

Titre: Microstructure et propriétés mécaniques des matériaux cokéfiés
Title:

Auteur: Donald Caron
Author:

Date: 1990

Type: Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

Référence: Caron, D. (1990). Microstructure et propriétés mécaniques des matériaux cokéfiés
Citation: [Mémoire de maîtrise, Polytechnique Montréal]. PolyPublie.
<https://publications.polymtl.ca/58305/>

 **Document en libre accès dans PolyPublie**
Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: <https://publications.polymtl.ca/58305/>
PolyPublie URL:

**Directeurs de
recherche:**
Advisors:

Programme: Non spécifié
Program:

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

MICROSTRUCTURE ET PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

DES

MATÉRIAUX COKÉFIÉS

par

Donald CARON

DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉTALLURGIQUE

ÉCOLE POLYTECHNIQUE

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION

DU GRADE DE MAÎTRE EN SCIENCE APPLIQUÉES (M.Sc.A.)

JUIN 1990

© Donald Caron 1990

National Library
of Canada

Bibliothèque nationale
du Canada

Canadian Theses Service Service des thèses canadiennes

Ottawa, Canada
K1A 0N4

The author has granted an irrevocable non-exclusive licence allowing the National Library of Canada to reproduce, loan, distribute or sell copies of his/her thesis by any means and in any form or format, making this thesis available to interested persons.

The author retains ownership of the copyright in his/her thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without his/her permission.

L'auteur a accordé une licence irrévocable et non exclusive permettant à la Bibliothèque nationale du Canada de reproduire, prêter, distribuer ou vendre des copies de sa thèse de quelque manière et sous quelque forme que ce soit pour mettre des exemplaires de cette thèse à la disposition des personnes intéressées.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur qui protège sa thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

ISBN 0-315-69674-5

Canada

UNIVERSITE DE MONTREAL

ECOLE POLYTECHNIQUE

Ce memoire intitule:

MICROSTRUCTURE ET PROPRIETES MECANQUES
DES MATERIAUX COKEFIEES

presente par Donald CARON

en vue de l'obtention du grade de M.Sc.A.

a ete dument accepte par le jury d'examen constitue de :

M. Jean-Marie DORLOT, D.Sc.A.

president-rapporteur

M. Claude ALLAIRE, Ph.D.

membre du jury

M. Michel RIGAUD, D.Sc.A.

directeur de recherche

SOMMAIRE

Ce travail a porté essentiellement sur l'étude du comportement mécanique des matériaux à base d'anhracite. Ces matériaux servent à la fabrication des blocs cathodiques des cuves d'électrolyse utilisées pour la production de l'aluminium.

Le but de ce travail était de chercher des corrélations entre les propriétés physiques, les propriétés mécaniques et la microstructure de ces matériaux de carbone, en vue éventuellement de mieux prédire leurs comportements en usage.

Les propriétés mécaniques ont été évaluées à partir des mesures de la ténacité: facteur d'intensité de contrainte et énergie de rupture. Les essais ont été effectués sur des éprouvettes de flexion trois points (SENB) et des éprouvettes de traction confinée (CT).

Les valeurs du facteur d'intensité de contrainte critique, K_{Ic} sont des valeurs comprises entre .47 MPA \sqrt{m} et .95 MPA \sqrt{m} . Les valeurs de l'énergie de rupture sont comprises entre 92 J/m² et 180 J/m².

Il existe une corrélation entre les propriétés physiques et les propriétés mécaniques lorsqu'elles sont convenablement regroupées. La ténacité est fonction de l'orientation particulière des grains d'anhracite. Une granulométrie bimodale par rapport à une granulométrie continue favorise une ténacité supérieure.

ABSTRACT

This work is essentially based on the study of the mechanical behaviour of anthracite based materials. These materials are used to make cathodic blocks in electrolytic baths, themselves used for the production of aluminium.

The goal of this work is to try to find some correlation between physical properties, mechanical properties and microstructure of these carbon based materials, and eventually predict their behaviour in service.

The study of the mechanical properties are based on toughness measurement: stress-intensity factor and work of fracture. The tests are made on three points flexion specimens (SENB) and traction confined specimens (CT).

The critical stress intensity factor values (K_{Ic}) are between 0.47 MPa \sqrt{m} and 0.95 MPa \sqrt{m} . The work of fracture are between 92 J/M² and 180 J/M².

A correlation exists between the physical properties and the mechanical properties when there are properly regrouped. The toughness is fonction of the orientation of the anthracite grains. A bimodal granulometry favor a superior toughness than continue one.

REMERCIEMENTS

Je tiens à exprimer ma reconnaissance à Monsieur le Professeur Michel Rigaud pour avoir assumé la direction de ce mémoire et pour son soutien tout au long du projet.

Mes remerciements vont aussi à la compagnie ALCAN INTERNATIONAL LIMITÉE pour sa contribution, tant financière que technique.

Je voudrais souligner l'appui des membres du personnel du département de génie métallurgique, en particulier Mlle Julie Chamberlain.

Que mes collègues de travail trouvent ici l'expression de ma reconnaissance et tout particulièrement ceux du groupe céramiques-réfractaires.

TABLE DES MATIERES

	page
Sommaire	iv
Abstract	v
Remerciements	vi
Liste des figures	xiv
<hr/>	
Liste des tableaux	xvi
Liste des symboles	xvii

CHAPITRE 1

Introduction générale

1.	Les objectifs	1
2.	Travail expérimental	1

		viii
3.	Les matériaux	2
3.1	Les matériaux de laboratoire	5
3.2	Les matériaux industriels	6
4.	La méthodologie d'ensemble	6

CHAPITRE 2

Le comportement mécanique des matériaux fragiles

1.	Rappel théorique du comportement mécanique	8
1.1	Rappel de la mécanique linéaire de rupture	9
1.2	Rappel de l'approche énergétique	10
1.3	Relation entre l'approche énergétique et la mécanique linéaire de rupture	11
2.	Mesure des propriétés mécaniques des matériaux fragiles	11
2.1	Mesure du facteur d'intensité de contraintes K_{Ic}	11
2.2	Mesure de l'énergie de fissuration	14

3.	Bibliographie concernant le comportement mécanique du graphite nucléaire	17
----	---	----

CHAPITRE 3

Partie expérimentale

1.	Introduction	21
2.	Préparation des échantillons	21
2.1	Eprouvette CT	21
2.2	Eprouvette SENB	22
3.	Description du montage	23
3.1	Eprouvette CT	23
3.2	Eprouvette SENB	25
4.	Protocole d'essai	25
4.1	Eprouvette CT	25
4.2	Eprouvette SENB	26
5.	Calcul des résultats	26
5.1	Eprouvette CT	26

	x
5.2 Eprouvette SENB	27
6. Erreurs expérimentales	29
6.1 Eprouvette CT	29
6.2 Eprouvette SENB	31
7. Justification de la méthode expérimentale	31

CHAPITRE 4

Résultats expérimentaux

1. Observations qualitatives	34
1.1 Observation des faciès de rupture	36
2. Résultats	37
2.1 Eprouvette CT	37
2.2 Eprouvette SENB	39
2.3 Comparaison des résultats CT et SENB	40
3. Discussion	40

CHAPITRE 5

Propriétés physiques

1.	Propriétés mesurées par les laboratoires Alcan	45
2.	Analyses aux rayons-X	47
2.1	Expérimentation	47
2.2	Résultats	48
2.3	Discussion des résultats	50
3.	Observation de la porosité	51
3.1	Expérimentation	52
3.2	Observation	52
3.3	Discussion des résultats	54
4.	Autres essais de caractérisation de la microstructure	55

CHAPITRE 6

Interprétation des résultats à l'aide
de facteurs de mérite

1.	Facteur de mérite	56
2.	Corrélations proposées	57
3.	Discussion	62
4.	Conclusion	64
5.	Recommandation	65
BIBLIOGRAPHIE		66

ANNEXE I

Etude de la formation géométrique des éprouvettes

1.	But	70
2.	Expérimentation	70
3.	Résultats	71
4.	Discussion	71

ANNEXE II

Mesure de la longueur de la fissure

1.	But	74
2.	Théorie	74
3.	Montage	78
4.	Conditions expérimentales	80
5.	Résultats	80
6.	Discussion	80

LISTE DES FIGURES

	page
Figure 1: Eprouvettes employées	3
Figure 2: Granulométrie des blocs laboratoires	7
Figure 3: Courbe force-déplacement	8
Figure 4: Techniques expérimentales pour mesurer le paramètre R	16
Figure 5: Montage expérimental des éprouvettes CT	24
Figure 6: Courbe force-longueur de la fissure	28
Figure 7: Erreur expérimentale de la mesure du déplacement	28
Figure 8: Courbe force-déplacement d'éprouvette CT	35
Figure 9: Intervalle de confiance de K_{Ic} des éprouvettes CT	42
Figure 10: Mouvement relatif des particules	44
Figure 11: Courbe de diffraction R-X du bloc NDK	49
Figure 12: Corrélation entre propriétés physiques et mécaniques	58
Figure 13: Corrélation entre propriétés physiques et mécaniques mesurées à POLY et mécaniques mesurées à ALCAN	59
Figure 14: Corrélation entre K_{Ic} et les propriétés physiques	60
Figure II.1: Relation empirique entre la résistance électrique et la longueur de la fissure d'un	

	xv
échantillon CT	76
Figure II.2: Montage de détection de la longueur de la fissure	81
Figure II.3: Position des électrodes sur l'échantillon CT	83

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1:	Valeur de K_{Ic} et de R	20
Tableau 2:	Résultats des éprouvettes CT	38
Tableau 3:	Résultats des éprouvettes SENB	39
Tableau 4:	Propriété des blocs cathodiques	46
Tableau 5:	Fiche ASTM de R-X du graphite	48
Tableau 6:	Porosités observées sur les lames minces	53
Tableau I.1:	Résultats de l'étude de la forme géométrique des échantillons	73
Tableau II.1:	Calcul du facteur de proportionnalité "A"	78

LISTE DES SYMBOLES

σ_i :	Tenseur contrainte
f_{ik} :	Fonction distribution de contrainte dans l'espace
θ, r :	Coordonnées polaires
K_K :	Facteur d'intensité de contrainte
K_{Kc} :	Facteur d'intensité de contrainte critique
K_{Ic} :	Facteur d'intensité de contrainte critique en mode I
G_K :	Taux de relaxation d'énergie
G_{Kc} :	Taux de relaxation d'énergie critique
R :	Energie de fissuration
2γ :	Energie de surface
$\frac{\delta U'}{\delta l}$:	Perte d'énergie irréversible par unité de longueur de fissure
$\frac{\delta W}{\delta l}$:	Energie fournie à l'éprouvette par unité de longueur de fissure
$\frac{\delta U''}{\delta l}$:	Energie élastique par unité de longueur de fissure
U :	Energie fournie à l'éprouvette
A :	Surface fissurée
E :	Module d'Young
a :	Longueur de la fissure
Y :	Facteur géométrique
F :	Force maximale supportée
B :	Epaisseur de l'éprouvette
W :	Longueur de l'éprouvette
S :	Distance entre les appuis
P_{ij} :	Propriété mesurée
P_i :	Moyenne de la propriété
N :	Nombre de propriété
M :	Nombre d'échantillon

V: Voltage mesuré
V₀: Voltage mesuré avant fissuration
A: Facteur de proportionnalité
s_{a0}: Longueur de l'entaille

CHAPITRE 1

Introduction générale

1. LES OBJECTIFS

Ce travail a été amorcé dans le cadre d'une entente entre le centre de recherche et de développement de la compagnie Alcan International Limitée à Jonquières et le département de génie métallurgique de l'École Polytechnique de Montréal.

L'objectif initial était de déterminer une relation entre les caractéristiques mécaniques et les propriétés physiques conventionnelles des matériaux constituant les blocs cathodiques servant dans les cuves d'électrolyse d'aluminium.

L'intention était de chercher des corrélations entre les propriétés physiques et mécaniques et la microstructure de ces matériaux, en vue éventuellement d'expliquer leur comportement en service, sans entrer dans l'identification des causes précises de leur dégradation.

En fait, ce travail a consisté à mesurer quelques-unes des propriétés mécaniques sur des petits échantillons préparés en laboratoire ou découpés dans des blocs cathodiques industriels; principalement à mesurer la ténacité (facteur d'intensité, de contrainte et énergie de rupture). Il s'agissait là d'une initiative nouvelle en vue de mieux caractériser ces matériaux avant usage.

2. TRAVAIL EXPERIMENTAL

L'hypothèse à vérifier était de déterminer si la ténacité est une mesure plus discriminatoire que les autres mesures

de caractérisation, afin de différencier les nuances de matériaux pour blocs cathodiques produits par les différents manufacturiers.

Pour cela, nous avons effectué des essais de rupture sur des éprouvettes de flexion trois points entaillées (communément appelés SENB) et des éprouvettes de traction confinées (CT) (figure 1). Ce choix de géométrie découle d'un travail préliminaire, présenté à l'annexe I. Nous avons mesuré le facteur d'intensité de contrainte critique K_{Ic} sur ces deux types d'éprouvettes. Nous avons aussi mesuré l'énergie de rupture sur les échantillons CT.

Les mesures des propriétés physiques ont été effectuées par Alcan. De plus, nous avons effectué une analyse aux rayons X et examiné la porosité. Nous avons développé une nouvelle approche pour l'observation de la porosité à partir de lames minces.

3. LES MATÉRIAUX

Ces manipulations ont été effectuées sur sept types de blocs cathodiques. Cinq de ceux-ci sont des matériaux de fabrication industrielle (SAVOIE, UNION CARBIDE, STEIN, NOK et ELCA). Les deux derniers sont produits en laboratoires (TDM et CON).

L'anhracite utilisée pour la fabrication des blocs cathodiques se compose de grappes de carbone aromatique. Des chaînes aliphatiques tiennent les couronnes aromatiques aux grappes voisines [1]. On retrouve les éléments suivants dans les compositions chimiques de l'anhracite [2]:

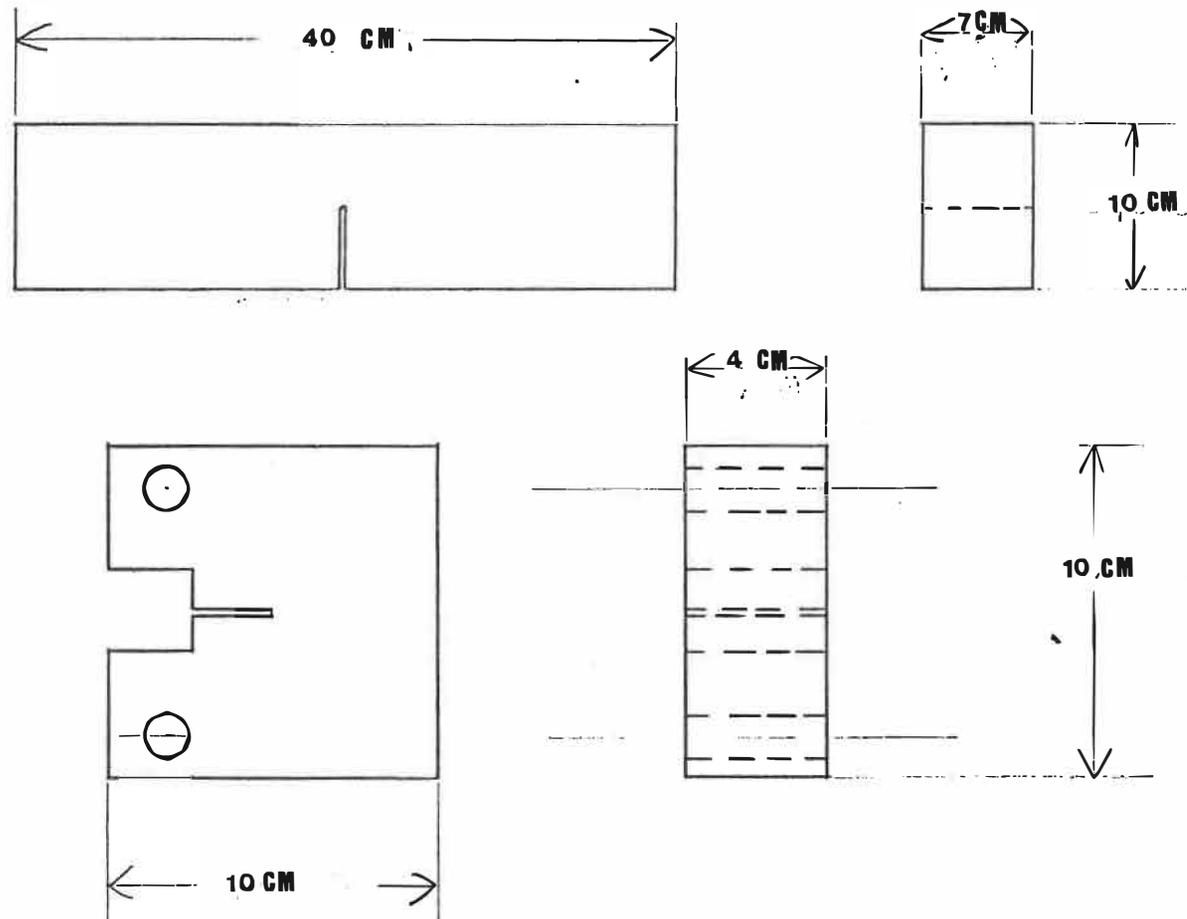


Figure 1: Eprouvtes employées pour l'étude

CARBONE	HYDROGÈNE	OXYGÈNE	AZOTE	
93.5	2.8	2.7	1.0	% poids

Les grains sont d'abord calcinés à haute température (1800 C - 2000 C), broyés et tamisés. Parfois, du graphite est ajouté à cette poudre d'antracite. On contrôle la granulométrie de la poudre car ce paramètre de fabrication influence le comportement du bloc. Une première cohésion des matériaux s'obtient par l'ajout d'un liant aux grains d'antracite. Ce liant plastique est un composé organique (brai de goudron). On obtient une pâte. Celle-ci est par la suite mise en forme. Les principales méthodes de fabrication sont l'extrusion, la vibration et le damage. Le bloc est alors cuit (950 C - 1250 C). Durant la cuisson, des liens semblent se former entre les grains et le liant, assurant ainsi la cohésion finale des blocs.

Les grains d'antracite n'ont pas une forme sphérique mais sont plutôt aplatis. Cette forme se remarque principalement sur les petits grains. Durant la fabrication, les grains ont tendance à s'orienter sous l'effet combiné des contraintes mécaniques et de leurs formes géométriques. Ainsi, les grains d'antracite mis en forme par extrusion, s'orientent perpendiculairement à la direction d'extrusion [3]. Galipeau [4] a proposé que les blocs formés par vibration et damage possèdent une structure d'empilement de grains d'antracite parallèle à la direction définie par le mode de fabrication. Il en résulte que les blocs cathodiques possèdent des caractéristiques anisotropes [4], [5]. Les principales propriétés influencées par cette

anisotropie structurale sont le module d'Young, la contrainte à la rupture, le coefficient de dilatation thermique et la conductivité électrique.

Ces matériaux possèdent une porosité de forme complexe. Elle se situe uniquement à l'interface des gains.

La nature du lien entre le liant et l'anhracite nous est inconnue. Nous avons observe que le liant n'englobe pas complètement les grains. De plus la microstructure du liant apparait comme une organisation cristalline en feuillet. Précisons cependant que ces dernieres observations n'ont pues etres confirmees pour tout les materiaux etudies.

3.1 Les matériaux de laboratoire

Le bloc CON a une granulométrie continue alors que le bloc TDM possède une granulométrie bimodale. Les blocs CON et TDM sont fabriqués par vibration. Ils ont le même type et la même quantité de liant, soit 14% (en poids) de brai. Ils sont composés d'anhracite de même source. Leur température de cuisson est de 1100 C. Les granulométries de ces blocs sont illustrées à la figure 2. On note que la taille maximale des grains se situe à 13 mm.

En posant comme hypothèse que les grains d'anhracite sont de forme sphérique, nous avons calculé que le bloc CON a une plus grande surface de grain que le bloc TDM. On note cependant que les agrégats de plus petite taille représentent plus de 70% de la surface totale. La porosité de CON est légèrement supérieure à celle de TDM (20.3 et 17.9, tableau 4) et leur densité respective est sensiblement équivalente (1.552 et 1.514).

Ces matériaux sont fabriqués en petite quantité et non sous forme d'un bloc cathodique entier.

3.2 Les matériaux industriels

Les paramètres de fabrication de ces matériaux nous sont inconnus. Nous savons cependant que les blocs SAVOIE et NDK sont produits par extrusion, les blocs UNION CARBIDE et ELCA par damage et STEIN par vibration. Il est bien de noter que la microstructure est fonction non seulement des matériaux de base mais aussi des procédés de fabrication des blocs.

On a observé que la marque SAVOIE contient les plus gros grains d'anhracite, soit d'une taille de 15 mm. De plus, le type UNION CARBIDE ne possède aucun grain de plus de 4 mm. On a remarqué aussi que le bloc STEIN a des pores de dimensions très supérieures à ceux observés sur les autres blocs. Les échantillons regus proviennent de blocs cathodiques entiers.

4. LA MÉTHODOLOGIE D'ENSEMBLE

La présentation de ce mémoire est scindée en trois parties. Dans la première partie, on traite de l'évaluation du comportement mécanique selon les critères de tenacité (chapitre 2, 3 et 4). La présentation des propriétés physiques et des observations qualitatives des matériaux constitue la deuxième partie. Elle se situe au chapitre 5. La dernière partie regroupe les interprétations de l'ensemble des résultats en vue de déterminer des corrélations (chapitre 6).

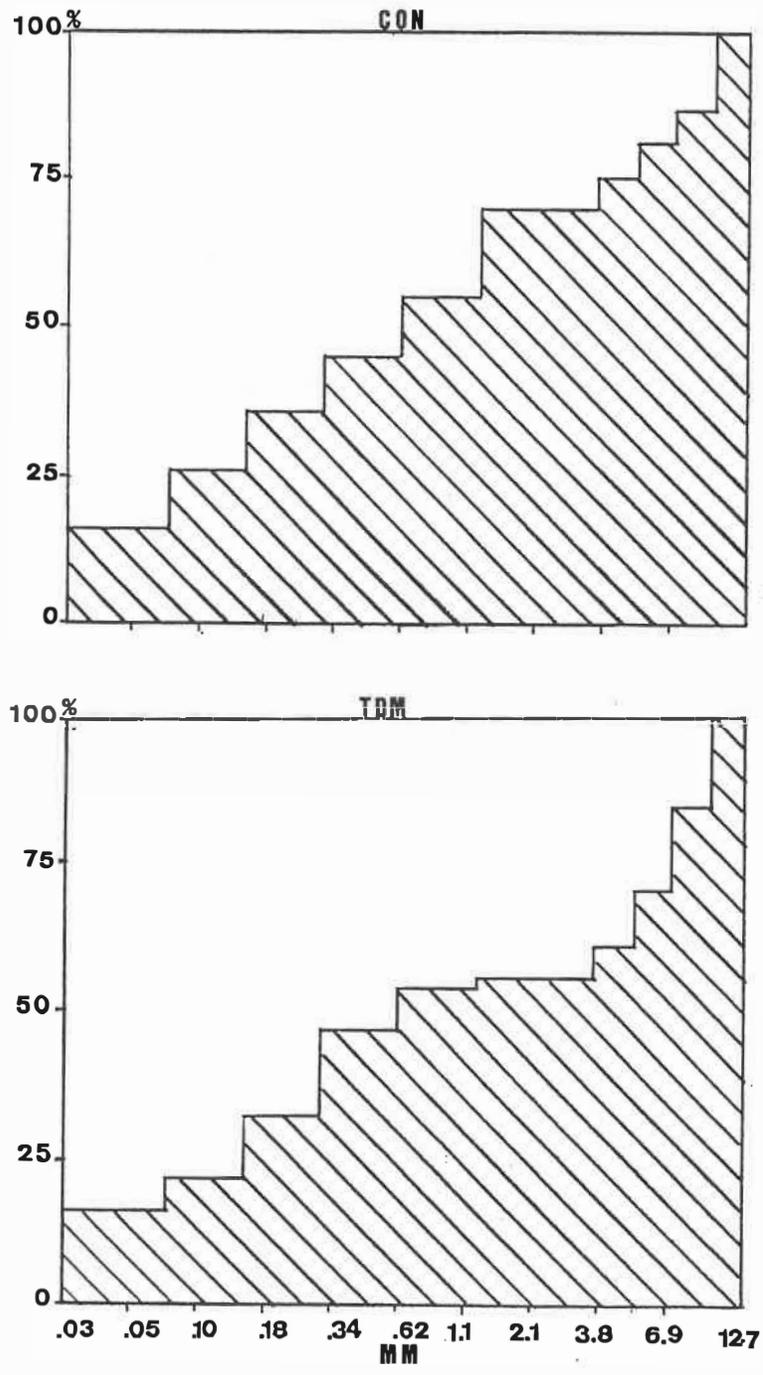


Figure 2: Granulométrie des échantillons CON et TDM

CHAPITRE 2

Le comportement mécanique des matériaux fragiles

1. RAPPEL THÉORIQUE DU COMPORTEMENT MÉCANIQUE

Le comportement mécanique d'un matériau se caractérise généralement par une courbe FORCE-DÉPLACEMENT (CONTRAINTE-DÉFORMATION). La figure 3 illustre une telle courbe en fissuration stable. Cette courbe peut être obtenue à partir d'une éprouvette CT ou SENB.

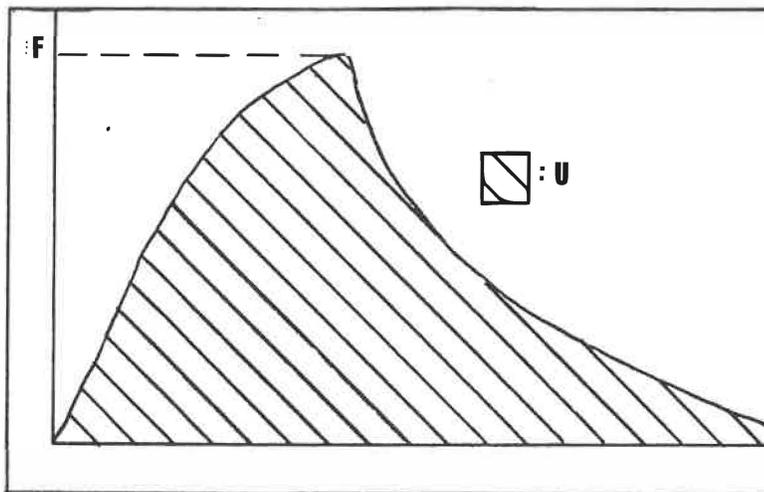


Figure 3: Courbe force-déplacement d'un matériaux cokéfié.

Il est possible de caractériser cette courbe soit par la force maximale supportée par l'éprouvette ou soit par l'énergie consommée pour la rupture totale (surface de l'aire sous la courbe). Dans le premier cas, on calculera le champs de contrainte en fond de fissure, alors que dans le deuxième, on examinera la rupture en évaluant les

mécanismes de dissipation d'énergie.

1.1 Rappel de la mécanique linéaire de rupture

Les hypothèses de base de la théorie de la mécanique linéaire de rupture (MLR) sont d'ordre structural. Le matériau est considéré comme idéal. C'est-à-dire qu'il est continu, homogène et qu'il obéit à la loi de Hooke. Il est à noter que l'application de la MLR aux matériaux céramiques et particulièrement aux matériaux de carbone peut sembler douteuse, car ces matériaux ne correspondent pas aux exigences de la modélisation [6]. Cependant, il est généralement accepté d'utiliser ce concept faute de meilleur outil de caractérisation.

Selon le MLR, on modélise le champ de contrainte au voisinage du fond de fissure par [7]:

$$\sigma_{ik} = \frac{K_k F_{ik}(\theta, r)}{\sqrt{r}} \quad (1)$$

où σ_{ik} est le tenseur contrainte (MPa); K_k un facteur d'intensité de contrainte (MPa $\cdot \sqrt{m}$) (celui-ci est lié à la géométrie de l'échantillon et à la force appliquée sur l'éprouvette); F_{ik} une fonction dictant la distribution du champ de contrainte dans l'espace et θ, r sont les coordonnées polaires. L'indice k représente le mode de chargement. Les trois modes de chargement sont: contrainte normale, contrainte de cisaillement et moment de torsion. Ces modes de chargement sont définis par rapport au front de la fissure.

On définit comme critère de rupture la valeur de K_{Ic} qui produit une fissuration. Cette valeur critique K_{Ic} est considérée comme une propriété intrinsèque du matériau.

1.2 Rappel de l'approche énergétique

L'énergie de fissuration est la quantité d'énergie qu'on doit fournir au matériau pour faire avancer une fissure. La définition mathématique de cette approche est donnée par EFTIS [8].

$$R = 2Y + \frac{\delta U''}{\delta l} \quad (2)$$

$$R = \frac{\delta W}{\delta l} - \frac{\delta U'}{\delta l} \quad (3)$$

où R est l'énergie intrinsèque de fissuration qui peut être définie selon l'équation 2 comme étant l'énergie de surface du matériau ($2Y$) plus toutes les contributions des mécanismes de dissipation d'énergie non linéaires ($\delta U''/\delta l$). En appliquant le principe de conservation d'énergie, on peut également définir l'énergie de fissuration (R) comme l'énergie fournie au bloc ($\delta W/\delta l$) moins l'énergie élastique emmagasinée par celui-ci ($\delta U'/\delta l$) (équation 3). Ces énergies sont normalisées par rapport à la surface fissurée. La quantité R a les unités de J/m^2 . Pour déterminer R , il faut s'assurer que la fissuration soit quasi-statique afin de négliger la contribution du terme cinétique.

1.3 Relation entre l'approche énergétique et la mécanique linéaire de rupture

Il est possible de calculer, à partir de la MLR un taux de relaxation d'énergie G_K .

$$G_{Kc} = K_{Kc}^2 / E \quad (\text{contrainte plane}) \quad (4)$$

E: Module de Young

Le paramètre G_K représente la quantité d'énergie élastique libérée par l'avancement de la fissure. Comme pour le facteur d'intensité de contrainte, on définit un G_K critique, pour lequel il y a propagation de la fissure. Le paramètre G_{Kc} est une propriété intrinsèque du matériau. Le paramètre G_{Kc} est identique à deux fois l'énergie de surface et pour un matériau idéal à l'énergie de fissuration R.

2. MESURE DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DES MATÉRIAUX FRAGILES

2.1 Mesure du facteur d'intensité de contraintes K_{Ic}

A partir de la MLR, on définit K_{Ic} par l'équation 5

$$K_{Ic} = \sigma \sqrt{\pi a} Y \quad (5)$$

σ : Contrainte nominale (N/M²)

a: Longueur de la fissure (M)

Y: Facteur géométrique

K_{Ic} peut être évalué (en se référant à la courbe force-déplacement) selon MUNZ [9].

- * à partir de la contrainte maximale et de la longueur initiale de la fissure
- * à partir de la contrainte maximale et de la longueur réelle de la fissure (la fissure se propage avant que la contrainte maximale ne soit atteinte)
- * à partir d'une valeur quelconque de la contrainte et de la longueur de la fissure qui lui est associée (après le début de la fissuration)
- * à partir de l'aire sous la courbe, U , et sachant que:

$$K_{Ic} = \frac{\sqrt{E U}}{\sqrt{A}} \quad (6)$$

A: Surface fissurée (M^2)

La validité de cette dernière technique est vérifiée seulement si la fissuration se propage lentement (rupture quasi-statique).

On recommande qu'une pré-fissure soit produite dans l'échantillon afin d'appliquer avec rigueur les notions de la MLR. Cette démarche s'avère très difficile à concrétiser car la réalisation de cette fissure n'est pas aisée et la mesure de la longueur de celle-ci est ardue à effectuer. Une solution à cette difficulté consiste à utiliser une géométrie d'éprouvette telle que la dimension de la fissure n'intervient pas dans le calcul de K_{Ic} . Les éprouvettes à entailles chevron répondent à cette exigence. Cependant, il est possible que la valeur de K_{Ic} soit fonction de la longueur de la fissure et dans ce cas, il est inapproprié d'utiliser des éprouvettes à entailles chevron [9].

Généralement, on substitue la préfissure par une entaille. La valeur de K_{Ic} dépend alors de la longueur et de la géométrie de l'entaille et aussi de l'état de surface de l'entaille. Ces effets sont diminués si le rayon en fond de l'entaille est inférieur à 50 microns. Le matériau et la méthode de préparation de l'éprouvette entaillée influencent cette valeur de 50 microns [6].

La taille des échantillons doit être suffisante pour que la microstructure du matériau apparaisse homogène, ceci afin que l'éprouvette soit le plus près des exigences de la MLR. Il a été remarqué que pour un échantillon SENB, la dimension de celui-ci influence peu les résultats de K_{Ic} . Dans ce cas, seule la microstructure dicte la déviation standard des résultats [9].

Indépendamment des remarques précédentes, l'effet de la friction et de l'adhésion mutuelle des surfaces de la fissure augmentent la valeur de K_{Ic} avec l'avancement de la fissure. La fissuration secondaire affecte aussi de façon semblable la valeur de K_{Ic} .

Ainsi, les procédures expérimentales, le montage et la vitesse de propagation de la fissure influencent la valeur de K_{Ic} . Les mêmes paramètres perturbent aussi la forme de la courbe force-déplacement.

Suite à tous ces commentaires, il n'apparaît pas possible d'utiliser K_{Ic} pour prédire la contrainte à la rupture; cependant, K_{Ic} peut être employé pour caractériser les matériaux. Il est recommandé d'utiliser l'approche énergétique pour l'étude des céramiques, car celle-ci semble plus appropriée [6].

2.2 Mesure de l'énergie de fissuration

Les techniques expérimentales pour mesurer l'énergie de fissuration se basent sur l'équation 3. Les techniques visent à mesurer l'énergie fournie pour la rupture du bloc et à diminuer l'énergie élastique résiduelle.

Fondamentalement, toutes les manipulations sont semblables puisqu'il s'agit d'effectuer un essai de décohésion mécanique tout en enregistrant la courbe force-déplacement. Soulignons que l'énergie fournie au système "échantillon" pour la fissuration correspond à l'aire sous la courbe.

Tattersall [10] a proposé de fissurer d'une façon stable un échantillon SENB à entaille chevron. Il est nécessaire que la rupture soit complète (la fissure traverse entièrement le spécimen). L'auteur mesure l'aire sous la courbe force-déplacement. La force représente l'effort transmis à l'échantillon et le déplacement correspond à la variation de position de l'appui responsable de l'effort. Il obtient une valeur de l'énergie fournie au système SENB et en normalisant cette valeur par la surface du triangle de matériau rupturé, il en déduit l'énergie de fissuration.

Pour sa part, BRADT [11] présente quatre méthodes graphiques, à partir de la courbe force-déformation pour mesurer le paramètre R. Il ne propose pas de forme spéciale d'échantillon. La seule condition expérimentale nécessaire est la stabilité de la fissuration. Par ces méthodes, nous pouvons évaluer le paramètre R à différentes longueurs de fissure. La figure 4 se réfère à ces quatre méthodes.

Pour la première méthode, BRADT propose d'effectuer des relaxations totales de la contrainte durant la fissuration

(ramener la valeur de la force transmise à l'échantillon à zéro). Par la méthode de compliance, on identifie la longueur de la fissure. Ainsi, à chaque relaxation correspond une valeur du paramètre R. Le calcul de ce paramètre est analogue à la méthode de Tattersall pour mesurer le travail de fissuration. Certaines erreurs expérimentales se produisent durant cette manipulation, principalement durant la relaxation. Pour les matériaux avec des faciès de rupture accidentés, il y a dissipation d'énergie de façon irréversible. Cela produit des courbes d'hystérésis.

La deuxième méthode présuppose la mesure de la longueur de la fissure durant la manipulation. En inversant la relation (longueur de la fissure) - (compliance), nous calculons la compliance de l'éprouvette. On trace par la suite la courbe théorique de relaxation. Ainsi, nous contourrons les difficultés reliées aux courbes d'hystérésis. Cependant, la mesure de la longueur de la fissure durant la manipulation s'avère expérimentalement difficile.

La troisième méthode ne nécessite pas de période de relaxation ni de montage spécial pour la lecture de la longueur de la fissure. Il s'agit de fissurer quelques éprouvettes identiques dans les mêmes conditions expérimentales. La seule différence entre ces éprouvettes est la longueur de l'entaille. En comparant les énergies fournies et les longueurs des entailles, nous évaluons les valeurs du paramètre R. Cette méthode nécessite cependant une plus grande quantité de matériau.

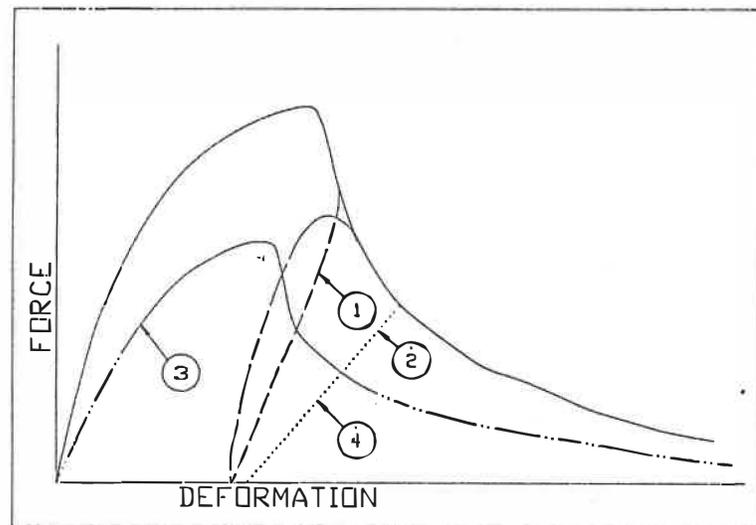


FIGURE 4. Techniques expérimentales pour mesurer le paramètre R

L'auteur propose pour la quatrième méthode un artifice mathématique pour simplifier la technique expérimentale. Il suggère de calculer la longueur de la fissure à partir de la force et de la valeur de K_{IC} , puis de trouver la compliance suite à cette valeur de la longueur de la fissure. On calcule par la suite la courbe théorique de relaxation. Spécifions que cette méthode s'applique à tous les matériaux.

Notons que la valeur de l'aire de la surface de rupture est indéterminée. La rugosité des faciès de rupture rend impossible la mesure de cette valeur. On considère comme valeur de la surface fissurée celle de la section de l'échantillon.

3. BIBLIOGRAPHIE CONCERNANT LE COMPORTEMENT MÉCANIQUE DU GRAPHITE NUCLÉAIRE

Aucun article, dans la littérature portant sur le comportement mécanique des blocs cathodiques n'a pu être identifié. La littérature ne couvre que le champ des graphites utilisés dans les centrales nucléaires (graphite nucléaire). Ce type de graphite a une granulométrie beaucoup plus fine, une pureté plus élevée et une température de cuisson plus haute que les matériaux pour blocs cathodiques.

D'après Jenking [12], la courbe force-déplacement du graphite n'est linéaire que pour de très faibles déformations. Pour de plus grandes déformations, des déplacements irréversibles se produisent. Ce phénomène perturbe significativement le comportement des blocs durant les cycles de mise sous contrainte. De plus, le module d'Young du graphite varie avec l'intensité de la contrainte, il diminue lorsque la contrainte augmente.

Brocklehurst [13] considère que la rupture du graphite est fragile. Durant les premiers instants de la décohésion, la contrainte mécanique supportée chute rapidement.

Slagle [14] et Anderson [15] notent qu'il y a formation de microfissures lors de la mise sous contrainte. Les pores

(microfissures de Mrozomki) amorcent la propagation de ces microfissures. La croissance de celles-ci est liée à l'augmentation de la contrainte. Durant la rupture, les microfissures sont traversées par la fissure principale. De plus, les microfissures situées hors du tracé de la rupture ne se referment pas complètement après le passage de la fissure.

Jenking [10] et Sakai [17], [18] affirment que la friction entre les faces de la fissure ralentit l'ouverture de celle-ci. La fissure se propage trans et intergranulairement. Ainsi, le tracé de la fissure n'est pas rectiligne mais plutôt tortueux.

Les valeurs typiques de K_{IC} et du travail de fissuration pour des graphites nucléaires ont été regroupées au tableau 1.

Selon le test ASTM-C 565-83 [23], on accepte qu'il y ait une grande dispersion des résultats des essais de traction avec des éprouvettes de graphite. Il est recommandé de comparer les différents graphites selon la moyenne de leurs résultats. L'étude de Greenstreet [24] arrive aux mêmes conclusions.

Brocklehurst [13] a fait une excellente revue bibliographique de la rupture du graphite. Les propos suivants sont tirés de cette article.

Dans les études qui ont été conduites afin de vérifier l'application de la MLR au matériau graphite, on n'a pas remarqué de relation entre K_{IC} et la longueur de l'entaille. De plus, les entailles étaient toutes d'une certaine longueur minimale, car il s'ajoute toujours à celles-ci une

composante reliée aux défauts microstructuraux.

Il est à noter que plus le rayon en fond d'entaille est petit, plus le facteur d'intensité de contrainte critique augmente. L'ampleur de cet effet varie inversement avec la grosseur des grains.

Les auteurs conviennent que pour caractériser le comportement mécanique du graphite, on doit mentionner la valeur de K_{Ic} et la dimension maximale des défauts.

Plusieurs auteurs ont noté que la résistance mécanique du graphite K_{Ic} et l'énergie de rupture, sont dépendants de la longueur de la fissure (bien qu'indépendants de la longueur de l'entaille). Troczynski [25] et Sakai [17], [18] ont observé que la valeur de K_{Ic} diminue avec l'avancement de la fissure. Vitovec [22] et Sakai [18] ont remarqué que K_{Ic} calculé à partir de la force maximale est plus petit que K_{Ic} déterminé à partir de l'énergie de fissuration.

GRAPHITES NUCLEAIRES		K _{Ic} MPa m ^{1/2}	E.tot. J/m ² 10 ²
YHR AND VALACHOVIC	19	0.8	
MARSHALL AND PRIDDLE	20	1.5	
STEVENS	21		0.7
VITOVEC AND STACHURSKI	22		2.4

TABLEAU 1 Valeurs typique de K_{Ic} et de l'énergie de rupture.

CHAPITRE 3

Partie expérimentale

1. INTRODUCTION

L'approche expérimentale comprend une caractérisation de la rupture par la mesure du facteur d'intensité de contrainte et par l'énergie de fissuration. Le facteur d'intensité de contrainte (K_{IC}) est mesuré en tension (éprouvette CT) et en flexion (éprouvette SENB). On détermine l'énergie de fissuration à l'initiation (E.INI.) et pour la rupture totale (E.TOT.) sur les éprouvettes CT seulement.

A partir d'un seul essai de traction sur une éprouvette CT, nous évaluons K_{IC} E.INI. et E.TOT.

2. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

2.1 Eprouvette CT

La figure 1 indique les dimensions des éprouvettes. La préparation des échantillons s'effectue en plusieurs étapes. La première consiste à usiner des éprouvettes de 10 x 10 x 4 cm³. Deux trous (de 2 cm de diamètre) sont forés. L'emploi d'une mèche diamantée s'avère justifié car la surface intérieure des trous produits est régulière; il n'y a pas d'éclat arraché. On conseille d'utiliser cet outil sous jet d'eau à un haut taux de révolutions (2000 tours/minute).

Par la suite, une entaille de .15 cm d'épaisseur est produite à l'aide d'une lame diamantée. Le fond de celle-ci a la forme d'un demi-cercle de .025 cm de rayon. Le ligament défini après entaille mesure 5 cm. L'opération de

taille n'a produit aucun endommagement visible au matériau en fond d'entaille.

On effectue le dégagement au moyen de la même lame. La précision de toutes les étapes d'usinage est de .1 cm pour toutes les coordonnées. La précision des dimensions extérieures des blocs est de même résolution.

Lorsque toutes ces étapes d'usinage sont terminées, on nettoie l'échantillon et particulièrement l'entaille sous un faible jet d'eau.

La dernière étape de préparation est le positionnement des supports de la jauge à déplacement. On colle les supports métalliques sur les parois du dégagement. Les supports sont positionnés sur la droite imaginaire qui relie les deux points d'appui de la charge (segment supérieur et inférieur des trous). Suite à une approximation linéaire, on estime qu'une erreur de positionnement de plus de .1 cm entraîne une évaluation erronée des déplacements de plus de 10% (voir section 5: erreurs expérimentales).

Etant donné l'anisotropie structurale du matériau, l'orientation de celui-ci doit être considéré. Pour tous les échantillons, la direction principale de la microstructure définie durant l'étape de fabrication (direction d'extrusion par exemple) est orientée selon l'axe de symétrie de l'échantillon.

2.2 Eprouvette SENB

La préparation des échantillons est sommaire; il suffit d'entailler ces derniers. L'entaille se situe au centre de l'éprouvette. Cependant, il y a eu un écart de géométrie

entre les spécimens de marque STEIN et SAVOIE et ceux des marques ELCA, UCAR et NDK. L'entaille de ces derniers est de 5 cm de long, alors que celle des premiers est de 4 cm. Le fond de l'entaille est semblable à celui du bloc CT.

3. DESCRIPTION DU MONTAGE

3.1 Eprouvette CT

On présente, à la figure 5, les appareils du montage expérimental ainsi que leurs raccordements. Une machine de traction à vis transmet la contrainte mécanique à l'échantillon. Une cellule de charge réversible (2000 Kg max.) indique la force supportée par le spécimen. Une jauge (C.O.D. # 2670) détermine la déformation. Les signaux de ces deux transducteurs ainsi que ceux produits par la technique de détection de la longueur de la fissure (voir annexe II) sont analysés au moyen d'un système d'acquisition de données (KEITHLEY 570). Un micro-ordinateur (IBM PS/2) contrôle ce système d'acquisition de données.

Nous considérons que le bâti et l'ensemble du montage possèdent une compliance beaucoup plus élevée que celle des échantillons. Les mors et la cellule de charge sont suffisamment rigides pour supporter cette hypothèse. Cela nous permet de fissurer les échantillons sous conditions de rupture contrôlée car il y a peu d'énergie élastique disponible pour une rupture fragile.

On branche en parallèle au système d'acquisition de données une table traçante qui permet de visualiser le déroulement de l'expérience. De plus, durant la manipulation, l'ordinateur commande l'alimentation de la

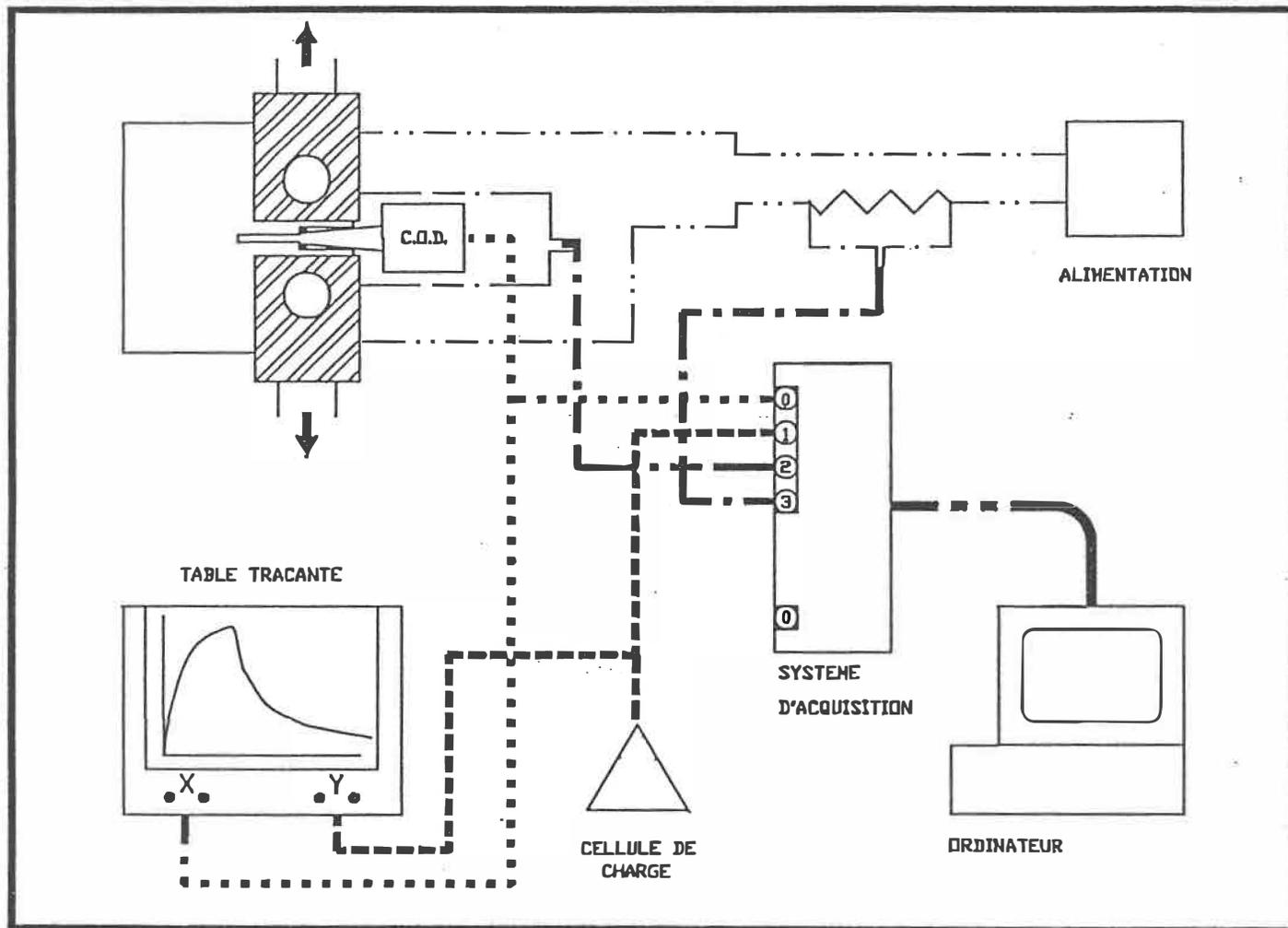


Figure 5: Schéma du montage expérimental des éprouvettes CT.

table traçante au moyen du système d'acquisition, d'un paramètre proportionnel à la variation de la longueur de la fissure (non indiqué à la figure 5).

Les données expérimentales sont enregistrées sur disquettes (sous forme numérique) et par la table traçante (sous forme analogique).

3.2 Eprouvette SENB

On fissure les échantillons SENB au moyen d'un montage trois points. Ce montage est conçu pour s'adapter à la machine de traction et à la cellule de charge utilisées pour les essais sur échantillons CT.

4. PROTOCOLE D'ESSAI

4.1 Eprouvette CT

L'essai se déroule sur une période de 50 minutes. Durant ce laps de temps, on enregistre quelques 1100 données. L'ordinateur commande la conversion des données à un taux de 0.3 Hz. On suppose que la fréquence d'acquisition est suffisamment rapide que la fissure ne change significativement pas d'état durant la période de conversion d'une série de données.

La vitesse de déplacement de la tête responsable de la transmission de la charge est de 0.05 mm/min.

Pour chaque essai, on effectue trois boucles de relaxation de la contrainte. Ces relaxations débutent lorsque la force supportée atteint 75, 50 et 25% de la force maximale supportée par l'éprouvette. La contrainte est diminué jusqu'à 5% de la force maximale supportée. L'essai se

termine lorsque l'échantillon ne supporte plus que 5% de la force maximale. C'est l'ordinateur qui vérifie le déroulement de la manipulation. De plus, ce dernier dicte les opérations à effectuer.

Avant de ranger l'échantillon fissuré, on l'identifie et on note ses dimensions.

4.2 Eprouvette SENB

On soumet l'éprouvette à un taux de déformation constant (0.05 mm/min.) jusqu'à sa rupture complète. On enregistre à tout instant, au moyen d'une table traçante, la charge supportée par le bloc.

5. CALCUL DES RÉSULTATS

5.1 Eprouvette CT

Nous calculons la valeur de K_{Ic} à partir de la valeur maximale de la force que l'éprouvette a supportée. La longueur de la fissure est de 3 cm. Le facteur géométrique Y se détermine selon la norme ASTM [26] par l'équation suivante:

$$Y = (2 + a/w) (0.886 + 4.64 a/w - 13.32 a^2/w^2 + 14.72 a^3/w^3 - 5.6 a^4/w^4) / (1 - a/w)^{3/2}$$

$$a/w = .375$$

$$Y = 6.8$$

$$K_{Ic} = (F/BM)Y$$

F = Force maximale (N)

B = Epaisseur du bloc (M)

W = Longueur du bloc (M)

a = Longueur de l'entaille (M)

Le calcul de l'énergie de rupture totale (E.TOT.) s'effectue en mesurant l'aire sous la courbe force-déplacement. A partir des données expérimentales, on applique la méthode mathématique du trapèze pour estimer cette énergie. On rapporte ce résultat à la surface du ligament ($2 \times 4 \times 5 = 40 \text{ cm}^2$). De plus, nous évaluons l'énergie nécessaire à la propagation de la fissure sur les premiers millimètres (E.INI.) de façon analogue au travail de rupture. L'énergie dissipée par l'éprouvette durant le premier cycle de charge-relaxation est calculée. Nous divisons cette énergie par la surface fissurée.

La surface fissurée s'obtient directement des courbes force-longueur de la fissure (c.f. figure 6). On associe à la valeur de la longueur de la fissure utilisée pour les calculs, celle du début de la relaxation.

Finalement, nous calculons, pour chaque marque de bloc, la moyenne et l'écart-type normalisée des résultats. Cette moyenne est la valeur de base utilisée dans la recherche de corrélation.

5.2 Eprouvette SENB

Nous évaluons la valeur de K_{Ic} par l'équation proposée par l'ASTM [26]. La valeur de la force utilisée est la force maximale que le bloc a supportée. On présente la moyenne des résultats des échantillons testés.

$$K_{Ic} = (FS/BW^{3/2})Y$$

$$Y = 3 (a/w)^{1/2} (1.99 - (a/w) (1 - a/w) (2.15 - 3.93 a/w + 2.7 a^2/m^2) / (2 (1 + 2 a/m) (1 - a/m)^{3/2})$$

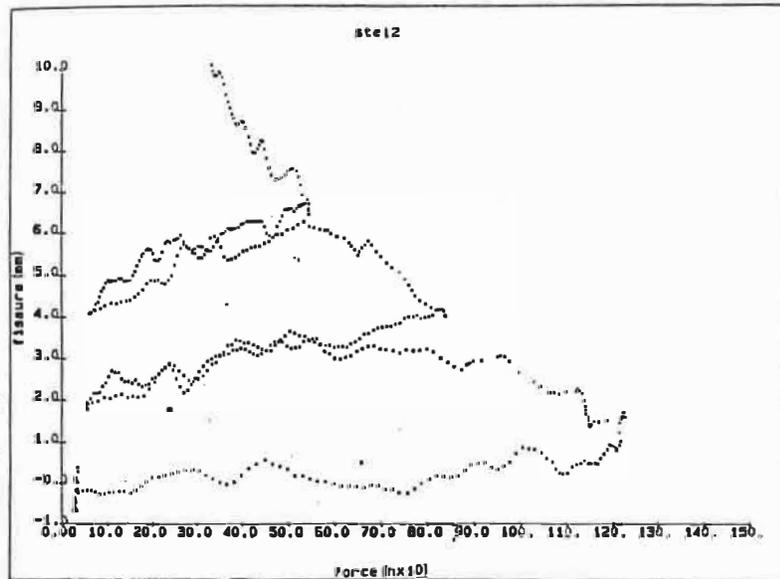


Figure 6: Courbe force-longueur de la fissure de bloc STEIN.

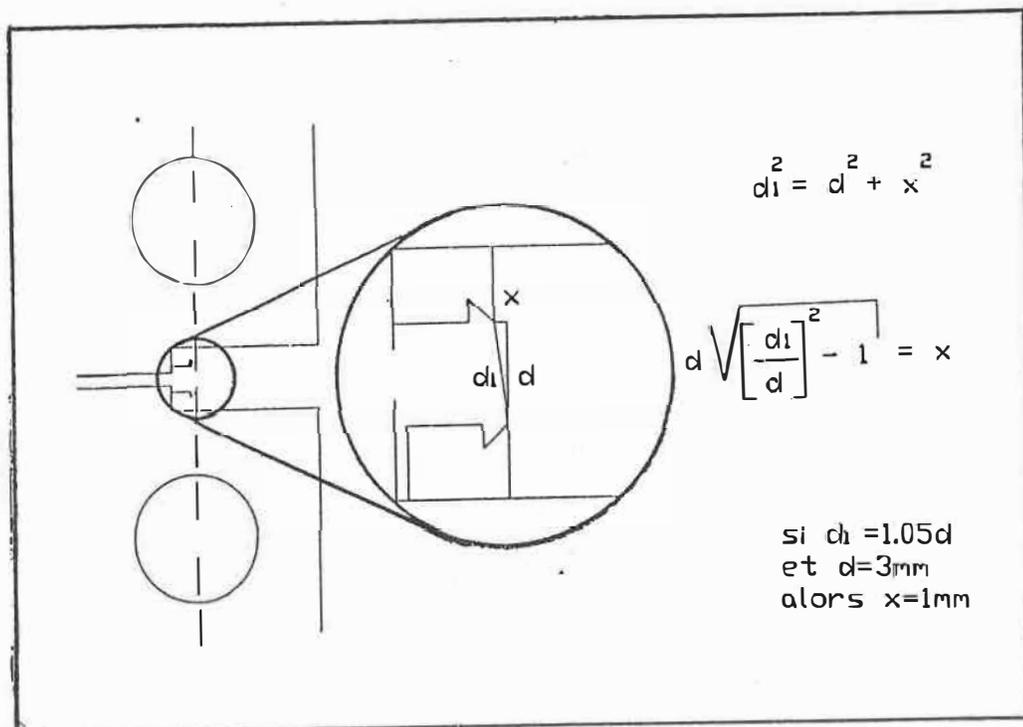


Figure 7: Erreur expérimentale de la mesure du déplacement

F : Force maximale (N)
 S : Distance entre les appuis (M)
 B : Epaisseur de l'éprouvette (M)
 W : Hauteur de l'éprouvette (M)
 a : Longueur de l'entaille (M)

6. ERREURS EXPÉRIMENTALES

6.1 Epreuve CT

Les erreurs expérimentales introduites par les fluctuations électroniques des instruments, par la précision de leur calibration et par la conversion des données en valeurs numériques sont négligées.

On considère que les erreurs sur les valeurs de K_{IC} sont dues principalement aux erreurs de mesure des dimensions et d'usinage des éprouvettes. Le calcul d'erreur théorique qui en découle est celui-ci:

$$K_{IC} = (F/BW)Y$$

$$d(K_{IC}) = d[(F/BW)Y]$$

$$\frac{d(K_{IC})}{K_{IC}} = \frac{dF}{F} + \frac{dW}{W} + \frac{dB}{B} + \frac{dY}{Y}$$

$$dY = .5208 \quad Y = 6.8 \quad \frac{dY}{Y} = .077$$

$$dF = 5N \quad F = 1000 N \quad \frac{dF}{F} = .005$$

$$dW = 1 \text{ mm} \quad W = 80 \text{ mm} \quad \frac{dW}{W} = .0125$$

$$dB = 1 \text{ mm} \quad B = 40 \text{ mm} \quad \frac{dB}{B} = .025$$

$$\frac{d(K_{IC})}{K_{IC}} = .1195 = 11.95\%$$

L'erreur est donc de 12%.

Notons que l'incertitude est principalement due au facteur géométrique Y . Celui-ci est fonction de la longueur de l'éprouvette et de la longueur de l'entaille. De ces deux mesures, la longueur de l'entaille est la moins précise. Rappelons que tous les échantillons ont été taillés à partir du même appareillage. Cependant, la précision de coupe de ce montage nous est inconnue. L'incertitude de la longueur de l'entaille est donc liée à la précision de notre mesure.

Nous estimons que la marge d'erreur sur la mesure de $E.TOT$ provient du positionnement de la jauge de déformation (C.O.D.) et de la valeur de la force. En effet, un écart de la patte du C.O.D. (voir figure 7) de plus de .1 cm entraîne une erreur de mesure de plus de 5%. Nous posons que la précision du positionnement du C.O.D. est de .1 cm. On considère que le calcul de l'aire sous la courbe par la méthode du trapèze est sans biais.

Nous croyons que la quantité d'énergie à fournir à l'échantillon pour compléter la rupture totale (après l'arrêt de l'essai) est peu importante par rapport à l'énergie consommée par la fissure.

L'erreur expérimentale de $E.INI$ est composée de l'erreur de l'évaluation de l'aire sous la courbe et de l'imprécision

de l'estimation de la longueur de la fissure. Nous considérons que la marge d'incertitude de la mesure de l'aire sous la courbe de la première boucle de relaxation est de 5%. De plus, la précision de la valeur de la longueur de la fissure est de l'ordre de 10% (voir annexe II). Nous estimons la variation totale de E.INI à 15%.

6.2 Epreuve SENB

On considère seulement l'erreur expérimentale faite sur la mesure des dimensions des éprouvettes. Les instruments électroniques sont de qualité suffisante pour négliger les perturbations qu'ils produisent. Le positionnement de l'échantillon sur le montage et la détermination de la force maximale sont des sources d'incertitude très bien contrôlées. Malgré ces constatations, il est difficile d'évaluer la marge d'erreur sur les mesures de K_{IC} sur les éprouvettes SENB.

7. JUSTIFICATION DE LA MÉTHODE EXPÉRIMENTALE

Nous allons maintenant tenter d'expliquer pourquoi il faut utiliser la moyenne des mesures pour discriminer les blocs cathodiques.

Il faut souligner que la microstructure n'est pas identique sur tout le volume du bloc.

Nous cherchons une variable qui permet de caractériser le bloc cathodique dans son ensemble en opposition avec une variable qui caractérise seulement une petite région du bloc.

Ainsi, pour caractériser le bloc sans aucune ambiguïté, il

faut tailler dans tout son volume une infinité d'éprouvettes. Pour résumer les mesures effectuées sur toutes les éprouvettes, on caractérise le bloc par la valeur moyenne des mesures et on indique leurs variations dues aux différentes régions du bloc par l'écart type. Notons que la signification de la moyenne diffère de la signification d'une mesure. La moyenne est une vue d'ensemble du bloc alors qu'une mesure identifie une propriété locale du bloc.

En réalité, on ne peut étudier le bloc dans son ensemble. Nous caractérisons celui-ci à partir d'un nombre fini d'éprouvettes. Il en résulte donc une imprécision sur la moyenne. Il est démontré [27] que l'intervalle de confiance à 95% de la moyenne est:

$$\bar{x} - \frac{2S}{\sqrt{N}}, \bar{x} + \frac{2S}{\sqrt{N}}$$

\bar{x} = moyenne
 S = Ecart type
 N = Nombre de mesure

Ceci est vrai si N est supérieur à 30. Ce résultat est indépendant de la distribution de la mesure.

Nous supposons que cet intervalle est fiable bien que le nombre de nos mesures ne soit pas suffisant pour appliquer en toute rigueur ce résultat.

La moyenne est la mesure disponible la plus approprié pour discriminer les blocs. Deux blocs sont différents si l'écart entre leur moyenne est supérieur à la somme des moitiés de leur intervalle de confiance (à 95%).

Si l'on suppose que la microstructure d'une éprouvette est homogène, alors la précision des mesures de K_{Ic} , E.TOT et

E.INI ne sont fonction que de la méthode expérimentale. Une comparaison des écarts-type normalisés de chacun de ces trois mesures nous indique la méthode qui produit des résultats les plus précis.

CHAPITRE 4

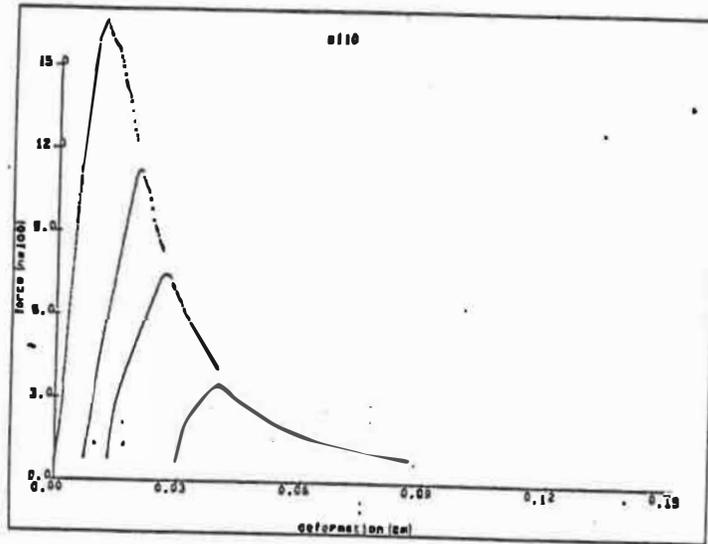
Résultats expérimentaux

1. OBSERVATIONS QUALITATIVES

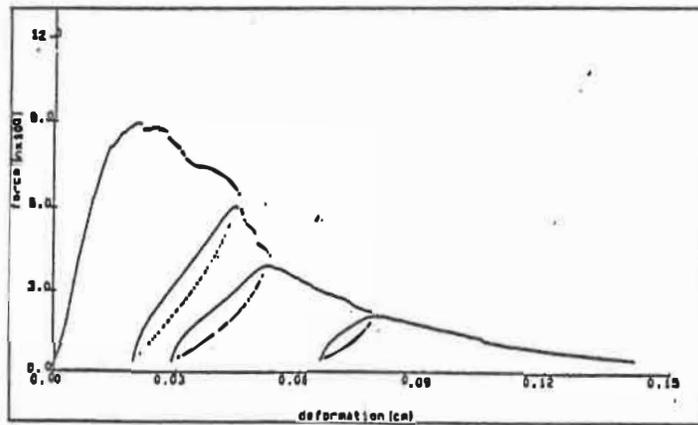
Des courbes force-déplacement des échantillons CT sont présentées à la figure 8. Nous remarquons que la rupture n'est pas fragile; il n'y a pas de chute abrupte de la force supportée. Suite à l'examen de toutes les courbes, il apparaît que les marques SAVOIE et NDK ont le taux de perte de capacité mécanique (force supportée) le plus faible. La marque ELCA surpasse les deux autres (STEIN et UNION CARBIDE) dans ce domaine. Les échantillons qui ont subi les plus grandes déplacements sont dans l'ordre décroissant: NDK, SAVOIE, UNION CARBIDE, STEIN et ELCA. Pour les blocs de laboratoire, la diminution de la capacité mécanique de TDM est plus lente que celle de CON. De plus, TDM s'est plus déformé que CON.

Nous avons remarqué que les tracés de fissuration sont non rectilignes. De plus, l'irrégularité des faciès n'est pas semblable pour chacune des marques. Les deux types de bloc provenant des laboratoires ont un tracé de fissuration globalement droit, les types UNION CARBIDE, STEIN et ELCA ont une fissuration globalement droite avec une légère variation de l'orientation du tracé (inférieur à 7.5°) et les marques NDK et SAVOIE possèdent un tracé qui subit une variation majeure de l'orientation (entre 7.5° et 15°). L'augmentation de la surface fissurée due à cette variation du tracé est faible: 2%, cependant ce comportement favorise la friction entre les surfaces de la rupture.

Nous avons observé que les mécanismes de dissipation



a) échantillon TDM



b) échantillon NDK

Figure 8: Courbe force-déformation CT

d'énergie sont la friction, le branchement secondaire de la fissure et la microfissuration.

On remarque que pour tous les blocs, la force maximale ne correspond pas à la force d'initiation de la propagation de la fissure. La fissure s'est propagée de 1 à 2 mm lorsque la force maximale était atteinte.

Pour les essais sur éprouvette SENB nous avons observé que la rupture n'est pas stable. La rupture a un comportement partiellement instable; la force chute brusquement au début de la propagation, puis diminue progressivement avec la déformation de l'échantillon.

1.1 Observation des faciès de rupture

De petits blocs ($2.5 \times 4 \text{ cm}^2$) ont été découpés le long de la fissure. La surface explorée correspond aux deux premiers centimètres de l'avancement de la fissure.

Précisons qu'aucune différence de relief n'est notée entre les faciès de rupture d'initiation et de propagation. L'initiation de la fissure correspond à la décohésion des premiers millimètres et la propagation est associée à la décohésion qui suit l'initiation. Ceci est vrai pour toutes les éprouvettes observées.

On a remarqué que les gros grains sont plus fréquemment clivés ou délaminés que les plus petits. La fissure se propage majoritairement entre les grains.

Finalement, soulignons que la structure des matériaux est très semblable. Seule la granulométrie diffère d'un bloc à l'autre. Il semble que plus les grains sont petits, plus la rupture se fait au niveau de l'interface.

2. RÉSULTATS

2.1 Eprouvette CT

Le classement selon K_{Ic} est très semblable à celui selon E.INI (c.f. tableau 2). Seules les positions des marques ELCA et SAVOIE sont interchangées. La comparaison des classements selon E.INI et E.TOT nous indique qu'encore une fois les positions des marques ELCA et SAVOIE sont interchangées, mais aussi celles des marques STEIN et NDK. Il apparaît selon tous les critères que la marque UNION CARBIDE a les meilleurs résultats. On remarque aussi que la marque ELCA se situe au bas du classement. Le type SAVOIE ne se détache pas significativement de la position occupée par ELCA.

Le classement des blocs de laboratoire est sans ambiguïté. Les trois critères indiquent un même classement: le matériau TDM possède des propriétés mécaniques supérieures au matériau CON.

Les écarts-types normalisés sont relativement constants pour le critère de K_{Ic} ainsi que pour le critère E.INI (exception faite du bloc UNION CARBIDE), bien que pour ce dernier test, les écarts-types normalisés correspondent au double de ceux de K_{Ic} . Pour le critère E.TOT, les écarts-types normalisés subissent des fluctuations remarquables. Le 0.35 et le 0.27 des marques NDK et SAVOIE se détachent des 0.09, 0.10 et 0.09 des trois autres marques. De plus, les écarts-type de ces derniers types de matériaux correspondent aux valeurs obtenues pour K_{Ic} .

Les blocs de laboratoire ont une dispersion des données semblable aux blocs industriels. Notons cependant que le

	K_{Ic} MPA \sqrt{m}	#	S/\bar{X}	E.INI. kJ/m ²	#	S/\bar{X}	E.TOT J/m ²	#	S/\bar{X}
UCA	.79	12	.09	1.45	12	.46	180	12	.09
STE	.70	11	.10	0.86	11	.22	142	11	.10
NDK	.55	13	.12	0.72	13	.26	149	13	.35
ELC	.47	13	.12	0.60	13	.25	92	13	.09
SAV	.54	9	.17	0.40	9	.29	111	8	.27
TDM	.95	14	.06	0.84	14	.20	139	13	.10
CON	.74	15	.17	0.78	14	.29	122	14	.12

Tableau 2: Résultats des éprouvettes CT

type TDM a un comportement plus homogène que le type CON.

Les résultats de E.INI sont les moins précis des trois paramètres calculés (selon les écart-types normalisés). On voit que l'écart type normalisé de la marque UNION CARBIDE pour l'E.INI est supérieur à tous les autres blocs. Ceci résulte de la bonne conductivité électrique de ce matériau (ce qui entraîne une erreur expérimentale plus élevée, voir annexe II).

On remarque que les valeurs obtenues par le critère de E.INI sont toutes approximativement six fois plus élevées que les valeurs mesurées par le critère E.TOT.

2.2 Eprouvette SENB

Nous avons testé trois éprouvettes de chaque marque industrielle. Ces résultats (c.f. tableau 3) nous indiquent que la marque ELCA est la plus résistante et que le type SAVOIE a la plus faible capacité résistance. On voit aussi que les écarts entre les échantillons UNION CARBIDE, STEIN et NDK ne sont pas prononcés.

	SAV	NDK	STE	UCA	ELC
K_{Ic} MPa \sqrt{m}	0.57	0.82	0.82	0.87	0.94

Tableau 3: Résultats des éprouvettes SENB

2.3 Comparaison des résultats CT et SENB

On note que les résultats de K_{Ic} sur des éprouvettes SENB sont plus élevés que sur des éprouvettes CT. De plus, les différences des mesures entre les marques sont plus petites sur les SENB que sur les CT.

Le classement des blocs selon les deux types d'échantillons est semblable. Le seul désaccord est la performance du bloc ELCA. Il est possible que le test SENB soit moins précis que le test CT ou que l'échantillon ELCA soit sous-évalué par la manipulation CT.

3. DISCUSSION

Précisons que nous n'avons examiné la résistance des blocs que selon une seule direction. Nous savons que la microstructure de ces matériaux (orientation des grains) n'est pas aléatoire mais résulte de l'étape de mise en forme (extrusion, vibration ou damage). L'orientation des grains se réfère aux directions parallèles ou perpendiculaires au sens de fabrication. Dans ce travail, nous avons mesuré la tenacité selon la direction perpendiculaire au sens de fabrication.

Une contradiction majeure des résultats apparaît lorsqu'on examine le cas ELCA. La précision des essais CT est environ .12 MPa (deux écarts-type). Si on considère que cette incertitude s'applique aussi aux essais SENB, on note que les résultats des deux types d'éprouvettes ne concordent pas. De cette constatation, nous émettons l'hypothèse que les échantillons CT ne proviennent pas de la même zone de matériau du bloc cathodique que les échantillons SENB et

donc que la zone d'origine des échantillons CT est plus faible mécaniquement que la zone d'origine des échantillons SENB.

Nous avons remarqué que la fissure est de 1 à 2 mm lorsque l'éprouvette CT supporte la force maximale. Cet effet indique: soit qu'il y a interaction entre les faces de rupture, soit que le matériau a un comportement marqué pour la croissance sous-critique de la fissure.

On a observé que l'énergie de fissuration à l'initiation est six fois plus élevée que l'énergie de fissuration à la propagation. Nous proposons deux situations pour éclaircir ce point.

Premièrement, la zone d'endommagement durant l'initiation de la rupture est beaucoup plus grande que durant la propagation.

Deuxièmement, le parcours de la fissure à l'initiation est différent de celui à la propagation. Vitonec [22] a observé que l'effet de diriger la fissure au moyen d'entailles sur les côtés de l'échantillon augmente la valeur de l'énergie de fissuration. Dans notre cas particulier, nous croyons que le fond de l'entaille guide le parcours de la fissure sur quelques millimètres seulement. Nous observons alors deux types de parcours sur nos échantillons: guidé à l'initiation et non guidé durant la propagation.

On compare la résolution des résultats des éprouvettes CT (K_{Ic} , E.INI, E.TOT) selon les écarts-types normalisés. L'écart-type normalisé correspond à l'écart-type divisé par la moyenne des données. Précisons que l'écart-type a pour origine deux sources distinctes. La première est l'erreur

expérimentale de la manipulation et la deuxième est la non-homogénéité des blocs cathodiques.

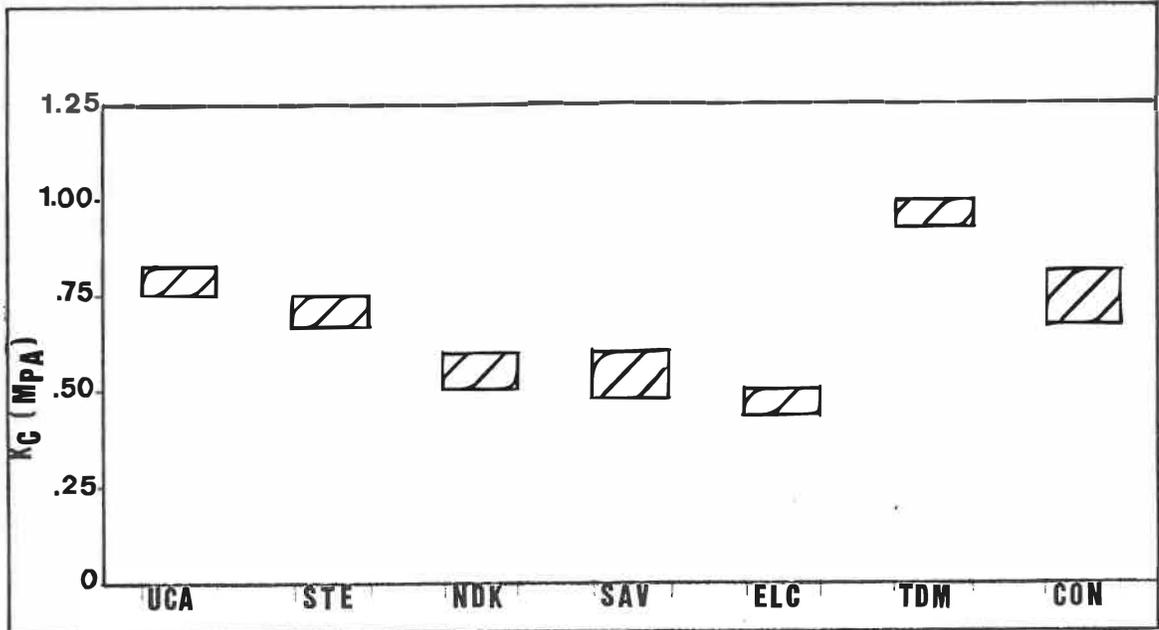


Figure 9: Intervalle de confiance à 95% de probabilité de présence de K_{1c} des éprouvettes CT.

Nous remarquons que le test E.INI a des écarts-types normalisés supérieurs aux deux autres tests. On associe ce fait à la difficulté de déterminer avec précision la longueur de la fissure. Les écarts-types normalisés des deux autres tests sont équivalents; cependant, pour la mesure de E.TDT, les échantillons NDK et SAVOIE ont un comportement différent des autres marques. On suppose que cette augmentation de la dispersion est liée au tracé de fissure plus ou moins tortueux pour les échantillons NDK et SAVOIE. On constate donc que le test de mesure de K_{1c} est le plus précis des trois essais de caractérisation de la

tenacité.

Nous avons tracé à la figure 9 les intervalles de confiance des résultats de K_{Ic} des échantillons CT. L'intervalle de confiance est à 95% de probabilité de présence. Il apparaît que les blocs se classent selon trois groupes: premier groupe TDM, deuxième groupe CON, UNION CARBIDE et STEIN, troisième groupe NDK, SAVOIE et ELCA. Nous allons faire quelques spéculations afin de justifier ces regroupements.

On rappelle que selon le mode de mise en forme, les normales des surfaces planes des particules d'enthracite s'orientent soit parallèlement au sens de fabrication, soit perpendiculairement.

On rappelle aussi que les échantillons sont fissurés selon le sens de fabrication.

Ainsi, nous définissons trois modes de déplacement relatif des particules lors de la rupture; en mode I, le déplacement est suivant la normale des surfaces planes, en mode II, il est parallèle aux surfaces planes et en mode III, le déplacement est un mouvement de rotation dans le plan des surfaces planes (voir figure 10).

Si la rupture ne se produit qu'à la surface des grains, alors les blocs dont les particules sont orientées selon le sens de fabrication se délaminent selon le mode II, tandis que les blocs dont les particules sont dirigées perpendiculairement au sens de fabrication se fissurent selon le mode I ou le mode III.

On associe aux ruptures en mode II et mode III, une dissipation d'énergie supplémentaire qui est occasionnée par

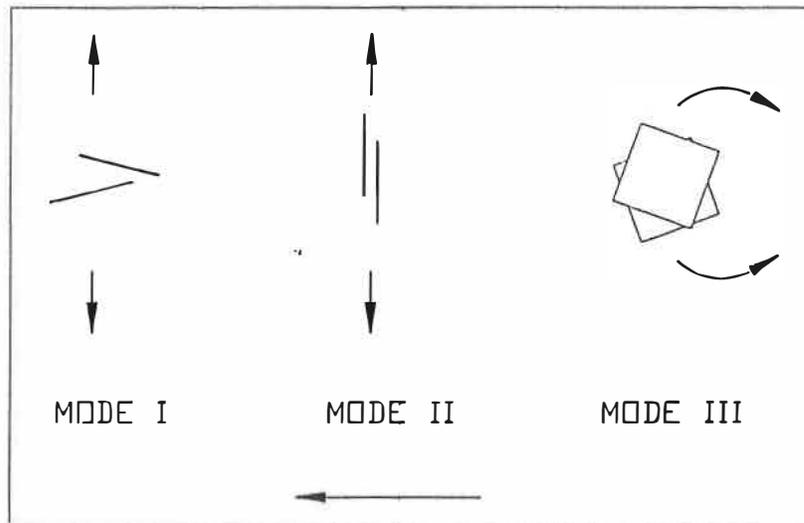


FIGURE 10. Definition des mouvements relatifs des particules. La direction principale de la microstructure des matériaux est indiquée par la fleche.

la friction des particules entre elles. Alors, les échantillons dont les techniques de mise en forme favorisent l'orientation des particules perpendiculairement au sens de fabrication devraient avoir des K_{IC} inférieurs aux autres échantillons car les particules qui se déplacent selon le mode I opposent moins de résistance que les particules qui se déplacent selon le mode II ou III. Les échantillons produits par extrusion sont dans cette situation; ce sont les blocs SAVOIE et NDK.

Ce raisonnement explique la distinction entre les deux premiers groupes et le troisième (en supposant que le bloc ELCA est mal représenté).

En dernier lieu, la comparaison des résultats de K_{IC} des éprouvettes CT et des éprouvettes SENB précise que le classement des blocs cathodiques de carbone est plus aisé à effectuer par un test CT qu'un test SENB.

CHAPITRE 5

Propriétés physiques

1. PROPRIÉTÉS MESURÉES PAR LES LABORATOIRES ALCAN

Les propriétés physiques conventionnelles retenues par Alcan sont: la densité, la porosité, la résistivité électrique, la conduction thermique, la perméabilité à l'air et la dilatation thermique. L'Alcan a aussi mesuré la résistance en compression, la résistance en flexion et le module de flexion, que nous classons comme propriétés mécaniques.

Suite à un examen des valeurs de ces propriétés (tableau 4), nous remarquons que tous les blocs sont semblables quant à la densité. La même remarque s'applique aussi à la porosité ouverte car les valeurs de celle-ci sont comprises dans un faible intervalle, si ce n'est du cas particulier de la marque UNION CARBIDE. En opposition, les valeurs de la résistivité électrique ainsi que la perméabilité à l'air se situent sur une gamme étendue de valeurs. Le coefficient de dilatation thermique et la conductivité thermique fluctuent quelque peu d'un échantillon à l'autre. La résistance en compression permet de distinguer des variations entre les matériaux. La résistance en flexion et le module de flexion nous font également observer des différences entre les blocs. Cependant, les résultats de ces trois dernières propriétés ne se confirment pas mutuellement, i.e. que le classement des matériaux n'est pas le même pour les trois propriétés.

De ces résultats, retenons qu'il est très difficile de

		STEIN	SAVDIE	ELCA	UCAR	NBK	CDN	TDM
Densité apparente	Mg/m ³	1.514	1.475	1.554	1.572	1.537	1.514	1.552
Porosité	%	17.7	19.4	20.3	29.2	19.1	20.3	17.9
Resistivité électrique	micro ohm m ⁻¹	50	61	36	11	47	49	47
Perméabilité à l'air	cm ² /s	19	79	4	79	27	29	3
Coefficient d'expansion thermique	X 10 ⁻⁶ °C	3.52	3.92	4.18	4.00	3.76	4.38	4.08
Conduction thermique	W/m°C	7.07	4.49	8.30	> 10	6.30	4.82	4.96
Résistance en compression	MPa	25.2	20.1	17.4	18.6	11.6	27.1	27.4
Résistance en flexion	MPa	5.58	3.89	6.24	7.09	6.40	7.53	7.73
Module de flexion	GPa	6.20	4.93	8.86	4.40	8.36	9.70	10.14
Rayon X 004	degrés	.45	.55	.3	--	.4	.65	.55
Rayon X 110	degrés	.55	1.9	.35	.3	.45	.45	.45

Tableau 4: Propriétés physiques et mécaniques des blocs cathodiques.

corréler directement une propriété à la microstructure et qu'il est encore plus ardu de considérer simultanément toutes les données des propriétés afin d'en interpréter la microstructure. Ici, le terme microstructure se réfère à la granulométrie des agrégats, à la quantité de liant et à l'orientation des grains.

2. ANALYSES AUX RAYONS-X

Nous avons ajouté aux propriétés mesurées une analyse par diffraction de rayons X. L'analyse R-X nous permet de comparer la structure cristalline des blocs. La qualité de la structure cristalline se mesure par l'intensité des pics de diffraction. Guinier [28] affirme que l'intensité des pics de diffraction est proportionnelle à la régularité du réseau et à la dimension des cristaux. Il est démontré que plus un cristal est ordonné, plus hauts et étroits sont les pics de diffraction. Il est prouvé aussi que plus la taille des cristaux irradiés est grande, plus accentués sont les pics. Le terme degré de cristallisation est associé simultanément à ces notions de régularité et de dimension.

2.1 Expérimentation

On produit des poudres à analyser par broyage d'échantillon CT déjà fissuré. La dimension des poudres est diminuée davantage sous l'action d'un pilon. On compare visuellement le produit obtenu avec une poudre standard afin de vérifier si la dimension des particules correspond à la taille désirée. Nous estimons que la dimension finale des poudres à quelques dizaines de microns. L'appareil utilisé

fonctionne à l'aide d'un goniomètre et d'un compteur proportionnel. On obtient ainsi l'intensité du pic de diffraction selon l'angle d'incidence des rayons-X.

Nous comparons les résultats selon la mesure de la largeur à mi-hauteur des pics. Cette approche est préconisée par Guinier [28]. L'identification des pics de diffraction selon la fiche ASTM du graphite est présentée au tableau 5. De tous ces pics, deux retiennent notre attention; le pic 004 et le pic 110. Ceux-ci sont suffisamment développés pour permettre une analyse comparative des blocs (voir figure 11).

d	3.36	1.68	2.03	3.36	C						
I/I ₁	100	80	50	100	Carbon	Graphite					
Rad. CuK α	A	1.5418	Filter Ni	Dia. 57.3 mm		d A	I/I ₁	hkl	d A	I/I ₁	hkl
Cut-off		I/I ₁	Visual	I/I _{cor.}		3.36	100	002			
Ref. Ferguson, Berry and Thompson Geol. Soc. Amer. Mem., 85 23 (1962)						2.13	10	100			
						2.03	50	101			
						1.800	5	102			
						1.678	80	004			
Sys. Hexagonal			S.G. P6 ₃ /nac (194)			1.544	10	103			
a ₀ 2.463	b ₀	c ₀	6.714	A	C	1.232	30	110			
a	β	γ	Z 4	D ₂		1.158	50	112			
Ref. Ibid.						1.138	5	105			
						1.120	20	006			
en	nw/ β	ey	Sign			1.054	5	201			
2V	D	mp	Color Black			0.994	40	114,106			
Ref. Ibid.						.841	10	00A			
						.829	40	116			
Sample from Ceylon						.801	5	211			

Tableau 5: Fiche ASTM de diffraction X du graphite

2.2 Résultats

Nous remarquons que la plupart des blocs ont un degré de cristallisation différent les uns des autres (voir tableau

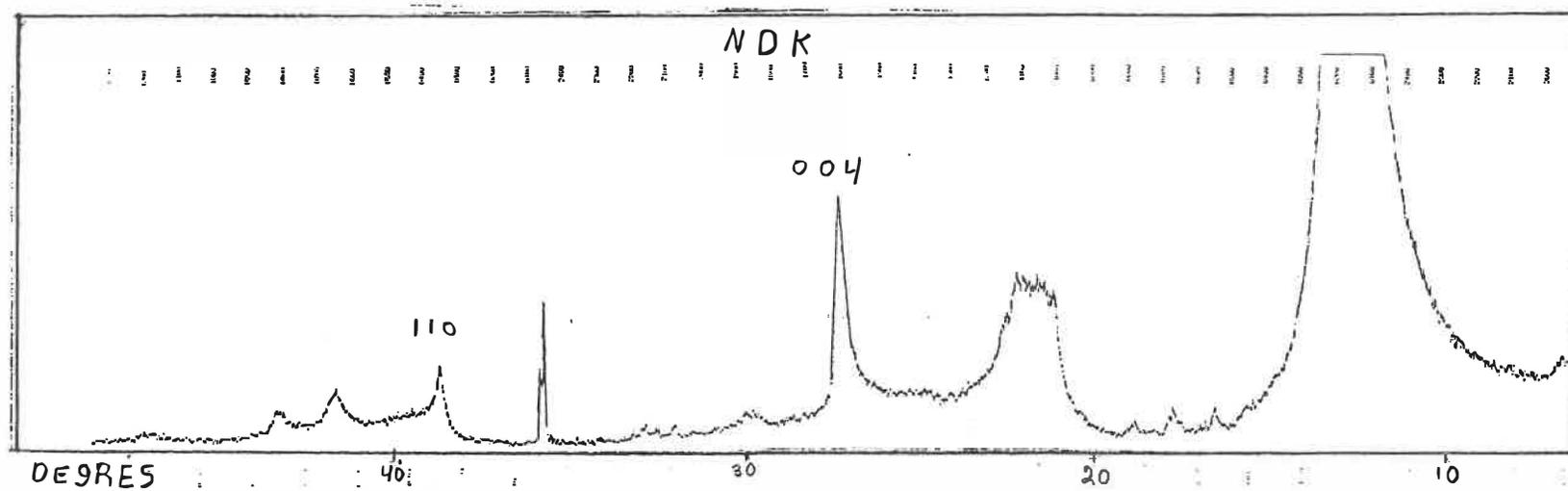


Figure 11: Courbe de diffraction R-X du bloc NDK

4). Ainsi, UNION CARBIDE, ELCA, NDK, STEIN, SAVOIE, TDM et CON sont dans l'ordre décroissant de cristallisation pour le pic 004 et pour le pic 110: UNION CARBIDE, ELCA, NDK, TDM, CON, STEIN et SAVOIE respectivement. Précisons que la résolution des pics 110 est moins bonne que celle des pics 004. Les classements selon les deux pics sont très semblables.

2.3 Discussion des résultats

Le pic 004 se réfère à la cristallisation selon l'axe "C" et le pic 110 informe de la structure selon le plan basal. Ces deux pics sont complémentaires. Il apparaît alors que les matériaux ont des structures cristallines développées dans les trois dimensions.

Nous pouvons interpréter les résultats selon deux voies. Premièrement, en considérant que seule la qualité de cristallisation de l'antracite apparaît sur les diagrammes de diffraction. Deuxièmement, en posant que seule la quantité de graphite ajoutée différencie la structure cristalline des blocs.

Nous savons que la cristallisation du carbone en graphite se produit vers 2000 C. Cette température n'est pas atteinte durant la cuisson des blocs. La structure des grains est donc dictée à une étape précédente de production. Soulignons que les types TDM et CON sont fabriqués à partir de la même anthracite calcinée. Nous observons cependant que les pics de diffraction ne sont pas identiques. On en conclut que la résolution de l'analyse aux rayons-X est d'environ 0.05 degré.

Nous croyons que le graphite ajouté possède une structure beaucoup plus ordonnée que l'anhracite. Les pics de diffraction du graphite sont donc plus accentués que les pics de l'anhracite. Nous supposons alors que l'effet d'une faible proportion de graphite dans un bloc devrait être remarquée sur les diagrammes de diffraction et de plus que la comparaison des pics des différents blocs indique le rapport de proportion de graphite ajouté. Cette méthode de caractérisation de la quantité relative de graphite ajoutée est limitée par la résolution des mesures. En effet, les deux blocs TDM et CON n'ont aucune fraction de graphite ajouté et cependant les diagrammes indiquent un écart de 0.1 degré entre ces deux échantillons. La résolution de la mesure est donc de 0.05 degré.

On déduit de ces deux approches que UNION CARBIDE et ELCA sont les mieux cristallisés ou ceux qui ont une plus haute proportion de graphite ajouté, suivi de NDK et STEIN, puis en dernier de SAVOIE, TDM et CON.

3. OBSERVATION DE LA POROSITÉ

Nous avons examiné directement la microstructure des échantillons par une observation de leur porosité. Plusieurs techniques expérimentales ont été utilisées afin d'observer directement la porosité. Nous avons obtenu les meilleures résultats suite à l'emploi de lame mince. Pour référence, il faut spécifier que les essais de polissage de petits blocs se sont avérés infructueux car il était impossible d'éviter l'arrachement du matériel de la surface à observer. La technique d'infiltration d'un liquide

contenant en suspension de l'alumine a aussi été abandonnée car elle était inefficace pour de petits pores. Malgré un bon contraste (alumine blanc, matériaux noir), on a observé que de nombreux petits pores n'étaient pas imbibés.

3.1 Expérimentation

Une lame mince est une fine couche de matériel (30 microns) protégée par deux lames de verres. Cette fine couche a les dimensions d'une lame de microscope. L'observation se fait par lumière transmise. Le matériel étant opaque, les seuls rayons de lumière qui traversent la lame le font par les interstices des pores. Ainsi, les pores apparaissent blancs et le matériau noir. Ces lames sont fabriquées par la section de polissage du département de géologie.

Une série de quatorze lames a été réalisée, soit deux par type de bloc. Pour chaque bloc, une lame a été taillé selon la direction de fabrication (lame A) et l'autre selon la direction perpendiculaire (lame B).

Le grossissement utilisé est de 50. Nous avons évalué l'aire de la porosité par une technique d'analyse d'image. On a déterminé la longueur relative des segments interceptant la porosité. Cette mesure s'est effectué selon deux directions perpendiculaires.

3.2 Observation

TDM. Il semble que ce matériau possède une distribution anistropique de pores. Les pores de la lame A sont plus nombreux que ceux de la lame B (voir tableau 6). Les petits

	UCA	ELC	NDK	STE	SAV		TDM	CON
A %	6	2	7	7.5	6		10	3
B %	4	2	4	10	8.5		3	3.5

TABLEAU 6. Porosites observees sur les lames minces

pores sont sphériques alors que les plus gros sont plus allongés.

CON. Aucun effet d'anisotropie n'est remarqué pour ce bloc-ci. Globalement, les pores du bloc CON sont plus petits que ceux du bloc TDM. Cette comparaison est pertinente dans la mesure où les pores ont une forme géométrique équivalente.

UCA. Les pores du bloc UCA sont plus allongés que ceux des deux matériaux précédents. Il sont de dimensions semblables à CON.

ELC. Ces pores sont nettement plus allongés que ceux de CON, TDM et UCA. La proportion de petits pores est aussi plus grande.

NDK. Les pores du bloc NDK sont encore plus allongée que ceux de ELC. La proportion de pores étendus est aussi plus grande (cela est possiblement dû à un regroupement de petits pores).

SAV. La dimension des pores du bloc SAV est plus petite

que ceux de NDK. Cependant, ils sont peu éloignés les uns des autres. Vu leur nombre, nous pensons que la disposition des pores du bloc SAV est très semblable à celle du bloc NDK, si ce n'est des ponts de liant qui coupent les pores à quelques endroits.

STE. L'anisotropie structurale due au processus de fabrication n'apparaît pas dans la distribution de pores sous le matériau STE. Celui-ci a la porosité la plus grosse et une absence presque totale de petits pores. Ces pores sont approximativement sphériques.

3.3 Discussion des résultats

Le principal reproche de cette technique est qu'elle ne nous montre qu'une vue de coupe, la structure dans l'espace de la porosité nous est inconnue. De plus, cette méthode ne permet que l'observation de pores de 30 microns et plus. Cette technique est la seule pourtant qui permet une observation de la porosité, une observation directe de la forme et de la quantité.

Il est aisé d'affirmer que le matériau STEIN possède une porosité différente des autres types de matériaux. La différenciation des autres matériaux est plus ardue et arbitraire.

Les résultats des mesures de la surface des pores ne correspondent pas aux mesures de la porosité ouverte et de la perméabilité à l'air. Cela souligne soit l'importance des petits pores (inférieurs à 30 microns) dans la mesure des propriétés physiques ou soit l'imprécision des résultats des propriétés physiques.

Il est pertinent de noter que la porosité se situe aux joints de grains et qu'elle caractérise en partie l'interface. Nous croyons que la porosité de petite taille est contrôlée par le liant alors que celle de forte dimension est contrôlée par la granulométrie.

4. AUTRES ESSAIS DE CARACTÉRISATION DE LA MICROSTRUCTURE

Nous avons tenté d'identifier la granulométrie des blocs commerciaux. Nous décrirons ici les techniques que nous avons employées pour atteindre ce but. Aucune des méthodes n'a produit de résultat fructueux.

On a poli un échantillon de 25 mm x 25 mm. Celui-ci a été examiné sous microscope optique. Cet examen s'est effectué sous condition de faible et grand agrandissement, sous éclairage normale et polarisé.

A partir de ces manipulations, nous n'avons pu distinguer les agrégats. L'échantillon apparaissait comme étant formé d'un milieu continu.

Parallèlement aux essais précédant une étude des faciès de rupture sous microscope électronique à balayage n'a pas permis d'identifier la granulométrie des blocs.

CHAPITRE 6

Interprétation des résultats à l'aide de facteurs de mérite

1. FACTEUR DE MÉRITE

Nous allons maintenant tenter de déterminer des relations entre les propriétés mécaniques et les propriétés physiques des blocs cathodiques.

Nous caractérisons chaque marque de bloc par deux facteurs de mérite. Le premier est associé aux propriétés physiques et le second est lié aux propriétés mécaniques. Ces facteurs de mérite nous permettent de corrélérer le comportement mécanique et le comportement physique. Les facteurs de mérite (F.M.) sont calculés suivant l'équation:

$$F.M. = \frac{\sum_{j=1}^N (P_{ij} - P_i)}{P_i * N}$$

$$P_i = \frac{\sum_{j=1}^M P_{ij}}{M}$$

où l'indice j correspond aux marques de blocs; l'indice i indique les propriétés physiques ou mécanique et P_{ij} est la valeur de la propriété i pour le bloc j. Le nombre de propriétés testées est N et le nombre de blocs est M.

On évalue les facteurs de mérite en se servant des données du tableau 4 et du tableau 2. Soulignons qu'on veut un paramètre qui caractérise un ensemble de propriété. Comme ce paramètre est une addition algébrique de paramètre partiel, il faut s'assurer de la compatibilité de ces paramètres partiels. Cette compatibilité est vérifié si on choisit des unités convenables pour chaque propriété. Les

unités sont convenables si la valeur de la propriété est proportionnelle aux taux de cristallisation du matériau. C'est-à-dire que plus le bloc est parfait (porosité nulle et graphitisation complète) plus grandes sont les valeurs des propriétés. Ainsi on doit transformer certaines propriétés physiques afin de les rendre compatibles avec l'ensemble des propriétés. Par exemple, les valeurs de résistance électrique sont converties en valeurs de conduction électrique. Les inverses multiplicatifs de la perméabilité et de la porosité sont évalués et utilisés pour les calculs de F.M.

On considère que les résultats de l'analyse aux rayons X ne sont pas assez précis pour être ajoutés aux autres résultats des propriétés physiques.

Nous évaluons des F.M. pour l'ensemble des six propriétés physiques et pour l'ensemble des six propriétés mécaniques (les trois mesurées par Alcan et les trois que nous avons mesurées). On calcule aussi deux F.M. pour les sous-ensembles qui composent les propriétés mécaniques (mesures Alcan et mesures Poly). Ces calculs sont effectués sur les résultats produits par les sept marques de blocs. Les F.M. des résultats des mesures de K_{IC} sur éprouvette CT et sur éprouvette SENB sont évalués pour les cinq blocs industriels.

2. CORRÉLATIONS PROPOSÉES

Les corrélations entre les F.M. sont présentées aux figures 12, 13 et 14. On distingue une relation entre les propriétés physiques et mécaniques. Cette relation apparaît

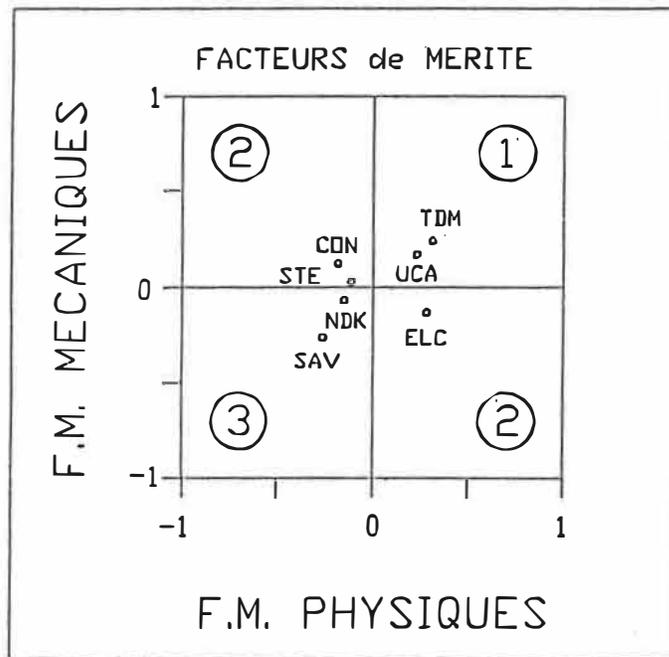


Figure 12: Corrélation entre les propriétés physiques (6) et mécaniques (6).

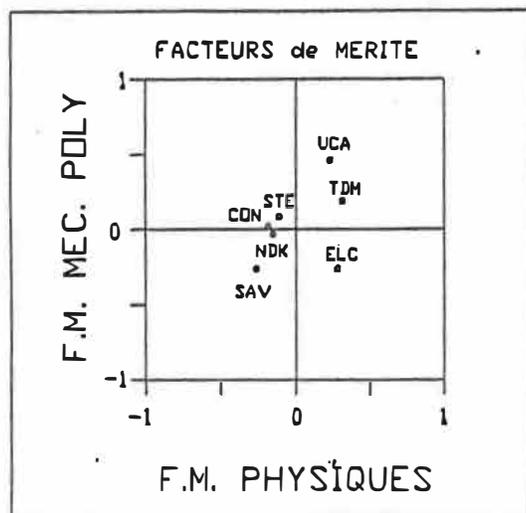


Figure 13 a: Corrélation des propriétés physiques (6) selon les propriétés mécaniques mesurées à Ecole Polytechnique (3)

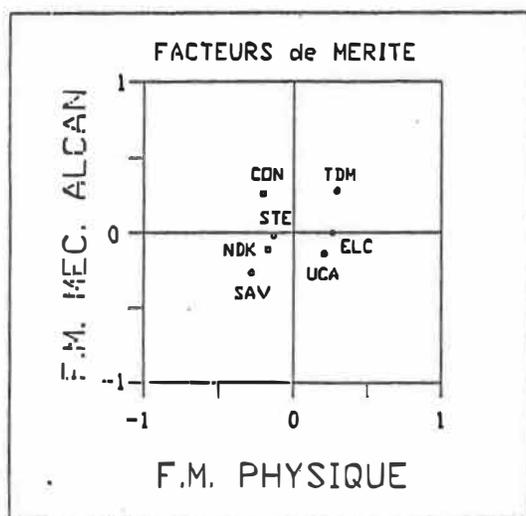
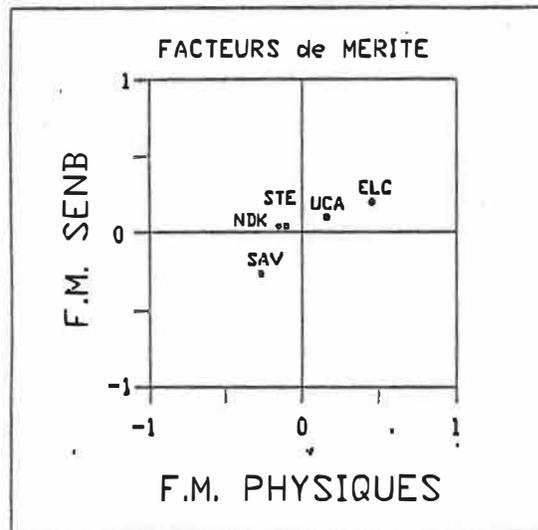
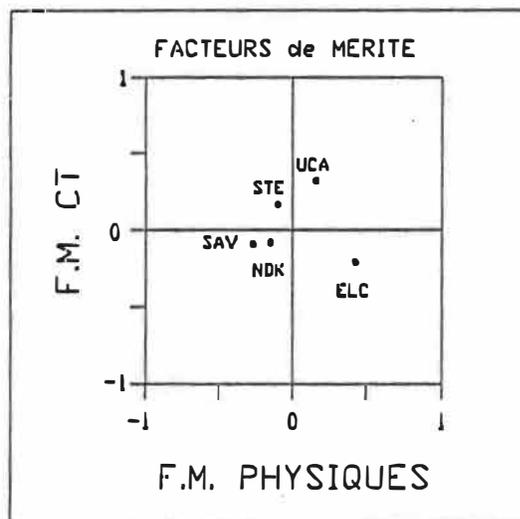


Figure 13 b: Corrélation des propriétés physiques (6) selon les propriétés mécaniques mesurées à Alcan (3).



a) échantillon SENB



b) échantillon CT.

Figure 14: Corrélation entre K_{IC} et les propriétés physiques (6)

sur toutes les figures. Le bloc ELCA est l'échantillon qui s'ajuste le moins à la corrélation identifiée. Les résultats des blocs de laboratoire ne sont pas éloignés de ceux des blocs industriels. Tous les résultats se situent près de l'origine, ce qui signifie que les écarts-types des propriétés ne sont pas très prononcés. On note aussi que les points expérimentaux sont aussi près de l'axe vertical que de l'axe horizontal des graphiques.

On constate, à partir de la figure 12, que la marque ELCA ne se comporte pas comme les autres types de blocs. On remarque aussi qu'il est possible de regrouper les blocs en trois ensembles. Le premier est défini par le fait que les éléments qui le composent ont les meilleurs résultats des propriétés mécaniques et physiques (ils se situent dans le premier cadran du graphique). Le deuxième ensemble regroupe deux genres de blocs: les blocs qui ont un bon comportement mécanique (au dessus de la moyenne) et les blocs qui ont le comportement inverse (blocs du cadran deux et quatre du graphique). Le troisième ensemble comprend les blocs qui ont les plus faibles résultats des propriétés mécaniques et physiques (échantillons du troisième cadran). On retrouve dans le premier groupe les blocs TDM et UNION CARBIDE, dans le deuxième, les blocs CON, STEIN et ELCA et dans le troisième, les blocs NDK et SAVOIE.

De la figure 13, nous pouvons mettre en opposition le graphique obtenu par les mesures des propriétés mécaniques fait par l'Alcan avec le graphique provenant des mesures des propriétés mécaniques que nous avons mesurées. Il semble que les points expérimentaux du graphique des mesures Alcan

sont plus épars que ceux de l'autre graphique. On remarque que les F.M. des mesures Alcan sont moins étalés que ceux des mesures que nous avons effectuées. Il apparaît donc que nos mesures distinguent mieux les blocs que les mesures de l'Alcan.

Les mesures de l'Alcan mettent en évidence que le bloc ELCA peut s'intégrer à la corrélation identifiée. De plus, nous voyons que les blocs de laboratoire ont des propriétés mécaniques supérieures à tous les autres blocs, selon les mesures de l'Alcan.

Des deux graphiques (figure 14) présentant la mesure de K_{IC} , on note que les mesures prises sur éprouvettes SENB sont plus alignées que celles prises sur éprouvette CT (principalement dû au fait que le bloc ELCA en éprouvette CT a produit de faibles résultats). On aperçoit que l'éprouvette CT est supérieure à l'éprouvette SENB pour la précision des mesures car les F.M. du premier sont plus étendus que ceux du second.

3. DISCUSSION

Un F.M. partiel représente l'écart à la moyenne d'un bloc pour une propriété donnée. Cet écart est normalisé à la moyenne. Le F.M. d'un bloc est alors la moyenne de tous ses F.M. partiels. Par les F.M. des blocs, on compare les écarts-types des propriétés. Plus les F.M. sont élevés (en valeur absolue), plus grande est la dispersion des données donc meilleure est la caractérisation. Notons que les F.M. de la figure 12 représentent l'effet global des propriétés physiques et mécaniques respectivement.

Les F.M. sont des valeurs relatives, ils sont liés au groupe de blocs testés. Les F.M. sont un mode de classement, seul le classement est important, non les valeurs des F.M. La comparaison de F.M. de deux blocs est de faible signification.

Nous avons mis en relation toutes les propriétés physiques et mécaniques (une propriété physique VS une propriété mécanique). Nous n'avons observé aucune corrélation. Suite à cette constatation, nous avons défini les F.M.

Nous observons que les blocs de laboratoire se comportent de façon similaire aux blocs industriels. Il est alors possible de comparer directement les résultats des blocs de laboratoire aux blocs industriels, i.e. que l'étude des blocs cathodiques de carbone peut s'effectuer à partir de blocs de laboratoire.

Nous observons que les F.M. mécaniques ne sont pas plus éloignés de l'origine que les F.M. physiques. Nous concluons alors que les tests mécaniques sont aussi valables que les tests physiques pour le contrôle de qualité.

On croit que le bloc ELCA en échantillon CT est sous-évalué mécaniquement car celui-ci ne cadre pas avec les résultats des autres blocs. Ce même bloc, sous géométrie SENB s'intègre très bien à la corrélation identifiée.

On remarque que les trois ensembles de blocs identifiés par la figure 12 correspondent aux modes de fabrication. Le premier groupe de bloc est produit par vibration, le second par damage (et vibration pour CON) et le dernier par extrusion. Ceci explique la forte analogie entre ce regroupement et celui identifié par la mesure de K_{Ic} .

Toutefois, il est essentiel de rappeler qu'en plus du mode de mise en forme, il est possible que la granulométrie et la quantité de liant influencent les propriétés d'ensemble.

Nous croyons que la principale différence entre les propriétés mécaniques mesurées par l'Alcan et celles que nous avons mesurées est que nos mesures caractérisent la qualité du lien des grains entre eux alors que les essais de l'Alcan caractérisent la qualité du lien et la taille des défauts. On comprend alors que les blocs fabriqués en laboratoire ont des défauts moins importants que les blocs industriels (voir figure 13). Etant donné que les propriétés mécaniques que nous avons mesurées sont moins dispersés que celles de l'Alcan, nous croyons que les propriétés physiques sont plus sensibles à la qualité du liant entre les grains qu'à la taille des défauts.

4. CONCLUSION

Au moyen de facteurs de mérite, nous avons démontré qu'il existe une relation entre les propriétés physiques et les propriétés mécaniques.

Suite à nos résultats, nous affirmons que le critère de rupture K_{Ic} est plus approprié pour mesurer la tenacité que le critère d'énergie de fissuration.

Le classement des blocs selon la tenacité K_{Ic} se divise en trois groupes. Le premier, le plus tenace, est composé du bloc TDM; les blocs CON, UNION CARBIDE et STEIN font partis du deuxième groupe et les blocs les moins tenaces qui constituent le troisième groupe sont NDK, SAVOIE et ELCA.

Nous croyons que les blocs NDK et SAVOIE sont moins

résistants suite à l'orientation particulière des grains d'anhracite résultant de la mise en forme par extrusion.

Des blocs TDM et CON, on observe qu'une granulométrie bimodal par rapport à une granulométrie continue favorise une tenacité supérieure.

Les propriétés mécaniques sont autant discriminantes que les propriétés physiques, au fait de différencier les nuances de blocs cathodiques de carbone.

Précisons que nous avons analysé les blocs dans des conditions normales (température ambiante, contrainte chimique nulle). Une étendue des propriétés mécaniques effectuée sous contrainte thermique serait à envisager afin d'élaborer une théorie de la prévision du comportement des blocs cathodiques en usage.

5. RECOMMANDATION

Suite à ce travail, on recommande de poursuivre l'étude de comportement mécanique des blocs cathodiques de carbone à partir d'échantillons produits en laboratoire (ceci afin de mieux contrôler la microstructure des échantillons). Lors de cette étude, il serait pertinent d'étudier l'influence de la méthode de mise en forme sur l'anisotropie et sur les valeurs mesurées de K_{Ic} et des énergies de fissuration et de vérifier la validité de l'approche utilisant les facteurs de mérite. Par la suite, il serait peut-être possible de recommander comme mesures de contrôle de qualité la mesure des K_{Ic} et des énergies de fissurations totale.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. E. Stach, M-Th. Mackowsky, M. Teichmuller, R. Teichmuller, G.H. Taylor and D. Chandra "Coal petrology" ed. Gegründer borntraeger Berlin-Stuttgart 1975
2. J.H. Tatsch "Coal deposits" ed. Tatsch associates 1980
3. E.I. Shoberg II "Modern materials advances in development and applications" ed. B.W. Gosser and H.H. Hausner 1964 vol. 4 pp. 11
4. A. Galipeau "Determination of grain alignment for different forming methods, aggregate compositions and binder contents" Report A-RR 1457-70-08 1970 ALCAN Research Department, Jonquières.
5. Union Carbide "The Industrial Graphite Engineering Handbook" ed. Union Carbide Corporation 1957
6. R.F. Pabst, K. Kromp and G. Popp "Fracture toughness - measurement and interpretation" Engineering with ceramic, Proceeding of the British Ceramic Society, # 32 march 1982 pp. 89
7. P.C. Paris, G.C. Sih "Stress analysis of cracks" ASTM STP 381 pp. 30

8. J. Eftis, D.L. Jones and H. Liebowitz "On fracture toughness in the nonlinear range" Engineering Fracture Mechanics 1975 vol. 7 pp. 491
9. D. Munz "Effect of specimen type on measures values of fracture toughness of brittle ceramics" Fracture Mechanics of Ceramics vol. 6
10. H.G. Tattersall and G. Tappin "The work of fracture and its measurement in metal, ceramics and authors materials" Journal of Material Science" 1966 vol. 1 pp. 296
11. R.C. Bradt and M. Sakai "Graphical method for determining the nonlinear fracture parameters of silics and graphite refractory composites" Fracture Mechanics of Ceramics" vol. 7 pp. 127
12. G.M. Jenkins "Analysis of the stress-strain relationship in reactor grade graphite" British Journal of Applied Physics 1962 vol. 13 pp. 39
13. J.E. Broklehurst "Fracture in polycrystalline graphite" Chemtry and Physics of Carbon 1977 # 13 pp. 145
14. O.D. Slagle "Deformation mechanisms in polycrystalline graphite "Journal of the American Ceramic Society 1967 vol. 50 # 10 pp. 495

15. C.A. Anderson and E.I. Salkovitz "Fracture of polycrystalline graphite" Fracture Mechanics of Ceramics vol. 2 pp. 509
16. G.M. Jenking "Deformation mechanisms in carbons" Chemistry and Physics of Carbon 1973 vol. 11 pp. 189
17. M. Sakai, K. Urashima and M. Inagaki "Energy principle of elastic-plastic fracture and its application to the fracture mechanics of a polycrystalline graphite" Journal of American Ceramic Society 1983 dec. vol. 66 # 12 pp. 868
18. M. Sakai, J.I. Yoshimura, Y. Goto and M. Iwagaki "R-curve behavior of polycrystalline graphite: microcracking and grain bridging in the wake region "Journal of the American Ceramic Society", 1988, vol. 71 #8 pp. 609
19. G.T. Yahr and R.S. Valachovic "proc. of the conference on continuum aspects of graphite design. Gatlinburg 1970" USA EC report CONF-701105
20. P. Marshall and E.K. Priddle Carbone #11 1973 pp. 541
21. R. Stevens Carbone #9 1971 pp. 71
22. F.H. Vitovec "Works of fracture and fracture toughness of graphite "Journal of Testing and

Evaluation" 1973 Mai vol. 1 #3 pp. 250

23. ASTM "Tension testing of carbon and graphite mechanical materials" # C565-83
24. W.L. Greenstreet, J.E. Smith and G.T. Yahv "Mechanical properties of EGCR type AGOT graphite" Carbon 1969 vol. 7 pp. 15
25. T.B. Troczynski and P.S. Nicholson "Loading-unloading techniques for determining fracture parameters of brittle materials using 4p bend, chevron notched specimens" Fracture Mechanics of Ceramics, vol. 8, pp. 187
26. ASTM "plane-strain Fracture toughness of metallic material" #E399-83
27. Snedecor, George W. et Cochran, William G. "Statistical methods" 7e éd. The Iowa State University Press, Ames; 1980
28. A. Guinier "Théorie et technique de la radiocristallographie" ed. Dunod 1964

ANNEXE I

Etude de la forme géométrique des éprouvettes

1. BUT

Nous avons effectué une analyse empirique de la forme géométrique des échantillons afin de déterminer celle qui est la plus appropriée pour la caractérisation de la tenacité des blocs cathodiques de carbone.

Nous avons examiné trois types de géométrie: CT de 100 x 100 x 40 cm³, SENB de 400 x 100 x 70 cm³ et CTEC (compact à entaille chevron) 100 x 80 x 80 cm³.

On juge les performances des échantillons selon les notions de fissuration contrôlée, de tracé de rupture rectiligne et de résultats numériques reproductibles. Une fissuration contrôlée s'identifie par une courbe force-déplacement. La fissuration est contrôlée s'il n'apparaît pas sur la courbe une chute brusque de la force. Le tracé de fissuration rectiligne est représenté par une décohésion s'effectuant en ligne droite. Quant aux résultats approximativement reproductibles, ils se fondent sur la comparaison entre les intervalles des mesures constatées, i.e. la force maximale supportée pour chaque type d'échantillon.

2. EXPÉRIMENTATION

Le même matériau est employé pour la fabrication des trois types d'échantillons. Les échantillons sont taillés selon une orientation précise afin que la fissure se propage selon la direction de fabrication du matériau. Les différentes

étapes d'usinage sont semblables à celles de l'étude principale. De même, les montages expérimentaux CT et SENB sont aussi identiques à ceux de l'étude principale. Nous avons adapté l'échantillon CTEC au montage CT en lui apposant deux plaques métalliques permettant ainsi de solliciter le matériau en bout de fissure, en chargement mode I. Nous avons fissuré quatre spécimen de chaque type d'échantillon.

3. RÉSULTATS

Le tableau I.1 présente les forces maximales supportées par les échantillons CT et SENB. Il apparaît que les échantillons CT sont stables dans tous les cas alors que les échantillons SENB ne le sont pas. Notons que deux spécimens CT ont été endommagés lors de l'usinage. En conséquence, ils se sont cassé durant la manipulation, au point d'appui de la charge.

Quant aux échantillons CTEC, ils se sont cassé avec un tracé de fissuration non-rectilignes. En effet, lorsque la fissure avait parcouru la mi-distance, il y avait alors bifurcation de son orientation de 90°, et ceci pour tous les spécimens testés.

4. DISCUSSION

Dans un premier temps, on constate que la quantité des données est insuffisante pour tirer des conclusions définitives. La géométrie CT semble meilleure que la géométrie SENB selon les critères précédemment définis.

Il semble possible de mesurer la force maximale supportée

avec la géométrie CT ou SENB. De plus, la stabilité de la rupture du spécimen CT permet d'obtenir des valeurs de l'énergie consommée durant la fissuration.

Enfin, étant donné les conditions expérimentales utilisées, i.e. la vitesse de charge, l'usinage spécifique ainsi que la dureté des montages, il apparaît plus simple d'employer la géométrie CT.

	FORCE MAXIMALE (N)	FISSURATION
CT	1280	STABLE
	1240	STABLE
SENB	2500	STABLE
	2650	INSTABLE
	2750	STABLE
	3070	INSTABLE

Tableau I.1: Résultats de l'étude de la forme géométrique des échantillons

ANNEXE II

Mesure de la longueur de la fissure

1. BUT

Nous voulions mesurer la longueur de la fissure, durant l'essai de rupture pour ainsi suivre l'évolution de l'éprouvette sous contrainte critique.

La méthode appropriée qui a été choisie pour effectuer ce type de mesure est la technique de perte de potentiel. Plusieurs auteurs ont déjà utilisé cette méthode sur des échantillons de graphite [11].

2. THÉORIE

La mesure de la longueur de la fissure se réalise au moyen de la méthode "perte de potentiel ("drop potentiel"). Pour cela, on intègre l'échantillon comme élément passif dans un circuit électrique. Ce circuit mesure la résistance électrique de l'échantillon. La résistance qu'oppose l'échantillon au passage d'un courant électrique est fonction de sa résistivité intrinsèque et de sa forme géométrique.

On inclut dans la notion de forme géométrique les dimensions de l'échantillon, la position des électrodes et la longueur de la fissure. Comme la fissure est le seul paramètre qui a la possibilité de varier, la fluctuation de la résistance électrique de l'échantillon est uniquement liée à celle-ci. Connaissant la relation entre la longueur de la fissure et la résistance électrique de l'échantillon, nous identifions la première par la mesure de la seconde.

Il est théoriquement possible de déterminer la relation entre la longueur de la fissure et la résistance électrique de l'échantillon. Cette approche demande cependant une analyse mathématique avancée.

La relation recherchée peut aussi être estimée par une étude empirique. Cette étude se résume à mesurer la résistance d'un échantillon dont on connaît la longueur de la fissure. Nous avons utilisé cette dernière approche.

Pour simplifier la procédure expérimentale, nous avons employé comme échantillon une cuve électrolytique remplie d'eau. Nous avons simulé la fissure par un diélectrique.

Le montage électrique nécessaire au bon déroulement de cette manipulation consiste en un générateur de courant électrique, un modulateur et inverseur ainsi qu'un voltmètre d'application géophysique. Ce montage est conçu pour empêcher les concentrations de charges aux surfaces des électrodes. Ce montage a été utilisé avec la permission du laboratoire de géophysique de la section de géologie du département de génie minéral. Les résultats obtenus suite à la manipulation sont présentés à la figure II.1.

Soulignons qu'il est possible de considérer la perte de potentiel aux bornes de l'échantillon comme équivalente à la résistance électrique si le courant circulant dans le circuit est constant.

Deux séries de mesures ont été effectuées. Les deux séries de données ont été obtenues sous des conditions expérimentales identiques.

La première observation quant aux relations entre les variations de potentiel et les variations de la longueur de

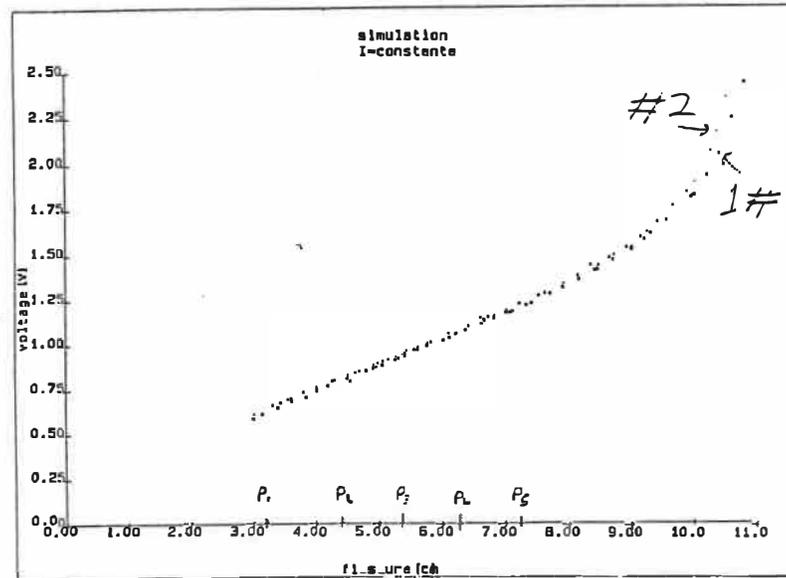


Figure II.1 Relation empirique entre la résistance électrique et la longueur de la fissure d'un échantillon CT.

la fissure est que cette fonction semble être linéaire sur plus de 70% de la longueur du bloc. La relation mathématique décrivant le comportement de la courbe sur la partie linéaire est estimé par l'équation suivante:

$$\frac{V}{V_0} = A \frac{a}{110} + 1 \quad (1)$$

où

V: voltage mesuré

V₀: voltage mesuré avant la fissuration

a: longueur de la fissure (plus entaille)

A: facteur de proportionnalité

Soulignons que cette relation mathématique est indépendante de la résistivité intrinsèque du matériau testé.

Il est nécessaire de transformer cette équation afin de considérer les cas où il y a une fissure au début de la manipulation.

$$\frac{V}{V_0} = \frac{V_0}{V_0} = \frac{A (\delta a / 110) + 1}{A (\delta a_0 / 110) + 1} \quad (2)$$

Après réarrangement et manipulation de l'équation 2, nous obtenons:

$$\frac{V}{V_0} A (\delta a_0 / 110) + \frac{V}{V_0} = A (\delta a / 110) + 1 \quad (3)$$

$$(V/V_0 - 1) (A + \delta a_0 / 110) = (\delta a - \delta a_0) / 110 \quad (4)$$

Cette formule est facilement utilisable pour identifier la variation de la longueur de la fissure par une mesure de potentiel à condition que le paramètre "A" soit déterminé.

Ce paramètre est estimé au moyen de la courbe de la figure II.1 et de l'emploi de l'équation 5 (qui n'est qu'une modification de l'équation 4).

$$A = (1 - V/V_0) (\delta a - \delta a_0) / 110 - (\delta a / 110) \quad (5)$$

Certains points de la courbe sont employés pour le calcul du paramètre "A". Ceux-ci sont indiqués sur la figure II.1. Les résultats de ces calculs sont présentés au tableau II.1.

	COURBE	
	#1	#2
$P_1 - P_5$	0.08	0.13
$P_2 - P_4$	0.14	0.05
$P_1 - P_3$	0.08	0.14
$P_3 - P_5$	0.08	0.1
moyenne	0.095	0.105

$$\bar{A} = 0.1$$

Tableau II.1: Calcul du facteur de proportionnalité "A"

Cette équation est valide seulement si la longueur de la fissure est inférieure à 70% de la longueur du bloc. Pour l'emploi de l'équation 6, il est nécessaire de connaître la longueur initiale de la fissure et la valeur de la perte de potentiel liée à celle-ci. Il est important de spécifier que l'amplitude du courant circulant à travers le spécimen doit être constante ou bien alors mesurée tout le long de l'expérience.

$$(V/V_0 - 1) (0.1 + \delta a_0/100) 100 = \delta a - \delta a_0 \quad (6)$$

3. MONTAGE

La mesure de la longueur de la fissure se fait par le biais de la résistance électrique.

Il est plus aisé de construire un circuit électrique qui indique l'intensité du courant parcourant un dispositif que de monter un appareillage permettant d'imposer la

circulation d'un courant à amplitude constante. A partir de cette constatation, on substitue dans l'équation 6 le rapport des voltages par le rapport des résistances. On identifie les résistances suite à une mesure de perte de potentiel et d'intensité de courant. L'intensité du courant est mesurée aux bornes de la résistance de calibration.

La figure II.2 représente le circuit électrique équivalent de l'appareillage employé. Le voltmètre utilisé pour la lecture des différents signaux n'est pas représenté. Les éléments de ce schéma sont une source de courant (H.P. # 6216B), l'échantillon, un amplificateur opérationnel qui multiplie la valeur du voltage (au borne de la fissure par 1000), une résistance de 1 OHM 5 WATTS et un second amplificateur opérationnel de gain de 10. Les diagrammes volt-temps apparaissant indiquent qualitativement le comportement du voltage à la sortie des amplificateurs. On relie le circuit au spécimen par quatre pointes plaquées d'or. Une faible pression mécanique les maintient en place.

La figure II.3 indique la position des électrodes sur l'échantillon. La précision de l'emplacement des électrodes est de 2 mm. La rugosité de la surface du bloc ne permet pas une meilleure précision.

Précisons que le court-circuit produit par le jauge de déplacement (C.O.D.) n'apparaît pas au diagramme de la figure II.2. Cette jauge relie électriquement les deux côtés de la fissure. Cependant, la résistance de la jauge est égale à 2 ohms, ce qui est beaucoup plus élevée que la valeur du spécimen (environ 0.01 ohm). C'est pour cela que la présence de ce court-circuit est considéré comme un

circuit ouvert. Il faut aussi signaler que l'échantillon est isolé électriquement des mâchoires par l'ajout de ruban adhésif tout autour des cylindres constituant les supports.

4. CONDITIONS EXPÉRIMENTALES

Pour tous les essais, l'intensité du courant est d'environ 0.4 ampère. Le rôle du voltmètre est tenu par le système d'acquisition. Une intégration sur 50 valeurs est effectuée au signal provenant du bloc. La valeur de la résistance est identifiée à toutes les 3.3 secondes. On identifie la longueur de la fissure par la formule 6.

5. RÉSULTATS

Nous avons présenté une courbe force longueur de la fissure à la figure 6. On voit que sur les premiers millimètres de la rupture, les résultats semblent pertinents. Ceux-ci sont de plus en plus erronés avec la progression de la fissure. On remarque aussi que les interférences électromagnétiques ne sont pas négligeables (fluxuation de la courbe).

6. DISCUSSION

On associe l'imprécision de la méthode à trois facteurs: un tracé de rupture plus ou moins rectiligne, un front de fissure non rectiligne et surtout à la friction entre les faces de rupture. Le premier facteur est à négliger, parce que son effet a été pondéré durant l'essai de simulation. Le deuxième n'a pas été étudié. Nous considérons cependant que la mesure est la valeur moyenne de la longueur de la

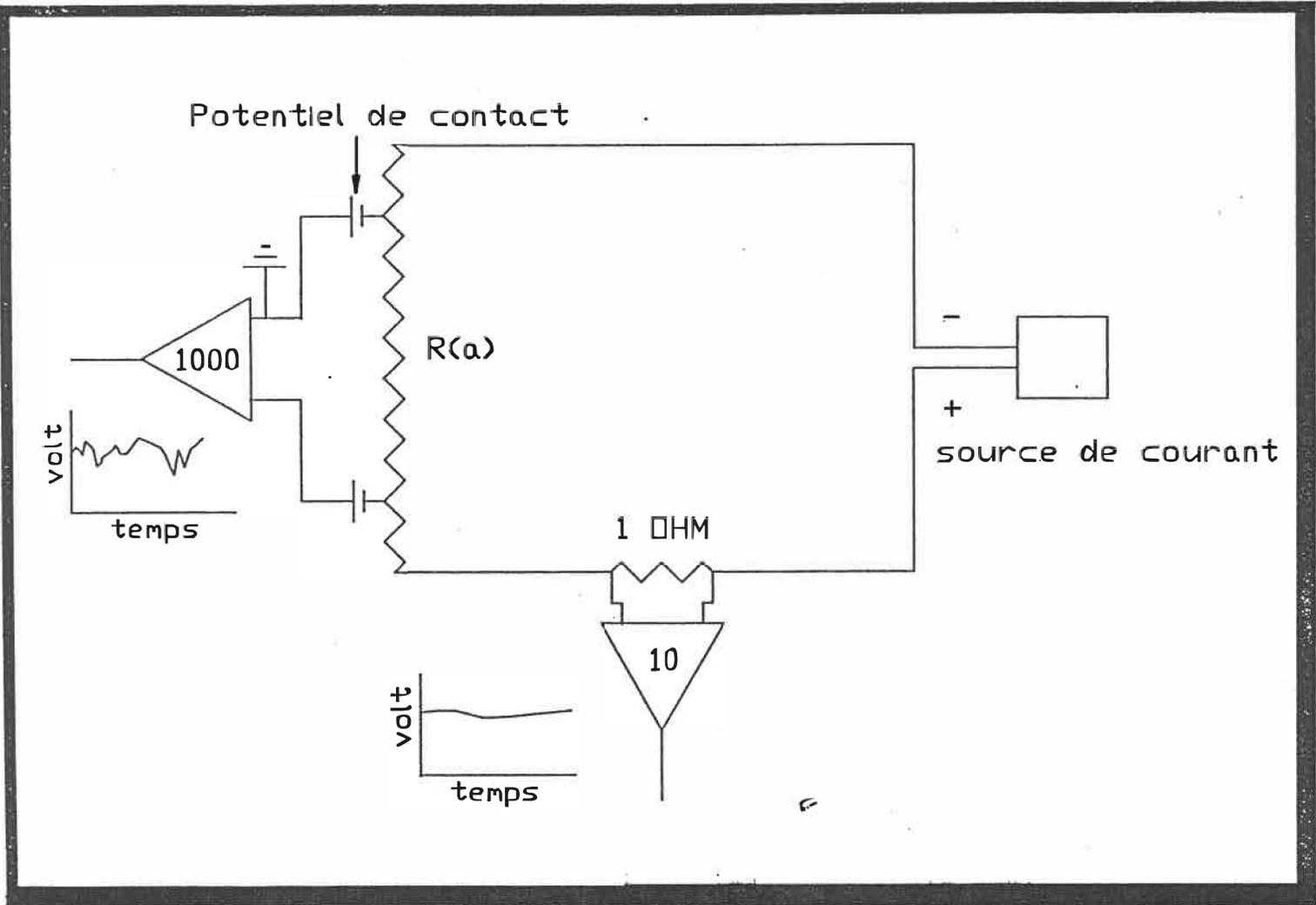


Figure II.2: Montage de détection de la longueur de la fissure

fissure (parce que la relation I est linéaire).

La friction doit être interprétée comme des points de contact électrique entre les côtés de la fissure. Ces points de contact sont autant de chemins de court-circuit qui brouille la détection. Au début de la manipulation, ces courts-circuits sont peu nombreux, mais leurs nombres augmentent avec la progression de la fissure. On remarque que la longueur apparente de la fissure diminue durant la relaxation de la contrainte. En effet, lorsque la fissure se forme, le nombre de points de contact augmente ce qui diminue la résistance électrique.

De plus, la microfissuration perturbe la mesure, elle augmente la valeur de la résistance de l'échantillon.

Pour la première boucle de charge-relaxation, on considère l'exactitude des résultats à 10%. Cette précision peut être améliorée par quelques modifications simples de l'échantillon.

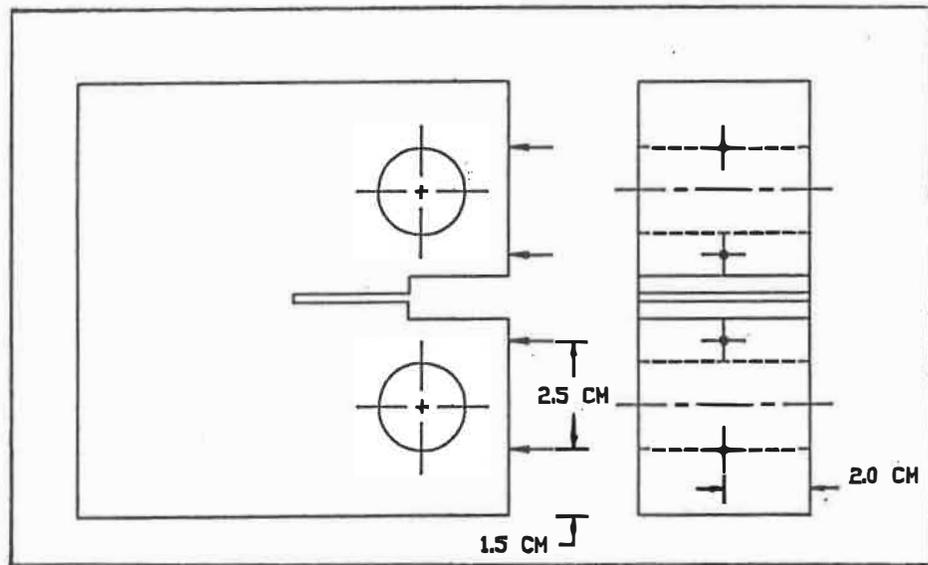


Figure II.3: Position des électrodes sur l'échantillon CT

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL



3 9334 00290900 8