

"Influence de l'état de surface dans la prévision de la tenue en fatigue des alliages Ni-Ti par la technique d'auto-échauffement"

M.ROKBANI¹, L.SAINT-SULPICE², S.ARBAB CHIRANI³, T.BOURAOUI⁴

¹ "ENIM, LGM, Université de Monastir, TUNISIE, rokbani_maha@hotmail.fr"

² "ENIB, LBMS, Université de BREST, FRANCE, sulpice@enib.fr"

³ "ENIB, LBMS, Université de BREST, FRANCE, arbab@enib.fr"

⁴ "ENIM, LGM, Université de Monastir, TUNISIE, tarak.bouraoui@gmail.com"

Résumé :

"Les alliages à mémoire de forme (AMF) de type Ni-Ti ont été largement utilisés comme biomatériaux notamment pour la réalisation des outils dentaires en raison de leur comportement superélastique. Cependant, ces outils peuvent se rompre fréquemment lors de leur utilisation clinique. La susceptibilité de ces alliages au chargement cyclique en présence de l'hydrogène peut être l'un des paramètres majeurs qui peuvent entrer en jeu dans la dégradation des propriétés mécaniques de ces alliages. Il est cependant admis que l'état de surface de ces alliages est déterminant pour connaître l'influence de l'hydrogène sur leurs propriétés en fatigue. Certains traitements de surface appropriés sont souvent appliqués sur les outils dentaires afin d'améliorer leur flexibilité et leur résistance à la fatigue cyclique.

Ainsi, dans l'optique d'étudier l'impact de certains traitements surfaciques tel que (l'électropolissage et le polissage mécanique) ainsi de l'effet de l'hydrogène sur les propriétés en fatigue des alliages Ni-Ti à un grand nombre de cycles, nous proposons d'utiliser la technique d'auto-échauffement qui se base sur des mesures thermiques sous sollicitations cycliques. Cette méthode présente l'avantage d'être plus rapide et moins coûteuse par rapport aux essais traditionnels de fatigue et permet d'estimer la limite d'endurance du matériau à l'aide d'un dépouillement empirique. Avec cette approche la variation de la température est considérée comme un paramètre pertinent afin de prédire la résistance à la fatigue de ces alliages.

Les résultats de cette étude impliquent que suite à un traitement surfacique d'électropolissage, l'hydrogène n'affecte pas les propriétés en fatigue de ces alliages cependant suite à un polissage mécanique l'effet de l'hydrogène devient plus prononcé conduisant à une diminution de la résistance à la fatigue avec une augmentation plus importante de la température due à l'intensification des mécanismes dissipatifs"

Mots clefs : Ni-Ti ; Superélasticité ; Fatigue ; Traitement surfacique ; Hydrogène ; Auto-échauffement.

1. Introduction

De nombreuses applications bénéficient des alliages à mémoire de forme de type Ni-Ti utilisés comme biomatériaux. Ils sont prometteurs pour la réalisation des outils dentaires en raison de leur superélasticité, leur bonne tenue à la corrosion ainsi leur excellente biocompatibilité [1,2]. Cependant, leur résistance à la fatigue pourrait être limitée [3] et des ruptures brutales peuvent être observées en service [4]. La plupart des travaux antérieurs ont attribué la dégradation des performances de ces alliages à l'absorption de l'hydrogène dans le milieu environnant d'utilisation [5]. En effet, les alliages finis en Ni-Ti utilisés comme dispositifs dentaires sont souvent traités et présentes dans des environnements contenant de l'hydrogène [6]. Ainsi l'aptitude du matériau à absorber cette entité chimique est fortement liée à son état de surface et peut affecter les propriétés en fatigue de ces alliages.

Le but de ce travail est d'étudier l'effet de différents paramètres du procédé de fabrication tels que l'électropolissage, le polissage mécanique et des paramètres environnementaux (Effet de l'hydrogène) sur les propriétés en fatigue de ces alliages Ni-Ti à un grand nombre de cycles.

Le choix de ces états ou de ces paramètres est en lien direct avec quelques étapes dans le processus de fabrication ou d'utilisation des outils dentaires. En effet, certains traitements de surface appropriés sont souvent appliqués sur les outils dentaires afin d'améliorer leur flexibilité, leur résistance à la fatigue cyclique et afin de minimiser les défauts du surface inhérents. L'électro-polissage est un des procédés le plus exploités pour la finition des instruments en Ni-Ti. De même malgré que les procédés de fabrication des alliages Ni-Ti se diffèrent selon les fournisseurs, il a été prouvé que lors de la plupart des procédés de fabrication des quantités d'hydrogène peuvent être introduite dans les alliages Ni-Ti. De ce fait, vu que la couche protectrice présente en surface des alliages Ni-Ti peut gêner la pénétration des ions d'hydrogène même suite à un chargement cathodique, une opération de polissage mécanique a été considérée dans cette étude afin d'éliminer cette couche et accélérer le processus de l'introduction de l'hydrogène dans le matériau afin d'étudier l'influence de l'hydrogène sur les propriétés en fatigue de ces alliages. En effet, dans l'environnement buccal il est plus probable que cette couche se dégrade en présence de milieu corrosif ou suite à des sollicitations cycliques répétitives.

Ensuite, dans l'optique d'étudier l'influence de l'hydrogène sur les propriétés en fatigue de ces alliages subissant ces différents traitements surfaciques, la technique d'auto-échauffement a été exploitée. Cette méthode permet d'estimer la limite d'endurance du matériau à l'aide d'un dépouillement empirique. Malgré que les essais d'auto-échauffement soient rarement réalisés sur les alliages Ni-Ti, ils sont validés avec succès dans des études très récentes [7,8]. Cependant l'effet de l'état de surface lors de l'application de cette méthodologie n'a pas été étudié auparavant. Ainsi l'originalité de cette étude est qu'elle fait introduire un couplage multi-physique avec l'absorption de l'hydrogène et la fatigue à un grand nombre de cycles.

2. Matériau de l'étude et procédures expérimentales

1. Matériau de l'étude

Le matériau de l'étude est un alliage Ni-Ti superélastique quasi-équiatomique en Nickel et en Titane destiné à l'élaboration des instruments endodontiques. L'éprouvette est de forme « diabolo » ayant pour dimension 6 cm de longueur et de diamètre 1.5 mm avec une entaille de 1 mm au milieu de l'éprouvette. Cette forme géométrique a été choisie afin d'être mieux adaptée aux essais de fatigue. Le matériau de l'étude se présente sous différents états : Etats standards (vierges) et non standards (électropolies et polies). Certains nombre d'éprouvettes subissent un traitement surfacique par électropolissage appliqué pendant 60 s. Ce traitement se base sur l'application d'un potentiel et un courant électrique afin d'entraîner une dissolution ionique de la surface de la pièce. D'autres éprouvettes subissent un polissage mécanique avec des papiers abrasifs suivis d'une immersion dans l'acétone durant 20 minutes.

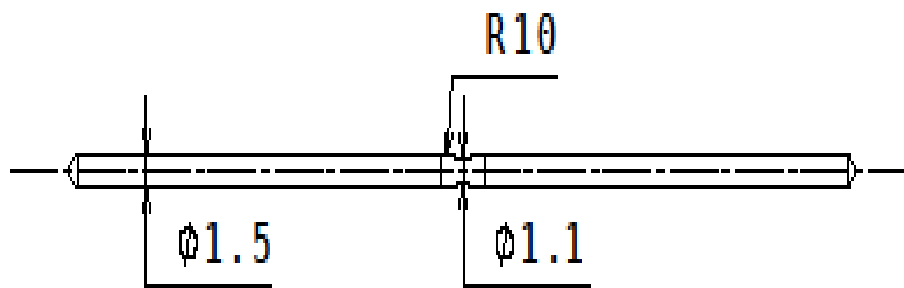


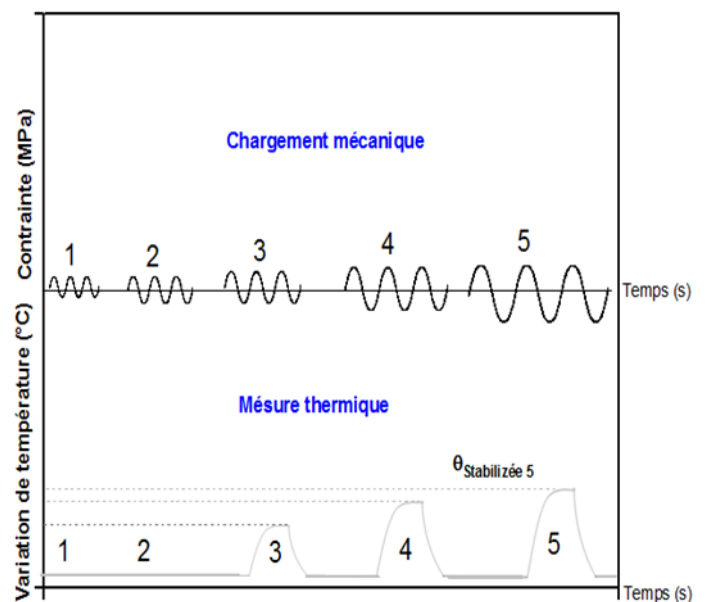
Figure 1. Géométrie de l'éprouvette de fatigue

2. Procédures expérimentales

Un dispositif de chargement cathodique par l'hydrogène a été utilisé à la température ambiante (20°C). Ce dispositif est constitué d'une anode platinée et une éprouvette en Ni-Ti plongés dans une solution NaCl 0.9%. Ce chargement cathodique a été effectué pendant 14 heures sous une densité du courant de 20 A/m² pour les différents états des éprouvettes (standards et non standards). Ensuite, une caractérisation mécanique du matériau de l'étude avec les différents états de surface a été effectuée par des essais de traction à température ambiante. Un extensomètre utilisé lors de l'essai définit une longueur de base L0=15 mm. Tous les tests sont réalisés avec une vitesse de déformation de 10⁻⁴s⁻¹. Cette vitesse est relativement faible afin de minimiser l'effet de chaleur latente sur l'échantillon. Les éprouvettes chargées en hydrogène ont été testées quelques minutes après avoir été retirées de la solution. Ensuite des tests d'auto-échauffement ont été effectués sur une machine d'essai Bose-Electroforce. Cette méthode consiste à appliquer sur une même éprouvette des blocs de 3000 cycles à des niveaux de chargement allant de 100 MPa jusqu'à 800 MPa par palier de 50 MPa entre 100 MPa et 300 MPa et de 25 MPa pour la suite des blocs. Cette séquence est caractérisée par son rapport de charge R = 0 et une fréquence f_r = 30 Hz. Cette méthode consiste à mesurer la température moyenne d'une éprouvette à des paliers successifs de chargement sinusoïdaux. Pour chacun des niveaux de chargement nous avons relevé l'évolution de la température de l'éprouvette à l'aide d'une caméra infrarouge. Le principe de cette technique est représenté par la figure 2.



(a)



(b)

Figure 2. a) Dispositif expérimental d'auto-échauffement b) Principe de la technique d'auto-échauffement

3. Résultats et discussions

1. Propriétés mécaniques des éprouvettes « diabolos » en Ni-Ti

La figure (3) représente les propriétés de traction (Effort- Déplacement) d'un éprouvette diablo en Ni-Ti à l'état vierge et d'autres à l'état non standard (électrocopies et polies). La limite de début de transformation martensitique est environ 580 N pour une éprouvette à l'état vierge. A partir des résultats observés pour les éprouvettes électropolies nous pouvons remarquer que la limite de début de transformation est légèrement inférieure avec une variation du déplacement. Cette variation est plus marquée dans le cas d'une éprouvette polie mécaniquement ce qui justifie que le polissage mécanique avait un impact important dans la modification de la réponse mécanique des alliages Ni-Ti.

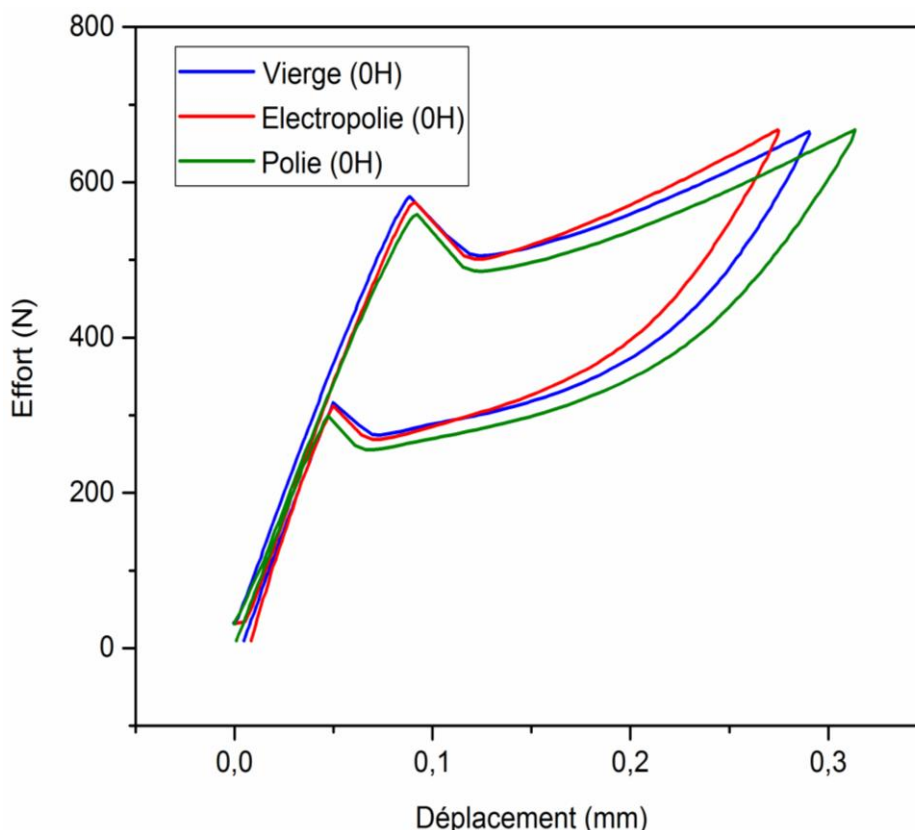


Figure 3. Comportement superélastique des éprouvettes « diablo » en Ni-Ti à l'état vierge, électropolie et polie

2. Effet de l'hydrogène sur le comportement mécanique des éprouvettes « diablo »

La figure 4 représente le comportement mécanique des éprouvettes en Ni-Ti pour les différents états, standards et non standards après un chargement cathodique par l'hydrogène pendant 14 heures. Après une opération d' électropolissage, le comportement de l'éprouvette est presque identique à l'éprouvette vierge mais avec une légère diminution de l'effort nécessaire de la transformation martensitique (560 N) par rapport à l'éprouvette vierge (580 N). Cependant après un polissage mécanique une augmentation de l'effort critique de transformation martensitique est très remarquable accompagnée d'une augmentation de la transformation résiduelle.

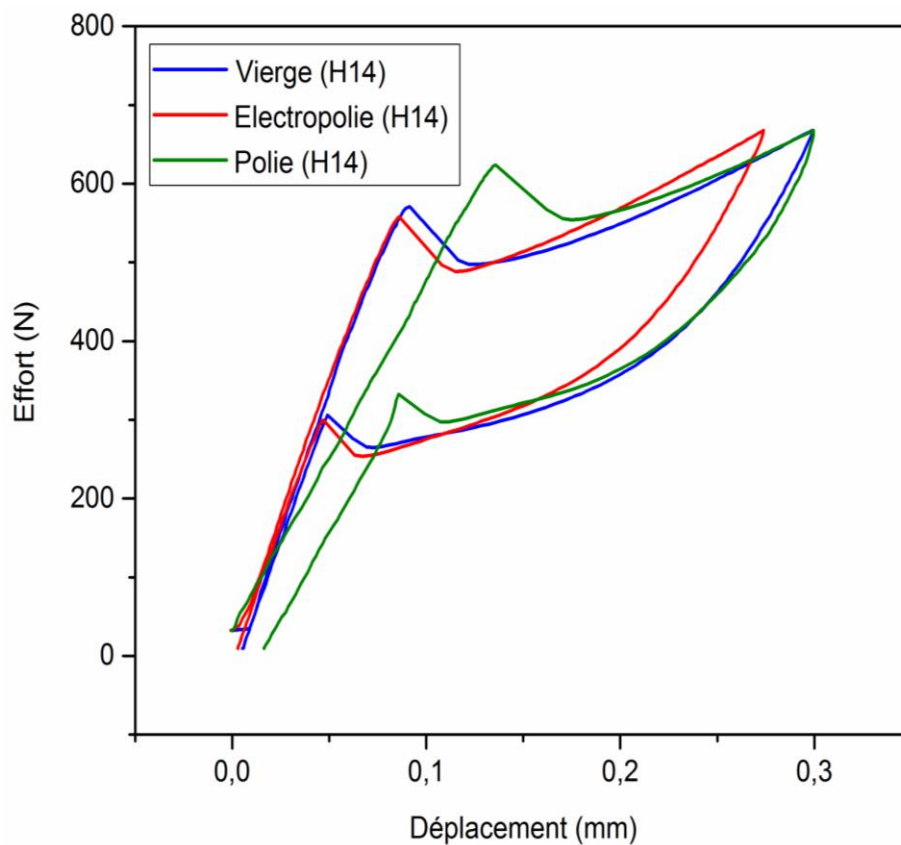


Figure 4. Comportement superélastique des éprouvettes en Ni-Ti suite à un chargement cathodique par l'hydrogène pendant 14 h

Ensuite les résultats d'un essai de chargement cyclique du comportement superélastique à un faible nombre de cycles (10 cycles) pour un éprouvette « diabolo » dans l'état vierge et polie sont représentées par la (figure 5).

Nous pouvons remarquer que les dix cycles réalisés sur cette éprouvette vierge chargée par l'hydrogène pendant 14 h sont reproductibles (Figure 5.a) ainsi nous pouvons remarquer qu'une sollicitation cyclique est accompagnée par une diminution de l'effort appliqué en fonction du déplacement au cours des cycles. Cependant, après le chargement cathodique par hydrogène pendant 14 h d'une éprouvette polie une apparition des contraintes résiduelles est plus marquée pendant la décharge ainsi une augmentation de la contrainte critique de transformation martensitique est observée. De plus l'essai de traction a été achevé par sa rupture au cours de 8^{ème} cycle (Figure 5.b). Cette rupture montre bien que l'impact de l'hydrogène est plus prononcé dans le cas d'une éprouvette polie. En effet, suite à une opération du polissage la couche superficielle protectrice naturellement présente en surface est éliminée ce qui favorise la pénétration des ions d'hydrogène lors du chargement cathodique au sein du matériau. L'hydrogène introduit représente un obstacle à la transformation martensitique directe A-M ce qui augmente la contrainte critique de transformation et peut entraîner la rupture de l'échantillon après un faible nombre de cycle suite à un chargement cyclique.

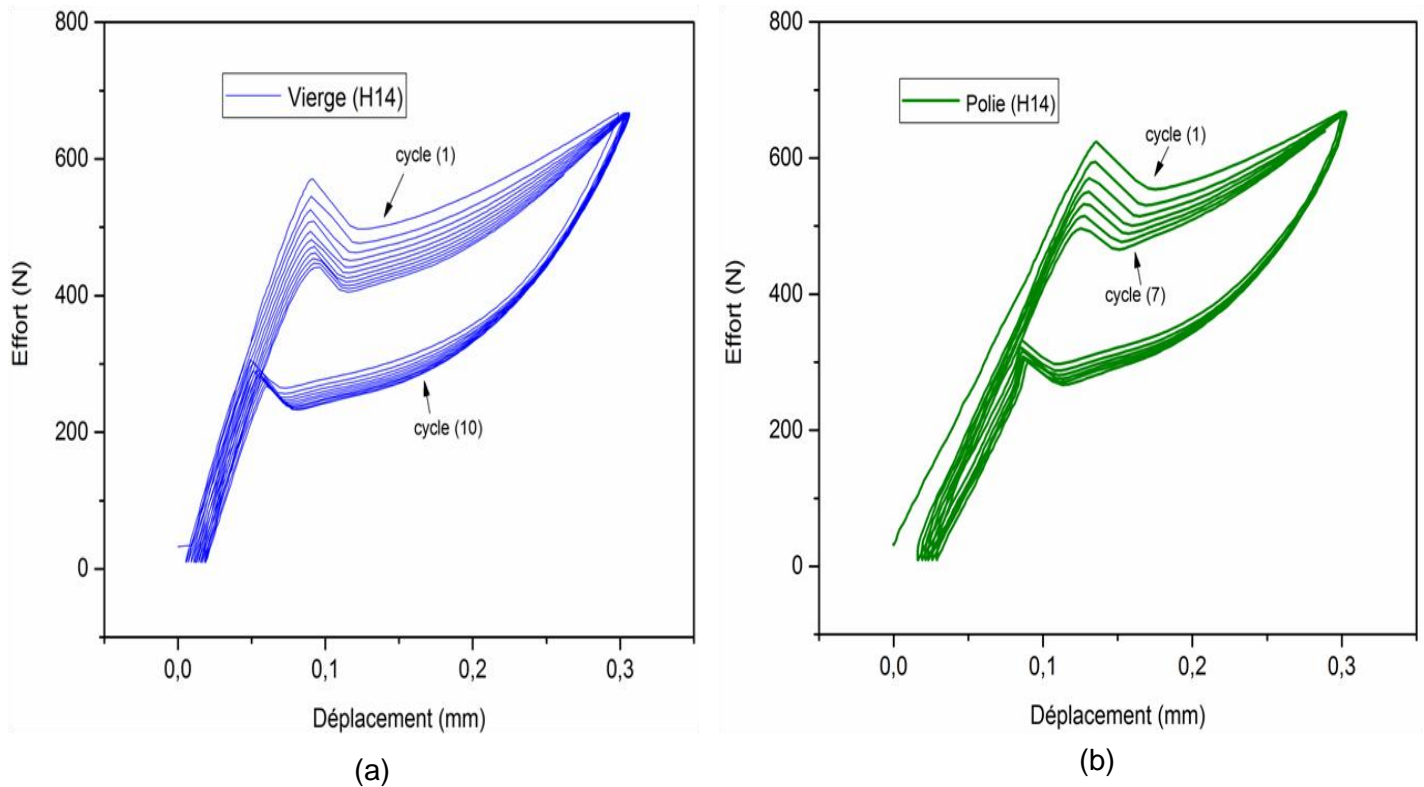


Figure 5. Courbe de chargement cyclique des éprouvettes Ni-Ti suite à un chargement cathodique par l'hydrogène (14 h) a) Eprouvette vierge b) Eprouvette polie.

3. Détermination des propriétés en fatigue par auto-échauffement

La figure 6 représente l'évolution de la température moyenne stabilisée en fonction de l'amplitude du chargement obtenue pour les différents états des éprouvettes. Il est possible de déterminer par ce type d'essai la limite d'endurance moyenne du matériau σ_D par un dépouillement empirique. En traçant le comportement asymptotique des derniers points de la courbe d'auto-échauffement et en repérant la valeur à l'intersection de cette droite et l'axe des abscisses comme c'est illustré par la figure 6. Pour l'éprouvette vierge σ_D est évaluée de 750 MPa.

Nous pouvons observer qu'après un certain niveau de chargement proche de cette limite d'endurance moyenne du matériau, la température moyenne stabilisée croît d'une manière significative ce qui est due à l'apparition des mécanismes dissipatifs.

Nous avons procédé de la même manière afin de déterminer la limite d'endurance moyenne de l'éprouvette électropolie et l'éprouvette polie (**Tableau1**). Ces résultats prouvent que les éprouvettes vierges présentent une surface bien résistante à l'amorçage des fissures. Cependant, après le traitement d'électropolissage, nous pouvons remarquer que les éprouvettes électropolies s'auto-chauffent moins ce qui décale la courbe vers la droite. Il est connu que le traitement d'électro-polissage qui a pour rôle d'améliorer les caractéristiques mécaniques du matériau, a entraîné dans notre cas d'étude une légère augmentation de la valeur de la limite d'endurance moyenne et par la suite a pu améliorer la résistance à la fatigue à un grand nombre de cycles. Quant à l'éprouvette polie mécaniquement, vu que la couche protectrice qui a empêché auparavant la propagation des fissures est éliminée, cette dernière a plus de chance d'avoir lieu et donc la valeur de la limite d'endurance de cet état d'éprouvette est la plus faible (705 MPa).

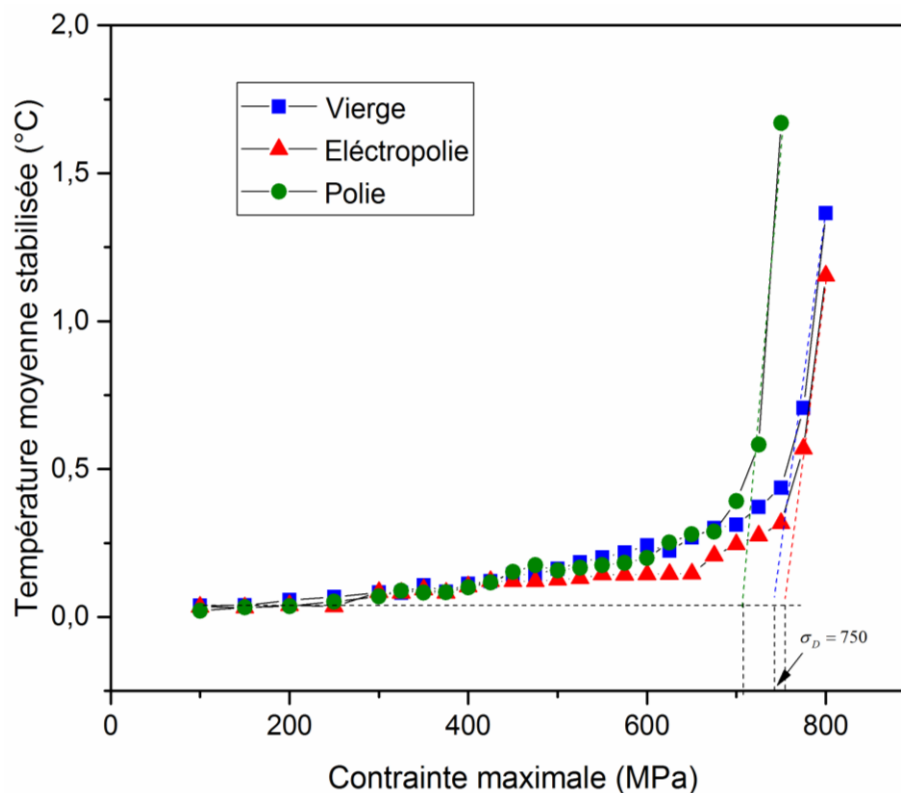


Figure 6. Courbe d'auto-échauffement pour des éprouvettes en Ni-Ti à l'état vierge, électropolie et polie mécaniquement

Ensuite, cette méthode basée sur l'extraction de l'élévation de la température liée à l'auto-échauffement a été exploitée afin de prévoir l'effet de l'hydrogène sur les différents états des éprouvettes (figure7). Les valeurs de la limite d'endurance présentée par le tableau 1 montrent une tendance à une diminution significative de la durée de vie en fatigue des alliages Ni-Ti des éprouvettes polies suite un chargement cathodique par l'hydrogène durant 14-heures.

A partir de ces résultats nous pouvons conclure qu'un traitement d'électropolissage permet de préserver la résistance à la fatigue des alliages Ni-Ti à un grand nombre de cycles. En effet, nous pouvons remarquer que la limite d'endurance du matériau ne varie pas en présence de l'hydrogène. En effet comme il est reconnu, un traitement d'électro-polissage permet de modifier la morphologie de surface et éliminer les irrégularités et les défauts de surface qui peuvent servir des points de concentration de contrainte et de sites favorables pour l'hydrogène. Cependant, suite à un polissage mécanique la durée de vie en fatigue des alliages Ni-Ti est affectée et elle est réduite d'une manière importante (680 MPa) par rapport à l'éprouvette vierge (750 MPa). En effet, l'élévation de la température et la déformation de la pièce durant les traitements mécaniques peuvent provoquer des changements des structures ainsi l'introduction des impuretés comme les inclusions des abrasifs qui peuvent engendrer plus tard des corrosions et des usures prématurés des pièces. Ces défauts surfaciques se présentent comme des sites favorables à l'absorption de l'hydrogène et à l'initiation des fissures ce qui explique la réduction de la durée de vie en fatigue.

Tableau1. Prévion de la limite d'endurance des différents états des éprouvettes Ni-Ti sans et avec chargement cathodique par l'hydrogène

Etat de l'éprouvette	(MPa)
Vierge (H0)	750
Electropolie (H0)	760
Polie (H0)	705
Vierge (H14)	750
Electropolie (H14)	760
Polie (H14)	680

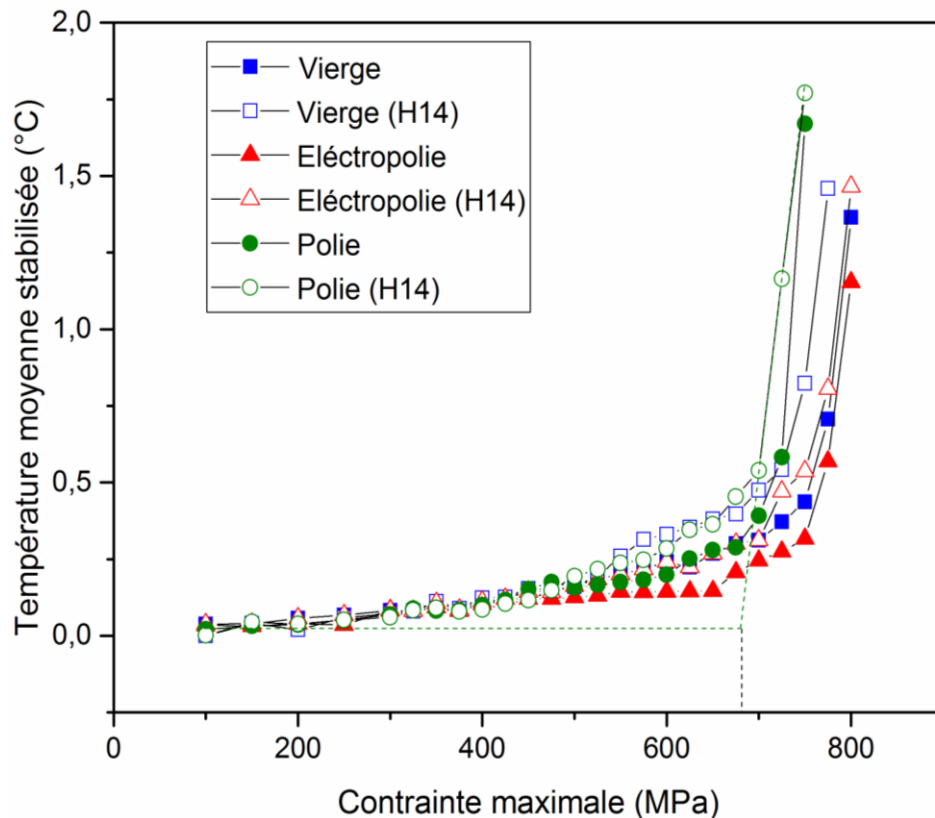


Figure 7. Courbe d'auto-échauffement pour des éprouvettes en Ni-Ti à l'état vierge, électropolie et polie mécaniquement après chargement cathodique par l'hydrogène

4. Conclusion

En conclusion, la méthode d'auto-échauffement a été appliquée avec succès pour les alliages superélastiques en Ni-Ti afin de caractériser leur comportement en fatigue et spécifiquement pour prévoir l'effet de l'interaction entre l'état de surface et l'hydrogène sur la résistance à la fatigue de ces alliages à un grand nombre de cycles. Il est à noter que les surfaces ayant subi des traitements soit électrochimique ou mécaniques sont fondamentalement différents et subissent des modifications de leurs propriétés originelles et peuvent ainsi affecter les propriétés en fatigue des alliages Ni-Ti.

5. Bibliographie

- [1] RONDELLI.G. Corrosion resistance tests on NiTi shape memory alloy. Biomaterials, 1996 ,17.
- [2] Oshida Y, SACHDEVA R, MIYAZAKI S AND FUKUYO S. Biological and chemical evaluation of TiNi alloys. Mater.Sci. Forum ,1990, 56–58 705–10
- [3] Mc Kelvey A and Ritchie R. Fatigue-crack growth behavior in the superelastic and shape-memory alloy nitinol Metallurg Mater Trans, 2001, 32 A 731–43
- [4] Kaneko K, Yokoyama K, Moriyama K, Asaoka K, Sakai J and Nagumo M. Delayed fracture of beta titanium orthodontic wire in fluoride aqueous solutions Biomaterials, (2003), 24 2113–20
- [5] YOKOYAMA.K, HAMADA.K, MORIYAMA.K, ASAOKA.K. (2001) Degradation and fracture of Ni–Ti superelastic wire in an oral cavity. Biomaterials 22: 2257–2262.
- [6] Yokoyama K, Ogawa T, Asaoka K, Sakai J and Nagumo M. Degradation of tensile strength of Ni-Ti superelastic alloy due to hydrogen absorption in methanol solution containing hydrochloric acid Materials Science and Engineering.,2003, A 360 153–9
- [7] Legrand V, Saint-sulpice L, Pino L, Arbab Chirani S and Calloch S . Fatigue et auto-échauffement sous sollicitation cyclique des alliages à mémoire de forme 21ème Congrès Français de Mécanique Bordeaux [CFM2013]
- [8] Rokbani M, Saint-Sulpice L, Arbab Chirani S et al. Hydrogen effects on Ni-Ti fatigue performance by self -heating method Smart Materials and Structures, 2017, 26 F.