

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

MISE EN VALEUR D'UNE NOUVELLE TECHNIQUE DE CARACTÉRISATION
DE LA RÉSISTANCE À L'ENDOMMAGEMENT DES RÉFRACTAIRES SOUMIS
À DES CONDITIONS DE VARIATION DE TEMPÉRATURE

LOBNA JERBI

DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES
(GÉNIE MÉTALLURGIQUE)

NOVEMBRE 2006



Library and
Archives Canada

Bibliothèque et
Archives Canada

Published Heritage
Branch

Direction du
Patrimoine de l'édition

395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file Votre référence

ISBN: 978-0-494-25551-3

Our file Notre référence

ISBN: 978-0-494-25551-3

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 protègent 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.

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

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

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 :

MISE EN VALEUR D'UNE NOUVELLE TECHNIQUE DE CARACTÉRISATION
DE LA RÉSISTANCE À L'ENDOMMAGEMENT DES RÉFRACTAIRES SOUMIS
À DES CONDITIONS DE VARIATION DE TEMPÉRATURE

présenté par : Lobna Jerbi

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées a été dûment
accepté par le jury d'examen constitué de :

M. BOUAANANI Najib, Ph.D., président

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

M. TURENNE Sylvain, Ph.D., membre et codirecteur de recherche

M. PETTIGREW Michel, Post.grad.dipl., membre

DÉDICACE

Je dédie ce mémoire à ma famille et en particulier :

À la mémoire de ma mère Béhija et de mon père Hassen

À mon cher époux Kais

À mon frère Mohamed et son fils Hassouna

À ma sœur Kaouther et son fils Mokhtar

À ma sœur Eya et sa fille Molka

Et à tous ceux qui me sont chers.

REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé à l'École Polytechnique de Montréal, au sein du groupe Céramiques Industrielles et Réfractaires de l'École Polytechnique (C.I.R.E.P.), en première partie, puis au laboratoire privé Céramiques industrielles et Réfractaires (C.I.R.), en deuxième partie, sous la direction du professeur Claude ALLAIRE.

Je voudrais d'abord remercier le professeur Claude ALLAIRE d'avoir accepté de diriger ce travail. Ses conseils judicieux, sa compétence scientifique, sa grande disponibilité ainsi que son efficacité ont constitué une aide inestimable pour la réalisation de ce travail. Par ses qualités humaines faites de confiance, de respect, de patience et d'équité, monsieur Allaire a été un directeur de recherche hors pair.

J'aimerais remercier aussi le professeur Sylvain TURENNE d'avoir accepté de codiriger ce travail.

Je remercie également l'assistant de recherche Roger PELLETIER pour l'encadrement scientifique qu'il m'a prodigué tout au long de ce travail et pour ses précieux conseils au cours des nombreuses discussions que nous avons eues.

Mes sincères remerciements au professeur Najib BOUAANANI d'avoir accepté de présider le jury de ce mémoire, ainsi qu'au professeur Michel PETTIGREW d'avoir accepté d'être membre de ce jury.

Je tiens à remercier aussi l'assistant de recherche Saied AFSHAR et M. Jonathan ALLAIRE qui ont été toujours prêts à donner un coup de main, ainsi que M. Alain Carbonneau pour son aide incontournable au laboratoire.

RÉSUMÉ

Même si la résistance aux chocs thermiques des réfractaires ainsi que les mécanismes de dégradation par fatigue thermique soient des phénomènes relativement bien connus à l'heure actuelle, les résultats des études sont souvent non reproductibles, ils varient avec le type de matériau, la forme des pièces étudiées, et surtout avec la technique utilisée.

L'étude de la performance des techniques utilisées pour la caractérisation de l'endommagement par fatigue thermique s'avère donc indispensable.

Ce travail est donc une mise en valeur d'une nouvelle technique de caractérisation de la résistance à l'endommagement des réfractaires soumis à des conditions de changement de température.

Cette nouvelle technique sert à mesurer les propriétés élastiques des bétons réfractaires d'une façon indirecte, et ceci, en mesurant la fréquence de résonance du matériau après lui avoir donné une impulsion mécanique. Elle utilise pratiquement le même principe que celle de la technique du "grindo-sonic", sauf qu'elle est plus sophistiquée.

Le travail consiste donc à faire subir à un ensemble d'échantillons des tests de choc thermique, au laboratoire, et à mesurer leur rigidité résiduelle au moyen des deux méthodes acoustiques : la méthode de résonance (la nouvelle) et la méthode de propagation (la traditionnelle), puis à comparer les résultats obtenus par les deux méthodes et à conclure de la performance de chacune.

Les résultats ont montré que la méthode de propagation tend à sous estimer le niveau d'endommagement dans les matériaux et qu'elle ne nous renseigne pas exactement sur l'ampleur des dommages provoqués par fatigue thermique.

D'autre part, la comparaison des classements obtenus à partir des paramètres mesurés par les deux méthodes présentent d'importantes différences. En effet, les résultats obtenus à partir du paramètre de résistance à la propagation quasi-statique des fissures longues (soit le paramètre caractéristique des bétons testés dans ce travail) sont en accord avec les résultats obtenus par résonance contrairement à ceux obtenus par propagation.

C'est donc la méthode de résonance qui semble être la plus efficace pour la caractérisation de la résistance à l'endommagement par fatigue thermique des matériaux réfractaires.

ABSTRACT

Even if the refractories thermal shock resistance and the thermal fatigue degradation mechanisms are well known phenomena, the studies results are often not reproducible. They change with material type, sample form and particularly with technique used.

The study of the techniques performance of the thermal fatigue damage characterisation is consequently essential.

This work is an assessment of a new damage resistance characterisation technique of refractories subjected to temperature change conditions.

This new technique is used to measure, indirectly, the elastic properties of refractories castables by measuring the resonance frequency of material which has received a mechanical pulse. It uses practically the same principle as the one used by the "grindo-sonic" technique, except that it is more sophisticated.

The work consists in subjecting a set of samples to thermal shock tests, in laboratory, and in measuring their residual stiffness with two acoustic methods: the resonance one (the new) and the propagation one (the traditional), then in comparing the two methods obtained results, and finally in concluding of the performance of each.

The results of this study showed that the propagation method tends to under estimate the thermal fatigue damage level in the materials.

In the other hand, the comparison of the rankings obtained from the two methods measured parameters present important differences. In fact, the results

obtained from the quasi-static long cracks propagation resistance parameter (which is the characteristic parameter of the castables tested in this study) are in agreement with the results obtained by resonance, contrary to those obtained by propagation.

In conclusion, it is the resonance method which seems to be the more efficient to the thermal fatigue damage resistance characterisation of the refractories materials.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE.....	iv
REMERCIEMENTS.....	v
RÉSUMÉ.....	vi
ABSTRACRT.....	vii
TABLE DES MATIÈRES.....	x
LISTE DES TABLEAUX.....	xiv
LISTE DES FIGURES.....	xv
LISTE DES SIGLES ET DES ABRÉVIATIONS.....	xvii
INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE 1 – REVUE BIBLIOGRAPHIQUE.....	5
1.1 INTRODUCTION.....	5
1.2 MATÉRIAUX RÉFRACTAIRES.....	7
1.2.1 Constitution des matériaux réfractaires.....	7
<i>1.2.1.1 Classification.....</i>	<i>8</i>
<i>1.2.1.2 Modes de liaison.....</i>	<i>9</i>
<i>1.2.1.3 Matières premières.....</i>	<i>10</i>
<i>1.2.1.4 Élaboration.....</i>	<i>10</i>
<i>1.2.1.5 Frittage.....</i>	<i>10</i>
1.2.2 Propriétés des matériaux réfractaires.....	12
1.2.3 Performance des matériaux réfractaires.....	12

1.2.4 Relation entre la constitution, les propriétés et les performances.	12
1.3 ÉLEMENTS DE LA THÉORIE DU CHOC THERMIQUE.....	13
1.3.1 Principe du choc thermique	14
1.3.2 L'approche thermoélastique.....	15
1.3.2.1 Coefficient de transfert de chaleur (h) infini.....	15
1.3.2.2 Coefficient de transfert de chaleur faible.....	16
1.3.2.3 Taux de changement de température constant.....	19
1.3.3 L'analyse énergétique.....	19
1.3.4 Le point de vue mécanistique.....	22
1.3.5 Discussion.....	26
1.4 NOTION DE L'ÉNERGIE DE RUPTURE.....	27
1.4.1 Énergie de surface et énergie de rupture.....	27
1.4.2 Méthodes de mesure de la ténacité et de l'énergie de rupture.....	29
1.5 MÉTHODES DE CARACTÉRISATION DE L'ENDOMMAGEMENT....	32
1.5.1 Les méthodes destructives.....	32
1.5.2 Les méthodes non destructives.....	33
1.5.2.1 La méthode de propagation.....	33
1.5.2.2 La méthode de résonance.....	34
CHAPITRE 2 – PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES.....	39
2.1 INTRODUCTION.....	39
2.2 MATÉRIAUX UTILISÉS.....	39
2.2.1 Préparation des éprouvettes.....	39

2.3 TEST DE CHOC THERMIQUE.....	41
2.4 MESURE DE LA RIGIDITÉ RÉSIDUELLE.....	42
2.4.1 La méthode de propagation.....	43
2.4.2 La méthode de résonance.....	43
2.5 MESURE DU MODULE DE RUPTURE.....	43
2.6 MESURE DU COEFFICIENT DE DILATATION THERMIQUE.....	44
2.7 MESURE DE L'ÉNERGIE DE RUPTURE.....	46
2.8 PARAMÈTRES CALCULÉS.....	47
CHAPITRE 3 – RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX.....	48
3.1 INTRODUCTION.....	48
3.2 GRANDEURS MESURÉES.....	49
3.2.1 Comparaison des matériaux avant fatigue thermique.....	50
3.3 COMPARAISON DES DEUX MÉTHODES DE MESURE DES PROPRIÉTÉS ÉLASTIQUES.....	56
3.4 CLASSEMENT DES MATÉRIAUX TESTÉS.....	59
3.4.1 Classement par rapport aux paramètres mesurés.....	59
3.4.2 Classement par rapport aux modules de rupture.....	63
3.5 CLASSEMENT PAR RAPPORT AUX PARAMÈTRES CALCULÉS.....	64

3.6 DISCUSSION.....	67
CONCLUSION GÉNÉRALE.....	69
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	72

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Matériaux utilisés pour cette étude.....	40
Tableau 2 : Grandeurs mesurées des matériaux à l'état initial	49
Tableau 3 : Paramètres de résistance au choc thermique des sept matériaux.....	50
Tableau 4 : Classement par rapport à $N_{1/2}$	60
Tableau 5 : Classement par rapport à $N_{1/4}$	61
Tableau 6 : Classement par rapport à E_5/E_0	61
Tableau 7 : Classement par rapport à E_{35}/E_0	62
Tableau 8 : Classement à partir du module de rupture résiduel relatif.....	63
Tableau 9 : Classement par rapport à R'''	65
Tableau 10 : Classement par rapport à R''''	65
Tableau 11 : Classement par rapport à R_{st}	66
Tableau 12 : Représentation qualitative de l'influence mutuelle de quelques propriétés des réfractaires.....	68

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Processus de frittage.....	11
Figure 2 : Variation de ψ en fonction du temps.....	17
Figure 3 : Variation de $1/\psi$ en fonction du temps.....	17
Figure 4 : État des conditions critiques de propagation des fissures en fonction de leur longueur.....	23
Figure 5 : Schéma des éprouvettes de type à entaille droite et de type à chevron.....	31
Figure 6 : Schéma du dispositif expérimental pour la mesure des propriétés élastiques.....	34
Figure 7 : Organigramme suivi pour le calcul des propriétés élastiques.....	37
Figure 8: Emplacements des supports, des points d'impact et des micros pour les trois modes de vibration d'une éprouvette.....	38
Figure 9: Schéma de coupe des éprouvettes.....	40
Figure 10 : Montage de fatigue thermique CIREP.....	41
Figure 11 : Configuration de l'essai de flexion en quatre points.....	44
Figure 12 : Schéma du dilatomètre.....	45
Figure 13 : Schéma d'une éprouvette entaillée en chevron	46
Figure 14 : Module de rupture des sept matériaux à l'état initial.....	52
Figure 15 : Module d'élasticité des sept matériaux avant chocs thermiques.....	53
Figure 16 : Coefficient de dilatation thermique des sept matériaux.....	54

Figure 17 : Énergie de rupture des sept matériaux.....	55
Figure 18: Évolution de la rigidité relative résiduelle en fonction de N pour différents ΔT	58

LISTE DES SIGLES ET DES ABRÉVIATIONS

Δl :	allongement
l :	longueur
T :	température
t :	temps
ΔT :	gradient de température imposé
ΔT_c :	gradient de température critique
α :	coefficient de dilatation thermique
E :	module d'élasticité (module d'Young)
ν :	coefficient de Poisson
$f(\nu)$:	fonction du coefficient de Poisson
β :	nombre de Biot
r :	dimension caractéristique de l'échantillon
k :	coefficient de conductibilité thermique
h :	coefficient de transfert de chaleur
Ψ :	facteur de réduction de contrainte
ϕ :	taux de changement de température
$\phi_{\max}$:	taux maximal de changement de température avant la rupture
a :	diffusivité thermique du matériau
N_f :	nombre de fissure
A :	surface
γ :	énergie de surface
U :	énergie
γ_{wof} :	énergie de rupture
W_{wof} :	travail dépensé pour la rupture
γ_{eff} :	énergie de surface effective

γ_r :	énergie de surface due aux interactions avec la microstructure
γ_r :	énergie de surface effective déterminée par le test "notch beam test"
K_I :	facteur d'intensité de contrainte
K_{Ic} :	facteur critique d'intensité de contrainte
ρ :	densité
V :	vitesse du signal
N :	nombre de cycle de choc thermique
m :	masse de l'éprouvette (mm)
b :	largeur de l'éprouvette (mm)
ℓ :	longueur de l'éprouvette (mm)
e :	épaisseur de l'éprouvette (mm)
f_f :	fréquence de résonance de l'éprouvette en flexion (Hz)
G :	module de cisaillement (Pa)
f_t :	fréquence de résonance de l'éprouvette en torsion (Hz)
F :	la force appliquée à la rupture
L :	la distance qui sépare les supports
E_5/E_0 :	rigidité résiduelle relative après le 5 ^{ème} cycle
E_{35}/E_0 :	rigidité résiduelle relative après le 35 ^{ème} cycle
σ_{35}/σ_0 :	module de rupture résiduel relatif après le 35 ^{ème} cycle
$N_{1/2}$:	nombre de cycles nécessaires pour atteindre $E/E_0 = 1/2$
$N_{1/4}$:	nombre de cycles nécessaires pour atteindre $E/E_0 = 1/4$
$E_{//}$:	module d'Young en flexion parallèle
$E_{\perp}$:	module d'Young en flexion perpendiculaire
σ_0 :	contrainte à la rupture (ou module de rupture) originelle
σ_r :	contrainte à la rupture résiduelle après choc thermique
ϵ :	allongement relatif

INTRODUCTION

Les matériaux réfractaires sont spécifiques en tant que matériaux de confinement, des matériaux hétéropolaires évolutifs et des matériaux industriels variés, leur définition étant basée principalement sur leur résistance pyroscopique.

Les matériaux réfractaires sont employés pour le confinement de la chaleur ou de la matière. Dans le premier cas, le rôle des réfractaires est d'agir à titre d'isolant thermique, ils doivent ainsi pouvoir résister à des phénomènes de combustion et d'échange thermique dans un domaine de température compris entre 400 et 1700°C. Les propriétés des réfractaires dans un tel cas sont la température de fusion, la réfractarité, la conductibilité thermique ainsi que la diffusivité thermique. Dans le cas de confinement de matière, le rôle des réfractaires est d'agir à titre d'isolants chimiques, dans un tel cas, ils jouent le rôle d'un creuset dont les caractéristiques chimiques d'inertie deviennent très importantes.

Les matériaux réfractaires constituent l'élément majeur des industries lourdes, comme celles du fer, de l'acier et de l'aluminium. Cette dernière est celle qui nous intéresse dans le cadre de ce travail.

La tenue des matériaux réfractaires est une préoccupation constante tant des producteurs que des utilisateurs de ces matériaux. Utilisés comme revêtement des fours, ces derniers sont exposés à des conditions de service très sévères. Plusieurs mécanismes de dégradation (chocs thermiques, chocs mécaniques, corrosion, abrasion...) contribuent à leur détérioration. L'étude de ces phénomènes de dégradation est donc essentielle, aussi bien pour améliorer que pour prédire la durée de vie de ces matériaux.

Les conditions d'utilisation font des chocs thermiques un mécanisme de dégradation très important. En effet, la température d'utilisation étant très élevée, les fluctuations de température sont fréquentes et peuvent être importantes. Ainsi, plusieurs chercheurs ont étudié ce phénomène afin de déterminer la valeur de la variation de température critique qui permet la propagation des fissures.

Cependant, l'endommagement peut être provoqué par la succession de chocs thermiques plus mous. C'est ainsi que d'autres travaux [1] ont montré que même pour des températures inférieures à cette valeur critique, il y a propagation, sous-critique cette fois, des fissures.

L'accumulation de dommages élémentaires ainsi générés conduit à terme à une dégradation importante : c'est la fatigue thermique.

Les matériaux réfractaires sont généralement caractérisés par leurs propriétés chimiques, thermiques et mécaniques. De plus, il est primordial de connaître leurs propriétés à la température d'utilisation.

Les propriétés des bétons réfractaires suivis au cours de ce travail sont celles qui permettent la caractérisation de l'endommagement subi par fatigue thermique soient :

- La contrainte à la rupture (module de rupture), et c'est la propriété mécanique la plus caractérisée chez les réfractairistes. Cette grandeur est généralement déterminée par la rupture d'une éprouvette parallélépipédique lors d'un essai de flexion en trois ou quatre points;
- Le module d'élasticité est une autre grandeur mécanique largement utilisée. Différentes méthodes permettent d'accéder à cette grandeur : des méthodes dites "statiques", par chargement mécanique, et des méthodes dites "dynamiques", par mesure de vitesse de propagation d'ondes ultrasonores (V-meter) ou encore par résonance (grindo-sonic).

Même si la résistance aux chocs thermiques des réfractaires ainsi que les mécanismes de dégradation par fatigue thermique soient des phénomènes relativement bien connus à l'heure actuelle, les techniques de mesures des propriétés caractérisant l'endommagement au sein des bétons réfractaires restent encore non convaincantes, d'où la nécessité d'améliorer ces techniques.

Ce travail sera donc une mise en valeur d'une nouvelle technique de caractérisation de la résistance à l'endommagement des réfractaires soumis à des conditions de changement de température.

Cette nouvelle technique sert à mesurer les propriétés élastiques des bétons réfractaires d'une façon indirecte, et ceci, en mesurant la fréquence de résonance du matériau après lui avoir donné une impulsion mécanique. Elle utilise pratiquement le même principe que celle de la technique du "grindo-sonic", sauf qu'elle est plus sophistiquée.

Au cours de ce travail, nous allons évaluer cette technique en la comparant avec la méthode du V-meter, qui est la méthode la plus couramment utilisée.

Ce travail sera présenté selon trois chapitres:

- Le premier chapitre sera une revue bibliographique sur les matériaux réfractaires en première partie, sur le phénomène de choc thermique en deuxième partie, et sur la notion de l'énergie de rupture en troisième partie. Ces trois parties nous seront utiles afin de mieux comprendre les spécificités des matériaux réfractaires au niveau de leurs propriétés thermomécaniques ainsi que les mécanismes d'endommagement des réfractaires par fatigue thermique. La quatrième partie de ce chapitre traitera des méthodes de caractérisation de la résistance à l'endommagement des matériaux réfractaires.

- Le deuxième chapitre de ce mémoire est une présentation des différents techniques et procédures expérimentales utilisées dans ce travail avec une description des bétons réfractaires testés du point de vue de leurs types, leur composition minéralogique et de leur préparation.
- Le troisième chapitre, quant à lui portera sur les résultats expérimentaux de la comparaison faite entre la nouvelle technique de caractérisation de la résistance à l'endommagement des réfractaires soumis à des conditions de changement de température avec une technique traditionnelle de caractérisation de la résistance aux chocs thermiques ainsi que les conclusions tirées à partir de ces résultats.

Et enfin, ce mémoire sera terminé par une conclusion générale qui rassemblera les conclusions tirées lors de ce travail.

CHAPITRE 1 - REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

1.1 INTRODUCTION

Les matériaux réfractaires utilisés dans l'industrie métallurgique sont en général sujets à une dégradation assez importante en raison de divers types de sollicitations thermomécaniques, en particulier l'abrasion, les chocs thermiques, ainsi que les impacts mécaniques en cours d'utilisation. Ces facteurs de dégradation thermomécanique s'ajoutent aux problèmes de dégradation engendrés par la corrosion des réfractaires par le métal liquide et l'écume.

L'application visée par cette étude est l'industrie de l'aluminium. La production d'aluminium primaire se fait par électrolyse de l'alumine, dans des cuves spécialement conçues à cet effet. L'aluminium primaire ainsi produit est ensuite transféré dans des fours de maintien, où ont lieu les opérations de préparation d'alliages. L'aluminium secondaire, quant à lui, est celui que l'on obtient par fusion soit de lingots, soit de produits usagés. Cette fusion a lieu également dans des fours spécialement conçus à cet effet. Les fours de maintien et de refonte sont en général du type désigné "fours réverbères". Ces fours consistent en une sole étendue sur laquelle repose une relativement faible profondeur de métal liquide. La charge est chauffée par un brûleur, en général à gaz, placé au-dessus du bain. Le brûleur est en général dirigé vers le plafond, et c'est ce dernier qui accumule la chaleur et la renvoie vers la charge, d'où l'appellation réverbère. Le chargement de ces fours se fait en général par des portes latérales ou par le haut, sauf pour les produits minces facilement oxydables, telles que les tôles de canettes, pour lesquelles des puits spéciaux sont aménagés pour permettre une fusion à basse température. La contribution des fours de maintien est assez similaire à celle des fours de refonte, à l'exception du fait que ces derniers doivent résister à des températures plus élevées, en raison de l'apport énergétique nécessaire à la fusion.

Les matériaux réfractaires utilisés pour ces fours sont de plusieurs types. Pour les parties en contact avec le métal, la pratique courante est d'utiliser des briques à liaisons phosphates contenant environ 85% d'alumine [2]. Ces briques sont cependant de plus en plus remplacées par des bétons à faible teneur en ciment. Autour des zones plus sévèrement sollicitées, comme c'est le cas pour les aires de chargement, des produits à haute résistance, tels que des bétons de carbure de silicium, sont utilisés.

Les fours de maintien et de refonte subissent en cours de service un endommagement rapide en raison de nombreux facteurs. Tout d'abord, la présence de larges ouvertures de chargement et l'utilisation de brûleurs à gaz fonctionnant de manière intermittente causent d'importants chocs thermiques. Le chargement de lingots de taille importante et l'utilisation d'instruments d'enlèvement mécanique de l'écume à la surface des fours causent, quant à eux, des impacts mécaniques tout aussi préjudiciables à la longévité du revêtement réfractaire [3]. Les fours de maintien et de refonte sont également sujets au problème de la croissance de corindon à la ligne de métal [4]. Ces dépôts de corindon extrêmement durs doivent être arrachés par des moyens mécaniques, ce qui cause souvent un endommagement important du revêtement réfractaire.

L'étude présente s'intéresse principalement à l'endommagement subi par choc thermique.

Dans le but de mieux comprendre le phénomène de choc thermique et de pouvoir juger de la performance des deux méthodes utilisées pour l'évaluation de l'endommagement des matériaux réfractaires par fatigue thermique, ce premier chapitre présentera en première partie un aperçu sur les matériaux réfractaires, et en deuxième partie les diverses approches du phénomène de choc thermique et de quelles façons les propriétés du matériau sont reliées entre elles pour exprimer une résistance. Ceci mettra

en relief les exigences contradictoires d'une résistance à l'initiation d'une fissure par rapport à une résistance au dommage ou à la propagation de ces fissures. Dans ce dernier cas, une propriété du matériau joue un rôle important : il s'agit de l'énergie de rupture, qui sera le sujet de la troisième partie de ce chapitre. La quatrième partie quant à elle, portera sur les méthodes de caractérisation de l'endommagement utilisées au cours de ce travail.

1.2 MATÉRIAUX RÉFRACTAIRES

1.2.1 Constitution des matériaux réfractaires

Les matériaux réfractaires forment un sous groupe des céramiques. Il s'agit de matériaux pouvant résister aux hautes températures donc ayant une température de fusion élevée. Ce dernier critère n'est cependant pas retenu comme définition des matériaux réfractaires. En fait, étant donné leur grande hétérogénéité, certains de leurs constituants peuvent fondre en dessous de la température de fusion de l'ensemble du matériau. Quand la proportion des phases liquides est suffisamment élevée, le matériau s'affaisse. Pour éviter que cela ne se produise en service, les matériaux réfractaires doivent avoir une température d'affaissement (ou une résistance pyroscopique) suffisamment élevée.

Par définition, et selon la norme ISO, un réfractaire, matière réfractaire ou produit réfractaire est constitué de matière et produit non métallique (mais n'excluant pas ceux contenant un constituant métallique) dont la résistance pyroscopique est supérieure à 1500°C [5]. Cette définition regroupe une grande variété de produits, ce qui a amené à classer ces derniers en différents sous-groupes.

1.2.1.1 Classification

Différents critères de classification des produits réfractaires sont disponibles, on distingue ainsi, les produits façonnés des non façonnés, les matériaux cuits des non cuits, les matériaux denses des matériaux isolants.

Dans le cas des matériaux façonnés, les briques sont pressées et cuites par le fabricant et livrées prêtes à l'utilisation. Dans le deuxième cas, soient les matériaux non façonnés, et parmi une gamme de produits largement répandue, on trouve les bétons, l'objet de cette étude. Ces derniers sont livrés sous forme de matière pulvérulente que l'utilisateur doit couler, après gâchage, et mettre en forme. Malgré l'intérêt évident des bétons, les briques ont longtemps dominé le marché en raison de leurs meilleures propriétés. Cependant, la tendance commence à s'inverser notamment avec les bétons à faible teneur en ciment. Cette basse teneur rend les bétons moins poreux et leur confère des propriétés plus intéressantes.

Ces deux catégories de matériaux réfractaires, soient les façonnés et les non façonnés, peuvent être vendus cuits ou non cuits. La cuisson a pour but d'établir des liaisons au sein du matériau. Dépendant de la nature des liens désirée, cette cuisson peut être faite entre 150 et 1700°C. Cela est une question de technologie visant l'obtention d'une cohésion au sein du matériau à température ambiante ou à température élevée.

La distinction entre un réfractaire dense et un réfractaire isolant est une question de porosité, cette dernière pouvant être ouverte ou fermée, et en quantité bien supérieure dans le cas des matériaux isolants. Les réfractaires denses font intervenir de 1 à 5 % de porosité, alors que les réfractaires industriels font intervenir de 15 à 30 % de porosité. Dans le cas des réfractaires isolants, la porosité varie de 45 à 65%.

Un autre important critère de distinction des réfractaires est bien sûr la composition chimique. Trois catégories sont à distinguer selon ce critère; les alumine-silice, les réfractaires basiques et les produits spéciaux. Comme leur nom l'indique, la première catégorie renferme les produits à base d'alumine et de silice. Les produits basiques sont constitués essentiellement par des composés comme la magnésie, la chromite... Les produits spéciaux renferment les produits autres que ceux répertoriés dans les groupes précédents.

Malgré toutes ces classifications, les matériaux réfractaires présentent des points communs. Il s'agit, dans tous les cas, de matériaux fortement hétérogènes, contenant un mélange d'aggrégats, de matière appelée matrice et de pores. La taille des aggrégats est régie par une distribution granulométrique faisant intervenir des grosses, moyennes et fines particules [6]. Ce sont des cristaux, généralement des oxydes, mais pouvant être des nitrures ou des carbures. Ils forment la majeure partie du réfractaire. La matrice est constituée de matériaux qui servent de liant entre les grains avant la cuisson. La température de fusion de la matrice étant plus faible, cette partie peut former une phase vitreuse. Au cours de la cuisson, il se forme des pores après évaporation de l'eau. Cependant, si la température continue d'augmenter, les grains vont se souder. C'est le phénomène de frittage qui conduit à une augmentation de la densité.

1.2.1.2 Modes de liaison

On distingue plusieurs types de liaisons dans les matériaux réfractaires. Ainsi, on peut citer les liaisons hydrauliques, chimiques (minérales ou organiques) et céramiques. Les liants hydrauliques sont utilisés pour des pièces préfabriquées et pour des bétons réfractaires. Il s'agit de mélanges d'aluminate de calcium appartenant à la famille des ciments hydrauliques. Les liants chimiques (minéraux ou organiques) vont assurer la liaison à froid ou à température moyenne. Enfin, les liens céramiques sont les plus caractéristiques de ce type de matériaux. La liaison céramique est obtenue par le

maintien à haute température [5]. Ce maintien à température élevée, pendant ou avant l'utilisation, est responsable non seulement des liaisons céramiques mais aussi de la transformation des phases qui constituent le réfractaire.

1.2.1.3 Matières premières

Les matières premières sont très diversifiées. Il peut s'agir de produits naturels (argiles, andalousite...) ou synthétiques (mullite, corindon...). Aux agrégats, doivent être ajoutés des additifs qui constituent des liants, plastifiants et autres.

1.2.1.4 Élaboration

L'élaboration se fait en différentes étapes. On peut distinguer la préparation de la matière de la cuisson. Ainsi des procédures différentes, suivant les cas (façonnés et non-façonnés par exemple), vont être exécutées dans la première étape. On pourrait citer le concassage, la répartition granulométrique, l'ajout d'additifs, le pressage... suivra, bien entendu, la cuisson. Le contrôle de cette dernière est extrêmement important car beaucoup de propriétés vont en découler. Non seulement la température mais aussi la durée ainsi que les cycles de montée et de descente ont leur influence sur la structure du produit final.

1.2.1.5 Frittage

Le frittage est une opération qui permet à un ensemble de particules de poudre de se transformer en un matériau cohérent sous l'influence d'une élévation de la température [5]. Le frittage s'effectue par le transport de matière en phase vapeur, solide ou par écoulement visqueux, qui entraîne la variation de la géométrie et/ou de la taille des pores, comme le montre la figure1, ce qui conduit à une plus grande densité. Cette densification peut être quantifiée par une loi du retrait. Cette loi montre que le

retrait dépend entre autre de la température, T , par l'intermédiaire d'une fonction F et du temps, t , conformément à l'équation suivante [5] :

$$\Delta l/l = AF(T)^{2/n} t^{2/n} \quad (1.1)$$

A et n sont des constantes

La nature des matériaux réfractaires va dépendre de leur composition chimique et minéralogique, de la taille et de la répartition des grains et des phases minéralogiques, de la proportion, la répartition et la connexion des pores et des fissures et du degré de frittage. Cette constitution et cette microstructure vont influencer leurs propriétés et leurs performances. Ainsi, pour prédire ou améliorer les performances, il faut pouvoir connaître et modifier ces différents paramètres.

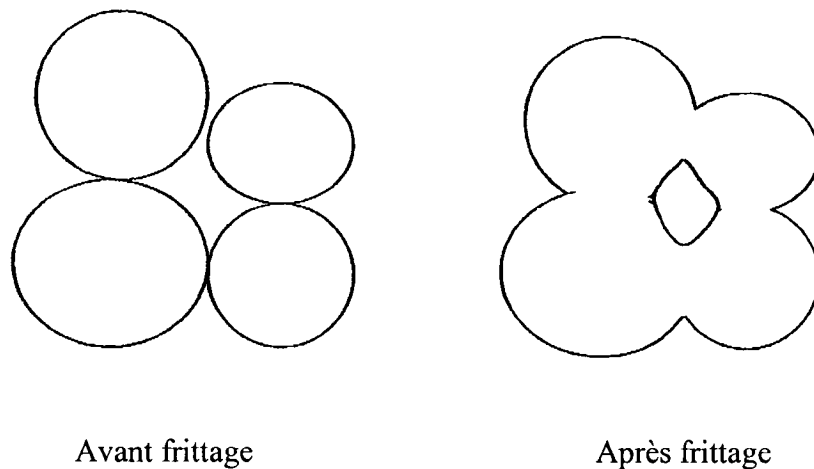


Figure 1 : Processus de frittage

1.2.2 Propriétés des matériaux réfractaires

Les propriétés les plus importantes de matériaux réfractaires sont les propriétés thermiques, mécaniques ou chimiques.

Les propriétés thermiques sont la conductibilité et l'expansion thermique. Grâce à leur porosité, les réfractaires conduisent faiblement la chaleur. Cette propriété est essentielle pour des matériaux dont l'un des rôles est de confiner la chaleur. Ils ont aussi un faible coefficient d'expansion thermique ce qui est intéressant pour résister aux sollicitations thermiques. Ils ont un module d'Young élevé mais ils présentent une résistance à la rupture plutôt faible. En effet, la porosité et les défauts les rendent fragiles. Comme ces matériaux sont formés essentiellement d'oxydes, ils présentent une stabilité chimique élevée, ce qui les aide à remplir un autre rôle, soit celui du confinement de la matière.

1.2.3 Performances des matériaux réfractaires

Concernant les sollicitations thermiques, ces matériaux ont une réfractarité et une résistance aux chocs thermiques élevées. La porosité joue un rôle essentiel dans cette résistance mais compromet par la même occasion leurs performances face aux différentes sollicitations mécaniques. Malgré leur grande stabilité chimique, ces matériaux sont corrodés en service. Cette corrosion peut être due à l'oxydation de l'aluminium par des oxydes moins stables que l'alumine. Cette réaction sera donc d'autant plus facilitée par la présence d'oxydes moins stables que l'alumine dans le réfractaire.

1.2.4 Relation entre la constitution, les propriétés et les performances

Les propriétés des matériaux réfractaires sont une conséquence de leur constitution. Il est parfaitement clair que la richesse en alumine plutôt qu'en silice, par

exemple, ne conduira pas aux mêmes propriétés. À partir d'une composition chimique donnée et des traitements subis, le matériau va avoir une composition minéralogique et une microstructure données. Suivant la nature des phases en présence, leur répartition et le degré de porosité vont affecter les propriétés du réfractaire.

Les performances des réfractaires dépendent de leurs propriétés. Ainsi, ce sont les propriétés thermiques (conductivité, expansion thermique) mécaniques (rigidité, ténacité...) qui vont influencer la résistance aux différentes sollicitations mécaniques.

Et enfin, ce sont les propriétés physiques (densité, mouillabilité...) et chimiques qui vont déterminer la résistance à la corrosion.

1.3 ÉLEMENT DE LA THÉORIE DU CHOC THERMIQUE

Les réfractaires utilisés dans les procédés métallurgiques sont soumis à des conditions d'utilisation souvent très sévères. Les principaux mécanismes d'usure se résument à la corrosion, l'érosion et le choc thermique. Ces processus agissent souvent simultanément dans la dégradation des réfractaires.

Le phénomène de choc thermique se distingue des autres mécanismes de dégradation par le fait qu'il s'agit d'un processus à caractère discontinu, par opposition aux autres mécanismes qui agissent de façon continue et qui ont donc des effets prévisibles.

L'action répétitive du choc thermique donne lieu au phénomène de la fatigue thermique.

Les théories qui servent à décrire le comportement des matériaux soumis à des chocs thermiques, permettent de faire ressortir l'importance de diverses propriétés d'un solide quant à son aptitude à résister aux variations de température dans des conditions environnementales données et ceci par le biais de différents paramètres caractéristiques du matériaux.

En fait, il existe deux classes de paramètres :

- ceux visant à caractériser la résistance à l'initiation de la rupture
- d'autres qui visent à caractériser la résistance à la propagation des fissures, ou à l'endommagement.

1.3.1 Principe du choc thermique

De façon générale, un matériau est soumis à une sollicitation thermique lorsqu'il est impliqué dans un processus de transfert de chaleur. Ce transfert peut être de l'environnement vers le matériau ou inversement, et la condition thermique du matériau changera plus ou moins rapidement selon l'intensité du transfert de chaleur, qui donnera lieu à des contraintes thermiques.

Au sens large, une contrainte thermique est une contrainte qui apparaît suite à une différence de température. Si l'on considère le cas d'un corps homogène et isotrope encadré d'appuis, qui passe d'une température uniforme T_0 à une température plus élevée T_i , on constate la présence de contraintes dans le corps, dues à l'effet de restriction d'expansion des appuis, mais dont la cause première est le changement de température.

De même, si un agrégat polycristallin contenant des cristaux anisotropes subit le même traitement, des contraintes apparaîtront à cause de la différence d'expansion entre les cristaux.

Cependant, lorsque le transfert de chaleur est suffisamment rapide pour donner lieu à des écarts importants de température dans un matériau homogène, les contraintes thermiques qui en résultent sont causées par des gradients de déformation. On parle alors de choc thermique.

La modélisation de la résistance aux chocs thermiques est basée sur deux analyses complémentaires :

- l'analyse thermoélastique de Kingery qui fournit des critères d'initiation de fissures;
- l'analyse énergétique de Hasselman qui fournit des critères de propagation des fissures préexistant du matériau.

1.3.2 L'approche thermoélastique

1.3.2.1 Coefficient de transfert de chaleur (h) infini

Dans le cas d'un solide, d'une géométrie quelconque, qui passe de la température T_i à une température, T_f , plus faible, une contrainte de tension apparaît à sa surface. Si le coefficient de transfert de chaleur est très élevé, la surface du solide passera instantanément à la température T_f alors que le corps du solide demeure à T_i . Cette trempe infiniment rapide, donne lieu à une contrainte dont l'expression est

$$\sigma = E \alpha \Delta T f(\nu) \quad (1.2)$$

Où

α est le coefficient de dilatation thermique;

E , le module d'élasticité;

ν , le coefficient de Poisson;

et $f(\nu)$ est une fonction du coefficient de Poisson.

Dans le cas d'une sollicitation triaxiale (plaque épaisse), $f(\nu) = 1 / (1 - 2 \nu)$

Dans le cas d'une sollicitation biaxiale (plaque mince), $f(\nu) = 1 / (1 - \nu)$

Dans le cas d'une sollicitation uniaxiale (barreau), $f(\nu) = 1$

L'écart maximal de température est celui pour lequel la contrainte de rupture est atteinte, c'est-à-dire (dans le cas d'une plaque mince) :

$$\Delta T = \sigma_r (1 - \nu) / E \alpha \quad (1.3)$$

Cet écart de température est appelé le premier paramètre de résistance au choc thermique, R.

1.3.2.2 Coefficient de transfert de chaleur (h) faible

Généralement, les chocs thermiques ne sont pas infiniment sévères, et donc les contraintes ne se développent pas instantanément. Elles atteignent leur valeur maximale au bout d'un temps plus ou moins long. La conductibilité thermique du matériau entre en jeu. En fait, la sévérité du choc thermique est caractérisée par le nombre de Biot :

$$\beta = r h / k \quad (1.4)$$

Où r est une dimension caractéristique de l'échantillon et k la conductibilité thermique.

Puisque la contrainte instantanée dans le cas d'un choc thermique moyen n'est pas aussi élevée que pour une trempe infiniment rapide, elle peut être exprimée par :

$$\sigma = \psi E \alpha \Delta T / (1 - \nu) \quad (1.5)$$

Où ψ est un facteur de réduction de contrainte (appelé aussi contrainte sans dimension) dont la valeur est comprise entre 0 et 1.

La figure 2 montre la variation de ψ à la surface d'une plaque infinie en fonction du temps pour différents valeurs du module de Biot.

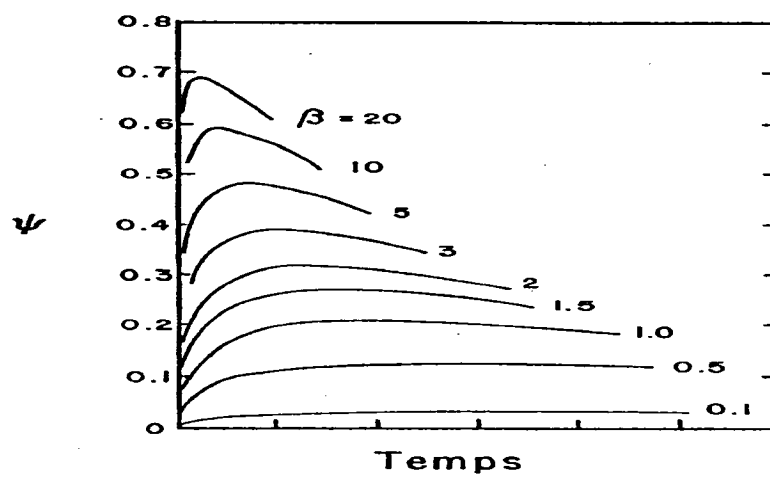


Figure 2 : Variation de ψ en fonction du temps

La courbe $1/\psi$ en fonction de $1/\beta$ est illustrée à la figure 3.

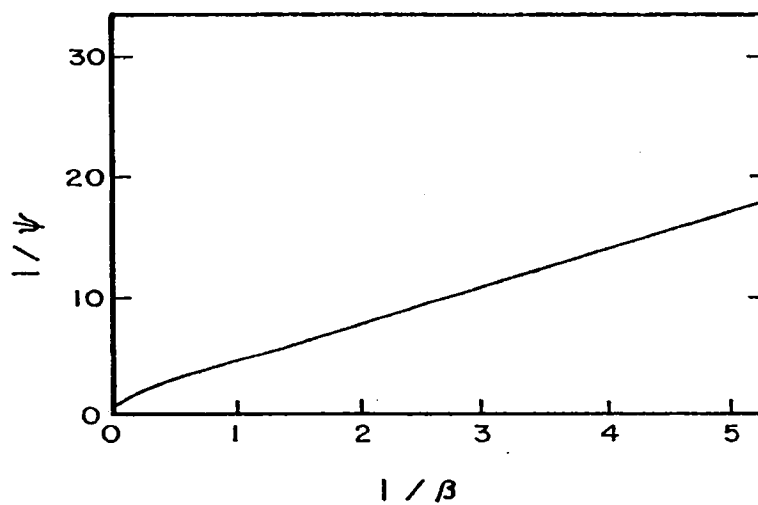


Figure 3 : Variation de $1/\psi$ en fonction du temps

Pour des valeurs relativement faibles de β ($\sim <3$), $1/\psi$ est donné par :

$$1/\psi = 1.5 + 3.25/\beta \quad (1.6)$$

Pour des valeurs de β supérieures, une correction doit être faite :

$$1/\psi = 1.5 + 3.25/\beta - 0.5 \exp(-16/\beta) \quad (1.7)$$

et pour des faibles valeurs du nombre de Biot :

$$1/\psi \approx 3.25/\beta = C/\beta \quad (1.8)$$

où $C = 3.25$.

La combinaison des relations (1.8) et (1.5) donne :

$$\sigma = [E \alpha \Delta T / (1 - \nu)] \beta / C \quad (1.9)$$

Et la différence de température maximal est donnée par :

$$\Delta T_{\max} = [\sigma_r (1 - \nu) / E \alpha] C k / r h = R k C / r h = R k S / h \quad (1.10)$$

Où Rk est le second paramètre de résistance au choc thermique, noté R' .

et S est un facteur de forme.

Par conséquent, lorsque les conditions sont telles que le transfert de chaleur est faible, la résistance au choc thermique est exprimée par R' . Alors que pour des valeurs élevées du module de Biot, c'est R qui devrait être considéré.

1.3.2.3 Taux de changement de température constant

Lorsqu'une pièce est chauffée ou refroidie à un taux constant, la valeur de h change avec la température. Les gradients de température et les contraintes dépendent alors de ce taux. Si ce taux est de $\phi^{\circ}\text{C/s}$, la contrainte à la surface d'une plaque épaisse est de :

$$\sigma = [E\alpha / (1 - \nu)] \phi [r^2 / 2a] \quad (1.11)$$

Où « a » est la diffusivité thermique du matériau.

Le taux maximal de changement de température avant la rupture est donc :

$$\phi_{\max} = [\sigma_r (1 - \nu) / E \alpha] a \quad S = R'' \cdot S \quad (1.12)$$

Ainsi un troisième paramètre de résistance au choc thermique est introduit, soit $R'' = R a$

En récapitulant, R , R' et R'' sont des paramètres d'initiation des fissures.

1.3.3 L'analyse énergétique

La propagation des fissures, du point de vue énergétique, est conditionnée par les éléments suivants :

- l'énergie élastique emmagasinée dans l'éprouvette qui sert de force motrice à la propagation;

- les divers mécanismes qui dissipent de l'énergie et qui tendent à freiner la fissure qui se propage. Ils peuvent être regroupés sous le nom d'énergie de formation de surface (ou d'énergie effective de surface).

Il est à noter que la rupture par choc thermique est considérée spontanée, sans l'intervention de forces externes sur le corps. Cela veut dire que l'énergie absorbée durant le processus de propagation provient uniquement de l'énergie élastique emmagasinée dans le corps.

Hasselman [7] considéra une géométrie sphérique pour établir la relation entre les propriétés du matériau et l'énergie élastique qui, au moment de la rupture, a pour expression :

$$V = 4 \pi r^3 \sigma_r^2 (1 - \nu) / 7E \quad (1.13)$$

Ces contraintes thermiques sont déterminées à partir de la distribution de température [8], et sont substituées dans l'équation d'énergie élastique [9].

Où r = rayon de la sphère
 σ_r = contrainte de rupture

L'énergie est donc proportionnelle au paramètre σ_r / E du matériau. Le paramètre $(1 - \nu)$ et les autres constantes varient selon la géométrie.

En supposant que toute l'énergie élastique emmagasinée à la rupture soit transformée en énergie de surface de rupture (γ), et en égalisant ces deux termes, l'expression de la surface moyenne, A , sur laquelle un nombre N_f de fissures vont se propager dans une sphère est déduite :

$$A = 2 \pi \sigma_r^2 (1 - \nu) r^3 / 7 N_f E \gamma \quad (1.14)$$

Si la surface A, calculée pour un matériau et une dimension de sphère (ou tout autre géométrie), est plus grande que la section de la sphère (πr^2), les fissures vont traverser l'échantillon et provoquer une rupture complète. Si A est sensiblement plus grande que la section, l'excès d'énergie sera transformé principalement en énergie cinétique des pièces.

Si A est plus petite que la section, les fissures seront arrêtées avant le bris complet de l'éprouvette.

Ainsi, puisque l'ampleur du dommage est proportionnelle à la surface de propagation des fissures, minimiser A équivaut à maximiser la résistance au choc thermique. Cela nécessite une contrainte de rupture faible et des valeurs élevées de E et γ . De plus, un grand nombre de fissures (N_f) favorise une diminution de la sévérité du dommage.

C'est à partir de ces considérations que deux autres paramètres de résistance au choc thermique furent proposés :

$$R''' = E / \sigma_r^2 (1 - \nu) \quad (1.15)$$

$$R'''' = E \gamma / \sigma_r^2 (1 - \nu) \quad (1.16)$$

C'est les paramètres de propagation des fissures préexistantes du matériau.

Des travaux expérimentaux effectués par Nakayama et Ishizuka [10] ont par ailleurs démontré que parmi les paramètres présentés jusqu'ici, c'est le facteur R'''' qui représente le mieux la dégradation d'un matériau réfractaire après un choc thermique.

1.3.4 Le point de vue mécanistique

Comme c'est connu, la fissuration associée au choc thermique résulte des déformations imposées au solide par des différences de température, et donc d'expansion, entre les diverses parties. Ainsi, on peut considérer que le solide est soumis à une déformation constante [11] pendant le processus de propagation des fissures. Hasselman a analysé cette situation dans le cas d'un nombre de fissures par unité de surface égale à N_f .

Une plaque, initialement à la température T , subit une diminution de température ΔT , mais ne peut se contracter à cause des contraintes des appuis extérieurs. Cette plaque est donc soumise à une contrainte de tension dans la direction perpendiculaire à l'orientation des fissures.

Si la plaque ne contenait pas de fissures, elle serait soumise à une contrainte :

$$\sigma = \alpha E \Delta T \quad (1.17)$$

Cependant, elle contient des fissures que l'on suppose de longueur égale à $2x_l$ (l étant la longueur). On considère qu'il n'y a pas d'interaction entre les champs de contrainte associés aux fissures. En considérant une épaisseur unitaire, le module d'Young effectif de la plaque est :

$$E_{\text{eff}} = E (1 + 2 \pi N_f l^2)^{-1}$$

En remplaçant cette valeur dans l'équation (1.17), la contrainte dans la plaque fissurée devient :

$$\sigma = \alpha E \Delta T (1 + 2 \pi N l^2)^{-1}$$

L'énergie totale est la somme de l'énergie de déformation élastique et de l'énergie de surface associée aux fissures, d'où :

$$U = [(\alpha \Delta T)^2 E / 2 (1 + 2 \pi N l^2)] + 4 \gamma l N_f \quad (1.18)$$

Or les fissures sont instables lorsque $dU / dl < 0$

Ceci se produit pour une différence de température critique :

$$\Delta T_c > \left[2 \gamma / \pi l \alpha^2 E \right]^{1/2} (1 + 2 \pi N l^2) \quad (1.19)$$

La figure 4 illustre deux courbes calculées à partir de cette relation, qui montrent la variation de ΔT_c avec l pour deux valeurs de N_f .

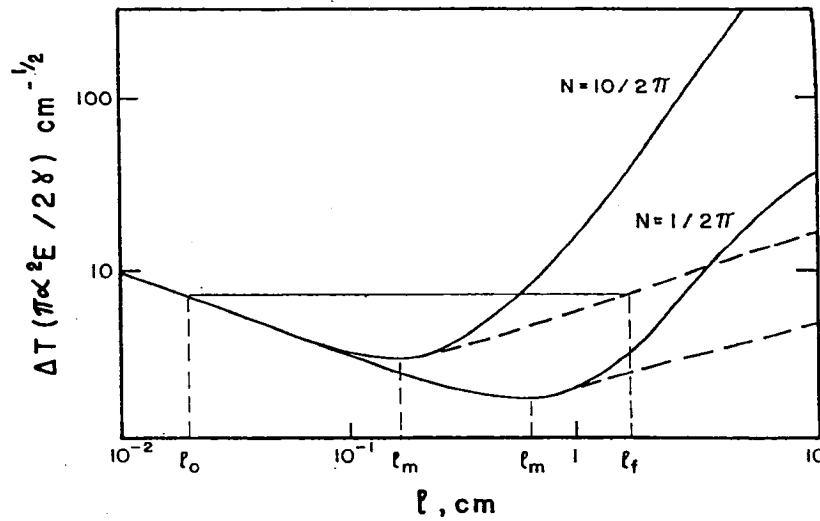


Figure 4 : État des conditions critiques de propagation des fissures en fonction de leur longueur

Pour des fissures courtes, $2 \pi N_f l^2 \ll 1$ et :

$$\Delta T_c = \left[2 \gamma / \pi l \alpha^2 E \right]^{1/2} \quad (1.20)$$

C'est-à-dire que ΔT_c est indépendante de N_f .

Pour des fissures longues, $2 \pi N_f l^2 \gg 1$ et :

$$\Delta T_c = \left[8 \pi \gamma N_f^2 l^3 / \alpha^2 E \right]^{1/2} \quad (1.21)$$

Où ΔT_c est directement proportionnels à N_f .

À partir de ces relations, on constate que, du point de vue des propriétés du matériau, une résistance élevée au choc thermique (ΔT_c élevée) nécessite un rapport $(\gamma / \alpha^2 E)^{1/2}$ élevé.

On dénote ce rapport par R_{st} , c'est un autre paramètre de résistance au choc thermique.

Lorsque la valeur ΔT_c est atteinte, une fissure courte de longueur initial l_0 se propagera jusqu'à atteindre la longueur finale l_f , différente de la valeur indiquée par la partie de droite de la courbe illustrée à la figure 4. Il est en effet possible de montrer que la longueur finale est donnée par :

$$l_f = 1 / 4 \pi N_f l_0 \approx \sigma^2 / \gamma E N_f \quad (1.22)$$

C'est-à-dire qu'elle est proportionnelle au rapport de l'énergie élastique emmagasinée par unité de volume $((1/2) \sigma^2 / E)$ à l'énergie de surface de rupture (γ). Cette relation

est illustrée par les courbes en pointillées à la figure 4. Notons que le paramètre R''' ($\gamma E / \sigma^2$) est déduite de l'expression (1.22).

Ainsi, lorsque $l_0 < l_m$ (où l_m est la longueur correspondante au minimum d'une courbe), ΔT_c augmente lorsque l_0 diminue, et une fois la fissuration initiée, elle se poursuivra à ΔT constante jusqu'à ce que la demi-longueur de la fissure atteigne la valeur l_f indiquée par la partie pointillée de la courbe. Donc l_f augmente si l_0 diminue. D'un autre côté, lorsque $l_0 > l_m$ et que ΔT atteint la valeur ΔT_c représentée sur la partie continue de la courbe, la fissure progressera au fur et à mesure de l'augmentation de ΔT .

En résumé, lorsque la taille initiale de la fissure est inférieure à une certaine valeur critique, la sévérité du choc thermique requis pour causer du dommage augmente avec la résistance du matériau (ou avec la diminution de l_0). Par contre, dans ce cas, le dommage causé sera plus élevé que la longueur finale, l_f , des fissures.

De plus, une fois la fissuration causée par un choc d'une sévérité donnée, tout dommage additionnel nécessitera un choc de plus grande amplitude.

C'est pourquoi Hasselman suggère que les matériaux utilisés dans des conditions de choc thermique sévère devraient posséder, en plus d'une valeur faible de α et de E ainsi qu'une valeur élevée de γ , une densité élevée de fissure avec $l > l_m$ (pour éviter la propagation catastrophique).

D'autre part, dans un cas de déformation imposée, comme une sollicitation thermique, on distingue le comportement des fissures courtes et celui des fissures longues [12] et [17]. Lorsqu'une fissure est courte, le matériau va stocker une quantité d'énergie avant le seuil d'initiation. Quand ce seuil est atteint, le matériau dispose d'une quantité d'énergie suffisante pour propager la fissure. Dans le cas d'une fissure

longue, le matériau ne peut pas stocker d'énergie élastique, par conséquent pour propager la fissure, il faut plus d'énergie.

1.3.5 Discussion

D'après ce qui précède, il est à constater que l'approche thermoélastique et l'approche énergétique sont, quant aux prédictions auxquelles elles conduisent, complémentaires dans l'étude du choc thermique. En effet, la procédure suivie initialement consiste, pour un échantillon de géométrie donnée et de conditions de transfert de chaleur connues, à calculer les contraintes thermiques résultantes. Il a été considéré que l'échantillon cède lorsque ces contraintes dépassent la résistance à la rupture. À partir de ces critères, l'expression de paramètre de résistance au choc thermique, qui indique les conditions extrême de rupture du corps considéré, est dérivée afin d'éviter l'initiation de la rupture.

Ainsi, et d'après les paramètres d'initiation de la rupture (R , R' et R''), et ceux de propagation des fissures (R''' , R'''' et R_{st}), la résistance à l'initiation de la rupture requiert une valeur élevée de σ_r et un module d'Young faible. Alors qu'une bonne résistance à la propagation nécessite une faible valeur de σ_r et un module d'Young élevé.

Certaines céramiques thermomécaniques ne peuvent plus remplir leur fonction lorsqu'elles sont fissurées, dans ce cas, on a intérêt à maximiser la résistance à l'initiation de la rupture en étant conscient que plus cette dernière est élevée, plus le dommage engendré sera important si la rupture a lieu. Dans le cas des briques réfractaires, les conditions d'utilisation sont souvent très sévères de sorte que l'initiation de la rupture ne peut être empêchée. Il s'agit donc de maximiser la résistance à la propagation des fissures dans ces matériaux, en suivant les tendances mentionnées ci-haut et en s'efforçant de développer des microstructures conférant au matériau une grande énergie de surface.

D'où la grande importance prêtée à l'énergie de rupture comme étant une propriété essentielle pour la caractérisation de la résistance à la rupture et donc aux chocs thermiques des réfractaires.

1.4. NOTION DE L'ÉNERGIE DE RUPTURE

1.4.1 Énergie de surface et énergie de rupture

Lorsqu'une éprouvette est chargée jusqu'au point de rupture dans le but d'amorcer la propagation de la pré-fissure, l'énergie associée à l'initiation de la rupture et appelée énergie de surface effective. La notion de l'énergie de surface reste, cependant, insuffisante pour décrire le comportement des matériaux non homogène tels que les céramiques, les réfractaires, et jusqu'à un certain point, tous les matériaux présentant des inhomogénéités cristallographiques. En fait, pour tous les matériaux où des éléments de la structure peuvent interagir avec les fissures, l'énergie totale dépensée pour briser un échantillon du matériau sera supérieure ou égale à l'énergie de surface effective. Cette énergie supplémentaire peut être attribuée à plusieurs mécanismes [13] :

- déviation des fissures par une interface faible,
- micro-fissuration autour du point de fissure,
- travail d'arrachement des fibres ou des agrégats,
- forces de blocage des agrégats,
- comportement viscoélastique et viscoplastique,
- etc...

L'effet des mécanismes de déviation de fissure dans l'augmentation de l'énergie de rupture s'explique de deux manières. Premièrement, en rendant plus tortueux le chemin suivi par la fissure, on augmente la surface réellement créée par rapport à la surface projetée, ce qui augmente l'énergie de surface totale nécessaire. En deuxième

lieu, considérons la distribution du champ de contraintes en tête de fissure. La contrainte contribuant à l'ouverture d'une fissure en mode I est seulement la composante de la contrainte totale qui est perpendiculaire au plan de la fissure. Pour une fissure inclinée par rapport au champ de contraintes d'un angle différent de 90° , le facteur d'intensité de contraintes sera donc d'autant plus faible que l'angle s'écarte de 90° .

Le facteur d'intensité de contrainte a donc une valeur maximale lorsque la fissure est parfaitement plane, et il diminue lorsque la fissure devient plus tortueuse. C'est ce qui explique pourquoi les mécanismes de déviation de fissure peuvent augmenter la ténacité du matériau.

Les mécanismes de micro-fissuration, quant à eux, augmentent l'énergie de rupture en augmentant la quantité de surface créée. Ils contribuent également à relâcher le champ de contraintes en tête de fissure, en jouant à peu près le même rôle que la plasticité dans le cas des métaux.

L'autre mécanisme important pour augmenter l'énergie de rupture des réfractaires et le travail d'arrachement et de blocage des agrégats. En effet, l'ouverture des lèvres de la fissure demande l'arrachement des grains qui n'ont pas été traversés par la fissure, d'où un travail supplémentaire pour vaincre la force de friction.

Ces différents mécanismes ont mené à la définition d'un nouveau terme γ_{wof} , qui est défini comme étant le travail total dépensé pendant la rupture, divisé par l'aire de deux surfaces créées :

$$\gamma_{wof} = W_{wof} / 2A \quad (1.23)$$

Ce terme pourrait être décomposé en trois parties distinctes :

$$\gamma_{wof} = \gamma_0 + \gamma_p + \gamma_r \quad (1.24)$$

Les deux termes $\gamma_0 + \gamma_p$ représentent l'énergie de surface effective, γ_{eff} , alors que le terme γ_r représente la contribution des mécanismes d'interaction entre la fissure et la microstructure.

1.4.2 Méthodes de mesure de la ténacité et de l'énergie de rupture

Dans ce qui a précédé, les deux quantités fondamentales, à savoir, γ_{eff} , qui représente l'énergie de surface effective, et γ_{wof} , qui représente le travail de rupture réel, ont été définies. La valeur de γ_{eff} peut être déterminée par un essai pendant lequel une fissure se propage catastrophiquement à travers l'échantillon. En effet, si le taux de relâchement d'énergie élastique est suffisamment élevé pour provoquer une rupture catastrophique, le comportement de l'échantillon sera alors dicté par le facteur d'intensité de contraintes au moment de l'initiation de la rupture. L'énergie de surface effective pourra alors être déterminée, en fonction du facteur critique d'intensité de contraintes, par l'équation :

$$\gamma_{eff} = K_{IC}^2 / 2E \quad (1.25)$$

Le résultat de cet essai dépend donc seulement des conditions d'initiation de la rupture, c'est pourquoi on obtient une valeur de γ_{eff} et non de γ_{wof} , et ce même pour un matériau présentant des mécanismes supplémentaires de dissipation d'énergie. La valeur de l'énergie calculée par l'intégral de la courbe force-déplacement n'a cependant aucun sens pour un essai de rupture catastrophique, car une partie importante de cette énergie aura été dissipée en énergie cinétique dans les différents fragments de l'échantillon.

Par contre, au cours d'un essai avec une propagation contrôlée de la fissure, on peut déterminer directement γ_{wof} en divisant l'intégrale de la courbe force-déplacement par la surface projetée totale qui a été créée. En effet, au cours d'une propagation stable, l'énergie cinétique de l'échantillon est négligeable et l'énergie fournie est entièrement consommée en création de surface et par les mécanismes d'interaction entre la fissure et la microstructure, si ces derniers existent. Cela revient à dire que pour un matériau parfaitement fragile, l'énergie de surface sera égale à l'énergie de surface effective laquelle est égale à l'énergie de rupture.

En pratique, la manière la plus simple de mesurer la valeur de γ_{eff} consiste en un essai en flexion trois-points sur un échantillon avec une entaille droite. La valeur déterminée est couramment appelée γ_{NBT} . Cette valeur est généralement considérée comme étant égale à l'énergie d'initiation de fissure [14]. Pour mesurer l'énergie de rupture γ_{wof} , certains expérimentateurs au tout début ont utilisé des éprouvettes du même type, mais avec une vitesse de déplacement suffisamment lente pour favoriser une propagation contrôlée [15].

Une étape importante a été franchie en 1965 avec l'introduction par Nakayama [16] d'une éprouvette se rapprochant de la géométrie à chevron encore utilisée aujourd'hui. Nakayama a été le premier à obtenir expérimentalement des valeurs qui permettaient de bien distinguer l'énergie de surface effective de l'énergie de rupture. Il est curieux toutefois qu'Hasselman, dans sa théorie unifiée publiée en 1969 [17], ait persisté à ignorer la notion d'énergie de rupture.

La méthode de l'éprouvette à chevron est avantageuse pour évaluer l'énergie de rupture en raison de deux principaux facteurs. Premièrement, la géométrie à chevron permet d'obtenir une contrainte théoriquement infinie en pointe de chevron, même avec un rayon d'entaille non-nul. Cela entraîne un démarrage de la fissure à un niveau de contrainte très faible, on évite ainsi d'avoir une quantité importante d'énergie élastique

emmagasinée dans l'éprouvette. Deuxièmement, la largeur croissante de la fissure au fur et à mesure de la propagation requiert un taux de libération d'énergie élastique croissant, ce qui facilite un meilleur contrôle de la propagation. Les deux types d'éprouvette sont illustrés à la figure 5. Certains auteurs ont également proposé d'utiliser l'éprouvette à chevron pour mesurer K_{IC} , le facteur critique d'intensité de contrainte [18]. Cependant, les équations permettant de calculer K_I pour cette géométrie sont extrêmement complexes et très peu vérifiées expérimentalement. De plus, étant donné que la fissure démarre à un niveau de contraintes très faible pour une éprouvette à chevron, la valeur obtenue de la ténacité pourrait être faible pour une éprouvette à chevron. Aussi, la valeur obtenue de la ténacité pourrait être affectée par les mécanismes d'interaction entre la fissure et la microstructure. La ténacité ainsi mesurée ne dépend donc plus uniquement des conditions d'initiation des défauts.

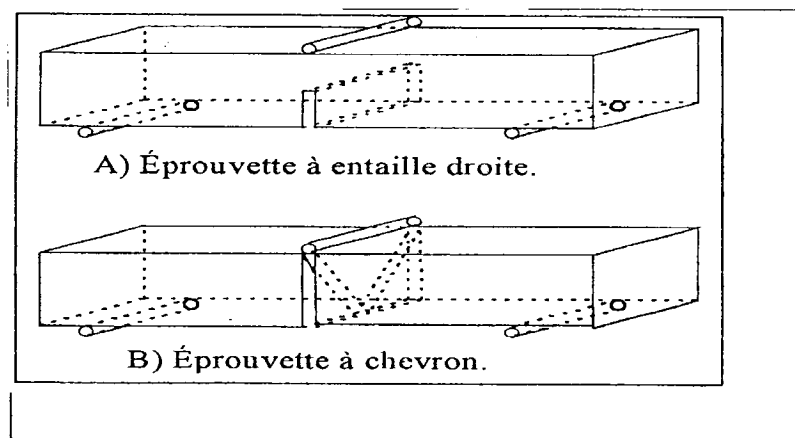


Figure 5 : Schéma des éprouvettes de type à entaille droite et de type à chevron

On peut citer une étude expérimentale de Larson [14], en 1974, visant à déterminer l'influence de chacun des deux paramètres γ_{NBT} et γ_{wof} , sur la résistance aux chocs thermiques des réfractaires d'alumine. Les résultats démontrent que le facteur critique d'intensité de contraintes, si on le définit comme étant égal à $(2E \gamma_{NBT})^{1/2}$, est

assez bien corrélé avec le module de rupture du matériau. Par contre, si on le définit comme étant égal à $(2E \gamma_{wof})^{1/2}$, la corrélation est beaucoup moins bonne.

La valeur de γ_{wof} semble toutefois être la plus appropriée pour caractériser la résistance à la propagation contrôlée de fissures au cours d'un choc thermique, à l'aide du paramètre R_{st} . Ce dernier est égal, rappelons le, à $(\gamma_{wof} / \alpha^2 E)^{1/2}$. Ceci confirme que l'essai avec entaille droite et propagation catastrophique représente bien les conditions d'initiation de défauts, alors que l'essai sur une éprouvette à chevron avec une propagation contrôlée représente mieux l'énergie nécessaire à la propagation de la fissure. Il est à noter que γ_{NBT} et γ_{wof} peuvent être utilisés indifféremment puisqu'ils représentent la même quantité.

1.5 MÉTHODES DE CARACTÉRISATION DE L'ENDOMMAGEMENT

Après avoir soumis les échantillons aux chocs thermiques, il est nécessaire de mesurer l'endommagement subi.

Les méthodes les plus couramment utilisées appartiennent à deux catégories, soient les techniques destructives et les techniques non-destructives.

1.5.1 Les méthodes destructives

La technique destructive adoptée dans ce travail consiste à mesurer la résistance à la rupture des matériaux (module de rupture). Cette méthode reflète les conditions de fissuration à la surface.

Au cours de ce travail, c'est plutôt la fatigue thermique qui a été étudiée et non pas les chocs thermiques. Dans ce genre de travail, les éprouvettes sont soumises à plusieurs cycles de chocs thermiques, il est donc impossible de mesurer les modules de

rupture après chaque cycle. Ce paramètre n'a été mesuré qu'à la fin des tests, c'est-à-dire après le 35ième cycle.

Cependant, pour pouvoir suivre l'évolution de l'endommagement causé au matériau par fatigue thermique, il est évident qu'il faille utiliser des méthodes non destructives.

1.5.2 Les méthodes non-destructives

Les techniques non-destructives consistent à mesurer les propriétés élastiques par une méthode dynamique. Cette méthode nous renseigne sur l'état du matériau en volume plutôt que sur l'état de surface.

Les deux méthodes utilisées dans le cadre de ce travail sont la méthode de propagation et la méthode de résonance.

1.5.2.1 La méthode de propagation

Cette méthode consiste à mesurer le temps de transmission d'une impulsion acoustique à travers l'échantillon, en mode longitudinal. C'est ce qu'on appelle couramment la méthode du "V-meter".

Les ondes acoustiques résultent du déplacement de matière, régi par l'équation de la mécanique de Newton. Ce type d'ondes de matière se propage dans l'air, les liquides et les solides.

La vitesse de propagation de cette onde acoustique dans l'éprouvette testée est ensuite déterminée à partir du rapport de la longueur de l'éprouvette par l'intervalle de temps entre l'émission de l'onde et sa réception. Cette vitesse servira à l'obtention d'une valeur approximative du module d'Young [19].

Le module d'Young "E" est calculé selon l'équation :

$$E = \rho V^2 \quad (1.26)$$

Avec ρ : densité de l'éprouvette kg/m^3

V : vitesse du signal

1.5.2.2 La méthode de résonance

Cette méthode mesure la fréquence de résonance fondamentale du matériau après excitation mécanique par l'action d'impulsions. Un accéléromètre ou un micro capte les vibrations mécaniques résultantes du matériau et les transforment en signal électrique.

Le dispositif expérimental utilisé est constitué d'un marteau en métal qui sert à donner des impulsions à l'éprouvette testée, d'un micro qui convertit les vibrations mécaniques en signal électrique, d'un système électrique composé d'un amplificateur à signal, d'un analyseur de fréquence et d'une unité d'affichage et finalement, d'un système de support qui sert à isoler l'éprouvette des vibrations extérieures sans jamais restreindre son mode de vibration (figure 6).

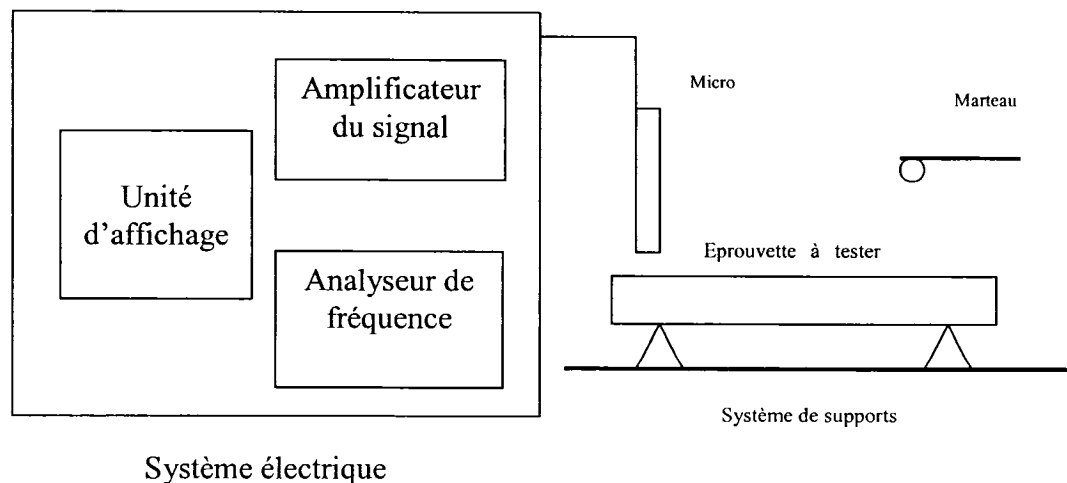


Figure 6 : Schéma du dispositif expérimental pour la mesure des propriétés élastiques

Les signaux sont analysés et la fréquence de résonance est isolée et mesurée par l'analyseur du signal qui fournit des données numériques proportionnelles à la fréquence ou la période de vibration du matériau.

Les fréquences de résonance appropriées, les dimensions et la masse de l'éprouvette sont utilisées pour le calcul du module d'Young dynamique "E", le module de cisaillement "G" et le coefficient de poisson "ν" :

$$E = 0,9465 (m f_r^2 / b) (\ell^3 / e^3) T_1 \quad (1.27)$$

Avec E : le module d'Young (Pa)

m : masse de l'éprouvette (g)

b : largeur de l'éprouvette (mm)

ℓ : longueur de l'éprouvette (mm)

e : épaisseur de l'éprouvette (mm)

f_r : fréquence de résonance de l'éprouvette en flexion (Hz)

T₁ : facteur de correction

$$T_1 = 1 + 6,585(1 + 0,0752\nu + 0,8109\nu^2)(e/\ell)^2 - 0,868(e/\ell) - \{(8,340(1+0,2023\nu+2,173\nu^2)(e/\ell)^4)\} / \{(1+6,338(1+0,1408\nu + 1,536\nu^2) (e/\ell)^2) \}$$

Dans le cas où ℓ / e ≥ 20, T₁ pourrait être simplifié à :

$$T_1 = 1 + 6,585 (e/\ell)^2$$

et E pourrait être calculé directement.

Dans le cas où le rapport ℓ / e < 20, ce qui est le cas des éprouvettes utilisées dans ce travail, une estimation du coefficient de Poisson initial doit être utilisée pour commencer les calculs. Un processus itératif est alors utilisé pour le calcul du

coefficient de Poisson à partir des valeurs expérimentales du module d'Young et du module de cisaillement (figure 7).

Ce processus consiste, en première étape, à mesurer les fréquences de vibration de l'éprouvette en flexion et en torsion. La fréquence de vibration en torsion, avec les valeurs de la masse et des dimensions de l'éprouvette, seront utilisées pour calculer le module de cisaillement dynamique à partir de l'équation (1.28), alors que la fréquence de vibration en flexion, avec le coefficient de Poisson itératif, la masse et les dimensions de l'éprouvette serviront pour le calcul du module d'Young dynamique à partir de l'équation (1.27).

En deuxième étape, le coefficient de poisson est alors calculé à partir de l'équation (1.29) en utilisant les modules d'Young et de cisaillement déjà calculés en première étape.

À partir du nouveau coefficient de Poisson calculé, un autre sera calculé en répétant la même démarche jusqu'à ce que la différence entre la dernière et l'avant-dernière valeur du coefficient de Poisson soit négligeable.

$$G = \{(4\ell m f_t^2) / (be)\} \{B / (1 + A)\} \quad (1.28)$$

Avec G : module de cisaillement (Pa)

f_t : fréquence de résonance de l'éprouvette en torsion (Hz)

$$B = \{(b/e) + (e/b)\} / \{4(e/b) - 2,52 (e/b)^2 + 0,21(e/b)^6\}$$

$$A = \{0,5062 - 0,8776(b/e) + 0,3504(b/e)^2 - 0,0078(b/e)^3\} / \{12,03(b/e) + 9,89(b/e)^2\}$$

$$\nu = (E/2G) - 1 \quad (1.29)$$

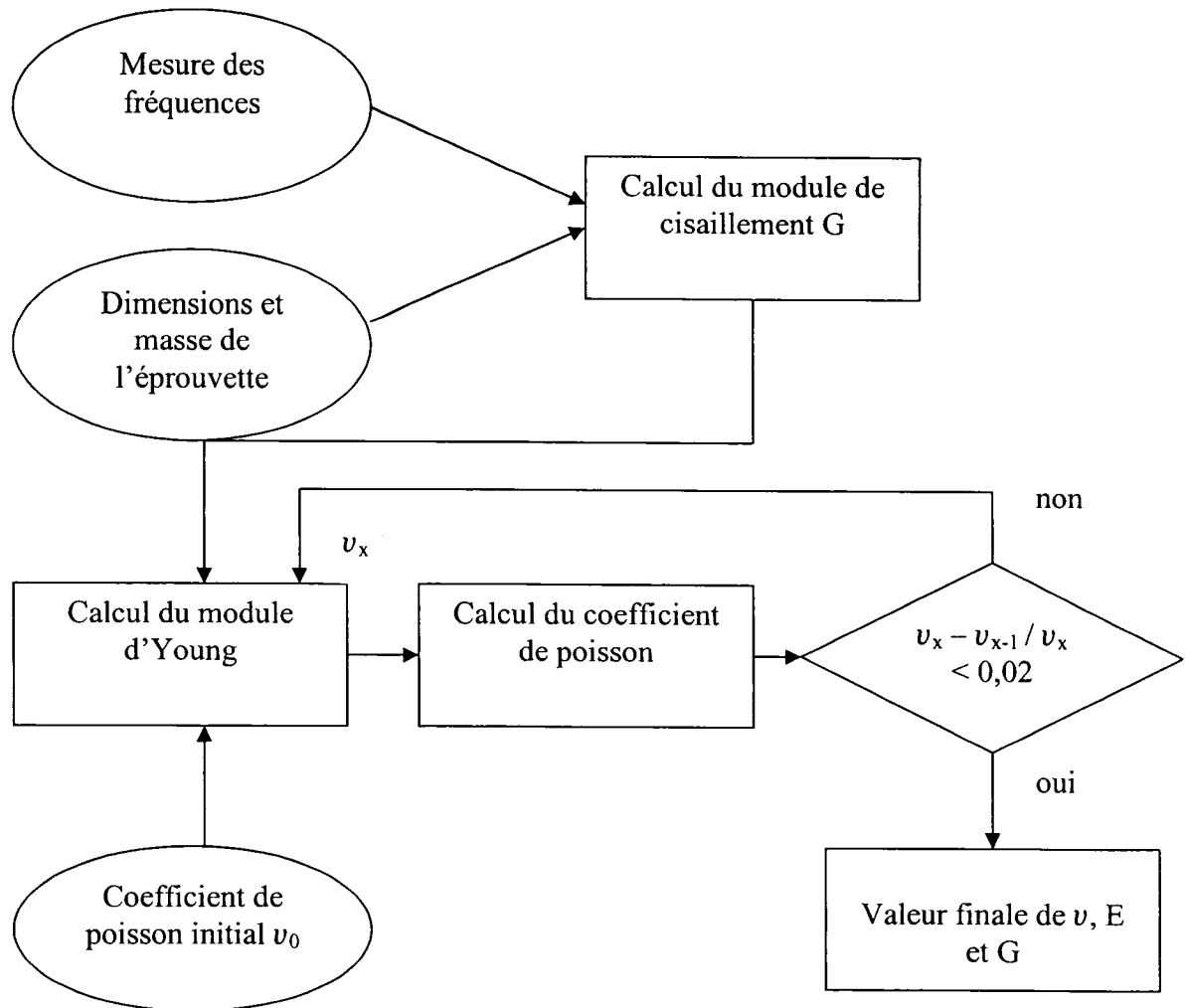
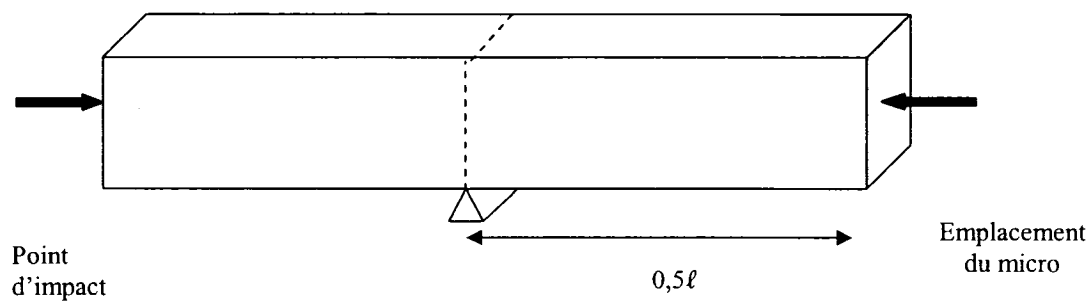
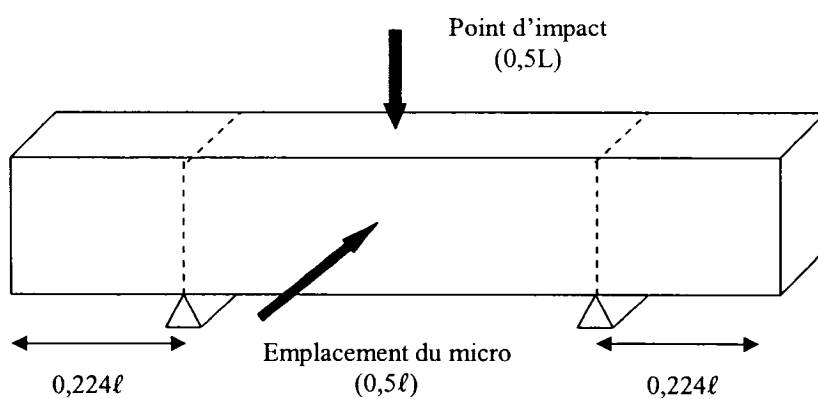


Figure 7 : Organigramme suivi pour le calcul des propriétés élastiques

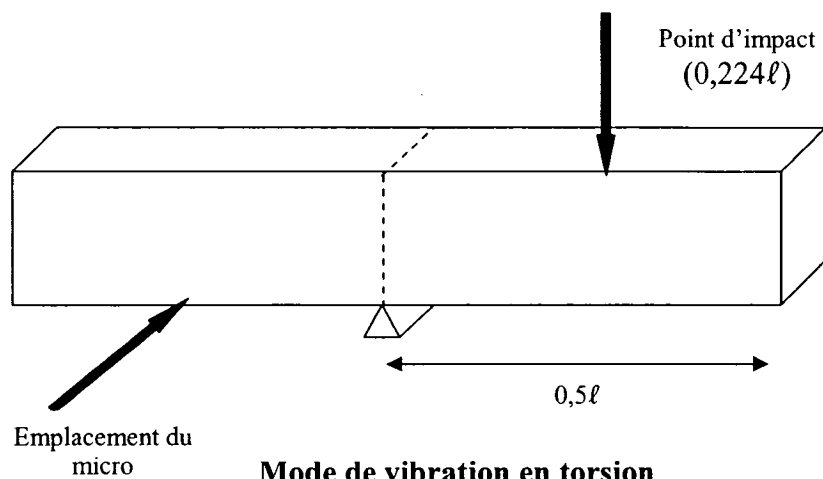
Cette méthode exige que l'éprouvette vibre librement, sans limite ni obstacle. D'où l'importance des supports qui devraient être appropriés et placés aux bons endroits pour permettre à l'échantillon une vibration suivant le mode désiré. L'emplacement du point d'impulsion et du micro est important pour l'introduction et la mesure du mode de vibration désiré (figure 8).



Mode de vibration longitudinale



Mode de vibration transversale



Mode de vibration en torsion

Figure 8: Emplacements des supports, des points d'impact et des micros pour les trois modes de vibration d'une éprouvette.

CHAPITRE 2 - PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES

2.1 INTRODUCTION

Dans cette partie, la composition chimique et minéralogique des matériaux utilisés dans cette étude, ainsi que les propriétés mesurées et les paramètres calculés sont présentés. Ensuite, les procédures expérimentales qui ont permis de déterminer les différentes propriétés seront décrites.

2.2 MATÉRIAUX UTILISÉS

L'étude porte sur sept matériaux dont l'identification et certaines caractéristiques sont présentées au tableau 1. Il s'agit de bétons alumineux denses pour la plupart à basse teneur en ciment. Pour chaque matériau, trois blocs précurés à 950°C de dimensions nominales 9" x 2,5" x 2" ont été reçus. Aucun traitement n'a été fait sur ces blocs avant d'en extraire les éprouvettes.

2.2.1 PRÉPARATION DES ÉPROUVETTES

L'appareille développé au CIREP et utilisée ici pour caractériser la résistance à la fatigue thermique (RFT) utilise des éprouvettes en forme de prisme dont les dimensions approximatives sont de 25 x 25 x 150 mm.

Dans la procédure habituelle, plusieurs millimètres de matière sont enlevés sur chacune des faces principales afin que les éprouvettes ne contiennent pas de "peau", avant d'être rectifiées sur ces quatre mêmes faces. Pour le présent travail, la dimension des blocs ne permettait pas d'enlever autant de matière. Les éprouvettes ont donc été découpées tel qu'illustré à la figure 9. Les faces non obtenues par coupe possèdent donc une certaine épaisseur de "peau" puisque la rectification n'enlève qu'environ 1mm.

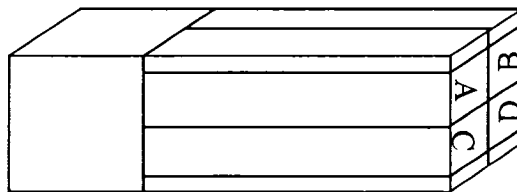


Figure 9: Schéma de coupe des éprouvettes

Tableau 1: Matériaux utilisés pour cette étude

Identification	F03-137/1	F03-137/2	F03-137/3	F03-137/4	F03-137/5	F03-137/6	F03-137/7
Granulat	Bauxite	Alumine tabulaire	Alumine tabulaire	Bauxite, Corindon	Bauxite, Andalousite, Chamotte	Andalousite, ZAC	Andalousite, ZAC
Analyse							
Chim.							
Al ₂ O ₃	77,7	92,4	91,3	84,5	73,0	58,1	52,1
SiO ₂	n.d.	6,0	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
CaO	3,1	1,1	0,5	1,2	1,9	1,5	1,5
ZrO ₂	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	9,9	9,3
SiC	-	-	-	-	-	-	9,5
Porosité [%]	17,8	11,6	18,8	20,1	18,1	15,7	15,1
E [GPa]	38,8	112,9	64,1	40,3	20,9	22,6	20,7
σ_r [MPa]	13,7	37,3	22,1	17,5	9,2	11,6	11,3

2.3 TEST DE CHOC THERMIQUE

Les tests de choc thermique ont été effectués à l'aide d'un banc d'essais automatisé de fatigue thermique qui a été développé au CIREP (figure 10). Ce système est composé de trois parties principales soit une composante de chauffage, une composante de refroidissement et une composante de mouvement automatisée. La composante de chauffage est un four électrique de type Pyradia TSKF766 pouvant atteindre des températures allant jusqu'à environ 1700°C. La composante de refroidissement est une plaque de cuivre maintenue à température constante à l'aide d'un bain thermostatique de type RTE-110. Finalement, la composante de mouvement est un vérin pneumatique dont les mouvements sont contrôlés par une minuterie. Ce système est donc autonome pour effectuer les cycles thermiques.



Figure 10 : Montage de fatigue thermique CIREP.

La procédure consiste à faire passer une paire d'éprouvette de l'intérieur du four à la plaque de cuivre refroidie de façon répétée et automatisée. Le délai de transfert est d'environ une seconde et est toujours le même d'un cycle à l'autre.

Dans le cadre de ce travail, de quatre à cinq éprouvettes de chaque matériau ont été choquées à un ΔT de 400 et 800°C. La plaque de refroidissement étant maintenue à 30°C, le four doit être porté à 30°C plus chaud que les valeurs mentionnées. Les éprouvettes sont préalablement mesurées et pesées.

La rigidité résiduelle des éprouvettes endommagées est mesurée au moins à six reprises durant un essai soit à $N = 0, 1, 2, 3, 5, 8$ et 35 (où N est le nombre de cycle de chocs thermiques).

La durée du séjour des éprouvettes dans le four est de 29 minutes et le refroidissement sur la plaque de cuivre est de 12 minutes.

2.4 MESURE DE RIGIDITÉ RÉSIDUELLE

L'évolution de l'endommagement des matériaux en fonction du nombre de cycle (N) est basée sur le suivi de la variation des constantes élastiques, soient le module d'Young selon différentes orientations (flexion parallèle $E_{//}$, flexion perpendiculaire $E_{\perp}$), le module de cisaillement (G) et le coefficient de poisson (ν).

Il faut distinguer le module d'Young, E , dynamique (calculé ici) du module statique. Le module statique est obtenu par un essai mécanique à partir de la courbe contrainte-déformation. Le module dynamique quant à lui est déterminé de façon indirecte.

Dans ce travail, et dans le but de vérifier l'efficacité d'une nouvelle méthode de caractérisation de la résistance à l'endommagement des bétons réfractaires par fatigue thermique, les constantes élastiques ont été déterminées par deux méthodes non destructives différentes : la méthode de propagation (la conventionnelle) et la méthode de résonance (la nouvelle).

2.4.1 La méthode de propagation

Elle consiste à mesurer la vitesse de propagation d'une onde sonore le long de l'éprouvette à l'aide de deux sondes du V-meter placées aux deux extrémités de l'éprouvette, à partir de laquelle le module d'élasticité "E" est calculé.

2.4.2 La méthode de résonance

C'est une technique ultrasonore non destructive, qui consiste à mesurer la période de résonance d'une onde acoustique à l'aide du SonicByte [20].

Les modules élastiques sont déterminés en excitant les éprouvettes selon les modes de vibration de l'éprouvette, 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 trouvent dans le standard ASTM C1259-94 [21].

2.5 MESURE DU MODULE DE RUPTURE

Les sept matériaux testés ont subi des mesures de leurs modules de rupture avant et après l'endommagement par fatigue thermique. Pour chaque condition, soit à $\Delta T = 0$ (avant l'endommagement), 400 et 800°C, de 6 à 7 éprouvettes ont été utilisées.

Le module de rupture, qui est en fait la contrainte à la rupture, σ_r (MPa), est déterminé par la rupture d'une éprouvette lors d'un essai de flexion en quatre points (voir figure 11) [22]. À partir de la valeur de la force requise pour la rupture de l'éprouvette, le module de rupture est calculé selon l'équation :

$$\sigma_r = 3FL / 4e^2b \quad (2.1)$$

Avec F : la force à la rupture
 L : la distance qui sépare les supports
 e : l'épaisseur de l'éprouvette
 b : la largeur de l'éprouvette

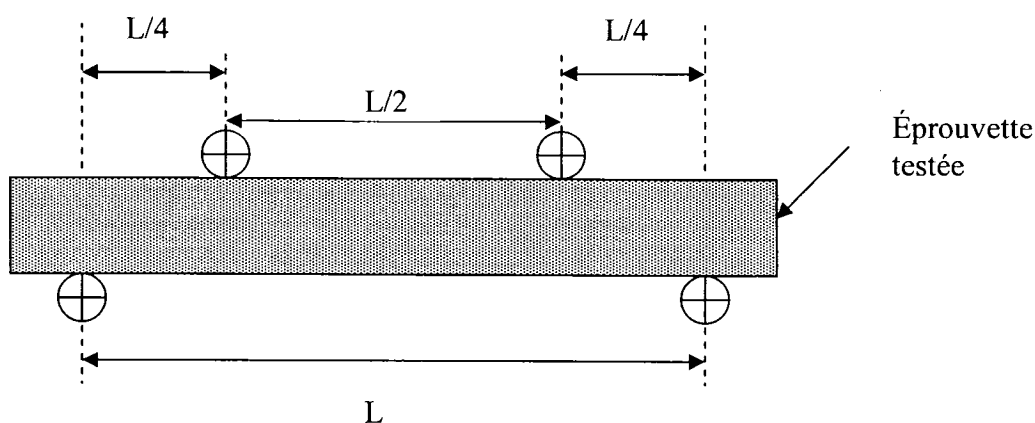


Figure 11 : Configuration de l'essai de flexion en quatre points

2.6 MESURE DU COEFFICIENT DE DILATATION THERMIQUE

Il est nécessaire de connaître le coefficient de dilatation thermique des matériaux testés afin de pouvoir calculer les paramètres de résistance aux chocs thermiques.

La détermination du coefficient de dilatation thermique, α ($^{\circ}\text{C}^{-1}$), nécessite un échantillon de forme cylindrique, dont le diamètre doit être inférieur à 2,54 cm (1 po) et la hauteur de l'ordre de 7,62 cm (3 po) environ. La mesure a été faite au moyen d'un dilatomètre fonctionnant selon le principe illustré à la figure 12.

La technique consiste à porter l'échantillon à une température donnée et à mesurer le déplacement grâce à un extensomètre actionné par un poussoir en alumine [23]. La mesure obtenue est en fait la somme du déplacement de l'échantillon et du poussoir. Une correction qui tient compte du poussoir en alumine a été faite. Le tracé de l'allongement relatif, en fonction de la température permet de déterminer le coefficient d'expansion thermique qui est la pente de la courbe conformément à l'équation :

$$\epsilon = \alpha \Delta T \quad (2.2)$$

Avec ϵ : l'allongement relatif ($\Delta l/l$)

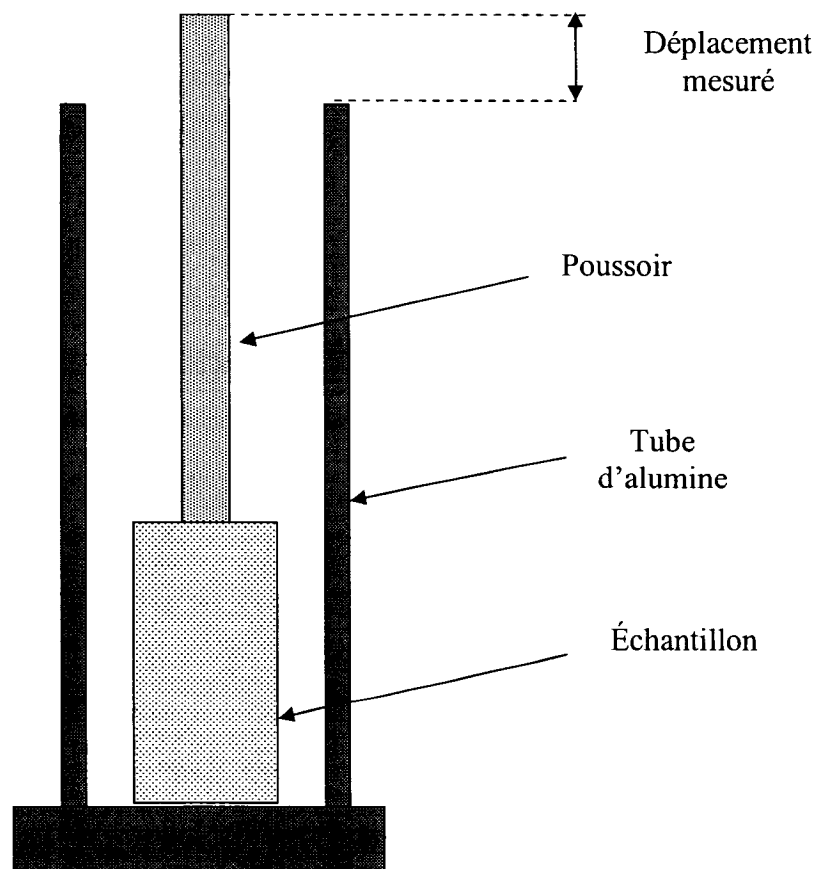


Figure 12 : Schéma du dilatomètre

2.7 MESURE DE L'ÉNERGIE DE RUPTURE

L'énergie de rupture, γ_{wof} (J/m²), a été mesurée pour pouvoir calculer les paramètres de résistance au choc thermique. Elle a été déterminée par la méthode de flexion en trois points sur un échantillon, de même dimensions que dans le cas du module d'Young, taillé en chevron comme l'indique la figure 5 [24]. On rappelle que ce type d'entaille (figure 13) permet une propagation stable de la fissure [25]. En effet, en tête du chevron une faible force donne lieu à une contrainte très élevée à cause de la très petite taille de la surface d'application. Cela entraîne un démarrage de la fissure à un niveau de contrainte très faible. On évite ainsi d'avoir une quantité importante d'énergie élastique emmagasinée dans l'éprouvette.

Au fur et à mesure que la surface de rupture grandit, la machine doit fournir plus d'énergie pour continuer la propagation. L'énergie fournie par la machine sera ainsi complètement consommée par la rupture, ce qui facilite un meilleur contrôle de la propagation.

L'aire sous la courbe force-déplacement représentera le travail, W_{wof} , effectué pour obtenir deux nouvelles surfaces. La valeur ainsi obtenue est divisée par l'aire de ces surfaces ($2A$) pour obtenir l'énergie de rupture γ_{wof} [13].

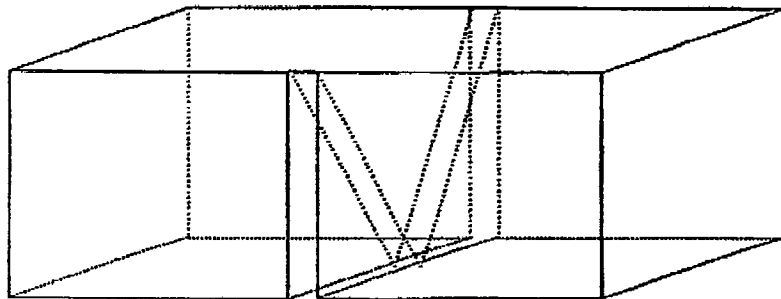


Figure 13 : Schéma d'une éprouvette entaillée en chevron

2.8 PARAMÈTRE CALCULÉS

À partir des grandeurs mesurées, soient le module d'Young E , le coefficient de poisson ν , le module de rupture σ_r , le coefficient de dilatation thermique α et l'énergie de rupture γ_{wof} , les paramètres de la résistance au chocs thermique, soient, R_{st} , R''' et R'''' ont été calculés selon les équations suivantes :

$$R_{st} = (\gamma_{wof} / \alpha^2 E)^{1/2}$$

$$R''' = E / \sigma_r^2 (1 - \nu)$$

$$R'''' = E \gamma / \sigma_r^2 (1 - \nu)$$

CHAPITRE 3 – RÉSUSLTATS EXPÉRIMENTAUX

3.1 INTRODUCTION

Comme déjà mentionné au début de ce rapport, le but de ce travail est d'évaluer une nouvelle technique de caractérisation de la résistance à l'endommagement des réfractaires soumis à des conditions de changement de température.

Pour ce faire, il faut d'abord comprendre les spécificités des matériaux réfractaires au niveau de leurs propriétés thermomécaniques ainsi que les mécanismes d'endommagement des réfractaires par fatigue thermique. Ensuite, il faut comparer la nouvelle technique de caractérisation de la résistance à l'endommagement des réfractaires soumis à des conditions de variation de température (la technique de résonance) avec une technique traditionnelle de caractérisation de la résistance aux chocs thermiques (la technique de propagation).

Ce chapitre présentera donc, en première partie, les valeurs des paramètres mesurés et calculés des sept matériaux, avec une brève comparaison de leurs propriétés thermomécaniques initiales.

Les résultats bruts de variation de rigidité relative des sept matériaux testés, en fonction du nombre de cycle, obtenues par les deux méthodes, sont ensuite présentés dans la deuxième partie de ce chapitre, afin de pouvoir les comparer.

La troisième partie, quant à elle, portera sur la comparaison des classements des sept matériaux par rapport aux différents paramètres mesurés et ceux calculés par les deux méthodes pour pouvoir juger de la performance de chacune d'elles.

En dernière partie, les classements obtenus par les deux méthodes seront comparés à celui obtenue à partir de la méthode destructive (le module de rupture) qui sera considérée ici comme référence afin de conclure sur leur efficacité.

3.2 GRANDEURS MESURÉES

Cette section présente tout d'abord les résultats des mesures expérimentales du module d'élasticité, du module de rupture, du coefficient de dilatation thermique et de l'énergie de rupture. Toutes ces mesures ont été faites dans le but, rappelons-le, d'expliquer le comportement aux chocs thermiques des matériaux.

Le tableau 2 présente l'ensemble de ces résultats.

Tableau 2 : Grandeurs mesurées des matériaux à l'état initial

	E_0 (GPa)	σ_0 (MPa)	α ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)	γ_{wof} (J/m^2)
F03-137/1	37,8	10,57	6,62	114
F03-137/2	125	32,74	7,86	87
F03-137/3	86,2	26,65	7,58	85
F03-137/4	45,1	15,45	6,67	77
F03-137/5	22,3	7,70	6,32	67
F03-137/6	25,2	10	6,07	80
F03-137/7	25	10,03	6,61	99

Un certain nombre de paramètres de performance ont ensuite été calculés à partir de ces valeurs expérimentales. Il s'agit des paramètres de résistance aux chocs thermiques les plus couramment utilisés : R''' , R'''' et R_{st}

Les valeurs obtenues de ces paramètres pour les sept matériaux testés sont présentées dans le tableau 3.

Tableau 3 : Paramètres de résistance au choc thermique des sept matériaux

	R''' (Pa^{-1})	R'''' (m)	R_{st} ($^{\circ}\text{C} \cdot \text{m}^{1/2}$)
F03-137/1	41	47	8,3
F03-137/2	14	12	3,4
F03-137/3	15	13	4,1
F03-137/4	23	18	6,2
F03-137/5	46	31	8,7
F03-137/6	31	25	9,3
F03-137/7	30	30	9,5

3.2.1 Comparaison des matériaux avant fatigue thermique

Dans le but d'avoir une idée sur leur performance, les sept matériaux utilisés dans ce travail ont été comparés par rapport à leurs paramètres avant fatigue thermique.

Les valeurs des modules de rupture des sept matériaux testés à l'état initial, σ_0 , de leur module d'élasticité avant les chocs thermiques, E_0 , des coefficients de dilatation

thermiques, α , et de leur énergie de rupture, γ_{wof} , sont illustrées respectivement aux figures 14, 15, 16 et 17.

D'après ces figures, le matériau F03-137/2 semble être le plus rigide et le plus résistant, suivi du matériau F03-137/3 puis de F03-137/4. Les modules de rupture et les modules d'élasticité des matériaux F03-137/1, F03-137/5, F03-137/6 et F03-137/7 sont pratiquement du même ordre de grandeur.

La figure 16 montre que les sept matériaux présentent des coefficients de dilatation thermique très proches.

De point de vue de l'énergie de rupture (figure 17), le matériau F03-137/1 semble être le meilleur, suivi du F03-137/7. Le matériau F03-137/5 est celui qui présente la plus basse énergie de rupture.

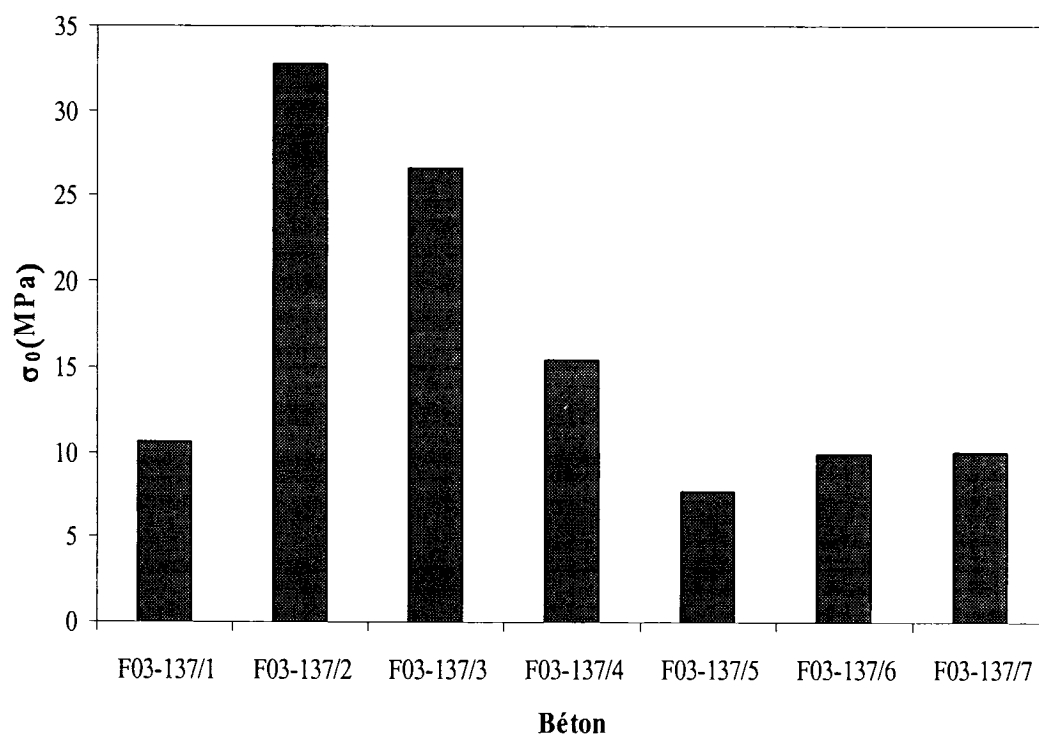


Figure 14 : Module de rupture des sept matériaux à l'état initial

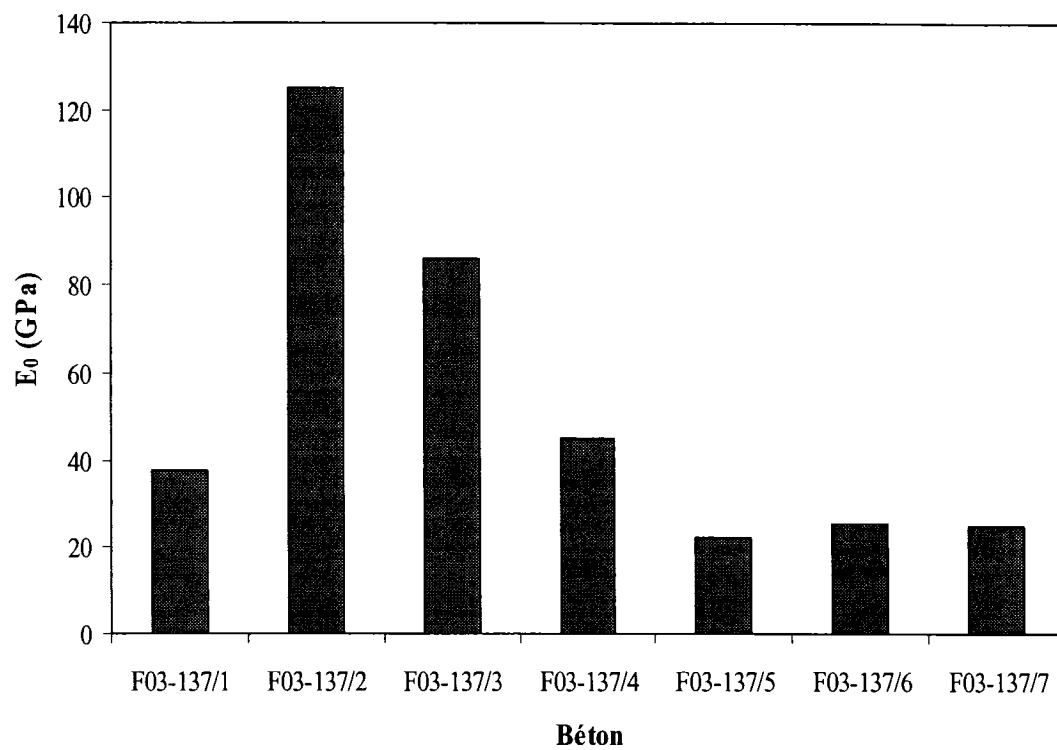


Figure 15 : Module d'élasticité des sept matériaux avant chocs thermiques

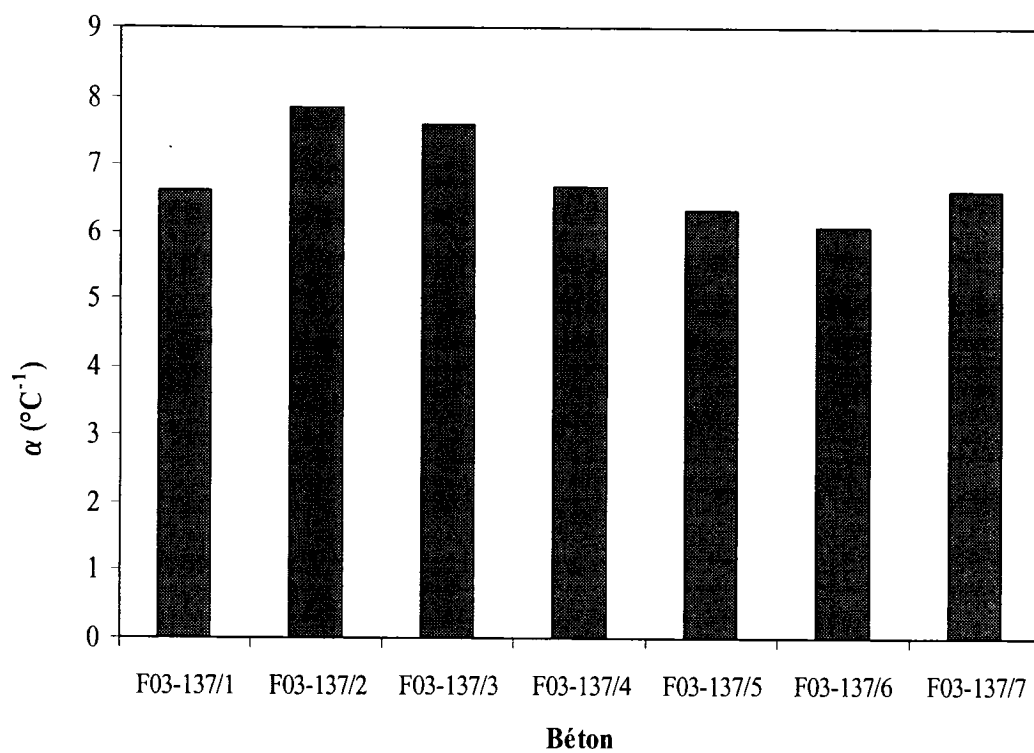


Figure 16 : Coefficient de dilatation thermique des sept matériaux.

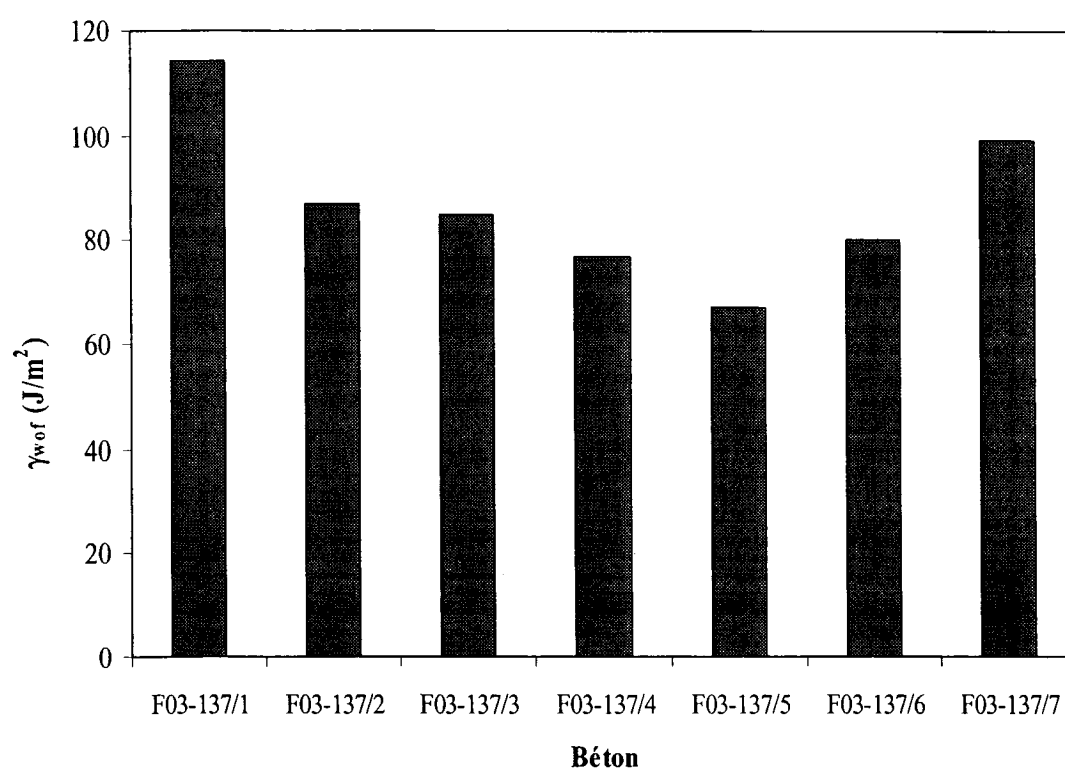


Figure 17 : Énergie de rupture des sept matériaux.

3.3 COMPARAISON DES DEUX MÉTHODES DE MESURE DES PROPRIÉTÉS ÉLASTIQUE

Les résultats bruts de variation de rigidité relative avec le nombre de cycles, pour les sept matériaux et aux deux niveaux de chocs thermiques, obtenus par les deux méthodes, et qui représentent les courbes d'évolution du dommage (CED), ont été mis en graphique sur des échelles logarithmiques comme le montre la figure 18.

Il est à constater d'après ces courbes que les pertes de rigidité après fatigue thermique à 800°C sont plus grandes que celles après fatigue à 400°C. Ceci est compréhensible puisque plus la température du test augmente, plus le choc est sévère et plus l'endommagement provoqué dans le matériau est grand.

D'autre part, on peut constater que toutes les courbes commencent pratiquement par le même point, c'est-à-dire qu'à l'état initial des matériaux les deux méthodes indiquent les mêmes valeurs de E_0 . Ceci prouve que les deux méthodes sont efficaces lorsqu'il s'agit de mesurer le module d'Young de matériaux vierges.

Au fur et mesure que les dommages augmentent dans les matériaux, traduit par l'augmentation du nombre de cycles, les courbes obtenues à partir des résultats des deux méthodes, tendent à s'éloigner l'une de l'autre. Ainsi, on remarque que les courbes obtenues par propagation sont au-dessus de celles obtenues par résonance pour pratiquement tous les matériaux, avec deux exceptions, soient les matériaux 2 et 7.

Sachant que ce sont les mêmes matériaux qui subissent les mesures de leur rigidité résiduelle par les deux méthodes, et en excluant l'idée que le V-meter soit non calibré (puisque'il nous a fourni les mêmes résultats que le Sonic-Byte pour les matériaux avant fatigue thermique), cette observation montre que la méthode de propagation tend à sous-estimer le niveau d'endommagement dans les matériaux et qu'elle ne nous renseigne pas exactement sur l'ampleur des dommages provoqués par fatigue thermique.

De plus, et même si ce n'est pas bien clair dans ces figures, l'écart type des résultats obtenus par propagation est beaucoup plus important que celui des résultats obtenus par résonance. Ceci reflète la difficulté rencontrée lors des manipulations pour reproduire les mêmes valeurs de la vitesse de propagation pour la même éprouvette (Il a fallu, entre autre, faire une moyenne de trois mesures).

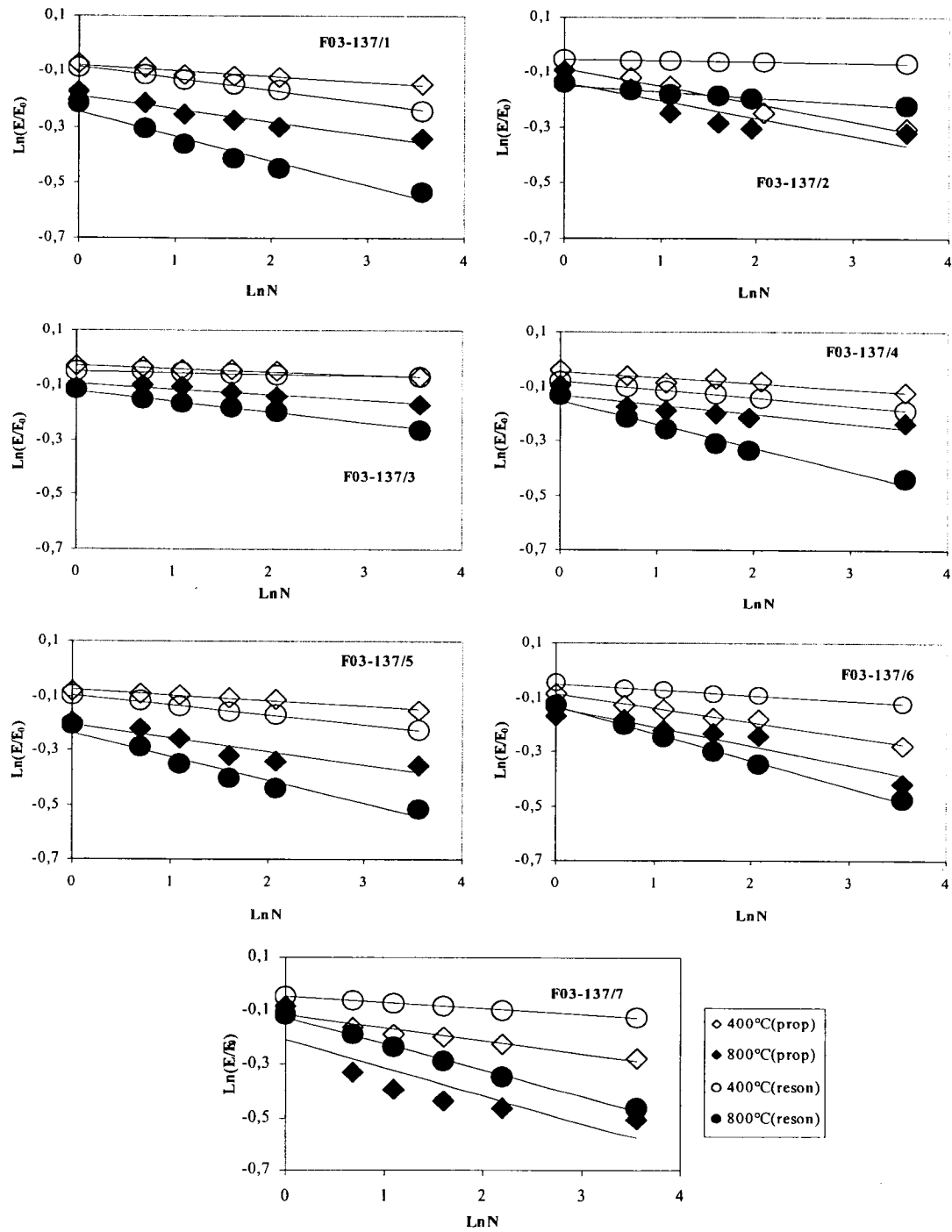


Figure 18: Évolution de la rigidité relative résiduelle en fonction de N pour différents ΔT .

3.4 CLASSEMENT DES MATÉRIAUX TESTÉS

La procédure adoptée pour pouvoir comparer les deux méthodes de mesure de l'endommagement des sept bétons consiste à classer ces derniers selon les différents paramètres obtenus à partir des deux méthodes, puis à comparer ces classements pour voir si les deux méthodes aboutissent aux mêmes résultats.

Cette partie sera divisée en deux sous parties : la première traitera des classements obtenus par rapport aux paramètres mesurés, alors que la deuxième portera sur les classements obtenus à partir des paramètres calculés.

3.4.1 Classements par rapport aux paramètres mesurés

Les paramètres mesurés, selon lesquels les matériaux ont été classés sont :

- E_5/E_0 : rigidité résiduelle relative après le 5ième cycle
- E_{35}/E_0 : rigidité résiduelle relative après le 35ième cycle
- $N_{1/2}$: nombre de cycles nécessaires pour atteindre $E/E_0 = 1/2$
- $N_{1/4}$: nombre de cycles nécessaires pour atteindre $E/E_0 = 1/4$

Sachant que $N_{1/2}$ et $N_{1/4}$ sont calculés à partir de l'équation :

$$N_k = \exp [(\ln(k) - b) / m]$$

où m et b sont, respectivement, la pente et l'ordonnée à l'origine des courbes $\ln (E/E_0) = f (\ln N)$

Et $k = 1/2, 1/4$

Les résultats obtenus sont illustrés dans les tableaux 4, 5, 6 et 7 qui présentent respectivement, (1) - les classements obtenus à partir de $N_{1/2}$ pour les deux méthodes et aux deux températures de chocs thermiques, (2) - les classements obtenus à partir de $N_{1/4}$ pour les deux méthodes et aux deux températures de chocs thermiques, (3) - les classements obtenus à partir de la rigidité relative résiduelle après 5 cycles, et (4) - la rigidité relative résiduelle après 35 cycles.

Tableau 4 : Classement par rapport à $N_{1/2}$

Classement	$\Delta T = 400^{\circ}\text{C}$				$\Delta T = 800^{\circ}\text{C}$			
	Résonance		Propagation		Résonance		Propagation	
	Béton	$N_{1/2}$	Béton	$N_{1/2}$	Béton	$N_{1/2}$	Béton	$N_{1/2}$
1	2	2E+68	3	1E+34	2	1E+11	3	2E+11
2	3	8E+58	5	2E+18	3	1E+6	4	2E+07
3	6	1E+14	4	2E+17	4	5E+2	1	6E+4
4	7	6E+12	1	5E+14	7	3,0E+2	2	2E+4
5	4	1E+9	6	1E+6	6	2,9E+2	6	1E+3
6	5	2E+7	7	1E+5	1	1E+2	5	9E+2
7	1	8E+6	2	4E+3	5	7E+1	7	2E+2

Tableau 5 : Classement par rapport à $N_{1/4}$

classement	$\Delta T = 400^{\circ}\text{C}$				$\Delta T = 800^{\circ}\text{C}$			
	Résonance		Propagation		Résonance		Propagation	
	Béton	$N_{1/4}$	Béton	$N_{1/4}$	Béton	$N_{1/4}$	Béton	$N_{1/4}$
1	2	3,4E+141	3	2,1E+69	3	63,9E+120	3	2,1E+24
2	3	63,9E+120	4	771,2E+33	2	11,1E+24	4	12,1E+15
3	6	113,9E+27	5	16,1E+33	4	1,7E+6	1	219,2E+9
4	7	280,0E+24	1	13,4E+30	5	895,6E+3	5	27,7E+9
5	4	23,5E+18	6	10,5E+12	1	307,2E+3	2	5,4E+9
6	5	1,0E+18	7	141,7E+9	6	296,5E+3	6	4,4E+6
7	1	518,0E+12	2	45,7E+6	7	280,8E+3	7	284,6E+3

Tableau 6 : Classement par rapport à E_5/E_0

classement	$\Delta T = 400^{\circ}\text{C}$				$\Delta T = 800^{\circ}\text{C}$			
	Résonance		Propagation		Résonance		Propagation	
	Béton	E_5/E_0	Béton	E_5/E_0	Béton	E_5/E_0	Béton	E_5/E_0
1	3	0,942	3	0,96	3	0,831	3	0,88
2	2	0,940	4	0,93	2	0,830	4	0,82
3	7	0,920	5	0,90	7	0,75	6	0,80
4	6	0,918	1	0,89	6	0,74	1	0,76
5	4	0,88	6	0,840	4	0,73	2	0,75
6	1	0,86	2	0,837	5	0,67	5	0,73
7	5	0,85	7	0,83	1	0,66	7	0,65

Tableau 7 : Classement par rapport à E_{35}/E_0

classement	$\Delta T = 400^{\circ}\text{C}$				$\Delta T = 800^{\circ}\text{C}$			
	Résonance		Propagation		Résonance		Propagation	
	Béton	E_{35}/E_0	Béton	E_{35}/E_0	Béton	E_{35}/E_0	Béton	E_{35}/E_0
1	3	0,94	3	0,94	2	0,80	3	0,84
2	2	0,93	4	0,90	3	0,77	4	0,77
3	6	0,89	5	0,87	4	0,63	2	0,71
4	7	0,88	1	0,86	7	0,619	1	0,70
5	4	0,83	6	0,78	6	0,615	6	0,66
6	1	0,799	7	0,75	1	0,57	5	0,64
7	5	0,798	2	0,71	5	0,54	7	0,58

Ces résultats montrent que les classements obtenus par résonance et propagation présentent d'importantes différences.

Les trois meilleurs ainsi que les trois pires matériaux ne sont pas les mêmes à 400°C ni à 800°C .

Le matériau le plus douteux est le F03-137/2 qui se classe, à 400°C , le premier par résonance et le dernier par propagation. Ceci confirme ce qui a été observé avec les courbes d'évolution de l'endommagement du matériau 2 et donc le comportement incompréhensible de ce dernier.

3.4.2 Classement par rapport au module de rupture

Puisque les classements obtenus par les deux méthodes sont différents, il est intéressant de les comparer avec une troisième méthode qui sera considérée comme référence.

D'où l'idée de classer les matériaux par rapport au module de rupture résiduel relatif après 35 cycles, et de les comparer aux classements obtenus à partir des paramètres non destructifs.

Le tableau 8 présente donc les résultats des classements obtenus à partir du module de rupture résiduel relatif après 35 cycles de fatigue thermique, aux deux températures.

Tableau 8 : Classement à partir du module de rupture résiduel relatif

classement	$\Delta T = 400^{\circ}\text{C}$		$\Delta T = 800^{\circ}\text{C}$	
	Béton	σ_{35} / σ_0	Béton	σ_{35} / σ_0
1	1	1,12	5	0,89
2	5	1,09	7	0,88
3	7	1,08	6	0,7604
4	4	1,02	1	0,7597
5	6	0,97	4	0,71
6	2	0,95	2	0,65
7	3	0,79	3	0,57

Comme on peut le constater, les classements basés sur la rigidité résiduelle sont exactement l'opposé de ceux basés sur la résistance résiduelle.

Ceci est une bonne démonstration du fait que les deux paramètres ne représentent pas la même chose. En fait, la résistance résiduelle relative est sensible à la variation de la taille des défauts critiques, alors que la rigidité relative résiduelle est sensible à la variation de la taille de tous les défauts, peu importe leurs tailles.

D'autre part, il faut faire attention avant de conclure à partir des résultats de la résistance relative résiduelle. Par exemple, malgré que le matériau F03-137/5 semble être le meilleur et le F03-137/ 3 le pire, la résistance résiduelle du F03-137/3 est plus que le double de celle du F03-137/5.

3.5 CLASSEMENT PAR RAPPORT AUX PARAMÈTRES CALCULÉS

Les paramètres calculés, selon lesquels les matériaux ont été classés ne sont autres que les paramètres de résistance à l'endommagement, soient R''' , R'''' et R_{st} .

Puisque les paramètres de résistance à l'endommagement dépendent tous les trois du module d'Young initial, E_0 , et vue que les deux méthodes produisent pratiquement des résultats identiques pour E_0 (voir paragraphe 3.3), ces paramètres ont été calculés à partir des modules d'Young initiaux obtenus par résonance.

Les résultats obtenus sont illustrés aux tableaux 9, 10 et 11 qui présentent respectivement, les classements obtenus à partir de R''' , R'''' et R_{st} .

Tableau 9 : Classement par rapport à R'''

Classement	Béton	R'''
1	5	45,8
2	1	41,2
3	6	30,7
4	7	30,3
5	4	23,0
6	3	14,8
7	2	14,2

Tableau 10 : Classement par rapport à R''''

Classement	Béton	R''''
1	1	46,8
2	5	30,6
3	7	29,8
4	6	24,6
5	4	17,7
6	3	12,5
7	2	12,4

Tableau 11 : Classement par rapport à R_{st}

Classement	Béton	R_{st}
1	7	9,5
2	6	9,3
3	5	8,7
4	1	8,3
5	4	6,2
6	3	4,1
7	2	3,4

Ces résultats montrent que les classements par rapport à R''' et R'''' sont presque identiques. De plus, si on examine l'expression des trois paramètres, R''' et R'''' et R_{st} , et qu'on tient compte de la remarque faite au paragraphe 3.2.1 à savoir que les matériaux F03-137/1, F03-137/5, F03-137/6 et F03-137/7 ont des modules de rupture et des modules d'Young du même ordre de grandeur, on peut dire que le classement obtenu par rapport à R_{st} est lui aussi identique aux deux autres.

En comparant ces classements avec ceux obtenus à partir des rigidités résiduelles relatives après 5 ou 35 cycles, on remarque qu'ils sont exactement l'inverse de ceux obtenus par résonance, alors que ceux obtenus par propagation ne présentent aucun lien avec ces classements.

De plus, ces classements sont identiques à ceux obtenus à partir du module de rupture résiduel relatif.

3.6 DISCUSSION

En récapitulation, les classements obtenus à partir des rigidités résiduelles relatives après 5 et 35 cycles, et par résonance, sont pratiquement l'inverse de ceux obtenus à partir des modules de rupture résiduels relatifs.

De plus, les classements obtenus à partir des trois paramètres de résistance à l'endommagement sont corrélés à ceux obtenus à partir des modules de rupture résiduels relatifs, et donc l'inverse de ceux obtenus à partir des rigidités résiduelles relatives par résonance.

Ceci est interprétable, en se référant à [26], où il est mentionné que la prédiction de la performance d'un réfractaire sollicité thermiquement fait appel à plusieurs critères qui sont souvent contradictoires. La définition de la performance du produit réfractaire est alors une somme de qualités du matériau dont l'adéquation avec la réalité industrielle se concrétise par un bon ou un mauvais résultat.

En fait, et d'après le tableau 12 qui représente qualitativement l'influence de quelques propriétés des matériaux réfractaires, on remarque que la résistance aux chocs thermiques varie inversement aux modules d'élasticité.

C'est peut être ce qui explique le fait que les classements obtenus à partir de ces paramètres sont inverses.

De plus, et d'après l'expression du paramètre de résistance à l'endommagement, $R_{st} (\gamma^{1/2}/\alpha E^{1/2})$, qui montre que ce dernier est inversement proportionnelle à la racine carrée du module d'élasticité, ceci montre que les deux paramètres varient inversement, d'où les résultats inverses observés au niveau des classements obtenus à partir de ces deux paramètres.

Nous pouvons donc conclure que les classements obtenus par rapport à R_{st} sont en accord avec ceux obtenus par rapport à la rigidité résiduelle relative déterminée par résonance.

A partir de ce fait, et vue que ces deux paramètres, soient R_{st} et la rigidité résiduelle relatives obtenues par résonance, produisent les mêmes résultats, nous pouvons conclure que c'est plutôt R_{st} qui devrait être considéré pour caractériser la résistance à l'endommagement des bétons réfractaires testés lors de cette étude.

Cela nous permet de conclure que ces sept bétons contiennent des fissures longues qui se sont propagées pour entraîner l'endommagement, puisque R_{st} est un paramètre de résistance à la propagation quasi-statique des fissures longues.

R''' et R'''' sont donc à écarter puisqu'ils représentent la résistance à la propagation dynamique de fissures courtes.

Nous pouvons, à partir de là, considérer les résultats de R_{st} comme référence, lesquels sont en accord avec les résultats de module d'élasticité obtenus par résonance et en désaccord avec ceux obtenus par propagation.

Tableau 12 : Représentation qualitative de l'influence mutuelle de quelques propriétés des réfractaires [26].

	Résistance mécanique	Résistance aux chocs thermiques	Modules d'élasticité
Résistance mécanique	↗ ↘ -	↘ ↗	↗ ↘
Résistance aux chocs thermiques	↗ ↘ ↘ ↗	-	↘ ↗
Modules d'élasticités	↗ ↗ ↘ ↘	↘ ↗	-

CONCLUSION GÉNÉRALE

La demande ascendante de matériaux réfractaires pour des applications dans les industries métallurgiques, telle que la production d'aluminium, est due à leur bonne résistance mécanique à haute température. Cependant, les réfractaires utilisés dans les procédés mis en jeu sont soumis à des conditions d'utilisation souvent très sévères. Les principaux mécanismes d'usure se résument à la corrosion, l'érosion et le choc thermique. Ces processus agissent souvent simultanément dans la dégradation des réfractaires.

Le phénomène de choc thermique se manifeste par une rupture catastrophique lors des changements brusques de température, et se distingue des autres mécanismes de dégradation par le fait qu'il s'agit d'un processus à caractère discontinu, par opposition aux autres mécanismes qui agissent de façon continue et qui ont donc des effets prévisibles. L'action répétitive du choc thermique donne lieu au phénomène de fatigue thermique.

L'étude de la résistance à la fatigue thermique des matériaux réfractaires est très complexe, puisqu'elle fait appel à plusieurs phénomènes et dépend de plusieurs paramètres. En fait, les résultats des études sont souvent non reproductibles, ils varient avec le type de matériau, la forme des pièces étudiées, et surtout avec la technique utilisée.

L'étude de la performance des techniques utilisées pour la caractérisation de l'endommagement par fatigue thermique s'avère donc indispensable.

L'objectif principal de ce travail était donc d'évaluer une nouvelle technique de caractérisation de l'endommagement des réfractaires soumis à des conditions de

variation de température, en comparant les résultats obtenus par cette nouvelle technique avec ceux obtenus à partir d'une technique traditionnelle de caractérisation de la résistance aux chocs thermiques.

Le travail consistait donc à faire subir à un ensemble d'échantillons des tests de choc thermique, au laboratoire, et à mesurer leur rigidité résiduelle au moyen de deux méthodes acoustiques: La méthode de résonance (la nouvelle) et la méthode de propagation (la traditionnelle).

Le but était de vérifier si les deux méthodes produisent la même information, et si elles mènent aux mêmes conclusions. Il s'agissait donc d'une étude comparative de ces deux méthodes expérimentales.

Laquelle de ces deux méthodes est la plus favorable pour estimer la résistance à la fatigue thermique des produits réfractaires ?

Les résultats ont montré que la méthode de propagation tend à sous estimer le niveau d'endommagement dans les matériaux et qu'elle ne nous renseigne pas exactement sur l'ampleur des dommages provoqués par fatigue thermique.

De plus, l'écart type des résultats obtenus par propagation est beaucoup plus important que celui des résultats obtenus par résonance, ce qui favorise le choix de cette dernière méthode.

D'autre part, la comparaison des classements obtenus à partir des paramètres mesurés par les deux méthodes présentent d'importantes différences. En effet, les résultats obtenus à partir du paramètre de résistance à la propagation quasi-statique des fissures longues (soit le paramètre caractéristique des bétons testés dans ce travail) sont

en accord avec les résultats obtenus par résonance contrairement à ceux obtenus par propagation.

Toutes ces constatations, avec l'ajout de la difficulté rencontrée lors des manipulations pratiques pour reproduire les mêmes valeurs de la vitesse de propagation pour la même éprouvette, montrent que la méthode de résonance est la plus sensible à l'endommagement créé dans le matériau, et qu'elle produit des résultats et des classements plus stables.

C'est donc présentement la méthode qui semble être la plus efficace pour la caractérisation de la résistance à l'endommagement par fatigue thermique des matériaux réfractaires.

D'autre part, et d'après la différence observée dans les classements obtenus à partir des rigidités résiduelles relatives et des modules de rupture résiduels relatifs, cette étude nous a permis de confirmer le fait que le module de rupture et le module d'élasticité sont deux propriétés complémentaires de caractérisation du niveau d'endommagement des matériaux réfractaires.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] LEWIS D., RICE R. W. (1981). Thermal shock fatigue of monolithic ceramics and ceramic-ceramic particule composite. Engineering Science Proceeding, vol 2, 712-718.
- [2] McCOLLUM, J. M. (1989). Advanced refractories for aluminium melting furnaces. TMS Light Metals Proceeding, 807-813.
- [3] ALLAIRE, C. (1992). Refractories for the lining of holding and melting furnaces. CIM Light Metals Proceeding, 163-174.
- [4] QUESNEL, S. et al. (1996). Corrosion of refractories at the bellyband of aluminium malting and holding furnaces. TMS Light Metals Proceeding, 661-667.
- [5] ALLAIRE C. (2000). Cours de céramiques 5.558, notes de cours.
- [6] ALLAIRE C. (2001). Cours de métallurgie de l'aluminium, notes de cours, partie I et II.
- [7] HASSELMAN D.P.H. (1963). Elastic energy at fracture and surface energy as design criteria for thermal shock. Journal of the American Ceramic Society, vol 46, no 11, pp. 535-540.
- [8] BOLEY B. A., WEINER J. H. (1960). Theory of thermal stresses. John Wiley and sons.
- [9] TIMOSHENKO S., GOODIER J.N. (1951). Theory of elasticity. McGraw-Hill.

- [10] NAKAYAMA, J., ISHIZUKA, M. (1966). Experimental evidence for thermal shock damage resistance. *Ceramic Bulletin*, vol 45, no 7, 666-669.
- [11] HASSELMAN D.P.H. (1971). *Ceramics in severe environments*. Plenum, 89-103
- [12] HASSELMAN, D. P. H. (1996). On the nature crack propagation during thermal shock of brittle ceramics. *Fracture mechanics of ceramics*, vol 11, Edited by Bradt, Plenum Press, New York, 485-494.
- [13] SAKAI M., BRADT R. C. (1993). Fracture toughness testing of brittle materials. *International Materials Reviews*, vol 38, no 2, 53-78,
- [14] LARSON D. R. et al. (1974). Fracture toughness and spalling behavior of high Al_2O_3 refractories. *Journal of the American Ceramic Society*, Vol 57, no 10, 417-421.
- [15] DAVIDGE R.W., TAPPIN G. (1968). The effective surface energie of brittle materials. *Journal of Materials Science*, vol 3, 165-173.
- [16] NAKAYAMA J. (1965). Direct measurement of fracture energies of brittle heterogeneous materials. *Journal of the American Ceramic Society*, vol 48, no 11, 583-587,
- [17] HASSELMAN D.P.H. (1969). Unified theory of thermal shock fracture and crack propagation in brittle ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, vol 52, no 11, 600-604.
- [18] MUNZ D., et al. (1980). Fracture toughness determination of Al_2O_3 using four-point-bend specimens with straight-through and chevron notches. *Journal of the American Ceramic Society*, vol 63, no 5-6, 300-305.

- [19] MASON, W.P., (1964), Physical Acoustic. Principal and Methods, Academic Press, New York and London, vol1, part A.
- [20] ASTM Standard C1548-02. Standard test for Dynamic Young's modulus, shear modulus, and poisson's ratio of refractory materials by impulse excitation of vibration. Annual book of ASTM standards.
- [21] ASTM Standard C1259-94. Standard test methods for dynamic Young's, shear modulus, and poisson's ratio for advanced ceramics by impulse excitation of vibration. Annual book of ASTM standards, vol 15.02, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA.
- [22] ASTM Standard C1161-02c. Standard test for flexural strength of advanced ceramics at ambient temperature, Annual book of ASTM standards.
- [23] NIELSON, T. H., LEIPOLD, M. H. (1963). Thermal expansion in air of ceramic oxides to 2200°C. Journal of the American Ceramic Society, vol 46, no 8, 381-387.)
- [24] ASTM Standard C1421-01b. Standard test method for determination of fracture toughness of advanced ceramics at ambient temperature. Annual book of ASTM standards.
- [25] PANDOLFELLI V. C., SALVINI V. C., BRADT P. O., NORONHA R. T. AND MATTOS V., (1993). Influence of mullite-zirconia aggregate addition on the thermomechanical properties of high-alumina refractories, UNITECR 93, Sao-Paulo, Brasil American Ceramic society 282-291.

[26] NONNET E., (1999). Etude de la température ambiante à 1600°C, par méthode ultrasonore, de réfractaires monolithiques, Thèse de doctorat de l'université Paris VI.