

## Propriétés structurales et mécaniques de revêtements en alliages de titane superélastiques et biocompatibles obtenus par pulvérisation magnétron

Thibaud Choquet<sup>a,b\*</sup>, Amelie Fillon<sup>a</sup>, Gregory Abadias<sup>b</sup>, Anny Michel<sup>b</sup>, Thierry Gloriant<sup>a</sup>

a. Univ Rennes, INSA Rennes, CNRS, ISCR UMR 6226, 35000 Rennes, France

b. Département Physique et Mécanique des Matériaux, Institut Pprime, UPR 3346, CNRS, 86073 Poitiers CEDEX 9, France

\* email : [thibaud.choquet@insa-rennes.fr](mailto:thibaud.choquet@insa-rennes.fr)

Les alliages de titane sont très convoités dans le domaine biomédical en raison de leur excellente biocompatibilité et de leurs bonnes propriétés mécaniques. Le Nitinol (Ni-Ti) est particulièrement utilisé pour sa superélasticité (jusqu'à 12% de déformation réversible) qui est la conséquence d'une transformation de phase martensitique réversible induite par la contrainte. Le nickel pose cependant des problèmes d'allergies chez de nombreuses personnes et la recherche se concentre désormais sur le développement d'alliages de titane fonctionnels composés uniquement d'éléments non toxiques et non allergènes tels que le Nb, Sn, Ta ou le Zr. Des alliages ternaires et quaternaires à base de titane ont été étudiés sous leur forme massive [1][2], mais beaucoup moins de travaux portent sur leur forme de films minces, qui est l'objet de cette étude.

Des revêtements en alliage ternaire Ti-Zr-Nb et quaternaire Ti-Zr-Nb-Sn ont été élaborés par pulvérisation cathodique magnétron à une pression de travail de 0,26 Pa. En utilisant simultanément différentes combinaisons de cibles et en modifiant la puissance appliquée lors du dépôt, différentes compositions chimiques ont été étudiées, avec une teneur en Zr fixée à 22 at.% et des teneurs en Nb comprises entre 0 et 33 at.% Nb. On étudie alors la structure cristallographique et les propriétés mécaniques des films en fonction de leur composition chimique. Trois phases sont présentes : la phase hexagonale  $\alpha$ , la phase orthorhombique martensitique  $\alpha''$  et la phase cubique centrée  $\beta$ . Le Nb et le Zr sont des éléments bétagènes, qui viennent donc augmenter la stabilité de la phase  $\beta$ . Des essais de diffraction des rayons X (DRX), de microscopie électronique à transmission (MET) et de résistivité électrique ont été réalisés pour identifier les différentes phases. Les contraintes développées lors de la croissance des films ont été évaluées *in situ* à partir de mesures de la courbure du substrat. Les propriétés mécaniques ont été évaluées par des essais de nano-indentation et des essais de traction.

Les diffractogrammes montrent que les films sont fortement texturés : pour la phase cubique  $\beta$ , l'orientation privilégiée est (110) et pour la phase hexagonale  $\alpha$  (002). Les essais de DRX, MET et résistivité montrent que la microstructure évolue de la phase hexagonale  $\alpha$  vers la phase martensitique  $\alpha''$  orthorhombique avec l'augmentation de la teneur en Nb. Au-delà d'une teneur en Nb de 15 at.%, la microstructure évolue vers une phase cubique  $\beta$ . Les essais de courbure montrent quant à eux qu'à de faibles teneurs en Nb et Zr, les films présentent des contraintes de compression qui évoluent vers de la tension avec l'épaisseur de film déposée. Pour les hautes teneurs en éléments bétagènes, les contraintes restent en compression tout au long du dépôt. Les essais de nanoindentation ont mis en évidence la nature superélastique des dépôts.

[1] D. C. Zhang, Y. F. Mao, Y.L. Li, J. J. Li, M. Yuan, J. G. Lin. Materials Science and Engineering A 559 (2013). 706-710

[2] L. L. Pavon, H.Y. Kim, H. Hosoda, S. Miyazaki. Scripta Materialia 95 (2015). 46-49