R., and Yavari, A. (2011). A combined analytical, numerical, and experimental study of shape-memory-alloy helical springs. *International Journal of Solids and Structures*, 48(3-4) : 611–624. 56
- Miyara, K., Yahata, Y., Hayashi, Y., Tsutsumi, Y., Ebihara, A., Hanawa, T., and Suda, H. (2014). The influence of heat treatment on the mechanical properties of ni-ti file materials. *Dental materials journal*, 33(1) : 27–31. 46
- Mohammadi, F., Kholkin, A., Jadidian, B., and Safari, A. (1999). High-displacement spiral piezoelectric actuators. *Applied Physics Letters*, 75(16) : 2488–2490. viii, 99, 100
- Moumni, Z., Zaki, W., and Maitournam, H. (2009). Cyclic behavior and energy approach to the fatigue of shape memory alloys. *Journal of Mechanics of Materials and Structures*, 4(2) : 395–411. 61

- Nan, X., Xie, L., and Zhao, W. (2016). On the application of 3d finite element modeling for small-diameter hole drilling of aisi 1045 steel. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 84 : 1927–1939. 98
- Oh, S., Kum, K.-Y., Kim, H.-J., Moon, S.-Y., Kim, H.-C., Chaniotis, A., Perinpanayagam, H., Pedullá, E., and Chang, S. W. (2020). Bending resistance and cyclic fatigue resistance of waveone gold, reciproc blue, and hyflex edm instruments. *Journal of Dental Sciences*, 15(4) : 472–478. 44
- Oudich, A. and Thiebaud, F. (2016). A two-way shape memory alloy-piezoelectric bimorph for thermal energy harvesting. *Mechanics of Materials*, 102 : 1–6. 14
- Patoor, E., Eberhardt, A., and Berveiller, M. (1989). Thermomechanical behavior of shape memory alloys. In *European Symposium on Martensitic Transformations*, pages 133–140. EDP Sciences. vi, ix, 40, 41, 109, 111
- Patoor, E., Eberhardt, A., and Berveiller, M. (1996). Micromechanical modelling of superelasticity in shape memory alloys. *Le Journal de Physique IV*, 6(C1) : C1–277. 40
- Prado, J. V., Vidal, A. R., and Durán, T. C. (2012). Application of copper bactericidal properties in medical practice. *Revista medica de Chile*, 140(10) : 1325–1332. 21
- Qiu, C. and Zhu, S. (2014). Characterization of cyclic properties of superelastic monocrystalline cu–al–be sma wires for seismic applications. *Construction and building materials*, 72 : 219–230. v, 22
- Schäfer, E. and Tepel, J. (1996). Cutting efficiency of hedstrom, s and u files made of various alloys in filing motion. *International Endodontic Journal*, 29(5) : 302–308. 20
- Schilder, H. (1967). Filling root canals in three dimensions. *Dental Clinics of North America*, 11(3) : 723–744. 20
- Seelecke, S. (2002). Modeling the dynamic behavior of shape memory alloys. *International Journal of Non-Linear Mechanics*, 37(8) : 1363–1374. 56
- Sezer, N., Atieh, M. A., and Koç, M. (2019). A comprehensive review on synthesis, stability, thermophysical properties, and characterization of nanofluids. *Powder technology*, 344 : 404–431. 84
- Shaw, J. A. and Kyriakides, S. (1995). Thermomechanical aspects of niti. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 43(8) : 1243–1281. 62
- Sittner, P., Liu, Y., and Novák, V. (2005). On the origin of lüders-like deformation of niti shape memory alloys. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 53(8) : 1719–1746. 56
- Speicher, M., Hodgson, D. E., DesRoches, R., and Leon, R. T. (2009). Shape memory alloy tension/compression device for seismic retrofit of buildings. *Journal of materials engineering and performance*, 18 : 746–753. 56, 71
- Storchak, M., Stehle, T., and Möhring, H.-C. (2023). Numerical modeling of cutting characteristics during short hole drilling : Modeling of kinetic characteristics. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, 7(6) : 195. viii, 98
- Sukumaran, S. (2021). *Design and preparation of a micro-harvesting device made of hybrid SMA/Piezoelectric polymer composite*. PhD thesis, Université de Lorraine. vii, viii, 2, 84, 85, 86, 92, 93, 94, 99

- Sukumaran, S., Chatbouri, S., Badie, L., Thiebaud, F., Ben Zineb, T., and Rouxel, D. (2023). Processing of hybrid shape memory alloy coupled with p (vdf-trfe) piezoelectric polymer composite for energy harvesting application. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 34(5) : 595–608. 85
- Sukumaran, S., Chatbouri, S., Rouxel, D., Tisserand, E., Thiebaud, F., and Ben Zineb, T. (2021). Recent advances in flexible pvdf based piezoelectric polymer devices for energy harvesting applications. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 32(7) : 746–780. 85
- Tabrizikahou, A., Kuczma, M., Łasecka-Plura, M., Farsangi, E. N., Noori, M., Gardoni, P., and Li, S. (2022). Application and modelling of shape-memory alloys for structural vibration control : State-of-the-art review. *Construction and Building Materials*, 342 : 127975. 56
- Taillebot, V., Lexcellent, C., and Vacher, P. (2012). About the transformation phase zones of shape memory alloys’fracture tests on single edge-cracked specimen. *Functional Materials Letters*, 5(01) : 1250007. 100
- Testarelli, L., Plotino, G., Al-Sudani, D., Vincenzi, V., Giansiracusa, A., Grande, N. M., and Gambarini, G. (2011). Bending properties of a new nickel-titanium alloy with a lower percent by weight of nickel. *Journal of endodontics*, 37(9) : 1293–1295. 44
- Thiebaud, F. (2007). *Etude du comportement dynamique des alliages à mémoire de forme et optimisation de leur effet amortissant*. PhD thesis, Université de Franche-Comté. viii, 1, 56, 115
- Thiebaud, F. and Ben Zineb, T. (2013). Étude du comportement dynamique d’un ressort et d’une rondelle belleville en alliage à mémoire de forme et évaluation de leur pouvoir amortissant. In *CFM 2013-21ème Congrès Français de Mécanique*. AFM, Maison de la Mécanique, 39/41 rue Louis Blanc-92400 Courbevoie. 56, 69
- Thiebaud, F. and Ben Zineb, T. (2014). Experimental and finite element analysis of superelastic behaviour of shape memory alloy for damping applications. *Mechanics & Industry*, 15(5) : 371–376. vii, 56, 69, 70, 71, 72, 73, 76
- Thiebaud, F. and Ben Zineb, T. (2023a). Dynamical behavior of a shape memory alloy holed plate and investigation of the damping effect. In *SMART 2023 conference*. ECCOMAS. 57, 74
- Thiebaud, F. and Ben Zineb, T. (2023b). Structural analysis of the dynamic response of a shape memory alloy based damper. *Journal of Vibration and Control*, under review. vii, 57, 74, 75, 76, 77, 78, 79, 80
- Thiebaud, F., Collet, M., Foltete, E., and Lexcellent, C. (2007a). Implementation of a multi-axial pseudoelastic model to predict the dynamic behavior of shape memory alloys. *Smart Materials and structures*, 16(4) : 935. 1, 56
- Thiebaud, F., Lexcellent, C., Collet, M., and Foltete, E. (2007b). 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. 1
- Tirelli, D., Renda, V., and Bono, F. (2000). Characterisation of shape memory alloys applications to the retrofitting of brick masonry wall by the pseudo-dynamic method and numerical models. Technical report, JRC ISPRA, Internal report. 56
- Valanis, K. (1971). A theory of viscoplasticity without a yield surface. *Arch. Mech. Stos.*, 23(4) : 515–553. 57, 113

- Vincent, M. (2017). *Développement d'un instrument endodontique en alliage à mémoire de forme monocristallin cuivreux*. PhD thesis, LEM3 - Université de Lorraine. v, ix, 2, 21, 26, 28, 29, 34, 35, 44
- Vincent, M., Gevrey, A., Thiébaud, F., Engels-Deutsch, M., and Ben Zineb, T. (2015a). A new shape memory alloy for endodontic canal preparation : the single crystal CuAlBe. *European Cells and Materials*, 30(5) : 18. 14, 22
- Vincent, M., Thiébaud, F., Bel Haj Khalifa, S., Engels-Deutsch, M., and Ben Zineb, T. (2015b). Finite element analysis of a copper single crystal shape memory alloy-based endodontic instruments. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 24 : 4128–4139. v, 14, 22, 24, 26, 27, 30, 31, 32
- Vincent, M., Xolin, P., Gevrey, A., Thiébaud, F., Engels-Deutsch, M., and Ben Zineb, T. (2017). 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) : 045014. 14, 22
- Walia, H., Brantley, W. A., and Gerstein, H. (1988). An initial investigation of the bending and torsional properties of Nitinol root canal files. *Journal of Endodontics*, 14(7) : 346–351. 20
- Warnes, S. and Keevil, C. (2011). Mechanism of copper surface toxicity in vancomycin-resistant enterococci following wet or dry surface contact. *Applied and Environmental Microbiology*, 77(17) : 6049–6059. 21
- Weine, F. S., Kelly, R. F., and Lio, P. J. (1975). The effect of preparation procedures on original canal shape and on apical foramen shape. *Journal of Endodontics*, 1(8) : 255–262. 20
- Wolons, D., Gandhi, F., and Malovrh, B. (1998). Experimental investigation of the pseudoelastic hysteresis damping characteristics of shape memory alloy wires. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 9(2) : 116–126. 56
- Xolin, P. (2020). *Contribution au développement d'une nouvelle génération de limes endodontiques en alliages à mémoire de forme monocristallin cuivreux*. PhD thesis, LEM3 - Université de Lorraine. v, vi, ix, 2, 21, 28, 36, 37, 39, 40, 41, 42, 43, 44
- Xolin, P., Becker, S., Engels-Deutsch, M., Thiébaud, F., and Ben Zineb, T. (2019). [25] a workbench applying combined torsion-bending loading for shape memory alloy endodontic files. In *SMST19*. Konstanz, D. 22
- Xolin, P., Becker, S., Thiébaud, F., Engels-Deutsch, M., and Ben Zineb, T. (2020). Combined bending–torsion testing device for characterization of shape memory alloy endodontic files. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 31(15) : 1763–1781. 22
- Yahata, Y., Yoneyama, T., Hayashi, Y., Ebihara, A., Doi, H., Hanawa, T., and Suda, H. (2009). Effect of heat treatment on transformation temperatures and bending properties of nickel–titanium endodontic instruments. *International Endodontic Journal*, 42(7) : 621–626. 46
- Zhou, Z.-G., Wang, B., and Cao, M.-S. (2003). The behavior of permeable multi-cracks in a piezoelectric material. *Mechanics Research Communications*, 30(4) : 395–402. 85
- Zouari, W. (2010). *Développement d'éléments finis ferroélectriques et ferroélastiques de type solides et coques curvilignes*. PhD thesis, Université de Lorraine. 85

