NOTE TO USERS

This reproduction is the best copy available.

UMI®

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉTUDE DES EFFETS DU TEMPS ET DE LA CORROSION SUR LE COMPORTEMENT THERMOMÉCANIQUE DES BÉTONS RÉFRACTAIRES UTILISÉS DANS L'INDUSTRIE DE L'ALUMINIUM

VINCENT ÉBACHER
DÉPARTEMENT DE GÉNIE PHYSIQUE
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES
(GÉNIE DES MATÉRIAUX)
AOÛT 2004

© Vincent Ébacher, 2004

Library and Archives Canada

Published Heritage Branch

395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Bibliothèque et Archives Canada

Direction du Patrimoine de l'édition

395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file Votre référence
ISBN: 0-612-97944-X
Our file Notre référence
ISBN: 0-612-97944-X

NOTICE:
The author has granted a non-exclusive license allowing Library and Archives Canada to reproduce, publish, archive, preserve, conserve, communicate to the public by telecommunication or on the Internet, loan, distribute and sell theses worldwide, for commercial or non-commercial purposes, in microform, paper, electronic and/or any other formats.

The author retains copyright ownership and moral rights in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

AVIS:
L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque et Archives Canada de reproduire, publier, archiver, sauvegarder, conserver, transmettre au public par télécommunication ou par l'Internet, prêter, distribuer et vendre des thèses partout dans le monde, à des fins commerciales ou autres, sur support microforme, papier, électronique et/ou autres formats.

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

In compliance with the Canadian Privacy Act some supporting forms may have been removed from this thesis.

While these forms may be included in the document page count, their removal does not represent any loss of content from the thesis.

Conformément à la loi canadienne sur la protection de la vie privée, quelques formulaires secondaires ont été enlevés de cette thèse.

Bien que ces formulaires aient inclus dans la pagination, il n'y aura aucun contenu manquant.

Canada

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé :

ÉTUDE DES EFFETS DU TEMPS ET DE LA CORROSION SUR LE COMPORTEMENT THERMOMÉCANIQUE DES BÉTONS RÉFRACTAIRES UTILISÉS DANS L'INDUSTRIE DE L'ALUMINIUM

présenté par : ÉBACHER Vincent

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

M. RIGAUD Michel, D. Sc. A., président

M. ALLAIRE Claude, Ph.D., membre et directeur de recherche

M. CHARTRAND Patrice, Ph.D., membre

DÉDICACE

À Lori-Ann, avec qui le temps passe si rapidement

À mon père, défiant le temps courageusement

À ma mère, prenant le temps d'apprécier pleinement chaque moment

À ma sœur, gérant son temps d'une main de «maître»

REMERCIEMENTS

Ce projet a été réalisé au laboratoire du CIREP (Céramiques Industrielles et Réfractaires de l'École Polytechnique) dans le cadre de la chaire REFRAL (Réfractaires pour l'industrie de l'Aluminium) sous la direction du professeur titulaire Claude ALLAIRE.

Tout d'abord, j'aimerais remercier le professeur Claude ALLAIRE pour m'avoir accordé sa confiance dans la réalisation d'un tel projet. J'ai bien apprécié le soutien qu'il m'a apporté ainsi que l'autonomie dont j'ai disposée tout au long de mon travail.

Je tiens également à remercier l'associé de recherche Roger PELLETIER pour son aide inestimable, tant au niveau théorique qu'expérimental. J'ai d'ailleurs beaucoup appris suite aux nombreuses discussions à propos des différents problèmes rencontrés.

Je voudrais remercier le professeur émérite Michel RIGAUD et le professeur Patrice CHARTRAND pour bien avoir accepté d'être membres du jury.

Enfin, ce projet ayant été réalisé au CIREP, j'aimerais remercier tous les membres de ce groupe de recherche avec lesquels j'ai pu collaborer, en particulier Saied AFSHAR pour ses précieux conseils ainsi que Jean-Philippe BOUCHARD et Alain CARBONNEAU pour leur aide dans le laboratoire.

RÉSUMÉ

Les réfractaires alumino-siliceux constituant les revêtements des fours utilisés en métallurgie de l'aluminium sont soumis à plusieurs mécanismes de dégradation. Dans le but d'améliorer la résistance des réfractaires envers ces agressions, il est important de comprendre leurs origines. Cependant, puisque ces mécanismes agissent la plupart du temps de façon simultanée, il est également primordial de vérifier s'ils interagissent entre eux. Le présent projet vise donc à vérifier l'hypothèse voulant qu'une interaction significative existe entre la corrosion et les contraintes mécaniques, donnant ainsi naissance au phénomène de la corrosion sous contrainte. Parallèlement à cette étude, une étude du comportement mécanique temporel des bétons réfractaires est réalisée. En fait, cette investigation se concentre surtout sur l'influence de divers paramètres expérimentaux sur la viscoélasticité des réfractaires à haute température.

Dans une optique simplificatrice, l'approche expérimentale relative à l'étude de la corrosion sous contrainte consiste en la vérification de l'influence d'une contrainte mécanique sur la cinétique de la corrosion et vice-versa. Un montage expérimental a donc été conçu pour réaliser des essais de flexion à 815°C sur des éprouvettes partiellement immergées dans l'aluminium liquide. Il a été observé que la contrainte fait augmenter les niveaux de corrosion atteints après certains temps d'exposition. Ainsi, d'après un raisonnement théorique basé sur le comportement d'une poutre linéaire élastique soumise à la corrosion, il a été conclu qu'une contrainte de tension pourrait être à l'origine d'une augmentation de la cinétique initiale de la corrosion. Enfin, la corrosion a une influence sur le taux de fluage des réfractaires, car il a été observé que celui-ci diminue plus lentement lors de la corrosion de l'éprouvette.

Le fluage primaire des réfractaires a été caractérisé en compression et en flexion selon diverses conditions expérimentales. La simulation des courbes de fluage, à partir de la régression des paramètres d'un modèle visco-élasto-plastique, a permis de bien

différencier la contribution de la déformation viscoélastique à la déformation totale. L'influence du niveau de chargement semble être d'origine mécanique mais également associée à une continuation du frittage, puisque la charge n'agit pas sur les proportions des différentes déformations différées, mais seulement sur leurs amplitudes respectives. Celles-ci varient d'ailleurs linéairement en fonction de la charge. La température est cependant le facteur déterminant dans la caractérisation du comportement mécanique temporel des réfractaires. Les résultats relatifs à son influence révèlent qu'une partie importante des déformations différées semble être associée à l'état d'avancement du frittage. En effet, une température de cuisson de 1200°C ou une température d'essai de 750°C réduit presque complètement le fluage des bétons alumino-siliceux à 815°C. Cependant, un comportement contraire est observé pour un béton à haute teneur en silice voyant ses déformations différées augmenter grandement lorsqu'il est cuit à 1200°C. De plus, il a été observé que l'augmentation de la teneur en alumine n'engendre pas nécessairement une diminution des déformations de fluage, du fait qu'un matériau contenant de 80 à 90% d'alumine présentait des déformations de fluage plus importantes que d'autres bétons à plus basses teneurs. La nature et les proportions différentes des additifs et des impuretés pourraient être à l'origine d'un tel comportement. L'ajout de fumée de silice a d'ailleurs provoqué l'apparition de phénomènes temporels importants. Ainsi, cet effet pourrait être le résultat de la continuation du frittage, faisant en sorte qu'une partie du fluage primaire soit irréversible. Enfin, l'hypothèse associant l'écoulement visqueux comme mécanisme principal de fluage ne s'est pas avérée complètement juste. Conséquemment, la détermination des propriétés intrinsèques des constituants, par un modèle simple tenant compte des fractions volumiques de ceux-ci, n'a pas été possible. Seules des propriétés apparentes ont été obtenues.

ABSTRACT

The alumino-silicate refractories used in aluminium containing furnaces are submitted to different degradation mechanisms. In order to improve the resistance of refractories to these attacks, it is important to better understand their origins. Since they often act simultaneously, it is also of great importance to verify their possible interactions. Therefore, this project consists in verifying the hypothesis that a significant interaction exists between corrosion and mechanical stress, resulting in a stress-corrosion phenomenon. In parallel to this study, a study of the time dependant behaviour of refractories is accomplished. This last investigation emphasizes particularly on the effect of different experimental parameters on the viscoelasticity of refractories at high temperatures.

For simplification purposes, the experimental approach for the study of stress-corrosion consists in the verification of the influence of a mechanical stress on the corrosion kinetic and vice-versa. An experimental set-up has been designed to perform a flexion test, in liquid aluminium at 815°C, on partially immersed samples. It has been observed that a stress increases the levels of corrosion after different times of exposure. Based on a theoretical reasoning on the behaviour of a linear elastic beam subjected to corrosion, it has been concluded that a tensile stress could be responsible for an increase of the initial corrosion kinetic. Finally, corrosion has an effect on the creep rate of refractories since it has been observed that the latest decreases more slowly during the corrosion of the sample.

The primary creep of refractories has been studied in compression as well as in flexion for different experimental conditions. The simulation of the creep curves, from the regression of the parameters of a visco-elasto-plastic model, has allowed for the estimation of the contribution of the viscoelastic strain to the total strain. The influence of the maximum load levels seems to be mechanically related but also associated with

the continuation of the sintering process, since the proportions of the different creep strains remain constant as the load increases and their amplitude are linearly dependent with the load increase. Nevertheless, temperature is a determining factor in the characterisation of the time dependant behaviour of refractories. The results reveal that an important part of the creep strains seems to be related to the continuation of the sintering process. As a matter of fact, a firing temperature of 1200°C or a testing temperature of 750°C reduces almost completely the creep of alumino-silicate refractories at 815°C. However, the opposite behaviour is observed for a high silica content refractory, showing higher creep strains when fired at 1200°C. Additionally, it has been observed that an increase in alumina content is not necessarily resulting in a decrease of the creep strains, according to the fact that a material containing 80 to 90% of alumina showed higher creep strains than other refractories with lower alumina content. The nature as well as the proportions of the different additives and impurities could be responsible for this behaviour. As a matter of fact, the addition of fume silica resulted in more important creep strains. Therefore, the continuation of the sintering process could be responsible for this effect, meaning that a part of the primary creep would be irreversible. Finally, the hypothesis of creep caused mainly by viscous flow has been found to be not completely adequate. Consequently, the determination of the intrinsic properties of the constituents, using a simple model taking into account their volumetric fractions, has not been possible. Only the apparent properties have been obtained.

TABLE DES MATIÈRES

Dédicace iv
Remerciements v
Résumé vi
Abstract viii
Table des matières x
Liste des tableaux xiii
Liste des figures xv
Liste des annexes xix
Liste des sigles xx
Avant-propos xxiv
Introduction 1
CHAPITRE 1 - Problématiques associées au projet 3
1.1 Problématique associée à la corrosion sous contrainte 3
1.2 Problématique associée au comportement mécanique temporel 4
CHAPITRE 2 - Revue de la littérature 6
2.1 Les matériaux réfractaires 6
2.2 Théorie relative au comportement mécanique temporel 7
2.2.1 Lois de comportement 9
2.2.2 Mécanismes de fluage 18
2.3 Théorie relative à la corrosion sous contrainte 22
2.3.1 Corrosion sous contrainte des métaux 23
2.3.2 Corrosion sous contrainte des céramiques et des verres 24
2.3.3 Corrosion sous contrainte des réfractaires 26
CHAPITRE 3 - Études théoriques des phénomènes 32
3.1 Développements subséquents du modèle visco-élasto-plastique 32
3.2 Discussion sur la corrosion sous contrainte des réfractaires 35
3.2.1 Comportement d'une poutre en flexion soumise à la corrosion 37

CHAPITRE 4 - Cheminement expérimental 45
4.1 Rappel des hypothèses 45
4.1.1 Hypothèse relative au comportement mécanique temporel 46
4.1.2 Hypothèse relative à la corrosion sous contrainte 46
4.2 Matériaux utilisés 47
4.3 Mise en forme 49
4.3.1 Usinage des éprouvettes de compression 50
4.3.2 Usinage des éprouvettes de flexion 52
4.3.3 Remarques relatives à la mise en forme et à la géométrie des éprouvettes 53
4.4 Caractérisation des échantillons 59
4.4.1 Propriétés physiques 59
4.4.2 Propriétés mécaniques 64
4.5 Étude du comportement mécanique temporel 66
4.5.1 Description du montage 67
4.5.2 Développement de la procédure expérimentale 76
4.5.3 Essais préliminaires 83
4.5.4 Essais principaux 97
4.6 Étude de la corrosion sous contrainte 102
4.6.1 Modification du montage de flexion 103
4.6.2 Développement de la procédure d'essais de corrosion sous contrainte 108
4.6.3 Essais préliminaires 111
4.6.4 Essais principaux 118
CHAPITRE 5 - Analyse et interprétation des résultats 121
5.1 Méthode d'analyse des signaux 121
5.1.1 Description du programme de régression 121
5.2 Analyse des résultats des essais de compression 127
5.2.1 Influence de la charge maximale au plateau 130
5.2.2 Influence de la vitesse de chargement 136

5.2.3 Influence de la température 142
5.2.4 Résumé des résultats des essais de compression 146
5.2.5 Détermination des propriétés intrinsèques 146
5.3 Analyse des résultats des essais de flexion 149
5.3.2 Caractérisation de monolithiques alumino-siliceux 152
5.3.3 Effet de l'ajout de fumée de silice 154
5.3.4 Cas particulier du produit SF-4 156
5.3.5 Résumé des résultats des essais de flexion 158
5.4 Analyse des résultats de corrosion sous contrainte 158
5.4.1 Influence de la corrosion sur la cinétique du fluage 160
5.4.2 Influence de la contrainte sur la cinétique de la corrosion 162
Conclusion générale 168
Références 171
Annexes 179

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 4.1 : Compositions chimiques des produits utilisés 48
Tableau 4.2 : Variables de mise en forme des matériaux utilisés 50
Tableau 4.3 : Variations des dimensions des éprouvettes suite aux essais mécaniques 60
Tableau 4.4 : Densités et porosités apparentes des matériaux avant et après les essais ... mécaniques 62
Tableau 4.5 : Constantes élastiques dynamiques des matériaux avant et après les tests mécaniques 65
Tableau 4.6 : Résultats des calculs théoriques de rapprochement des surfaces en contact 74
Tableau 4.7 : Modules de rupture à 815°C des différents matériaux 85
Tableau 4.8 : Module d'élasticité mesuré par la méthode statique en compression 86
Tableau 4.9 : Étude des causes de l'endommagement 97
Tableau 4.10 : Recette du béton à haute teneur en alumine utilisé pour faire le troisième point d'appui 107
Tableau 4.11 : Produits testés en corrosion par immersion partielle à 815°C 112
Tableau 5.1 : Valeurs moyennes des paramètres régressés avec et sans correction 128
Tableau 5.2 : Valeurs moyennes des modules statiques à chaud avec et sans correction 128
Tableau 5.3 : Influence de la charge maximale au plateau 135
Tableau 5.4 : Influence de la vitesse de chargement 139
Tableau 5.5 : Influence du pourcentage de matrice sur les propriétés «intrinsèques» 148
Tableau 5.6 : Valeurs moyennes des raideurs et modules statiques en flexion à 815°C 151
Tableau 5.7 : Valeurs moyennes des paramètres régressés en flexion 152
Tableau 5.8 : Résultats pour les produits alumino-siliceux 153
Tableau 5.9 : Résultats relatifs à l'ajout de fumée de silice 156

Tableau 5.10 : Résultats relatifs au SF-4 157
Tableau 5.11 : Taux de fluage moyens avec et sans aluminium liquide 161
Tableau 5.12 : Hauteurs relatives de corrosion pour les essais avec et sans contrainte 165

LISTE DES FIGURES

Figure 2.1 : Courbe typique d'un essai de fluage (à température et charge constantes). 8
Figure 2.2 : Courbe typique du comportement d'un béton en compression 11
Figure 2.3 : Modèle élastique 12
Figure 2.4 : Modèle visqueux simple 15
Figure 2.5 : Modèle visco-élasto-plastique 16
Figure 2.6 : Fluage par diffusion en volume (Nabarro-Herring) 20
Figure 2.7 : Fluage par diffusion en surface (Coble) 21
Figure 2.8 : Schéma d'un four de traitement de l'aluminium 26
Figure 2.9 : Capillarité de liquides mouillant et non-mouillant 29
Figure 3.1 : Élément de volume unitaire 33
Figure 3.2 : Distribution des contraintes en flexion pure selon la théorie linéaire élastique 38
Figure 3.3 : Distribution des contraintes en flexion pure d'une poutre composite 39
Figure 3.4 : Exemple de la section équivalente d'une poutre composite pour $E_B<E_A$ 40
Figure 3.5 : Variations des contraintes lors de l'augmentation de l'épaisseur de la couche corrodée pour un rapport $E_A/E_B=2$ 41
Figure 3.6 : Variations des contraintes lors de l'augmentation de l'épaisseur de la couche corrodée pour un rapport $E_A/E_B = 0,5$ 42
Figure 3.7 : Influence du rapport des modules E_A/E_B sur la position de l'axe neutre. 43
Figure 4.1 : Procédure d'usinage des éprouvettes de compression 51
Figure 4.2 : Procédure d'usinage des éprouvettes de flexion 52
Figure 4.3 : Schéma de l'effet «tonneau» sur une éprouvette soumise à la compression 55
Figure 4.4 : Zone microfissurée de dissipation d'énergie lors de la flexion 57
Figure 4.5 : Distribution granulométrique du produit de référence C-6070-3 63

Figure 4.6 : Assemblage complet utilisé pour les essais mécaniques 68
Figure 4.7 : Vue de face de la configuration utilisée pour les essais de compression 69
Figure 4.8 : Vue de côté de la configuration utilisée pour les essais de flexion 72
Figure 4.9 : Contamination des signaux due à la géométrie du montage..... 72
Figure 4.10 : Méthodologie de développement de la procédure expérimentale 77
Figure 4.11 : Comparaison des déplacements relatifs d'un cycle à un autre sans conditionnement initial (C-6070-3; 13200 N; 815°C)..... 79
Figure 4.12 : Comparaison des déplacements relatifs d'un cycle à un autre avec conditionnement initial (C-6070-3; 13200 N; 815°C)..... 80
Figure 4.13 : Réapparition de la contamination du signal suite au déplacement de l'éprouvette (C-6070-3; 13200 N; 815°C) 81
Figure 4.14 : Comparaison des signaux de la traverse mobile et du LVDT lors d'un essai de fluage en compression (Alumine dense; 13200 N; 815°C) 88
Figure 4.15 : «Complaisance» apparente du montage lors d'un essai de fluage en compression (Alumine dense; 13200 N; 815°C) 89
Figure 4.16 : Influence du frittage lors de cycles successifs à 815°C 91
Figure 4.17 : Contribution possible du frittage à la contamination pour des temps de séjours de l'ordre de quelques heures (C-6070-3; 13200 N; 815°C)..... 92
Figure 4.18 : Simulation numérique de la contribution potentielle de la saturation à la contamination..... 93
Figure 4.19 : Vérification de la «mémoire» (C-6070-3; 13200 N; 815°C) 94
Figure 4.20 : Vérification de la l'endommagement du matériau C-6070-3 à 815°C 96
Figure 4.21 : Vue de côté du montage pour les essais de corrosion sous contrainte .. 104
Figure 4.22 : Creuset utilisé pour la corrosion sous contrainte 105
Figure 4.23 : Troisième point de contact du montage de corrosion sous contrainte... 106
Figure 4.24 : Procédure d'usinage du troisième point d'appui 108
Figure 4.25 : Cinétique de la corrosion par l'aluminium liquide du produit SF-4..... 114
Figure 4.26 : Apparence d'une éprouvette badigeonnée suite à sa seconde cuisson .. 115

Figure 4.27 : Corrosion en immersion partielle de demi éprouvettes préalablement «traitées» du produit SF-4 116
Figure 4.28 : Comparaison des signaux en déplacement absolu total à 815°C 117
Figure 4.29 : Comparaison des signaux après soustraction de leur partie élastique ... 118
Figure 5.1 : Organigramme de la procédure de régression des paramètres 123
Figure 5.2 : Surestimation de la déformation élastique lors de la régression 125
Figure 5.3 : Évolution du paramètre E_I avec la charge maximale au plateau de fluage (C-6070-3; 815°C) 130
Figure 5.4 : Augmentation du module d'élasticité statique avec la charge de compression (C-6070-3; 20°C) 131
Figure 5.5 : Évolution du paramètre η_I avec la charge maximale au plateau de fluage (C-6070-3; 815°C) 132
Figure 5.6 : Évolution du paramètre E_{II} avec la charge maximale au plateau de fluage (C-6070-3; 815°C) 133
Figure 5.7 : Évolution du paramètre η_{II} avec la charge maximale au plateau de fluage (C-6070-3; 815°C) 134
Figure 5.8 : Influence du niveau de chargement sur les déplacements différés (C-6070-3; 815°C) 135
Figure 5.9 : Influence du niveau de chargement sur le taux de fluage (C-6070-3; 815°C) 136
Figure 5.10 : Influence de la vitesse de chargement sur le module statique en compression (C-6070-3; 13200 N; 815°C) 137
Figure 5.11 : Variation du paramètre E_I avec la vitesse de chargement (C-6070-3; 13200 N; 815°C) 138
Figure 5.12 : Influence de la vitesse de sollicitation sur les déformations différées (C-6070-3; 13200 N; 815°C) 139
Figure 5.13 : Influence de la vitesse de chargement sur le paramètre η_I (C-6070-3; 13200 N; 815°C) 140

Figure 5.14 : Influence de la vitesse de chargement sur le paramètre E_{II} (C-6070-3; 13200 N; 815°C) 141
Figure 5.15 : Influence de la vitesse de chargement sur le paramètre η_{II} (C-6070-3; 13200 N; 815°C) 142
Figure 5.16 : Influence de la température d'essai sur les déformations différées (C-6070-3; 13200 N) 143
Figure 5.17 : Influence de la température de cuisson sur les déformations différées (C-6070-3; 13200 N) 144
Figure 5.18 : Influences simultanées des températures de cuisson et d'essais sur les ..... déformations différées (C-6070-3; 13200 N) 145
Figure 5.19 : Simulation des déformations de fluage à partir des propriétés «intrinsèques» des constituants (C-6070-3; 13200 N; 815°C) 147
Figure 5.20 : Simulation de l'influence du pourcentage de matrice V_M sur le fluage 149
Figure 5.21 : Déplacements différés des produits alumino-siliceux en flexion 153
Figure 5.22 : Effet de l'ajout de fumée de silice sur les déplacements différés en flexion d'un béton à haute teneur en alumine 155
Figure 5.23 : Influence de la température de cuisson sur les déformations différées du produit SF-4 à 815°C 157
Figure 5.24 : Corrosion du produit SF-4 par l'aluminium liquide 159
Figure 5.25 : Évolution des taux de fluage avec et sans aluminium liquide 161
Figure 5.26 : Endroits de coupe des éprouvettes corrodées 163
Figure 5.27 : Profils de corrosion après différents temps d'exposition 164
Figure 5.28 : Influence de la contrainte sur le niveau de corrosion 166

LISTE DES ANNEXES

Annexe A 180
Annexe B 181
Annexe C 183
Annexe D 187
Annexe E 189

LISTE DES SIGLES

HMOR : en anglais Hot Modulus of Rupture

LEFM : en anglais Linear Elastic Fracture Mechanics

LVDT : en anglais Linear Variable Displacement Transducer

A : constante ou surface de contact

A_i : aire d'une section i

b_i : base ou largeur d'une section i ou d'une éprouvette i

c_i : coefficient d'amortissement d'une éprouvette i ou d'un matériau i

D : coefficient de diffusion ou diamètre externe

D_0 : constante

d : diamètre interne

$d_{a,max}$: diamètre approximatif des plus gros agrégats

E : module statique

E_0 : module dynamique initial

E_A : module élastique des agrégats

E_I et E_{II} : modules équivalents

E_e : module d'élasticité ou module d'Young

E_i : module d'une section i

$E_{//}$, $E_\perp$ et E_L : modules dynamiques selon les modes en flexion parallèle, en flexion perpendiculaire ou longitudinal, respectivement

e_i : épaisseur d'une section i

F : force ou charge

F_{cr} : charge critique de flambement

F_f : force de frottement

G : module de cisaillement

g : accélération gravitationnelle = 9,81 m/s^2

H : hauteur unitaire

h_0 : hauteur totale des éprouvettes corrodées

h_1, h_2 : dimensions parallèles à la contrainte associées aux fractions volumiques des constituants

h_c : hauteur de corrosion

h_i : profondeur ou hauteur d'une section i ou d'une éprouvette i

I : moment d'inertie

I_i : moment d'inertie d'une section i

K : facteur de correction

K_i : raideur d'une éprouvette i ou d'un matériau i

k : constante de Boltzmann = $1{,}38 \times 10^{-23}$ J/K

L_i : longueur d'une section i ou d'une éprouvette i

l_i : largeur d'une section i ou d'une éprouvette i

M : moment fléchissant

m_{sec} : masse sèche

m_{sus} : masse suspendue

m_{hum} : masse humide

N : force normale

n : facteur de sensibilité ou concentration d'une espèce

P : charge

P_i : paramètres d'une série d'itérations i

Q : énergie d'activation

R: constante des gaz parfaits = 8,31 J/(mol·K) ou rayon d'un capillaire

R : rayon externe

r : rayon interne

R_e : limite élastique

R1 et R2 : rangées 1 et 2, respectivement

R^2 : somme des carrés des résidus

T : température absolue (en Kelvin)

$T°_{cuisson}$: température de cuisson (en °C)

$T°_{essai}$: température d'essai (en °C)

T_f : température de fusion

t : temps

t_0 : temps initial

t_1 : temps de réduction de la contrainte appliquée

V : cinétique de dissolution ou effort tranchant

V_A et V_M : fractions volumiques des agrégats et de la matrice, respectivement

y : position relative à l'axe neutre

$\bar{y}_i$: centroïdes des sections i à partir de la fibre inférieure

Δ : variation ou rapprochement mutuel

δ : déplacement ou flèche au centre (voir les déformations ε pour plus de détails relatifs aux indices)

$\dot{\delta}$: variation du déplacement ou vitesse de sollicitation

ε_d : déformation différée

ε_e : déformation élastique

ε_i : déformation inélastique

ε_p : déformation plastique

ε_t : déformation totale

ε_{ve} : déformation viscoélastique

ε_{vp} : déformation viscoplastique

ε_x : déformation selon la direction x

$\dot{\varepsilon}$: variation de la déformation

η : viscosité analogue à l'amortissement

η_0 : constante

η_I et η_{II}: viscosités équivalentes

η_M : viscosité de la matrice

θ : angle

π : constante = 3,1416

ρ : densité

ρ_{app} : densité apparente

σ_1 : contrainte maximale appliquée juste avant le temps t_1

σ_i : contrainte sur la section i ou l'éprouvette i

σ_x :contrainte selon la direction x

τ : contrainte de cisaillement au plan neutre

μ_i : coefficient de Poisson ou coefficient de frottement

ν : coefficient de Poisson

γ_{SV} : tension de l'interface solide-gaz (ou vapeur)

γ_{SL} : tension de l'interface solide-liquide

γ_{LV} : tension de l'interface liquide-gaz (ou vapeur)

$\%P_{app}$: porosité apparente

$\%_{FS}$: pourcentage de fumée de silice

AVANT-PROPOS

Ce mémoire a été réalisé dans le cadre de la chaire industrielle REFRAL (Réfractaires pour l'industrie de l'Aluminium) ayant pour objectif d'améliorer les performances des réfractaires utilisés en métallurgie de l'aluminium. Les travaux relatifs aux phénomènes de la corrosion sous contrainte et de la viscoélasticité des bétons réfractaires étant à leur début, les résultats obtenus ne sont donc pas immédiatement applicables dans l'industrie. Cependant, des développements subséquents pourraient s'avérer intéressants d'un point de vue industriel.

INTRODUCTION

Dans le domaine de la métallurgie de l'aluminium, il est bien connu que les réfractaires constituant les revêtements des fours utilisés pour contenir les alliages en fusion sont soumis à plusieurs mécanismes de dégradation. Ces mécanismes se résument en fait aux quatre suivants : l'abrasion, la corrosion et les sollicitations d'origines thermique et mécanique. Dans le but d'améliorer la résistance des réfractaires envers ces agressions, il est important de comprendre leurs origines. Cependant, puisqu'ils agissent la plupart du temps de façon simultanée, il est également primordial de vérifier s'ils interagissent entre eux. Le présent projet vise donc à vérifier l'hypothèse voulant qu'une interaction significative existe entre la corrosion et les contraintes mécaniques, donnant ainsi naissance à un phénomène de corrosion sous contrainte.

Jusqu'à maintenant, la corrosion sous contrainte telle qu'observée dans d'autres matériaux n'a jamais été mise en évidence chez les réfractaires. En fait, il est bien possible que ce phénomène soit inexistant pour ces matériaux. Le projet de recherche proposé a donc pour objectif d'essayer de mettre en évidence l'existence de ce phénomène qui aurait pour conséquence la détérioration accélérée des réfractaires. Dans une optique simplificatrice et puisque l'étude en est à ses débuts, l'approche expérimentale consiste en la vérification de l'influence d'une contrainte mécanique sur la cinétique de la corrosion et vice-versa. Ainsi, il est important de noter que l'objectif de ce projet n'est pas de s'efforcer à comprendre les mécanismes internes causant le phénomène, mais plutôt la simple mise en évidence de son existence.

La cinétique de la corrosion étant très lente par rapport aux temps impliqués lors de tests mécaniques conventionnels, les essais de corrosion sous contrainte obligent à toutes fins pratiques l'utilisation de tests de fluage. Ainsi, parallèlement à l'étude de la corrosion sous contrainte, une étude du comportement des bétons réfractaires sous des

sollicitations mécaniques de longue durée est réalisée. En fait, cette investigation donne également suite aux observations relatives à la viscoélasticité des réfractaires à haute température. Cette partie du travail a donc une double fonction, soit la vérification de l'ampleur de la déformation viscoélastique des réfractaires et la caractérisation de leur comportement mécanique temporel. Cette caractérisation permet également d'obtenir des courbes de comportement en fluage afin de sélectionner un matériau pour les essais de corrosion sous contrainte. L'étude relative au phénomène de la viscoélasticité a pour but de vérifier quelles conditions expérimentales peuvent influencer l'ampleur de cette déformation.

Finalement, il est bon de spécifier que les bétons réfractaires utilisés dans la présente étude sont de la famille des alumino-siliceux. Cette famille est choisie parce qu'elle représente une grande part des matériaux utilisés dans les fours de traitement de l'aluminium.

CHAPITRE 1 - PROBLÉMATIQUES ASSOCIÉES AU PROJET

Le présent projet de recherche est divisé en deux parties principales, soient les investigations relatives à la présence soupçonnée du phénomène de corrosion sous contrainte dans les bétons réfractaires et l'étude qui en découle portant sur le comportement mécanique temporel de ces matériaux. En fait, ces deux parties sont reliées par le fait que les phénomènes observés ne sont pas instantanés, c'est-à-dire qu'ils apparaissent au cours du temps. Ainsi, la caractérisation du comportement mécanique temporel s'avère très utile lors de l'étude relative à la corrosion sous contrainte. Le chapitre qui suit présente donc de manière détaillée la problématique relative à l'ensemble de ce projet et menant à la présentation des théories jugées pertinentes à sa compréhension.

1.1 Problématique associée à la corrosion sous contrainte

La corrosion des revêtements réfractaires est un problème majeur dans les fours utilisés pour le traitement de l'aluminium. Toutefois, il ne s'agit pas du seul mécanisme de dégradation présent. En effet, ces réfractaires sont soumis à quatre principaux mécanismes de dégradation (Sebbani 2001) : l'abrasion, la corrosion, les sollicitations d'origine thermiques et celles d'origine mécanique. Récemment, il a été démontré qu'il existe certaines corrélations entre ces différents mécanismes de détérioration (Sebbani 2001). Un résultat d'intérêt considérable a été obtenu par Sebbani. En effet, ce dernier a montré que les chocs thermiques abaissent la résistance à la corrosion des réfractaires. Cette observation est à la base de l'hypothèse voulant qu'il existe un phénomène de corrosion sous contrainte dans les réfractaires. Ainsi, en supposant que l'endommagement causé par les chocs thermiques soit responsable de la diminution de la résistance à la corrosion, on peut supposer que l'endommagement généré par une contrainte mécanique peut entraîner une diminution de la résistance à la corrosion. Également, les matériaux réfractaires voient leurs propriétés mécaniques changées

lorsqu'ils se corrodent parce qu'ils subissent des transformations. Ces changements ont probablement une influence sur la résistance à la propagation des fissures. De plus, la propagation elle-même risque de favoriser la corrosion en offrant plus de surface de réaction ou en détruisant une couche «passive» qui pourrait hypothétiquement s'être formée.

Il y a donc une probabilité raisonnable que la corrosion sous contrainte existe dans les matériaux réfractaires. Les études faites jusqu'à présent considèrent les effets des contraintes et de la corrosion séparément. De là l'intérêt du projet à en savoir plus quant à l'existence de ce phénomène dans les réfractaires.

1.2 Problématique associée au comportement mécanique temporel

Les sollicitations mécaniques participant à la dégradation des réfractaires peuvent provenir de plusieurs sources. L'une d'entre elles est la présence de contraintes agissant constamment sur la structure des fours. Celles-ci résultent du poids de cette structure, de contraintes résiduelles engendrées par les différences de propriétés des constituants, ... Les réfractaires étant généralement utilisés à haute température, des phénomènes de fluage et de relaxation peuvent apparaître. La présence de ces phénomènes implique donc que les réfractaires puissent être considérés non plus comme des matériaux fragiles, mais plutôt comme des matériaux adoptant un comportement quasi-fragile, voir même visco-élasto-plastique à haute température (Simonin 2000). D'une part, une certaine «plasticité» provenant de la phase vitreuse (Simonin 2000) augmenterait considérablement les déformations. D'autre part, dans l'éventualité pour laquelle il y aurait un phénomène de guérison partielle des microfissures (Simonin 2000), la diminution de l'endommagement influencerait la résistance mécanique du matériau. Selon Simonin, il y aurait deux phénomènes opposés qui entrent en jeu à haute température dans les bétons réfractaires alumineux contenant du spinelle de magnésium : le frittage de la matrice et la diminution de la viscosité de la phase vitreuse.

Le frittage fait augmenter le nombre de liaisons céramiques, augmentant ainsi la résistance mécanique du matériau. Cependant, s'il occasionne un retrait trop grand de la matrice par rapport à la simple dilatation thermique des agrégats, il peut alors se produire une microfissuration à l'interface de ces deux phases, diminuant alors la résistance mécanique.

La diminution de la viscosité de la phase vitreuse favorise la déformation par écoulement visqueux. Ceci peut avoir deux effets antagonistes, soit d'accommoder les contraintes résiduelles, soit de diminuer la résistance mécanique par une déformation accrue.

L'intérêt d'une étude portant sur les contraintes mécaniques appliquées à long terme vient du fait qu'il a été observé que les réfractaires adoptent un comportement viscoélastique lorsqu'ils sont déchargés. L'objectif est donc de caractériser la partie viscoélastique de la déformation selon différents paramètres expérimentaux.

CHAPITRE 2 - REVUE DE LA LITTÉRATURE

La littérature relative à la viscoélasticité et à la corrosion sous contrainte des réfractaires est quasi inexistante. C'est pourquoi, le présent chapitre permet de faire un survol des indices provenant de la théorie qui pourraient faire en sorte que la corrosion sous contrainte existe dans les bétons réfractaires. Du côté du comportement viscoélastique, la théorie présentée sert principalement à interpréter les résultats expérimentaux obtenus lors de ce travail. Enfin, le présent projet concernant les matériaux réfractaires, un bref rappel de leur constitution est d'abord fait.

2.1 Les matériaux réfractaires

Les matériaux réfractaires sont des céramiques composites multiphasées essentiellement constituées à partir de matériaux non-métalliques, principalement des oxydes. Ils contiennent des agrégats habituellement très réfractaires, une matrice assurant la cohésion et des pores résultant de leur mise en forme. L'ensemble possède donc des caractéristiques spécifiques dont une des plus importantes est de résister aux hautes températures. Ainsi, ces matériaux sont généralement utilisés à des fins de confinements massique et thermique comme revêtements des fours de traitements des métaux.

Leur élaboration s'accomplie en différentes étapes se résumant aux suivantes : concassage et tamisage des matières premières, mélange et ajout d'additifs, coulage ou pressage, frittage, ... En fait, c'est de cette élaboration que les caractéristiques du produit dépendent. Toutefois, il est important de noter que ces matériaux n'atteignent généralement pas un état d'équilibre thermodynamique avant leur mise en place dans les fours. Ceci est particulièrement le cas des monolithiques. Leurs propriétés peuvent donc changer selon leur histoire de sollicitation, notamment leur histoire thermique. En effet, la température peut provoquer des transformations de phases ou faire évoluer la

nature et la quantité des liaisons dans le réfractaire, affectant directement ses propriétés mécanico-chimiques. De plus, les eutectiques à bas points de fusion occasionnés par la présence d'impuretés font en sorte qu'une partie de la matrice puisse devenir liquide, ou du moins visqueuse, à la température d'utilisation du réfractaire. Son comportement mécanique prend donc généralement une allure différente de celui observé à froid.

La classification des matériaux réfractaires se fait selon différents aspects. Ils peuvent être cuits ou non, denses ou isolants, façonnés ou non, ... Ils peuvent également être classés selon la nature de leurs constituants majeurs. Les trois familles ainsi définies sont les suivantes : les alumino-siliceux, les réfractaires basiques et les produits spéciaux. Cette étude concerne les bétons de la famille des alumino-siliceux qui sont les plus fréquemment utilisés dans la métallurgie de l'aluminium.

2.2 Théorie relative au comportement mécanique temporel

Le comportement en fluage des bétons réfractaires est quelquefois caractérisé puisqu'il représente un type de dégradation possible de ces matériaux en service. Une courbe typique de fluage atteignant la rupture du matériau est montrée à la figure 2.1. Elle provient d'un essai réalisé par l'application d'une charge constante sous une température isotherme. La courbe ci-dessous comporte trois parties distinctes caractérisées par des taux de déformations différents. Le fluage primaire (région I) est une période au cours de laquelle la vitesse de fluage diminue avec le temps. La seconde partie, correspondant à la région II, est caractérisée par un taux de déformation constant ou stationnaire. Enfin, le fluage tertiaire (région III) est une période au cours de laquelle la vitesse de déformation augmente de façon instable jusqu'à la rupture complète de l'éprouvette.

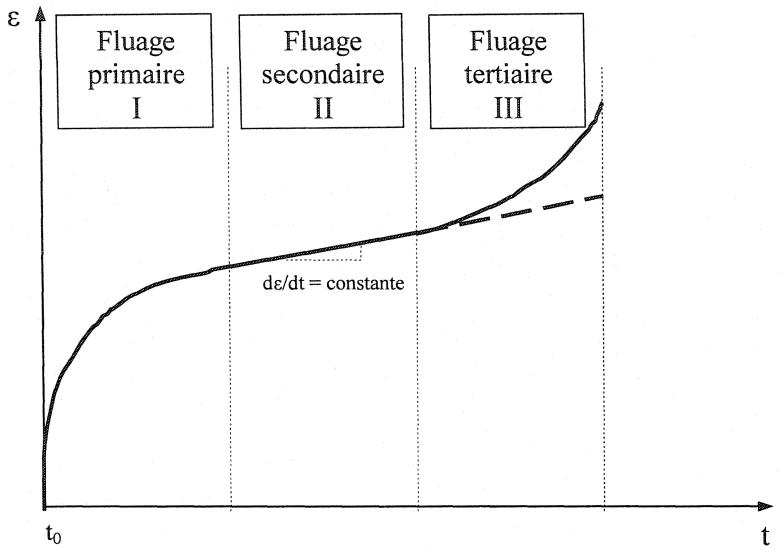


Figure 2.1 : Courbe typique d'un essai de fluage (à température et charge constantes)

De nombreuses observations ont permis l'élaboration d'équations empiriques mettant en relation le taux de fluage de la région stationnaire, la température ainsi que la contrainte. De façon générale, l'équation de Bailey-Norton (voir l'équation 2.1) est utilisée pour modéliser le fluage secondaire en une dimension (Stouffer et Dame 1996).

Équation 2.1 : $$\dot{\varepsilon} = A\sigma^{n}e^{-Q/RT}$$

où $\dot{\varepsilon}$: taux de fluage de la région stationnaire (II)

A : constante du matériau

n : facteur de sensibilité de la vitesse de fluage à la contrainte

Q : énergie d'activation thermique apparente

R : constante des gaz parfaits = 8,31 J/(mol·K)

T : température absolue (en Kelvin)

La plupart des mécanismes de fluage des céramiques obéissent à cette équation phénoménologique (Wilshire et Evans 1985). Habituellement, ces mécanismes sont identifiés par l'extraction des valeurs expérimentales de Q, n et A, alors considérées

comme des constantes pour l'ensemble des conditions testées. La comparaison de ces valeurs avec celles obtenues théoriquement pour les différents mécanismes de fluage rend donc possible la détermination du mécanisme dominant pour une combinaison spécifique de température et de contrainte. Un survol de ces mécanismes est présenté ultérieurement (section 2.2.2). Puisque l'objet et l'originalité du présent projet de recherche concernent plutôt le fluage primaire, ce survol permet de faire des liens entre les mécanismes responsables du fluage secondaire et ceux qui sont potentiellement responsables du fluage primaire. Entre temps, il est important de bien définir le phénomène de la viscoélasticité.

Jusqu'à maintenant peu d'intérêt a été accordé au fluage primaire des réfractaires qui, pourtant, représente souvent une grande proportion de la courbe totale. Cependant, cette partie n'est souvent pas bien simulée par les modèles conventionnels utilisés tel que celui de Norton (Ding, Liu et Brinkman 1995). Conséquemment, la section qui suit présente un modèle simple permettant une meilleure simulation du fluage primaire. Il s'agit en fait d'un modèle rhéologique issu de l'analogie entre des systèmes mécaniques concrets et les lois de comportement des matériaux.

2.2.1 Lois de comportement

Avant la description du comportement mécanique temporel des matériaux, il est important de connaître certains modèles élémentaires décrivant leurs comportements simples. Ces modèles rhéologiques peuvent, par la suite, être modifiés de manière à décrire des comportements plus complexes telle que la visco-élasto-plasticité.

Il est à noter que c'est à l'aide des hypothèses de la mécanique des milieux continus qu'il est possible de modéliser, sous formes d'équations mathématiques et de modèles rhéologiques, ces divers comportements. L'approche de la mécanique des milieux continus explique le comportement macroscopique des matériaux réels. Les

discontinuités apparaissant au niveau microstructural ne sont donc pas décrites explicitement, mais plutôt prises en compte par des éléments de volumes représentatifs rendant le matériau homogène à ce niveau. Cette théorie permet donc d'étudier les déformations et les propriétés globales des matériaux. De plus, dans un but simplificateur, seul le cas des petites déformations sera considéré. Ceci s'avère réaliste puisque l'objectif est de décrire le comportement des bétons réfractaires. Enfin, cette théorie implique aussi que les contraintes et déformations considérées soient définies par rapport aux dimensions initiales des spécimens.

Les lois de comportements sont utilisées pour mettre en relation les composantes de contraintes et celles de déformations qui leurs sont associées ou vice-versa. Ces relations ne dépendent que des propriétés intrinsèques du matériau. La figure 2.2 présente une courbe typique du chargement monotone en compression d'un béton (Abaqus analysis user's manual, 2003). Elle montre ainsi un comportement quasi-fragile caractérisé par la rupture stable du matériau. En fait, deux comportements élémentaires y sont schématisés, à savoir l'élasticité linéaire et l'endommagement causant la non linéarité. La différence entre les deux s'établit par le fait qu'à un certain niveau de contrainte (point A), la relation contrainte-déformation devient non-linéaire dû au développement d'une microfissuration diffuse (Karihaloo 1998). Selon Simonin (2000), ce niveau correspondrait généralement à environ 30 à 40 % de la contrainte maximale en compression. La microfissuration est suivie de l'apparition d'une ou de plusieurs macrofissures (point B). Cependant, cette localisation de l'endommagement ne résulte pas nécessairement en une rupture catastrophique, puisqu'à partir de ce point, le béton présente un comportement adoucissant (Karihaloo 1998). Néanmoins, cet endommagement se traduit par une diminution des propriétés élastiques (Simonin 2000). Enfin, le comportement quasi-fragile étant grandement influencé par l'endommagement, les courbes de traction et de compression des bétons réfractaires sont habituellement dissymétriques de par la sollicitation des fissures en des modes différents (ouverture en traction et fermeture en compression).

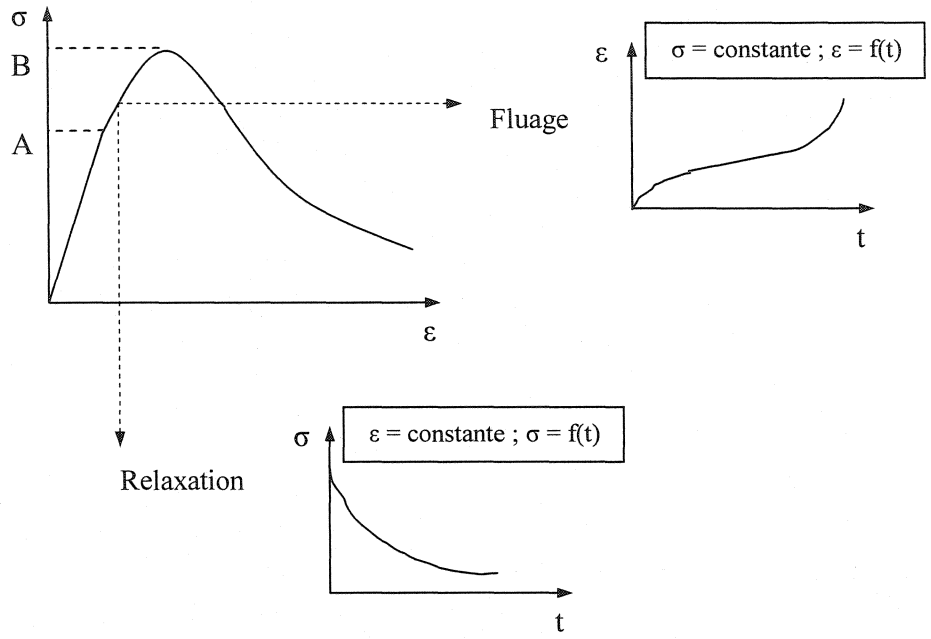


Figure 2.2 : Courbe typique du comportement d'un béton en compression

La figure 2.2 montre également les courbes de deux phénomènes apparaissant avec le temps dans les réfractaire soumis à de hautes températures, soient le fluage et la relaxation. Le fluage d'un matériau se traduit donc par l'apparition d'une déformation croissante au fil du temps qui est irréversible, mais qui comporte parfois une partie réversible. Pour bien éclaircir les notions de réversibilité et d'irréversibilité, on doit décomposer la déformation totale en diverses parties (Dowling 1999) :

Équation 2.2 : $\varepsilon_t = \varepsilon_e + \varepsilon_i = \varepsilon_e + \varepsilon_p + \varepsilon_d$

où ε_t : déformation totale

ε_e : déformation élastique

ε_i : déformation inélastique

ε_p : déformation plastique

ε_d : déformation différée

L'équation 2.2 définit la déformation totale (ε_t) d'un matériau comme étant la somme des déformations élastiques (ε_e) et inélastiques (ε_i). Ces dernières sont généralement irréversibles et comprennent les déformations plastiques indépendantes du temps (ε_p) et les déformations différées (ε_d), dépendantes du temps. Il est à noter que les déformations différées sont celles qui engendrent le phénomène de fluage mentionné précédemment. Les déformations élastiques quant à elles, sont, bien évidemment, réversibles. Cette distinction permet donc de définir séparément chacune des déformations constituant la déformation totale de manière à pouvoir représenter le comportement global d'un matériau.

2.2.1.1 Modèle élastique

La loi de Hooke exprime le cas simple de l'élasticité linéaire en une dimension pour un matériau isotrope et homogène.

Équation 2.3 : $\sigma_x = E_e \varepsilon_x$

où E_e : module d'élasticité ou module d'Young du matériau

La figure 2.3 illustre le comportement élastique linéaire. Il s'apparente au modèle rhéologique d'un simple ressort de rigidité E_e soumis à une contrainte σ.

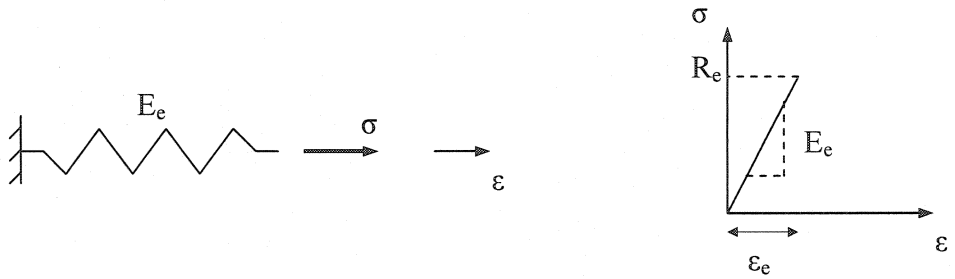


Figure 2.3 : Modèle élastique

Ainsi, la déformation ε_e du ressort est proportionnel à la contrainte appliquée σ selon la loi de Hooke. Il est à noter que l'indice «e» indique les variables et constantes élastiques. Le ressort modélise ainsi la déformation instantanée d'un lien dans le matériau emmagasinant de l'énergie potentielle de déformation réversible.

2.2.1.2 Modèles inélastiques

Il existe deux grands types de déformations inélastiques. Les déformations plastiques sont des déformations inélastiques instantanées, tandis que les déformations inélastiques différées sont dépendantes du temps. Ces dernières sont causées par le phénomène de fluage et seront traitées dans la prochaine section.

Lorsque le niveau de contrainte dépasse la limite élastique R_e d'un matériau, le comportement de celui-ci passe d'élastique à inélastique. Les déformations instantanées engendrées sont alors plastiques irréversibles (ou permanentes). Les modèles correspondant au comportement plastique précédé ou non du comportement élastique ne sont valides que lorsque les déformations différées sont petites par rapport aux déformations plastiques instantanées. Dans le domaine des réfractaires, le terme «plastique» est souvent utilisé pour signifier que la déformation est irréversible. Tel que présenté précédemment, celle-ci est fréquemment associée à un endommagement. Par analogie au cas des métaux, une région déformée plastiquement au voisinage d'une fissure serait, dans le cas d'un béton, une zone microfissurée.

2.2.1.3 Modèles temporels

Les modèles temporels traitent des déformations différées (ε_d), influencées par le temps. Ces déformations sont considérées comme inélastiques. Dépendant de plusieurs facteurs, elles peuvent quelquefois être récupérées en partie. C'est d'ailleurs ce qui a été

observé (Kim, Lee et Little 1997) dans les asphaltes à température ambiante, matériau qui s'apparente à un béton réfractaire à haute température.

L'influence du temps peut se manifester lors d'essais à des vitesses de sollicitations non infinies ou lors du maintien d'un niveau de sollicitation pendant un certain temps. En effet, les déformations différées font en sorte que le temps de l'essai, intimement lié à la vitesse de sollicitation ou au temps de maintien, devient important en ce sens qu'il agit sur la courbe contrainte-déformation. Les modèles qui suivent présentent les réactions des matériaux pour des contraintes instantanément appliquées (vitesses de sollicitation infinies), mais maintenues dans le temps de façon à voir l'effet de celles-ci sur les déformations.

Une phase visqueuse dans un matériau peut provoquer une déformation retardée sous une contrainte constante. Toutefois, les modèles suivants, utilisant des éléments visqueux, n'impliquent pas nécessairement la présence d'une phase visqueuse dans un matériau. Il sont plutôt utilisés pour simuler la déformation différée des matériaux, engendrée par un mécanisme interne quelconque. L'application d'une contrainte unidirectionnelle sur un tel élément engendre non pas une déformation mais plutôt un taux de déformation $\dot{\varepsilon}_d = \frac{d\varepsilon_d}{dt}$. Dans le cas pour lequel l'amortissement est considéré comme étant purement linéaire, la relation unidimensionnelle contrainte-déformation s'exprime comme suit :

Équation 2.4 : $$\sigma = \eta \frac{d\varepsilon_d}{dt}$$

où η : coefficient de viscosité analogue à l'amortissement

Le comportement différé des matériaux à amortissement constant (donc à η constant) s'apparente à celui d'un amortisseur Newtonien (Roylance 1996). La figure

2.4 illustre le modèle rhéologique d'une déformation viscoplastique ($\varepsilon_d = \varepsilon_{vp}$), qui est permanente lors du retrait de la contrainte (au temps t_1).

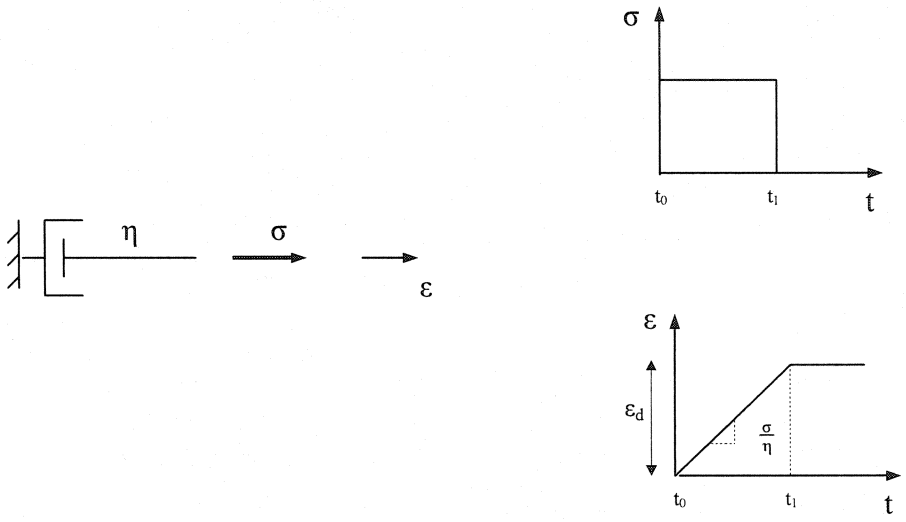


Figure 2.4 : Modèle visqueux simple

L'ajout d'une composante élastique en série, c'est-à-dire d'un ressort linéaire, rend le modèle précédent plus complet. Cet assemblage constitue le modèle de Maxwell (Roylance 1996). Dans ce modèle, l'application d'une contrainte maintenue constante provoque une déformation élastique instantanée (ε_e) et une déformation différée viscoplastique (ε_{vp}) dont la variation est linéaire dans le temps. Le modèle de Maxwell ne simule toutefois pas le comportement temporel de l'ensemble des matériaux. En effet, beaucoup d'entre eux adoptent un comportement non linéaire en fonction du temps (mais linéaire entre la contrainte et la déformation à un certain temps). Un tel comportement se modélise par l'assemblage en parallèle d'un ressort et d'un amortisseur formant un élément de Kelvin (Roylance 1996) et représentant la déformation différée viscoélastique (ε_{ve}). Enfin, cet assemblage mis en série avec un ressort constitue le modèle de Kelvin-Voigt ou de Zener (Roylance 1996).

Le modèle visco-élasto-plastique, illustré à la figure 2.5, permet de modéliser l'ensemble des déformations différées comportant une partie réversible et une partie irréversible, associées respectivement aux déformations viscoélastique et viscoplastique.

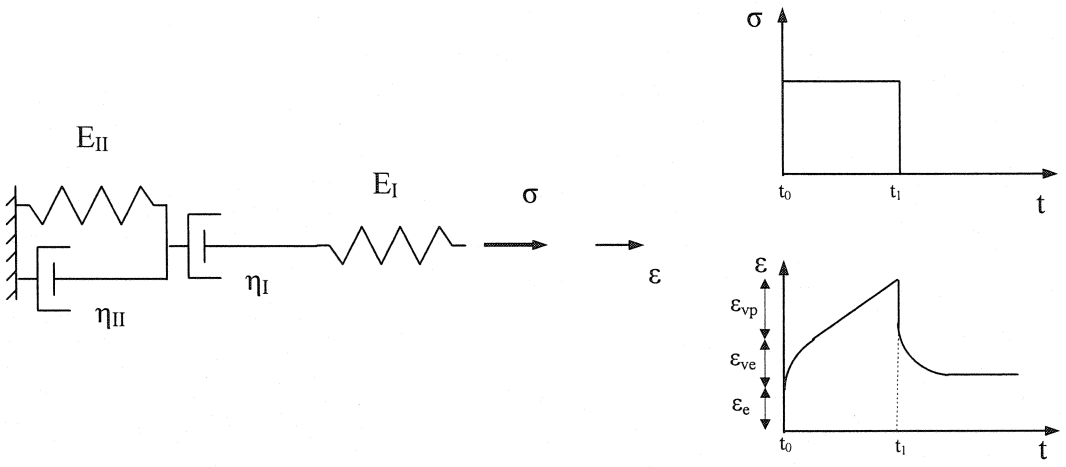


Figure 2.5 : Modèle visco-élasto-plastique

L'analogie du comportement visco-élasto-plastique avec son modèle rhéologique est simple. La déformation élastique (ε_e) est bien évidemment produite par la réaction du premier ressort (E_I). La déformation viscoélastique (ε_{ve}) provient des réactions de l'assemblage du second ressort (E_{II}) et du second amortisseur (η_{II}). Enfin, la déformation viscoplastique (ε_{vp}) vient de la réaction du premier amortisseur (η_I). De cela, il est évident que la déformation viscoplastique est irréversible, tandis qu'il y a recouvrance de la déformation viscoélastique.

Le développement de l'équation de fluage du comportement visco-élasto-plastique utilise la méthode de résolution des transformées de Laplace. Un tel développement est montré dans Mase (1970). En négligeant les déformations plastiques instantanées, la déformation totale peut donc s'exprimer selon l'équation 2.5.

Équation 2.5 : $$\varepsilon_t = \varepsilon_e + \varepsilon_{ve} + \varepsilon_{vp} = \frac{\sigma}{E_I} + \frac{\sigma t}{\eta_I} + \frac{\sigma}{E_{II}}\left(1 - e^{-E_{II}t/\eta_{II}}\right)$$

La recouvrance apparaît lorsqu'il y a une évolution de la déformation sous une contrainte constante nulle après une histoire de charge non nulle. Ce phénomène peut être total ou partiel, dépendant de la présence ou de l'absence, respectivement, de déformations permanentes. L'équation de recouvrance pour le modèle rhéologique visco-élasto-plastique se développe de façon similaire à celle de fluage. Un exemple d'un tel développement se trouve dans Dowling (1999). L'équation 2.6 est donc une expression de la déformation totale suite à la réduction de la contrainte appliquée de valeur maximale σ_1. Il est cependant à noter que des termes de fluage ont été ajoutés pour simuler le cas pour lequel la contrainte au temps t_1 ne serait pas nulle, mais inférieure à la contrainte maximale. En fait, ce cas correspondrait à une vitesse non infinie de suppression de la contrainte.

Équation 2.6 : $$\varepsilon_t = \frac{\sigma}{E_I} + \left[\frac{\sigma \Delta t}{\eta_I} + \frac{\sigma_1 t_1}{\eta_I}\right] + \left[\frac{\sigma}{E_{II}}\left(1 - e^{-E_{II}\Delta t/\eta_{II}}\right) + \frac{\sigma_1}{E_{II}}\left(1 - e^{-E_{II}t_1/\eta_{II}}\right)e^{-E_{II}\Delta t/\eta_{II}}\right]$$

où σ : contrainte appliquée au temps t

σ_1 : contrainte maximale appliquée juste avant le temps t_1

t : temps présent

t_1 : temps de réduction de la contrainte appliquée

$\Delta t = t - t_1$

Il est également à noter que lorsque le coefficient d'amortissement (viscosité) est considéré comme étant constant, la relation entre la contrainte et la déformation pour un certain temps t est linéaire. De tels modèles sont ainsi décrits par certains auteurs (Dowling 1999) comme étant des modèles de viscoélasticité linéaire parce qu'ils présentent la réponse intermédiaire (en déformation) d'un solide élastique linéaire

(Hooke) et d'un liquide visqueux idéal (Newton). Cependant, dans le cadre de ce travail, le qualificatif viscoélastique est réservé aux déformations différées qui sont entièrement récupérables dans le temps. Dans le cas des déformations différées non réversibles, il s'agit alors de déformations viscoplastiques.

Finalement, le modèle visco-élasto-plastique présenté peut très bien simuler les parties I et II de la courbe de fluage de la figure 2.1. Il représente donc le phénomène de fluage ne menant pas à la rupture du matériau sollicité. Évidemment, si la contrainte est maintenue assez longtemps, les déformations différées provoqueront la rupture. Le fluage tertiaire ne peut donc pas être simulé par ce modèle.

La section qui suit présente les mécanismes internes attribués au fluage secondaire. Ce survol est jugé important car ces mécanismes sont susceptibles d'être également responsables du fluage primaire.

2.2.2 Mécanismes de fluage

Les variations du taux de déformation observées lors du fluage d'un matériau dépendent des mécanismes internes mis en jeu. Ces mécanismes occasionnant le fluage diffèrent selon les types de matériaux, leurs températures et leurs états de contraintes. Les mécanismes principaux communément définis pour expliquer les déformations par fluage se résument aux suivants (Wilshire et Evans 1985, Dowling 1999) : fluage par glissement des dislocations, fluage par diffusion et fluage par écoulement visqueux (Wilshire et Evans 1985, Dowling 1999). De plus, d'autres mécanismes moins conventionnels, comme la propagation sous-critique des fissures, peuvent aussi jouer un rôle dans l'apparition de ce phénomène (Wilshire et Evans 1985). En fait, selon Wilshire et Evans, la propagation sous-critique serait responsable du fluage tertiaire résultant en une rupture du matériau. Enfin, il est à noter qu'il y a souvent plus d'un

mécanisme agissant simultanément et causant une déformation macroscopique par fluage.

Le fluage par glissement des dislocations se manifeste surtout dans les matériaux cristallins où il y a mise en mouvement de celles-ci sous les actions simultanées de la température et de la contrainte. Lorsqu'un matériau est soumis à de hautes températures, c'est souvent la diffusion qui prend le dessus et qui détermine la vitesse de déformation. En fait, plusieurs facteurs peuvent influencer le taux de fluage, notamment la température, le temps, la contrainte, la structure du matériau et la nature de ses liaisons, la taille des grains, la porosité, les phases présentes au joints de grains, les impuretés et additifs, la ségrégation, la stoechiométrie et la composition, ... (Wilshire et Evans 1985).

Le cas des réfractaires monolithiques est d'autant plus complexe, car il s'agit de matériaux dont la microstructure n'est pas nécessairement stable avant leur utilisation. Ainsi, la modification de celle-ci avec le temps et la température peut grandement affecter leurs propriétés en fluage (Rigaud et Landy 1996). Les transformations de phases ou l'apparition de nouvelles phases en sont des exemples. Le fait que les réfractaires soient multiphasés complique d'autant plus l'analyse de leur comportement dépendant du temps. En fait, ce dernier peut très bien résulter d'un ensemble de mécanismes de dissipation d'énergie. Dans un tel cas, la diffusion, l'écoulement visqueux, l'endommagement et même d'autres mécanismes contribueraient à la déformation différée de ces matériaux.

2.2.2.1 Fluage par diffusion

La diffusion engendre une déformation causée par le transport de matière suite à l'apparition de gradients de concentration (atomes et lacunes) dans le matériau. Généralement, ce phénomène apparaît de façon significative à des températures

supérieures à $0.5T_f$ (T_f: température de fusion) et pour des contraintes beaucoup plus basses que dans le cas du glissement des dislocations (Allaire 2001c).

La diffusion peut avoir lieu en volume, c'est-à-dire intragranulaire, ou en surface (intergranulaire). Ces deux types de diffusion sont différenciés théoriquement (Stouffer et Dame 1996) par les équations de Nabarro-Herring et de Coble, respectivement.

La diffusion de Nabarro-Herring est généralement activée par une élévation de température et par l'application d'une contrainte faisant apparaître, à l'intérieur d'un grain, des régions de tension et de compression. Ainsi, les régions en tension voient leur concentration d'atomes diminuée et celles en compression voient leur concentration en défauts diminuée, créant ainsi des gradients favorables à la diffusion des atomes et des défauts pour rétablir l'équilibre. Suite à ce transport, la forme des grains se transforme, provoquant une déformation. Ceci est schématisé à la figure 2.6.

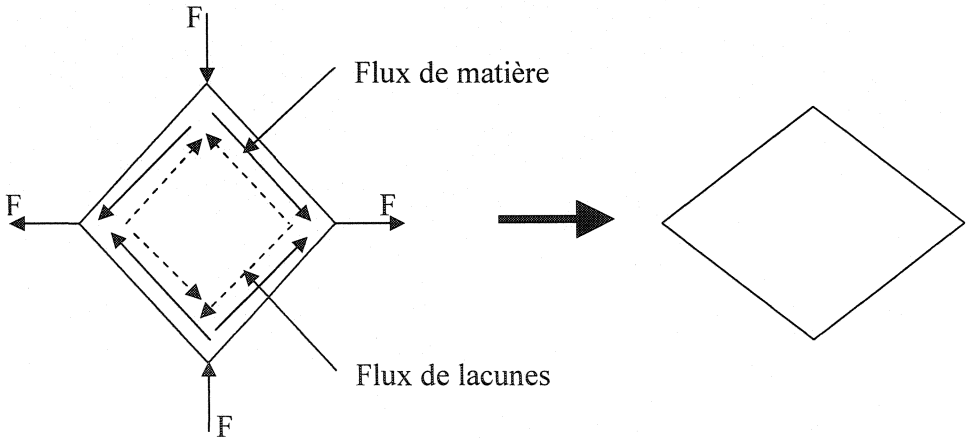


Figure 2.6 : Fluage par diffusion en volume (Nabarro-Herring)

En comparaison avec le fluage de Nabarro-Herring, le fluage de Coble est un transport de matière et de lacunes se faisant le long des joints de grains. Ainsi, la diffusion en surface est beaucoup plus importante lorsque les grains sont petits, puisque

celle-ci a plus de sites potentiels d'activation. La figure 2.7 illustre ce type de fluage en trois étapes, dont la troisième s'accompagne généralement d'un glissement aux joints de grains dans le but de prévenir la formation de nouvelles surfaces par cavitation. La visualisation est facilitée par l'introduction des points A et B dont les positions peuvent être suivies. Évidemment, il est à noter que la diffusion en surface et en volume peuvent avoir lieu simultanément.

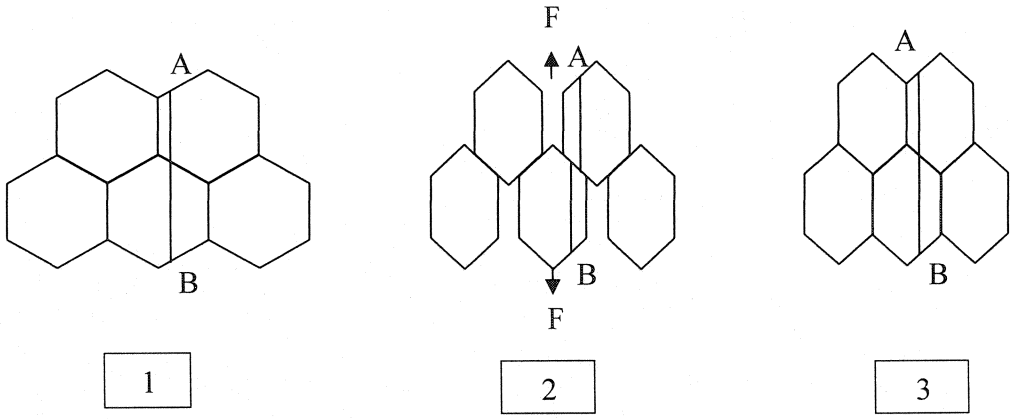


Figure 2.7 : Fluage par diffusion en surface (Coble)

2.2.2.2 Autres mécanismes de fluage

La présence d'une phase vitreuse dans les réfractaires a un rôle très important dans la détermination de leur comportement en fluage (Lakki et Schaller 1994, Sankaranarayanane et Singh 2003). Effectivement, le fait que la phase amorphe devienne liquide à haute température résulte en un écoulement visqueux. Ainsi, puisque la viscosité de cette phase dépend de la température, cette dernière a certainement un effet considérable sur le fluage de ces matériaux. Toutefois, la continuation du frittage est également envisageable (Simonin 2000). Les transformations alors engendrées auraient donc un effet significatif sur l'amplitude de la déformation différée. Ainsi, la fumée de silice, communément utilisée comme additif dans les bétons réfractaires alumino-siliceux, pourrait avoir un effet considérable sur le fluage. Effectivement, de par la petite taille moyenne des particules constituant cette poudre, celle-ci pourrait

potentiellement remplir les pores présents entre les plus grosses particules et augmenter le frittage de la matrice.

Finalement, d'autres auteurs (Dalgleish, Johnson et Evans 1984, Wilshire et Evans 1985) associent également le fluage à un endommagement graduel par microfissuration ou par cavitation. La restauration des fissures a même été observée pour certaines céramiques (Kim, Ando et Chu 2003). Cependant, même si la présente étude concerne surtout le fluage primaire au niveau phénoménologique, l'approche choisie pour ces investigations suppose l'écoulement visqueux comme étant le mécanisme dominant causant le fluage et considère que l'influence de l'endommagement n'est pas suffisamment grande pour être considérée. Ceci est d'ailleurs explicité à la section 3.1. Néanmoins, cette courte revue des mécanismes permet d'expliquer certaines observations issues des expériences accomplies.

2.3 Théorie relative à la corrosion sous contrainte

La corrosion sous contrainte est un phénomène apparaissant lorsqu'il y a une interaction entre la contrainte et la corrosion, entraînant ainsi une dégradation prématurée du matériau (Kruger 1980).

Pour le cas spécifique des réfractaires, il n'y a jamais eu de mise en évidence d'un tel phénomène. Pourtant, de par la nature de leur application, ces matériaux se retrouvent simultanément en contact avec des métaux liquides engendrant leur corrosion et sous l'effet de contraintes mécaniques provenant de diverses sources. Ainsi, un bref aperçu des mécanismes de corrosion sous contrainte de différents matériaux est d'abord exposé. Puis, la présentation du cas de la corrosion des réfractaires par l'aluminium liquide permettra de faire des analogies avec ces matériaux.

2.3.1 Corrosion sous contrainte des métaux

Dans le cas des métaux, le phénomène de corrosion sous contrainte a été étudié pour différents alliages et dans différents milieux. Malgré cela, les mécanismes impliqués ne sont compris qu'en partie. En fait, il ne semble pas exister de mécanisme universel.

Deux grandes catégories de mécanismes responsables sont généralement définies. Il s'agit des modèles anodiques et cathodiques (Woodtli et Kieselback 2000). Les modèles cathodiques sont principalement associés à la fragilisation par l'hydrogène. Plusieurs théories ont été proposées pour expliquer ce phénomène, notamment la théorie de la pression, celle de l'adsorption, de la décohésion, de la formation de composés hydrogénés, ... (ASM Metals Handbooks 2003). Généralement, il s'agit d'un mécanisme par lequel le métal absorbe, ou du moins adsorbe, l'hydrogène sous forme ionique, atomique ou moléculaire qui vient, par la suite, modifier l'état de contrainte ou les propriétés locales de son hôte. Ces dernières théories se différencient donc par la source d'hydrogène impliquée ainsi que par ses méthodes d'adsorption, de transport et d'action. La fragilisation par les métaux liquides est un autre exemple de mécanisme agissant par adsorption d'espèces environnantes (Sebbani 2001). Ces éléments viennent affaiblir les liaisons interatomiques provoquant une diminution de la contrainte requise pour l'initiation d'un clivage.

Parmi les modèles anodiques, deux se distinguent particulièrement : celui de la rupture du film passif et celui du film induisant un clivage. Ces modèles supposent l'existence d'un film passif en surface du métal sans lequel la corrosion seule dégrade le matériau et la contrainte devient alors peu influente (Kruger 1980). Le film passif est en fait une couche plus stable, souvent d'oxyde ou d'hydroxyde, qui recouvre la surface subissant l'agression. Il fait en sorte que la cinétique de la corrosion soit grandement réduite puisqu'elle devient alors limitée par la diffusion des espèces. La dégradation

accélérée survient lorsqu'un endroit devient directement exposé à l'environnement agressif par la rupture de cette couche (Woodtli et Kieselback 2000).

Le modèle par rupture du film passif suppose que la contrainte crée une fissure en surface dont les parois et le fond sont passivés après un certain temps. Puis, suite à la rupture du film par glissement de dislocations sous la contrainte appliquée, la fissuration progresse par la dissolution préférentielle du métal exposé en fond de fissure (ASM Metals Handbooks 2003). Ceci a lieu durant le temps requis pour passiver de nouveau la surface. La vitesse de dégradation dépend donc de l'équilibre des cinétiques de la passivation de la surface exposée et de la dissolution du métal.

Le modèle du film induisant un clivage suit la même séquence, c'est-à-dire la formation d'un film passif, la rupture du film et la passivation de l'endroit exposé (ASM Metals Handbooks 2003). Cependant, la différence vient du fait que la propagation de la fissure n'est pas le résultat de la dissolution, mais provient directement d'une fissuration causée par la contrainte mécanique appliquée. Ainsi, la fissure fragile s'initie dans le film et se propage à travers l'interface film-métal par inertie, résultant en une fissuration du métal. Le cycle recommence alors par la passivation du fond de la fissure.

Finalement, il est important de noter que la plupart de ces mécanismes proviennent de réactions électrochimiques, ce qui n'est pas le cas des réfractaires. Cependant, le phénomène de la corrosion sous contrainte a tout de même été observé dans le cas des céramiques et des verres.

2.3.2 Corrosion sous contrainte des céramiques et des verres

Le phénomène de corrosion sous contrainte par l'eau a fréquemment été observé dans les verres (Michalske et Freiman 1983, Tomozawa 1998). Il est aussi connu sous le

nom de fatigue statique parce que la rupture différée des verres survient souvent après un certain temps d'exposition à une contrainte statique de fluage.

En termes de mécanismes, deux approches ont été proposées. La première a été formulée par Charles et Hillig (1965) et se base sur la concentration de contrainte à proximité des défauts. Selon ces auteurs, la corrosion devrait attaquer préférentiellement les endroits soumis à des contraintes élevées telle que la région à proximité d'une fissure. La contrainte étant maximale à la tête de la fissure, la géométrie de cette dernière deviendra potentiellement plus critique par une augmentation de sa profondeur et une diminution de son rayon de courbure.

La seconde approche considère plutôt les réactions chimiques entre les espèces impliquées. Elle a été initialement développée par Michalske (1983) et implique une suite d'étapes de réaction entre une molécule d'eau provenant de l'environnement et une liaison de Si-O-Si située en tête de fissure donc déformée par la contrainte. Essentiellement, il s'agit d'une adsorption des molécules d'eau entraînant par la suite une rupture de la liaison Si-O.

Les céramiques semblent également susceptibles à la corrosion sous contrainte. Ceci est particulièrement le cas de celles qui ne sont pas formées d'oxydes (Wereszczak, Ferber, Kirkland, More, Foley et Yeckley 1995). Pour les céramiques constituées d'oxydes, certains (Choi et Horibe 1993) affirment que leur susceptibilité au phénomène de la fatigue statique dépend, entre autres, de la présence d'une phase vitreuse intergranulaire. Une étude (Cao, Dalgleish, Hsueh et Evans 1987), concernant les propriétés mécaniques de l'alumine polycristalline à haute température, a d'ailleurs révélé l'existence de fissures prématurées en présence de silice amorphe.

Suite à ce court survol, on doit conclure que la corrosion sous contrainte des réfractaires est envisageable. Effectivement, par analogie au cas des céramiques et des

verres, la présence de plusieurs phases dont certaines sont instables ou amorphes ainsi que l'existence de nombreux défauts agissant comme concentrateurs de contraintes, seraient deux raisons valables relativement à leur susceptibilité à ce phénomène.

2.3.3 Corrosion sous contrainte des réfractaires

Jusqu'à maintenant, la corrosion sous contrainte des réfractaires n'a pratiquement pas été étudiée. En fait, une seule étude a été accomplie par Rigaud et Guéroult (1992). Celle-ci consistait en un essai de traction réalisé dans l'acier liquide. À notre connaissance, elle ne semble cependant pas avoir donné de résultats concluants relativement au phénomène. Conséquemment, seule une revue de la corrosion simple des alumino-siliceux au contact de l'aluminium est faite. Par la suite, il sera donc possible d'émettre certaines hypothèses relatives à la présence du phénomène de la corrosion sous contrainte dans les réfractaires.

Les deux principaux mécanismes de corrosion des réfractaires utilisés en fonderie de l'aluminium sont l'oxydoréduction et l'oxydation directe du métal (Gabis 1995). Les réactions impliquées par ces mécanismes donnent naissance aux phénomènes de croissance interne et externe montrés à la figure 2.8 (Allaire 2001c).

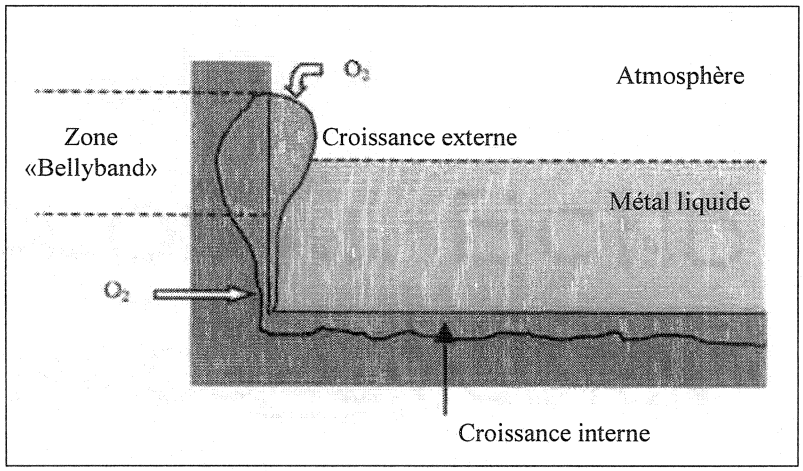


Figure 2.8 : Schéma d'un four de traitement de l'aluminium

2.3.3.1 Corrosion par oxydation directe du métal

L'aluminium a une forte tendance à s'oxyder au contact de l'air selon la réaction suivante (Gabis 1995) :

Équation 2.7 : $4\ Al_{(L)} + 3\ O_{2(air)} = 2\ Al_2O_{3(S)}$

Le contact entre l'aluminium et l'air survient dans le réseau de pores ouverts du réfractaire par lequel l'air et le métal se sont infiltrés. Ainsi, lors de la rencontre, la réaction ci-dessus a lieu et le corindon (Al_2O_3) se forme. Cette réaction, dépendant de la profondeur de pénétration du métal, prend donc place à l'intérieur du réfractaire. Or, puisque le corindon a un volume de 25% supérieur à celui de l'aluminium (Gabis 1995), il se produit une réaction d'accommodation se traduisant par une fissuration du réfractaire. Les conséquences sont donc très graves, car cette fissuration permet à nouveau la pénétration du métal qui s'oxyde encore une fois et ainsi de suite.

2.3.3.2 Corrosion par oxydoréduction

Lorsque l'aluminium liquide entre en contact avec un réfractaire alumino-siliceux, il a également tendance à s'oxyder mais, cette fois-ci, par la réduction des oxydes présents dans le réfractaire. La silice (SiO_2) libre, sous forme de quartz ou de cristobalite, est particulièrement vulnérable à cette attaque, puisque l'alumine (Al_2O_3) est déjà oxydée. Ainsi, la réaction suivante se produit (Gabis 1995) :

Équation 2.8 : $3\ SiO_{2(réfractaire)} + 4\ Al_{(L)} = 2\ Al_2O_{3(S)} + 3\ Si_{(L)}$

Le corindon (Al_2O_3) formé ayant un volume plus petit que celui de la silice (SiO_2) fait en sort que le métal puisse s'infiltrer d'avantage et continuer son attaque. De plus, le

silicium (Si) produit se dissout dans le bain métallique, pouvant résulter en une contamination.

Ces deux mécanismes engendrent donc la formation d'un composite d'aluminium et d'alumine pouvant avoir des caractéristiques très différentes du produit de départ. L'existence de cette nouvelle structure dépend en fait du degré de corrosion du réfractaire. Celui-ci peut évidemment être influencé par différents facteurs, notamment la profondeur de pénétration du métal et la cinétique de dissolution des réactions chimiques.

2.3.3.3 Mouillabilité et pénétration

Tel que mentionné précédemment, la corrosion dépend de la pénétration du métal liquide à l'intérieur du réfractaire par ses pores, ses fissures, ... En effet, cette infiltration capillaire peut grandement favoriser la corrosion (Sangiorgi 1994). La loi de capillarité se base sur l'équation de Young (Sangiorgi 1994) :

Équation 2.9 : $$\cos\theta = \frac{(\gamma_{SV} - \gamma_{SL})}{\gamma_{LV}}$$

où θ : angle de contact entre le liquide et le solide

γ_{SV} : tension de l'interface solide-gaz (ou vapeur)

γ_{SL} : tension de l'interface solide-liquide

γ_{LV} : tension de l'interface liquide-gaz (ou vapeur)

Ce phénomène peut être visualisé à la figure 2.9 montrant le cas d'un liquide mouillant ($\theta<90°$) et celui d'un liquide non-mouillant ($\theta>90°$). La pénétration spontanée a donc lieu si le liquide mouille le solide.

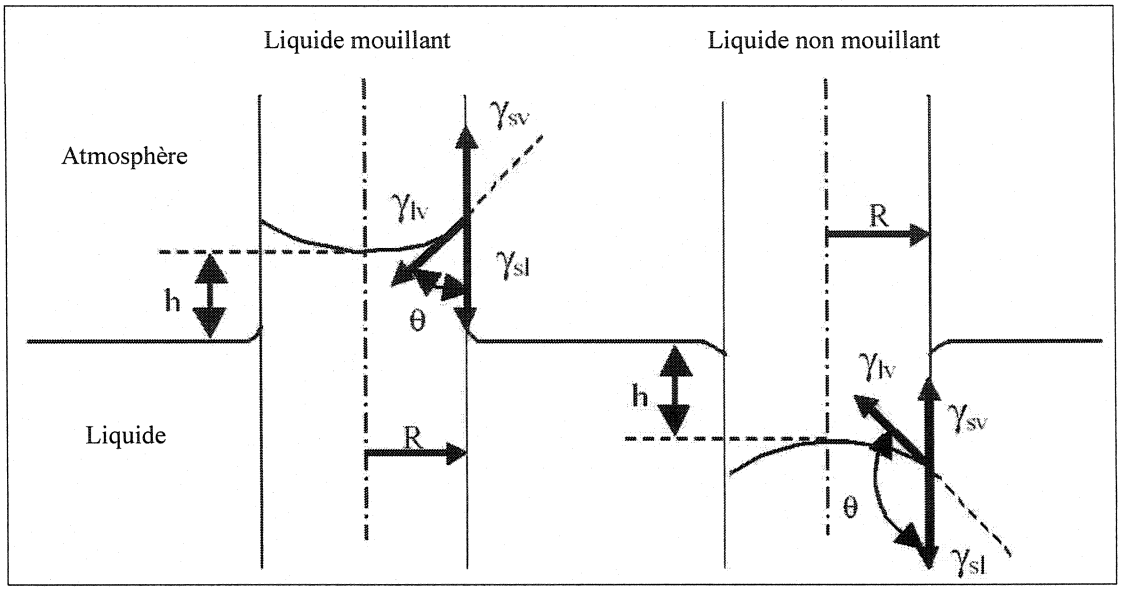


Figure 2.9 : Capillarité de liquides mouillant et non-mouillant

En considérant également que la profondeur de pénétration (h) dépend du différentiel de pression du système, la loi de capillarité s'exprime selon l'équation 2.10 (Gabis 1995).

Équation 2.10 : $$h = \frac{2\gamma_{LV}\cos\theta}{\rho g R}$$

où R : rayon du capillaire

ρ : densité du liquide

g : accélération gravitationnelle = 9,81 m/s^2

D'après cette équation, la profondeur de pénétration est inversement proportionnelle au rayon du capillaire. Cependant, il est également nécessaire de prendre en compte d'autres facteurs tel que la viscosité (η) du liquide. La loi cinétique de Darcy (Allaire 2001c) fait directement intervenir le temps et la viscosité lors de la détermination de la profondeur de pénétration :

Équation 2.11 : $h = \sqrt{\frac{Rt\gamma_{LV}\cos\theta}{2\eta}}$

où η : viscosité du liquide variant selon la température T : $\eta = \eta_0 \exp\left(\frac{Q}{RT}\right)$

η_0 : constante

Q : énergie d'activation du liquide

R : constante des gaz parfaits = 8,31 J/(mol·K)

T : température absolue

À l'aide de cette équation et en considérant θ et γ_{LV}, comme étant constants (même système), il est possible de déduire que la profondeur de pénétration est favorisée par les facteurs suivants :

- de grands rayons capillaires;
- de longs temps d'exposition;
- des liquides de basses viscosités;

2.3.3.4 Dissolution

Les réactions de corrosion peuvent également être limitées au point de vue cinétique. Le taux de dissolution du réfractaire dans le métal liquide est donné par la loi de Nernst (Allaire 2001c) :

Équation 2.12 : $V = \frac{\partial n}{\partial t} = \frac{DA}{e}(n_s - n)$

où V : cinétique de dissolution

D : coefficient de diffusion variant selon la température T : $D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{kT}\right)$

D_0 : constante

Q : énergie d'activation de la diffusion

k : constante de Boltzmann = $1{,}38 \times 10^{-23}$ J/K

A : surface de contact (métal liquide-réfractaire)

e : épaisseur de la couche interfaciale

$n_s - n$: différence de concentration (s : saturation du métal liquide à l'interface)

t : temps de contact

Puisque le coefficient de diffusion suit une loi d'Arrhenius en fonction de la température, il est possible de conclure qu'une température élevée favoriserait la cinétique. De plus, en référence à l'équation 2.11, puisque la viscosité diminue avec une augmentation de la température, celle-ci favoriserait la pénétration. Enfin, une diminution de la viscosité entraînerait potentiellement une diminution de l'épaisseur de la couche interfaciale, favorisant ainsi la cinétique de dissolution.

CHAPITRE 3 - ÉTUDES THÉORIQUES DES PHÉNOMÈNES

Le présent chapitre présente le développement d'approches théoriques tentant d'expliquer les deux phénomènes étudiés. À notre connaissance, ces développements ne se retrouvent pas dans la littérature.

3.1 Développements subséquents du modèle visco-élasto-plastique

En supposant que le fluage des réfractaires est principalement le résultat d'un écoulement visqueux de la matrice sans endommagement considérable, il est possible que les paramètres (E_I, E_{II}, η_I et η_{II}) du modèle visco-élasto-plastique aient des significations réelles :

- E_I : module équivalent correspondant à la rigidité élastique du matériau;
- η_I : viscosité (amortissement) équivalente correspondant à la réponse viscoplastique du matériau;
- E_{II} : module équivalent représentant l'effet restrictif des agrégats sur la réponse temporelle réversible;
- η_{II} : viscosité (amortissement) équivalente représentant l'effet complaisant de la matrice sur la réponse temporelle réversible;

Ces définitions proviennent évidemment d'un raisonnement considérant les bétons réfractaires comme étant constitués d'une matrice et d'agrégats. Une telle différenciation est communément rencontrée dans le domaine des réfractaires (Wilkinson 1998, Simonin, Olagnon, Maximilien et Fantozzi 2002).

Selon cette logique, le fluage à haute température est principalement associé à une déformation retardée de la matrice partiellement retenue par les agrégats. La viscoélasticité est donc hypothétiquement reliée à l'équilibre des forces entre la matrice

et les agrégats. Cependant, le modèle précédent ne tient pas compte des pourcentages volumiques des deux constituants. Un modèle incluant ces proportions permettrait potentiellement l'estimation des propriétés intrinsèques des constituants.

En ne considérant que la réponse temporelle du matériau, on peut utiliser la loi des mélanges communément employée dans le domaine des matériaux composites (Dorlot, Baïlon et Masounave 1986) pour définir un modèle simple tenant compte de ces pourcentages volumiques.

Tout d'abord, il s'agit de définir un volume élémentaire qui, lorsque répété, représente l'ensemble du béton réfractaire. L'emploi de cet élément suppose donc que le matériau considéré est homogène et continu selon les hypothèses de la mécanique des milieux continus. Pour simplifier davantage, cet élément a des dimensions unitaires L par H et une épaisseur unitaire. La figure 3.1 montre un tel élément en deux dimensions qui, selon les proportions de matrice et d'agrégats, peut varier en composition.

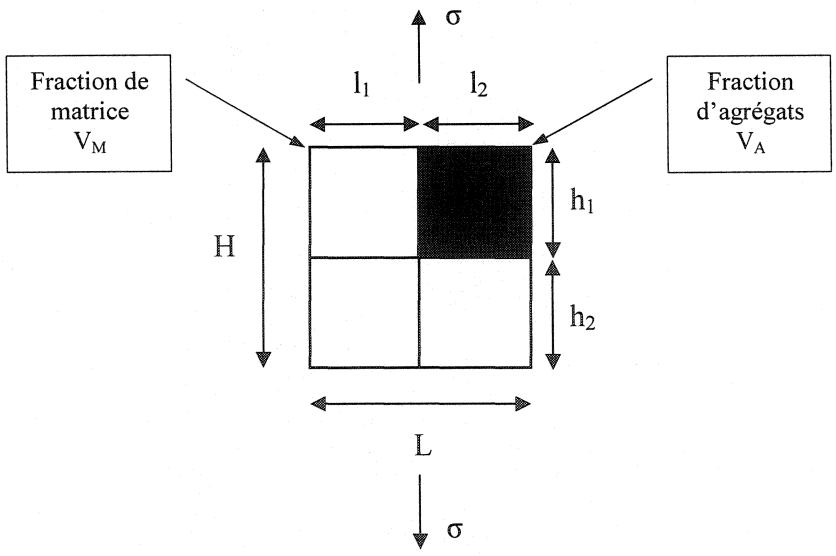


Figure 3.1 : Élément de volume unitaire

L'élément volumique est divisé en huit parties associées aux constituants. Ses divisions et ses limites sont bien évidemment restreintes par des conditions géométriques de compatibilité. En supposant que les agrégats sont parfaitement élastiques et que la matrice les entourant est entièrement responsable de la déformation viscoplastique, on peut associer, à chacun de ces constituants, un ressort et un amortisseur, respectivement. Ainsi, de manière à bien respecter les hypothèses mentionnées précédemment, on associe un assemblage de ces éléments à chaque rangée. La première rangée (notée R1) est donc constituée d'un amortisseur en parallèle avec un ressort, représentant respectivement la viscosité de la matrice (η_M) et la rigidité des agrégats (E_A). La seconde rangée (notée R2) est constituée d'un seul amortisseur représentant la viscosité (η_M) de la matrice. Il s'agit par la suite d'obtenir une équation du comportement de cet assemblage tout en tenant compte des dimensions (h_1 et h_2) des rangées qui, elles, découlent des pourcentages volumiques des constituants. Puisque le signal en compression est en une seule dimension, les fractions volumiques des agrégats et de la matrice (V_A et V_M, respectivement) sont donc converties à un cas en une seule dimension. En prenant le cas d'un agrégat cubique, sa fraction volumique s'exprime donc ainsi : $V_A = h_1 l_1 e_1 = h_1^3$, où e_1 est son épaisseur. Le volume total de l'élément étant unitaire, h_2 est définie ainsi : $h_2 = 1 - h_1$.

Les rangées R1 et R2 sont de largeurs h_1 et h_2, respectivement. L'application de la contrainte provoque une variation de largeur ΔH qui est la somme des variations de largeur Δh_i de chaque rangée : $\Delta H = \Delta h_1 + \Delta h_2 = h_1 \varepsilon_{R1} + h_2 \varepsilon_{R2} = H\varepsilon$, où $\varepsilon = \frac{\Delta h}{h}$. Les contraintes (ou forces) sont, quant à elles, les mêmes pour les deux rangées : $\sigma = \sigma_{R1} = \sigma_{R2}$. En tenant compte de ces équations, il est donc possible d'obtenir l'expression suivante pour le taux de fluage ($\dot{\varepsilon}_d$) en une seule dimension :

Équation 3.1 : $$\dot{\varepsilon}_d = h_1 \dot{\varepsilon}_{R1} + h_2 \dot{\varepsilon}_{R2} = h_1 \left[\frac{\sigma - E_A \varepsilon_{R1}}{\eta_M} \right] + h_2 \left[\frac{\sigma}{\eta_M} \right]$$

où E_A : module élastique des agrégats

η_M : viscosité de la matrice

h_1, h_2 : dimensions parallèles à la contrainte associées aux fractions volumiques des constituants

L'objectif visé est donc d'utiliser cette équation pour obtenir des estimations des propriétés intrinsèques (E_A et η_M) par analyse inverse, puisque certaines de ces propriétés, notamment la viscosité de la matrice, sont très difficiles à mesurer expérimentalement. De plus, les résultats pourraient potentiellement aidés à comprendre le comportement mécanique temporel des réfractaires. Évidemment, ce modèle reste limité, notamment par ses hypothèses de départ, par sa définition en une seule dimension et par le fait qu'il ne considère que les déformations différées.

3.2 Discussion sur la corrosion sous contrainte des réfractaires

La corrosion sous contrainte est un phénomène très complexe, engendré par la présence simultanée d'un matériau, d'une sollicitation mécanique et d'une attaque chimique provenant de l'environnement. Tel que mentionné précédemment, la corrosion dépend de la cinétique de dissolution du réfractaire, de la mouillabilité et de la pénétration du liquide ainsi que des réactions de réduction. Ainsi, en supposant que le réfractaire se fissure sous l'effet d'une contrainte mécanique, sa surface de contact avec l'aluminium devient possiblement plus grande que la surface définie géométriquement. La cinétique de dissolution s'en trouve donc augmentée si l'aluminium s'infiltre dans ces fissures. Cette infiltration dépend des dimensions des fissures, mais également de la viscosité de l'aluminium liquide et du temps de contact de celui-ci avec le réfractaire. Suite à cette infiltration qui devrait être d'autant plus sévère que la température est élevée, les réactions de réduction peuvent alors se produire et augmenter les possibilités de pénétration du métal lors des changements de volumes des produits formés. De plus, la présence de contraintes mécaniques peut également faire augmenter la fissuration et

ainsi favoriser la corrosion. D'une autre perspective, l'attaque chimique pourrait transformer localement le réfractaire, particulièrement au voisinage des fissures de par la grande surface spécifique exposée. Les produits de corrosion, en plus de créer davantage de défauts, changeraient les propriétés locales du matériau et possiblement sa géométrie. Ceci pourrait donc avoir un effet sur la propagation des fissures sous une contrainte imposée.

Cette courte mise en situation est évidemment hypothétique, mais provient tout de même des observations du phénomène de la corrosion sous contrainte dans d'autres matériaux. Il est même possible de pousser plus loin ce raisonnement en le basant sur le phénomène de passivation des métaux. Effectivement, dans le cas hypothétique de la formation d'une couche protectrice de produits de corrosion en surface, la rupture de cette couche entraînerait une dégradation accélérée du matériau. En fait, le corindon formé lors de l'oxydation directe du métal ayant un volume plus grand que le métal lui-même, engendre des contraintes mécaniques internes provoquant la fissuration. Ce mécanisme, considéré comme de la corrosion simple, pourrait en fait être associé à de la corrosion sous contrainte. Évidemment, il est possible d'ajouter que l'application d'une contrainte extérieure favoriserait d'autant plus le phénomène par la création d'une fissuration supplémentaire. Par raisonnement inverse, dans le cas pour lequel la couche de produits de corrosion serait continue, la cinétique de l'attaque diminuerait beaucoup, car elle serait limitée par la diffusion des espèces à travers cette couche. Ce cas est évidemment peu probable, puisqu'il semble que la corrosion ne soit pas uniforme dû au fait qu'elle attaquerait certaines phases plutôt que d'autres. Enfin, en se fiant aux hypothèses prétendant que la réaction chimique est favorisée aux endroits sous contrainte, il est bien évident que la corrosion sous contrainte serait une possibilité envisageable de dégradation accélérée des réfractaires.

3.2.1 Comportement d'une poutre en flexion soumise à la corrosion

Dans le cadre de ce travail, l'étude de la corrosion sous contrainte dans les réfractaires est accomplie à l'aide d'un essai de fluage d'une éprouvette soumise simultanément à la flexion et à la corrosion. La présente section expose donc la logique derrière la prévision du comportement d'une telle éprouvette. Cette approche mécanistique est basée sur le fait que les propriétés de l'éprouvette changent tout au long de la corrosion. Elle considère le cas simple du comportement d'une poutre linéaire élastique en flexion pure. Ceci implique donc que les hypothèses classiques permettant l'application des équations découlant de cette théorie soient respectées. Ces hypothèses se résument aux suivantes (Bazergui, Bui-Quoc, Biron, McIntyre et Laberge 1993) :

- Les éprouvettes sont droites avant le chargement;
- Le matériau est élastique et ses propriétés en tension et en compression sont les mêmes;
- Le matériau est homogène (macroscopiquement);
- La flexion se produit selon un seul plan qui correspond avec l'axe principal de la section;
- L'effort tranchant (V) est nul et, conséquemment, le moment fléchissant (M) est constant sur toute la longueur de la poutre;

De cette façon, les équations ci-dessous peuvent être utilisées pour le cas classique de la flexion d'une éprouvette supportant une charge concentrée au centre (Bazergui, Bui-Quoc, Biron, McIntyre et Laberge 1993).

Équation 3.2 : $$\sigma = -\frac{My}{I}$$

Équation 3.3 : $$\delta = \frac{FL^3}{48EI}$$

où σ : contrainte longitudinale au plan de position y

y : position relative à l'axe neutre

I : moment d'inertie de l'éprouvette

F : charge appliquée en flexion

L : longueur de l'éprouvette (entre les deux points d'appui)

E : module d'élasticité du matériau

δ : flèche au centre de l'éprouvette

La distribution des contraintes dans le cas d'une poutre composée d'un seul matériau à comportement élastique linéaire est représentée à la figure 3.2. La contrainte varie linéairement à travers l'épaisseur de l'éprouvette, passant d'une tension maximale à la fibre inférieure à une compression maximale à la fibre supérieure, selon l'équation 3.2.

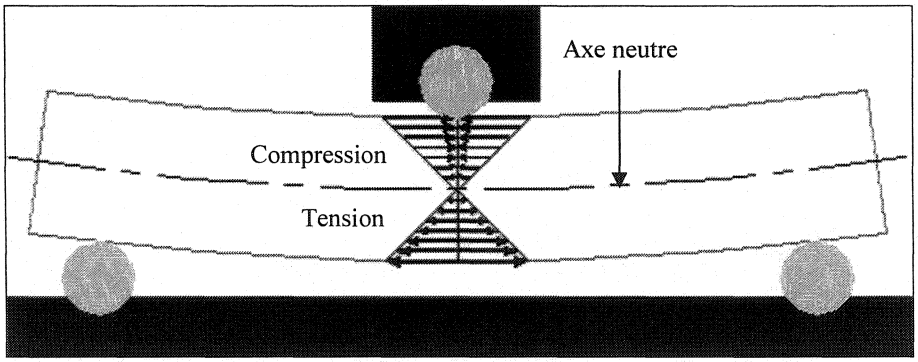


Figure 3.2 : Distribution des contraintes en flexion pure selon la théorie linéaire élastique

Le cas d'une éprouvette subissant une corrosion, dont le profil longitudinal est plat, correspond plutôt à une poutre hétérogène dont la partie inférieure est constituée du produit de la corrosion. Cette poutre composite n'a donc pas un module élastique constant sur toute sa section. Ainsi, en considérant un produit de corrosion ayant un module moindre que le réfractaire initial, la distribution des contraintes dans la poutre devient qualitativement celle représentée par la figure 3.3. Il apparaît donc une

discontinuité au plan de jonction des deux matériaux. De plus, l'axe neutre de la poutre se déplace vers le haut.

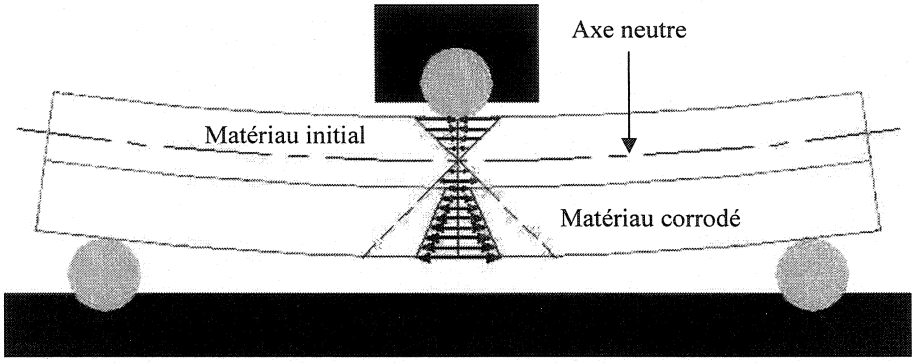


Figure 3.3 : Distribution des contraintes en flexion pure d'une poutre composite

Afin d'utiliser les équations de la théorie des poutres linéaires élastiques, l'éprouvette doit être considérée comme étant constituée d'un seul matériau. D'abord, posons que le matériau vierge (noté A) possède un module E_A et que la portion corrodée (notée B) possède un module E_B. L'effet de la présence d'une portion de rigidité E_B peut être simulé par un changement de sa section. Tel qu'illustré à la figure 3.4, la section équivalente possède la même hauteur que la section B, mais une largeur qui dépend du rapport E_B/E_A de façon à maintenir son centre de gravité (centroïde) à la même position. L'équation 3.4 est donc utilisée pour calculer la largeur équivalente de la section B.

Équation 3.4 : $$b_{\text{équivalente}} = \frac{b_B E_B}{E_A}$$

où b_B : largeur initiale de la section B

Suite à ce changement, le centroïde ($\bar{y}$) et le moment d'inertie (I) de la section complète de la poutre peuvent être calculés selon les formules usuelles propres aux sections rectangulaires (Bazergui, Bui-Quoc, Biron, McIntyre et Laberge 1993).

Équation 3.5 : $$\bar{y} = \frac{\sum A_i \bar{y}_i}{\sum A_i}$$

Équation 3.6 : $$I = \sum \left[\frac{b_i h_i^3}{12} + A_i (\bar{y} - \bar{y}_i)^2 \right]$$

où b_i, h_i :base et hauteur des sections, respectivement

$\bar{y}_i$: centroïdes des sections à partir de la fibre inférieure

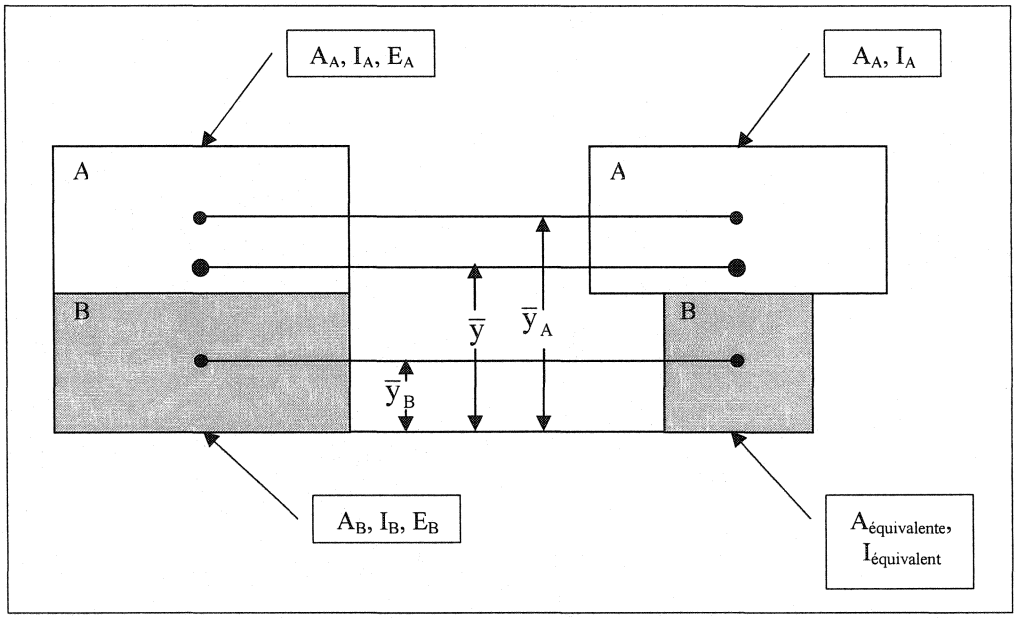


Figure 3.4 : Exemple de la section équivalente d'une poutre composite pour $E_B < E_A$

De cette façon, on peut utiliser les équations 3.2 et 3.3 pour calculer les contraintes normales et la flèche de la poutre composite. La discontinuité dans la distribution des contraintes, apparaissant à l'interface des deux matériaux, peut alors être quantifiée en utilisant la relation suivante pour calculer la contrainte (σ_B) agissant dans le matériau B :

Équation 3.7 : $$\sigma_B = \frac{E_B \sigma_A}{E_A}$$

L'application de cette méthode au cas d'une éprouvette sous contrainte subissant de la corrosion permet de faire certaines affirmations. La figure 3.5 montre les résultats de calculs obtenus à l'aide des équations précédentes pour le cas d'une poutre composite dont le module de la partie corrodée (E_B) correspond à la moitié du module initial (E_A).

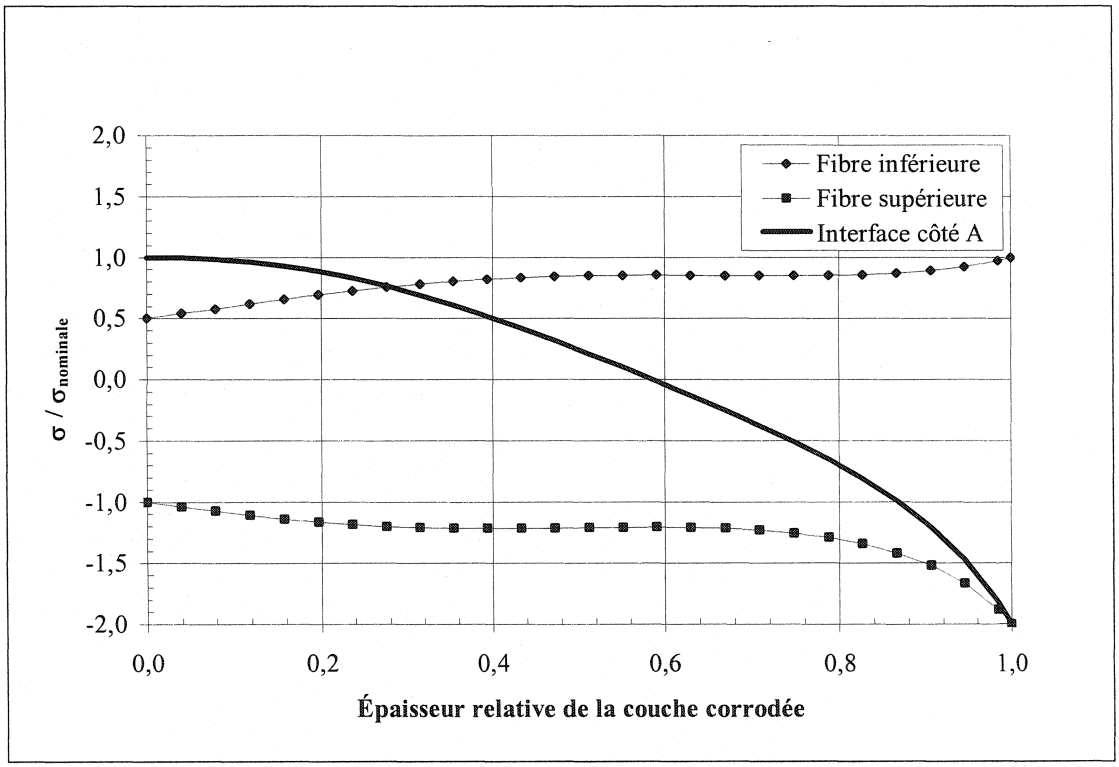


Figure 3.5 : Variations des contraintes lors de l'augmentation de l'épaisseur de la couche corrodée pour un rapport $E_A/E_B=2$

L'évolution des contraintes à différentes positions en fonction de l'épaisseur de la couche corrodée peut donc être visualisée. Les contraintes aux fibres inférieure et supérieure correspondent, respectivement, à celles de tension dans le matériau B et de compression dans le matériau A. La contrainte à l'interface côté A est évidemment celle qui agit dans le matériau A au front de corrosion. Enfin, les quantités sont relativisées par rapport à la contrainte nominale, correspondant à la tension à la fibre inférieure lorsque la poutre n'est pas corrodée, c'est-à-dire entièrement composée du matériau A. Cette analyse élastique révèle que la contrainte de tension à la fibre inférieure augmente

d'un facteur égal au rapport des modules E_A/E_B. La contrainte de compression en fait de même à la fibre supérieure. L'évolution de la contrainte à l'interface (côté A) des deux matériaux passe graduellement de la tension à la compression. Il est intéressant de noter que, pour ce cas particulier, la corrosion doit atteindre plus de la moitié de l'éprouvette pour que la contrainte à l'interface passe à la compression.

Un exemple de l'évolution des contraintes lorsque $E_A/E_B = 0,5$ est présenté à la figure 3.6.

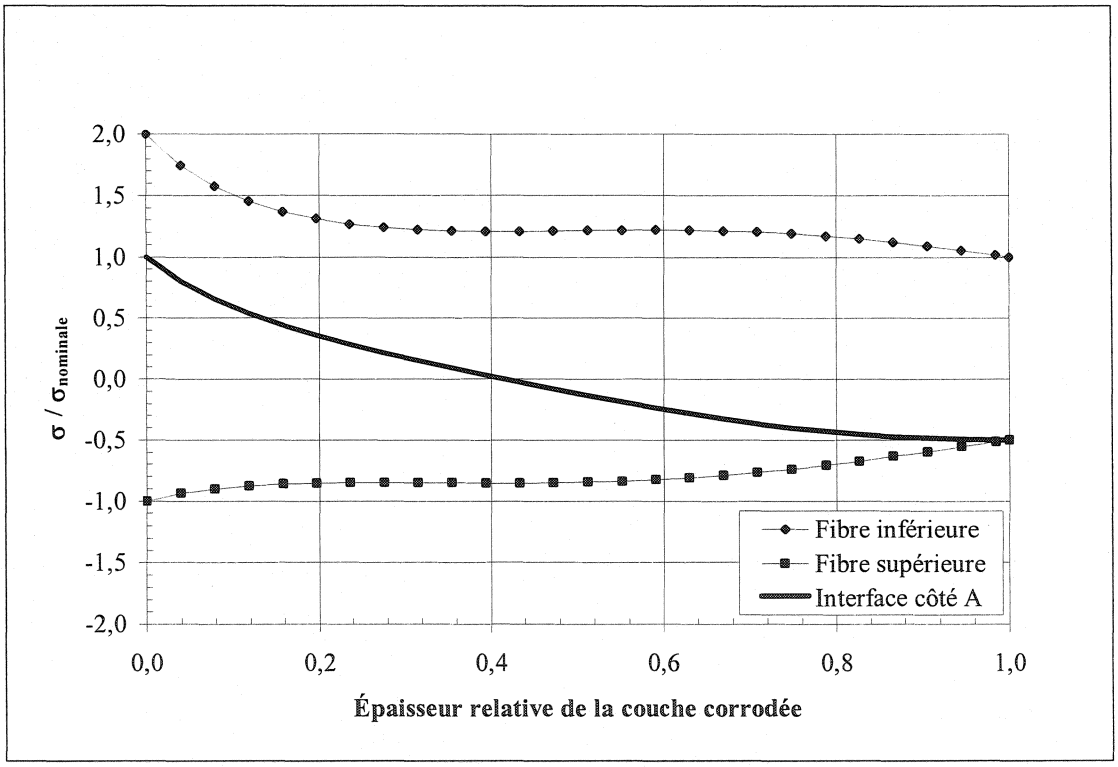


Figure 3.6 : Variations des contraintes lors de l'augmentation de l'épaisseur de la couche corrodée pour un rapport $E_A/E_B = 0,5$

Cette fois-ci, la contrainte à l'interface passe à la compression avant que la corrosion ait atteint la moitié de l'épaisseur. De plus, les contraintes maximales aux fibres extrêmes diminuent d'un facteur égal au rapport des modules E_A/E_B. Ainsi, ce cas serait probablement moins sévère que le cas précédent.

Le rapport des modules a été varié de 0,05 à 20 de façon à observer son effet sur la position de l'axe neutre. En fait, cette position correspond à la profondeur de corrosion pour laquelle la contrainte à l'interface dans le matériau A devient négative. Cette profondeur est donc très pertinente puisque, selon notre hypothèse, une contrainte de tension devrait normalement favorisée la corrosion en ouvrant les fissures et en facilitant d'éventuels gains de volume. La figure 3.7 montre que celle-ci est fortement influencée par le rapport E_A/E_B de telle sorte que la durée pendant laquelle le front de corrosion est en tension dépendrait des propriétés mécaniques des produits de corrosion.

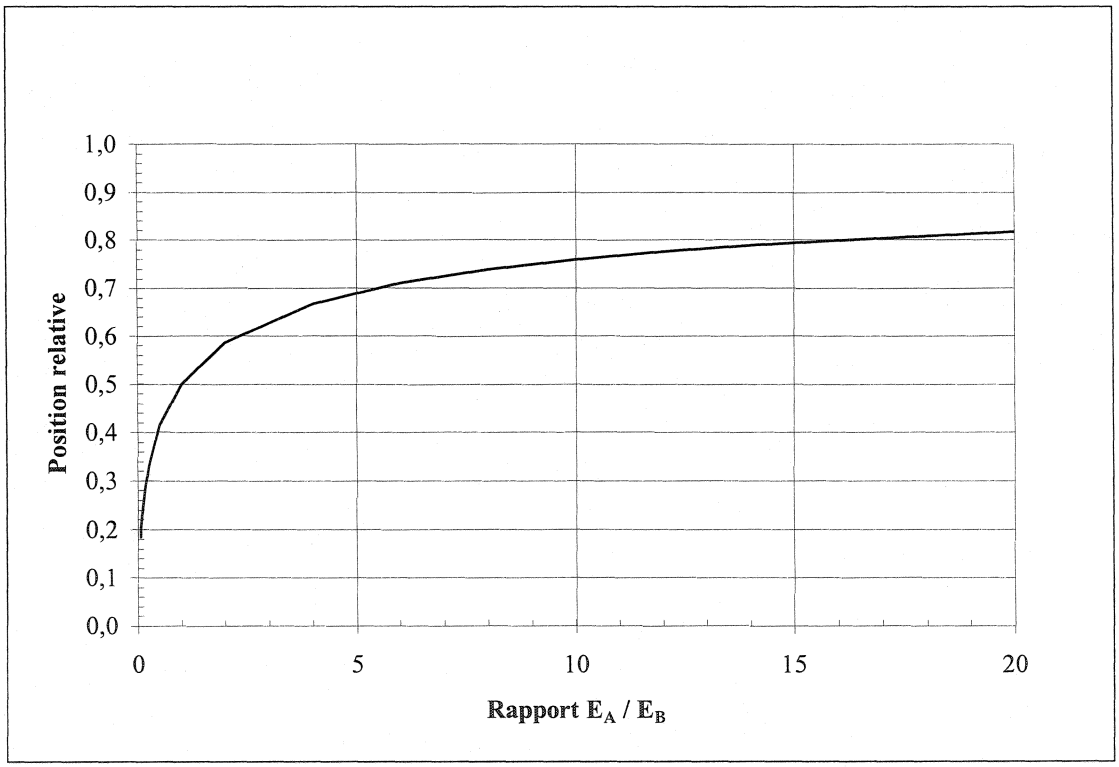


Figure 3.7 : Influence du rapport des modules E_A/E_B sur la position de l'axe neutre

Finalement, de par les manipulations qu'il impliquerait et le fait que seule l'élasticité linéaire est considérée, ce raisonnement n'est probablement pas directement applicable dans le cadre de ce mémoire. Cependant, il pourrait s'avérer utile lors de

développements subséquents concernant le phénomène de la corrosion sous contrainte. C'est pourquoi sa présentation a été jugée pertinente.

CHAPITRE 4 - CHEMINEMENT EXPÉRIMENTAL

Tel que présenté dans les chapitres précédents, ce projet est divisé en deux axes majeurs, soient l'étude du phénomène de la corrosion sous contrainte appliquée aux réfractaires ainsi que la caractérisation du comportement temporel de ces mêmes matériaux. Ces deux parties sont, en quelque sorte, reliées par la variable du temps qui exerce une influence incontestable dans un cas comme dans l'autre. En effet, la cinétique de la corrosion étant très lente, les essais de corrosion sous contrainte impliquent l'application de charges mécaniques durant de longues périodes de temps. Il est donc essentiel de bien définir le comportement des réfractaires soumis à des sollicitations prolongées de façon à déceler, le cas échéant, l'influence de la corrosion sur le comportement mécanique. Il est également important de mentionner que l'expression «corrosion sous contrainte» est employée pour désigner non seulement les effets de la corrosion sur le comportement mécanique des réfractaires, mais également ceux d'une contrainte sur la corrosion.

Le présent chapitre explique les raisons pour lesquelles certains matériaux ont été sélectionnés et celles pour lesquelles différentes procédures ont été employées. Il décrit donc en détails le cheminement expérimental mis en application lors de ce projet de recherche.

4.1 Rappel des hypothèses

Les hypothèses ayant motivé la réalisation de ce travail sont présentés brièvement dans cette section. De plus amples détails quant à leurs origines se retrouvent dans les chapitres précédents traitant de la problématique et de la théorie associées à ces phénomènes.

4.1.1 Hypothèse relative au comportement mécanique temporel

La présence, à haute température, de phénomènes tels que le fluage et la relaxation implique que les réfractaires puissent être considérés non plus comme des matériaux fragiles, mais plutôt comme des matériaux adoptant un comportement quasi-fragile, voir même visco-élasto-plastique (Simonin 2000). Conséquemment, des études relatives au fluage de ces matériaux sont fréquemment réalisées. Cependant, peu d'entre elles traitent de la partie viscoélastique de la déformation présente lors du fluage primaire et s'estompant graduellement lors de périodes de repos. C'est pourquoi, l'objectif principal de cette investigation est d'étudier plus en profondeur l'importance et la provenance de cette contribution à la déformation inélastique retardée. Puisque celle-ci devrait être influencée par certaines conditions expérimentales, l'hypothèse de départ ayant motivé la réalisation de ce projet est la suivante :

L'amplitude de la déformation viscoélastique d'un matériau est influencée par certains facteurs aussi bien internes qu'externes à celui-ci.

4.1.2 Hypothèse relative à la corrosion sous contrainte

La corrosion sous contrainte est un phénomène présent dans plusieurs matériaux. Cependant, pour le cas spécifique des réfractaires, il n'y a jamais eu de mise en évidence d'un tel phénomène. Jusqu'à maintenant, certaines expériences (Sebbani 2001) relatives à différents mécanismes de dégradation des réfractaires ont révélées que les chocs thermiques abaissent la résistance à la corrosion de ces matériaux. De cela, on peut supposer que l'endommagement causé par les chocs thermiques soit potentiellement responsable de cette diminution. Par analogie, l'endommagement généré par une contrainte mécanique pourrait faire diminuer la résistance à la corrosion d'un réfractaire. Puis, la corrosion résultante, de par les transformations locales qu'elle occasionne, devrait incontestablement influencer ses propriétés mécaniques. En conséquence, il est

plausible que la corrosion sous contrainte soit à la source d'une dégradation accélérée des réfractaires. Ainsi, ceci a mené à la formulation de l'hypothèse qui suit :

Les actions simultanées de la corrosion et de contraintes mécaniques sont potentiellement plus dommageables que l'une ou l'autre prise individuellement, donnant lieu au phénomène de corrosion sous contrainte dans les réfractaires.

4.2 Matériaux utilisés

Les différents produits sélectionnés l'ont été pour trois raisons majeures. Premièrement, l'alumino-siliceux C-6070-3 cuit à 815 °C a été choisi comme matériau de référence dû à ses bonnes propriétés mécaniques et chimiques à cette température. Par référence, il est sous-entendu que ce réfractaire est utilisé lors de la plupart des essais préliminaires permettant la définition d'une procédure expérimentale rigoureuse ainsi que pour les essais de compression visant à caractériser les effets de différents paramètres expérimentaux. De plus, ce produit sera soumis à des essais de flexion afin de comparer son comportement temporel avec celui des autres bétons réfractaires candidats. L'effet d'une augmentation du pourcentage d'alumine pourrait donc être observé à l'aide des produits alumino-siliceux C-7080-4 et C-8090-4. Cependant, comme le montre le tableau 4.1, il est à noter que ces trois premiers bétons réfractaires contiennent des impuretés diverses et des additifs quelque peu différents. Ceci risque donc de grandement influencer leur comportement respectif en fluage, particulièrement si celui-ci est gouverné par l'écoulement visqueux. Effectivement, selon Simonin (2000), les impuretés et les additifs seraient responsables d'un certain ramollissement du matériau dû à une diminution de la viscosité des phases à bas point de fusion dont ils sont à l'origine. C'est pourquoi, l'interprétation des résultats quant à l'effet du pourcentage d'alumine doit être faite avec beaucoup de précautions.

Tableau 4.1 : Compositions chimiques des produits utilisés

Matériaux	Al_2O_3	SiO_2	TiO_2	Fe_2O_3	CaO	MgO	ZrO_2	Fumée de silice	Alcalins
	%	%	%	%	%	%	%	%	%
C-6070-3	57,29	30,26	1,43	0,84	1,42	0,07	3,29		0,09
C-7080-4	69,10	14,40	1,60	1,00	2,60	0,10			0,20
C-8090-4	79,40			0,90	1,30				
SF-4	12,00	84,50		< 0,10					
RC-6634-SFS	96,00	< 0,10	< 0,01	< 0,10	2,60	0,65			
RC-6634-AFS	96,00	< 0,10	< 0,01	< 0,10	2,60	0,65		4,30	
Fumée de silice	0,22	93,30		< 0,10	0,44	0,27			

Note : le signe de «%» est le pourcentage massique.

En second lieu, le réfractaire siliceux SF-4 a été sélectionné surtout pour ses mauvaises propriétés (par rapport aux trois autres) face à la corrosion par l'aluminium liquide. En effet, selon notre hypothèse de départ, la corrosion devrait avoir un effet non négligeable sur le comportement mécanique et vice-versa. Toutefois, ne connaissant pas l'importance de cet effet, il a est jugé judicieux d'opter pour un matériau qui, lors d'essais préliminaires, se corrodait suffisamment pour permettre la confirmation ou l'infirmation de cette hypothèse. Les trois autres candidats, n'ayant pas tendance à se corroder de façon significative (dû notamment à leur teneur élevée en alumine), rendraient vraisemblablement plus difficile l'observation des effets de la corrosion sur le comportement mécanique (mise à part le cas exceptionnel pour lequel la corrosion serait grandement favorisée par la présence d'une contrainte).

Finalement, un cinquième béton réfractaire commercial, le RC-6634, est utilisé dans le but de vérifier l'influence de la fumée de silice sur le comportement mécanique temporel, plus particulièrement la viscoélasticité. Ce produit possède une haute teneur en alumine tabulaire et ne contient aucun additif, mise à part la simple addition de 4,3%

massique de fumée de silice. Évidemment, seulement une partie des éprouvettes contient de la fumée de silice, permettant ainsi de mettre en évidence son effet. Les compositions chimiques soumises de tous les matériaux candidats ainsi que de la fumée de silice employée sont présentées au tableau 4.1. Les compositions détaillées se retrouvent à l'annexe A. Il est important de se référer à ce tableau et à ceux qui suivront dans cette section pour noter la désignation des produits qui est utilisée tout au long de ce mémoire.

4.3 Mise en forme

La première étape de mise en forme est le coulage des matières premières préalablement mélangées à sec. Les mélanges initiaux de matières premières proviennent de divers fournisseurs et sont coulés sous forme de briques soit par le fournisseur lui-même (produits C-7080-4, C-8090-4 et SF-4), soit en laboratoire (produits C-6070-3 et RC-6634). Pour les produits coulés en laboratoire, le coulage est exécuté en suivant la norme américaine ASTM (American Society for Testing and Materials) C 860 – 91 : «Standard Practices for Determining and Measuring Consistency of Refractory Concretes» et le démoulage est effectué 24 heures après celui-ci. Les constituants sont donc mélangés à sec pour environ une à deux minutes avant l'ajout de l'eau de gâchage. Le tout est mélangé pendant encore trois à quatre minutes avant d'être coulé dans un moule vibré durant cinq minutes. Dans tous les cas, les produits sous forme de briques sont séchés à 110 °C au moins 24 heures et enfin cuits cinq heures à la température désirée (815°C ou 1200°C). Le tableau 4.2 montre l'ensemble des données pertinentes relatives à ces étapes de mise en forme. Enfin, il est à noter que le taux de chauffage et celui de refroidissement sont approximativement de 2,0°C/min.

Tableau 4.2 : Variables de mise en forme des matériaux utilisés

Matériaux	Eau de gâchage	Séchage		Cuisson	
		Température	Temps	Température	Temps
	% massique	°C	heures	°C	h
C-6070-3	4,9	110	24	815 et 1200	5
C-7080-4	Four.	Four.	Four.	815 et 1200	5
C-8090-4	Four.	Four.	Four.	815 et 1200	5
SF-4	Four.	Four.	Four.	815 et 1200	5
RC-6634-SFS	4,9	110	24	815	5
RC-6634-AFS	5,7	110	24	815	5

Note : l'abréviation «Four.» signifie que la manipulation a été réalisée par un fournisseur.

4.3.1 Usinage des éprouvettes de compression

Tel que mentionné à la section 4.2, le produit C-6070-3 est utilisé comme référence. Par conséquent, les essais de compression et les essais préliminaires de la partie mécanique sont réalisés uniquement avec ce matériau. Le protocole d'usinage des éprouvettes dédiées aux tests de compression est relativement simple, mais très rigoureux de façon à obtenir des cylindres de diamètre D = 50,8 ± 0,5 mm percés d'un trou de diamètre d = 12,7 sur toute leur hauteur h = 101,6 ± 0,5 mm. Ces dimensions sont partiellement inspirées de la norme internationale ISO (Organisation Internationale de Normalisation) 3187 : «Produits réfractaires – Détermination du fluage à la compression» pour des raisons qui sont explicitées plus loin. Ainsi, à partir de blocs coulés de dimensions 152,4 mm par 114,3 mm par 63,5 mm, les deux faces de 152,4 mm par 63,5 mm sont rectifiées à une hauteur d'environ 108,0 mm, puis percées d'un premier trou de diamètre d = 12,7 mm et ensuite d'un deuxième de diamètre D = 50,8 mm. Le cylindre ainsi obtenu est rectifié et ramené à sa hauteur finale h = 101,6 mm de façon à éliminer toutes les bavures introduites lors du carottage. Cette dernière opération assure aussi le respect des tolérances de planéité (± 0,5 mm) et de parallélisme

(± 0,2 mm) des surfaces supérieure et inférieure ainsi que de celle de perpendicularité (± 0,5 mm) de ces dernières avec l'axe du cylindre. Le non respect de ces tolérances pourrait entraîner une contamination du signal due au fait que la rondelle supérieure (voir la section 4.5.1) pourrait se retrouver en position bancale sur le dessus de l'éprouvette.

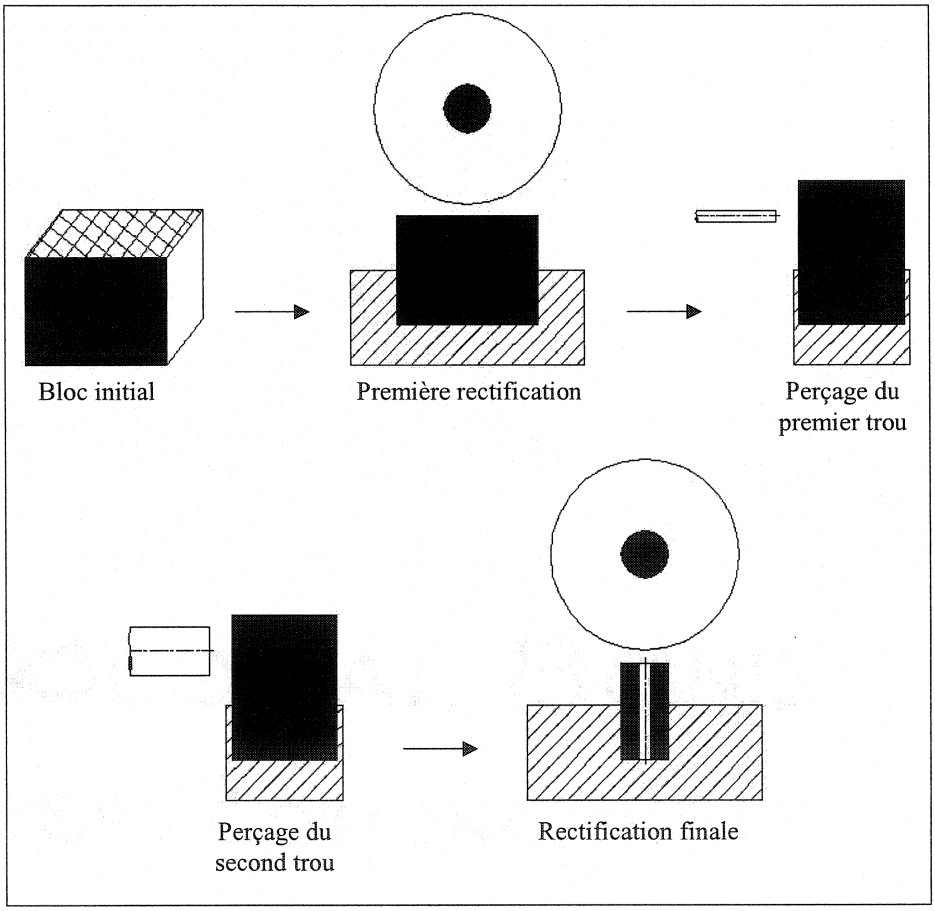


Figure 4.1 : Procédure d'usinage des éprouvettes de compression

L'usinage complet est donc accompli en suivant rigoureusement cette séquence et en prenant bien soin d'appuyer toujours les mêmes surfaces sur le banc d'usinage de façon à respecter les tolérances de parallélisme entre la surface périphérique et l'axe du

cylindre pour que l'axe du trou et celui du cylindre soient confondus. Cette procédure est illustrée à la figure 4.1.

4.3.2 Usinage des éprouvettes de flexion

Les éprouvettes destinées à la flexion sont usinées avec la même rigueur et de façon similaire à celles de compression. Les blocs sont tout d'abord sciés transversalement avec une lame abrasive diamantée de façon à ce que leur longueur résultante soit de 152,4 mm, c'est-à-dire la dimension L.

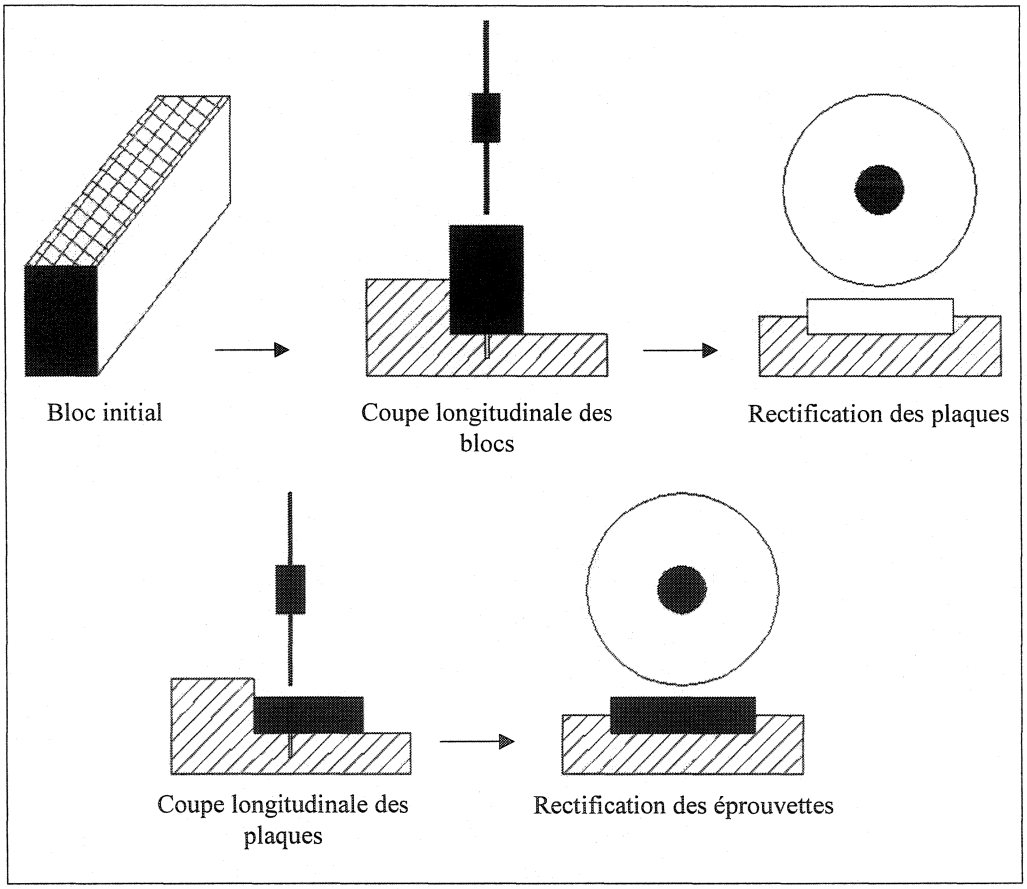


Figure 4.2 : Procédure d'usinage des éprouvettes de flexion

Puis, ils sont coupés longitudinalement de façon à obtenir des plaques qui sont, par la suite, rectifiées à une épaisseur h = 25,4 mm. Enfin, les plaques sont coupées longitudinalement une seconde fois pour obtenir des parallélépipèdes qui sont rectifiés sur leurs deux faces encore brutes. Les éprouvettes obtenues possèdent donc les dimensions finales spécifiées dans le standard américain ASTM C 583 – 80 : «Standard Test Method for Modulus of Rupture of Refractory Materials at Elevated Temperatures», soient : L = 152,4 par b = 25,4 ± 0,8 mm par h = 25,4 ± 0,8 mm. Cette procédure est illustrée à la figure 4.2.

4.3.3 Remarques relatives à la mise en forme et à la géométrie des éprouvettes

Les remarques qui suivent présentent les justifications du choix des dimensions des éprouvettes. De plus, les limites d'application de certaines théories, occasionnées par ces choix, y sont discutées.

4.3.3.1 Effet de «peau»

Les échantillons sont rectifiés sur toutes leurs faces, c'est-à-dire que toutes les surfaces brutes issues du coulage sont éliminées. Ceci permet de réduire au minimum les risques d'engendrer des efforts non axiaux et non uniformes lors de la mise en charge, mais limite aussi l'effet de «peau» apparaissant notamment lorsque les agrégats sont de dimensions considérables par rapport à la plus petite dimension de l'éprouvette. Il est donc primordial de conserver les plus grandes dimensions possibles des spécimens de façon à diminuer cet effet néfaste pouvant influencer le comportement mécanique. Des dimensions trop petites feraient en sorte que la caractérisation des matériaux deviendrait beaucoup moins représentative de la réalité. Mise à part l'échelle relative des constituants par rapport aux dimensions de l'éprouvette, l'effet de «peau» peut également se manifester pour plusieurs autres raisons : gros défauts de surface, grande densité de défauts en surface, ségrégation des fines particules en surface,

microfissuration en surface, … Ces deux premières remarques s'appliquent aussi bien pour les échantillons en flexion que pour ceux en compression, malgré que ces derniers soient beaucoup moins influencés par les défauts de surface. Les éprouvettes en flexion ont un rapport (b ou h)/$d_{a,max}$, représentant la division de la plus petite dimension de l'éprouvette (base ou hauteur) par le diamètre approximatif des plus gros agrégats du produits C-6070-3, de 4,0. Dans le cas des spécimens en compression, le rapport (R-r)/$d_{a,max}$, représentant la division de la soustraction des plus petites dimensions de l'éprouvette (rayon externe et rayon interne du cylindre) par le diamètre approximatif des plus gros agrégats du produits C-6070-3, est de 3,4. Ces rapports sont jugés convenables en les comparant au standard américain ASTM C 133 – 97 : «Standard Test Method for Cold Crushing Strength and Modulus of Rupture of Refractories» spécifiant une valeur d'environ 4,0 pour des éprouvettes ayant des surfaces brutes, ce qui n'est pas le cas ici.

4.3.3.2 Effet «tonneau»

Il est aussi à noter que les dimensions des éprouvettes cylindriques respectent les spécifications de la norme internationale ISO 3187 : «Produits réfractaires – Détermination du fluage à la compression», à l'exception de la hauteur qui a été choisie de manière à minimiser les effets des forces de friction radiales pouvant être engendrées entre les colonnes d'appui et les surfaces inférieure et supérieure des éprouvettes. Ces forces de friction restreignent les déformations radiales aux extrémités du cylindre et introduisent des déformations transversales non uniformes influençant le signal en déplacement longitudinal à proximité de ces surfaces. Ce phénomène, schématisé à la figure 4.3, est communément appelé effet «tonneau» et peut être évité en ayant des éprouvettes de hauteur suffisante pour que le champ de contraintes au centre de celles-ci soit le plus uniforme possible.

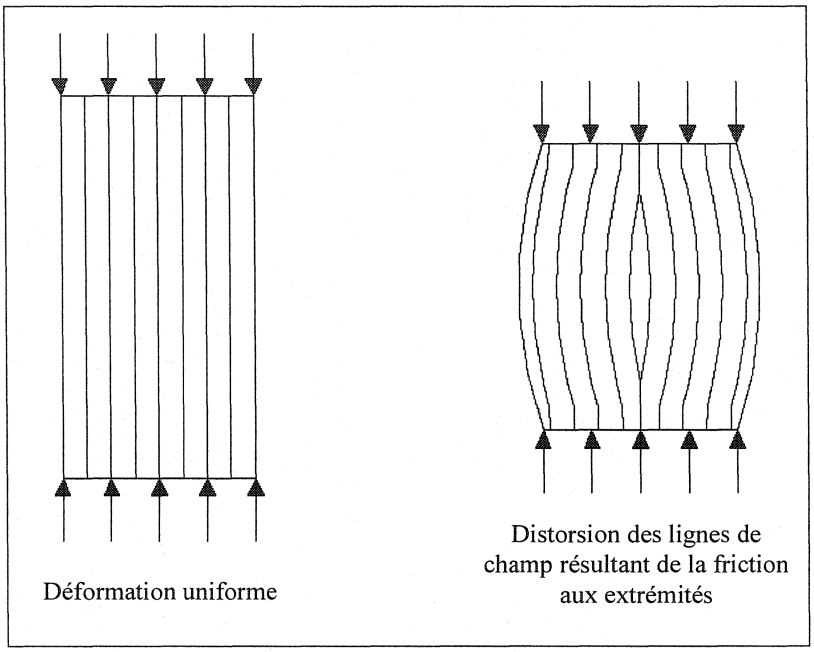


Figure 4.3 : Schéma de l'effet «tonneau» sur une éprouvette soumise à la compression

4.3.3.3 Instabilité due au flambement

Pour les éprouvettes de compression, un rapport de la hauteur sur le grand diamètre (h/D) de 2,0 a été jugé adéquat en considérant les configurations possibles à l'intérieur du four d'essais. Ce rapport permet d'éviter le flambement de l'échantillon tout en favorisant la déformation longitudinale au détriment de la déformation radiale. En effet, le flambement est un mode de défaillance à considérer pouvant survenir lorsqu'il apparaît une instabilité selon la direction longitudinale causée par un chargement non axial introduisant d'importants moments de flexion ou de torsion. Selon les équations d'Euler (Bazergui, Bui-Quoc, Biron, McIntyre et Laberge 1993) associées au flambement, la charge critique de flambement (F_{cr}) d'une colonne est définie par l'équation suivante :

Équation 4.1 : $$F_{cr} = \frac{\pi^2 EI}{KL^2}$$

où E : module d'élasticité du matériau

I : moment d'inertie de la colonne

L : longueur réelle de la colonne

K : facteur de correction pour obtenir la longueur d'une colonne rotule-rotule équivalente

En supposant que les éprouvettes cylindriques adoptent un comportement élastique, il est possible de remplacer les variables de l'équation 4.1 par les valeurs suivantes :

- E = 55,0 Gpa, la valeur la plus basse de tous les modules dynamiques mesurés en mode longitudinal pour le produit C-6070-3, constituant ainsi le pire cas, mais ne prenant pas en considération que le module d'élasticité diminue légèrement lorsque le matériau est à haute température (815°C dans le cas présent);
- I = 325630,4 mm^4, selon la formule $I = \frac{\pi\left(D^4 - d^4\right)}{64}$;
- L = 101,6 mm, la hauteur h des éprouvettes;
- K = 2, constituant le pire cas (colonne encastrée-libre) d'une colonne sujette au flambement

Le résultat de ce calcul est F_{cr} = 8561896,7 N. Cette valeur est grandement supérieure (environ 650 fois plus grande, voir la section 4.5.4) aux charges qui sont appliquées lors des essais de compression. Ainsi, il est possible d'affirmer que le risque de flambement est quasiment nul, même en prenant en considération la diminution de module lors de l'augmentation de la température.

4.3.3.4 Limites d'application des théories linéaires élastiques

Enfin, il est bon remarquer que les dimensions des éprouvettes ont également été choisies en fonction des limites imposées par les dimensions de l'équipement disponible (fours, machine de compression, rectifieuse, carotteuse, creusets, ...). Cependant, il ne faut pas exclure la possibilité que la géométrie elle-même ait une influence non négligeable sur le comportement qu'adopte le matériau. Par exemple, en prenant le cas d'une fissuration à la face inférieure de flexion avec le développement d'une zone endommagée dissipatrice d'énergie (voir figure 4.4) en avant du front de la fissure principale, la taille de cette zone joue un rôle très important pour assurer une propagation stable. Effectivement, si la taille de cette zone est grande par rapport à l'épaisseur de l'éprouvette (cas en ligne pointillée), alors elle ne pourra se développer entièrement et provoquera une rupture fragile, car l'énergie qui ne sera pas dissipée sera alors utilisée pour créer les deux surfaces de la fissure principale.

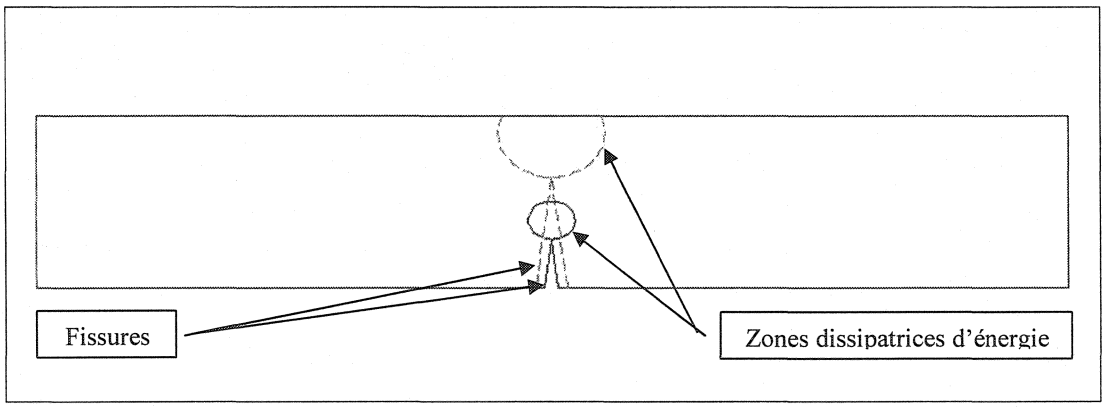


Figure 4.4 : Zone microfissurée de dissipation d'énergie lors de la flexion

Selon Simonin (2000), dans des matériaux quasi-fragiles comme les réfractaires, cette zone microfissurée peut être relativement grande, de l'ordre de trois à cinq fois l'agrégat le plus gros, c'est-à-dire 16,8 à 28,0 mm dans le cas du produit C-6070-3. Les dimensions des éprouvettes de flexion sont donc à la limite du domaine de validité défini

par les hypothèses de la mécanique de la rupture linéaire élastique (en anglais LEFM : Linear Elastic Fracture Mechanics). C'est pourquoi, cette théorie ne sera pas appliquée lors de l'interprétation des résultats. Il est à noter que la dissipation d'énergie peut également avoir lieu sous forme d'écoulement visqueux causant des déformations locales. L'interaction entre la dissipation d'énergie par microfissuration et celle par écoulement visqueux vient donc compliquer le problème.

Le cas de l'application de la théorie des poutres linéaires élastiques en flexion pure est aussi discutable. En effet, les hypothèses classiques permettant l'application des équations découlant de cette théorie ne sont qu'en partie respectées (voir la section 3.2.1). Ainsi, il est évident que les propriétés en tension et en compression des céramiques réfractaires ne sont pas les mêmes. Ceci implique donc que l'axe neutre n'est pas l'axe de symétrie de la section et que la distribution de contrainte est différente de celle appréhendée et présentée à la figure 3.2. De plus, le cas de la flexion pure, supposant une contribution négligeable de l'effort tranchant (V) à la déformation, est discutable. En effet, selon les dimensions des éprouvettes et en se basant sur l'équation ci-dessous, également issue de cette théorie, le cisaillement maximal représenterait 10% de la contrainte maximale, ce qui est considérable.

Équation 4.2 : $$\tau = \frac{3V}{2bh}$$

où b, h : base et hauteur de l'éprouvette, respectivement

τ : contrainte de cisaillement au plan neutre

V : effort tranchant

Pourtant, les résultats des équations de la théorie des poutres sont tout de même couramment utilisés par les réfractairistes. Différentes normes emploient ces relations pour les calculs de contraintes en flexion. Le standard ASTM C 583 – 80 : «Standard Test Method for Modulus of Rupture of Refractory Materials at Elevated Temperatures»

en est un exemple. En fait, les valeurs calculées ne sont que des estimations permettant la comparaison des matériaux entre eux. Toutefois, puisque l'objectif principal de ce travail est la caractérisation du comportement visco-élasto-plastique des monolithiques, l'interprétation des résultats de flexion se fera en termes des forces et déplacements impliqués de manière à ne pas avoir recours à ces hypothèses simplificatrices. Conséquemment, les efforts envers l'obtention du signal le plus «propre» possible ont surtout été concentrés autour des essais de compression pour lesquels la relation contrainte-déformation est directe.

4.4 Caractérisation des échantillons

Lorsque c'est possible, les éprouvettes sont caractérisées avant et après chaque essai dans le but de rassembler le plus d'informations relatives aux conséquences de chaque essai sur les réfractaires monolithiques.

4.4.1 Propriétés physiques

Les propriétés physiques mesurées sont les suivantes : les dimensions des éprouvettes, leur densité, leur porosité et la granulométrie des matières premières (seulement pour le produit C-6070-3).

4.4.1.1 Dimensionnement

La prise de mesures des dimensions est faite en trois points pour toutes les dimensions jugées importantes. Les moyennes et les écarts types sont calculés et peuvent ainsi être utilisés pour le calcul des constantes élastiques et pour l'observation des changements dimensionnels pouvant survenir, soit sous l'effet d'une charge imposée, soit sous celui d'un frittage prolongé. Les valeurs des variations dimensionnelles suite aux essais mécaniques relatifs au comportement temporel des

réfractaires figurent au tableau 4.3. Il est aisé d'y voir que la plupart de ces valeurs ne peuvent être considérées comme significatives, puisque la résolution du pied à coulisse employé n'était que de 0,01 mm. Ainsi, leur domaine d'incertitude inclus la valeur nulle et fait en sorte qu'il est impossible de clairement conclure relativement à un changement dimensionnel positif ou négatif de l'échantillonnage. La variation de hauteur des éprouvettes de compression (**en gras**) est, quant à elle, considérable. Deux explications possibles quant à ce résultat seraient que les contraintes impliquées sont beaucoup plus élevées et les temps de séjours à haute température beaucoup plus longs pour les essais de compression.

Tableau 4.3 : Variations des dimensions des éprouvettes suite aux essais mécaniques

Matériaux	Type d'essais	Température de cuisson	Variation de D	Différence d	Variation de h	Variation de b	Variation de L
		°C	mm	mm	mm	mm	mm
C-6070-3	C	815	-0,07 ± 0,09	-0,17 ± 0,13	**0,47 ± 0,04**	NA	NA
	F	815	NA	NA	0,03 ± 0,03	0,03 ± 0,04	-0,09 ± 0,11
	F	1200	NA	NA	0,08 ± 0,00*	0,16 ± 0,00*	0,14 ± 0,00*
C-7080-4	F	815	NA	NA	0,03 ± 0,02	0,02 ± 0,02	0,18 ± 0,14
	F	1200	NA	NA	0,04 ± 0,00*	0,01 ± 0,00*	-0,04 ± 0,00*
C-8090-4	F	815	NA	NA	-0,01 ± 0,03	0,00 ± 0,01	0,01 ± 0,02
	F	1200	NA	NA	-0,02 ± 0,00*	-0,01 ± 0,00*	0,02 ± 0,00*
SF-4	F	815	NA	NA	0,01 ± 0,04	0,00 ± 0,03	0,06 ± 0,04
	F	1200	NA	NA	0,01 ± 0,00*	-0,04 ± 0,00*	0,10 ± 0,00*
RC-6634-SFS	F	815	NA	NA	-0,01 ± 0,04	0,01 ± 0,00	0,06 ± 0,12
RC-6634-AFS	F	815	NA	NA	0,03 ± 0,06	0,06 ± 0,03	-0,03 ± 0,19

Note 1 : les lettres «F» et «C» signifient flexion et compression, respectivement.
Note 2 : les lettres «NA» signifient non applicable.
Note 3 : le signe positif (+) implique une diminution de la dimension.
Note 4 : le signe «*» signifie que l'écart type de 0,00 est calculé à partir d'une seule éprouvette.

4.4.1.2 Densité et porosité

Les mesures de densité apparente (ρ_{app}) et de porosité apparente ($\%P_{app}$) des matériaux sont réalisées en suivant la procédure décrite dans le standard américain ASTM C 830 – 93 : «Standard Test Methods for Apparent Porosity, Liquid Absorption, Apparent Specific Gravity, and Bulk Density of Refractory Shapes by Vacuum Pressure». Il s'agit d'une méthode utilisant les principes d'Archimède donnant la densité et la porosité apparentes des matériaux selon les équations suivantes :

Équation 4.3 : $$\rho_{app} = \left(\frac{m_{sec}}{m_{hum} - m_{sus}} \right) \times \rho_{eau}$$

Équation 4.4 : $$\%P_{app} = \left(\frac{m_{hum} - m_{sec}}{m_{hum} - m_{sus}} \right) \times 100$$

La densité apparente (ρ_{app}) se définie en fait comme la densité de l'ensemble des pores fermés et des phases solides d'un matériau. La porosité apparente ($\%P_{app}$) est, par définition, le volume des pores ouverts, c'est-à-dire ceux qu'un fluide peut infiltrer à partir de la surface de l'éprouvette, d'un matériau par rapport à son volume total. Ainsi, les éprouvettes sont pesées pour obtenir la masse sèche (m_{sec}). Puis, celles-ci sont mises sous vide (environ 6,4 kPa) pour 30 minutes. Enfin, de l'eau est introduite dans le récipient sous vide de manière à submerger les éprouvettes et après environ cinq minutes, ce dernier est remis sous pression atmosphérique. Cette procédure assure donc que tous les pores ouverts sont remplis d'eau. L'étape finale est exécutée une heure après la remise sous pression et consiste à mesurer la masse suspendue (m_{sus}), puis la masse humide (m_{hum}) des éprouvettes. Suite aux calculs faits à l'aide des équations précédentes, les valeurs moyennes des densités et des porosités de chaque produit ont été rassemblées au tableau 4.4. Comme on le voit sur ce tableau, il n'y a pas de densification notable suite à un long séjour à haute température ou suite à l'écrasement causé par une contrainte de compression. De plus, la contrainte de tension dans les

éprouvettes de flexion ne semble pas créer un endommagement suffisant pour provoquer une diminution de la densité ou une augmentation de la porosité. Ceci est vrai pour la plupart des échantillons, mise à part ceux (**en gras**) de C-6070-3 et de RC-6634-SFS cuits à 815°C qui semblent avoir subi un endommagement plus sérieux. D'ailleurs, pour le produit RC-6634-SFS, cette observation est également faite lors de la mesure dynamique des modules élastiques résiduels en flexion (voir la section 4.4.2).

Tableau 4.4 : Densités et porosités apparentes des matériaux avant et après les essais mécaniques

Matériaux	Type d'essai	Température de cuisson	ρ_{app}		P_{app}	
			Avant	Après	Avant	Après
		°C	g/cm^3	g/cm^3	%	%
C-6070-3	C	815	2,62 ± 0,01	2,63 ± 0,01	15,05 ± 0,27	15,49 ± 0,29
	F	815	2,63 ± 0,02	2,62 ± 0,02	**14,94 ± 0,37**	**15,99 ± 0,40**
	F	1200	2,58 ± 0,01	2,59 ± 0,00*	17,44 ± 0,40	17,55 ± 0,00*
C-7080-4	F	815	2,58 ± 0,01	2,58 ± 0,01	18,26 ± 0,15	18,50 ± 0,16
	F	1200	2,55 ± 0,00*	2,54 ± 0,00*	19,03 ± 0,00*	19,17 ± 0,00*
C-8090-4	F	815	2,92 ± 0,02	2,91 ± 0,02	16,84 ± 0,66	17,36 ± 0,69
	F	1200	2,87 ± 0,03	2,88 ± 0,00*	18,98 ± 0,75	19,41 ± 0,00*
SF-4	F	815	1,84 ± 0,02	2,09 ± 0,56	27,03 ± 0,75	27,84 ± 0,35
	F	1200	1,84 ± 0,01	1,84 ± 0,01	27,84 ± 0,60	28,09 ± 0,62
RC-6634-SFS	F	815	**3,05 ± 0,02**	**2,99 ± 0,01**	**15,49 ± 0,76**	**19,43 ± 0,84**
RC-6634-AFS	F	815	2,90 ± 0,02	2,90 ± 0,02	19,48 ± 0,60	20,30 ± 0,42

Note 1 : les lettres «F» et «C» signifient flexion et compression, respectivement.
Note 2 : le signe «*» signifie que l'écart type de 0,00 est calculé à partir d'une seule éprouvette.

4.4.1.3 Granulométrie

Le mélange initial de matières premières du produit de référence C-6070-3 a été tamisé selon la procédure américaine ASTM C 92 – 95 : «Standard Test Methods for Sieve Analysis and Water Content of Refractory Materials» afin d'obtenir la distribution granulométrique de ce monolithique. Le but principal de cette manipulation était de connaître la dimension des plus gros agrégats pour ainsi déterminer raisonnablement les dimensions minimales des éprouvettes. De plus, celle-ci est utilisée lors de l'interprétation des résultats, notamment pour différencier les constituants matrice et agrégats. Le graphique de la figure 4.5 montre cette distribution.

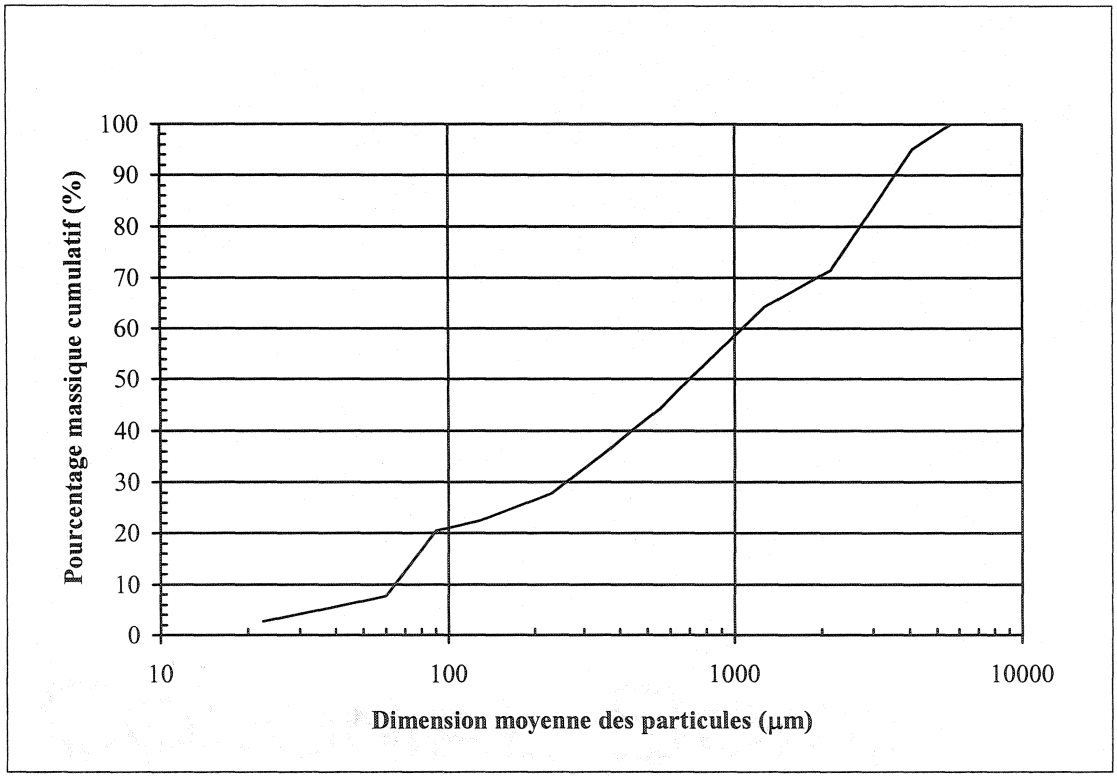


Figure 4.5 : Distribution granulométrique du produit de référence C-6070-3

4.4.2 Propriétés mécaniques

Seules les constantes élastiques dynamiques ont été mesurées lors de la caractérisation des propriétés mécaniques des échantillons.

4.4.2.1 Constantes élastiques dynamiques

Les constantes élastiques, soient le module d'Young selon différentes orientations (flexion parallèle $E_{//}$, flexion perpendiculaire $E_{\perp}$, longitudinal E_L), le module de cisaillement (G) et le coefficient de Poisson (ν), ont été obtenues par une méthode non destructive d'essais : la méthode de résonance acoustique. Ainsi, les modules dynamiques sont déterminés en excitant les éprouvettes selon les modes mentionnés précédemment à l'aide de petites masses métalliques produisant une impulsion mécanique. La fréquence naturelle de résonance est alors captée par des micros et analysée. Il est à noter que les éprouvettes soumises à ces essais reposent sur un socle permettant la vibration libre de celles-ci. Les équations relatives à la détermination des propriétés mécaniques à partir des périodes de résonance se retrouvent dans le standard américain ASTM C 1259 – 96 : «Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's ratio for Advanced Ceramics by Impulse Excitation of Vibration».

Dans le cas présent, la méthode est utilisée notamment dans le but d'avoir des valeurs de référence vis-à-vis celles qui sont obtenues par la méthode statique lors des tests mécaniques décrits à la section 4.5.4. Cette technique est également employée afin d'observer la progression de l'endommagement produit lors de ces essais. Effectivement, la rigidité résiduelle relative permet d'avoir un indice de la dégradation des éprouvettes. Les constantes élastiques obtenues lors de la caractérisation des différents matériaux figurent au tableau 4.5. La dégradation en terme de rigidité résiduelle relative (colonne intitulée rapport dans le tableau) n'atteint pas moins de 0,70

quelque soit le matériau. En moyenne, la dégradation est d'environ 15%. Il est à noter que d'autres valeurs pour le produit de référence C-6070-3 sont présentées plus loin (section 4.5.3.6), lors d'une courte étude sur l'endommagement.

Tableau 4.5 : Constantes élastiques dynamiques des matériaux avant et après les tests mécaniques

Matériaux	Type d'essai	Température de cuisson	Flexion Parallèle $E_{//}$			Flexion Perpendiculaire $E_{\perp}$		
			Avant	Après	Rapport	Après	Avant	Rapport
		°C	GPa	Gpa		GPa	GPa	
C-6070-3	C	815	66,1 ± 1,4	59,5 ± 0,0	0,90	NA	NA	NA
	F	815	67,4 ± 5,4	55,2 ± 1,6	0,82	68,4 ± 6,1	56,1 ± 2,1	0,82
	F	1200	61,4 ± 2,1	60,2 ± 0,0*	0,98	63,6 ± 2,3	59,2 ± 0,0*	0,93
C-7080-4	F	815	67,0 ± 1,5	56,7 ± 3,1	0,85	69,8 ± 1,4	59,0 ± 2,0	0,85
	F	1200	68,3 ± 0,0*	63,8 ± 0,0*	0,93	71,7 ± 0,0*	66,7 ± 0,0*	0,93
C-8090-4	F	815	68,6 ± 3,3	55,7 ± 1,6	0,81	69,3 ± 3,3	54,3 ± 2,7	0,78
	F	1200	44,7 ± 1,1	42,2 ± 0,0*	0,94	42,4 ± 1,7	40,7 ± 0,0*	0,96
SF-4	F	815	21,7 ± 4,6	15,9 ± 1,6	0,73	22,4 ± 5,1	16,5 ± 1,4	0,74
	F	1200	15,9 ± 1,0	12,3 ± 0,0*	0,77	15,4 ± 1,1	12,3 ± 0,0*	0,80
RC-6634-SFS	F	815	107,1 ± 5,6	76,4 ± 5,7	0,71	111,6 ± 4,8	80,0 ± 7,4	0,72
RC-6634-AFS	F	815	62,4 ± 2,6	49,2 ± 3,5	0,79	71,3 ± 4,8	50,5 ± 5,7	0,71

Note 1 : les lettres «F» et «C» signifient flexion et compression, respectivement.
Note 2 : les lettres «NA» signifient non applicable.
Note 3 : le signe «*» signifie que l'écart type de 0,0 est calculé à partir d'une seule éprouvette.
Note 4 : les calculs ont été faits avec une valeur de coefficient de Poisson $\nu = 0,18$.

Tableau 4.5 (suite) : Constantes élastiques dynamiques des matériaux avant et après les tests mécaniques

Matériaux	Type d'essai	Température de cuisson	Longitudinal E_L			Cisaillement G		
			Avant	Après	Rapport	Après	Avant	Rapport
		°C	GPa	Gpa		GPa	GPa	
C-6070-3	C	815	70,0 ± 0,4	61,9 ± 2,2	0,88	NA	NA	NA
	F	815	68,6 ± 4,7	57,5 ± 1,9	0,84	38,1 ± 5,8	35,7 ± 2,4	0,94
	F	1200	62,4 ± 1,1	62,7 ± 0,0*	1,00	29,8 ± 1,4	NA	NA
C-7080-4	F	815	70,9 ± 1,6	55,0 ± 7,1	0,78	44,4 ± 1,2	40,6 ± 1,2	0,91
	F	1200	70,4 ± 0,0*	67,9 ± 0,0*	0,97	47,2 ± 0,0*	42,8 ± 0,0*	0,91
C-8090-4	F	815	72,1 ± 3,6	58,3 ± 1,2	0,81	48,0 ± 2,2	38,5 ± 11,1	0,80
	F	1200	47,0 ± 0,0	NA	NA	98,6 ± 1,8	NA	NA
SF-4	F	815	21,8 ± 4,9	16,1 ± 2,0	0,74	12,3 ± 3,4	10,1 ± 2,1	0,82
	F	1200	15,2 ± 1,5	12,1 ± 0,0*	0,79	10,5 ± 1,8	NA	NA
RC-6634-SFS	F	815	109,5 ± 4,4	82,8 ± 6,7	0,76	47,0 ± 1,3	51,1 ± 1,0	1,10
RC-6634-AFS	F	815	67,5 ± 2,2	52,9 ± 3,8	0,78	33,1 ± 1,0	28,0 ± 0,3	0,85

Note 1 : les lettres «F» et «C» signifient flexion et compression, respectivement.
Note 2 : les lettres «NA» signifient non applicable.
Note 3 : le signe «*» signifie que l'écart type de 0,0 est calculé à partir d'une seule éprouvette.
Note 4 : les calculs ont été faits avec une valeur de coefficient de Poisson $\nu = 0,18$.

4.5 Étude du comportement mécanique temporel

L'étude du comportement mécanique temporel des monolithiques a deux objectifs :

- Tester l'influence de différentes conditions expérimentales sur le comportement mécanique dépendant du temps, particulièrement la viscoélasticité, des monolithiques;
- Caractériser le comportement visco-élasto-plastique de divers produits industriels;

Cependant, les essais mécaniques conventionnels sont difficilement applicables à la détermination de propriétés autres qu'élastiques dû à la superposition des différentes déformations inélastiques venant influencer directement la courbe contrainte-déformation (ou force-déplacement). Les propriétés inélastiques temporelles doivent donc être extraites par l'application d'une équation mathématique aux courbes expérimentales permettant la différenciation des différentes contributions. En fait, ceci revient à un problème d'analyse inverse. Autrement, le signal est contaminé par la non linéarité ces composantes inélastiques. Afin d'atteindre les objectifs, on doit donc :

- Définir une procédure permettant d'étudier le comportement visco-élasto-plastique, particulièrement le fluage primaire, des bétons réfractaires en compression et en flexion;
- Trouver une méthode convenable d'analyse des résultats, c'est-à-dire définir un outil d'interprétation capable de cerner le phénomène;

Les sections qui suivent présentent la démarche entreprise. Avant tout, une description détaillée du montage expérimental est faite de façon à bien situer le lecteur lorsque le texte fait référence à des pièces ou à des partie de celui-ci.

4.5.1 Description du montage

L'assemblage consiste en un four pourvu d'une structure solide et stable sur laquelle repose une machine électromécanique de traction/compression LLOYD EZ50. Cet ensemble est montré à la figure 4.6.

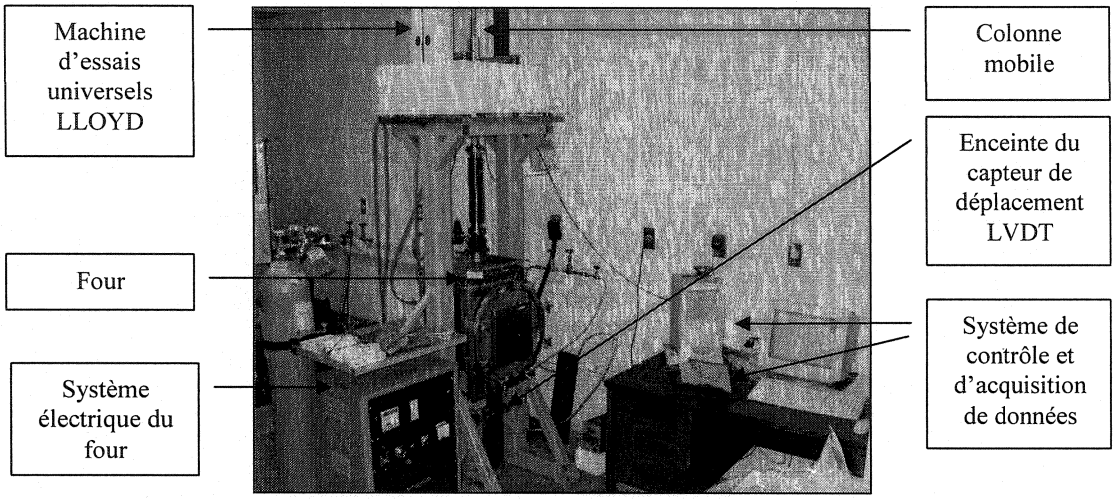


Figure 4.6 : Assemblage complet utilisé pour les essais mécaniques

Un thermocouple de régulation placé dans une gaine protectrice d'alumine mesure la température de la chambre du four. Parmi les spécifications relatives à cet appareil, un point important à retenir est qu'il peut exercer une force allant jusqu'à 50 kN, mais qu'il est malheureusement impossible pour la structure inférieure de soutenir cette charge. En effet, selon des calculs de résistance des matériaux, la structure peut supporter un maximum d'environ 15 kN, si aucune modification additionnelle n'est apportée. Ceci constitue donc une limite supérieure imposée par l'équipement disponible. Finalement, les différentes caractéristiques des appareils de mesure utilisés sont les suivantes :

- Mesure de température : variations de température de moins de 5°C lors du plateau isotherme;
- Mesure de déplacement : sensibilité du transducteur LVDT de 0,6 μm (correspondant à la limite de l'appareil de mesure du potentiel produit par le LVDT);
- Mesure de force : précision de la cellule de charge de 0,5 % de l'échelle totale;

Il est à noter que ces caractéristiques sont conformes aux spécifications données par les diverses normes consultées, soient :

- ISO 3187 : «Produits réfractaires – Détermination du fluage à la compression»;
- ASTM C 583 – 80 : «Standard Test Method for Modulus of Rupture of Refractory Materials at Elevated Temperatures»;
- ASTM C 133 – 97 : «Standard Test Method for Cold Crushing Strength and Modulus of Rupture of Refractories»;

4.5.1.1 Montage en compression

L'intérieur du four est schématisé à la figure 4.7. Le plan montre une vue de face de la configuration en compression

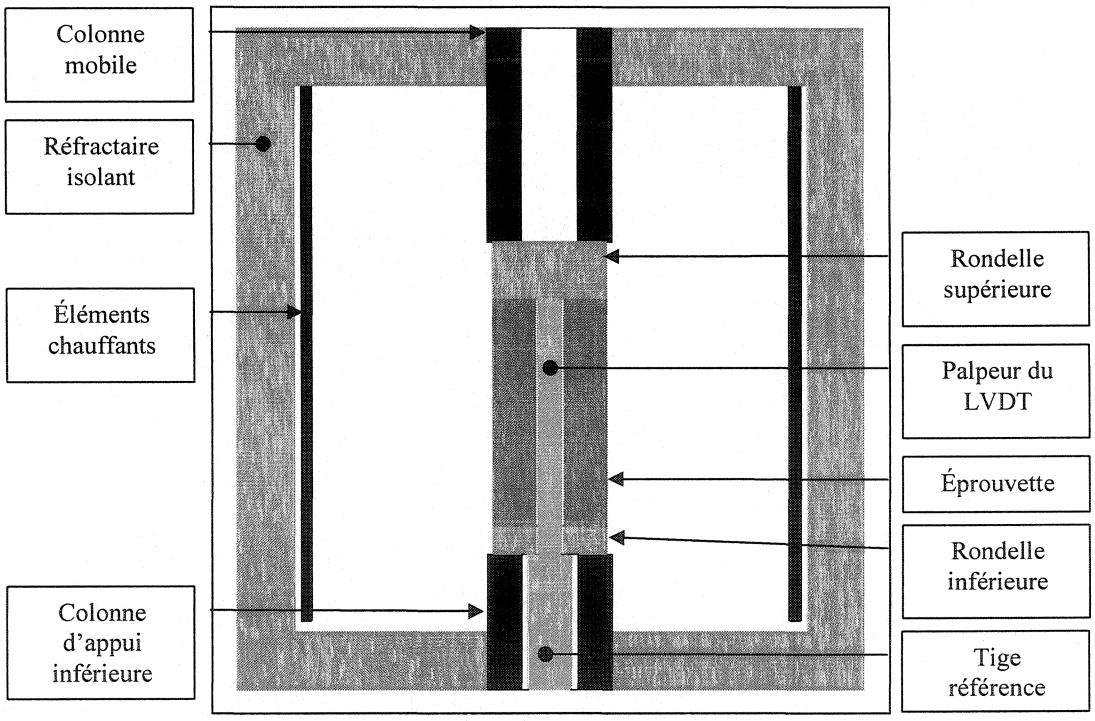


Figure 4.7 : Vue de face de la configuration utilisée pour les essais de compression

L'éprouvette est disposée entre les deux colonnes d'alumine dense par l'entremise de rondelles séparatrices. Évidemment, ce dernier matériau est approprié pour des essais à

haute température, puisqu'il est compatible et inerte avec les produits réfractaires à tester. La colonne d'appui inférieure est rigidement ancrée à la structure et reste immobile en tous temps. La colonne supérieure, quant à elle, est mobile, puisqu'elle vient se fixer à la traverse de la machine par l'intermédiaire de diverses colonnes d'acier extérieures au four et reliées par des systèmes de goupilles. La cellule de charge se trouve sur la traverse et n'est donc pas influencée par la chaleur provenant du four. La rondelle inférieure est percée d'un trou permettant le passage de la tige d'alumine servant de palpeur pour le capteur de déplacement (en anglais LVDT : Linear Variable Displacement Transducer) situé à la base du bâti du four (voir figure 4.6). En fait, ce palpeur, mesurant le déplacement, passe à travers la colonne fixe, la rondelle inférieure et l'éprouvette pour venir s'appuyer contre la rondelle supérieure pleine. Le positionnement du LVDT se fait à l'aide d'un second tube d'alumine passant à travers la colonne fixe et venant s'appuyer contre la surface de la rondelle inférieure. Ce tube sert donc de référence (zéro) au système de mesure du déplacement. Ainsi, les effets contaminants provenant des déformations de la de la structure sont éliminés par ce système. La seule contamination sur la mesure du transducteur est donc liée à l'écrasement de la rondelle inférieure ainsi qu'à celui des jeux initiaux entre les pièces en contact (la colonne et la rondelle supérieures, l'éprouvette et la rondelle inférieure) engendrés par le non parallélisme de leurs surfaces.

La déformation viscoélastique recouverte lors de la décharge ne peut être mesurée que si et seulement si la rondelle supérieure reste bien appuyée sur le dessus de l'échantillon. Ses dimensions ont donc été établies de façon à ce que son poids soit suffisant pour qu'elle demeure en contact avec le dessus de l'éprouvette lors du déchargement.

La mise en charge se fait selon la direction verticale. L'alignement des tiges constituant la colonne supérieure est assuré par une rotule et un roulement longitudinal. Cet alignement est primordial, car la charge doit être appliquée de façons uniaxiale et

uniforme sur l'éprouvette de manière à éviter l'introduction de composantes de force parasites. Tel que mentionné précédemment, ceci implique également que les surfaces de contact à la fois des éprouvettes, des rondelles et des colonnes soient presque parfaitement dans le même plan. Il s'agit donc d'avoir des surfaces dont la rectitude, le parallélisme, et la perpendicularité soient conformes aux tolérances. Évidemment, ces tolérances, explicitées à la section 4.3, ont été respectées le plus possible. Enfin, pour encore plus de rigueur envers à la possibilité de contamination du signal par le montage, d'autres mesures ont été implémentées dans la procédure d'essai de compression, laquelle est décrite à la section 4.5.4.

4.5.1.2 Montage en flexion

La configuration pour les essais en flexion est quelque peu différente. Elle est schématisée à la figure 4.8. Tel que montré sur cette figure, il s'agit d'un essai de flexion à trois points. La colonne mobile est donc munie d'une rotule en alumine dense ayant un seul degré de liberté. Ceci permet de ne pas induire de moments de torsion ou de flexion gauche indésirables et de limiter la contamination par les imperfections des surfaces en contact. En fait, les éprouvettes sont en contact avec les trois cylindres servant de supports linéaires. Conséquemment, les surfaces de soutien sont initialement des lignes. Ceci est bénéfique en ce sens que le cas de flexion simulé lors d'un essai se rapproche de celui de la flexion pure. Effectivement, des surfaces de contact trop grandes pourraient être néfastes, car elles engendreraient une distribution des contraintes qui différerait encore plus de celle de la flexion pure (profil de gauche de la figure 4.9). La flèche d'un tel cas serait le résultat d'une contribution du moment fléchissant (M), mais également de l'effort tranchant (V) qui ne pourrait être considéré comme négligeable. Le profil de l'éprouvette ressemblerait donc à celui montré à droite de la figure 4.9.

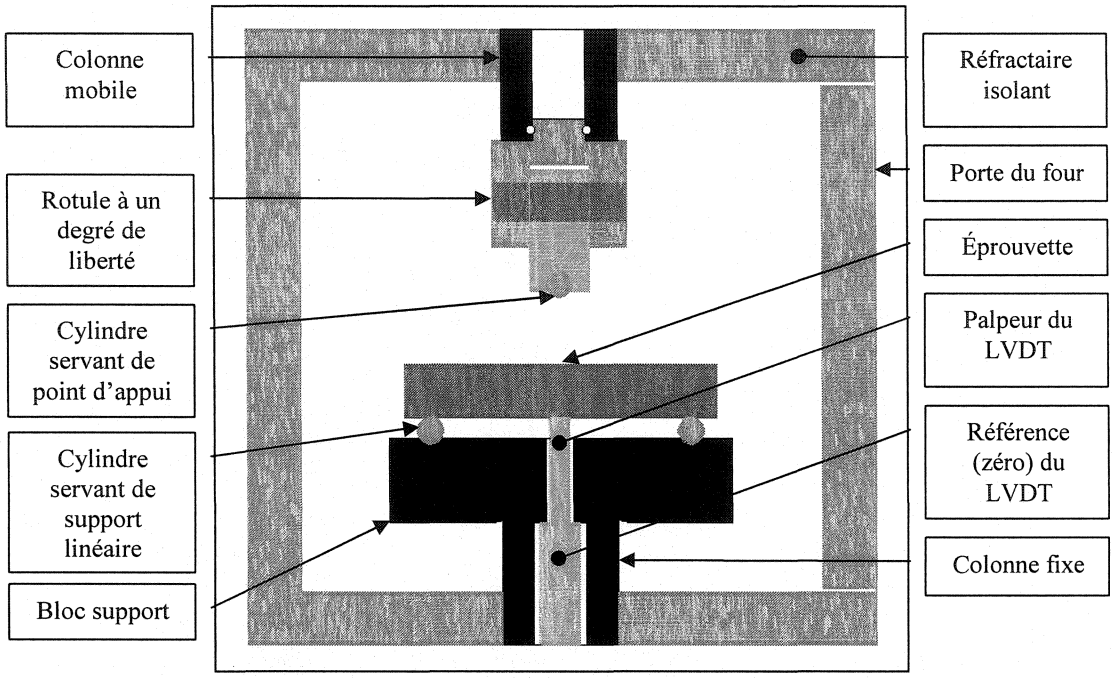


Figure 4.8 : Vue de côté de la configuration utilisée pour les essais de flexion

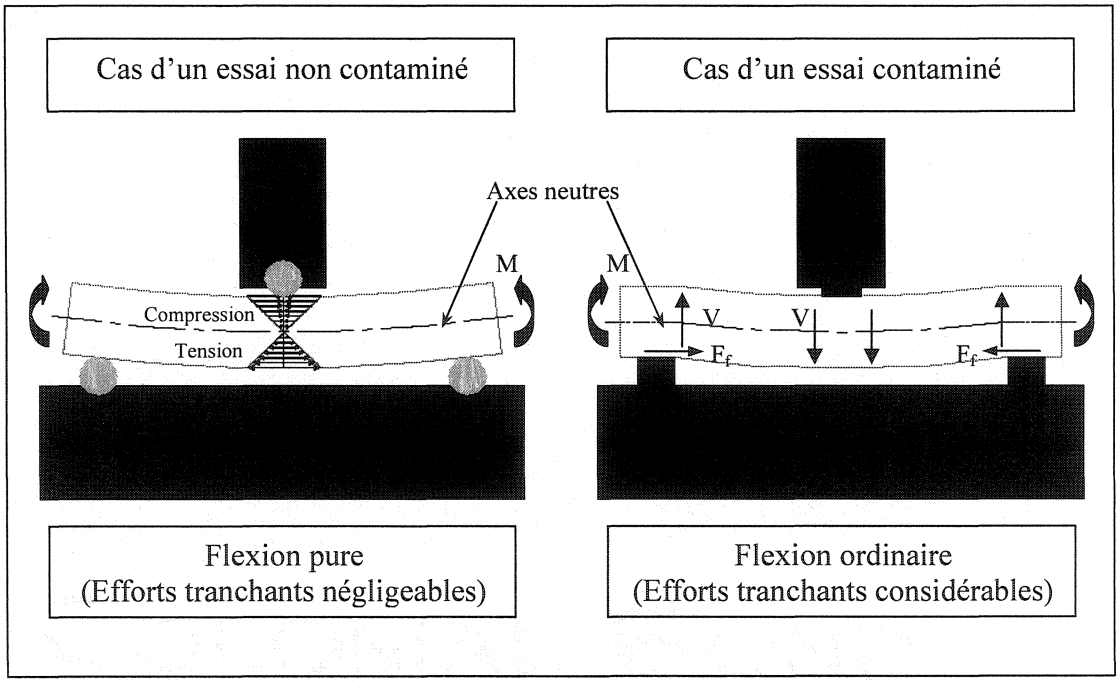


Figure 4.9 : Contamination des signaux due à la géométrie du montage

L'inconvénient avec des lignes de contact est que la contrainte le long de ces lignes devient très élevée, engendrant la possibilité d'indentation des éprouvettes sur les cylindres et vice versa (si ces derniers ne sont pas assez rigides). En fait, deux endroits sont susceptibles de contaminer le signal, soient les lignes de contact entre les éprouvettes et les cylindres d'alumine (cas théorique d'un cylindre sur une surface plane) ainsi que les surfaces de contact entre les cylindres et le bloc support (cas théorique d'un cylindre dans une cavité cylindrique à axes parallèles). Il est possible de calculer le rapprochement théorique venant biaiser les signaux provenant du capteur de déplacement en remplaçant les variables des équations se retrouvant à l'annexe B (Pissarenko, Yakovlev et Matvéev 1979) par les valeurs suivantes :

- E_1 = 350,0 GPa, la valeur théorique du module d'élasticité de l'alumine dense (Dorlot, Baïlon et Masounave 1986);
- E_2 : modules dynamiques en flexion parallèle des différents matériaux testés (voir la section 4.4.2);
- P = 500 N, le niveau de charge maximal utilisé lors des tests de flexion;
- μ_1 = 0,18, le coefficient de Poisson approximatif de l'alumine dense;
- μ_2 = 0,18, le coefficient de Poisson approximatif des produits testés;
- l = 25,4 mm pour le cas d'un cylindre sur une surface plane, la largeur des éprouvettes de flexion;
- l = 64,5 mm pour le cas d'un cylindre dans une cavité cylindrique à axes parallèles, la largeur du bloc support de flexion;
- R = 6,35 mm pour le cas d'un cylindre sur une surface plane, le rayon du cylindre d'alumine dense servant d'appui aux éprouvettes de flexion;
- R_1 = 6,35 mm pour le cas d'un cylindre dans une cavité cylindrique à axes parallèles, le rayon du cylindre d'alumine dense servant d'appui aux éprouvettes de flexion;
- R_2 = 6,40 mm pour le cas d'un cylindre dans une cavité cylindrique à axes parallèles, le rayon de la cavité cylindrique du bloc support;

Les résultats de calculs pour des essais à la température ambiante figurent au tableau 4.6 et confirment qu'il y a bel et bien une déformation locale.

Tableau 4.6 : Résultats des calculs théoriques de rapprochement des surfaces en contact

Matériaux	Température de cuisson	Aire de contact	Contrainte maximale σ_{max}	Rapprochement mutuel Δ
	°C	mm^2	MPa	µm
C-6070-3	815	2,05	155,95	0,22
	1200	1,97	161,79	0,22
C-7080-4	815	2,02	157,75	0,22
	1200	1,92	165,83	0,23
C-8090-4	815	2,04	156,53	0,22
	1200	2,30	138,53	0,22
SF-4	815	3,63	88,01	0,20
	1200	4,10	77,78	0,20
RC-6634-SFS	815	1,78	178,85	0,23
RC-6634-AFS	815	2,15	148,35	0,22
Alumine dense	1600 ou plus	19,20	16,57	0,06

Note : les calculs pour les divers produits résultent du contact entre les éprouvettes et les cylindres d'alumine (cas d'un cylindre sur une surface plane); les calculs pour l'alumine dense résultent du contact entre les cylindres et le bloc support (cas d'un cylindre dans une cavité cylindrique à axes parallèles).

Évidemment, une température d'essai plus élevée fait en sorte que l'aire de contact augmente par la contribution probable du fluage. Ceci vient donc influencer la distribution interne des contraintes sans nécessairement résulter en une contrainte maximale plus élevée et en un rapprochement mutuel des surfaces plus grand. C'est d'ailleurs le cas pour le produit SF-4.

Ce phénomène engendre encore une fois une remise en question quant à l'application des hypothèses classiques de la théorie des poutres en flexion pure permettant d'exécuter les calculs de contrainte. Effectivement, la distance réelle entre les supports n'est plus la même et, à la limite, des efforts tranchants non négligeables peuvent apparaître et causer des erreurs significatives sur les mesures de la flèche. Néanmoins, selon les calculs précédents, le biais sur la valeur absolue de déplacement est d'au plus 0,40 μm, en considérant la flèche du bloc support. Ceci est considéré négligeable et n'est donc pas pris en compte lors des essais.

Finalement, il existe une autre source de contamination du signal : le frottement entre les cylindres inférieurs et l'éprouvette lorsqu'elle est sollicitée. Ces forces peuvent être visualisées à la figure 4.9. Elles ne constituent cependant pas une contamination considérable puisqu'elles dépendent en grande partie de la flèche de l'éprouvette. En effet, en prenant le coefficient de frottement μ (Hibbeler 1998) comme étant constant, plus celle-ci est prononcée (en d'autres mots, plus l'angle θ est grand), plus la valeur de la force normale (N) au point de contact augmente (voir l'équation 4.5), faisant par le fait même augmenter la force de frottement (F_f) selon l'équation 4.6.

Équation 4.5 : $$\sum F_y(\uparrow\oplus) = N\cos\theta - F_f\sin\theta - F = 0$$

Équation 4.6 : $$F_f = \mu N$$

Or, la flèche des éprouvettes est très petite aux niveaux de chargements mis en jeu et ainsi les forces de frottement restent minimales.

Ceci conclut la présentation des montages expérimentaux et la revue détaillée des sources de contaminations possibles des signaux. La section suivante traite du développement de la procédure expérimentale qui a grandement été influencé par la présence des effets contaminants.

4.5.2 Développement de la procédure expérimentale

L'objectif visé dans cette partie du projet consiste à définir une procédure permettant d'étudier le comportement temporel des bétons réfractaires tout en minimisant le nombre d'éprouvettes requises et l'influence du montage sur les signaux. La méthodologie employée pour accomplir cette tâche est bien résumée par l'organigramme de la figure 4.10.

En premier lieu, il s'agit de définir une procédure expérimentale qui doit être strictement appliquée. Puis, les données acquises sont analysées de façon à tenter de simuler l'essai mathématiquement. Ceci consiste en fait à utiliser l'outil d'interprétation qui sera présenté subséquemment pour extraire les paramètres d'une équation mathématique représentant la courbe typique d'un tel essai. La comparaison des courbes expérimentale et calculée permet ensuite de déceler les carences soit de la manipulation, soit de l'équation. Suite à cette comparaison, la procédure expérimentale ou le modèle mathématique est modifiés et la boucle de comparaison est répétée jusqu'à ce que cette dernière s'avère satisfaisante.

Le type d'essai développé consiste en une succession de cycles de fluage-recouvrance à haute température. En guise de rappel, le fluage se définit par une déformation isotherme (viscoélastique et viscoplastique) dans le temps à charge constante et la recouvrance par la récupération de la déformation viscoélastique dans le temps à charge nulle et, encore une fois, dans des conditions d'équilibre thermique. Évidemment, ces essais ont pour but de solliciter surtout la viscoélasticité des bétons réfractaires.

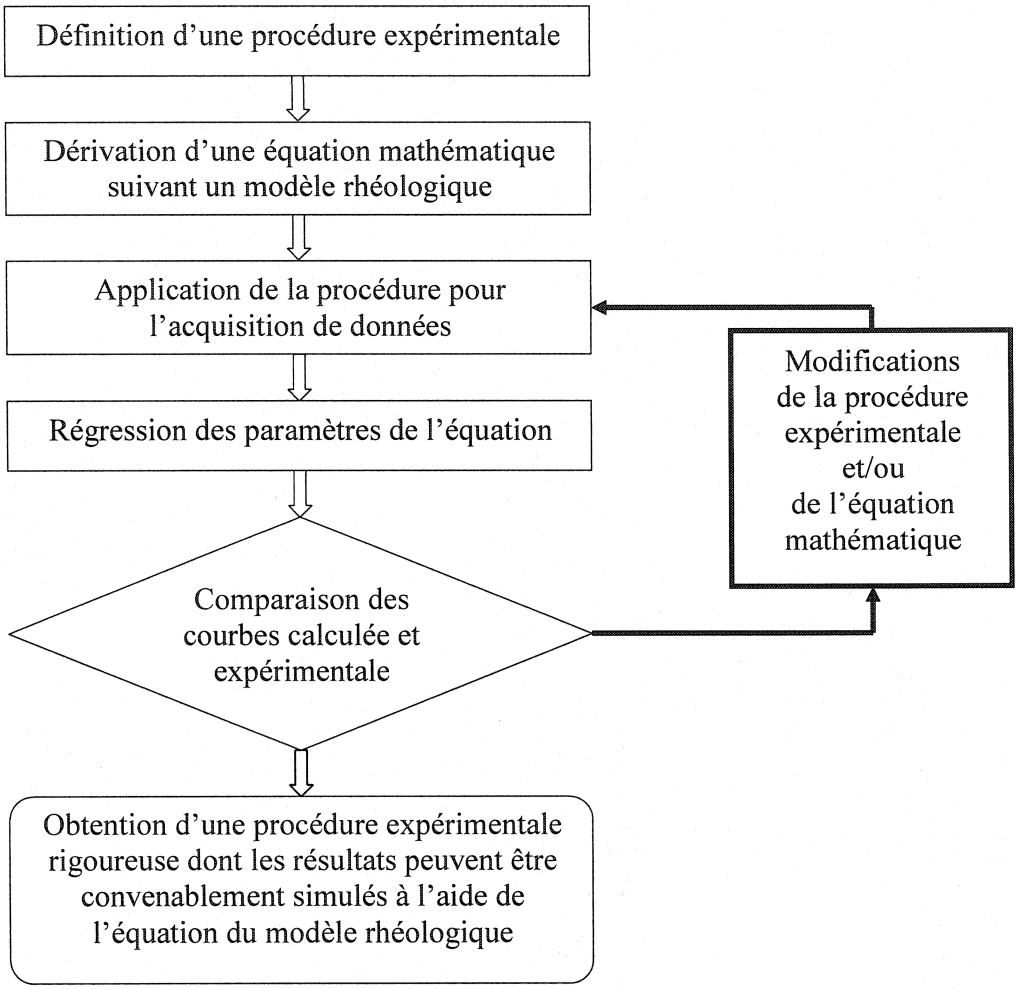


Figure 4.10 :Méthodologie de développement de la procédure expérimentale

La montée en température, précédant l'exécution de la procédure, se fait à un taux de 5,0°C/min jusqu'à la température d'essai de 815°C, qui est maintenue une heure à des fins d'homogénéisation thermique. Ce taux de chauffe relativement élevé est permis par le fait que les éprouvettes sont préalablement cuites. La procédure finale se divise donc comme suit :

1. Application d'un plateau de fluage d'une durée de seize heures;
2. Déchargement rapide et maintien à une faible charge pendant une heure;

3. Répétition, pour chaque condition d'essai, de deux cycles de fluage-recouvrance en maintenant des plateaux de fluage et de repos d'une heure chacun;

Il est à noter que les aspects spécifiques aux procédures de caractérisation du comportement temporel en compression et en flexion se retrouvent dans les sections respectives décrivant ces essais (voir la section 4.5.4). Les charges impliquées y sont mentionnées et correspondent, dans le cas de la compression, à des niveaux beaucoup plus élevés (10 à 40 fois) que ceux spécifiés dans le standard international ISO 3187 : «Produits réfractaires – Détermination du fluage à la compression». Ceci dans le but de diminuer le temps requis pour atteindre le fluage secondaire et ainsi de réduire le temps total des essais.

La première étape est primordiale, puisqu'elle consiste en un conditionnement des éprouvettes et qu'elle permet un certain «placement» du montage Elle précède les essais réels qui sont retenus pour la qualité de leurs signaux. En fait, lors des premiers essais de compression suivant une procédure quelque peu différente de celle présentée précédemment, on observe un phénomène se saturant peu à peu d'un cycle à un autre. Ce phénomène est présenté à la figure 4.11 montrant le déplacement relatif du C-6070-3, provenant du rapport $\delta/\delta_{maximal}$, en fonction du temps pour des cycles de compression à la même charge maximale, soit 13200 N. Il est à noter que les graphiques présentés dans ce travail ne respectent pas la convention des signes pour les contraintes et les déformations de manière à montrer des courbes dans le premier quadrant. A insi, les graphiques sont des représentations en absolue de ces variables.

Suite à la constatation de cette contamination importante des signaux, la procédure a été adaptée de façon à ce qu'elle élimine le plus possible cette influence. La figure 4.12 montre l'action bénéfique qu'exerce une période de conditionnement préalable sur les deux cycles suivants réalisés à la même charge.

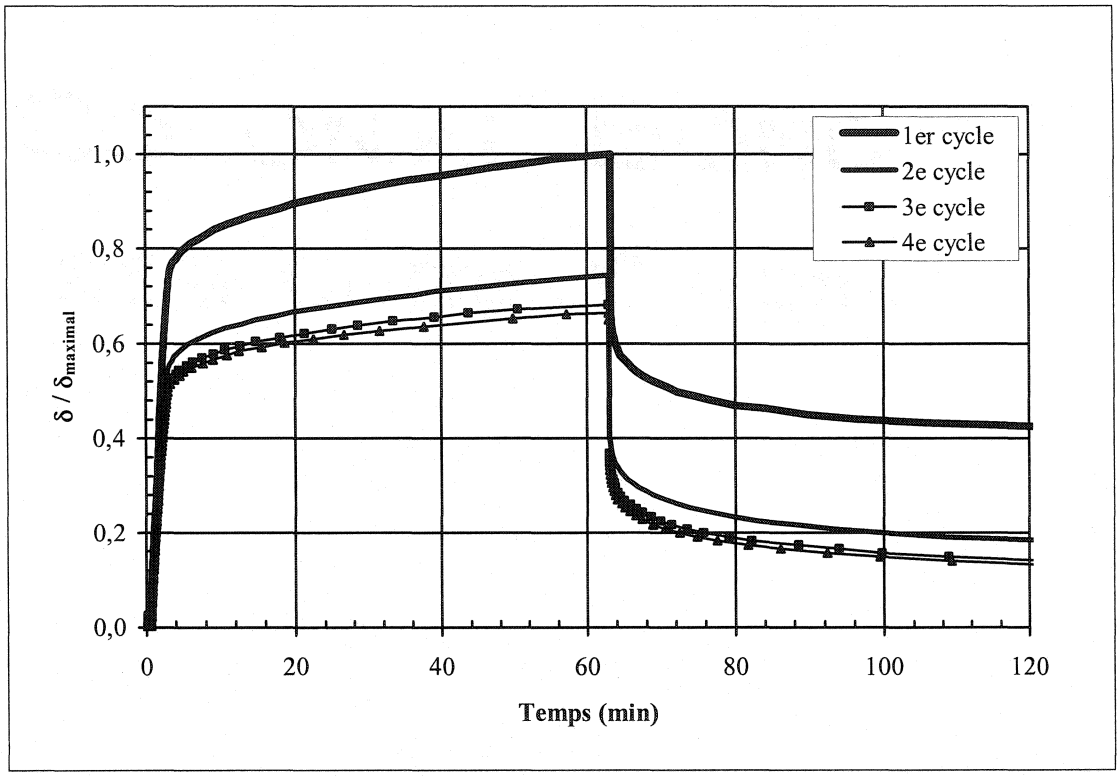


Figure 4.11 : Comparaison des déplacements relatifs d'un cycle à un autre sans conditionnement initial (C-6070-3; 13200 N; 815°C)

En comparant le graphique de la figure 4.11 à celui de la figure 4.12, il est évident que la contamination est, en grande partie, éliminée. Pour plusieurs raisons, il est possible d'affirmer que la majeure partie de cette influence est incontestablement liée aux imperfections du montage tels que les jeux initiaux entre les pièces en contact dépendant du parallélisme et de la qualité des finis de leurs surfaces, l'écrasement de certaines pièces, ... Ces raisons sont explicitées dans les paragraphes qui suivent.

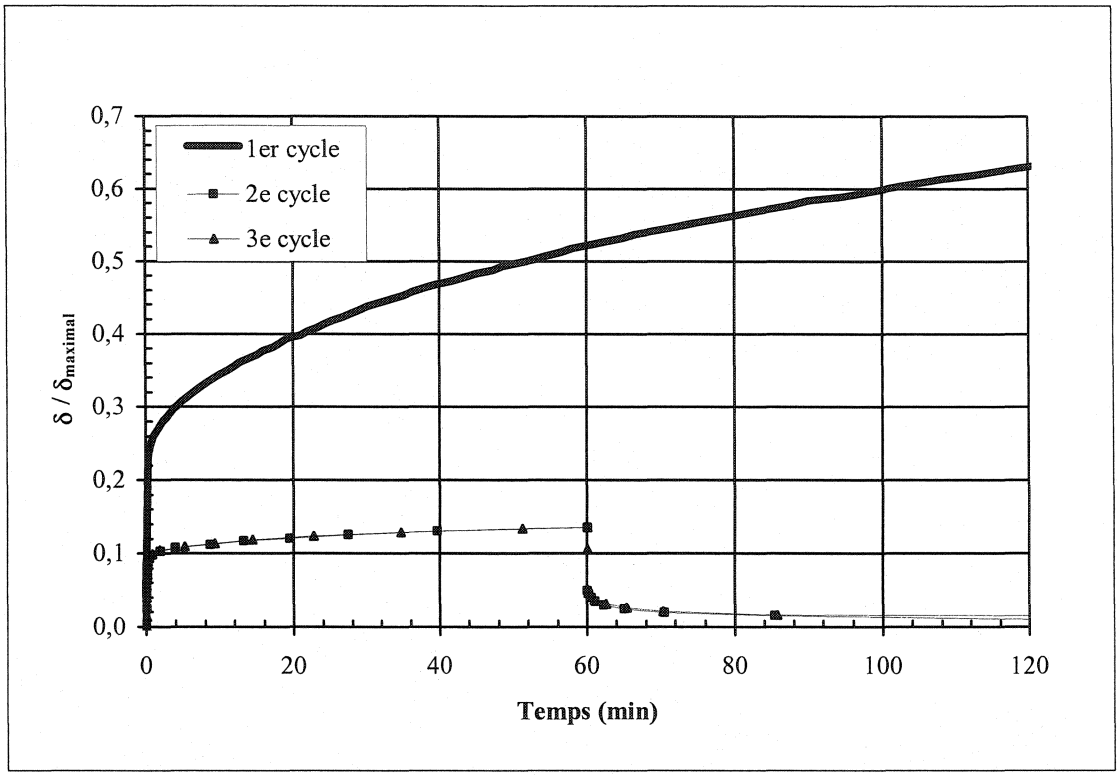


Figure 4.12 : Comparaison des déplacements relatifs d'un cycle à un autre avec conditionnement initial (C-6070-3; 13200 N; 815°C)

Tout d'abord, on observe à l'occasion que le signal provenant du capteur de déplacement indique une déformation positive en début de cycle. Ceci peut être associé au fait que la rondelle supérieure n'est pas en parfait contact avec l'éprouvette, provoquant une très légère rotation selon son axe transversal lors du chargement. En effet, en début de cycle, celle-ci pourrait être en position bancale sur l'éprouvette. Puis, la montée en charge engendrerait l'écrasement des jeux initiaux, faisant en sorte que le tout se mette en place, c'est-à-dire qu'il y ait alors atteinte d'un parfait contact entre les pièces. C'est d'ailleurs pour cette raison que le repos se fait sous charge. Un contact constant entre l'éprouvette et le point d'application de la charge (rondelle supérieure) est ainsi assuré et les jeux sont maintenus écrasés, ne pouvant plus contaminer le signal. Il est également à noter qu'un temps de repos d'une heure a été choisi parce que le taux de recouvrance devient alors très lent.

La seconde raison pour laquelle le montage a été désigné comme source primaire de contamination est que si d'autres phénomènes l'avaient été (par exemple un mécanisme interne au matériau), alors la répétition d'un cycle (incluant le cycle de température) suite au déplacement de l'éprouvette ne provoquerait pas une seconde manifestation du phénomène. Ceci est pourtant observé, comme en témoigne la sixième courbe de la figure 4.13. La preuve réside dans le fait qu'en répétant le cycle sans déplacer l'éprouvette (5^{e} cycle sans déplacement), la contamination n'apparaît plus.

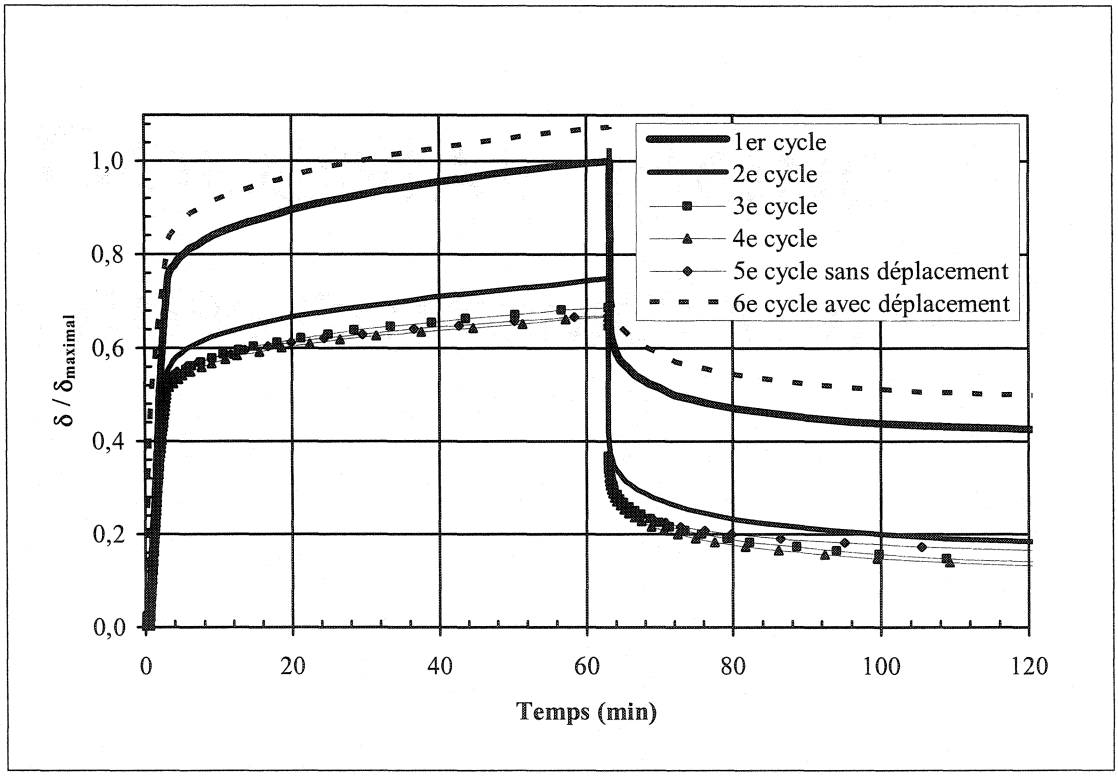


Figure 4.13 : Réapparition de la contamination du signal suite au déplacement de l'éprouvette (C-6070-3; 13200 N; 815°C)

Il faut cependant avoir en tête que d'autres possibilités existent quant à la nature de la contamination observée à la figure 4.11. La continuation du frittage de la pièce sous l'effet de la charge, lors de son séjour à température élevée se prolongeant au fil des

cycles, en est une. D'ailleurs, d'après Dedenis, Le Doussal et Meunier (1998), une partie importante du fluage primaire des bétons contenant de la silice fine pourrait provenir du frittage sous charge. L'effet de la saturation incomplète de la déformation viscoélastique, lors d'un cycle de charge-décharge, est une autre raison relative à la contamination. En fait, on doit conclure que la contamination provient probablement d'une contribution de toutes ces sources avec, en premier plan, les effets du montage.

La nuance entre la continuation du frittage et la déformation viscoélastique résiduelle en termes de contribution à la contamination est très subtile et, conséquemment, n'a pas été totalement clarifiée. Cependant, des études de ces deux derniers phénomènes ont été réalisées lors d'essais préliminaires. De plus amples détails se trouvent donc dans la section 4.5.3. Malgré tout, la répétition de deux cycles (suite à celui de conditionnement) est jugée nécessaire afin de s'assurer que les éprouvettes soient dans le même état de saturation des phénomènes viscoélastiques lors du passage d'une condition expérimentale à une autre. Ceci signifie qu'avant le test d'une condition quelconque, le fait de ne pas avoir eu un plateau de fluage à la même charge ou celui d'avoir maintenu cette charge pour un temps plus long (par exemple, lors du conditionnement) peut avoir des répercussions sur la valeur absolue du déplacement. Ainsi, en procédant à une répétition du cycle, on se retrouve dans un état semblable au précédent et les mesures de déplacements s'en retrouvent d'autant plus justes.

Le conditionnement a un autre rôle primordial, celui d'assurer l'atteinte du régime stationnaire de fluage (fluage secondaire) avant de commencer les cycles de fluage-recouvrance. Ainsi, en supposant que le fluage primaire soit composé non seulement de phénomènes viscoélastiques, c'est-à-dire réversibles, mais également d'autres phénomènes causant du retard dans l'atteinte du régime permanent mais étant tout de même irréversibles, le conditionnement initial et le fait de répéter les cycles permettent d'éliminer le plus possible ces phénomènes. De cette façon, lors des cycles subséquents à la même charge maximale, la viscoélasticité peut être considérée comme

la seule cause du régime transitoire qui devient potentiellement plus court. De ce fait, la période de repos est présente lors d'un cycle pour témoigner qu'une certaine partie de la déformation totale est véritablement réversible.

Finalement, la vitesse de chargement est ajustée en tenant compte des restrictions d'asservissement de la machine. En effet, une vitesse infinie est impossible à atteindre pratiquement pour des raisons physiques aussi bien que mécaniques et électroniques. Ainsi, la valeur du module statique à chaud des échantillons est quelque peu contaminée par les déformations inélastiques. La vitesse de déchargement est aussi sélectionnée en tenant compte des restrictions d'asservissement de la machine. Dans ce cas, un contact franc doit subsister entre l'éprouvette et la colonne mobile même lors de la période de recouvrance; une vitesse trop rapide occasionnant une perte de contact momentanée n'est donc pas souhaitable. Par conséquent, une vitesse universelle de déchargement de 20,0 mm/min est privilégiée. Celle-ci est donc utilisée pour toutes les configurations possibles du montage.

La procédure présentée permet donc de minimiser les effets du montage venant contaminer le signal. Les essais préliminaires poursuivent dans la même optique, soit le développement d'une procédure dont l'application donne des résultats valides.

4.5.3 Essais préliminaires

L'objectif de ces essais est de valider et de finaliser le développement de la procédure de caractérisation. Le matériau de référence, soit le C-6070-3, est principalement utilisé lors de ces démarches. Lorsqu'il n'est pas mentionné, le matériau utilisé correspond donc au C-6070-3 cuit et testé à 815°C.

4.5.3.1 Module de rupture à chaud

Le module de rupture à chaud est mesuré afin de déterminer les niveaux de chargements maximaux en flexion lors du plateau de fluage. En effet, ces valeurs doivent être connues de façon à s'assurer de ne pas atteindre la rupture des éprouvettes durant l'essai. La procédure suivie est celle prescrite par le standard américain ASTM C 583 – 80 : «Standard Test Method for Modulus of Rupture of Refractory Materials at Elevated Temperatures». En bref, après un temps d'homogénéisation de la température, les éprouvettes sont soumises à une charge, dont la vitesse d'application est approximativement fixée à 778,0 ± 77,8 N/min par un contrôle en déplacement, jusqu'à leur rupture. Trois éprouvettes sont utilisées pour chaque condition. Le montage pour la mesure du module de rupture est le même que celui décrit pour les tests de flexion, mise à part l'absence d'un capteur de déplacement. Malgré que l'application de la théorie des poutres linéaires élastique ne soit pas tout à fait appropriée, le calcul de la contrainte maximale est accompli suivant les spécifications de la norme, c'est-à-dire en considérant les hypothèses simplificatrices de cette théorie. Le lecteur peut se référer à la section 3.2.1 pour les détails relatifs aux équations. Les résultats de ces essais figurent au tableau 4.7. Il est à noter que, pour le matériau de référence C-6070-3, certaines éprouvettes ont été testées après avoir subi des essais de fluage-recouvrance dans le but de déceler si vraiment, il y avait un endommagement rendant le matériau moins résistant mécaniquement. Il est évident, de par la petite différence entre les modules initiaux et résiduels qu'il n'y a qu'un endommagement mineur. La même conclusion est tirée de l'observation des modules dynamiques. Ceci est étudié plus en profondeur à l'aide d'autres essais, lesquels sont présentés subséquemment.

Tableau 4.7 : Modules de rupture à 815°C des différents matériaux

Matériaux	Température de cuisson	Température de test	Module de rupture
	°C	°C	MPa
C-6070-3	815	815	25,0 ± 1,0
	1200	815 initial	22,8 ± 0,8
	1200	815 résiduel	20,8 ± 0,3
	1200	1200	Pas fait
C-7080-4	815	815	15,5 ± 0,1
	1200	1200	14,8 ± 0,7
C-8090-4	815	815	30,2 ± 1,5
	1200	1200	9,0 ± 1,3
SF-4	815	815	7,7 ± 1,8
	1200	1200	Pas fait
RC-6634-SFS	815	815	16,9 ± 1,8
RC-6634-AFS	815	815	23,5 ± 2,5

Note : les notations «initial» et «résiduel» signifient avant et après l'essai mécanique.

4.5.3.2 Module d'élasticité statique

Le module d'élasticité statique, obtenu à partir de la pente de la courbe contrainte-déformation lors de chargements mécaniques, est mesuré à froid et à chaud. La valeur du module à température ambiante pour le matériau C-6070-3 est utilisée à titre comparatif avec les valeurs dynamiques dans le but de déceler la présence d'effets contaminants. L'objectif ultime est donc de vérifier la validité des signaux qui sont obtenus lors des essais mécaniques à chaud, puisque la régression du paramètre E_I en dépend. Ainsi, seule la valeur à froid est présentée dans cette section. Les valeurs à haute température sont présentées au chapitre 5.

Pour cette mesure, un essai de compression est préféré à un essai de flexion pour la simple raison que la relation contrainte-déformation est directe dans le premier cas. De plus, le résultat en compression est beaucoup moins susceptible d'être faussé par la propagation sous-critique causant la non-linéarité lorsque le domaine élastique du matériau est dépassé. En effet, contrairement à la méthode dynamique, il est possible que la méthode statique provoque, lors du chargement, une dégradation du matériau suffisamment grande pour produire des valeurs de modules inférieures à celles obtenues par la première méthode. Cependant, un phénomène de fermeture des défauts peut également faire en sorte que le module statique mesuré pour des charges de compression élevées soit plus grand que le module dynamique. Selon Simonin (2000), les méthodes statiques donnent généralement des valeurs plus faibles de par les plus grands déplacements qu'elles engendrent. Le résultat est présenté au tableau 4.8.

Tableau 4.8 : Module d'élasticité mesuré par la méthode statique en compression

Matériau	Type d'essai	Température de cuisson	Température de test	Vitesse de chargement	Module d'élasticité E
		°C	°C	mm/min	GPa
C-6070-3	C	815	20	3,0	19,2 ± 1,7

Note 1 : cette valeur de module d'élasticité statique (E) en compression peut être comparée à celles mesurées dynamiquement dans la direction longitudinale.
Note 2 : la lettre «C» signifie compression.

Cette valeur est environ trois fois plus petite que la même valeur (module longitudinal) mesurée avec la méthode dynamique. Conséquemment, il est très possible que le montage ou l'endommagement ait une influence non négligeable entraînant une sous-estimation du module. Dans le cas d'une influence du montage, l'hypothèse la plus plausible quant à la source de cette contamination reste le non parallélisme et la planéité imparfaite des surfaces des pièces en contact entre les deux colonnes d'appui, c'est-à-dire les deux rondelles d'alumine et l'éprouvette. Cette supposition s'appuie sur le fait

que le signal provenant du capteur de déplacement LVDT est compensé pour tous les autres effets parasites (voir la section 4.5.1). Dans un tel cas, cette contamination serait difficilement quantifiable et donc pratiquement impossible à éliminer des signaux, puisqu'elle pourrait varier d'une éprouvette à une autre et selon la position des rondelles. Elle fait toutefois l'objet d'investigations subséquentes présentées à la prochaine section.

4.5.3.3 Vérification de la «complaisance» du montage

La structure de la machine doit avoir une rigidité convenable venant le moins possible biaiser les signaux de déplacement par une déformation de celle-ci. Toutefois, comme il a été mentionné lors de la description du montage, la rigidité de cette structure ne devrait pas influencer le signal, puisque le capteur de déplacement est compensé par la mobilité du tube de référence (zéro). Le problème est que, malgré cette compensation et l'application d'une procédure rigoureuse, une contamination des signaux semble subsister lors du chargement. Dans le but d'éclaircir ce problème, des essais de complaisance ont été réalisés. Ces essais permettent donc d'atteindre deux objectifs distincts :

- Vérifier la rigidité de l'ensemble constitué par la structure et le montage;
- Tenter de quantifier l'effet de la contamination sur le signal en compression;

Le premier objectif est relativement facile à atteindre. En effet, il s'agit simplement d'appliquer la procédure générale sur une éprouvette d'alumine dense considérée comme très rigide relativement au bâti et de comparer les signaux en déplacement provenant du LVDT et de la traverse mobile. Si le bâti ne s'avère pas assez rigide pour un certain niveau de charge, le signal de déplacement de la traverse ne se superposera pas à celui du LVDT. La différence entre les valeurs de déplacements des deux signaux donne donc une bonne approximation (à la différence de la rigidité de l'alumine dense utilisée) de la déformation du bâti. La figure 4.14 montre le résultat

obtenu lors d'un essai sous une charge de 13200 N, la charge maximale qui est utilisée lors des essais principaux de compression.

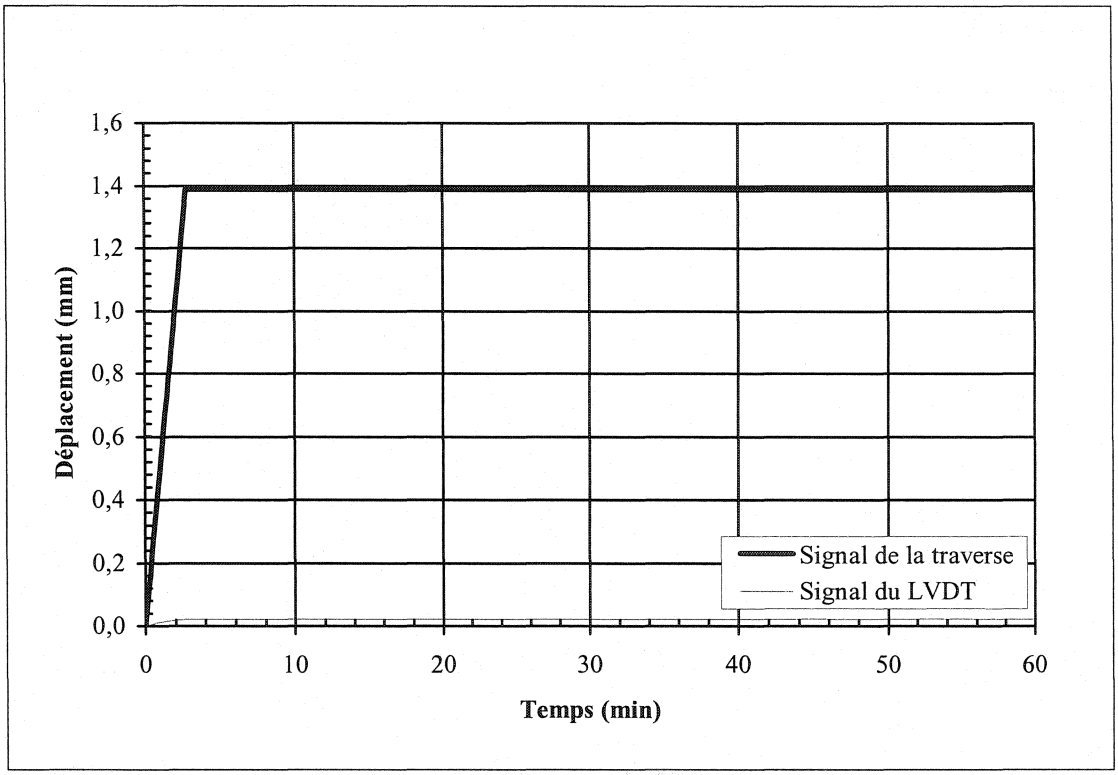


Figure 4.14 : Comparaison des signaux de la traverse mobile et du LVDT lors d'un essai de fluage en compression (Alumine dense; 13200 N; 815°C)

De cette figure, on conclut que le bâti emmagasine bel et bien une certaine énergie élastique. Toutefois, ceci semble occasionner une différence seulement lors du chargement. En effet, lors du plateau de fluage, les deux signaux se superposent à la différence d'une translation équivalente à la déformation élastique de la structure. Ainsi, il est possible d'affirmer, à la fois par l'observation du signal du LVDT et de celle du signal de la traverse, que l'alumine dense ne se déforme que de façon élastique sous la charge imposée. Ceci est donc très intéressant, car il est alors envisageable de prendre le déplacement de la traverse comme mesure de variation des déformations inélastiques, puisque celle-ci reste même immobile sous un chargement correspondant au plus haut

niveau de chargement qui est utilisé. Ce point est d'ailleurs repris lors des essais préliminaires de corrosion sous contrainte (voir section 4.6.3).

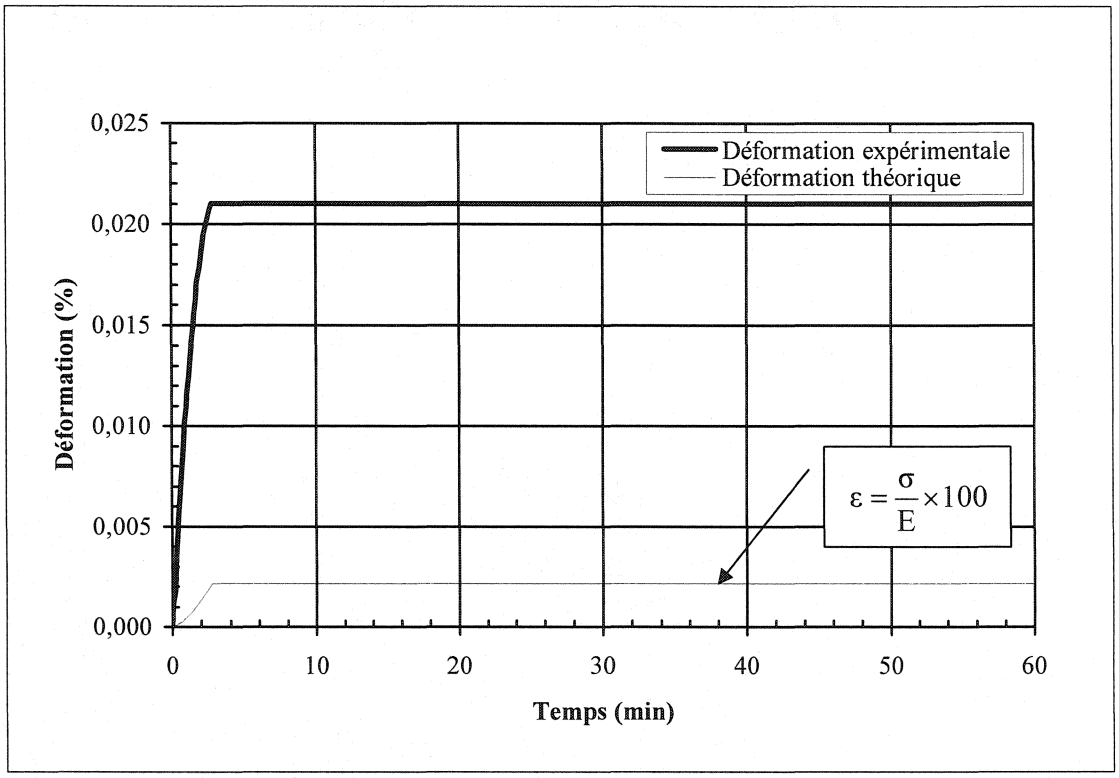


Figure 4.15 :«Complaisance» apparente du montage lors d'un essai de fluage en compression (Alumine dense; 13200 N; 815°C)

Le second objectif peut être partiellement atteint en utilisant le même essai que précédemment, mais en comparant cette fois le signal du LVDT avec la courbe théorique de l'alumine dense calculée en utilisant une valeur approximative de E = 350,0 GPa pour son module élastique (Dorlot, Baïlon et Masounave 1986). De même, si une déformation élastique ou inélastique excessive par rapport à la déformation théorique de l'alumine est observée, elle peut être directement associée à la contamination du signal du LVDT. Cette contamination est bien évidente par la différence entre les deux courbes présentées à la figure 4.15. Cette différence (d'environ 19,2 μm en déplacement pour une charge de 13200 N) doit cependant être interprétée avec beaucoup de

précautions, puisque selon la nature supposée de la contamination, sa valeur est dépendante non seulement des éprouvettes, mais aussi de la position des rondelles. Ceci rendrait donc cette quantification valide que pour ce cas bien précis. Néanmoins, la courbe de «complaisance», obtenue à partir de la différence entre les deux courbes de la figure 4.15, a été soustraite des signaux provenant des essais de modules statiques et les valeurs de ces modules ont été calculées à nouveau. La valeur moyenne corrigée se chiffre à 52,1±5,7 GPa. Le fait qu'elle soit semblable à la valeur dynamique, soit 61,9 ± 2,2 GPa (voir tableau 4.5), peut être une simple coïncidence, mais il est difficile d'en avoir la preuve. C'est pourquoi, l'analyse des résultats est faite parallèlement sur les courbes initiales et corrigées.

Finalement, malgré toutes les précautions prises pour obtenir le signal le plus «pur» possible, on doit conclure qu'il est très risqué de se fier aux valeurs absolues obtenues pour le déplacement. Ceci est donc pris en compte lors de l'interprétation.

4.5.3.4 Vérification de l'influence du frittage

L'étude du frittage comme source de contamination est réalisée en comparant les courbes obtenues lors de trois cycles identiques et consécutifs réalisés pour différents temps de résidence après un cycle de conditionnement. La figure 4.16 montre donc l'effet du frittage sur le taux de fluage d'une même éprouvette après des temps de résidence de 20, 40 et 60 heures. Ainsi, selon cette figure, le frittage semble avoir un effet, puisque les courbes de fluage s'abaissent graduellement. Néanmoins, il est possible de supposer que le frittage n'est pas la source primaire de la contamination du signal parce que son effet semble moins important en termes d'amplitudes relatives de déformation que celui observé sur les courbes des figures 4.11 et 4.12. Cette dernière supposition vient du fait que même si les essais relatifs au frittage sont réalisés avec des temps de résidence beaucoup plus longs (20 heures entre les cycles) que ceux suivants la procédure régulière (deux heures par cycle), la différence notée entre deux cycles

séparés de 20 heures est beaucoup moins importante (moins de 14 %) que celle observée entre un cycle succédant celui de conditionnement (plus de 86 %).

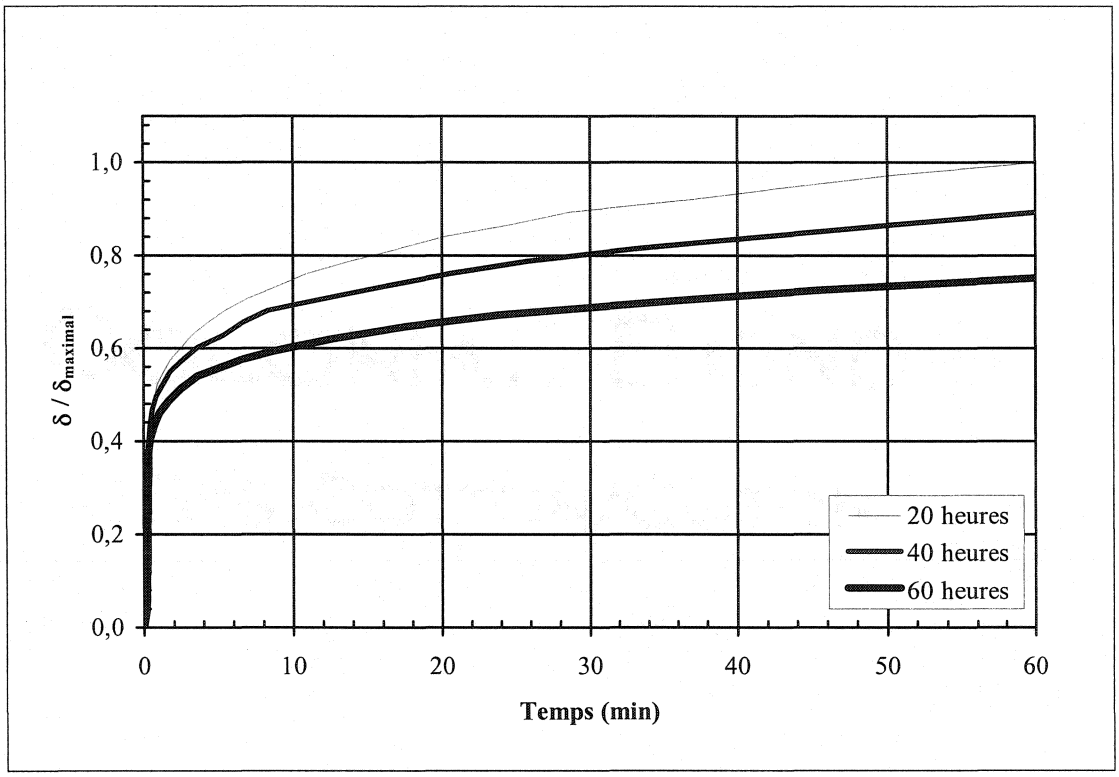


Figure 4.16 : Influence du frittage lors de cycles successifs à 815°C

Pour des temps de séjours de l'ordre de quelques heures, le frittage contribuerait donc de façon beaucoup moins significative à la contamination du signal. Il est possible de remarquer sa contribution probable seulement à une échelle très réduite des déplacements. À cette échelle, une différence d'environ 4% entre les déplacements relatifs de deux cycles identiques et subséquents est visible sur la figure 4.17. Il est à noter que cette valeur pourrait toutefois inclure un certain écrasement de la rondelle inférieure. Enfin, la différence des deux courbes de la figure 4.17 pourrait également être attribuée à un autre phénomène, soit la saturation incomplète de la déformation viscoélastique. La prochaine section donne donc les détails de la démarche relative à cette hypothèse.

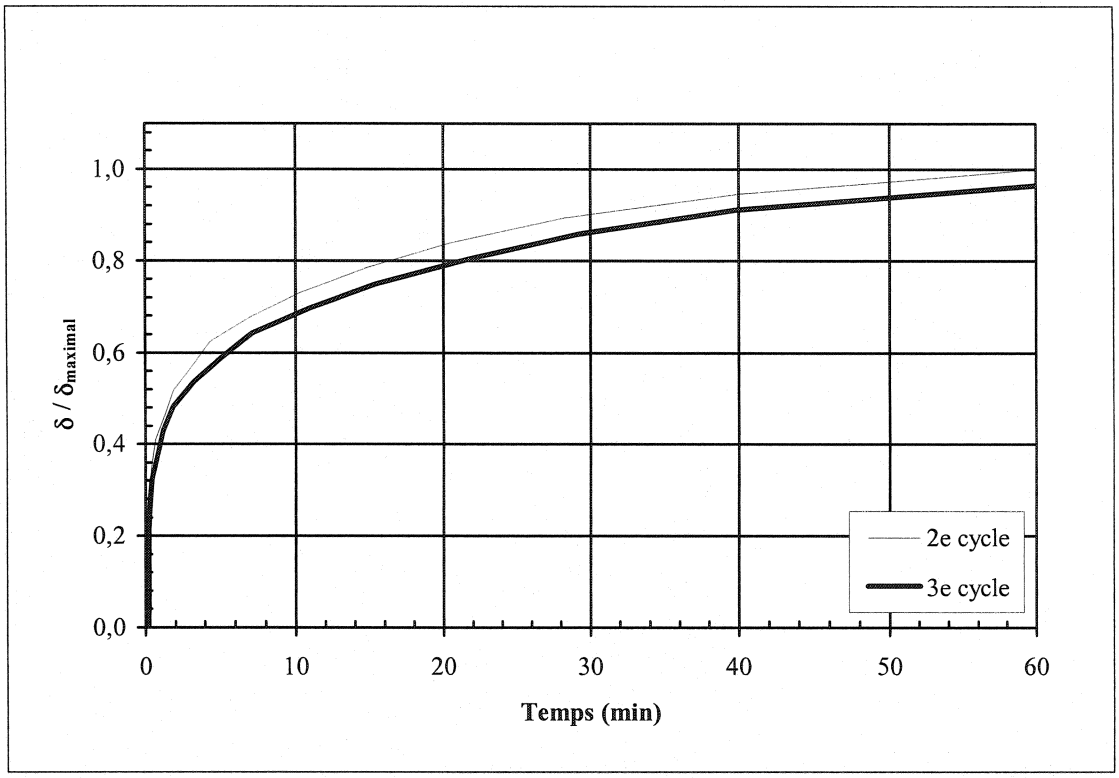


Figure 4.17 : Contribution possible du frittage à la contamination pour des temps de séjours de l'ordre de quelques heures (C-6070-3; 13200 N; 815°C)

4.5.3.5 Vérification de la «mémoire» du matériau

La déformation viscoplastique reste irréversible en tout temps, mais la déformation viscoélastique est réversible et son taux diminue progressivement avec le temps, c'est-à-dire qu'elle apparaît et se sature progressivement sous charge et qu'elle disparaît graduellement au repos. Le danger provient du fait que ces états de saturation, pour lesquels la distribution des déformations viscoélastiques résiduelles dépend du temps d'essai et de la charge mise en jeu, peuvent créer des différences entre les courbes. Cette hypothèse doit toutefois être rejetée suite à la simulation numérique d'un tel cas. En effet, les courbes obtenues à partir du modèle rhéologique visco-élasto-plastique pour le matériau C-6070-3 à 815°C sont montrées à la figure 4.18 et diffèrent

d'une valeur infime, de l'ordre de 0,02 µm, relativement à ce qui est observé à la figure 4.17, soit environ 0,6 µm.

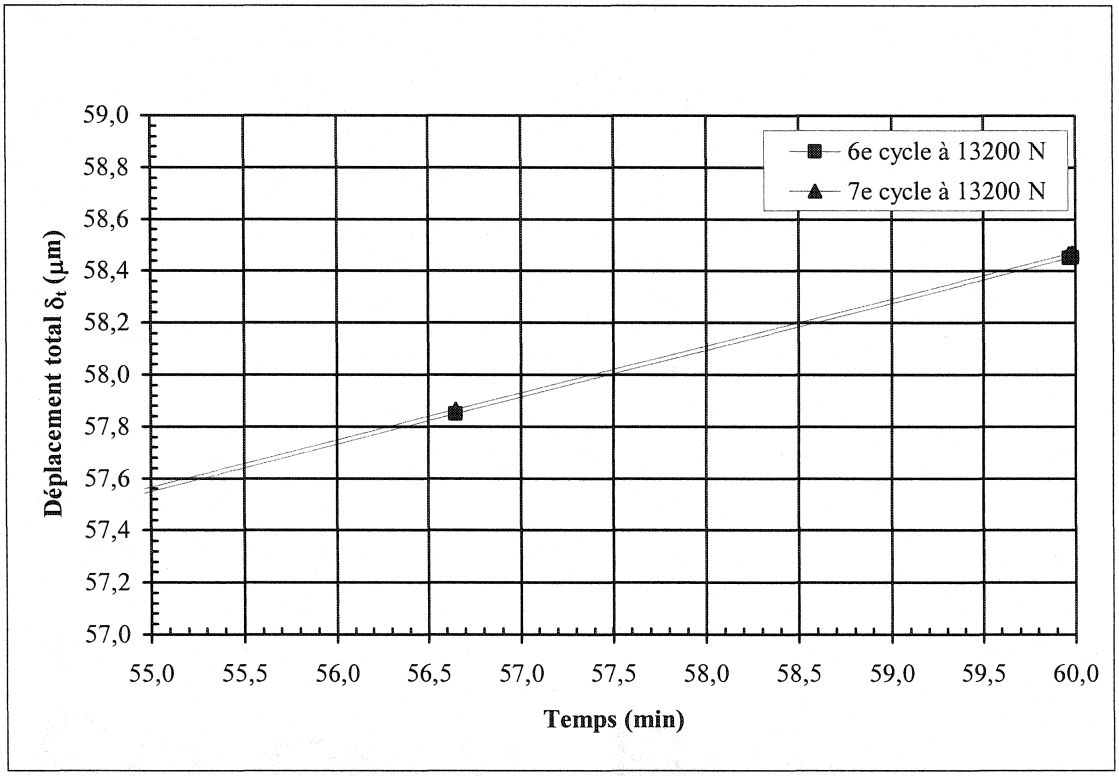


Figure 4.18 : Simulation numérique de la contribution potentielle de la saturation à la contamination

En conséquence, la saturation incomplète ne représenterait qu'une minuscule partie de la contamination et le reste serait dû, en grande partie, aux imperfections du montage avec une légère contribution du frittage. Il est à noter que ce petit écart ne causerait qu'une différence mineure entre les taux de fluage de cycles subséquents. En effet, pour l'exemple de la figure 4.17, en calculant ces taux lorsqu'ils se stabilisent, c'est-à-dire à la fin du plateau de fluage, les résultats pour les deux cycles sont très similaires : 2,80 µm/h et 2,86 µm/h.

En fait, en se référant au graphique de la figure 4.12, il est possible d'affirmer que le matériau ne paraît pas avoir de «mémoire» de son histoire pour ce niveau de chargement et ce type de sollicitation, c'est-à-dire qu'un cycle ne semble pas avoir d'influence sur les suivants. Néanmoins, ceci est vrai seulement pour les cycles subséquents au premier qui, comme de nombreuses figures le montrent, semble avoir une influence non négligeable. D'ailleurs, l'étude de l'endommagement (voir section 4.5.3.6) confirme cette affirmation.

L'influence d'un cycle sur un autre devrait, en principe, rester minimale, puisque l'on demeure dans le domaine élastique du matériau, malgré que celui-ci se déforme de façon inélastique dans le temps. Ceci est d'autant plus vrai lors des essais de compression pour lesquels un endommagement est moins susceptible de se produire, la compression ayant tendance à refermer les fissures plutôt qu'à les ouvrir.

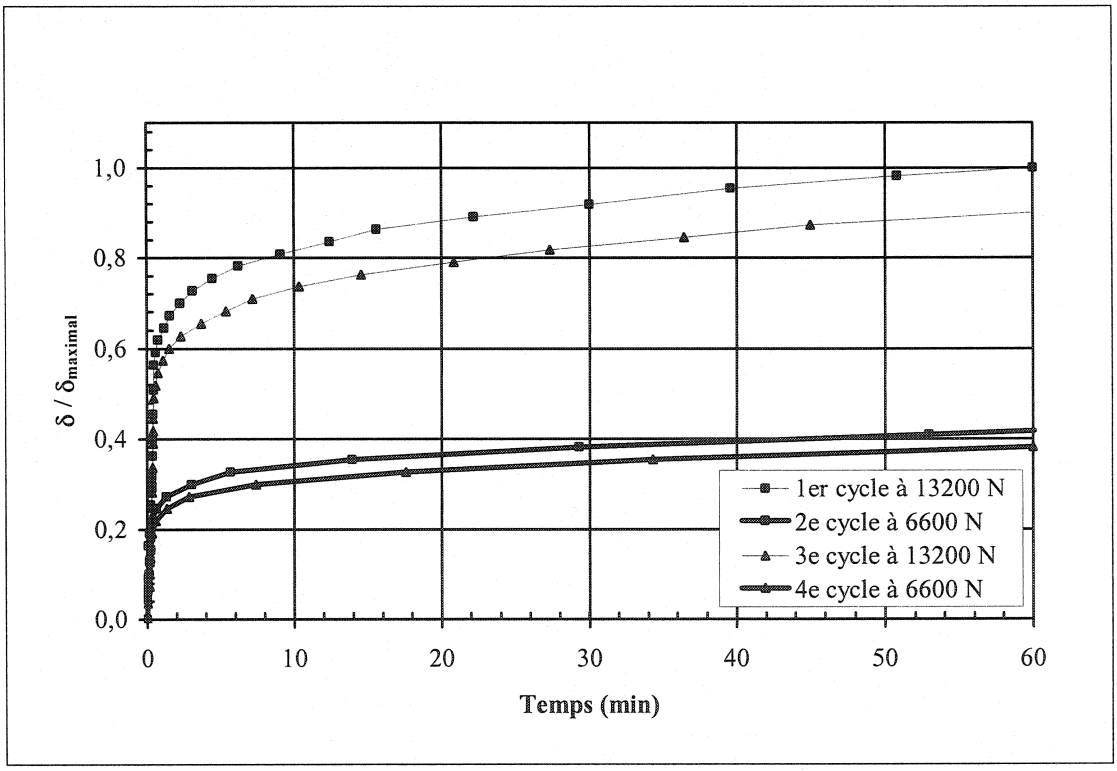


Figure 4.19 : Vérification de la «mémoire» (C-6070-3; 13200 N; 815°C)

La figure 4.19 présente une autre vérification de l'effet négligeable que peut avoir un cycle sur un autre dans l'état de contrainte concerné. La stratégie employée a été de faire varier la charge au plateau de fluage et de noter les différences sur les courbes produites aux mêmes niveaux de charge avant et après cette perturbation. Comme montrée sur cette figure, la différence n'est pas importante (moins de 4%). D'autant plus que ces essais sont réalisés sans cycle de conditionnement préalable. Malgré cela, il est bien sûr préférable, lors d'essais impliquant différents niveaux de charges, de tester en ordre croissant de chargements.

4.5.3.6 Vérification de l'endommagement des échantillons

L'objectif de ces essais est de vérifier si les éprouvettes s'endommagent d'un cycle à un autre. Malgré que les échantillons ne semblent pas avoir de «mémoire» quant à leur histoire pour les niveaux de sollicitations impliqués, il est jugé plus rigoureux de s'assurer que ceux-ci ne s'endommagent pas lors d'un cycle. Effectivement, l'endommagement irréversible peut faire en sorte que l'histoire de charge ait une influence sur le comportement du matériau. Ainsi, des essais de flexion à 500 N sont réalisés dans le but de créer le plus d'endommagement possible du fait que la fibre inférieure se trouve en tension. Tel que mentionné précédemment, le module dynamique en flexion parallèle ($E_{//}$), exprimé sous forme de rigidité résiduelle relative (E/E_0), se révèle le meilleur outil de caractérisation de l'endommagement, car une baisse de celui-ci signifie que l'éprouvette s'endommage. La procédure normale d'essai est donc exécutée en incluant, entre les différents cycles, une période de refroidissement et de réchauffement de manière à pouvoir mesurer le module dynamique.

La figure 4.20 présente les résultats après différents nombres de cycles à 815°C. Il est évident que le cycle de conditionnement endommage initialement le matériau, mais que les cycles subséquents ont très peu d'influence sur les suivants. Ceci confirme donc

que les matériaux ne possèdent pas de «mémoire» des sollicitations mise en cause, mise à part le cycle initial de conditionnement.

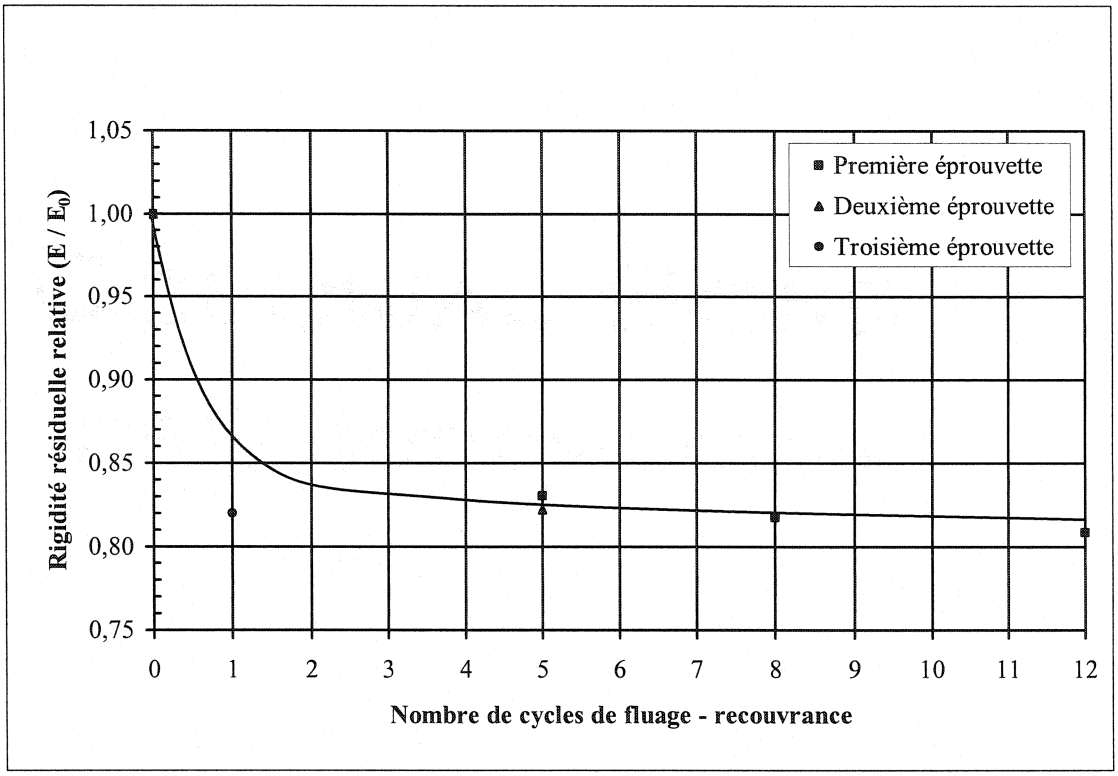


Figure 4.20 : Vérification de la l'endommagement du matériau C-6070-3 à 815°C

Une seconde hypothèse quant à l'explication de l'endommagement peut être soulevée. Il s'agit d'attribuer la dégradation du réfractaire à l'incompatibilité géométrique causée par la différence entre les coefficients de dilatation thermique de ses constituants. En effet, selon Simonin (2000), après un traitement thermique initial, la dilatation des agrégats opposée au retrait du frittage de la matrice créerait une microfissuration interfaciale. Cette affirmation est intéressante et mériterait des développements expérimentaux plus poussés mais, dans le cas présent, ces derniers ne sont pas nécessaires à l'atteinte des objectifs. C'est pourquoi, un seul essai s'est révélé pertinent, celui de faire subir la même histoire thermique à trois éprouvettes (notées 1, 2 et 3) cuites à 815°C à la différence d'un cycle mécanique supplémentaire pour l'une

d'entre elles (1) et d'un choc thermique en chauffage pour une autre (3). Les résultats de cette courte étude figurent au tableau 4.9.

Tableau 4.9 : Étude des causes de l'endommagement

Éprouvettes (C-6070-3)	Type d'essais			Module d'élasticité en flexion parallèle ($E_{//}$)		
	Cycle thermique	Cycle mécanique	Choc thermique	Avant	Après	E/E_0
	815 °C	500 N	815 °C	GPa	GPa	
1	Oui	Oui	Non	67,4 ± 5,4	55,2 ± 1,6	0,82
2	Oui	Non	Non	68,1 ± 0,0	55,2 ± 0,0	0,81
3	Non	Non	Oui	70,5 ± 0,0	54,0 ± 0,0	0,77

Note : un écart type de 0,0 est calculé à partir d'une seule éprouvette.

L'hypothèse se révèle donc plausible, car l'éprouvette n'ayant subi que le cycle thermique (2) est endommagée dans des proportions semblables à celle ayant subi une sollicitation mécanique additionnelle (1). De plus, l'éprouvette ayant subi un choc thermique en chauffage (3) a sensiblement la même rigidité résiduelle relative (quoiqu'un peu plus basse) que les deux autres, prouvant du même coup que le fait d'ajouter des éprouvettes dans le four au fur et à mesure que les essais se déroulent n'a pas d'effet significatif sur leurs propriétés mécaniques par rapport à celles qui auraient été chauffées lentement. Évidemment, un délai d'homogénéisation thermique doit tout de même être accordé avant le début du chargement.

4.5.4 Essais principaux

Les essais principaux sont ceux visant à déceler l'influence de certains paramètres expérimentaux et ceux dédiés à la caractérisation du comportement temporel

d'une sélection de bétons utilisés dans l'industrie. Ces tests sont décrits en détails dans ce qui suit.

4.5.4.1 Essais de fluage-recouvrance en compression

Le comportement temporel est étudié en fonction de plusieurs facteurs reliés aux conditions expérimentales. En effet, les différentes conditions susceptibles d'avoir une influence sur celui-ci, en particulier sur la viscoélasticité, sont variées indépendamment de façon à observer l'effet de chacune d'elles sur la réponse d'un même matériau, voir d'une même éprouvette. Les conditions expérimentales d'intérêt se résument aux quatre suivantes : température de cuisson ($T°_{cuisson}$), température d'essai ($T°_{essai}$), charge maximale au plateau de fluage (F_{max}) et vitesse de sollicitation ($\dot{\delta}$). L'influence de ces conditions est mise en évidence à l'aide du produit C-6070-3 soumis à des essais de compression.

Les essais de compression sont choisis de préférence aux essais de flexion pour une raison majeure reliée à l'utilisation des courbes résultantes. En effet, comme il est présenté ultérieurement (voir chapitre 5), l'analyse de la réponse temporelle du matériau est réalisée à l'aide d'un modèle rhéologique constitué de ressorts et d'amortisseurs. Ce modèle sert en fait d'outil pour une meilleure compréhension des phénomènes impliqués. La mise en équation par analogies mécaniques a également été dérivée dans la partie théorique (voir chapitre 2) et impliquait la relation entre la contrainte et la déformation. Cette relation étant directe dans le cas des essais de compression (par rapport aux essais de flexion), l'analyse des signaux en est donc simplifiée.

Les essais consistent en l'application d'une charge sur les éprouvettes cylindriques. Ils ont pour but de solliciter surtout la partie viscoélastique de la déformation afin de pouvoir ensuite la quantifier dans différentes conditions. Il n'est pas ici question de caractériser le phénomène de microfissuration, puisque la sollicitation de

compression a tendance à refermer les fissures plutôt qu'à les ouvrir. De plus, des niveaux de contraintes relativement bas sont utilisés pour s'assurer de rester, le plus possible, dans le domaine élastique du matériau et ainsi maintenir à une valeur minimale la non-linéarité qui entrerait en jeu dans le cas hypothétique pour lequel il y aurait de l'endommagement. Il est également à noter que les niveaux de chargements sont choisis en tenant compte du fait que la structure de la machine est conçue pour résister à une charge limite de 15 kN. Enfin, la procédure détaillée se base sur la procédure générale présentée précédemment :

1. Montée en température :
    - vitesse de montée = 5,0 °C/min
    - température du plateau = 815 °C
    - temps d'homogénéisation = 1 heure
2. Application de la charge :
    - vitesse d'application = 3,0 mm/min
    - charge au plateau de fluage = 3300 N
    - temps de maintien de la charge = 16 heures
3. Déchargement rapide :
    - vitesse de déchargement = 20,0 mm/min
    - charge minimale = 50 N
    - temps de repos = 1 heure
4. Répétition, pour chaque conditions d'essais, de deux cycles de fluage – recouvrance en maintenant des plateaux de fluage et de repos d'une heure chacun
    - première condition : 3300 N avec montée à 3,0 mm/min
    - deuxième condition : 6600 N avec montée à 3,0 mm/min
    - troisième condition : 13200 N avec montée à 3,0 mm/min
    - quatrième condition : 13200 N avec montée à 0,5 mm/min
    - cinquième condition : 13200 N avec montée à 3,0 mm/min et température de 750 °C

5. Refroidissement :
    - vitesse de refroidissement = 5,0 °C/min

L'ensemble de cette procédure est accompli à l'aide d'une seule éprouvette et se déroule sur un intervalle de temps total d'environ 70 heures à haute température. Il est répété sur un échantillonnage constitué de trois éprouvettes provenant toutes de la même coulée, mais de blocs différents.

Les justifications des choix de la plupart des paramètres expérimentaux énumérés ci-dessus ont déjà été présentées dans la section 4.5.2. Il est à noter que la vitesse de chargement de 3,0 mm/min correspond approximativement à un taux de chargement d'environ 12,0 MPa/min, c'est-à-dire celui spécifié par le standard américain ASTM C 133 – 97 : «Standard Test Method for Cold Crushing Strength and Modulus of Rupture of Refractories». Finalement, les différents niveaux de charges en compression sont équivalents à, respectivement, 10, 20 et 40 fois celui spécifié par les standards ISO 3187 : «Produits réfractaires – Détermination du fluage à la compression» et ASTM C 832 – 89 : «Standard Test Method of Measuring the Thermal Expansion and Creep of Refractories under Load», c'est-à-dire 172,0 kPa correspondant à environ 330 N dans le cas présent.

4.5.4.2 Essais de fluage-recouvrance en flexion

Le choix de faire des tests de flexion s'est basé principalement sur des raisons pratiques, soient : le temps requis pour la mise en forme des éprouvettes (celles de compression requérant beaucoup plus de temps et de matériel), la facilité de caractérisation (notamment pour les modules dynamiques), la facilité de mise en œuvre, … De plus, ces essais ont l'avantage d'engendrer des déformations relativement grandes sous l'application de charges peu élevées. Enfin, puisque les tests de corrosion sous contrainte sont faits en flexion, les essais qui sont réalisés dans le cadre de la

caractérisation du comportement temporel constituent une banque de données réutilisable lors de cette étude.

Les essais de flexion sont accomplis sur différents produits alumino-siliceux, soient : le C-6070-3, le C-7080-4 et le C-8090-4. Ainsi, l'effet d'une variation du pourcentage d'alumine peut potentiellement être observé. Cependant, seule une estimation grossière de cette influence peut être faite, puisque plusieurs paramètres de formulation de ces produits diffèrent. Aussi, une courte étude portant sur l'effet de l'ajout de fumée de silice ($\%_{FS}$) est effectuée. Celle-ci est accomplie en utilisant le produit RC-6634. Le produit SF-4 est également caractérisé, notamment en prévision de son utilisation dans les essais de corrosion sous contrainte.

Les tests ont été accomplis sur un nombre de quatre éprouvettes par produit, c'est-à-dire trois précuites à 815 °C et une précuite à 1200 °C. Ainsi, l'effet de la température de cuisson peut également être mis en évidence en flexion. La procédure employée découle de la procédure générale :

1. Montée en température :
    - vitesse de montée = 5,0 °C/min
    - température du plateau = 815 °C
    - temps d'homogénéisation = 1 heure
2. Application de la charge :
    - vitesse d'application = 0,5 mm/min
    - charge au plateau de fluage = 500 N
    - temps de maintien de la charge = 16 heures
3. Déchargement rapide :
    - vitesse de déchargement = 20,0 mm/min
    - charge minimale = 25 N
    - temps de repos = 1 heure

4. Répétition de deux cycles de fluage – recouvrance en maintenant des plateaux de fluage et de repos d'une heure chacun
    - mêmes spécifications que le cycle initial
5. Refroidissement :
    - vitesse de refroidissement = 5,0 °C/min

La raison majeure du choix d'une charge au plateau de fluage de 500 N réside dans le fait qu'elle représente environ 25% du module de rupture à chaud du matériau de référence, soit le C-6070-3. Ainsi, ce niveau de charge est sélectionné afin de s'assurer que les matériaux n'atteignent pas le fluage tertiaire et qu'ils restent, le plus possible, dans leur domaine élastique de manière à minimiser l'endommagement. Puisque les autres candidats, mise à part le produit SF-4, ont des modules de rupture semblables, cette charge est appliquée à tous ceux-ci. Une charge de 350 N a été choisie pour le SF-4, car son module de rupture est plus faible. Ce chargement correspond en fait à 50% de son module de rupture à chaud.

Finalement, il est à noter que l'analyse des signaux se fait en fonction du déplacement et non de la déformation. De plus, puisque ces essais, de part la nature des matériaux et la géométrie des éprouvettes, ne conviennent pas aux hypothèses de la théorie des poutres linéaires élastiques en flexion, l'interprétation est faite en terme des forces impliquées.

4.6 Étude de la corrosion sous contrainte

L'étude de la corrosion sous contrainte des monolithiques a pour objectifs principaux les suivants :

- Mettre en évidence l'influence de la corrosion sur le comportement mécanique d'un béton réfractaire;

- Observer l'influence d'une contrainte sur la cinétique de la corrosion par l'aluminium liquide;

Il s'agit en fait de vérifier si le phénomène de la corrosion sous contrainte existe dans les bétons réfractaires.

Afin de réaliser ce type particulier d'expérience, le montage a subi quelques changements qui sont expliqués dans la section qui suit. De plus, les sections subséquentes décrivent la méthodologie suivie lors du développement de la procédure d'essais ainsi que lors des essais préliminaires. Enfin, les essais principaux seront détaillés.

4.6.1 Modification du montage de flexion

Le montage conçu est à la base un montage de flexion en trois points, avec la particularité que l'éprouvette soumise au chargement baigne dans l'aluminium liquide. Pour ce faire, le bloc support est remplacé par un creuset pouvant contenir l'aluminium liquide et capable de soutenir les charges mises en jeu. Évidemment, le capteur de déplacement normalement présent lors des essais de flexion ne peut être utilisé dans ce montage dû à la présence du creuset. La stratégie employée pour contourner ce problème est explicitée dans la section 4.6.3. Le point d'appui supérieur est également changé afin d'éviter qu'il se détériore lors des essais. Il est fabriqué d'une plaque plus épaisse, plus longue et arrondie à l'une de ses extrémités, faite d'un béton à très haute teneur en alumine. Ce montage est montré à la figure 4.21. Il est également à noter que le four est équipé de joints étanches de silicone de façon à pouvoir faire des essais en atmosphère non oxydante. Malgré cela, seuls des test sous balayage de gaz sont possibles, car les parois du four sont trop minces pour résister à un vide même partiel.

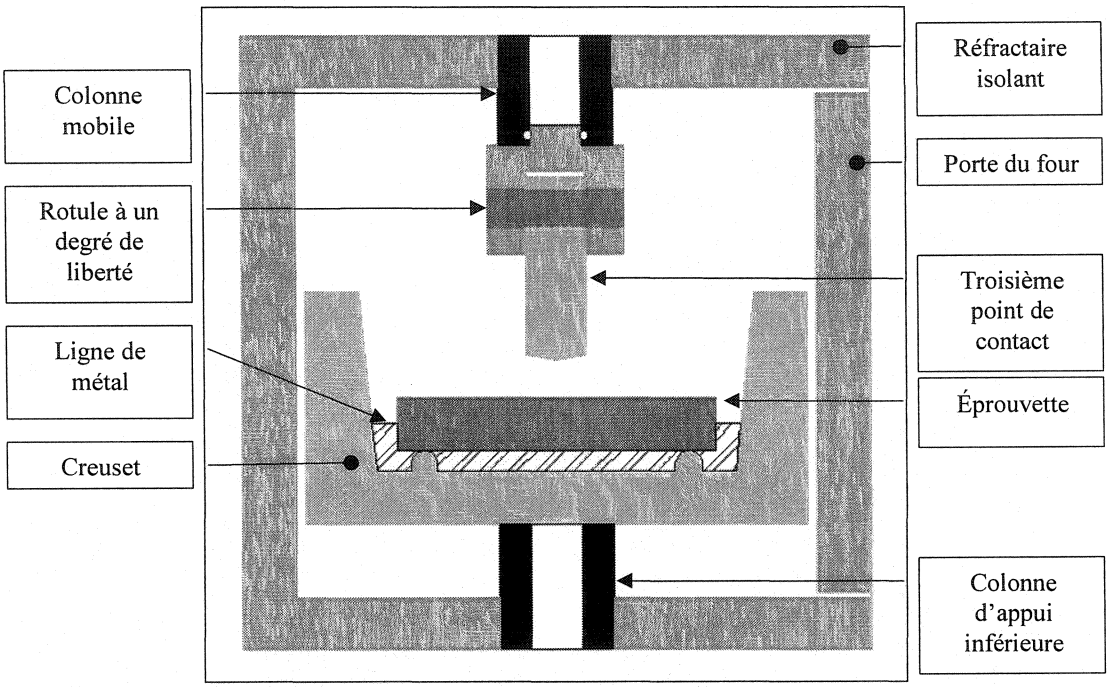


Figure 4.21 : Vue de côté du montage pour les essais de corrosion sous contrainte

4.6.1.1 Design et fabrication du creuset

Une des premières étapes du processus de modification est la conception d'un creuset possédant les propriétés suivantes : résistant aux contraintes mécaniques imposées et résistant à l'attaque chimique par l'aluminium en fusion. Le matériau de choix en considérant ces propriétés est donc le C-6070-3. En plus de respecter ces conditions, la forme du creuset doit permettre d'appuyer correctement des éprouvettes en flexion. Ceci signifie que les supports linéaires à l'intérieur du creuset doivent être soumis aux mêmes exigences que ceux du banc d'essai de flexion. Or, la présence éventuelle d'aluminium liquide a forcé l'ajout de deux demi cylindres solidaires du reste de la pièce. La forme complexe du creuset a donc fait en sorte qu'il devait être coulé. Ainsi, un moule spécial a été conçu pour le couler d'une seule pièce. Conséquemment, des erreurs potentielles, telles que des moments de torsion ou des forces de frottement, engendrées par le fait que les supports inférieurs soient complètement immobiles, doivent être prises en compte. Dans le but de minimiser ces erreurs, le moule a été usiné

avec beaucoup de précision au niveau de la planéité et du parallélisme des surfaces pouvant avoir une influence. Celui-ci a également été fabriqué de manière à ce que la surface libre soit celle du dessous du creuset. Ainsi, suite au coulage, au séchage et à une cuisson à 1000°C suivant les méthodes définies précédemment, la surface inférieure du creuset a été rectifiée en s'appuyant sur les deux demi cylindres. Ceci assure donc un certain parallélisme entre cette surface et le plan défini par les fibres supérieures des deux supports, c'est-à-dire les lignes de contact avec les éprouvettes, de façon à induire le minimum de moments parasites lors du chargement. La figure 4.22 montre les dimensions exactes et la forme complexe du creuset.

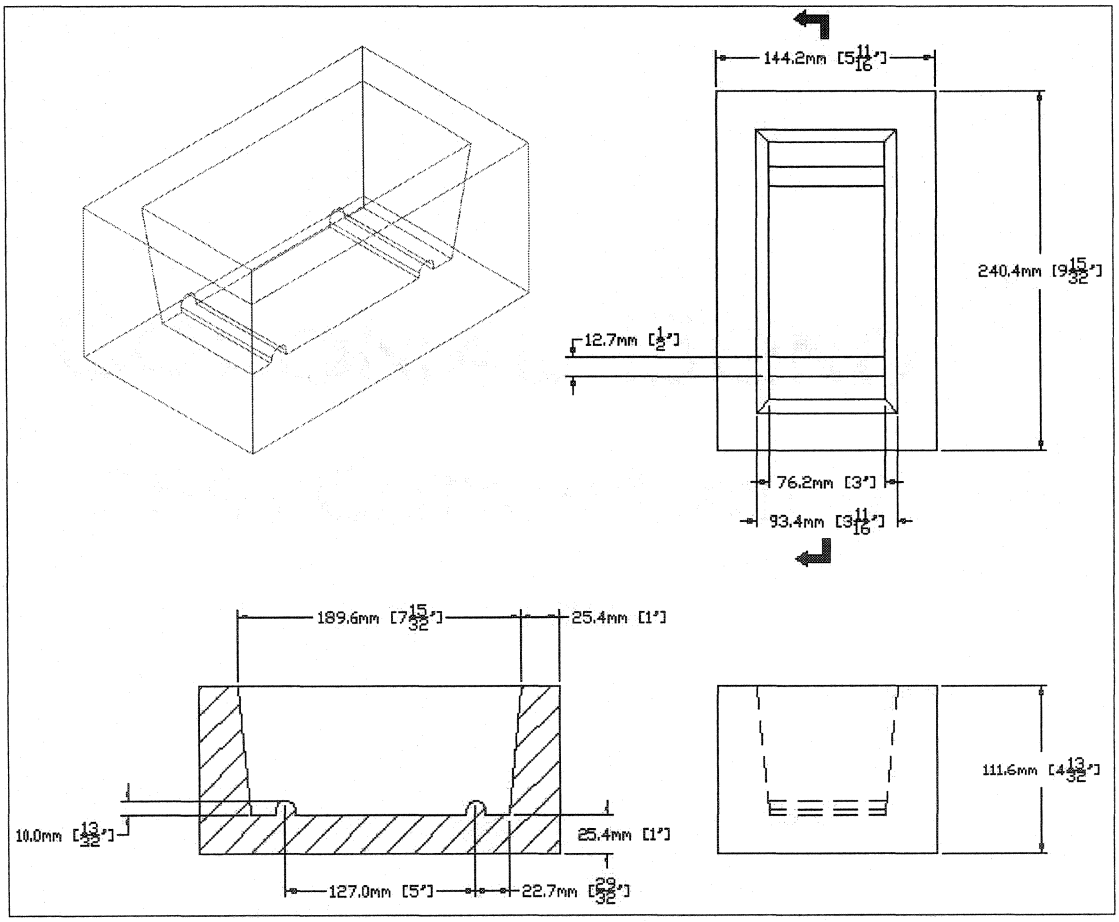


Figure 4.22 : Creuset utilisé pour la corrosion sous contrainte

4.6.1.2 Design et fabrication du troisième point de contact

Le troisième point de contact est spécialement conçu pour minimiser les chances de détérioration des parties du montage faites d'alumine dense. Cette pièce, montrée à la figure 4.23, possède la longueur la plus grande possible compte tenu de la possibilité de flambement, mais surtout des restrictions provenant des dimensions du four. Une telle longueur réduit au minimum les risques potentiels de contact direct entre le métal en fusion et la colonne de poussée en alumine dense.

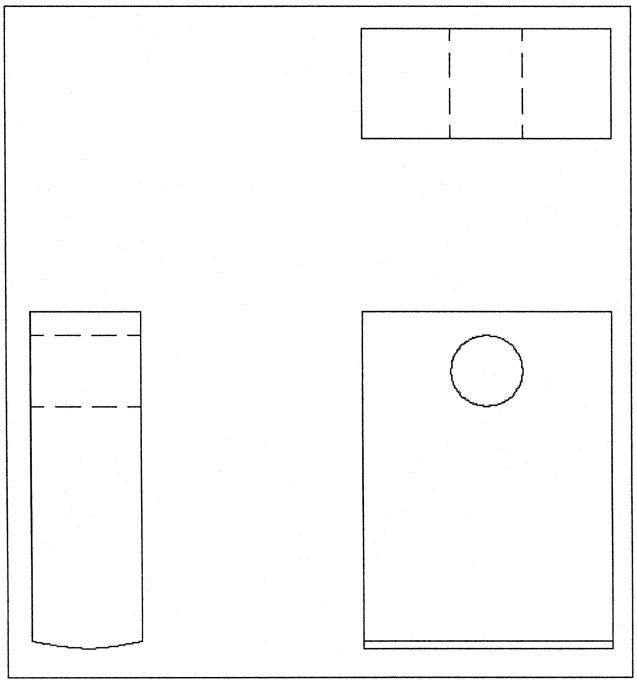


Figure 4.23 : Troisième point de contact du montage de corrosion sous contrainte

Ainsi, le troisième point de contact est une longue plaque faite de béton à haute teneur en alumine dont une des extrémités est arrondie de façon à entrer en contact avec les éprouvettes en une ligne. La recette est montrée au tableau 4.10. Il est à noter que cette pièce constitue également une rotule selon son axe transversal, pour accommoder le plus possible les défauts dans l'alignement de l'ensemble du montage.

Tableau 4.10 : Recette du béton à haute teneur en alumine utilisé pour faire le troisième point d'appui

Matières premières (produits commerciaux)	Granulométrie mailles	Proportion % massique
Alumine tabulaire	3-6	22,0
	6-14	18,3
	14-28	9,0
	28-48	10,3
	48-200	6,1
	-325	8,4
A-3000	NA	7,0
A-1000	NA	17,9
Alphabond 100	NA	1,0
Total	NA	**100,0**
RD-2000	NA	9,8
Acide citrique	NA	1,0
H_2O	NA	4,5

Note : les lettres «NA» signifient non applicable.

La mise en forme est relativement simple, mais doit être strictement respectée. Tout d'abord, un cylindre de diamètre 101,6 mm et d'épaisseur 76,2 mm est coulé, séché et cuit à 1600°C pendant cinq heures. Ensuite, la pièce est coupée selon deux cordes parallèles entre elles et distantes de 29,0 mm. Cette dimension correspond à l'épaisseur de la plaque dont seule une des extrémités demeurera courbe. Les endroits de coupe se situent sur le cercle de façon à ce que les cordes soient les plus longues possibles. Ces nouvelles surfaces serviront de référence pour rectifier selon une troisième corde du cercle, perpendiculaire aux deux autres et dont le centre se situe à 88,1 mm de la circonférence. En suivant cette procédure, le milieu de l'arc de cercle décrivant la courbure devrait normalement être le point le plus éloigné de la surface rectifiée et devrait se situer exactement au centre de l'épaisseur. La ligne joignant les deux points milieu de la surface courbe constitue le troisième point d'appui en flexion. Enfin, la plaque est percée sur ses plus grandes surfaces de façon à pouvoir se fixer au reste du montage par l'intermédiaire d'une goupille. La distance entre le centre de ce trou et la

surface du haut doit être de 15,5 mm et son axe doit être parallèle à cette surface plane et perpendiculaire aux deux autres. La figure 4.24 résume la marche à suivre.

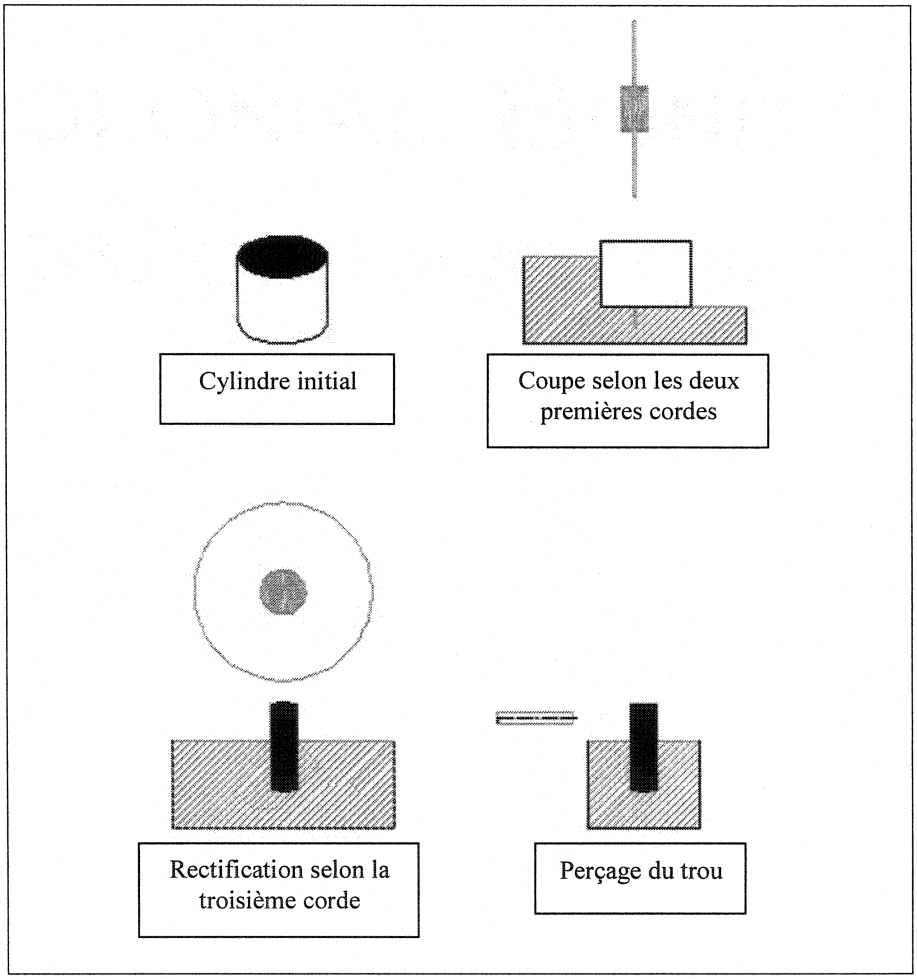


Figure 4.24 : Procédure d'usinage du troisième point d'appui

4.6.2 Développement de la procédure d'essais de corrosion sous contrainte

Pour vérifier l'hypothèse d'un effet synergique entre une contrainte mécanique et la corrosion par l'aluminium liquide, des tests de fluage sont accomplis sur des éprouvettes de flexion de mêmes dimensions que celles déjà décrites et fabriquées selon les mêmes méthodes. Les raisons de ce choix sont simples. Premièrement, les tests de

flexion exposent une surface des éprouvettes à des contraintes de tension qui favorisent l'ouverture de fissure en comparaison avec les essais de compression ayant tendance à les refermer. Les éprouvettes étant partiellement immergées dans l'aluminium en fusion, l'ouverture des fissures offre une meilleure chance d'observer une interaction entre la corrosion par le métal et les contraintes mécaniques appliquées. Deuxièmement, les essais de fluage ont l'avantage d'être très long comparativement aux temps des tests mécaniques conventionnels. La cinétique de corrosion étant également très lente comparativement à ces temps usuels de tests, un long fluage permet à celle-ci d'agir pendant que la contrainte mécanique est appliquée. Enfin, les comportements en fluage des produits potentiellement candidats pour ces essais sont déjà relativement bien connus, résultant donc en une plus grande quantité d'informations pouvant être utilisées à des fins comparatives.

Mise à part la longue durée des tests, trois autres problèmes existent :

- l'oxydation en surface de l'aluminium liquide;
- la corrosion du montage par l'aluminium liquide;
- l'impossibilité d'instrumenter l'éprouvette d'un capteur de déplacement;

Les stratégies choisies pour pallier à ces problèmes sont les suivantes. En premier lieu, si l'oxydation est vraiment une difficulté majeure, celle-ci peut, au besoin, être réduite par l'introduction d'une atmosphère non oxydante composée d'azote (N_2) ou d'argon (Ar) tout au long des essais. Les essais préliminaires d'immersion partielle étant réalisés à l'air libre, on se base sur ces résultats pour décider de l'introduction d'un gaz neutre. La corrosion, quant à elle, peut attaquer le creuset et, possiblement, le point d'application de la charge. Ceci est pris en compte en utilisant des agents anti-mouillants dans la conception du béton constituant le creuset et en évitant le plus possible les possibilités de contacts entre l'aluminium liquide et le troisième point d'appui. C'est pourquoi les essais se font en immersion partielle plutôt qu'en immersion

totale. Enfin, il est bon de noter que le troisième point d'appui étant presque uniquement constitué d'alumine, sa susceptibilité à être corrodée par l'aluminium pur est très limitée.

Le problème de la mesure du déplacement est contourné en utilisant le déplacement de la traverse. La comparaison des signaux provenant du capteur de déplacement et de la traverse révèle que la valeur absolue du déplacement de la traverse est erronée, mais que la variation de celle-ci après l'atteinte du plateau de fluage suit parfaitement celle du capteur de déplacement. D'ailleurs, les essais préliminaires qui sont présentés plus loin confirment le tout.

La procédure finale employée pour les essais visant à déceler l'existence du phénomène de corrosion sous contrainte, se détail comme suit :

1. Montée en température :
    - vitesse de montée = 5,0 °C/min
    - température du plateau = 815 °C
    - temps d'homogénéisation = 1 heure
2. Application de la charge :
    - vitesse d'application = 0,5 mm/min
    - charge au plateau de fluage = 500 N ou 350 N (SF-4)
    - temps de maintien de la charge = 16 heures
3. Ajout de l'aluminium solide :
    - période de régime thermique transitoire = environ une heure
4. Plateau de fluage :
    - différents temps de maintien de la charge
5. Déchargement :
    - vitesse de déchargement = 20,0 mm/min
6. Refroidissement :
    - vitesse de refroidissement = 5,0 °C/min

Cette manière de faire permet la comparaison entre les taux de fluage d'une même éprouvette à sec, c'est-à-dire sans aluminium, et en présence du métal liquide. Ainsi, l'influence de la corrosion sur le comportement en fluage peut être directement observée. De même, l'influence des contraintes sur la cinétique de corrosion peut être étudiée lors de l'observation des profils de corrosion après différents temps d'exposition. Évidemment, l'ouverture du four pour l'ajout d'aluminium provoque l'apparition d'un régime thermique transitoire agissant sur le comportement en fluage des éprouvettes. Toutefois, des essais préliminaires révèlent que ceci ne constitue pas un problème, puisque ce régime s'estompe en moins d'une heure. Ainsi, durant ce court laps de temps, le régime permanent en fluage est rétabli et la corrosion par l'aluminium n'a pratiquement pas le temps de s'initier, puisque l'aluminium requiert un certain temps d'incubation avant le commencement de la corrosion. Enfin, il est à noter que la charge au plateau de fluage, initialement fixée à 500 N, a été abaissée à 350 N pour le matériau SF-4 suite aux essais de fluage-recouvrance, desquels il a été observé que ce produit ne pouvait soutenir 500 N pour la durée complète des essais. En fait, il est important que le matériau candidat soit capable de soutenir la charge imposée, sans atteindre son fluage tertiaire, de manière à pouvoir comparer les taux de fluage après différents temps de sollicitation.

4.6.3 Essais préliminaires

Avant de procéder aux essais principaux, on devait sélectionner le meilleur matériau d'entre ceux testés lors de la première partie de ce travail, soient le C-6070-3, le C-7080-4, le C-8090-4, et le SF-4 cuits à 815°C et 1200°C. Par meilleur, il est sous-entendu : un béton pouvant être sujet à un degré suffisant de corrosion durant une période de temps raisonnable et capable de soutenir une charge sans atteindre son fluage tertiaire pour la durée complète d'un essai. Les essais qui suivent ont donc pour buts de choisir ce matériau et de s'assurer que la procédure précédemment définie est adéquate.

4.6.3.1 Essais de corrosion en immersion partielle

Ces essais visent à reproduire le mieux possible les conditions des essais principaux de corrosion sous contrainte mais sans l'application d'une charge sur l'éprouvette. Ainsi, ils sont réalisés dans des creusets où les éprouvettes s'appuient sur les supports de flexion tout en étant partiellement immergées dans le métal liquide. Les matériaux C-6070-3, C-7080-4, C-8090-4 et SF-4 ont tous été soumis à ces tests selon la logique suivante : le produit précuit à 1200°C est d'abord testé et si le résultat s'avère positif, le même produit précuit à 815°C est alors testé. Cette procédure a été choisie de façon à réduire le nombre d'essais parce qu'il est généralement observé que la résistance à la corrosion diminue lorsque le matériau est cuit à 1200°C. De plus, différents alliages ont été utilisés de façon à favoriser le plus possible la corrosion. Le tableau qui suit résume les résultats des combinaisons testées.

Tableau 4.11 : Produits testés en corrosion par immersion partielle à 815°C

Matériaux	Température de cuisson	Durée	Alliage	Résultat
	°C	jours		
C-6070-3	815	4	7075	Faible corrosion des agrégats
	1200	4	7075	Faible corrosion des agrégats
C-7080-4	1200	4	7075	Faible corrosion des agrégats
C-8090-4	1200	4	7075	Faible corrosion des agrégats
	1200	4	Al-5%Mg	Faible corrosion des agrégats
SF-4	815	4	7075	Corrosion généralisée
	815	4	Al	Corrosion généralisée

Suite à l'ensemble de ces essais, voici les observations pertinentes à la définition de la procédure d'essai à adopter et au choix du meilleur matériau :

- les trois produits alumino-siliceux soumis aux alliages choisis ne se corrodent pas suffisamment en quatre jours;
- l'oxydation des différents alliages ne semble pas causer de problèmes majeurs;
- le produit SF-4 se corrode dans tous les alliages; pour éviter les problèmes potentiels d'oxydation, l'aluminium pur devrait être utilisé;

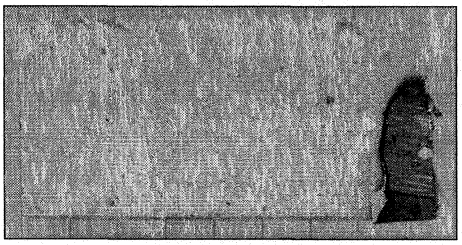
Ces résultats permettent de déduire que le produit SF-4 est le meilleur candidat. Les investigations suivantes sont donc uniquement accomplies à l'aide de ce matériau.

4.6.3.2 Observation de la cinétique de corrosion

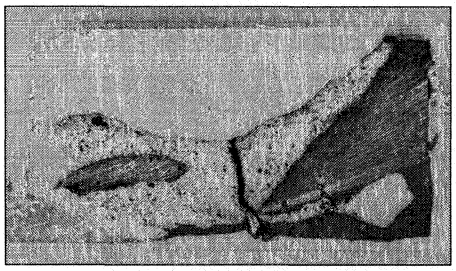
La procédure utilisée lors de ces essais est la même que celle décrite à la section précédente. Toutefois, la durée d'exposition à l'aluminium liquide est variée. Ceci permet d'avoir une estimation du temps d'incubation de la corrosion pour le produit SF-4. La figure 4.25 montre les coupes longitudinales de demi éprouvettes suite à ces essais. On observe une augmentation du degré de corrosion avec le temps de séjour. De plus, le temps d'incubation semble être assez long. En regard de ces résultats, la durée minimale des essais de corrosion sous contrainte a été fixée à 24 heures.

Il est cependant évident qu'il y a une corrosion préférentielle débutant aux extrémités et possiblement aux coins des éprouvettes. Ceci est probablement causé par la plus grande surface spécifique en contact avec le métal liquide. Toutefois, ce profil de corrosion est quelque peu inconvenant, car les extrémités des éprouvettes ne sont pas sollicitées mécaniquement lors des essais de corrosion sous contrainte. Un profil de corrosion initialement plat serait beaucoup plus révélateur et facile à interpréter en terme

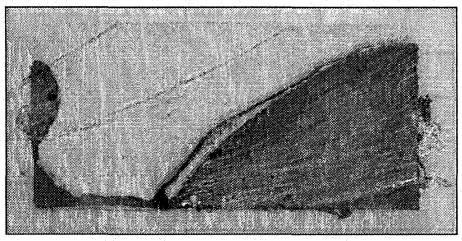
d'effet de la contrainte mécanique. Ainsi, d'autres tests ont été nécessaires afin de trouver une procédure favorisant l'amorce de la corrosion plus au centre des éprouvettes.



Profil après 16 heures



Profil après 24 heures



Profil après 40 heures

Figure 4.25 : Cinétique de la corrosion par l'aluminium liquide du produit SF-4

4.6.3.3 Solutions au problème de corrosion préférentielle

Une des solutions trouvées pour amorcer la corrosion au centre des éprouvettes a été de le badigeonner de fluorure de sodium (NaF). En fait, le but visé par l'application de NaF en surface est de faire en sorte qu'il réagisse avec le réfractaire, diminuant ainsi sa résistance à la corrosion. Puisque cette réaction est d'autant plus favorisée lorsque le NaF est sous forme liquide, il est donc jugé important, lors de la précuisson et

possiblement lors des essais, d'atteindre une température suffisante pour permettre son ramollissement. Le point de fusion du NaF étant au-delà de 815°C, ceci impliquait donc de nombreux changements potentiels. Or, cette température de fusion diminue avec l'ajout de AlF_3. Celle-ci peut être calculée avec l'équation de la courbe du liquidus du système NaF-AlF_3, présentée dans Solheim, Rolseth, Skybakmoen, Stoen, Sterten et Store (1995). Un mélange de ces deux composés dans des proportions massiques de 40% de NaF et de 60% de AlF_3 réduit donc cette température à environ 736°C.

Ainsi, ces poudres sont tout d'abord mélangées avec de l'eau pour obtenir une pâte. Celle-ci est appliquée au centre de la surface inférieure des éprouvettes préalablement pesées sur une ligne de 5 mm par 76 mm. Suite à un séchage d'environ une heure à la température ambiante, les éprouvettes sont pesées une seconde fois et la quantité de pâte est ajustée de manière à obtenir une densité surfacique d'environ 574 g/m^2. Puis, les échantillons sont cuits une deuxième fois à 815°C pendant cinq heures. L'apparence de ceux-ci après cuisson est montrée à la figure 4.26.

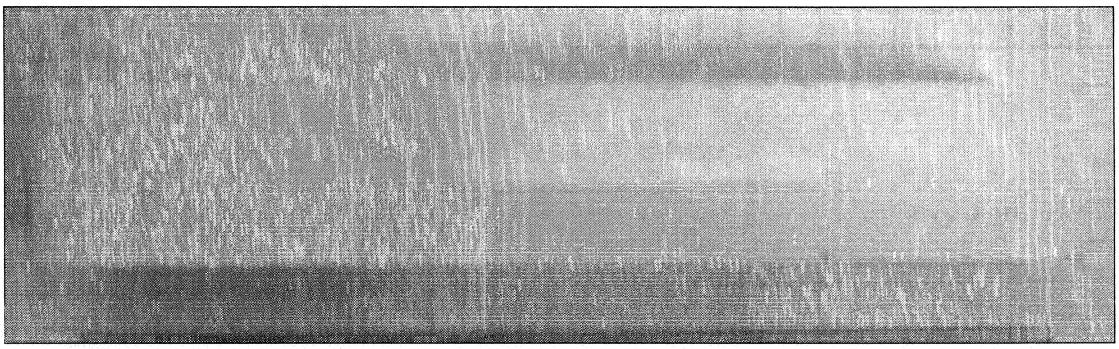
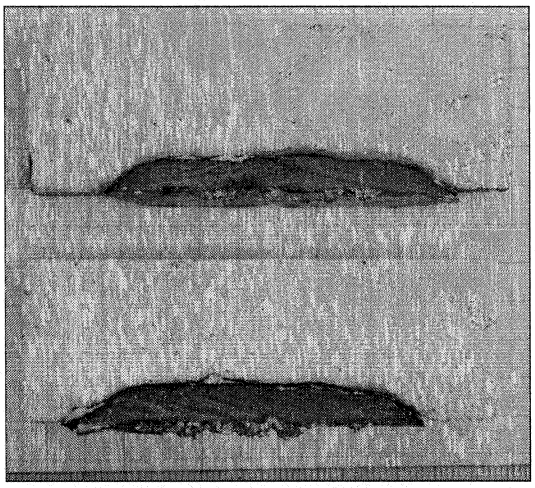


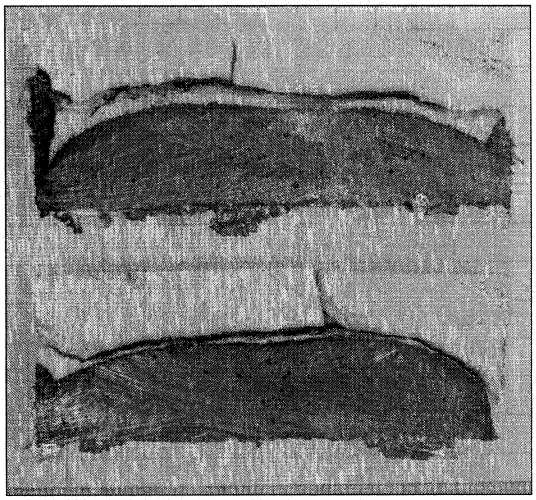
Figure 4.26 : Apparence d'une éprouvette badigeonnée suite à sa seconde cuisson

Une seconde solution au problème de corrosion préférentielle des extrémités a également été mise en application. Celle-ci consiste en un léger frottement de la surface inférieure des éprouvettes partiellement immergées dans l'aluminium. Ce frottement a pour but de déranger la mince couche d'oxyde qui se forme en surface de l'aluminium liquide et qui pourrait possiblement retarder son interaction avec l'éprouvette.

Les résultats confirment que l'utilisation de ces deux procédures est bénéfique. Ceci peut être observé à la figure 4.27 montrant des coupes longitudinales de demi éprouvettes soumises à différents temps de séjour.



Profil après 24 heures



Profil après 48 heures

Figure 4.27 : Corrosion en immersion partielle de demi éprouvettes préalablement «traitées» du produit SF-4

4.6.3.4 Validation de l'utilisation du signal de position de la traverse

Il a été remarqué, lors des essais préliminaires de la première partie, qu'il est possible d'utiliser le signal provenant de la traverse pour mesurer le déplacement de l'éprouvette. Ceci a donc été vérifié pour le montage de corrosion sous contrainte. Pour ce faire, la procédure générale de corrosion sous contrainte est appliquée sur une éprouvette de C-6070-3 contenue dans un creuset vide. Ce creuset est préalablement percé d'un trou permettant la mesure du déplacement à l'aide du LVDT. La comparaison des signaux provenant de la traverse et du LVDT permet donc de vérifier si la position de celle-ci lors du plateau de fluage suit bien le déplacement de l'éprouvette. Les figures 4.28 et 4.29 montrent que les deux signaux se superposent lorsque l'on soustrait la partie élastique «apparente» de chacun d'eux.

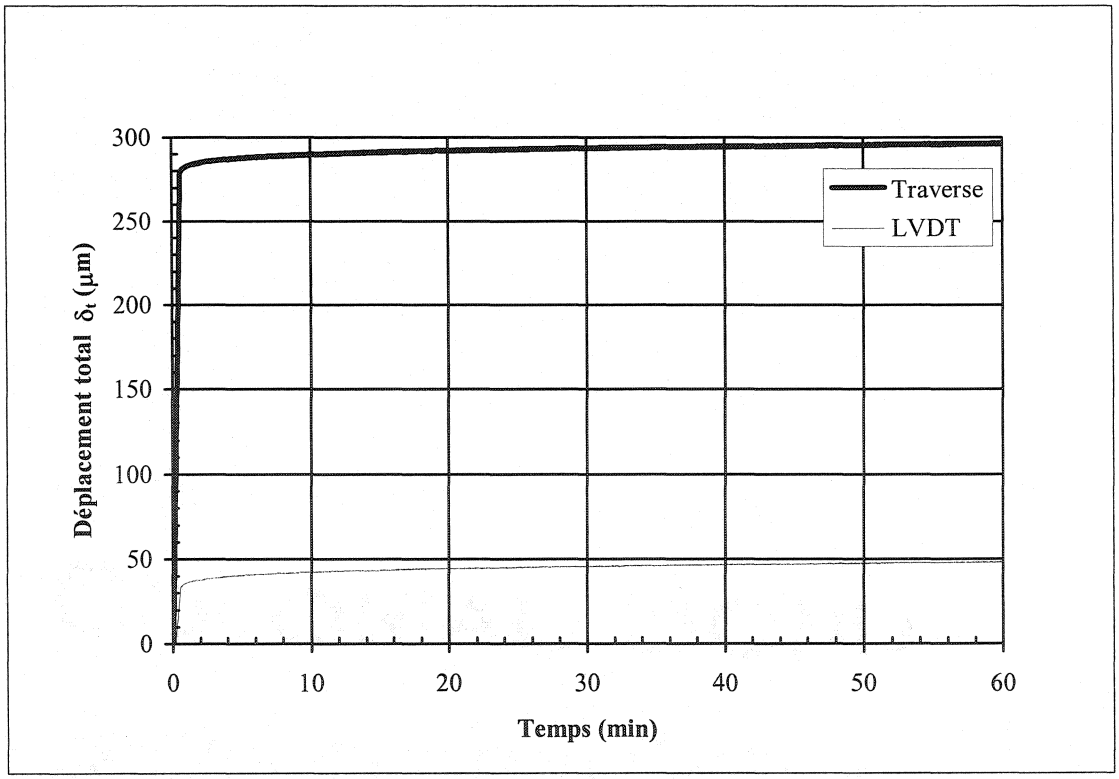


Figure 4.28 : Comparaison des signaux en déplacement absolu total à 815°C

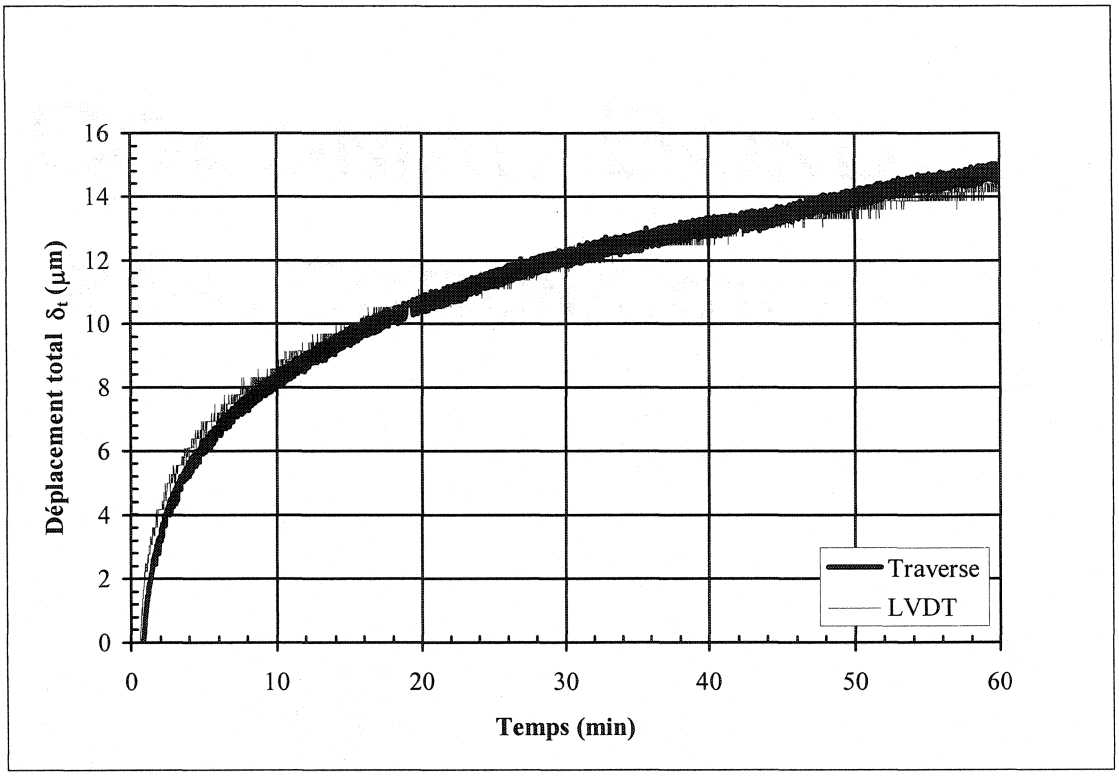


Figure 4.29 : Comparaison des signaux après soustraction de leur partie élastique

4.6.4 Essais principaux

L'étude principale de corrosion sous contrainte a pour objectif de vérifier si ce phénomène existe dans les matériaux réfractaires. En fait, les essais sont accomplis uniquement sur le produit SF-4. Toutefois, il est important de savoir que les éprouvettes de flexion reçoivent un traitement préalable hors du commun :

1. Première précuisson à 815°C pour une durée de cinq heures;
2. Application, sur la surface qui sera en tension, d'un mélange de NaF et de AlF_3 dans les proportions massiques de 40% et de 60%, respectivement;
3. Seconde précuisson à 815°C pour une durée de cinq heures;

Suite à ce traitement, les échantillons sont soumis soit à un essai de corrosion en immersion partielle, soit à un essai uniquement mécanique, soit à un essai de corrosion sous contrainte. Les tests de corrosion en immersion partielle sans contrainte sont utilisés pour avoir des profils de corrosion de références. Ceci est fait dans le but de déceler l'influence de la contrainte sur la cinétique de corrosion. Les essais mécaniques sans aluminium employant la même procédure que ceux de corrosion sous contrainte sont utilisés pour avoir des taux de fluage de référence à différents temps. Enfin, il est à noter que, pour chacune des conditions, deux répliques sont faites.

4.6.4.1 Essais de corrosion sous contrainte

La procédure finale employée pour ces essais se base sur la procédure générale définie précédemment et se détail comme suit :

1. Montée en température :
    - vitesse de montée = 5,0 °C/min
    - température du plateau = 815 °C
    - temps d'homogénéisation = 1 heure
2. Application de la charge :
    - vitesse d'application = 0,5 mm/min
    - charge au plateau de fluage = 350 N pour le SF-4
    - temps de maintien de la charge = 16 heures
3. Ajout de l'aluminium solide :
    - léger frottement sur la face en tension de l'éprouvette
    - période de régime thermique transitoire = environ une heure
4. Plateau de fluage :
    - temps de maintien de la charge = 24, 36 ou 48 heures
5. Déchargement :
    - vitesse de déchargement = 20,0 mm/min

6. Refroidissement :
    - vitesse de refroidissement = 5,0 °C/min

La plupart des choix de paramètres de cette procédure ont été expliqués précédemment. Il est à noter que la charge de fluage est maintenue tout au long de la procédure, même lors de l'ajout d'aluminium. Enfin, les temps de maintien ont été choisis d'après les résultats de l'étude cinétique et en tenant compte du temps total requis pour accomplir les essais.

4.6.4.2 Essais de corrosion en immersion partielle

Les essais en corrosion par immersion partielle consistent simplement à immerger, jusqu'à la moitié de son épaisseur, une éprouvette traitée de la même façon que précédemment. Celle-ci subit par la suite un léger frottement de sa surface inférieure engendrant ainsi un court régime thermique transitoire. Les temps d'exposition sont évidemment les mêmes que ceux des essais en corrosion sous contrainte, soient 24, 36 et 48 heures. Enfin, suite à ce séjour, l'éprouvette est retirée et lentement refroidie.

CHAPITRE 5 - ANALYSE ET INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS

L'analyse et la discussion des résultats des deux études proposées sont l'objet du présent chapitre. Avant tout, la section qui suit décrit la méthode utilisée lors de l'analyse des signaux de l'ensemble des essais et les particularités liées à son application.

5.1 Méthode d'analyse des signaux

Tel que mentionné dans les chapitres précédents, le modèle rhéologique visco-élasto-plastique est utilisé comme outil d'interprétation des courbes expérimentales. La régression des paramètres E_I, η_I, E_{II} et η_{II} à partir de ce modèle permet d'estimer les contributions des différentes composantes de la déformation totale. Ceci facilite donc grandement l'étude de la réponse temporelle. De plus, cet outil offre la possibilité d'analyser les résultats sous une autre perspective, soit l'observation des tendances des paramètres régressés en fonction des variables expérimentales et des caractéristiques des matériaux. Cependant, il faut garder en tête que cette modélisation ne constitue en aucune façon une représentation du comportement réel des matériaux, puisqu'il ne tient pas compte de la triaxilité possible des contraintes, de la géométrie des spécimens, ... L'interprétation se fait donc en une seule dimension et selon des conditions données pour une géométrie spécifique. En principe, les valeurs des paramètres de la loi de comportement devraient varier lors de la mise en charge mais, dans le but de simplifier l'analyse numérique, ils sont maintenus constants pour chaque condition expérimentale.

5.1.1 Description du programme de régression

La régression des paramètres E_I, η_I, E_{II} et η_{II} s'est accomplie à l'aide d'un programme écrit en Visual Basic du logiciel Microsoft Excel (Microsoft Corporation

2003a, Microsoft Corporation 2003b). Ce programme, figurant à l'annexe C, a été développé pour rendre le processus d'extraction simple et efficace, mais surtout rigoureux et consistant. Il est basé sur le principe des moindres carrés. Le programme calcule donc les points d'une courbe déformation-temps qu'il compare aux points expérimentaux. Son critère d'arrêt est multiple, puisqu'il dépend à la fois du choix de l'utilisateur, de la minimisation de la somme des carrés des résidus (R^2) ainsi que de la convergence des paramètres.

L'organigramme de la figure 5.1 présente les étapes de fonctionnement du programme dont l'explication permettra de clarifier les points précédents. Premièrement, l'utilisateur estime les valeurs des paramètres de départ (P_i) et de leur incrément respectif. Dans le cas présent, ces derniers sont des multiples de dix, puisqu'ils varient d'un ordre de grandeur par série d'itérations et que l'incrément minimal choisi comme critère d'arrêt correspond à l'unité. Par la suite, le programme fait varier les paramètres un à la fois (selon l'ordre E_I, E_{II}, η_I et η_{II}) d'une valeur correspondant à l'incrément choisi pour chacun d'eux. Ce faisant, il calcule la valeur de $R^{2'}$ pour chaque combinaison et la compare à celle obtenue (R^2) pour la combinaison précédente. À la fin d'une série d'itérations, la nouvelle combinaison de paramètres (P_i) est comparée à celle (P_{i-1}) de la série précédente. Dans le cas pour lequel l'une des valeurs nouvellement calculées ne correspond pas à l'ancienne, il y a substitution de ces dernières par les nouvelles et la procédure reprend avec les mêmes valeurs d'incréments. Dans le cas contraire, les valeurs des incréments sont vérifiées et celles qui ne sont pas déjà unitaires sont réduites d'un ordre de grandeur avant de reprendre une nouvelle série d'itérations. Enfin, le processus itératif s'arrête lorsque les nouveaux paramètres obtenus par des variations unitaires sont tous égaux à ceux de la série d'itération précédente. De cette façon, l'utilisateur se trouve à fixer le critère d'arrêt par la détermination de l'incrément minimal qui dépendra de la précision avec laquelle il désire estimer les paramètres.

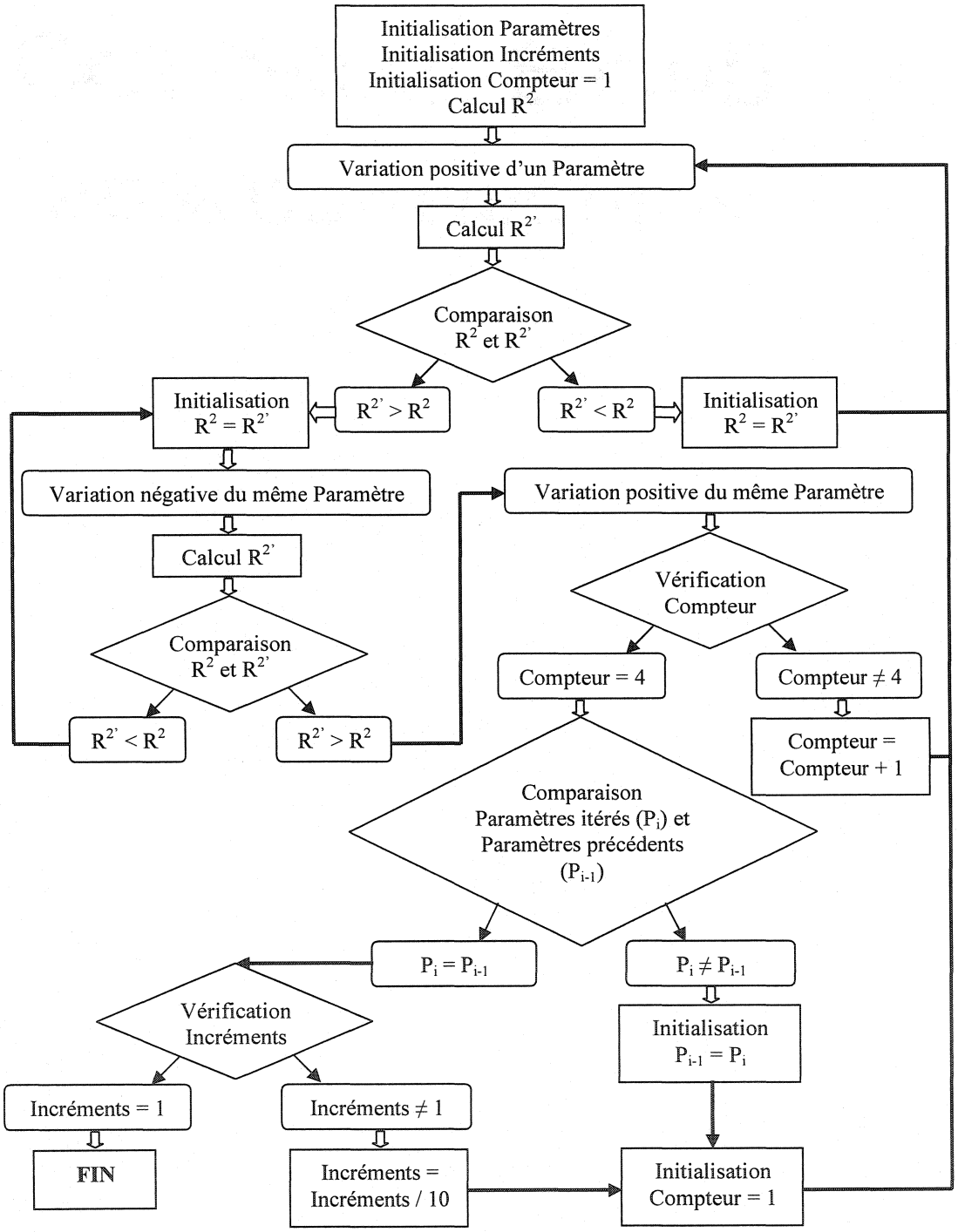


Figure 5.1 : Organigramme de la procédure de régression des paramètres

5.1.1.1 Fiabilité des résultats obtenus

Il est possible d'affirmer que les résultats obtenus en utilisant cette stratégie sont fiables pour plusieurs raisons. Tout d'abord, au lieu d'utiliser l'équation intégrée par rapport au temps (voir équation 2.5) du modèle rhéologique, le programme utilise l'équation ci-dessous, définie par les termes aux dérivées partielles. Cette dernière est donc plus adéquate pour la simulation de certaines parties de la courbe, notamment celles du chargement et du déchargement.

Équation 5.1 : $$\dot{\varepsilon}_t = \frac{\dot{\sigma}}{E_I} + \frac{\sigma}{\eta_I} + \left[\frac{\sigma - E_{II}\varepsilon_{ve}}{\eta_{II}}\right]$$

La seconde raison relative à la validité des résultats est le fait que ceux-ci aient été comparés avec ceux d'une autre procédure itérative plus sophistiquée. Cette dernière procédure a été conçue pour considérer toutes les combinaisons possibles des quatre paramètres sur une étendue choisie stratégiquement. Évidemment, le choix de cette étendue a été fait de façon à ce que le programme balaye la plus grande surface possible à la recherche des valeurs qui minimiseraient le R^2. Plus de 50000 itérations ont été accomplies sur une courbe expérimentale à l'aide de ce programme de vérification et les résultats sont très similaires à ceux obtenus avec le premier programme. Ce dernier est donc utilisé pour toutes les régressions subséquentes dans un effort de réduire le temps requis pour l'extraction.

Finalement, la régression des paramètres en série semble toutefois résulter en une surestimation de la partie élastique de la déformation. Cette affirmation s'appuie notamment sur le fait que la recouvrance de la courbe expérimentale est généralement plus importante que celle de la courbe régressée. Ceci résulte de la difficulté à modéliser convenablement le coude de la courbe apparaissant au commencement du

plateau de fluage. La surestimation peut être visualisée à la figure5.2 où la courbe calculée est un compromis entre la partie élastique et les déformations de fluage.

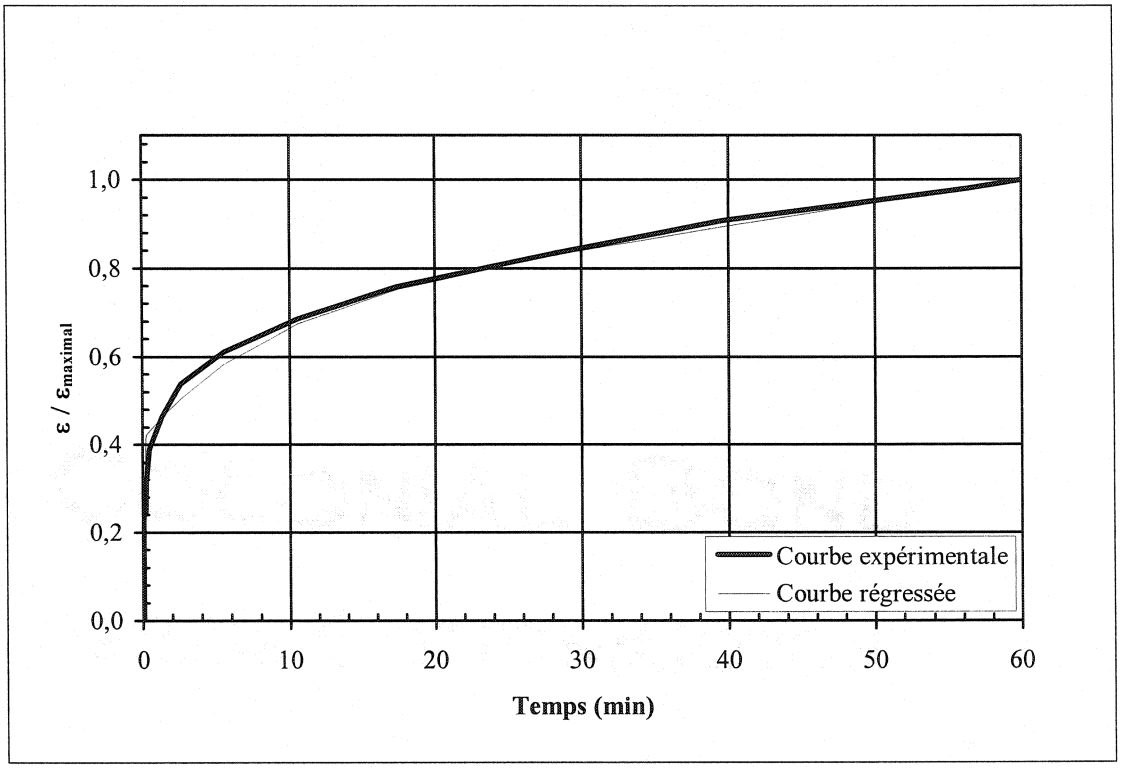


Figure 5.2 : Surestimation de la déformation élastique lors de la régression

5.1.1.2 Problème de la contamination

Malheureusement, il a été observé que la contamination due aux imperfections des surfaces en contact n'est pas toujours éliminée par la procédure définie dans la partie expérimentale. Conséquemment, les valeurs obtenues pour le paramètre E_I sont assurément biaisées. La contamination apparaît en fait au début du chargement où le signal en déplacement atteint un minimum avant d'augmenter progressivement avec la charge.

Dans le but d'obtenir de meilleures estimations du paramètre E_I, la courbe calculée est légèrement translatée. Cette translation est appliquée à tous les points et correspond en fait à la différence entre la valeur calculée et la valeur minimale expérimentale. Évidemment, la correction change à chaque itération d'après la valeur du point calculé. Cette manière de faire permet de prendre en compte correctement les contributions des déformations viscoélastique et viscoplastique en début de cycle, puisque la correction se fait par rapport à la déformation totale.

De plus, afin de minimiser l'effet de la contamination, la régression est accomplie seulement à partir des points expérimentaux obtenus sous charge. En effet, il a été jugé plus prudent de se baser sur la première partie du cycle de façon à contourner l'incertitude relative à la présence de la contamination lors du déchargement. Par exemple, dans le cas pour lequel elle ne serait pas présente lors du déchargement, une régression sur la courbe complète serait moins représentative de la courbe expérimentale, puisqu'elle résulterait d'un compromis entre la modélisation de la première et de la seconde partie du cycle.

5.1.1.3 Cas particulier d'une réponse en créneau

Des valeurs raisonnables pour les paramètres associés à des courbes ne montrant pas de déformations dépendantes du temps sont plus difficiles à obtenir à l'aide du programme de régression automatique. Effectivement, selon l'équation 5.1, une réponse en forme de créneau est idéalement modélisée si les paramètres η_I et η_{II} tendent vers l'infini. Ainsi, afin de simuler adéquatement la réponse sans déformation différée, la régression est accomplie manuellement pour ce type de courbe, en maintenant constantes les valeurs des paramètres η_I, η_{II} et E_{II}. Ces valeurs sont donc fixées à 10^{12} MPa×s, 10^{12} MPa×s et 0 MPa, respectivement. En fait, dans un tel cas, seul le paramètre E_I est extrait.

5.2 Analyse des résultats des essais de compression

Les effets de diverses conditions expérimentales sur le comportement mécanique temporel en compression des bétons réfractaires ont été étudiés. Ces conditions sont les suivantes : la température de cuisson ($T°_{cuisson}$), la température d'essai ($T°_{essai}$), la charge maximale au plateau de fluage (F_{max}) et la vitesse de sollicitation ($\dot{\delta}$).

La régression des paramètres E_I, E_{II}, η_I et η_{II} a d'abord été accomplie sur les cinq courbes de chacun des trois spécimens de C-6070-3 cuits à 815°C (spécimens C1, C2 et C3). Puis, une seconde série de paramètres a été obtenue suite à l'application de la correction de «complaisance» sur ces mêmes courbes expérimentales. Ceci a été fait dans le but de vérifier si la contamination pouvait être éliminée par cette dernière manipulation. De plus, deux autres courbes provenant de deux spécimens distincts (spécimens C4 et C5) ont été analysées afin d'obtenir plus d'information sur l'effet de la température. Le tableau 5.1 montre le bilan des valeurs moyennes des paramètres en fonction des différentes conditions expérimentales. Le détail relatif à chaque éprouvette figure à l'annexe D.

Tout d'abord, on remarque que la correction a un effet significatif sur le paramètre E_I puisqu'une augmentation moyenne de 26% est observée. Du côté des paramètres η_I, η_{II} et E_{II}, la correction n'a pas d'effets significatifs, puisqu'elle n'engendre qu'une variation de moins de 1% pour les trois paramètres. En fait, cette variation peut être causée par le fait que les paramètres ne sont pas complètement indépendants l'un de l'autre. Évidemment, la correction affecte également le module d'élasticité statique (E) mesuré à partir de la pente contrainte-déformation. Les valeurs correspondant aux différents essais sont montrées au tableau 5.2.

Tableau 5.1 : Valeurs moyennes des paramètres régressés avec et sans correction

Température de cuisson	Température de test	Vitesse de chargement	Charge au plateau	Éprouvettes	Paramètres sans correction				Paramètres avec correction			
					E_I	E_{II}	η_I	η_{II}	E_I	E_{II}	η_I	η_{II}
°C	°C	mm/min	N		GPa	GPa	$\times 10^5$ GPa·s	$\times 10^4$ GPa·s	GPa	GPa	$\times 10^5$ GPa·s	$\times 10^4$ GPa·s
815	815	3,0	3300	C1-C2-C3	11 ± 9	41 ± 15	1,5 ± 0,3	1,6 ± 0,8	15 ± 12	41 ± 15	1,5 ± 0,3	1,6 ± 0,9
815	815	3,0	6600	C1-C2-C3	14 ± 11	48 ± 15	1,7 ± 0,3	1,5 ± 0,6	20 ± 18	48 ± 15	1,7 ± 0,4	1,6 ± 0,7
815	815	3,0	13200	C1-C2-C3	19 ± 14	69 ± 14	2,3 ± 0,6	2,2 ± 0,4	24 ± 20	69 ± 14	2,3 ± 0,6	2,2 ± 0,5
815	815	0,5	13200	C1-C2-C3	20 ± 16	92 ± 2	4,1 ± 0,3	5,7 ± 2,3	26 ± 21	94 ± 7	3,8 ± 0,2	5,0 ± 1,3
815	750	3,0	13200	C1-C2-C3	35 ± 26	414*	26,4 ± 20,5	16,4*	51 ± 46	430*	28,0 ± 23,3	19,0*
815	600	0,5	13200	C4	37	NA	NA	NA	55	NA	NA	NA
1200	815	3,0	13200	C5	34	NA	NA	NA	72	NA	NA	NA

Note 1 : les lettres «NA» signifient non applicable, car la régression a été effectuée avec des valeurs constantes des paramètres.
Note 2 : le signe «*» signifie que le résultat provient d'une seule éprouvette.

Tableau 5.2 : Valeurs moyennes des modules statiques à chaud avec et sans correction

Température de cuisson	Température de test	Vitesse de chargement	Charge au plateau	Éprouvettes	E statique sans correction	E statique avec correction
°C	°C	mm/min	N		GPa	GPa
815	815	3,0	3300	C1-C2-C3	14 ± 13	14 ± 8
815	815	3,0	6600	C1-C2-C3	16 ± 14	16 ± 10
815	815	3,0	13200	C1-C2-C3	22 ± 19	23 ± 15
815	815	0,5	13200	C1-C2-C3	20 ± 16	24 ± 18
815	750	3,0	13200	C1-C2-C3	35 ± 27	46 ± 37
815	600	0,5	13200	C4	38	62
1200	815	3,0	13200	C5	33	71

Pour le module d'élasticité statique, l'effet de la correction est variable d'un spécimen à un autre. L'hypothèse associant la contamination aux imperfections du montage et particulièrement à celles de chaque éprouvette s'avère donc plausible. Cependant, puisque la nature de la contamination est incertaine, l'analyse temporelle est accomplie par rapport aux valeurs obtenues sans correction. Cette décision se base également sur les trois raisons suivantes :

- La correction n'affecte pas significativement les valeurs des paramètres η_I, η_{II} et E_{II}, ne changeant donc pas l'analyse de la réponse temporelle;
- Les valeurs de R^2 sont généralement moins élevées pour les courbes sans correction, résultant en une meilleure simulation;
- Dans certains cas, les courbes de chargement deviennent non monotones suite à l'application de la correction, remettant en doute son utilité;

Par l'examen du tableau de l'annexe D, on remarque que les paramètres du spécimen C1 sont à l'origine des grands écarts types, particulièrement pour les valeurs du paramètre E_I. Une solution serait de ne pas tenir compte de cette éprouvette mais, ne disposant pas de valeurs de référence, il est difficile de procéder à une telle discrimination. Une façon de remédier à ce problème est de réaliser l'analyse de l'évolution des paramètres à l'aide de valeurs relatives. Ainsi, dans un premier temps, les tendances des paramètres sont présentées en relativisant leur valeur absolue pour chaque éprouvette par rapport à leur valeur maximale pour la variation d'une condition expérimentale. Par la suite, pour chaque condition, la contribution de la viscoélasticité à la déformation différée est étudiée en prenant les valeurs moyennes de chacun des paramètres pour tracer les courbes maîtresses des déformations en fonction du temps.

5.2.1 Influence de la charge maximale au plateau

À l'aide des tableaux 5.1 et 5.2, on peut comparer les valeurs du paramètre E_I, analogues au module élastique du matériau, avec celles obtenues pour le module statique E dans les mêmes conditions. Puisque ces dernières valeurs devraient être influencées par les déformations inélastiques retardées, les valeurs du paramètre E_I devraient être plus élevées du fait que la régression de celles-ci élimine la contribution des déformations inélastiques. Cependant, ceci n'est pas observé de par l'examen des valeurs moyennes. Ainsi, il est possible que la sous-estimation de E_I, engendrée par la régression automatique, soit à la source de ce résultat. Néanmoins, les tendances des deux modules restent sensiblement les mêmes.

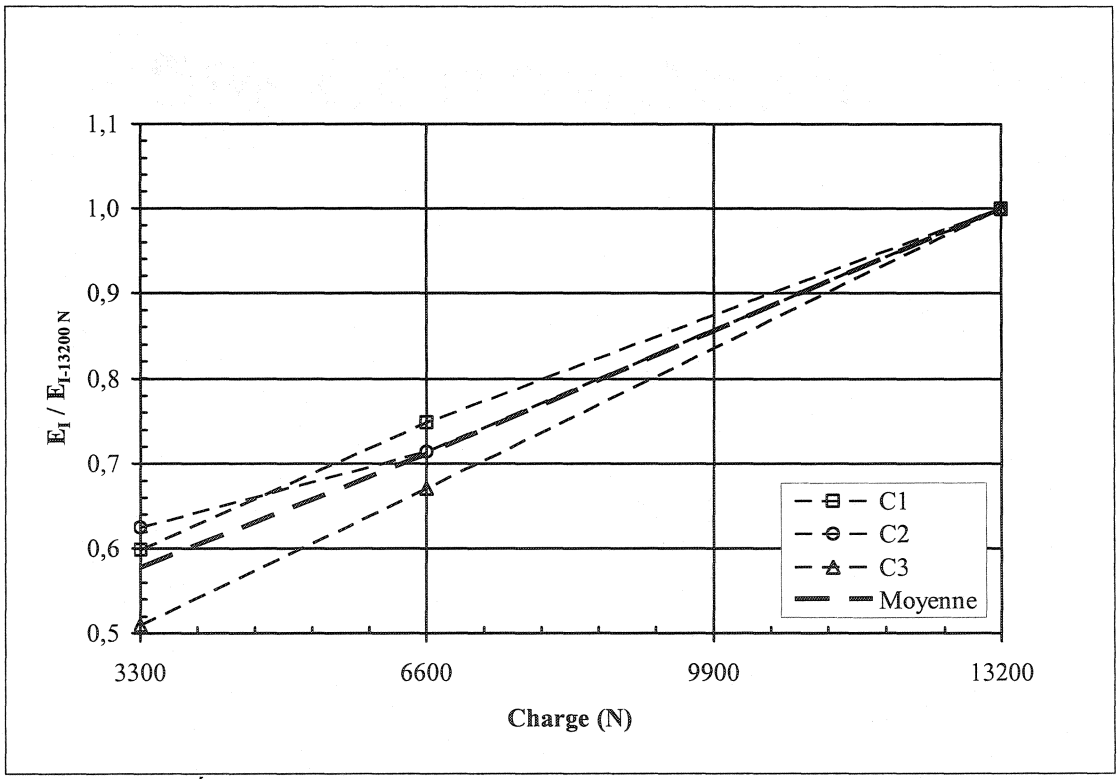


Figure 5.3 : Évolution du paramètre E_I avec la charge maximale au plateau de fluage (C-6070-3; 815°C)

La figure 5.3 présente la tendance du paramètre E_I avec l'augmentation de la charge pour les trois spécimens C1, C2 et C3. On voit que plus la charge augmente, plus le module augmente. Ce résultat suggère un certain durcissement du matériau. Une telle augmentation est également observée sur les modules d'élasticité statiques à froid. Ceci est montré à la figure 5.4.

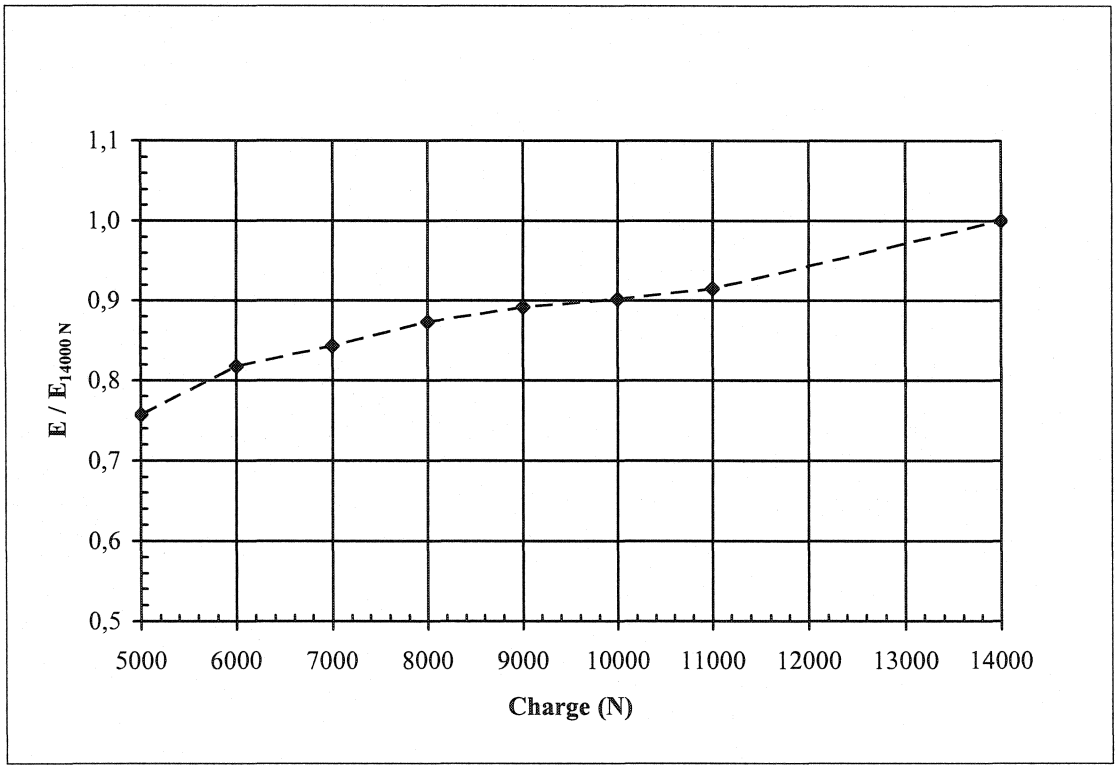


Figure 5.4 : Augmentation du module d'élasticité statique avec la charge de compression (C-6070-3; 20°C)

Plusieurs hypothèses peuvent expliquer ce phénomène. Tout d'abord, il est possible qu'il provienne d'un effet du montage. Ceci serait d'ailleurs logique puisque les charges imposées sont relativement faibles, représentant moins de 8% de la résistance à la compression à froid d'un tel béton réfractaire, soit environ 170 kN (89,6 MPa). Cependant, un phénomène de fermeture progressive des défauts lors du chargement peut aussi être envisagé. Ceci impliquerait donc un lien direct avec le comportement du matériau. Enfin, dans le cas des essais à haute température, un frittage

sous charge est également possible. Ce frittage serait d'autant plus important que la charge est élevée, notamment dû aux meilleurs contacts alors engendrés entre les particules. Ainsi, il y aurait une augmentation de la quantité des liaisons céramiques, résultant en une augmentation du paramètre E_I.

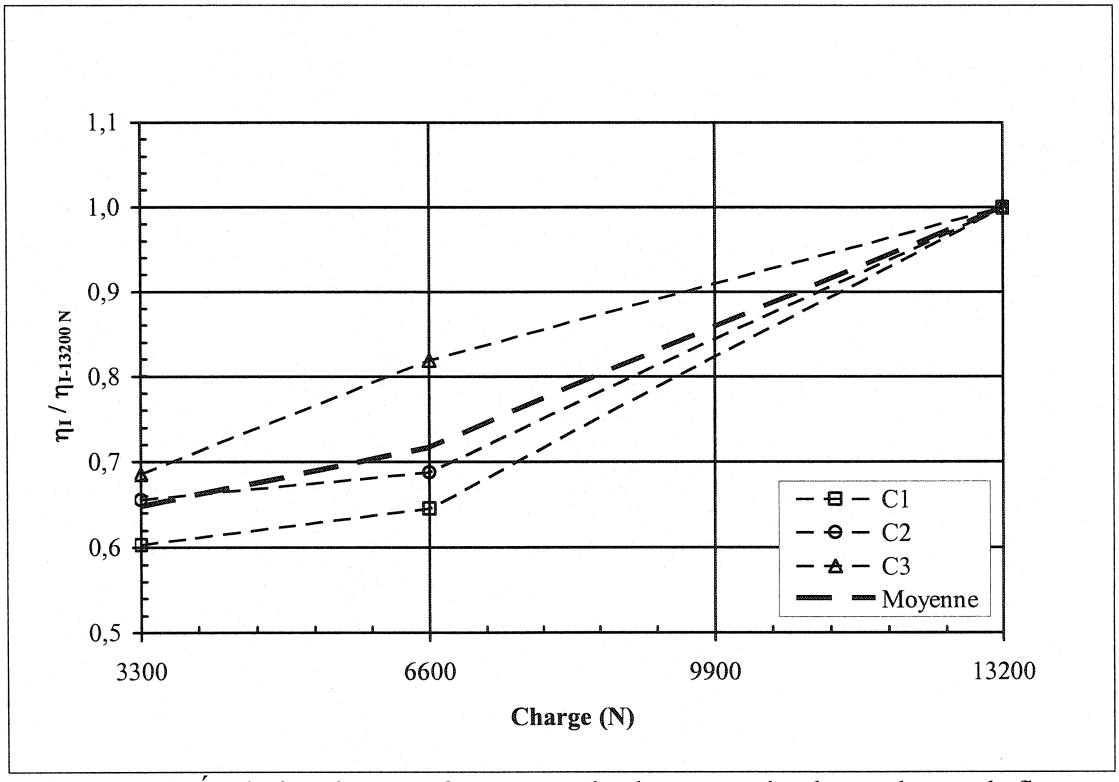


Figure 5.5 : Évolution du paramètre η_I avec la charge maximale au plateau de fluage (C-6070-3; 815°C)

Les tendances des paramètres η_I, E_{II} et η_{III}, montrées respectivement aux figures 5.5, 5.6 et 5.7, appuient fortement l'hypothèse d'une charge favorisant le frittage. En effet, l'augmentation de ces paramètres avec la charge, particulièrement celle de la viscosité apparente du matériau η_I, suggère une certaine continuation du frittage au cours des essais. Ainsi, ce dernier se poursuivrait sous les effets de la température et de la charge.

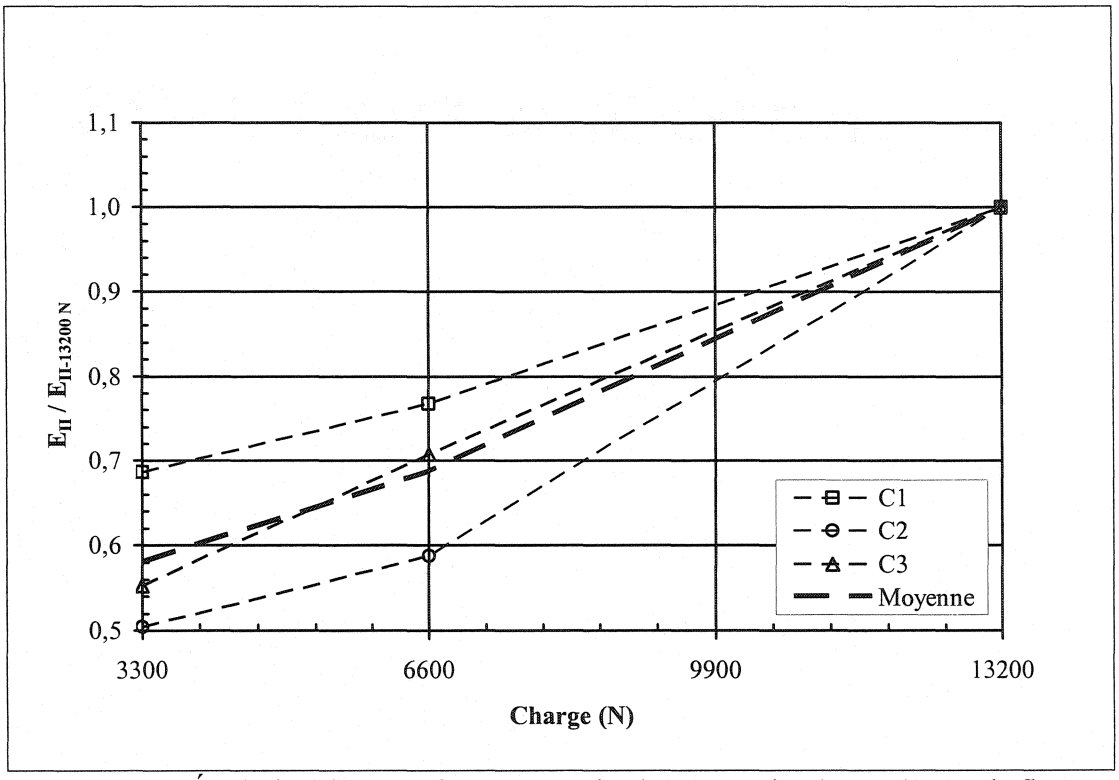


Figure 5.6 : Évolution du paramètre E_{II} avec la charge maximale au plateau de fluage (C-6070-3; 815°C)

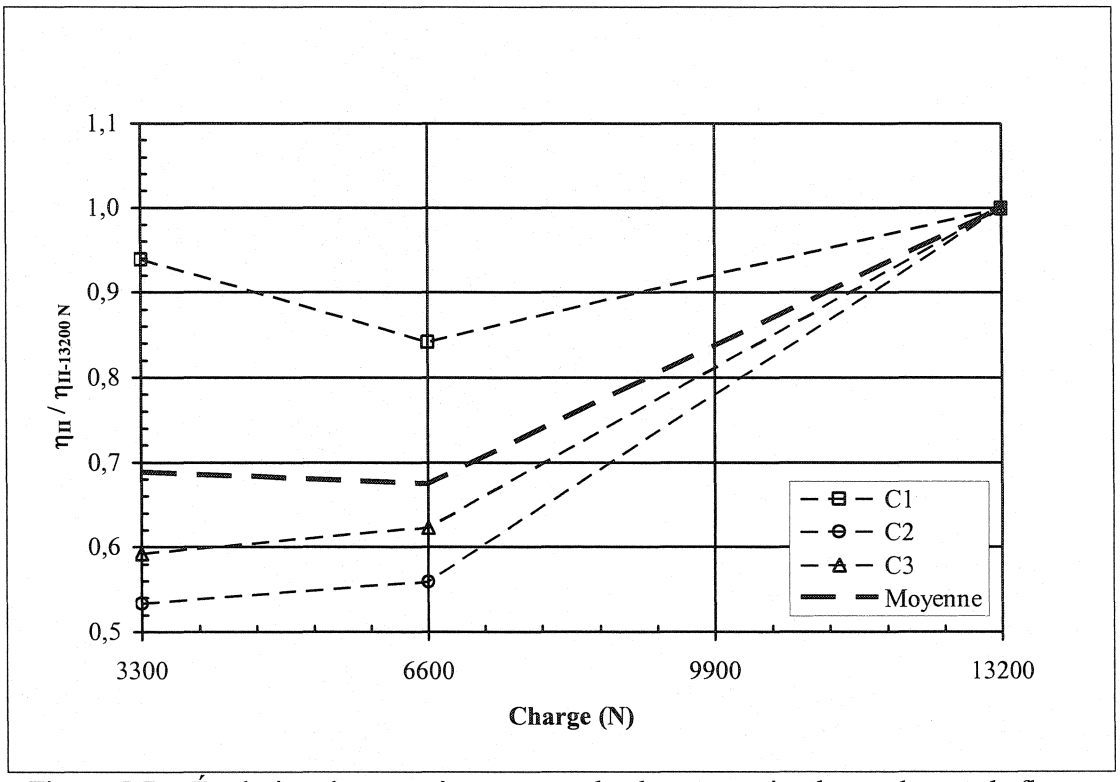


Figure 5.7 : Évolution du paramètre η_{II} avec la charge maximale au plateau de fluage (C-6070-3; 815°C)

Dans le but d'observer directement l'influence de la charge maximale sur l'amplitude de la déformation viscoélastique, les valeurs moyennes des paramètres ont été utilisées pour obtenir des courbes maîtresses. Ces courbes, dont la partie élastique a été retranchée, sont montrées à la figure 5.8. Les déformations impliquées étant très faibles, elles ont été remplacées par leur homologue en déplacement. Les résultats de cette simulation sont résumés au tableau 5.3. On remarque que le fluage augmente avec la charge appliquée. De plus, le temps de stabilisation, correspondant au temps requis pour que le taux de fluage atteigne 10% de sa valeur initiale, est plus grand pour la charge de 3300 N que pour les charges plus élevées pour lesquelles il est semblable. Ceci suggère que le taux de fluage ne diminuerait pas nécessairement plus rapidement à une charge plus élevée. Enfin, on note que la contribution viscoélastique est constante avec l'augmentation de la charge et représente environ 50% des déformations différées.

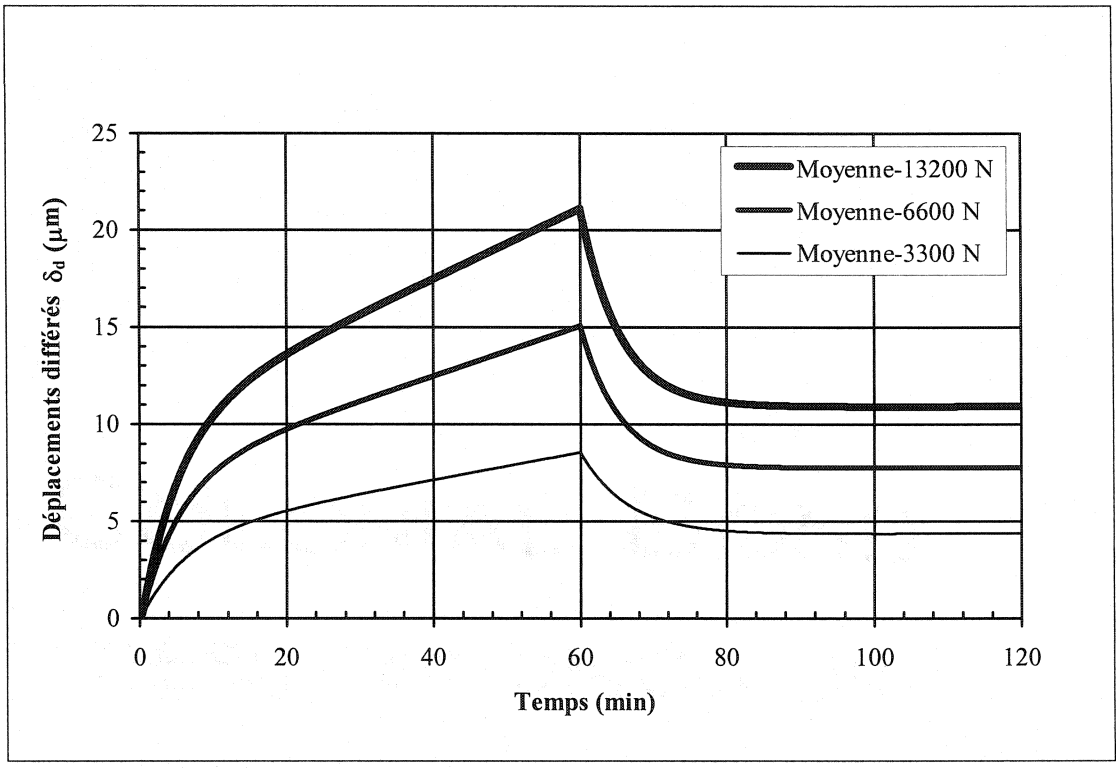


Figure 5.8 : Influence du niveau de chargement sur les déplacements différés (C-6070-3; 815°C)

Tableau 5.3 : Influence de la charge maximale au plateau

Température de cuisson	Température de test	Vitesse de chargement	Charge au plateau	Éprouvettes	Taux de fluage	Temps de stabilisation	Déplacements			Contributions à la déformation différée	
							δ_d	δ_{vp}	δ_{ve}	ε_{vp}	ε_{ve}
°C	°C	mm/ min	N		µm/h	min	µm	µm	µm	%	%
815	815	3,0	3300	C1-C2-C3	4,4 ± 0,9	35	8,6	4,3	4,3	49,8	50,2
815	815	3,0	6600	C1-C2-C3	7,9 ± 1,7	22	15,1	7,7	7,4	51,2	48,8
815	815	3,0	13200	C1-C2-C3	11,5 ± 3,2	24	21,1	10,9	10,3	51,5	48,5

Note : le taux de fluage est celui calculé après une heure; son écart type provient des taux calculés à partir des paramètres extrêmes (extrême = moyenne ± écart type).

L'influence du niveau de chargement semble donc être d'origine mécanique mais également associée à une continuation du frittage, puisque la charge n'agit pas sur les proportions des différentes déformations différées, mais seulement sur leurs amplitudes respectives. Ces dernières sont montrées à la figure 5.9. On remarque que leur variation est linéaire avec l'augmentation de la charge maximale au plateau.

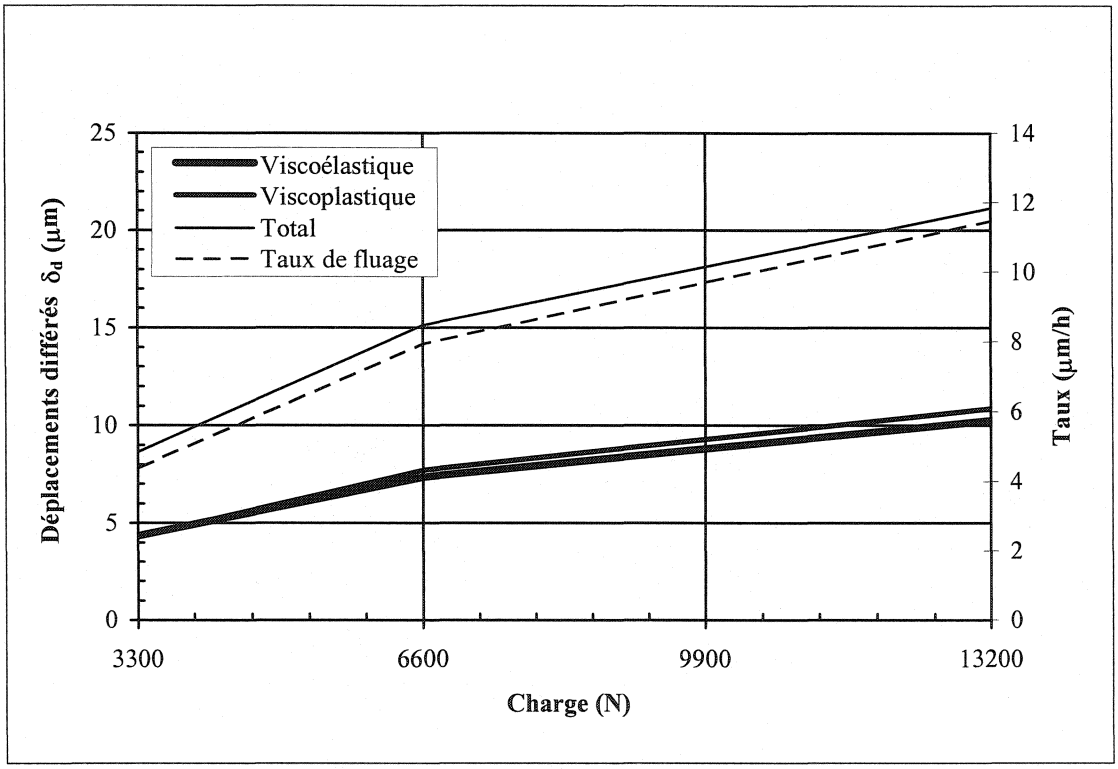


Figure 5.9 : Influence du niveau de chargement sur le taux de fluage (C-6070-3; 815°C)

5.2.2 Influence de la vitesse de chargement

Il est logique de penser que la vitesse ait un effet, particulièrement sur le module statique qui est calculé à partir de la courbe de chargement. En effet, les déformations inélastiques différées devraient être davantage présentes lors d'un chargement plus lent, engendrant ainsi une diminution de sa valeur. Ceci est d'ailleurs confirmé par la figure 5.10.

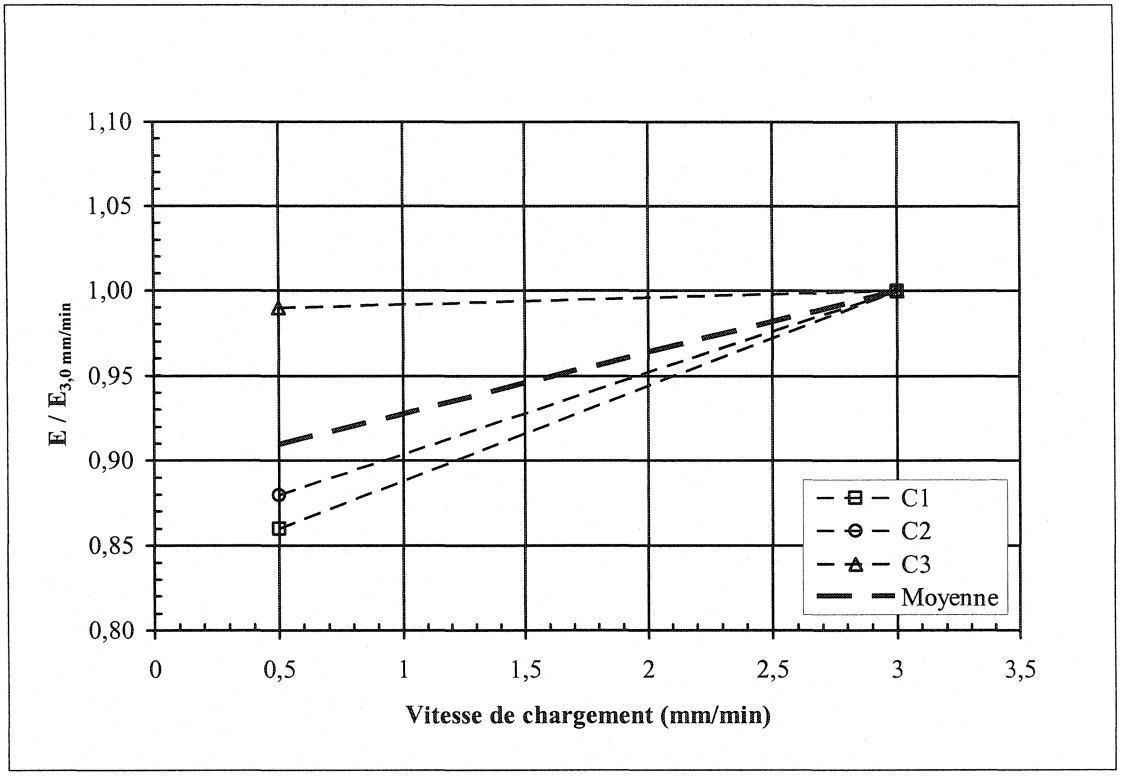


Figure 5.10 : Influence de la vitesse de chargement sur le module statique en compression (C-6070-3; 13200 N; 815°C)

Pour le paramètre E_I, sa valeur devrait être beaucoup moins influencée que celle du module statique, car son calcul exclut les déformations différées. Étant données les valeurs moyennes et l'ampleur des incertitudes montrées au tableau 5.1, on peut dire que la vitesse de chargement n'a pas d'effet significatif. La figure 5.11 montre ces résultats sous forme relative. La tendance de la moyenne reflète très bien cette stabilité.

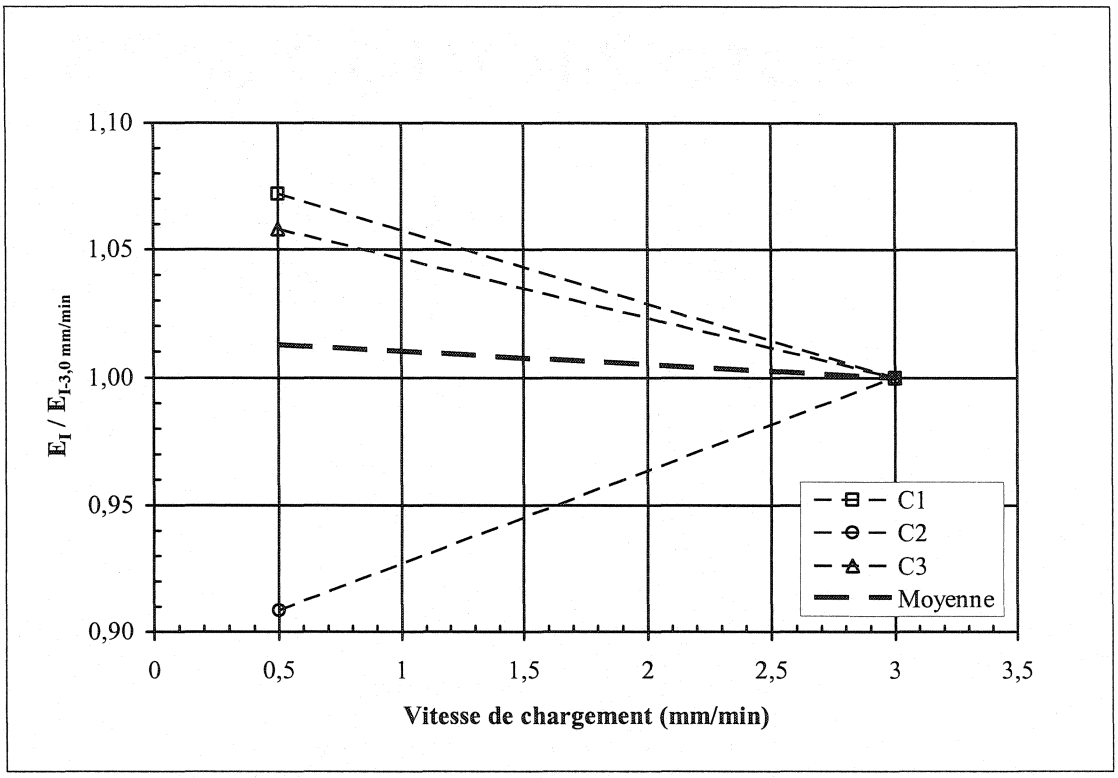


Figure 5.11 : Variation du paramètre E_I avec la vitesse de chargement (C-6070-3; 13200 N; 815°C)

Les courbes maîtresses sont montrées à la figure 5.12 et les résultats de la simulation sont présentés au tableau 5.4. Ces derniers sont plutôt surprenants. En effet, les taux de fluage sont très différents, résultant en des déformations différées d'amplitudes très différentes. Le coefficient R^2 étant beaucoup plus élevé dans le cas de la régression des courbes obtenues à de faibles vitesses de chargement, il est possible que la simulation donne des résultats moins près des données expérimentales.

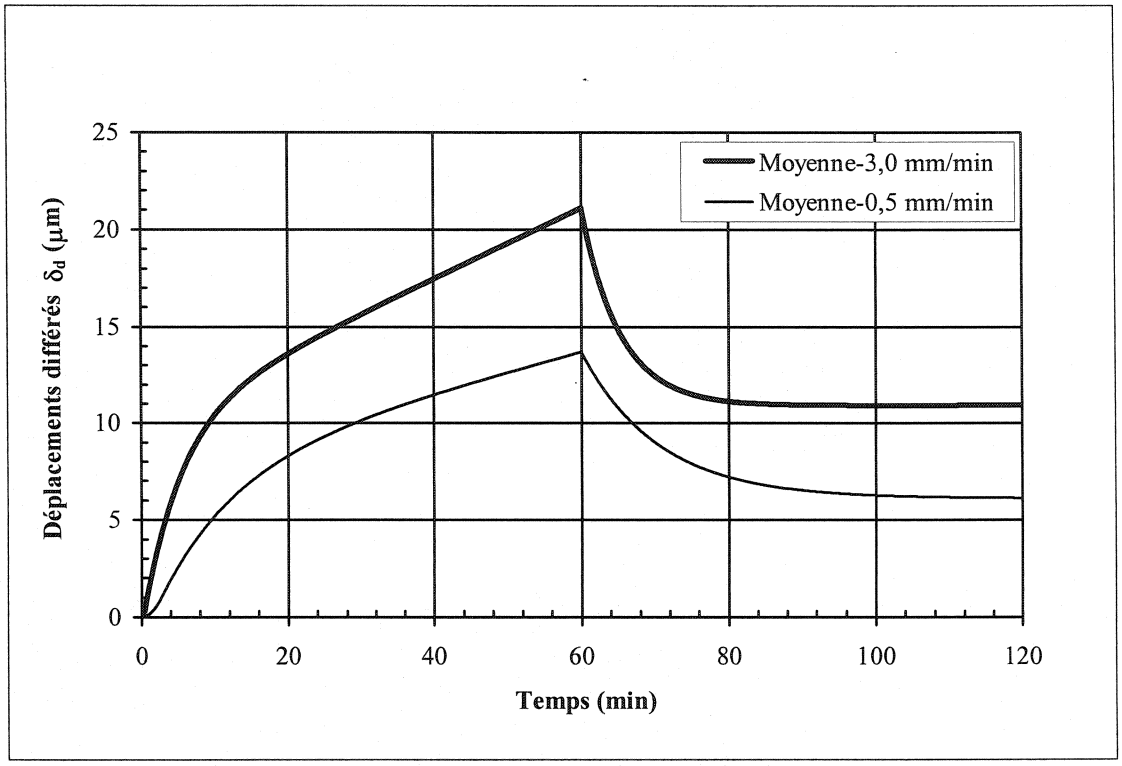


Figure 5.12 : Influence de la vitesse de sollicitation sur les déformations différées (C-6070-3; 13200 N; 815°C)

Tableau 5.4 : Influence de la vitesse de chargement

Température de cuisson	Température de test	Vitesse de chargement	Charge au plateau	Éprouvettes	Taux de fluage	Temps de stabilisation	Déplacements			Contributions à la déformation différée	
							δ_d	δ_{vp}	δ_{ve}	ε_{vp}	ε_{ve}
°C	°C	mm/ min	N		µm/h	min	µm	µm	µm	%	%
815	815	0,5	13200	C1-C2-C3	6,5 ± 0,2	> 60	13,7	6,1	7,6	44,3	55,7
815	815	3,0	13200	C1-C2-C3	11,5 ± 3,2	24	21,1	10,9	10,3	51,5	48,5

Note : le taux de fluage est celui calculé après une heure; son écart type provient des taux calculés à partir des paramètres extrêmes (extrême = moyenne ± écart type).

Les tendances des paramètres η_I, E_{II} et η_{III}, présentées respectivement aux figures 5.13, 5.14 et 5.15, suggèrent, encore une fois, une continuation du frittage au cours des essais. Ceci pourrait d'ailleurs expliquer les résultats de la figure 5.12.

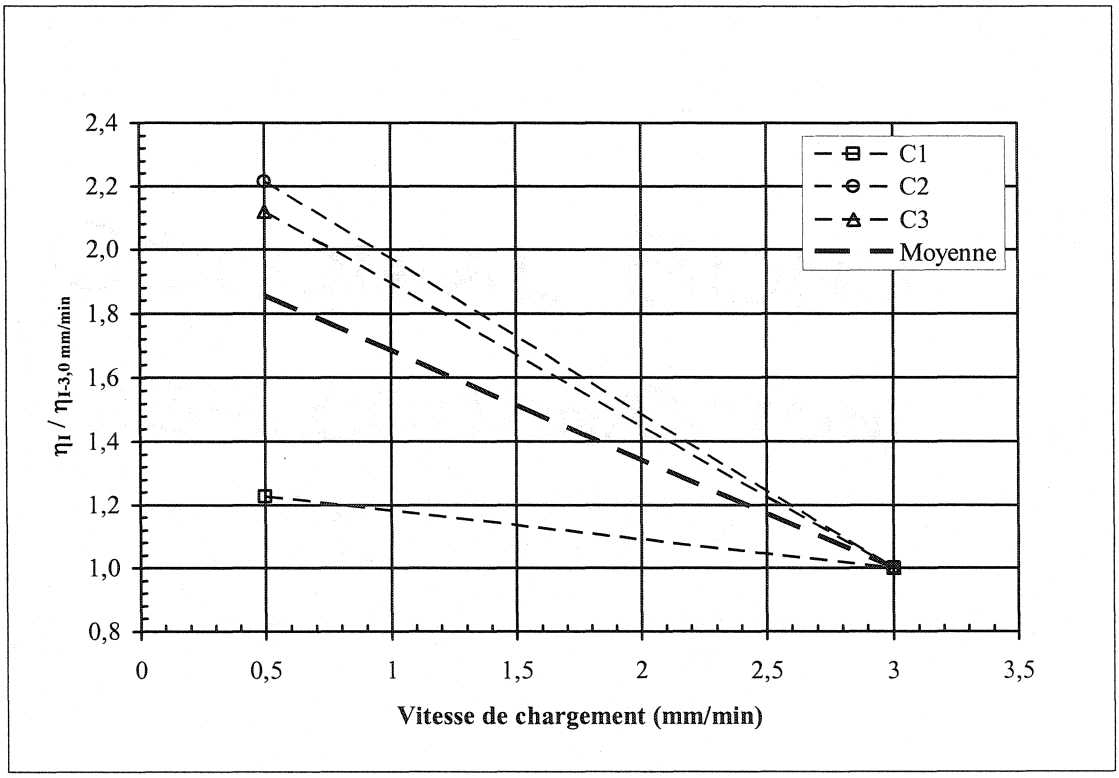


Figure 5.13 : Influence de la vitesse de chargement sur le paramètre η_I (C-6070-3; 13200 N; 815°C)

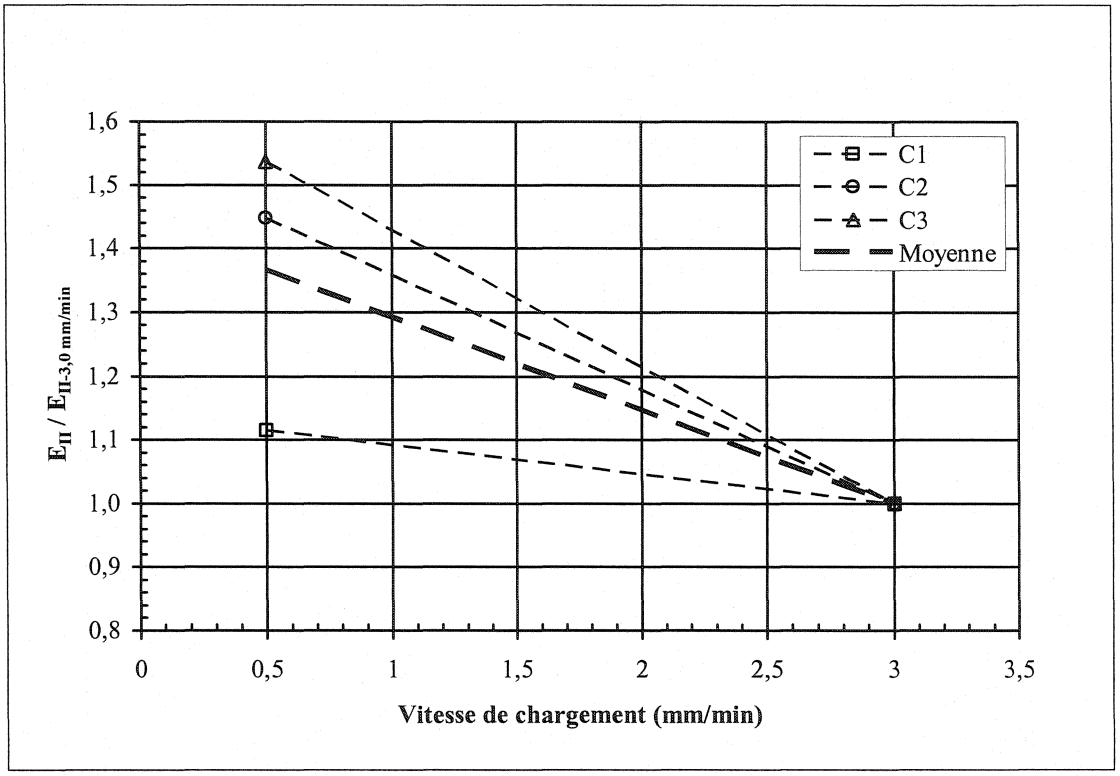


Figure 5.14 : Influence de la vitesse de chargement sur le paramètre E_{II} (C-6070-3; 13200 N; 815°C)

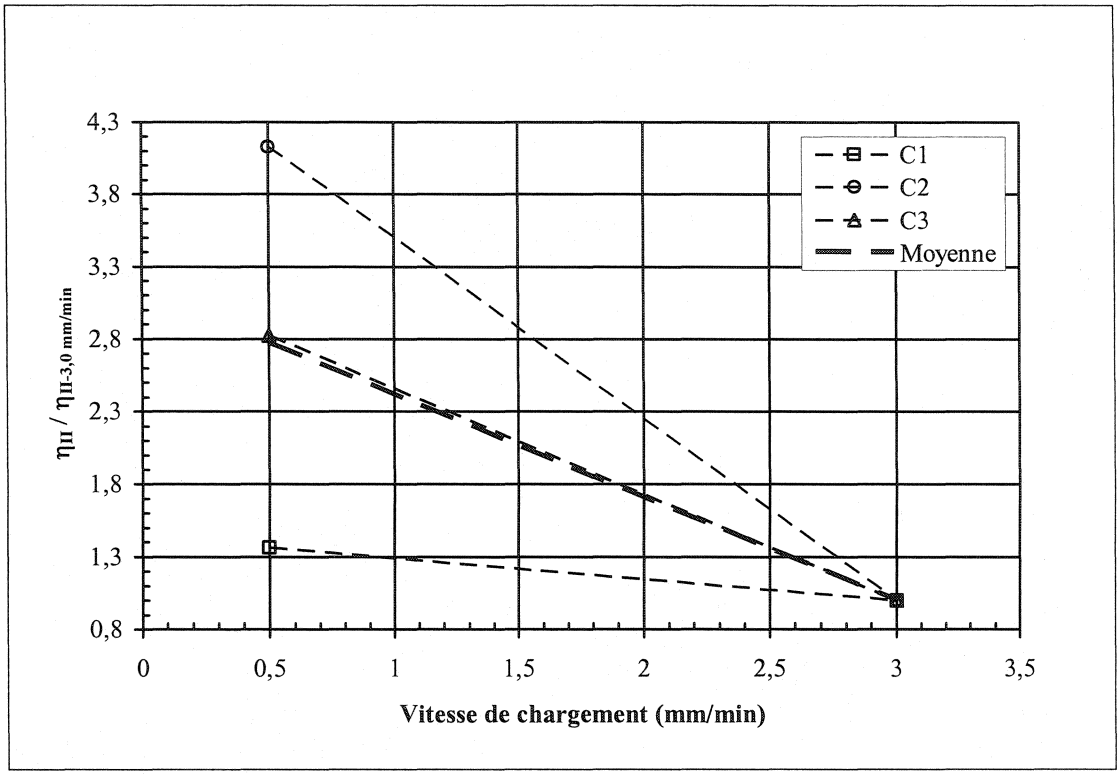


Figure 5.15 : Influence de la vitesse de chargement sur le paramètre η_{II} (C-6070-3; 13200 N; 815°C)

5.2.3 Influence de la température

La plupart des essais relatifs à l'effet de la température montrent une réponse en forme de créneau de par le fait que les déformations différées sont inexistantes. Ainsi, seul le paramètre E_I a été régressé en maintenant les autres paramètres à zéro ou à l'infini, selon le cas. Pour une réponse en créneau, la viscosité apparente du matériau devient très grande, faisant en sorte que le phénomène de fluage disparaît. La température a donc un effet considérable sur les propriétés mécaniques temporelles. L'influence de celle-ci peut se manifester de diverses façons, notamment par une variation de la viscosité réelle (par opposition à apparente) de certaines phases et par un changement dans l'état d'avancement du frittage.

Tout d'abord, la figure 5.16 montre l'effet d'une variation de la température d'essai sur la déformation totale subie par des spécimens cuits à 815°C. En fait, une diminution de seulement 65°C provoque la disparition des déformations différées, autant viscoplastique que viscoélastique, et fait grandement augmenter le module élastique. Toutefois, tel que mentionné précédemment, la quantification de l'augmentation de ce dernier est discutable. Une augmentation de la viscosité de la phase vitreuse, suite à la diminution de la température, pourrait expliquer ces résultats. Cependant, de par la faible différence entre les températures d'essai, il est possible que ce phénomène ne soit pas l'unique responsable des comportements observés.

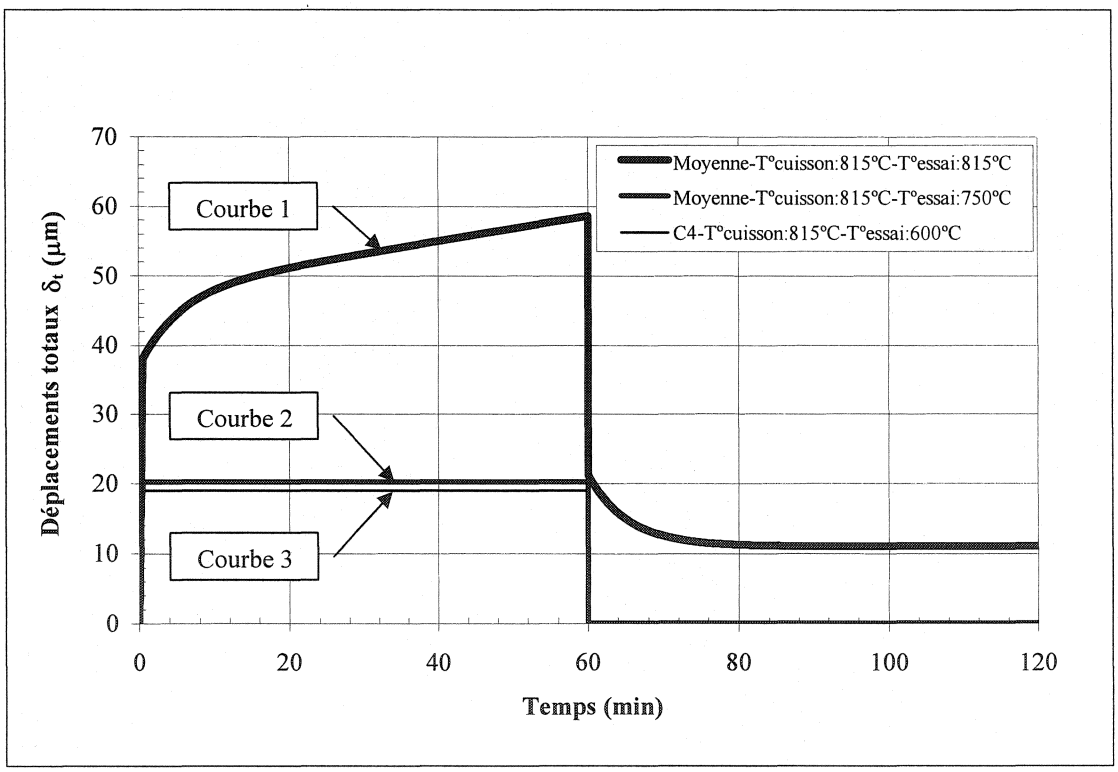


Figure 5.16 : Influence de la température d'essai sur les déformations différées (C-6070-3; 13200 N)

L'effet de la température de cuisson est mis en évidence à la figure 5.17, montrant les courbes d'essais réalisés à 815°C sur des spécimens cuits à 815°C (C1, C2

et C3) et à 1200°C (C5). Ces derniers résultats suggèrent fortement que l'état d'avancement du frittage ait un rôle considérable sur le phénomène de fluage.

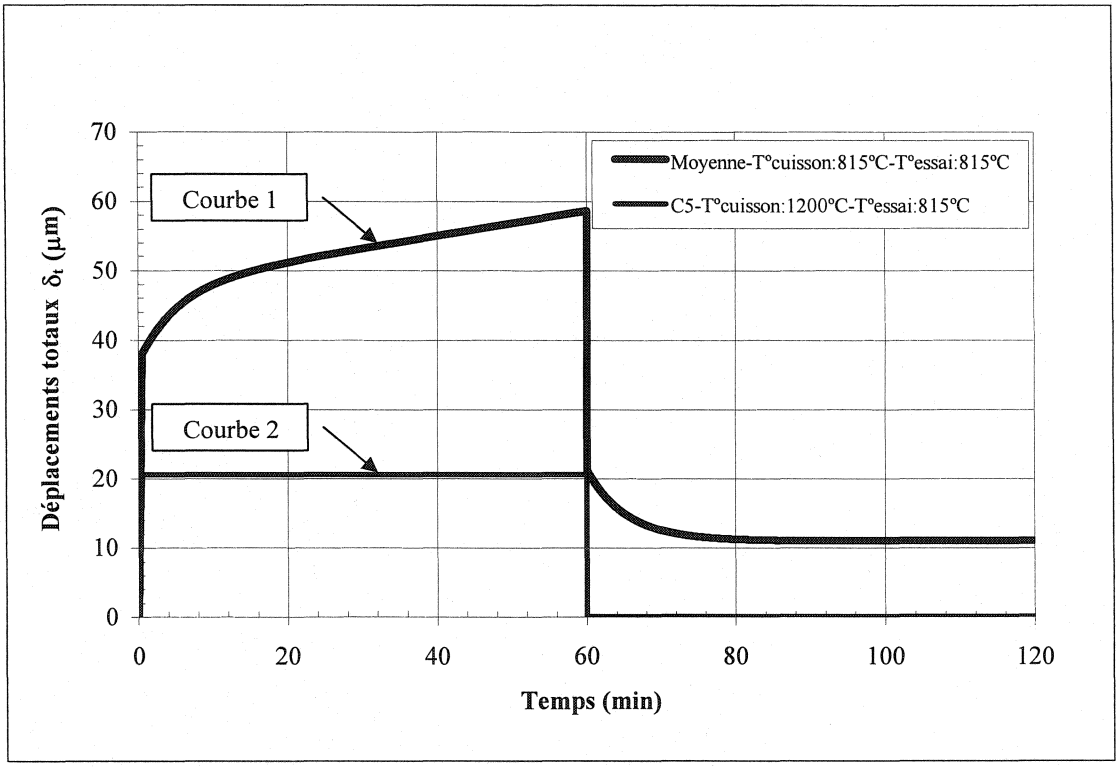


Figure 5.17 : Influence de la température de cuisson sur les déformations différées (C-6070-3; 13200 N)

Dans le but de vérifier l'hypothèse associant la plus grande partie du fluage à un écoulement visqueux de la phase amorphe, la diffraction des rayons X des poudres du produit C-6070-3, cuites à 815°C et à 1200°C, a été réalisée. Celle-ci a donc permis d'estimer grossièrement les pourcentages de phase amorphe présents à ces deux températures de cuisson. Les résultats révèlent que la cuisson à 1200°C provoque notamment des changements minéralogiques importants, mais ne fait pas diminuer la quantité de phase amorphe. En effet, celle-ci est évaluée à 63,5% pour la cuisson à 815°C et à 61,5% pour la cuisson à 1200°C. Ainsi, les différences dans les

comportements précédemment observés impliquent probablement un effet important provenant de l'état d'avancement du frittage.

Finalement, la figure 5.18 compare les courbes d'essais de fluage-recouvrance réalisées à 815°C et à 1200°C. De celles-ci, on peut supposer que le phénomène de fluage résulte des contributions simultanées de plusieurs mécanismes dont l'écoulement visqueux et le frittage sous charge.

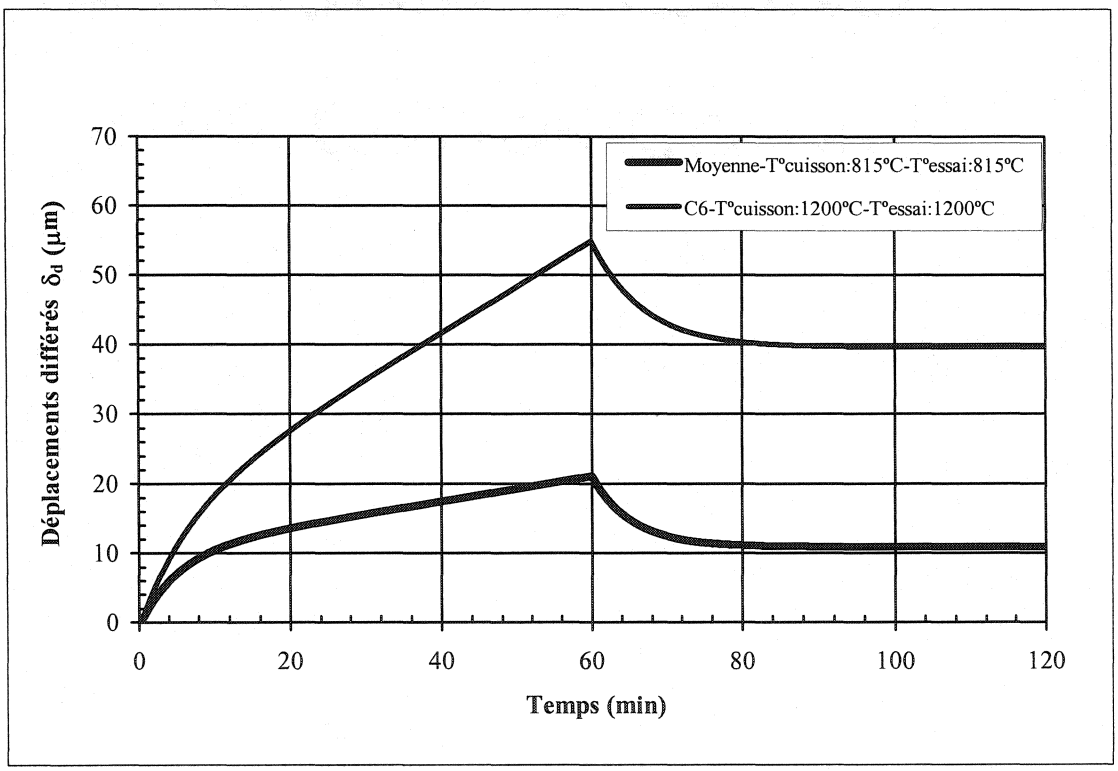


Figure 5.18 : Influences simultanées des températures de cuisson et d'essais sur les déformations différées (C-6070-3; 13200 N)

D'après cette simulation, il est évident que la viscosité apparente est plus faible pour l'essai à 1200°C, faisant ainsi augmenter le taux de fluage à environ 39,6 µm/h après une heure sous chargement. De plus, malgré que le déplacement associé à la viscoélasticité atteigne alors une valeur de 15,4 µm, sa contribution aux déformations différées diminue à une proportion de 28,1% au lieu de 48,5% à 815°C. La déformation

viscoplastique, quant à elle, atteint une ampleur de 39,6 μm, représentant 71,9% des déformations de fluage. Ainsi, on peut affirmer que la température a un effet significatif sur les contributions et les amplitudes des différentes déformations différées.

5.2.4 Résumé des résultats des essais de compression

D'après l'ensemble des résultats présentés précédemment, on peut conclure que la température est le facteur déterminant dans la caractérisation du comportement mécanique temporel des réfractaires. L'étude de son influence révèle qu'une partie importante des déformations différées semble être associée à la continuation du frittage. De ce fait, les paramètres du modèle visco-élasto-plastique, en particulier la viscosité, doivent être considérés comme des grandeurs apparentes. L'influence du niveau de chargement semble, quant à elle, être à la fois d'origine mécanique et associée au frittage sous charge. Enfin, l'effet de la vitesse de chargement n'a pas pu être clairement établi.

5.2.5 Détermination des propriétés intrinsèques

Les paramètres E_I, E_{II}, η_I et η_{II} extraient à l'aide du modèle rhéologique ne correspondent pas directement aux propriétés intrinsèques des constituants. Leurs valeurs sont tout de même utiles pour comprendre le comportement global du matériau. Cependant, la connaissance des propriétés intrinsèques des constituants pourrait potentiellement permettre une meilleure compréhension de la réponse mécanique temporelle des réfractaires. Par le développement du modèle visco-élasto-plastique présenté dans le chapitre 3, il est possible d'obtenir des estimations de ces propriétés. Toutefois, l'hypothèse associant principalement le fluage à un écoulement visqueux ne s'avérant pas tout à fait juste, la viscosité de la matrice η_M ne constitue pas une véritable propriété intrinsèque. Néanmoins, la démarche d'obtention des propriétés et l'utilisation

du modèle sont brièvement présentées en prenant comme exemple l'essai de fluage-recouvrance réalisé à 815°C sous une charge de 13200 N.

En premier lieu, une estimation du pourcentage volumique de la matrice (V_M) est obtenue en se référant à la distribution granulométrique du produit C-6070-3 présentée à la figure 4.5. Suite à cela, les dimensions (h_1 et h_2) sont définies en supposant des agrégats de forme cubique. Les valeurs des propriétés de la matrice et des agrégats (η_M et E_A, respectivement) sont donc extraites en utilisant l'équation 3.1 et la courbe maîtresse des déformations différées pour cet essai (voir figure 5.8). Une simulation, pour un pourcentage de matrice de 26%, est présentée à la figure 5.19 où on voit que les courbes se superposent quasiment.

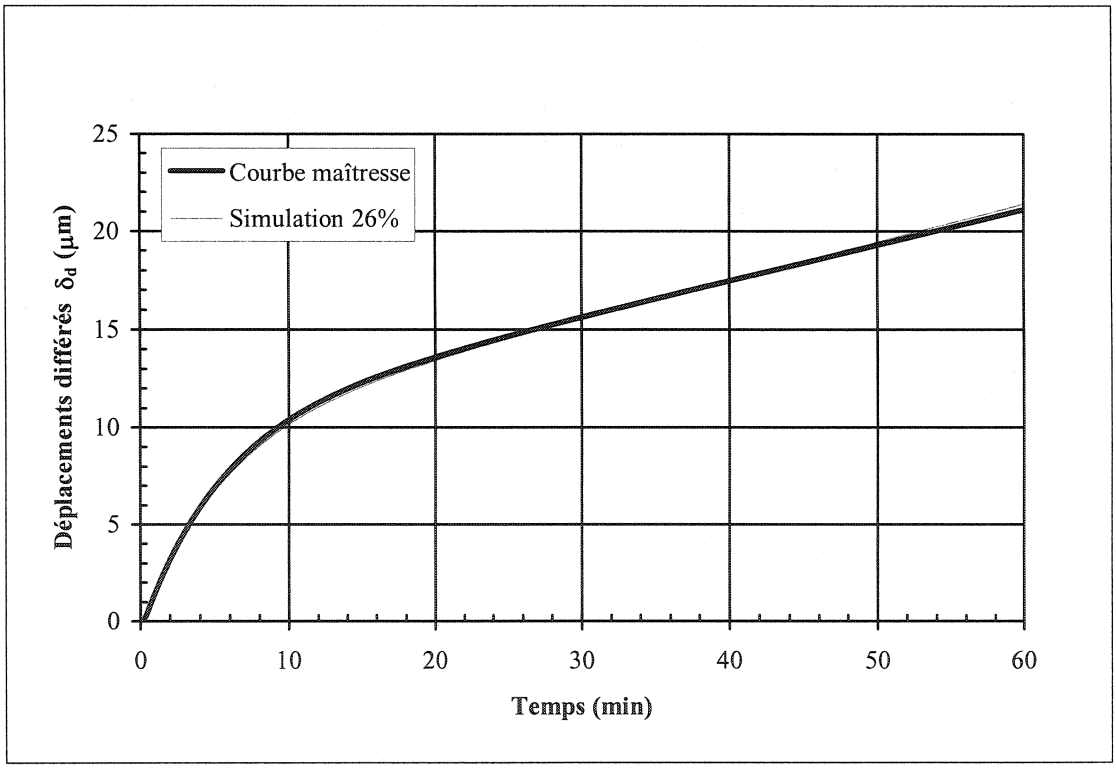


Figure 5.19 : Simulation des déformations de fluage à partir des propriétés «intrinsèques» des constituants (C-6070-3; 13200 N; 815°C)

Un pourcentage de 26% correspond à la fraction massique des particules plus petites que 212 μm. Évidemment, puisque la définition de la matrice dépend du choix de la taille des particules, d'autres pourcentages volumiques peuvent également être considérés. Le tableau 5.5 présente les résultats de telles régressions.

Tableau 5.5 : Influence du pourcentage de matrice sur les propriétés «intrinsèques»

Pourcentage de matrice (V_M)	Taille approximative des particules	E_A	η_M	R^2 amplifié
%	μm	GPa	$\times 10^4$ GPa·s	$\times 10^8$
16	95	68	1,2	13,4
21	106	65	1,7	1,6
26	212	65	2,1	1,0
31	300	60	2,7	10,2
36	425	55	3,5	39,3

Note : R^2 est la somme des carrés des résidus issue de la régression; $R^2 = 0{,}0$ est une simulation parfaite.

Selon les valeurs de R^2, l'approximation de 26% de matrice donne les meilleurs résultats. De manière à visualiser son effet sur la réponse temporelle, le pourcentage de matrice peut être varié en gardant constantes les propriétés. La figure 5.20 montre les courbes obtenues pour V_M variant de 16 à 36%, $E_A = 65$ GPa et $\eta_M = 2{,}1 \times 10^4$ GPa·s.

Finalement, dans le cas présent, le modèle proposé permet d'obtenir une estimation de la viscosité apparente de la matrice. Dans le cas pour lequel l'écoulement visqueux serait entièrement responsable du fluage, un tel modèle serait potentiellement une façon simple d'obtenir la viscosité réelle de la matrice dans un réfractaire.

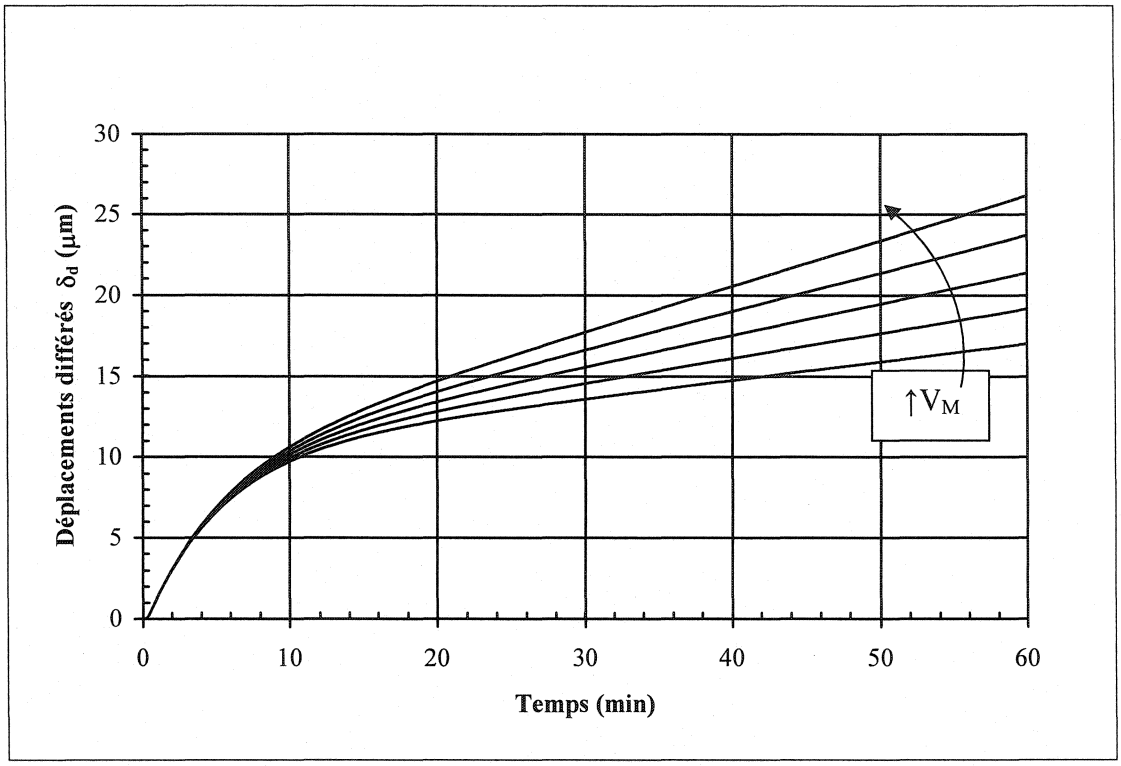


Figure 5.20 : Simulation de l'influence du pourcentage de matrice V_M sur le fluage

5.3 Analyse des résultats des essais de flexion

L'analyse des résultats des essais de flexion est accomplie selon la même méthode que pour les essais de compression. Cependant, la relation contrainte-déformation n'étant pas directe dans le cas de la flexion, la signification des paramètres du modèle visco-élasto-plastique est moins certaine. De plus, les courbes sont traitées en considérant la relation entre la force et le déplacement (ou la flèche) plutôt que la relation contrainte-déformation, puisqu'il n'est alors pas nécessaire d'avoir recours à la fonction de transfert définie par la mécanique des poutres linéaires élastiques (voir les équations 3.2 et 3.3). Conséquemment, les unités des paramètres régressés deviennent des kN/mm, pour les modules E_i, et des kN·mm/s, pour les viscosités η_i. Ces paramètres sont donc respectivement associés à des raideurs, notées K_i, et à des coefficients d'amortissement, notés c_i.

L'interprétation des résultats se concentre principalement sur la caractérisation du comportement temporel de différents bétons réfractaires. Ainsi, l'analyse est basée sur la comparaison de leur comportement lorsqu'ils sont soumis à des essais dans des conditions identiques. Toutefois, la température de cuisson influençant considérablement leur comportement mécanique temporel, son effet a donc été vérifié une seconde fois lors de ces essais. Enfin, l'effet de certaines autres variables expérimentales, notamment l'addition de fumée de silice, a également été mis en évidence.

La correction de «complaisance» n'a pas été employée sur les courbes de flexion. En effet, l'influence de la contamination est moins grande pour ces essais parce qu'il y a une rotule accommodant une grande partie des imperfections. La seule autre source contaminante serait l'écrasement des pièces en contact qui a été estimé à environ 0,40 μm (voir section 4.5.1), ce qui, dans les circonstances, est négligeable. La comparaison des modules d'élasticité statiques, présentés au tableau 5.6, avec les modules de flexion dynamiques (voir tableau 4.5) révèle qu'en général, il y a tout de même une diminution apparente de la rigidité. Dans le cas pour lequel cette baisse ne serait pas le résultat de l'endommagement ou des déformations différées, elle affecterait particulièrement les valeurs du paramètre K_I et non celles des trois autres. L'analyse temporelle ne s'en retrouve donc pas influencée.

Tableau 5.6 : Valeurs moyennes des raideurs et modules statiques en flexion à 815°C

Produits	Température de test	Température de cuisson	Vitesse de chargement	Charge au plateau	Éprouvettes	Raideur statique K	Module statique E
	°C	°C	mm/min	N		kN/mm	GPa
C-6070-3	815	815	0,5	500	F1-F2-F3	35 ± 3	43 ±3
		1200			F4	53	65
C-7080-4	815	815	0,5	500	F5-F6-F7	35 ± 4	43 ± 5
		1200			F8	41	50
C-8090-4	815	815	0,5	500	F9-F10-F11	35 ± 1	43 ± 1
		1200			F12	60	74
SF-4	815	815	0,5	350	F13-F14-F15	28 ± 8	35 ± 10
		1200		175	F16	7	8
RC-6634-AFS	815	815	0,5	500	F17-F18-F19	23 ± 4	29,4 ± 4,8
RC-6634-SFS	815	815	0,5	500	F20-F21-F22	42 ± 7	52 ± 7

Le tableau 5.7 présente les valeurs moyennes des paramètres régressés pour chacun des matériaux. Le détail relatif à chaque éprouvette se retrouve à l'annexe E. On note que les valeurs du paramètre K_I sont sous-estimées par la régression, donnant lieu à une surestimation des déformations élastiques par rapport aux déformations différées. Toutefois, les valeurs obtenues pour chaque éprouvette d'un même matériau sont très proches. Ainsi, malgré qu'elles soient un peu biaisées, elles sont très reproductibles.

Tableau 5.7 : Valeurs moyennes des paramètres régressés en flexion

Produits	Température de test	Température de cuisson	Vitesse de chargement	Charge au plateau	Éprouvettes	Paramètres régressés			
						K_I	K_{II}	c_I	c_{II}
	°C	°C	mm/ min	N		kN/mm	kN/mm	$\times 10^4$ kN·s/mm	$\times 10^3$ kN·s/mm
C-6070-3	815	815	0,5	500	F1-F2-F3	30 ± 4	54 ± 7	22,3 ± 2,6	18,5 ± 3,4
		1200			F4	49	NA	NA	NA
C-7080-4	815	815	0,5	500	F5-F6-F7	31 ± 1	100 ± 47	52,7 ± 25,4	30,0 ± 14,7
		1200			F8	36	NA	NA	NA
C-8090-4	815	815	0,5	500	F9-F10-F11	27 ± 1	36 ± 2	8,4 ± 0,7	14,7 ± 1,5
		1200			F12	52	NA	NA	NA
SF-4	815	815	0,5	350	F13-F14-F15	43 ± 31	231 ± 31	58,9 ± 30,3	69,8 ± 24,4
		1200		175	F16	5	NA	NA	NA
RC-6634-AFS	815	815	0,5	500	F17-F18-F19	18 ± 4	21 ± 5	5,7 ± 2,6	7,2 ± 2,2
RC-6634-SFS	815	815	0,5	500	F20-F21-F22	39 ± 5	NA	NA	NA

Note : les lettres «NA» signifient non applicable, car la régression a été effectuée avec des valeurs constantes des paramètres.

5.3.2 Caractérisation de monolithiques alumino-siliceux

Les produits alumino-siliceux C-6070-3, C-7080-4 et C-8090-4 contiennent un pourcentage croissant d'alumine. Cependant, tel que montré au tableau 4.1, leur contenu en additifs et impuretés est très variable. Dans ces conditions, il est très probable que la règle générale, voulant que la rigidité et la résistance au fluage augmentent avec la teneur en alumine, ne soit pas respectée. Ceci peut d'ailleurs être constaté à la figure 5.21 qui montre les courbes maîtresses de fluage-recouvrance de ces trois produits à 815°C sous une charge de 500 N. Ainsi, malgré sa forte teneur en alumine, le produit C-8090-4 possède le taux de fluage le plus élevé des trois.

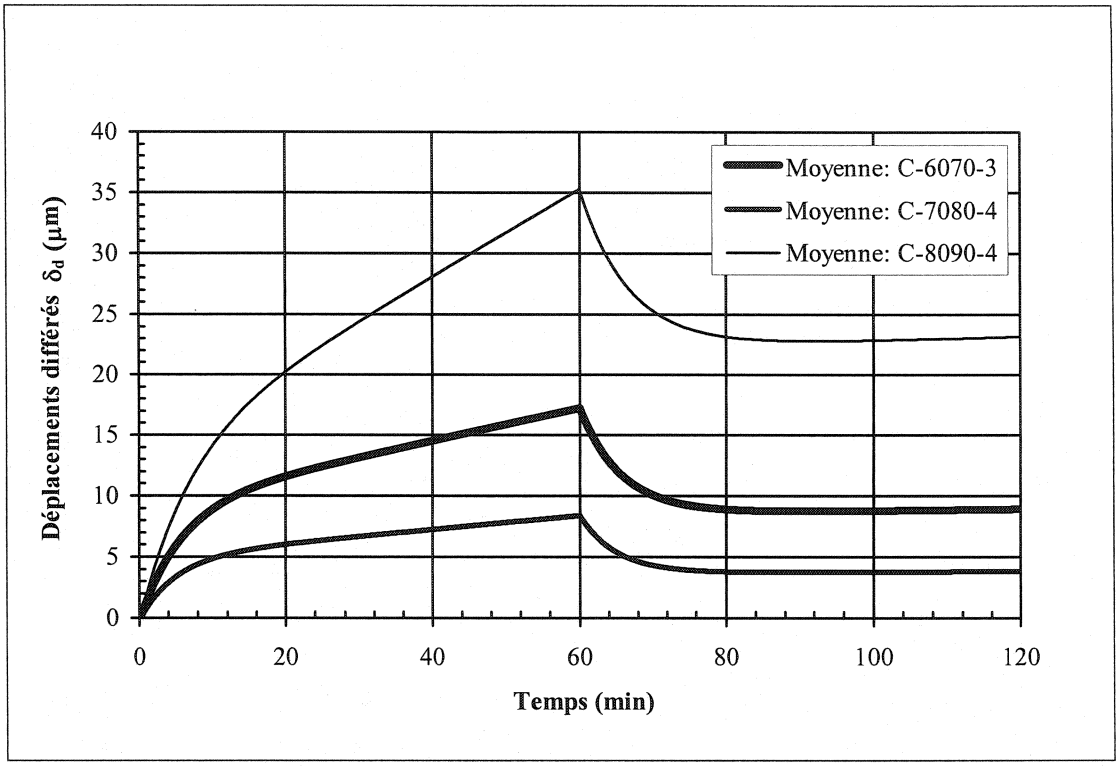


Figure 5.21 : Déplacements différés des produits alumino-siliceux en flexion

Tableau 5.8 : Résultats pour les produits alumino-siliceux

Produits	Température de cuisson	Température de test	Charge au plateau	Taux de fluage	Temps de stabilisation	Déplacements				Contributions à la déformation différée	
						δ_e	δ_d	δ_{vp}	δ_{ve}	ε_{vp}	ε_{ve}
	°C	°C	N	µm/h	min	µm	µm	µm	µm	%	%
C-6070-3	815	815	500	8,1 ± 0,9	21	16,8	17,6	8,5	9,2	47,9	52,1
C-7080-4	815	815	500	4,1 ± 2,2	15	16,4	8,6	3,6	5,0	41,8	58,2
C-8090-4	815	815	500	21,6 ± 1,7	> 60	18,3	36,4	22,5	13,9	61,8	38,2

Note : le taux de fluage est celui calculé après une heure; son écart type provient des taux calculés à partir des paramètres extrêmes (extrême = moyenne ± écart type).

Le tableau 5.8 dresse un bilan des résultats de la simulation à l'aide des paramètres régressés. On remarque que le matériau C-8090-4 a non seulement un taux de fluage élevé, mais aussi une proportion de déformations irréversibles plus grande que les deux autres, se chiffrant à 61,8%. Ainsi, le matériau C-7080-4 semble être le moins susceptible à une déformation excessive au fil du temps, d'autant plus qu'il montre le plus de recouvrance, c'est-à-dire 58,2%. Pour le matériau C-6070-3, les deux contributions sont semblables (environ 50%). Il est à noter que, pour ce matériau, les contributions des déformations viscoélastique et viscoplastique en compression sont également aux environs de 50%, ce qui démontre une bonne cohérence entre les méthodes. Enfin, tel que présenté aux tableau 5.7, le fait de cuire à une température de 1200°C avant un essai à 815 °C élimine presque totalement les déformations de fluage.

L'origine du comportement du C-8090-4 semble être reliée aux deux hypothèses précédemment mentionnées, soient l'état d'avancement du frittage et la variation de la viscosité de la matrice. D'un côté, un frittage moins avancé avant le début d'un essai ferait en sorte qu'il y ait un potentiel plus grand de déformation viscoplastique primaire. D'un autre côté, une matrice possédant une viscosité plus faible produirait également une déformation viscoplastique plus importante. Il est très possible que ces deux hypothèses soient impliquées dans le comportement de fluage plutôt surprenant du matériau C-8090-4. Cependant, d'après les résultats obtenus en compression, il est plus probable que l'état d'avancement du frittage soit le facteur dominant.

5.3.3 Effet de l'ajout de fumée de silice

L'addition de 4,3% de fumée de silice, lors de la mise en forme du monolithique à haute teneur en alumine RC-6634, a un effet significatif sur ses propriétés mécaniques temporelles à 815°C. Ceci peut être constaté en comparant les paramètres (voir tableau 5.7) obtenus pour ce produit contenant de la fumée de silice (RC-6634-AFS) avec ceux obtenus sans fumée de silice (RC-6634-SFS). On remarque également la chute

considérable du module d'élasticité statique (voir tableau 5.6). Les courbes maîtresses issues de la simulation d'un essai fluage-recouvrance à 500 N sont montrées, pour les deux cas, à la figure 5.22.

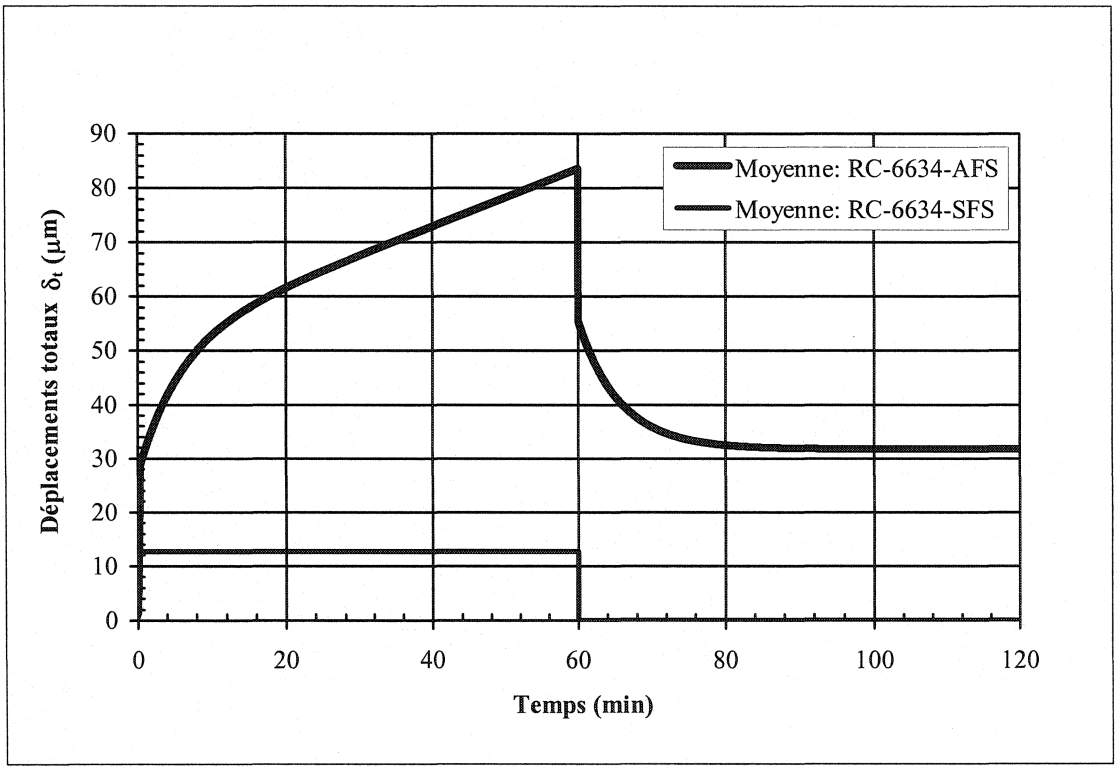


Figure 5.22 : Effet de l'ajout de fumée de silice sur les déplacements différés en flexion d'un béton à haute teneur en alumine

La fumée de silice provoque donc l'apparition de phénomènes temporels importants. Le tableau 5.9 présente la quantification des résultats. Il est à noter que, malgré sa teneur en alumine atteignant 96,0%, les déformations différées du RC-6634 contenant de la fumée de silice sont plus grandes que celles de tous les autres bétons alumino-siliceux testés (voir le tableau 5.8).

Un tel comportement est possiblement dû à l'instabilité initiale de la silice amorphe dans le matériau. Il est donc très plausible que cet effet s'estompe après une

longue exposition à température élevée. Des essais de cuisson prolongée seraient cependant nécessaires pour confirmer cette hypothèse.

Tableau 5.9 : Résultats relatifs à l'ajout de fumée de silice

Produits	Température de cuisson	Température de test	Charge au plateau	Taux de fluage	Temps de stabilisation	Déplacements				Contributions à la déformation différée	
						δ_e	δ_d	δ_{vp}	δ_{ve}	ε_{vp}	ε_{ve}
	°C	°C	N	µm/h	min	µm	µm	µm	µm	%	%
RC-6634-AFS	815	815	500	37,4 ± 18,8	> 60	28,0	57,1	33,4	23,8	58,4	41,6
RC-6634-SFS	815	815	500	NA	NA	12,9	0,0	0,0	0,0	NA	NA

Note 1 : le taux de fluage est celui calculé après une heure; son écart type provient des taux calculés à partir des paramètres extrêmes (extrême = moyenne ± écart type).
Note 2 : les lettres «NA» signifient non applicable.

5.3.4 Cas particulier du produit SF-4

Le dernier produit caractérisé lors des essais de fluage-recouvrance est le réfractaire siliceux SF-4. Tel que mentionné précédemment, ce dernier a été choisi surtout en considérant sa candidature potentielle pour les essais de corrosion sous contrainte. Les résultats présentés aux tableaux 5.6 et 5.7 ont été obtenus pour des charges maximales différentes de celles utilisées pour les autres matériaux. En effet, celles-ci ont été réduites à 350 N pour les éprouvettes cuites à 815°C et à 175 N pour celles cuites à 1200°C, puisque, sous une charge de 500 N, ces dernières atteignaient le stade tertiaire de fluage avant la fin du cycle de conditionnement. Les résultats relatifs à ces essais sont présentés au tableau 5.10 et à la figure 5.23.

Tableau 5.10 : Résultats relatifs au SF-4

Produit	Température de cuisson	Température de test	Charge au plateau	Taux de fluage	Temps de stabilisation	Déplacements				Contributions à la déformation différée	
						δ_e	δ_d	δ_{vp}	δ_{ve}	ε_{vp}	ε_{ve}
	°C	°C	N	µm/h	min	µm	µm	µm	µm	%	%
SF-4	815	815	350	2,7 ± 1,6	> 60	8,2	3,7	2,1	1,5	58,5	41,5
	1200	815	175	17,8	9,4	34,7	36,6	17,8	18,8	48,7	51,3

Note : le taux de fluage est celui calculé après une heure; son écart type provient des taux calculés à partir des paramètres extrêmes (extrême = moyenne ± écart type).

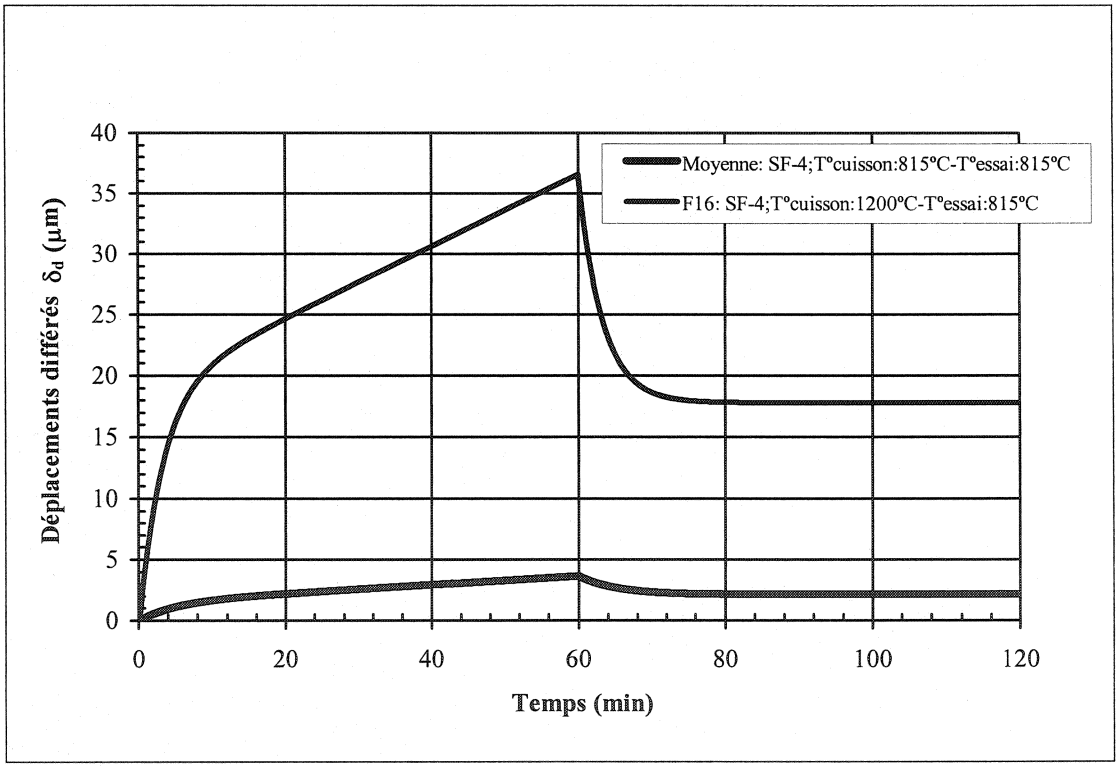


Figure 5.23 : Influence de la température de cuisson sur les déformations différées du produit SF-4 à 815°C

Contrairement aux autres réfractaires testés, les déformations différées mesurées après cuisson à 1200°C sont supérieures à celles obtenues après cuisson à 815°C. En

effet, la cuisson à 1200°C provoque une augmentation par un facteur 6 de la déformation totale. De toutes les contributions, c'est celle de la viscoélasticité qui augmente le plus (facteur 12). Par conséquent et contrairement aux autres matériaux, il n'y a pas d'avantage mécanique à cuire à plus haute température pour les essais de corrosion sous contrainte.

5.3.5 Résumé des résultats des essais de flexion

L'analyse des résultats de flexion à l'aide du modèle visco-élasto-plastique s'est avérée très intéressante. Effectivement, elle a permis de mettre en évidence que l'état d'avancement du frittage (donc les températures d'essais et de précuisson) des bétons alumino-siliceux a un rôle dominant sur leur comportement mécanique temporel. Ainsi, l'augmentation de la teneur en alumine n'engendre pas nécessairement une diminution des déformations de fluage. De plus, l'ajout de fumée de silice provoque l'apparition de phénomènes temporels importants. Cependant, il est possible que ce comportement ne soit que passager puisqu'il peut dépendre, encore une fois, de l'état d'avancement du frittage. Enfin, une température de cuisson plus élevée semble bénéfique aux alumino-siliceux de par le fait qu'elle engendre la disparition des déformations viscoélastique et viscoplastique. Ceci n'est toutefois pas le cas pour le béton siliceux SF-4 dont les déformations de fluage après cuisson à 1200°C sont supérieures à celles obtenues après cuisson à 815°C. Cependant, malgré qu'il ait été testé sous une charge différente des autres candidats (350 N au lieu de 500 N), il est à noter que le SF-4 cuit à 815°C est le matériau qui montre le moins de déformations de fluage à 815 °C.

5.4 Analyse des résultats de corrosion sous contrainte

L'interprétation des résultats expérimentaux relatifs à la corrosion sous contrainte du matériau SF-4 s'est accomplie suivant deux perspectives. La première consistait à vérifier l'influence de la corrosion sur la cinétique du fluage par l'analyse des courbes

obtenues. La seconde était la vérification de l'influence de la contrainte mécanique sur la cinétique de la corrosion par la comparaison des niveaux de corrosion atteints avec et sans charge.

Avant l'analyse détaillée de ces effets, des observations microstructurales par microscopie optique ont été réalisées sur des échantillons soumis aux essais d'immersion partielle. Celles-ci avaient pour but de vérifier s'il y avait bel et bien une corrosion et non une simple pénétration de l'aluminium liquide. La figure 5.24 montre très bien que l'échantillon est corrodé, donc qu'il a subi une transformation qui devrait mener à la modification de son comportement mécanique temporel. En effet, la réaction d'oxydoréduction (voir l'équation 2.8) entre la silice et l'aluminium a notamment produit du silicium (Si) qui est visible parce qu'il aurait atteint sa limite de solubilité dans l'aluminium. Ce raisonnement provient du fait que, lors des essais, l'éprouvette est sortie de l'aluminium liquide et refroidie lentement, permettant aux réactions d'oxydoréduction de se poursuivre, mais mettant fin à l'apport de nouveau métal.

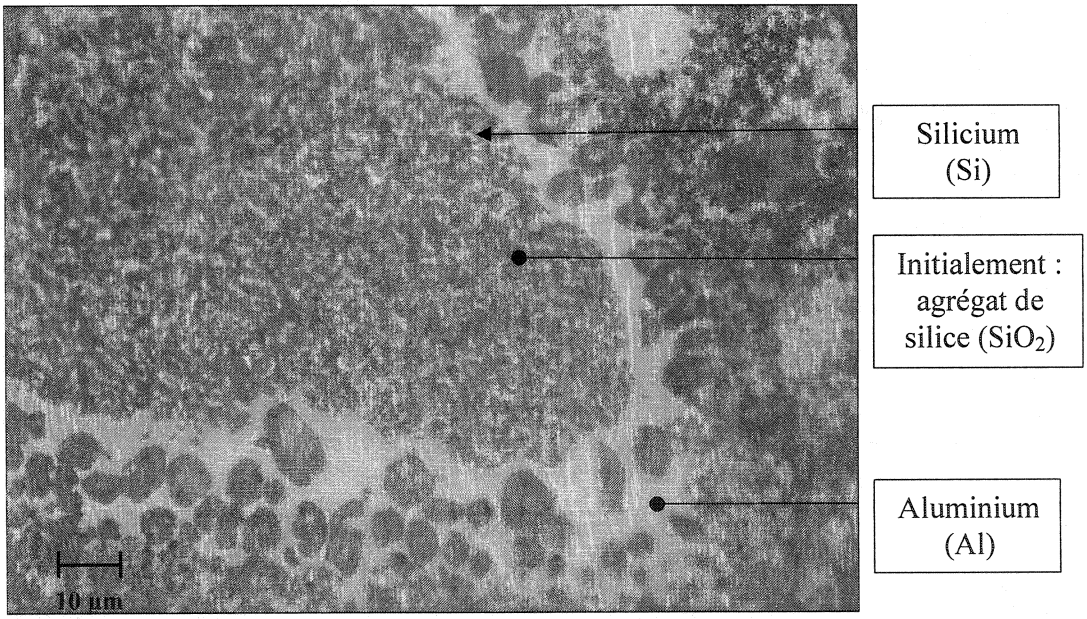


Figure 5.24 : Corrosion du produit SF-4 par l'aluminium liquide

5.4.1 Influence de la corrosion sur la cinétique du fluage

La procédure des essais de corrosion sous contraintes décrite à la section 4.6.4 a été appliquée au produit SF-4 seulement. Tel que mentionné précédemment, le déplacement des éprouvettes a été mesuré par celui de la traverse mobile. Par conséquent, la déformation élastique de la courbe de chargement n'est pas valable. Cependant, ceci ne change en rien l'analyse de la réponse, puisque celle-ci est effectuée à l'aide des déformations différées occasionnées par le fluage.

Suite à la montée en température, la première étape de la procédure d'essai permet l'obtention d'un régime de fluage quasi-permanent. Le taux de fluage à sec, c'est-à-dire sans aluminium, à la fin de cette période peut alors être utilisé comme valeur de référence par rapport aux taux de fluage obtenus en présence d'aluminium liquide. Cependant, des essais de référence sans aluminium liquide ont été réalisés en utilisant le même montage dans le but d'obtenir des taux de fluage à sec pour des temps plus longs d'imposition de la charge. Ainsi, l'interprétation relative à l'influence de la corrosion s'est faite par une comparaison avec ces taux de fluage.

La figure 5.25 et le tableau 5.11 présentent les résultats issus de cette comparaison. Il est à noter que pour les taux de fluage sans $Al_{(L)}$, trois répliques ont été considérées dans le calcul de la moyenne. Ainsi, les essais de corrosion sous contrainte ayant été répétés deux fois pour les temps d'exposition de 24 et 36 heures et une fois pour celui de 48 heures, les taux de fluage avec $Al_{(L)}$ correspondent à la moyenne des trois plus longues répliques. Cependant, ceci n'affecte en rien les conclusions générales, puisque les taux de fluage pour les deux essais à un temps d'exposition de 24 heures étaient les plus élevés. De plus, il est à noter que les taux de fluage moyens avant seize heures correspondent à des valeurs sans aluminium liquide quelque soit l'essai.

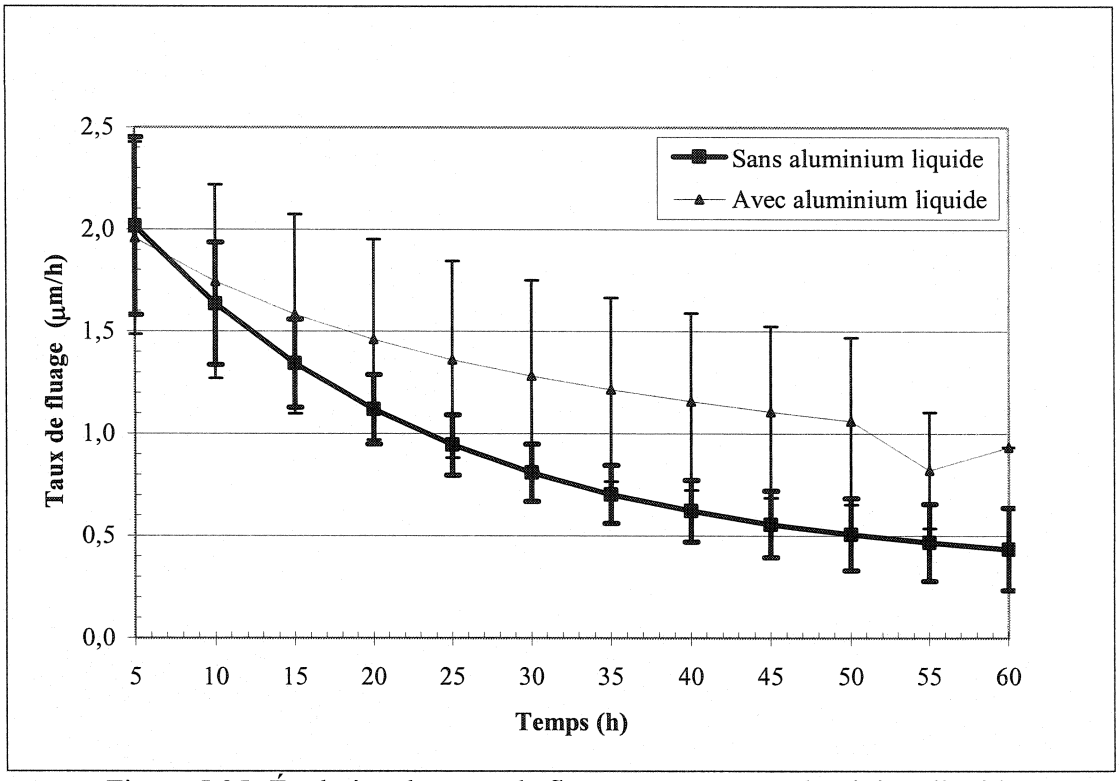


Figure 5.25 :Évolution des taux de fluage avec et sans aluminium liquide

Tableau 5.11 : Taux de fluage moyens avec et sans aluminium liquide

Produit	Température de cuisson	Température de test	Charge au plateau	Temps	Taux de fluage moyen	
					Sans $Al_{(L)}$	Avec $Al_{(L)}$
	°C	°C	N	h	µm/h	µm/h
SF-4	815	815	350	5	2,0 ± 0,4	2,0 ± 0,5
				10	1,6 ± 0,3	1,7 ± 0,5
				15	1,3 ± 0,2	1,6 ± 0,5
				20	1,1 ± 0,2	1,5 ± 0,5
				25	1,0 ± 0,1	1,4 ± 0,5
				30	0,8 ± 0,1	1,3 ± 0,5
				35	0,7 ± 0,1	1,2 ± 0,4
				40	0,6 ± 0,2	1,2 ± 0,4
				45	0,6 ± 0,2	1,1 ± 0,4
				50	0,5 ± 0,2	1,1 ± 0,4
				55	0,5 ± 0,2	0,8 ± 0,3#
				60	0,4 ± 0,2	0,9 ± 0,0*

Note 1 : le signe «#» signifie que la moyenne et l'écart type sont calculés à partir de deux éprouvettes.
Note 2 : le signe «*» signifie que l'écart type de 0,0 est calculé à partir d'une seule éprouvette.

Selon les résultats précédents, on observe que les taux de fluage moyens sont similaires avant l'ajout d'aluminium et qu'ils divergent après l'ajout. En effet, le taux de fluage après l'ajout d'aluminium diminue plus lentement. À 50 heures, c'est-à-dire après environ 34 heures d'exposition à l'aluminium, le taux moyen de fluage sous des conditions corrosives est environ deux fois plus élevé. Bien que les écarts types soient très grands, ces résultats suggèrent que la corrosion augmente le fluage apparent des éprouvettes.

Enfin, il est cependant possible d'identifier deux sources d'erreurs potentielles relativement à la variation du taux de fluage : le nombre d'éprouvettes utilisé pour le calcul de la moyenne et la corrosion du montage. La première fait en sorte que les derniers taux de fluage des essais avec $Al_{(L)}$ (voir figure 5.25) ne suivent pas tout à fait la tendance générale puisqu'un seul essai a été réalisé pour un temps d'exposition de 48 heures (donc un temps total de 64 heures). La seconde raison vient du fait qu'une corrosion des supports cylindriques a été observée pour les plus longs temps d'exposition. Ainsi, le creuset subissant des changements, le taux de fluage aurait donc pu être influencé.

5.4.2 Influence de la contrainte sur la cinétique de la corrosion

Les différents temps d'exposition à l'aluminium liquide, soient 24, 36 et 48 heures, permettent d'observer l'influence de la charge sur la cinétique de la corrosion. Ainsi, suite aux essais, les éprouvettes sont coupées selon leurs directions transversale et longitudinale. Les endroits de coupe sont montrés à la figure 5.26. Ces coupes permettent l'observation des profils de corrosion après les différents temps d'exposition. Ces derniers sont montrés à la figure 5.27 et correspondent à ceux numérotés à la figure 5.26. Il est à noter qu'une seule éprouvette est montrée, même si deux répliques ont été

accomplies par temps d'exposition. De plus, il s'agit ici de moitiés d'éprouvettes et non d'éprouvettes de pleine longueur.

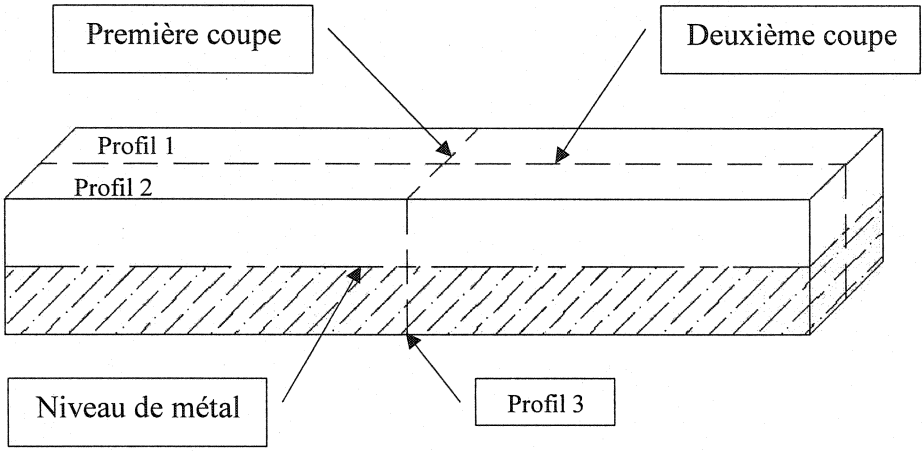


Figure 5.26 : Endroits de coupe des éprouvettes corrodées

Tout d'abord, on remarque qu'il subsiste une corrosion préférentielle aux extrémités. Toutefois, elle ne cause pas de problème, puisque le profil de corrosion au centre est satisfaisant du point de vue de sa planéité et de sa symétrie. On remarque également que les endroits d'application de la couche de NaF sont plus corrodés, tel qu'espéré.

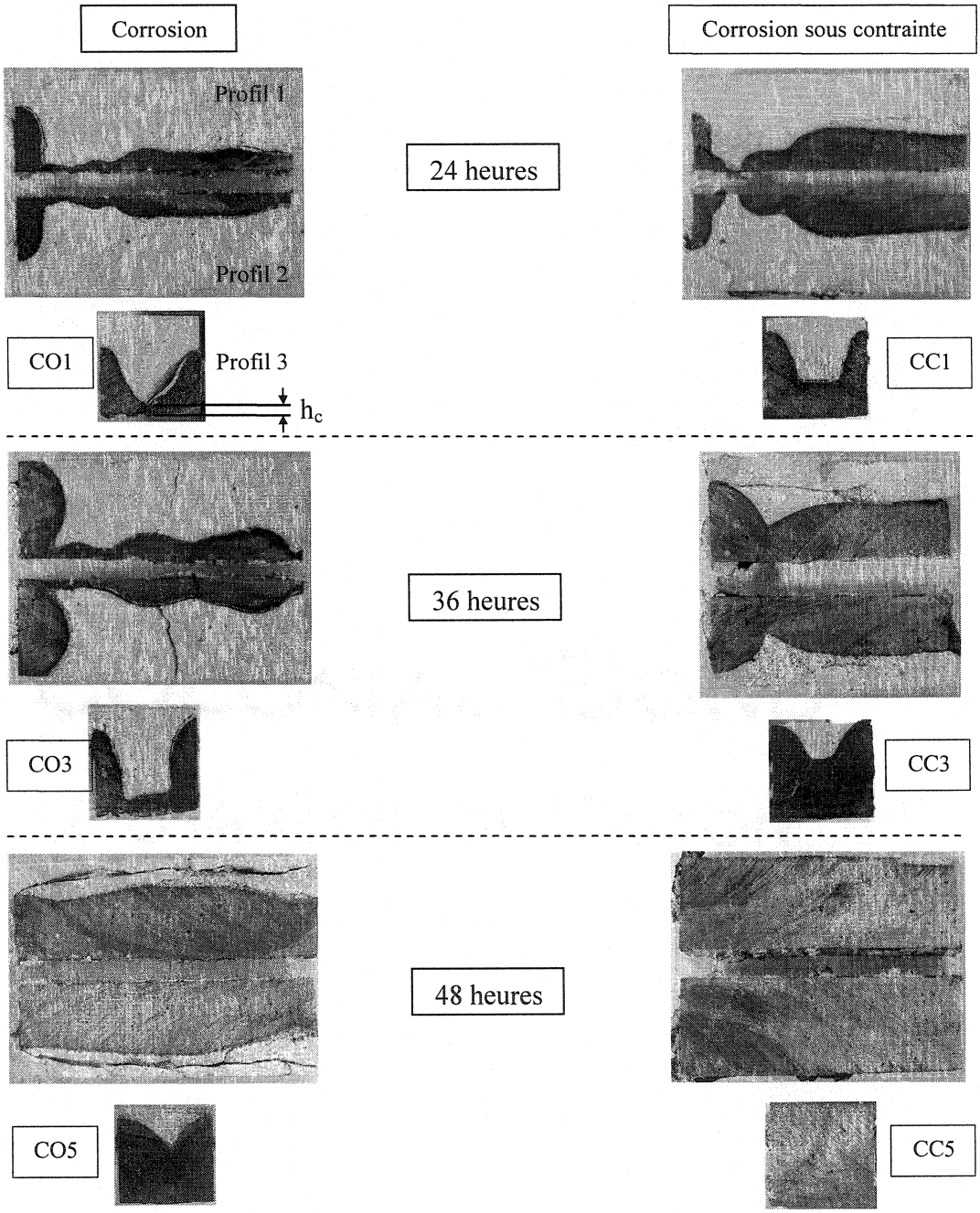


Figure 5.27 :Profils de corrosion après différents temps d'exposition

Les hauteurs de corrosion (h_c) ont été mesurées à partir de la base de l'éprouvette jusqu'au niveau minimum de la couche corrodée sur les profils numéro 3. Les résultats sont présentés sous forme relative, c'est-à-dire par rapport à la hauteur totale (h_0) des

éprouvettes, au tableau 5.12. L'évolution des niveaux de corrosion en fonction du temps d'exposition est montrée à la figure 5.28 pour les essais avec et sans contrainte. Les deux courbes ayant la même tendance, ceci suggère que la contrainte influencerait soit le temps d'incubation, soit la cinétique initiale de la corrosion.

Tableau 5.12 : Hauteurs relatives de corrosion pour les essais avec et sans contrainte

Produit	Température de cuisson	Température de test	Type de test	Temps d'exposition	Éprouvettes	Hauteur relative de corrosion h_c/h_0	Moyenne h_{cmoy}/h_0
	°C	°C		h			
SF-4	815	815	Corrosion	24	CO1	0,13	0,06
					CO2	0,00	
				36	CO3	0,17	0,20
					CO4	0,24	
				48	CO5	0,67	0,59
					CO6	0,51	
			Corrosion sous contrainte	24	CC1	0,38	0,36
					CC2	0,33	
				36	CC3	0,63	0,54
					CC4	0,45	
				48	CC5	1,00	NA

Note : les lettres «NA» signifient non applicable.

Une explication possible de ces résultats provient du développement relatif à la poutre composite, présenté à la section 3.2.1 : l'influence de la contrainte sur la corrosion dépendrait du temps durant lequel le front de corrosion est en tension; cette durée dépendrait à son tour des propriétés mécaniques des produits formés. Ainsi, on pourrait alors parler de corrosion sous tension des réfractaires. Cependant, il est possible qu'une contrainte de compression ait également une influence sur la cinétique de la corrosion. Ceci provient du fait que l'éprouvette de l'essai de corrosion sous contrainte pour un temps d'exposition de 48 heures est complètement corrodée, créant ainsi une incertitude quant au temps requis pour l'atteinte d'un tel niveau de corrosion.

Néanmoins, selon les présents résultats, l'application d'une contrainte sur une éprouvette en flexion engendre des niveaux de corrosion plus élevés.

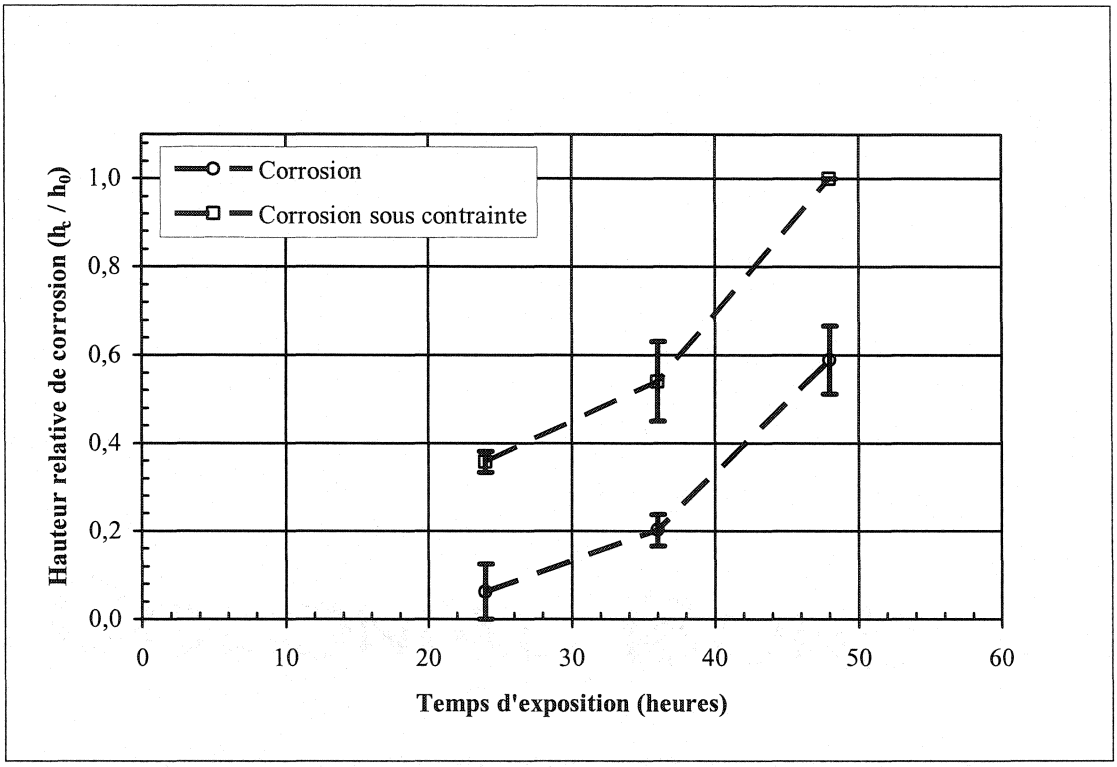


Figure 5.28 : Influence de la contrainte sur le niveau de corrosion

Finalement, bien que les conclusions précédentes nécessitent de plus amples investigations pour être confirmées, voici un scénario hypothétique de la corrosion d'un réfractaire en flexion :

1. le réfractaire se fissure sous l'effet d'une contrainte mécanique de tension;
2. la cinétique de dissolution augmente car l'aluminium s'infiltre dans les fissures;
3. les réactions de réduction se produisent;
4. les possibilités de pénétration du métal augmentent par les changements de volumes des produits formés et par un taux de fluage plus élevé (par rapport à celui sans corrosion) qui crée possiblement une fissuration supplémentaire;

5. le cycle continu jusqu'à ce que le front de corrosion soit en compression;
6. la corrosion se poursuit alors selon sa cinétique habituelle;
7. il en résulte une défaillance prématurée du matériau.

CONCLUSION GÉNÉRALE

Les effets du temps et de la corrosion sur le comportement thermomécanique des réfractaires alumino-siliceux ont été étudiés pour une température de 815°C.

Le fluage primaire et la recouvrance de ces matériaux ont été caractérisés en compression et en flexion selon diverses conditions expérimentales. La simulation des courbes de fluage, à partir d'une régression des paramètres du modèle visco-élasto-plastique, a permis d'obtenir une estimation de la contribution de la déformation viscoélastique à la déformation totale. Celle-ci semble constante avec l'augmentation du niveau de la charge au plateau de fluage. L'amplitude de cette déformation varie toutefois linéairement en fonction de la charge. D'après les résultats, la température semble avoir un effet considérable non seulement sur son amplitude, mais aussi sur sa contribution relative aux déformations différées. Cette influence serait en grande partie attribuée à l'état d'avancement du frittage du béton réfractaire. En effet, une température de cuisson plus élevée (1200°C) ou une température d'essai plus faible (750°C) réduit presque totalement le fluage des bétons alumino-siliceux. Cependant, ceci n'est pas le cas d'un béton à haute teneur en silice, présentant des déformations différées d'amplitudes beaucoup supérieures lorsqu'il est cuit à 1200°C par rapport à celles observées lorsqu'il est cuit à 815°C. De plus, une augmentation du pourcentage d'alumine ne semble pas être à l'origine d'une réduction des déformations différées, du fait que le matériau contenant de 80 à 90% d'alumine présente des déformations de fluage plus importantes que les autres bétons à plus basses teneurs. Ceci résulterait du fait que les additifs et les impuretés de ces monolithiques sont de nature et de proportions différentes. D'ailleurs, l'addition de fumée de silice semble avoir une influence significative, car elle fait apparaître des déformations différées dans un béton qui n'en présente normalement pas. Ainsi, il est possible que cet effet ne soit que le résultat de la continuation du frittage, faisant ainsi en sorte qu'une partie du fluage primaire soit irréversible. Enfin, l'hypothèse associant l'écoulement visqueux comme

mécanisme principal de fluage ne s'est pas avérée complètement juste. Conséquemment, la détermination des propriétés intrinsèques des constituants, par un modèle simple tenant compte des fractions volumiques de ceux-ci, n'a pas été possible. Seules des propriétés apparentes ont été obtenues.

L'existence du phénomène de la corrosion sous contrainte dans les réfractaires a également été étudiée. Un montage expérimental a été conçu pour des essais de flexion réalisés à 815°C sur des éprouvettes partiellement immergées dans l'aluminium liquide. Il a été observé que la contrainte fait augmenter les niveaux de corrosion atteints après certains temps d'exposition. Ainsi, d'après un raisonnement théorique basé sur le comportement d'une poutre linéaire élastique soumise à la corrosion, il a été conclu qu'une contrainte de tension pourrait être responsable d'une augmentation de la cinétique initiale de la corrosion. Selon la même logique, les propriétés du produit de corrosion seraient susceptibles d'influencer à la fois le comportement mécanique temporel et la cinétique de corrosion du réfractaire. Enfin, la corrosion a une influence sur le fluage des réfractaires, car il a été observé que lorsqu'une éprouvette se corrode, son fluage apparent est accentué.

Finalement, les deux parties du présent projet mériteraient d'être poursuivies dans le but de clarifier certains points. L'utilisation du modèle visco-élasto-plastique s'étant avérée pertinente lors de l'étude relative aux effets du temps sur le comportement thermomécanique des bétons réfractaires, elle pourrait permettre la caractérisation d'autres bétons et possiblement une meilleure compréhension de l'origine du phénomène de la viscoélasticité. De plus, des investigations subséquentes seraient requises afin de mettre en évidence la contribution de l'écoulement visqueux par rapport à celle de l'état d'avancement du frittage. Du côté de l'étude relative à la corrosion sous contrainte, des essais en compression seraient nécessaires à la vérification de l'hypothèse d'une corrosion favorisée par une contrainte de tension. Enfin, d'autres

produits devraient également être testés de manière à vérifier si les conclusions précédentes s'appliquent aussi.

RÉFÉRENCES

ABAQUS INC. 2003. *Abaqus analysis user's manual*. Version 6.4 [Logiciel]. U.S.A. : Abaqus Inc.

ALLAIRE, C. 2001. *Cours de céramiques 5.558*. Montréal : Édition de l'École Polytechnique de Montréal. notes de cours.

ALLAIRE, C. 2001. *Cours de métallurgie de l'aluminium MET 6211 – Partie I.* Montréal : Édition de l'École Polytechnique de Montréal. notes de cours.

ALLAIRE, C. 2001. *Cours de métallurgie de l'aluminium MET 6211 – Partie II.* Montréal : Édition de l'École Polytechnique de Montréal. notes de cours.

ASM HANDBOOK. 2003. *Corrosion: fundamentals, testing, and protection*. 9th ed. Ohio: ASM International. Volume 13. 145-171.

ASTM. 1980. *Standard Test Method for Modulus of Rupture of Refractory Materials at Elevated Temperatures*. Philadelphia: American Society for Testing and Materials. 3p. Annual book of ASTM standards 15.01. C 583 – 80.

ASTM. 1989. *Standard Test Method of Measuring the Thermal Expansion and Creep of Refractories Under Load*. Philadelphia: American Society for Testing and Materials. 6p. Annual book of ASTM standards 15.01. C 832 – 89.

ASTM. 1991. *Standard Practices for Determining and Measuring Consistency of Refractory Concretes*. Philadelphia: American Society for Testing and Materials. 6p. Annual book of ASTM standards 15.01. C 860 – 91.

ASTM. 1993. *Standard Test Methods for Apparent Porosity, Liquid Absorption, Apparent Specific Gravity, and Bulk Density of Refractory Shapes by Vacuum Pressure*. Philadelphia: American Society for Testing and Materials. 4p. Annual book of ASTM standards 15.01. C 830 – 93.

ASTM. 1995. *Standard Test Methods for Sieve Analysis and Water Content of Refractory Materials*. Philadelphia: American Society for Testing and Materials. 3p. Annual book of ASTM standards 15.01. C 92 – 95.

ASTM. 1996. Standard *Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's ratio for Advanced Ceramics by Impulse Excitation of Vibration*. Philadelphia: American Society for Testing and Materials. 9p. Annual book of ASTM standards 15.01. C 1259 – 96.

ASTM. 1997. *Standard Test Method for Cold Crushing Strength and Modulus of Rupture of Refractories*. Philadelphia: American Society for Testing and Materials. 3p. Annual book of ASTM standards 15.01. C 133 – 97.

BAZERGUI, A., BUI-QUOC, T., BIRON, A., MCINTYRE, G., LABERGE, C. 1993. *Résistance des matériaux*. 2e ed. Montréal : Édition de l'École Polytechnique de Montréal. 595p.

CAO, H.C., DALGLEISH, B.J., HSUEH, C-H., EVANS, A.G. 1987. «High-temperature stress corrosion cracking in ceramics». *Journal of the American Ceramic Society*. 70:4. 257-264.

CHARLES, R.J., HILLIG, W.B. 1965. «Surfaces, stress-dependent surface reactions, and strength». *High-strength materials*. ZACKAY, V.F. New York : Wiley. 682-705.

CHOI, G., HORIBE, S. 1993. «Static fatigue in ceramic materials: influences of an intergranular glassy phase and fracture toughness». *Journal of Materials Science*. 28:21. 5931-5936.

DEDENIS, P., LE DOUSSAL, H., MEUNIER, P. 1998. «Comportement thermomécanique de bétons réfractaires soumis à des contraintes de compression». *L'industrie Céramiques & Verrière*. 935. 178-182.

DENG, Z-Y., ZHANG, G-J., ANDO, M., OHJI, T. 2002. «Model analysis of multicrack mechanisms in ceramic/superplastic laminates». *Journal of the American Ceramic Society*. 85:7. 1793-1803.

DING, J-L., LIU, K.C., BRINKMAN, C.R. 1995. «Development of a high-temperature deformation and life prediction model for an advanced silicon nitride ceramic». *Journal of the American Ceramic Society*. 78:11. 3057-3066.

DORLOT, J-M., BAÏLON, J-P., MASOUNAVE, J. 1986. *Des matériaux*. Montréal : Édition de l'École Polytechnique de Montréal. 467p.

DOWLING, N. 1999. *Mechanical behavior of materials*. New Jersey : Prentice-Hall. 830p.

FRANÇOIS, D., PINEAU, A., ZAOUI, A. 1993. *Comportement mécanique des matériaux*. v. 1. Paris : Édition Hermes. 503p.

FRANÇOIS, D., PINEAU, A., ZAOUI, A. 1993. *Viscoplasticité, endommagement, mécanique de la rupture, mécanique du contact*. v. 2. Paris : Édition Hermes. 455p.

GABIS, V. 1995. «Comportement des réfractaires au contact de l'aluminium et de ses alliages». *Al 13, Le magazine de l'Aluminium*. 1:1. 18-32.

HIBBELER, R.C. 1998. *Engineering mechanics, statics & dynamics*. 8th ed. New Jersey : Prentice-Hall. 1296p.

ISO. 1989. *Produits réfractaires – Détermination du fluage à la compression*. Genève : Organisation Internationale de Normalisation. 10p. Norme internationale. 3187.

KARIHALOO, B.L. 1998. «Modified Griffith approach to the fracture of quasi-brittle materials». *Fracture : a topical encyclopedia of current knowledge*. CHEREPANOV, G.P. Malabar: Krieger Pub. Co. P. 397-439.

KIM, Y.R., LEE, H-J., LITTLE, D.N. 1997. «Fatigue characterization of asphalt concrete using viscoelasticity and continuum damage theory». *Asphalt Paving Technology – Proceedings Association of Asphalt Technologists*. 66. 520-569.

KIM, Y-W., ANDO, K., CHU, M.C. 2003. «Crack-healing b ehavior of liquid-phase-sintered silicon carbine ceramics». *Journal of the American Ceramic Society*. 86:3. 465-470.

KINGERY, W.D. 1976. *Introduction to ceramics*. 2nd ed. Singapore : John Wiley & Sons Ltd. 1032p.

KRUGER, J. 1980. *Stress corrosion cracking*. Tel-Aviv : Freund Publishing House. 238p.

LAKKI, A., SCHALLER, R. 1994. «Anelastic relaxation associated with the intergranular phase in silicon nitride and zirconia ceramics». *Journal of Alloys and Compounds*. 211-1. 365-368.

LEE, H-J., KIM, Y.R., KIM, S-H. 1999. «Viscoelastic constitutive modeling of asphalt concrete with growing damage». *Structural Engineering and Mechanics*. 7:2. 225-240.

MASE, G.E. 1970. *Schaum's outline of theory and problems of continuum mechanics*. U.S.A.: McGraw-Hill. 221p.

MELÉNDEZ-MARTÍINEZ, J.J., JIMÉNEZ-MELENDO, M., DOMÍNGUEZ-RODRÍGUEZ, A., WÖTTING, G. 2002. «High temperature mechanical behavior of silicon nitride ceramics». *Materials Science Forum*. 383. 13-18.

MICHALSKE, T.A., BUNKER, B.C. 1987. «Steric effects in stress corrosion fracture of glass». *Journal of the American Ceramic Society*. 70:10. 780-784.

MICHALSKE, T.A., FREIMAN, S.W. 1983. «A molecular mechanism for stress corrosion in vitreous silica». *Journal of the American Ceramic Society*. 66:4. 284-288.

MICROSOFT CORPORATION. 2003. *Microsoft Office Excel*. Version 11.5612.5606 [Logiciel]. Microsoft Corporation. Chiffrier (9838 Ko).

MICROSOFT CORPORATION. 2003. *Microsoft Visual Basic*. Version 6.3 [Logiciel]. Microsoft Corporation. Langage de programmation utilisé par le logiciel Microsoft Office Excel.

PETERLIK, H., KROMP, K. 1993. «Viscoelastic effects in testing of an Al_2O_3 ceramic containing a glassy phase». *Journal of Materials Science*. 28:16. 4341-4346.

PETERLIK, H. 1994. «Viscoelasticity of ceramics at high temperatures». *Journal of Materials Science*. 29:9. 2401-2405.

PISSARENKO, G., YAKOVLEV, A., MATVÉEV, V. 1979. *Aide-mémoire de résistance des matériaux*. Moscou : Editions Mir. 878p.

RIGAUD, M., GUÉROULT, B. 1992. «A new thermomechanical test for refractory materials». *The St-Louis Section of the American Ceramic Society*. 28th Symposium on Refractories.

RIGAUD, M., LANDY, R.A. 1996. *Refractories for pneumatic steelmaking*. v. 3. Warrendale : Iron & Steel Society. 171p.

ROYLANCE, D. 1996. *Mechanics of materials*. Toronto : John Wiley & Sons, Inc. 315p.

SALENÇON, J. 1983. *Viscoélasticité*. Paris : Presses de l'École nationale des ponts et chaussées. 92p.

SANGIORGI, R. 1994. «Corrosion of ceramics by liquid metals». *NATO ASI Series E Applied Sciences – Advanced Study Institute*. v. 267. NICKEL, K.G. Netherlands : Kluwer Academic Publishers. P. 261-284.

SANKARANARAYANANE, K., SINGH, P. 2003. «Creep studies on tabular alumina-based self-flowing castables». *Interceram*. Refractories Manual 2003, 52-58.

SEBBANI, M.J.E. 2001. *Étude théorique et expérimentale de la corrélation entre la résistance aux chocs thermiques et aux chocs mécaniques des matériaux réfractaires utilisés dans les fours de traitement de l'aluminium*. 244p. Thèse de doctorat en génie métallurgique, École Polytechnique de Montréal.

SIMONIN, F. 2000. *Comportement thermomécanique de bétons réfractaires alumineux contenant du spinelle de magnésium*. 160p. Thèse de doctorat en génie des matériaux, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.

SIMONIN, F., OLAGNON, C., MAXIMILIEN, S., FANTOZZI, G. 2002. «Room temperature quasi-brittle behaviour of an aluminous refractory concrete after firing ». *Journal of the European Ceramic Society*. 22:2. 165-172.

SOLHEIM, A., ROLSETH, S., SKYMAKMOEN, E., STOEN, L., STERTEN, A., STORE, T. 1995. «Liquidus temperature and alumina solubility in the system Na_3AlF_6-AlF_3-LiF-CaF_2-MgF_2». *Light Metals: Proceedings of Sessions, TMS Annual Meeting*. U.S.A.: The Minerals, Metals & Materials Society. 451-460.

STOUFFER, D.C., DAME, L.T. 1996. *Inelastic deformation of metals*. New York : John Wiley & Sons, Inc. 502p.

TOMOZAWA, M. 1998. «Stress corrosion reaction of silica glass and water». *Physics and Chemistry of Glasses*. 39:2, 65-69.

WERESZCZAK, A.A., FERBER, M.K., KIRKLAND, T.P., MORE, K.L., FOLEY, M.R., YECKLEY, R.L. 1995. «Evolution of stress failure resulting from high-temperature stress-corrosion cracking in a hot isostatically pressed silicon nitride». *Journal of the American Ceramic Society*. 78:8. 2129-2140.

WILKINSON, D.S. 1998. «Creep mechanisms in multiphase ceramic materials». *Journal of the American Ceramic Society*. 81:2. 275-299.

WILSHIRE, B., EVANS, R.W. 1985. *Creep behaviour of crystalline solids*. U.K. : Pineridge Press Limited. 362p.

WOODTLI, J., KIESELBACK, R. 2000. «Damage due to hydrogen embrittlement and stress corrosion cracking». *Engineering Failure Analysis*. 7:6. 427-450.

ANNEXES

ANNEXE A

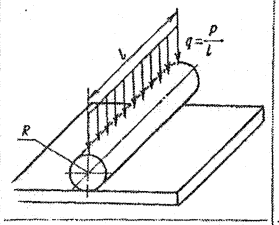
Composition chimique des produits utilisés

Matériaux	Al_2O_3	SiO_2	TiO_2	Fe_2O_3	CaO	MgO	ZrO_2	BaO	K_2O	Na_2O	Alcalins	Fumée de silice (FS)
	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%
C-6070-3	57,29	30,26	1,43	0,84	1,42	0,07	3,29				0,09	
C-7080-4	69,10	14,40	1,60	1,00	2,60	0,10					0,20	
C-8090-4	79,40			0,90	1,30							
SF-4	12,00	84,50		< 0,10								
RC-6634-SFS	96,00	< 0,10	< 0,01	< 0,10	2,60	0,65		< 0,01	< 0,01	0,24		
RC-6634-AFS	96,00	< 0,10	< 0,01	< 0,10	2,60	0,65		< 0,01	< 0,01	0,24		4,30
FS	0,22	93,30		< 0,10	0,44	0,27			0,64	< 0,10		

ANNEXE B

Selon Pissarenko, Yakovlev et Matvéev (1979)

Schéma du contact	Coefficients de l'équation de l'ellipse de contact A	Coefficients de l'équation de l'ellipse de contact B	Dimensions de l'aire de contact	Contrainte maximale, σ_{max}	Rapprochement mutuel des corps en contact, d
Cylindres à axes parallèles 	–	$\frac{1}{2}\left(\frac{1}{R_1}+\frac{1}{R_2}\right)$	Mi-largeur de la bande de contact $b = 1{,}128 \times \sqrt{\frac{P}{l}\frac{R_1R_2}{R_1+R_2}\left(\frac{1-\mu_1^2}{E_1}+\frac{1-\mu_2^2}{E_2}\right)}$ Pour $b = 0{,}798 \times \sqrt{\frac{PR}{l}\left(\frac{1-\mu_1^2}{E_1}+\frac{1-\mu_2^2}{E_2}\right)}$ Si $E_1 = E_2 = E$ et $b = 1{,}522\sqrt{\frac{P}{lE}\frac{R_1R_2}{R_1+R_2}}$ Pour $b = 1{,}076\sqrt{\frac{PR}{lE}}$	$0{,}5642 \times \sqrt{\frac{\frac{R_1+R_2}{R_1R_2}}{\frac{1-\mu_1^2}{E_1}+\frac{1-\mu_2^2}{E_2}}}$ $R_1 = R_2 = R$ $0{,}798\sqrt{\frac{\frac{P}{lR}}{\frac{1-\mu_1^2}{E_1}+\frac{1-\mu_2^2}{E_2}}}$ $\mu_1 = \mu_2 = 0{,}3$, alors $0{,}418\sqrt{\frac{PE}{l}\frac{R_1+R_2}{R_1R_2}}$ $R_1 = R_2 = R$ $0{,}591\sqrt{\frac{PE}{lR}}$	$\frac{2P}{\pi l}\left[\frac{1-\mu_1^2}{E_1}\left(\ln\frac{2R_1}{b}+0{,}407\right)+\frac{1-\mu_2^2}{E_2}\left(\ln\frac{2R_2}{b}+0{,}407\right)\right]$ $\frac{2P}{\pi l}\left[\left(\ln\frac{2R}{b}+0{,}407\right)\times\left(\frac{1-\mu_1^2}{E_1}+\frac{1-\mu_2^2}{E_2}\right)\right]$ $0{,}5796\frac{P}{lE}\left(\ln\frac{4R_1R_2}{b^2}+0{,}814\right)$ $0{,}5796\frac{P}{lE}\left(\ln\frac{4R^2}{b^2}+0{,}814\right)$
Cylindre et cavité cylindrique à axes parallèles 	–	$\frac{1}{2}\left(\frac{1}{R_1}-\frac{1}{R_2}\right)$	Mi-largeur de la bande de contact $b = 1{,}128 \times \sqrt{\frac{P}{l}\frac{R_1R_2}{R_2-R_1}\left(\frac{1-\mu_1^2}{E_1}+\frac{1-\mu_2^2}{E_2}\right)}$ Si $E_1 = E_2 = E$ et $b = 1{,}522\sqrt{\frac{P}{lE}\frac{R_1R_2}{R_2-R}}$	$0{,}5642\sqrt{\frac{\frac{R_2-R_1}{R_1R_2}}{\frac{1-\mu_1^2}{E_1}+\frac{1-\mu_2^2}{E_2}}}$ $\mu_1 = \mu_2 = 0{,}3$, alors $0{,}418\sqrt{\frac{PE}{l}\frac{R_2-R_1}{R_1R_2}}$	$1{,}82\frac{P}{lE}(1-\ln b)$

Schéma du contact	Coefficients de l'équation de l'ellipse de contact A	Coefficients de l'équation de l'ellipse de contact B	Dimensions de l'aire de contact	Contrainte maximale, σ_{max}	Rapprochement mutuel des corps en contact, Δ
Cylindre et surface plane 	—	$\frac{1}{2R}$	Mi-largeur de la bande de contact $b = 1{,}131 \times \sqrt{\frac{PR}{l}\left(\frac{1-\mu_1^2}{E_1}+\frac{1-\mu_2^2}{E_2}\right)}$ Si $E_1 = E_2 = E$ et $b = 1{,}526\sqrt{\frac{PR}{lE}}$	$0{,}5642\sqrt{\frac{\frac{P}{lR}}{\frac{1-\mu_1^2}{E_1}+\frac{1-\mu_2^2}{E_2}}}$ $\mu_1 = \mu_2 = 0{,}3$, alors $0{,}418\sqrt{\frac{PE}{lR}}$	La diminution du diamètre du cylindre entre deux faces comprimant le cylindre, compte tenu des déformations de contact et générales $\Delta D = 1{,}159\frac{P}{lE}\left(0{,}41+\ln\frac{4R}{b}\right)$
Deux corps délimités par des surfaces courbes et contractant avant la déformation en un point			Grand demi-axe de l'ellipse $a = n_a\sqrt[3]{\frac{3}{2}\left(\frac{1-\mu_1^2}{E_1}+\frac{1-\mu_2^2}{E_2}\right)\frac{P}{\Sigma k}}$ Petit demi-axe de l'ellipse $b = n_b\sqrt[3]{\frac{3}{2}\left(\frac{1-\mu_1^2}{E_1}+\frac{1-\mu_2^2}{E_2}\right)\frac{P}{\Sigma k}}$ P — charge; E — module d'élasticité; μ — coefficient de Poisson; 1 et 2 — indices du premier et du second corps respectivement; Σk — somme des courbures principales des surfaces des corps en contact à l'endroit du contact initial	$n_P\frac{1}{\pi}\sqrt[3]{\frac{3}{2}\left(\frac{\Sigma k}{\frac{1-\mu_1^2}{E_1}+\frac{1-\mu_2^2}{E_2}}\right)^2 P}$ avec $n_P = \frac{1}{n_a n_b}$	$n_\Delta\frac{1}{2}\times\sqrt[3]{\frac{9}{4}\left(\frac{1-\mu_1^2}{E_1}+\frac{1-\mu_2^2}{E_2}\right)^2 P^2\Sigma k}$

ANNEXE C

Programme de régression des paramètres E_I, η_I, E_{II} et η_{II}

```
Sub Regression()
'
' Regression Macro
' Macro enregistrée le 2004-02-17 par Vincent Ébacher
'
' Touche de raccourci du clavier: Ctrl+q
'
'Diminution d'Incréments (Division)
D = 10
'
'Incréments Initiaux x D
incE1 = 10000
incE2 = 10000
incn1 = 10000000000
incn2 = 100000000
'
'Paramètres Initiaux
Parametre1 = 10000
ActiveCell.Offset(0, -4) = Parametre1
Parametre2 = 10000
ActiveCell.Offset(0, -3) = Parametre2
Parametre3 = 10000000000
ActiveCell.Offset(0, -2) = Parametre3
Parametre4 = 100000000
ActiveCell.Offset(0, -1) = Parametre4
'
'Itérations
Do
   If incE1 <> 1 Then
   incE1 = incE1 / D
   End If
   If incE2 <> 1 Then
   incE2 = incE2 / D
   End If
   If incn1 <> 1 Then
   incn1 = incn1 / D
   End If
   If incn2 <> 1 Then
   incn2 = incn2 / D
   End If
   Do
      ActiveCell.Offset(0, -4).Range("A1:D1").Select
      Selection.Copy
      ActiveCell.Offset(1, 0).Range("A1").Select
      Selection.PasteSpecial Paste:=xlValues, Operation:=xlNone, SkipBlanks:= _
```

```
    False, Transpose:=False
ActiveCell.Offset(-1, 4).Select

Parametre1 = Val(ActiveCell.Offset(0, -4))
    Do
        ActiveCell.Offset(0, 0).Select
        Selection.Copy
        ActiveCell.Offset(0, 2).Range("A1").Select
        Selection.PasteSpecial Paste:=xlValues, Operation:=xlNone, SkipBlanks:= _
            False, Transpose:=False
        ActiveCell.Offset(0, -2).Select
        ActiveCell.Offset(0, -4) = Parametre1 + incE1
        Parametre1 = Val(ActiveCell.Offset(0, -4))
        ActiveCell.Offset(0, 0).Select
    Loop Until ActiveCell.Offset(0, 2) < ActiveCell.Offset(0, 0)
    ActiveCell.Offset(0, -4) = Parametre1 - incE1
    Parametre1 = Val(ActiveCell.Offset(0, -4))
    Do
        ActiveCell.Offset(0, 0).Select
        Selection.Copy
        ActiveCell.Offset(0, 2).Range("A1").Select
        Selection.PasteSpecial Paste:=xlValues, Operation:=xlNone, SkipBlanks:= _
            False, Transpose:=False
        ActiveCell.Offset(0, -2).Select
        ActiveCell.Offset(0, -4) = Parametre1 - incE1
        Parametre1 = Val(ActiveCell.Offset(0, -4))
        ActiveCell.Offset(0, 0).Select
    Loop Until ActiveCell.Offset(0, 2) < ActiveCell.Offset(0, 0)
    ActiveCell.Offset(0, -4) = Parametre1 + incE1
    Parametre1 = Val(ActiveCell.Offset(0, -4))

Parametre2 = Val(ActiveCell.Offset(0, -3))
    Do
        ActiveCell.Offset(0, 0).Select
        Selection.Copy
        ActiveCell.Offset(0, 2).Range("A1").Select
        Selection.PasteSpecial Paste:=xlValues, Operation:=xlNone, SkipBlanks:= _
            False, Transpose:=False
        ActiveCell.Offset(0, -2).Select
        ActiveCell.Offset(0, -3) = Parametre2 + incE2
        Parametre2 = Val(ActiveCell.Offset(0, -3))
        ActiveCell.Offset(0, 0).Select
    Loop Until ActiveCell.Offset(0, 2) < ActiveCell.Offset(0, 0)
    ActiveCell.Offset(0, -3) = Parametre2 - incE2
    Parametre2 = Val(ActiveCell.Offset(0, -3))
    Do
        ActiveCell.Offset(0, 0).Select
        Selection.Copy
        ActiveCell.Offset(0, 2).Range("A1").Select
        Selection.PasteSpecial Paste:=xlValues, Operation:=xlNone, SkipBlanks:= _
            False, Transpose:=False
        ActiveCell.Offset(0, -2).Select
```

```
      ActiveCell.Offset(0, -3) = Parametre2 - incE2
      Parametre2 = Val(ActiveCell.Offset(0, -3))
      ActiveCell.Offset(0, 0).Select
    Loop Until ActiveCell.Offset(0, 2) < ActiveCell.Offset(0, 0)
    ActiveCell.Offset(0, -3) = Parametre2 + incE2
    Parametre2 = Val(ActiveCell.Offset(0, -3))

Parametre3 = Val(ActiveCell.Offset(0, -2))
    Do
      ActiveCell.Offset(0, 0).Select
      Selection.Copy
      ActiveCell.Offset(0, 2).Range("A1").Select
      Selection.PasteSpecial Paste:=xlValues, Operation:=xlNone, SkipBlanks:= _
        False, Transpose:=False
      ActiveCell.Offset(0, -2).Select
      ActiveCell.Offset(0, -2) = Parametre3 + incn1
      Parametre3 = Val(ActiveCell.Offset(0, -2))
      ActiveCell.Offset(0, 0).Select
    Loop Until ActiveCell.Offset(0, 2) < ActiveCell.Offset(0, 0)
    ActiveCell.Offset(0, -2) = Parametre3 - incn1
    Parametre3 = Val(ActiveCell.Offset(0, -2))
    Do
      ActiveCell.Offset(0, 0).Select
      Selection.Copy
      ActiveCell.Offset(0, 2).Range("A1").Select
      Selection.PasteSpecial Paste:=xlValues, Operation:=xlNone, SkipBlanks:= _
        False, Transpose:=False
      ActiveCell.Offset(0, -2).Select
      ActiveCell.Offset(0, -2) = Parametre3 - incn1
      Parametre3 = Val(ActiveCell.Offset(0, -2))
      ActiveCell.Offset(0, 0).Select
    Loop Until ActiveCell.Offset(0, 2) < ActiveCell.Offset(0, 0)
    ActiveCell.Offset(0, -2) = Parametre3 + incn1
    Parametre3 = Val(ActiveCell.Offset(0, -2))

Parametre4 = Val(ActiveCell.Offset(0, -1))
    Do
      ActiveCell.Offset(0, 0).Select
      Selection.Copy
      ActiveCell.Offset(0, 2).Range("A1").Select
      Selection.PasteSpecial Paste:=xlValues, Operation:=xlNone, SkipBlanks:= _
        False, Transpose:=False
      ActiveCell.Offset(0, -2).Select
      ActiveCell.Offset(0, -1) = Parametre4 + incn2
      Parametre4 = Val(ActiveCell.Offset(0, -1))
      ActiveCell.Offset(0, 0).Select
    Loop Until ActiveCell.Offset(0, 2) < ActiveCell.Offset(0, 0)
    ActiveCell.Offset(0, -1) = Parametre4 - incn2
    Parametre4 = Val(ActiveCell.Offset(0, -1))
    Do
      ActiveCell.Offset(0, 0).Select
      Selection.Copy
```

```
            ActiveCell.Offset(0, 2).Range("A1").Select
            Selection.PasteSpecial Paste:=xlValues, Operation:=xlNone, SkipBlanks:= _
              False, Transpose:=False
            ActiveCell.Offset(0, -2).Select
            ActiveCell.Offset(0, -1) = Parametre4 - incn2
            Parametre4 = Val(ActiveCell.Offset(0, -1))
            ActiveCell.Offset(0, 0).Select
        Loop Until ActiveCell.Offset(0, 2) < ActiveCell.Offset(0, 0)
        ActiveCell.Offset(0, -1) = Parametre4 + incn2
        Parametre4 = Val(ActiveCell.Offset(0, -1))

    Loop Until Val(ActiveCell.Offset(0, -4)) = Val(ActiveCell.Offset(1, -4)) And Val(ActiveCell.Offset(0,
-3)) = Val(ActiveCell.Offset(1, -3)) And Val(ActiveCell.Offset(0, -2)) = Val(ActiveCell.Offset(1, -2))
And Val(ActiveCell.Offset(0, -1)) = Val(ActiveCell.Offset(1, -1))

Loop Until incE1 = 1 And incE2 = 1 And incn1 = 1 And incn2 = 1

End Sub
```

ANNEXE D

Valeurs des paramètres régressés pour les essais de compression

Température de cuisson	Température de test	Vitesse de chargement	Charge au plateau	Éprouvettes	Paramètres régressés sans correction				Paramètres régressés avec correction			
					E_I	E_{II}	η_I	η_{II}	E_I	E_{II}	η_I	η_{II}
°C	°C	mm/min	N		GPa	GPa	$\times 10^5$ GPa·s	$\times 10^4$ GPa·s	GPa	GPa	$\times 10^5$ GPa·s	$\times 10^4$ GPa·s
815	815	3,0	3300	C1	21	58	1,8	2,5	29	58	1,9	2,7
				C2	5	32	1,2	1,1	7	32	1,2	1,1
				C3	7	32	1,4	1,1	10	33	1,4	1,2
				M	**11 ± 9**	**41 ± 15**	**1,5 ± 0,3**	**1,6 ± 0,8**	**15 ± 12**	**41 ± 15**	**1,5 ± 0,3**	**1,6 ± 0,9**
815	815	3,0	6600	C1	26	65	2,0	2,3	41	66	2,0	2,4
				C2	6	38	1,3	1,1	7	37	1,3	1,1
				C3	9	41	1,7	1,2	13	41	1,7	1,2
				M	**14 ± 11**	**48 ± 15**	**1,7 ± 0,3**	**1,5 ± 0,6**	**20 ± 18**	**48 ± 15**	**1,7 ± 0,4**	**1,6 ± 0,7**
815	815	3,0	13200	C1	35	84	3,1	2,7	47	85	3,1	2,8
				C2	8	64	1,9	2,0	9	64	1,9	2,0
				C3	13	59	2,1	1,9	16	58	2,0	1,8
				M	**19 ± 14**	**69 ± 14**	**2,3 ± 0,6**	**2,2 ± 0,4**	**24 ± 20**	**69 ± 14**	**2,3 ± 0,6**	**2,2 ± 0,5**

Valeurs des paramètres régressés pour les essais de compression (suite)

Température de cuisson	Température de test	Vitesse de chargement	Charge au plateau	Éprouvettes	Paramètres régressés sans correction				Paramètres régressés avec correction			
					E_I	E_{II}	η_I	η_{II}	E_I	E_{II}	η_I	η_{II}
°C	°C	mm/min	N		GPa	GPa	$\times 10^5$ GPa·s	$\times 10^4$ GPa·s	GPa	GPa	$\times 10^5$ GPa·s	$\times 10^4$ GPa·s
815	815	0,5	13200	C1	38	94	3,6	3,7	49	99	4,0	4,6
				C2	8	92	4,2	8,2	9	96	3,6	6,5
				C3	14	90	4,4	5,3	18	86	3,9	4,0
				M	**20 ± 16**	**92 ± 2**	**4,1 ± 0,3**	**5,7 ± 2,3**	**26 ± 21**	**94 ± 7**	**3,8 ± 0,2**	**5,0 ± 1,3**
815	750	3,0	13200	C1	61	414	40,9	16,4	101	430	44,4	19,0
				C2	9	NA	12,0	NA	11	NA	11,5	NA
				C3	35	NA	NA	NA	43	NA	NA	NA
				M	**35 ± 26**	**414**	**26,4 ± 20,5**	**16,4**	**51 ± 46**	**430**	**28,0 ± 23,3**	**19,0**
815	600	0,5	13200	C4	37	NA	NA	NA	55	NA	NA	NA
1200	815	3,0	13200	C5	34	NA	NA	NA	72	NA	NA	NA

ANNEXE E

Valeurs des paramètres régressés pour les essais de flexion

Produits	Température de test	Température de cuisson	Vitesse de chargement	Charge au plateau	Éprouvettes	Paramètres régressés			
						K_I	K_{II}	c_I	c_{II}
	°C	°C	mm/min	N		kN/mm	kN/mm	$\times 10^4$ kN·s/mm	$\times 10^3$ kN·s/mm
C-6070-3	815	815	0,5	500	F1	31	61	21,0	17,8
					F2	33	46	20,7	15,6
					F3	26	57	25,3	22,2
					Moyenne	**30 ± 4**	**54 ± 7**	**22,3 ± 2,6**	**18,5 ± 3,4**
		1200			F4	49	NA	NA	NA
C-7080-4	815	815	0,5	500	F5	37	152	81,7	47,0
					F6	28	87	41,4	22,3
					F7	26	61	34,9	20,6
					Moyenne	**31 ± 1**	**100 ± 47**	**52,7 ± 25,4**	**30,0 ± 14,7**
		1200			F8	36	NA	NA	NA

Valeurs des paramètres régressés pour les essais de flexion (suite)

Produits	Température de test	Température de cuisson	Vitesse de chargement	Charge au plateau	Éprouvettes	Paramètres régressés			
						K_I	K_{II}	c_I	c_{II}
	°C	°C	mm/min	N		kN/mm	kN/mm	$\times 10^4$ kN·s/mm	$\times 10^3$ kN·s/mm
C-8090-4	815	815	0,5	500	F9	27	38	8,2	16,4
					F10	27	35	7,8	14,5
					F11	28	35	9,1	13,4
					Moyenne	**27 ± 1**	**36 ± 2**	**8,4 ± 0,7**	**14,7 ± 1,5**
		1200			F12	52	NA	NA	NA
SF-4	815	815	0,5	350	F13	78	199	46,9	92,2
					F14	30	233	93,3	73,5
					F15	19	261	36,5	43,8
					Moyenne	**43 ± 31**	**231 ± 31**	**58,9 ± 30,3**	**69,8 ± 24,4**
		1200		175	F16	5	NA	NA	NA

Valeurs des paramètres régressés pour les essais de flexion (suite)

Produits	Température de test	Température de cuisson	Vitesse de chargement	Charge au plateau	Éprouvettes	Paramètres régressés			
						K_I	K_{II}	c_I	c_{II}
	°C	°C	mm/min	N		kN/mm	kN/mm	$\times 10^4$ kN·s/mm	$\times 10^3$ kN·s/mm
RC-6634-AFS	815	815	0,5	500	F17	20	26	7,7	8,2
					F18	20	22	6,5	8,8
					F19	14	15	2,8	4,6
					Moyenne	**18 ± 4**	**21 ± 5**	**5,7 ± 2,6**	**7,2 ± 2,2**
RC-6634-SFS	815	815	0,5	500	F20	45	NA	NA	NA
					F21	37	NA	NA	NA
					F22	36	NA	NA	NA
					Moyenne	**39 ± 5**	**NA**	**NA**	**NA**