

## **NOTE TO USERS**

**This reproduction is the best copy available.**

UMI



UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉTUDE THÉORIQUE ET EXPÉRIMENTALE DE LA CORRÉLATION ENTRE  
LA RÉSISTANCE AUX CHOCS THERMIQUES ET AUX CHOCS  
MÉCANIQUES DES MATÉRIAUX RÉFRACTAIRES UTILISÉS DANS LES  
FOURS DE TRAITEMENT DE L'ALUMINIUM.

MOHAMED JAMAL EDDINE SEBBANI  
DÉPARTEMENT DE GÉNIE PHYSIQUE ET DE GÉNIE DES MATÉRIAUX  
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

THÈSE PRÉSENTÉE EN VUE DE L'OBTENTION  
DU DIPLÔME DE PHILOSOPHIAE DOCTOR (Ph.D.)  
(GÉNIE MÉTALLURGIQUE)

25 mai 2001

© Mohamed Jamal Eddine Sebbani, 2001.



**National Library  
of Canada**

**Acquisitions and  
Bibliographic Services**

**395 Wellington Street  
Ottawa ON K1A 0N4  
Canada**

**Bibliothèque nationale  
du Canada**

**Acquisitions et  
services bibliographiques**

**395, rue Wellington  
Ottawa ON K1A 0N4  
Canada**

*Your file Votre référence*

*Our file Notre référence*

**The author has granted a non-exclusive licence allowing the National Library of Canada to reproduce, loan, distribute or sell copies of this thesis in microform, paper or electronic formats.**

**L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque nationale du Canada de reproduire, prêter, distribuer ou vendre des copies de cette thèse sous la forme de microfiche/film, de reproduction sur papier ou sur format électronique.**

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

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

**0-612-65550-4**

**Canada**

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Cette thèse intitulée:

ÉTUDE THÉORIQUE ET EXPÉRIMENTALE DE LA CORRÉLATION ENTRE  
LA RÉSISTANCE AUX CHOCS THERMIQUES ET AUX CHOCS  
MÉCANIQUES DES MATÉRIAUX RÉFRACTAIRES UTILISÉS DANS LES  
FOURS DE TRAITEMENT DE L'ALUMINIUM.

Présentée par : SEBBANI, Mohamed Jamal Eddine

En vue de l'obtention du diplôme de : Philosophiae Doctor

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

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

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

M. FASSI-FEHRI Omar, Ph. D., membre

M. VERREMAN Yves, Ph. D., membre

*Nos prédécesseurs nous ont apporté les fruits de leurs esprits et, grâce à eux, nous sommes parvenus à un degré de connaissance qu'il n'avait pu atteindre. Pour nous et pour nos prédécesseurs il n'est pas possible d'atteindre seuls la vérité. Chacun de nous ne peut atteindre qu'une parcelle de vérité, mais ces parcelles ajoutées les unes les autres font une science considérable. Il nous faut donc avoir une grande reconnaissance à l'égard de ceux qui nous ont permis d'être leurs associés en partageant les fruits de leur pensée. Si ceux-ci n'avaient pas existé, il nous aurait été impossible malgré nos recherches les plus poussées, durant des vies entières, de connaître les premiers principes des problèmes ardues que nous cherchions à résoudre.*

Mohamed Ibn Rushd (Averroes)

Philosophe et Scientifique

Né en 1126 et mort en 1198 à Marrakech (Maroc)

## DÉDICACE

*L'intolérance commence toujours par des banalités...*

*...elle finit toujours par des drames.*

*Certaines personnes pensent qu'on a trop parlé de l'Holocauste...*

*...quand j'essaye de compter le nombre de victimes tombées à cause de la même  
intolérance depuis 1945, je crois que c'est plutôt l'inverse :  
nous en avons parlé trop peu!*

*Je dédie ce travail aux victimes de discrimination sous toutes ses formes :  
raciale, ethnique, culturelle, religieuse, politique, sexuelle, d'orientation sexuelle, ...*

**À la mémoire des victimes du 6 décembre 1989**

**Assassinées parce qu'elles étaient des ... filles!**

Je dédie cette thèse à ma famille et en particulier :

À ma fille Meryam

À ma femme Ouafae

À mes Frères et Sœurs

À ma nièce Rim et à mon neveu Oussamae

À ma Mère

À mon Père

À mes oncles et tantes

À mes cousins et cousines

À tous mes amis

## 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.), 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.

Je remercie également le professeur Michel RIGAUD, directeur du CIREP, pour ses conseils au cours des nombreuses discussions que nous avons eues tout au long de ce travail. Je tiens à le remercier aussi pour avoir accepté de présider le jury de cette thèse.

Je tiens à remercier particulièrement le professeur monsieur Omar FASSI-FEHRI d'avoir accepté d'être membre du jury de cette thèse malgré ses grandes responsabilités d'état au Maroc. Je lui adresse mes vifs remerciements pour avoir accepté de se déplacer de si loin.

Mes sincères remerciements au professeur Yves VERREMAN pour ses conseils judicieux. Je tiens à le remercier aussi d'avoir accepté de faire partie de ce jury.

J'aimerais remercier le professeur Bernard SANSCHAGRIN d'avoir accepté d'être le représentant du doyen dans le jury de cette thèse.

Au cours d'une période d'un peu plus de quatre ans passés au CIREP, j'ai connu un groupe de personnes très sympathiques toujours prêtes à donner un coup de main. Je tiens à remercier toutes les personnes qui ont fait partie de ce groupe durant ces quatre années. J'aimerais toutefois remercier particulièrement monsieur Jean Phillippe BOUCHRD pour son aide incontournable au laboratoire. Je voudrais aussi remercier Madame Huguette RIOUX d'avoir mis dans sa tâche beaucoup de cœur. J'aimerais dire un grand merci à mon collègue et ami Nicodème NTAKABURIMVO pour m'avoir soutenu et initié, particulièrement à mon arrivée au Québec.

Et bien sur, merci à Ouafae, mon épouse, qui m'a supporté tout au long de ce travail.

## RÉSUMÉ

Utilisés comme revêtement des fours, les matériaux réfractaires sont exposés à des conditions de service très sévères. Plusieurs mécanismes de dégradations contribuent à leur détérioration. Il s'agit des chocs thermiques, des chocs mécaniques, de la corrosion et de l'abrasion. La compréhension de la résistance à la dégradation causée par chaque mécanisme est essentielle à la prédiction de la durée de vie des réfractaires. Cependant, l'étude de ces mécanismes séparément n'est pas suffisante puisque ces matériaux subissent toutes ces sollicitations en service. L'étude de la corrélation, entre la résistance à chacun de ces mécanismes, est alors incontournable. Ce travail est une étude théorique et expérimentale sur la corrélation entre la résistance aux chocs thermiques et aux chocs mécaniques des matériaux réfractaires utilisés dans les fours de maintien et de refonte de l'aluminium. Cette étude s'est déroulée en trois étapes: la première a été consacrée aux chocs thermiques, la deuxième aux chocs mécaniques et la dernière à leur corrélation.

L'étude des chocs thermiques a permis de montrer que les approches de Bahr et d'Hasselman sont équivalentes, et qu'elles peuvent être fusionnées en une approche unique. Cette généralisation a permis de scinder les modèles théoriques en deux grands groupes : le modèle d'Hasselman et celui d'Harmuth. Cependant, aucune de ces deux approches ne peut décrire le comportement de tous les matériaux réfractaires soumis aux chocs thermiques. Ainsi, la généralisation de l'approche d'Hasselman est d'autant plus valide que les matériaux considérés sont denses alors que celle d'Harmuth l'est dans le cas contraire. L'étude de l'influence de la porosité sur l'énergie de rupture a permis d'expliquer le comportement des matériaux moins denses. Enfin, cette partie de l'étude a permis d'établir que pour chaque catégorie de réfractaire on peut corréler, avec la résistance aux chocs thermiques, des paramètres de performances particuliers.

L'étude des chocs mécaniques a établi, de manière théorique et expérimentale, que la résistance des matériaux réfractaires peut être corrélée avec le paramètre  $\left( \frac{\sigma_0^2}{E\gamma_{wof}} \right)^{\frac{n-2}{2}}$ . Ce nouveau paramètre a permis d'expliquer la corrélation statistique entre la résistance aux impacts mécaniques et le paramètre  $\sigma_0 \times R_{st}$  établi par des travaux antérieurs. L'influence du frittage qui consiste à rendre les réfractaires plus résistants à ce type de sollicitations, notamment en diminuant le coefficient "n", a été démontrée. Cette partie de l'étude a permis d'établir l'équivalence entre la fatigue thermique et la fatigue par impacts mécaniques. Le gradient thermique imposé dans le premier cas joue le même rôle que la hauteur du projectile dans le second cas.

L'examen de la corrélation entre les deux mécanismes a permis de montrer, de façon théorique et expérimentale, que les sollicitations mécaniques et thermiques ne peuvent être corrélées qu'exceptionnellement. Dans le cas des chocs thermiques, qui sont des sollicitations à déformation imposée, ce sont les fissures les plus courtes qui sont les plus dangereuses. Par contre dans le cas des chocs mécaniques, qui sont des sollicitations à contrainte imposée, ce sont les fissures les plus longues qui sont les plus néfastes. Ces résultats excluent, au premier abord, toute similitude entre ces deux mécanismes. Toutefois le frittage peut modifier cette situation en affectant l'énergie de rupture. Il a été établi que tout ce qui contribue à augmenter le frittage va diminuer la corrélation entre les deux mécanismes. Ainsi, lorsque le frittage est faible, on peut maximiser la résistance aux deux mécanismes simultanément. Par contre, lorsque le degré de frittage est élevé, il faut faire un choix et maximiser la résistance à un seul de ces deux mécanismes.

## ABSTRACT

As they are used to line furnaces, refractory materials are exposed to very severe conditions. Several degradation mechanisms contribute to their deterioration. These conditions are thermal shock, mechanical shock, corrosion and abrasion. Understanding degradation resistance caused by each mechanism is essential to predict the life of the refractories. However, studying the degradation mechanisms separately is not sufficient as these materials are subjected to all of them in service. A study of the correlation between the resistance to each of these mechanisms is therefore essential. This work is a theoretical and experimental study of the correlation between the resistance to thermal shock and mechanical shock of refractory materials. The work was carried out in three steps. The first was the study of thermal shock, the second of mechanical shock and the third their correlation.

The study of thermal shock showed that the Bahr and Hasselman approaches are alike and that they can be combined into a single, more general approach. This generalisation allowed the division of the theoretical models into two groups: the Hasselman model and the Harmuth model. However, neither of these approaches can predict the behaviour of all refractory materials submitted to thermal shock. Therefore, the generalisation of the Hasselman approach is more appropriate for more dense materials while the Hartmuth approach is more appropriate for less dense materials. The influence of porosity on the energy of rupture helped to explain the behaviour of the less dense material. The absence of generalisation in this case allows those parameters that could be correlated with thermal shock resistance to be dependent on the type of refractory. The degree of sintering, in particular, plays a determining role here.

The study of mechanical shock provided a better understanding this mechanism. The work performed showed, theoretically and experimentally, that the resistance of the refractory materials could be correlated with the parameter  $\left( \frac{\sigma_0^2}{E\gamma_{wof}} \right)^{\frac{n-2}{2}}$ . This new parameter helped to explain the statistical correlation between the resistance to mechanical impact and the  $\sigma_0 \times R_{st}$  parameter established in earlier work. The sintering influence, which makes the refractories more resistant to this type of demand, notably by reducing the "n" coefficient, was shown. This part of the study allowed the establishment of equivalence between thermal fatigue and fatigue by mechanical impact. The thermal gradient imposed in the first case plays the same role as the height of the projectile in the second case.

An evaluation of the correlation between the two mechanisms demonstrated, theoretically and experimentally, that the mechanical and thermal demands could only be exceptionally correlated. In the case of thermal shock, which are imposed deformation demands, it is the shorter cracks which are the most dangerous. However, in the case of mechanical shock, which is constraint imposed, it is the longer cracks that are the most harmful. These results exclude, at first glance, all similarities between the two mechanisms. However, sintering, for example, can change this situation by affecting the energy of rupture. It was established that everything that contributes to increasing sintering would decrease the correlation between the two mechanisms. Therefore, when there is little sintering, the resistance to the two mechanisms can be increased simultaneously. However, when the degree of sintering is high, only the resistance to one of the mechanisms can be maximised. Therefore the refractory materials are poorly matched and contain products whose behaviour resembles that of civil engineering concrete or that behaviour is closer to that of dense ceramic.

## TABLE DES MATIÈRES

|                                           |        |
|-------------------------------------------|--------|
| DÉDICACE .....                            | V      |
| REMERCIEMENTS.....                        | VII    |
| RÉSUMÉ.....                               | IX     |
| ABSTRACT .....                            | XI     |
| TABLE DES MATIÈRES .....                  | XIII   |
| LISTE DES TABLEAUX .....                  | XVIII  |
| LISTE DES FIGURES.....                    | XX     |
| LISTE DES ANNEXES .....                   | XXIV   |
| LISTE DES SIGLES ET DES ABRÉVIATIONS..... | XXV    |
| AVANT-PROPOS .....                        | XXVIII |
| INTRODUCTION.....                         | 1      |
| CHAPITRE 1. REVUE BIBLIOGRAPHIQUE .....   | 4      |
| 1.1 Introduction.....                     | 4      |
| 1.2 Matériaux réfractaires.....           | 4      |

|                                                                |                                                                           |            |
|----------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------|------------|
| 1.2.1                                                          | Constitution des matériaux réfractaires .....                             | 5          |
| 1.2.2                                                          | Propriétés des matériaux réfractaires.....                                | 9          |
| 1.2.3                                                          | Performances des matériaux réfractaires.....                              | 10         |
| 1.2.4                                                          | Relations entre la constitution, les propriétés et les performances ..... | 10         |
| <b>1.3</b>                                                     | <b>Mécanique de la rupture .....</b>                                      | <b>11</b>  |
| 1.3.1                                                          | Rupture brutale.....                                                      | 11         |
| 1.3.2                                                          | Propagation sous-critique .....                                           | 27         |
| <b>1.4</b>                                                     | <b>Chocs thermiques.....</b>                                              | <b>29</b>  |
| 1.4.1                                                          | Introduction .....                                                        | 29         |
| 1.4.2                                                          | Contraintes thermiques.....                                               | 29         |
| 1.4.3                                                          | Chocs thermiques critiques .....                                          | 31         |
| 1.4.4                                                          | Chocs thermiques sous-critiques .....                                     | 58         |
| 1.4.5                                                          | Conclusion.....                                                           | 60         |
| <b>1.5</b>                                                     | <b>Chocs mécaniques .....</b>                                             | <b>61</b>  |
| 1.5.1                                                          | Introduction .....                                                        | 61         |
| 1.5.2                                                          | Choc simple (critique).....                                               | 62         |
| 1.5.3                                                          | Chocs répétés (sous-critique) .....                                       | 75         |
| 1.5.4                                                          | Conclusion.....                                                           | 76         |
| <b>1.6</b>                                                     | <b>Corrosion .....</b>                                                    | <b>78</b>  |
| 1.6.1                                                          | Introduction .....                                                        | 78         |
| 1.6.2                                                          | Corrosion sous contrainte dans le cas des métaux.....                     | 78         |
| 1.6.3                                                          | Corrosion sous contrainte dans le cas des céramiques .....                | 83         |
| 1.6.4                                                          | Corrosion des matériaux réfractaires.....                                 | 86         |
| 1.6.5                                                          | Conclusion.....                                                           | 96         |
| <b>1.7</b>                                                     | <b>Corrélation entre les chocs thermiques et mécaniques.....</b>          | <b>97</b>  |
| <b>CHAPITRE 2. POSITION DU PROBLÈME.....</b>                   |                                                                           | <b>98</b>  |
| <b>CHAPITRE 3. MATÉRIAUX ET PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES.....</b> |                                                                           | <b>100</b> |
| <b>3.1</b>                                                     | <b>Introduction.....</b>                                                  | <b>100</b> |

|                                                     |                                                           |            |
|-----------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------|------------|
| <b>3.2</b>                                          | <b>Nature et préparations des matériaux utilisés.....</b> | <b>100</b> |
| 3.2.1                                               | Composition chimique .....                                | 100        |
| 3.2.2                                               | Composition minéralogique .....                           | 101        |
| 3.2.3                                               | Préparation des échantillons.....                         | 101        |
| <b>3.3</b>                                          | <b>Propriétés des matériaux étudiées .....</b>            | <b>104</b> |
| 3.3.1                                               | Propriétés mesurées.....                                  | 104        |
| 3.3.2                                               | Paramètres calculés .....                                 | 108        |
| <b>3.4</b>                                          | <b>Performances des matériaux utilisées .....</b>         | <b>111</b> |
| 3.4.1                                               | Chocs thermiques .....                                    | 111        |
| 3.4.2                                               | Chocs mécaniques.....                                     | 112        |
| 3.4.3                                               | Corrosion.....                                            | 115        |
| 3.4.4                                               | Montage expérimental.....                                 | 115        |
| <b>CHAPITRE 4. ÉTUDE DES CHOCS THERMIQUES .....</b> |                                                           | <b>125</b> |
| <b>4.1</b>                                          | <b>Introduction.....</b>                                  | <b>125</b> |
| <b>4.2</b>                                          | <b>Étude théorique .....</b>                              | <b>126</b> |
| 4.2.1                                               | Discussion des trois approches.....                       | 126        |
| 4.2.2                                               | Généralisation du modèle d'Hasselman .....                | 129        |
| 4.2.3                                               | Influence de la nature du matériau .....                  | 137        |
| <b>4.3</b>                                          | <b>Étude expérimentale .....</b>                          | <b>146</b> |
| 4.3.1                                               | Procédure expérimentale .....                             | 146        |
| 4.3.2                                               | Résultats et discussions .....                            | 146        |
| <b>4.4</b>                                          | <b>Conclusions.....</b>                                   | <b>157</b> |
| <b>CHAPITRE 5. ÉTUDE DES CHOCS MÉCANIQUES.....</b>  |                                                           | <b>159</b> |
| <b>5.1</b>                                          | <b>Introduction.....</b>                                  | <b>159</b> |
| <b>5.2</b>                                          | <b>Étude théorique .....</b>                              | <b>160</b> |
| 5.2.1                                               | Loi de Paris .....                                        | 160        |
| 5.2.2                                               | Durée de vie en fatigue par impacts .....                 | 161        |

|                                                                                             |                                                                 |            |
|---------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------|------------|
| 5.2.3                                                                                       | Paramètre de performance .....                                  | 163        |
| 5.2.4                                                                                       | Énergie .....                                                   | 164        |
| 5.2.5                                                                                       | Corrélation avec la fatigue thermique .....                     | 165        |
| 5.2.6                                                                                       | Interprétation .....                                            | 166        |
| <b>5.3</b>                                                                                  | <b>Étude expérimentale .....</b>                                | <b>168</b> |
| 5.3.1                                                                                       | Matériaux et méthode .....                                      | 168        |
| 5.3.2                                                                                       | Résultats et discussions .....                                  | 169        |
| <b>5.4</b>                                                                                  | <b>Conclusion .....</b>                                         | <b>175</b> |
| <br><b>CHAPITRE 6. CORRÉLATION ENTRE LES CHOCs THERMIQUES ET LES CHOCs MÉCANIQUES .....</b> |                                                                 | <b>176</b> |
| <b>6.1</b>                                                                                  | <b>Introduction .....</b>                                       | <b>176</b> |
| <b>6.2</b>                                                                                  | <b>Étude théorique .....</b>                                    | <b>178</b> |
| 6.2.1                                                                                       | Sollicitations thermiques .....                                 | 178        |
| 6.2.2                                                                                       | Sollicitations mécaniques .....                                 | 180        |
| 6.2.3                                                                                       | Influence de l'énergie de rupture .....                         | 185        |
| <b>6.3</b>                                                                                  | <b>Effet de la température de cuisson .....</b>                 | <b>189</b> |
| 6.3.1                                                                                       | Introduction .....                                              | 189        |
| 6.3.2                                                                                       | Résultats et discussion .....                                   | 190        |
| <b>6.4</b>                                                                                  | <b>Effet de la durée de séjour .....</b>                        | <b>199</b> |
| 6.4.1                                                                                       | Introduction .....                                              | 199        |
| 6.4.2                                                                                       | Résultats préliminaires .....                                   | 200        |
| 6.4.3                                                                                       | Discussions .....                                               | 200        |
| <b>6.5</b>                                                                                  | <b>Effet du métal liquide .....</b>                             | <b>203</b> |
| 6.5.1                                                                                       | Introduction .....                                              | 203        |
| 6.5.2                                                                                       | Matériaux et méthode .....                                      | 203        |
| 6.5.3                                                                                       | Tests de corrosion seule .....                                  | 204        |
| 6.5.4                                                                                       | Tests de chocs thermiques et mécaniques avec la corrosion ..... | 204        |
| 6.5.5                                                                                       | Chocs thermiques et corrosion .....                             | 210        |
| 6.5.6                                                                                       | Chocs mécaniques et corrosion .....                             | 219        |

|                                             |                                     |            |
|---------------------------------------------|-------------------------------------|------------|
| <b>6.6</b>                                  | <b>Conclusion .....</b>             | <b>221</b> |
| <b>CHAPITRE 7. CONCLUSION GÉNÉRALE.....</b> |                                     | <b>222</b> |
| <b>7.1</b>                                  | <b>Rappel des objectifs .....</b>   | <b>222</b> |
| <b>7.2</b>                                  | <b>Synthèse des résultats .....</b> | <b>224</b> |
| 7.2.1                                       | Faits saillants .....               | 224        |
| 7.2.2                                       | Analyse des résultats .....         | 226        |
| <b>7.3</b>                                  | <b>Perspectives .....</b>           | <b>229</b> |
| <b>RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....</b>     |                                     | <b>230</b> |
| <b>ANNEXES .....</b>                        |                                     | <b>240</b> |

## LISTE DES TABLEAUX

|                                                                                                                                                                                                                                               |     |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Tableau 1-1 : Critères de classification de l'essai d'immersion CIREP. ....                                                                                                                                                                   | 94  |
| Tableau 3-1 : Composition chimique des matériaux utilisés telle que spécifiée par les<br>manufacturiers. ....                                                                                                                                 | 102 |
| Tableau 3-2 : Composition minéralogique des produits obtenus par diffraction X. ....                                                                                                                                                          | 103 |
| Tableau 3-3 : Propriétés mesurées ....                                                                                                                                                                                                        | 109 |
| Tableau 3-4 : Paramètres calculés. ....                                                                                                                                                                                                       | 110 |
| Tableau 3-5 : Répartition des tests pour les différents échantillons. ....                                                                                                                                                                    | 121 |
| Tableau 4-1 : Modules d'Young et modules de rupture après chocs thermiques. ....                                                                                                                                                              | 147 |
| Tableau 4-2 : Corrélation entre la résistance aux chocs thermiques et les paramètres de<br>performance. Les corrélations significatives ont été colorés en jaune pour une<br>corrélation positive et bleu pour une corrélation négative. .... | 153 |
| Tableau 5-1 : Composition chimique des matériaux du groupe I ....                                                                                                                                                                             | 170 |
| Tableau 5-2 : Composition chimique des matériaux du groupe II. ....                                                                                                                                                                           | 170 |
| Tableau 5-3 : Propriétés des matériaux (Groupe I) ....                                                                                                                                                                                        | 171 |
| Tableau 5-4 : Propriétés des matériaux (Groupe II) ....                                                                                                                                                                                       | 172 |
| Tableau 6-1 : Propriétés des matériaux ....                                                                                                                                                                                                   | 191 |
| Tableau 6-2 : Résultats des chocs thermiques et des chocs mécaniques ....                                                                                                                                                                     | 192 |
| Tableau 6-3 : Corrélation statistique entre la résistance aux chocs thermiques, aux chocs<br>mécaniques et aux différents paramètres. ....                                                                                                    | 192 |
| Tableau 6-4 : Variation des propriétés après un temps de séjour de 96 heures à une<br>température de 900°C. Les échantillons testés contiennent une entaille comme le<br>montre la figure 3-2. ....                                           | 202 |
| Tableau 6-5 : Classification des quatre bétons par rapport à leur résistance à la corrosion.<br>.....                                                                                                                                         | 204 |

|                                                                                                                                                                                                                                                                    |     |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Tableau 6-6 : Étapes de la procédure expérimentale qui combine les trois mécanismes de dégradation.....                                                                                                                                                            | 206 |
| Tableau 6-7 : Module d'Young de l'échantillon de référence, de celui qui a subi le choc thermique, la corrosion et la corrosion plus choc thermique. ....                                                                                                          | 217 |
| Tableau 6-8 : Module d'Young résiduel (%) de l'échantillon de référence ( $E_{rf}/E_r$ ), de celui qui a subi un choc thermique ( $E_{CTf}/E_{CTi}$ et $E_{CTf}/E_{rf}$ ) et de celui qui a subi un choc thermique et la corrosion ( $E_{corr+CT}/E_{corr}$ )..... | 217 |
| Tableau 6-9 : Résultats des chocs mécaniques avec corrosion.....                                                                                                                                                                                                   | 220 |

## LISTE DES FIGURES

|                                                                                                                            |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figure 1-1 : Processus de frittage.....                                                                                    | 9  |
| Figure 1-2 : Différents modes de rupture (Recho 1995).....                                                                 | 18 |
| Figure 1-3 : Transmission des contraintes dans un cristal .....                                                            | 19 |
| Figure 1-4 : Courbe contrainte-déformation (Hillerborg 1983).....                                                          | 20 |
| Figure 1-5 : Distribution des contraintes en mode de flexion (Hillerborg 1983) .....                                       | 21 |
| Figure 1-6 : Zone de rupture dans un béton (Hillerborg 1983).....                                                          | 21 |
| Figure 1-7 : Béton soumis à un essai de traction. ....                                                                     | 22 |
| Figure 1-8 : Courbes contrainte-déformation de la zone B et contrainte-allongement de la zone A (Hillerborg 1983).....     | 23 |
| Figure 1-9 : Schéma de la répartition des déformations dans un béton soumis à un essai de traction (Hillerborg 1983). .... | 23 |
| Figure 1-10 : Modèle de Hillerborg (Hillerborg 1976).....                                                                  | 24 |
| Figure 1-11 : Approximation simple (Hillerborg 1983). ....                                                                 | 25 |
| Figure 1-12 : Variation de la vitesse de propagation d'une fissure en fonction du facteur d'intensité des contraintes..... | 28 |
| Figure 1-13 : Matériau contenant une fissure elliptique. ....                                                              | 35 |
| Figure 1-14: Courbe d'Hasselman (1969).....                                                                                | 40 |
| Figure 1-15 : Tailles des fissures après l'application de différents gradients de température.....                         | 40 |
| Figure 1-16 : Modules de rupture après l'application de différents gradients de température.....                           | 42 |
| Figure 1-17 : Échantillon soumis à un choc thermique sur une face. ....                                                    | 45 |
| Figure 1-18 : Résultat des expériences de Bahr (1985) .....                                                                | 48 |
| Figure 1-19: Courbes de Bahr.....                                                                                          | 51 |
| Figure 1-20 : Prévision de Bahr (1985).....                                                                                | 54 |

|                                                                                                                                  |     |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Figure 1-21 : Travaux expérimentaux de Bersch (Bahr 1985) .....                                                                  | 54  |
| Figure 1-22 : Vitesse de propagation d'une fissure en fonction du facteur d'intensité des contraintes dans le cas de la CSC..... | 80  |
| Figure 1-23 : Rupture de liaison en front de fissure par réaction chimique.....                                                  | 85  |
| Figure 1-24 : Angle de mouillabilité d'une goutte de liquide sur un substrat solide. ....                                        | 88  |
| Figure 1-25 : Test creuset.....                                                                                                  | 91  |
| Figure 1-26 : Test d'immersion totale.....                                                                                       | 92  |
| Figure 1-27 : Test d'immersion partielle .....                                                                                   | 92  |
| Figure 3-1 : Échantillon à chevron.....                                                                                          | 107 |
| Figure 3-2 : Échantillon à entaille droite.....                                                                                  | 107 |
| Figure 3-3 : Signal obtenu après 92 impacts (BT1 cuit à 1450°C). ....                                                            | 114 |
| Figure 3-4 : Signal obtenu après 93 impacts (BT1 cuit à 1450°C). ....                                                            | 114 |
| Figure 3-5 : Distribution de contrainte pendant un choc thermique. ....                                                          | 116 |
| Figure 3-6 : Distribution de contrainte pendant un choc mécanique. ....                                                          | 117 |
| Figure 3-7 : Distribution de l'attaque chimique pendant la corrosion. ....                                                       | 117 |
| Figure 3-8 : Distribution des contraintes pour un essai de choc thermique sur la surface pré-fissurée. ....                      | 118 |
| Figure 3-9 : Échantillon pré-fissuré pour les tests de corrosion.....                                                            | 119 |
| Figure 3-10 : Disposition des échantillons dans le four.....                                                                     | 121 |
| Figure 3-11 : Creuset utilisé pour contenir les échantillons.....                                                                | 122 |
| Figure 3-12 : Plaque métallique refroidi à l'eau pour les chocs thermiques.....                                                  | 122 |
| Figure 3-13 : Montage expérimental.....                                                                                          | 123 |
| Figure 3-14 : Photo du montage utilisé.....                                                                                      | 124 |
| Figure 4-1 : Courbes théoriques donnant la variation du taux de restitution de l'énergie avec la longueur des fissures.....      | 135 |
| Figure 4-2 : Influence d'un pore sur la propagation d'une fissure.....                                                           | 141 |
| Figure 4-3 : Chocs thermiques cycliques (Ratle 1996). ....                                                                       | 144 |
| Figure 4-4 : Énergie de rupture en fonction de la taille des fissures.....                                                       | 149 |
| Figure 4-5 : Énergie de rupture en fonction de la porosité. ....                                                                 | 149 |

|                                                                                                                                                                                |     |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Figure 4-6 : Module de rupture résiduel ( $\sigma_r$ ) après choc thermique vs module de rupture original ( $\sigma_o$ ) avant choc thermique. ....                            | 151 |
| Figure 4-7 : Taille de fissure résiduelle ( $a_r$ ) après choc thermique vs taille de fissure originelle ( $a_o$ ) avant choc thermique. ....                                  | 151 |
| Figure 4-8 : Variation de la corrélation entre le module rupture résiduel ( $\sigma_r$ ) et original ( $\sigma_o$ ) et de la porosité en fonction du groupe de matériaux. .... | 154 |
| Figure 5-1 : Variation de $\log(N)$ en fonction de $\log(\sigma^2/E\gamma)$ (Groupe I).....                                                                                    | 174 |
| Figure 5-2: Variation de $\log(N)$ en fonction de $\log(h)$ (groupe II). (Ratle 1996) .....                                                                                    | 174 |
| Figure 6-1 : Variation de la déformation en fonction de la longueur de la fissure. ....                                                                                        | 181 |
| Figure 6-2 : Propagation sous critique .....                                                                                                                                   | 181 |
| Figure 6-3 : Variation de la contrainte en fonction de la longueur de la fissure.....                                                                                          | 184 |
| Figure 6-4 : Propagation sous critique .....                                                                                                                                   | 184 |
| Figure 6-5 : Variation de la sollicitation en fonction de la longueur de la fissure.....                                                                                       | 187 |
| Figure 6-6 : Variation de la sollicitation en fonction de la longueur de la fissure en tenant compte de la variation de l'énergie de rupture.....                              | 187 |
| Figure 6-7 : Béton à haute teneur en alumine (BT1) cuit à 1200 °C.....                                                                                                         | 193 |
| Figure 6-8 : Béton à haute teneur en alumine (BT1) cuit à 1450 °C.....                                                                                                         | 193 |
| Figure 6-9 Le paramètre $\sigma_o \times R_{st}$ en fonction de la résistance aux impacts mécaniques $N$ . ....                                                                | 195 |
| Figure 6-10 : Le paramètre $\sigma_o \times R_{st}$ en fonction de la résistance aux chocs thermiques $\sigma_r$ . ....                                                        | 195 |
| Figure 6-11 : Échantillon BT1 pénétré, décoloré et corrodé.....                                                                                                                | 207 |
| Figure 6-12 : Échantillon BT2 pénétré et décoloré.....                                                                                                                         | 207 |
| Figure 6-13 : Échantillon BT4 montrant une zone décolorée.....                                                                                                                 | 208 |
| Figure 6-14 : Échantillon BT5 n'ayant subi aucun effet.....                                                                                                                    | 208 |
| Figure 6-15 : Matériau BT1 corrodé (microscope optique). ....                                                                                                                  | 209 |
| Figure 6-16 : Matériau BT4 exposé à la corrosion seulement : classement 4.....                                                                                                 | 212 |

|                                                                                                       |     |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Figure 6-17 : Matériau BT4 exposé à la corrosion et aux chocs thermiques: classement 6.               |     |
| .....                                                                                                 | 212 |
| Figure 6-18 : Matériau BT5 exposé à la corrosion seulement (classement 1).                            | 213 |
| Figure 6-19 :Matériau BT5 exposé à la corrosion et aux chocs thermiques (classement4).                |     |
| .....                                                                                                 | 213 |
| Figure 6-20 : Matériau BT5 exposé à la corrosion et aux chocs thermiques (Microscope<br>optique x50). | 214 |
| Figure 6-21 : Influence de la corrosion sur les chocs thermiques.                                     | 218 |

## **LISTE DES ANNEXES**

|                                                                                   |     |
|-----------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Annexe 1 : Programme de calcul de la répartition du gradient de température ..... | 240 |
| Annexe 2 : Programme de calcul du taux de restitution de l'énergie .....          | 244 |

## LISTE DES SIGLES ET DES ABRÉVIATIONS

CIREP : Céramiques Industrielles et Réfractaires de l'École Polytechnique

CRNF : Céramique et Réfractaires pour les Non-Ferreux

CSC : Corrosion Sous Contrainte

$\Delta l$ : allongement

$l$ : longueur

$l_{ch}$ : longueur caractéristique

$B$ : nombre caractérisant la fragilité

$a$ : longueur de fissure

$a_i$ : longueur de fissure initiale

$a_f$ : longueur de fissure finale

$a_o$ : longueur de fissure originelle

$a_r$ : longueur de fissure résiduelle

$b, c$ : longueurs

$e$ : épaisseur

$A$ : aire

$T$ : température

$\Delta T$ : gradient de température imposée

$\delta T$ : variation de température imposée à un instant et en un point donné

$\Delta T_c$ : gradient de température critique

$t$ : temps

$m$ : masse

$m_l$ : masse du projectile

$m_c$ : masse de la cible

$\rho$ : densité

$P$ : porosité

- $V$ : vitesse  
 $V_I$ : vitesse du projectile  
 $V_C$ : vitesse de la cible  
 $x$ : rapprochement entre le projectile et la cible  
 $\sigma_{th}$ : contrainte théorique à la rupture.  
 $\sigma_{nom}$ : contrainte nominale.  
 $\sigma_{loc}$ : contrainte locale.  
 $\sigma_o$ : contrainte à la rupture (appelée aussi module de rupture) originelle.  
 $\sigma_r$ : contrainte à la rupture (appelée aussi module de rupture) résiduelle après un choc thermique  
 $\epsilon$ : déformation  
 $K_I$ : facteur de concentration des contraintes  
 $K_{II}$ : facteur d'intensité des contraintes en mode I.  
 $K_{IC}$ : facteur d'intensité des contraintes critique en mode I.  
 $E$ : Module d'Young  
 $E_o$ : Module d'Young originel  
 $E_r$ : Module d'Young résiduel après choc thermique  
 $W$ : Travail  
 $w$ : distance mesurant l'ouverture d'une fissure  
 $U$ : énergie  
 $U_E$ : énergie élastique  
 $U_S$ : énergie de surface  
 $U_p$ : énergie potentielle  
 $G$ : taux de restitution de l'énergie.  
 $G_C$ : taux de restitution de l'énergie.  
 $\gamma_s$ : énergie de surface  
 $\gamma_{eff}$ : énergie de surface effective  
 $\gamma_{nbt}$ : énergie de surface effective déterminée par le test "notch beam test"  
 $\gamma_{wof}$ : énergie de rupture

- $\gamma_p$ : énergie de surface due aux phénomènes inélastiques
- $\gamma_r$ : énergie de surface due aux interactions avec la microstructure
- N: nombre de chocs mécaniques ou thermique
- k: conductivité thermique
- $\alpha$ : coefficient d'expansion thermique
- $\nu$ : coefficient de Poisson
- $\Psi$ : facteur caractérisant la sévérité du choc thermique
- $\beta$ : nombre de Biot
- R: paramètre de performance de Kingery caractérisant la résistance à l'initiation des fissures
- $R''''$ : paramètre de performance d'Hasselman caractérisant la résistance à la propagation des fissures courtes
- $R_{st}$ : paramètre de performance d'Hasselman caractérisant la résistance à la propagation des fissures longues

## AVANT-PROPOS

Face à la compétition de plus en plus difficile, le défi de l'innovation est vital pour l'industrie métallurgique. Elle doit sans cesse inventer de nouveaux matériaux et améliorer les performances de ceux déjà existants. À cet égard les matériaux réfractaires offrent un bel exemple. Utilisés comme revêtement des fours, ils sont exposés à des conditions de service extrêmement sévères. Ils sont, par conséquent, rapidement dégradés, ce qui se répercutera sur les coûts des métaux et alliages produits.

L'activité du C. I. R. E. P. (Céramiques Industrielles et Réfractaires de l'École Polytechnique), qui se situe entre les aspirations des producteurs et les attentes des utilisateurs des matériaux réfractaires, consiste à promouvoir leur utilisation rationnelle. Son expertise scientifique contribue à aider les producteurs à innover dans la mise au point de produits plus performants, et les utilisateurs à choisir les produits les mieux adaptés à leurs besoins.

D'un point de vue scientifique, il s'agit de deux faces d'une même réalité. Dans les deux cas, il s'agit de comprendre, d'une part, comment la constitution (chimique, minéralogique, microstructurale...) affecte les propriétés (thermiques, mécaniques, chimiques...) et d'autre part, comment cette constitution et ces propriétés déterminent les performances (face aux mécanismes de dégradations) de ces matériaux. Cette démarche s'inscrit tout naturellement dans une méthodologie générale utilisée par les chercheurs en *sciences des matériaux*. En effet, la *méthodologie* utilisée en *sciences des matériaux* consiste d'abord à *caractériser la structure*, à *mesurer les propriétés* et à *évaluer les performances* du matériau étudié. Ensuite, il s'agit d'établir une *relation entre les propriétés et la microstructure* d'une part et entre les *performances et des propriétés mesurables* d'autre part. Ainsi, *l'amélioration des performances* passe par

l'amélioration des propriétés qui à son tour passe par la modification de la microstructure. De son côté la prédiction des performances passe par la connaissance des propriétés et de la microstructure. Ainsi la différence entre les deux points de vue se situe plus au niveau de l'intervention. Dans le premier cas, la science est utilisée pour modifier la constitution afin d'obtenir les propriétés et les performances souhaitées. Dans le second cas, la même science permettra de prédire les performances à partir de la connaissance de la constitution et des propriétés.

Le présent travail se situe du point de vue des utilisateurs, c'est-à-dire de la sélection des matériaux réfractaires. Le but ultime dans cette voie est d'établir des critères fiables, basés sur la connaissance de la constitution et des propriétés, qui permettent de sélectionner les produits les plus performants.

## INTRODUCTION

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 dégradations (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'utilisations font des chocs thermiques un mécanisme de dégradation très important. En effet, la température d'utilisation étant très élevée, les fluctuations de températures 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 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 des dégradations importantes: c'est la fatigue thermique.

De la même façon que les gradients thermiques, les chargements mécaniques peuvent être appliqués de manière progressive (quasi-statique), passant lentement d'un chargement nul à un chargement donné, ou de manière brusque (dynamique), passant presque instantanément de zéro au chargement en question. Si la compréhension des sollicitations quasi-statiques ne pose pas de problème particulier, les sollicitations dynamiques par contre sont plus difficiles à modéliser. Cette modélisation est rendue difficile par la multitude et la complexité des facteurs qui influencent ce type de

chargement. En plus de la contrainte, la vitesse de chargement, la géométrie et la nature, tant du projectile que de la cible, jouent un rôle très important. La tâche est rendue encore plus difficile dans le cas de matériaux hétérogènes comme les réfractaires. Pour étudier le phénomène d'impacts mécaniques, deux approches ont été développées. La première consiste à déterminer l'énergie nécessaire pour rompre le matériau après un seul choc. La deuxième consiste à évaluer la tolérance du matériau qui subit des chocs répétés, mais de faible énergie. Il s'agit du phénomène de fatigue.

Bien que l'étude des mécanismes de dégradation soit intéressante en soit, la durée de vie des réfractaires dépend de leur résistance face à toutes les sollicitations. Dès lors, l'étude de la corrélation entre les résistances à plusieurs mécanismes s'avère nécessaire. Ceci a conduit le groupe CIREP-CRNF (Céramique et Réfractaires pour les Non-Ferreux) à s'intéresser, ces dernières années, aux corrélations entre les différents mécanismes. Un premier pas a été franchi (Ratle 1996) en étudiant expérimentalement la corrélation entre la résistance aux chocs thermiques et aux chocs mécaniques. Cependant ces travaux nous ont amené à poser deux questions. D'abord, comment peut-on expliquer théoriquement une aussi parfaite corrélation expérimentale et statistique? Ensuite, est-ce que cette corrélation est vraie dans toutes les conditions? En d'autres termes, des facteurs comme les procédés de fabrication ou les conditions d'utilisation peuvent-ils affecter cette corrélation?

Les facteurs qui influencent le comportement des matériaux réfractaires sont de deux catégories : la nature du matériau et les conditions de son utilisation. En ce qui concerne la nature du matériau, en plus de la matière première dont il est constitué, on peut considérer les procédés au moyen desquels il a été fabriqué. Parmi les différentes étapes utilisées pour la fabrication des matériaux réfractaires, la cuisson a un effet majeur sur le comportement de ces derniers. En provoquant des transformations minéralogiques et un frittage qui crée des liens céramiques entre les grains, la cuisson peut changer la nature des phases constituantes et réduire les fissures et les pores du matériau, ce qui va

modifier ses propriétés et ses performances. La température de cuisson pourrait donc modifier la réponse aux sollicitations thermo-mécaniques, ce qui ne manquera pas de se répercuter sur la corrélation entre les deux résistances. D'un autre côté, comme le rôle des réfractaires est de contenir l'aluminium (ou ses alliages) à haute température, ces derniers sont exposés à l'attaque du métal liquide. Celle-ci se manifeste d'abord par une pénétration du métal suivi d'une décoloration du matériau, et enfin par la corrosion proprement dite. Cette dernière a lieu lorsque l'aluminium pénétré est oxydé. Les modifications qui seront produites tant sur la nature des phases que sur les fissures du matériau peuvent influencer sa résistance aux sollicitations thermomécaniques, et par conséquent la corrélation entre la résistance à ces sollicitations.

**Le présent travail est une étude théorique et expérimentale sur la corrélation entre la résistance aux chocs thermiques et aux chocs mécaniques des matériaux réfractaires.**

La partie théorique peut être scindée en trois étapes. Dans la première étape, nous nous proposons d'étudier et, le cas échéant, d'établir des paramètres de performances (en fonction des propriétés des matériaux) qui caractérisent la résistance face à chacun des deux mécanismes de dégradation. La deuxième étape consiste à démontrer l'absence de similitude entre les sollicitations en question. Enfin, dans la dernière étape, nous nous proposons de montrer les raisons pour lesquelles il y quand même corrélation entre les deux résistances pour une certaine catégorie de matériaux réfractaires.

La partie expérimentale a pour but d'abord de valider l'analyse théorique et, le cas échéant, les paramètres de performances établis dans la partie théorique. Ensuite, d'étudier la corrélation qui peut exister entre les deux résistances. Enfin cette partie a pour but d'étudier les facteurs (procédés de fabrication et conditions d'utilisation) susceptibles d'influencer cette corrélation.

## **CHAPITRE 1. REVUE BIBLIOGRAPHIQUE**

### **1.1 INTRODUCTION**

L'étude de la corrélation entre les mécanismes de dégradation nécessite, au préalable, une étude de chaque mécanisme en particulier. La plupart de ces mécanismes entraînent une fissuration des matériaux, ce qui fait de la mécanique de la rupture un outil incontournable dans ce genre d'étude. Avant de passer à notre étude théorique et expérimentale, nous nous proposons dans cette première partie de faire une revue, de la littérature. Nous commencerons, bien entendu, cette revue par les matériaux réfractaires puisqu'ils font l'objet de cette étude. Nous donnerons leur définition et quelques-unes de leurs propriétés ainsi que leur performance en service. Ensuite nous exposerons quelques notions fondamentales de la mécanique de la rupture avant de passer aux différents mécanismes de dégradation. Il s'agira bien entendu des chocs thermiques et des chocs mécaniques mais aussi de la corrosion. Enfin, nous ferons le tour des connaissances actuelles sur la question concernant la corrélation entre les chocs thermiques et les chocs mécaniques.

### **1.2 MATÉRIAUX RÉFRACTAIRES**

Les matériaux réfractaires sont utilisés dans différentes industries comme celles de l'acier, de l'aluminium ou encore du ciment. Ils forment le revêtement des fours et servent au confinement de la chaleur et de la matière. Dans la présente étude, nous nous sommes intéressés, aux matériaux réfractaires utilisés dans les fours de maintien et de refonte de l'aluminium.

Compte tenu de la multitude des mécanismes qui participent à la dégradation des réfractaires, tant les producteurs que les utilisateurs de ces matériaux s'intéressent à leurs performances face aux différentes sollicitations en service. Les producteurs vont s'intéresser à la manière d'améliorer ces performances pendant que les utilisateurs vont s'intéresser à la façon de choisir les matériaux les plus performants. Pour pouvoir choisir, il faut être capable de prédire les performances de ces matériaux. Deux grands axes s'offrent par conséquent aux chercheurs en réfractaires selon qu'ils se placent du côté des aspirations des producteurs ou des attentes des utilisateurs. Il s'agit de tenter de répondre à l'une de ces deux questions :

- ★ Que faut-il faire pour améliorer les performances des matériaux réfractaires ?
- ★ Quel est le critère qui permet de prédire les performances des matériaux réfractaires ?

La réponse à l'une ou l'autre de ces questions nécessite la compréhension du lien entre la constitution, les propriétés et les performances de ces matériaux.

### **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 avant 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 (appelé température pyroscopique) suffisamment élevée. Par définition les matériaux réfractaires sont des matériaux ayant une température

pyroscopique supérieure à 1500°C (Allaire 2000). 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

La première distinction 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 bases 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. Nous nous intéressons dans cette étude, aux produits du système alumine-silice parce qu'ils sont fréquemment utilisés dans les fours de traitement d'aluminium.

Les matériaux réfractaires peuvent être classés en deux catégories: les façonnés et les non-façonnés. Dans le premier cas les "*briques*" sont pressées et cuites par le fabricant et livrées prêtes à l'utilisation. Dans le deuxième cas et parmi une gamme de produits largement répandue, on trouve les "*bétons*". 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.

On peut distinguer les produits denses des produits isolants. La porosité aura un rôle primordial pour faire la différence. En effet, les produits denses ont une porosité qui peut être inférieure à 5% alors que dans le cas des produits isolants elle dépasse 45%.

D'autres classifications sont possibles. Toutefois, malgré toutes ces classifications, les matériaux réfractaires présentent des points communs. Il s'agit, dans tous les cas, de matériaux fortement hétérogènes, contenant des agrégats, une matrice et des pores. Les agrégats 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 cuisson. La température de fusion de la matrice étant plus faible, cette partie peut former une phase vitreuse. Au cours de la cuisson se forment 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 pré-fabriquées et pour des bétons réfractaires. Il s'agit de mélanges d'aluminates 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 (Allaire 2000). 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 Matière première**

La matière première est très diversifiée. 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 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 (Allaire 2000). 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 grains et des pores. Ce processus entraîne une diminution du nombre et de la taille des pores, comme le montre la figure 1-1, 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 autres de la température,  $T$ , par l'intermédiaire d'une fonction  $F$  et du temps,  $t$ , conformément à l'équation suivante (Allaire 2000) :

$$\frac{\Delta l}{l} = AF(T)^{\frac{2}{n}} t^{\frac{2}{n}} \quad (\text{Equation 1-1})$$

“ $A$ ” 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.

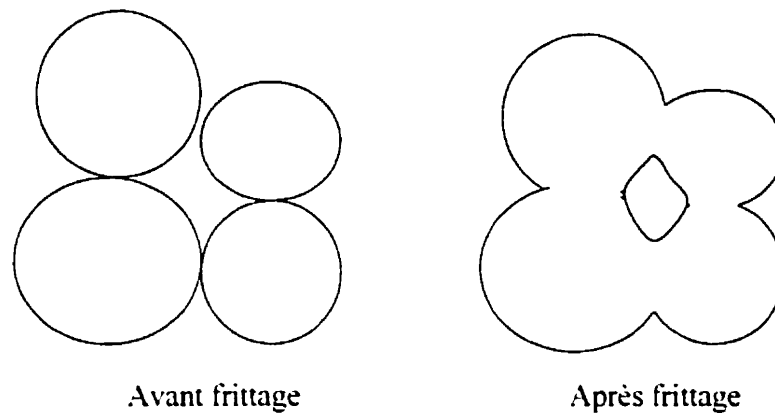


Figure 1-1 : Processus de frittage.

### 1.2.2 Propriétés des matériaux réfractaires

Les propriétés qui nous intéressent sont celles qui sont en relation avec les modes de sollicitations, c'est-à-dire thermiques, mécaniques ou chimiques. Toutefois certaines propriétés dites *physiques* peuvent-elles aussi influencer le comportement des matériaux réfractaires?

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 faces 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 Relations 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) et mécaniques (rigidité, ténacité...) qui vont influencer la résistance aux chocs thermiques. Ce sont les propriétés mécaniques 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 MÉCANIQUE DE LA RUPTURE**

La plupart des mécanismes de dégradation font intervenir un mécanisme de *fissuration* pouvant conduire à la rupture. Cette dernière est la conséquence de l'initiation suivie de la propagation des fissures. La mécanique de la rupture étudie les conditions d'initiation et de propagation des fissures.

La propagation des fissures peut se faire de deux manières : critique ou sous-critique. Dans le premier cas, les sollicitations sont telles que la fissure se propage de façon catastrophique. Cette propagation conduit, la plupart du temps, à la rupture de l'échantillon au premier cycle. Dans le deuxième cas, les sollicitations ne dépassent pas le seuil critique de propagation. Cependant, si elles sont suffisamment élevées, elles produisent un accroissement élémentaire de la fissure. La répétition de ces sollicitations conduit, au bout d'un nombre de cycle suffisamment élevé, à la rupture du matériau.

#### **1.3.1 Rupture brutale**

Dans le cas d'une propagation catastrophique, il s'agit de déterminer la contrainte seuil pour une telle propagation.

##### **1.3.1.1 Contrainte à la rupture théorique**

Le processus de rupture peut être expliqué, à l'échelle atomique, par la brisure des liaisons de proche en proche. En étudiant le cas d'un cristal parfait (sans défaut) d'un matériau fragile (sans déformation plastique), Orowan (1949) aboutit à une expression théorique de la contrainte nécessaire pour provoquer la rupture:

$$\sigma_{th} = \sqrt{\frac{E\gamma}{b}} \quad (\text{Équation 1-1})$$

Dans cette équation  $E$  est le module d'Young,  $\gamma$  l'énergie de surface et  $b$  la distance inter-atomique.

La valeur numérique de  $\sigma_{th}$  est de l'ordre de  $E/10$  ce qui est très élevé par rapport aux mesures expérimentales. L'explication de ce paradoxe est que la résistance théorique a été calculée pour un matériau "parfait", alors qu'en réalité les matériaux, sauf précautions particulières, contiennent des défauts appelés "micro-fissures". Ces micro-fissures vont amplifier localement les contraintes à des niveaux qui peuvent atteindre la contrainte théorique.

### 1.3.1.2 Présence de fissures : modèle d'Inglis

À partir de la théorie d'élasticité, Inglis (1913) a déterminé la distribution des contraintes au voisinage d'un défaut. L'idée de base consiste dans le fait qu'à proximité d'un défaut la contrainte locale  $\sigma_{loc}$  n'a pas la même valeur que la contrainte appliquée  $\sigma_{nom}$ . Les deux contraintes sont reliées par l'équation suivante :

$$\sigma_{loc} = K_t \sigma_{nom} \quad (\text{Équation 1-2})$$

Le coefficient  $K_t$  est appelé facteur de concentration des contraintes.

Dans le cas d'un défaut elliptique, de longueur  $2a$  et de largeur  $2b$  l'équation 1-3 peut s'écrire :

$$\sigma_{loc} = \left(1 + 2 \frac{a}{b}\right) \sigma_{nom} \quad (\text{Équation 1-3})$$

La rupture sera provoquée lorsque la contrainte locale, et non pas la contrainte appliquée, atteindra la valeur calculée théoriquement. Il découle de ce résultat que la contrainte à la rupture n'est pas une caractéristique intrinsèque du matériau puisqu'elle dépend de la taille des fissures qu'il contient.

### 1.3.1.3 Condition de propagation d'une fissure : approche énergétique de Griffith

Les conditions de propagation d'une fissure ont été déterminées par Griffith (Griffith 1920) par des considérations énergétiques. Considérons que l'application d'une force extérieure fournira à un échantillon un travail " $W$ ". Une partie de ce travail sera emmagasiné sous forme d'énergie élastique " $U_E$ " qui va contribuer à augmenter l'énergie interne du matériau. Si, en plus, une fissure se propage, elle consommera une énergie " $U_S$ " pour créer deux nouvelles surfaces. Si nous considérons une fissure de longueur " $2a$ " et de largeur l'unité, l'énergie superficielle des deux lèvres de la fissure est " $2 \times 2a \times 1 \times \gamma$ ". La quantité " $\gamma$ " est l'énergie nécessaire pour créer une unité de surface. Pour causer une propagation de la fissure, le travail " $W$ " doit être au moins égal à la somme de ces deux énergies. En d'autres termes, si nous considérons une propagation de la fissure d'une distance élémentaire " $da$ ", le travail élémentaire qui a été fourni, " $dW$ ", doit au moins être égal à la somme des variations de l'énergie de surface et de l'énergie élastique :

$$\frac{dW}{da} \geq \frac{dU_E}{da} + \frac{dU_S}{da} \quad (\text{Équation 1-4})$$

Pour mettre en évidence l'énergie qui a réellement servi à la rupture, c'est-à-dire l'énergie qui sera convertie en énergie de surface, l'équation 1-5 est réarrangée comme suit :

$$G = \frac{d(W - U_E)}{da} \geq \frac{dU_s}{da} = 2\gamma \equiv G_c. \quad (\text{Équation 1-5})$$

La grandeur “ $G$ ”, définit comme l’énergie libérée par unité d’avancée de fissure, est appelée “taux de restitution d’énergie”. Ainsi la propagation d’une fissure a lieu lorsque le taux de restitution d’énergie atteint une valeur critique “ $G_c$ ” qui est l’énergie consommée.

#### 1.3.1.4 Énergie de surface et énergie de rupture

Les résultats précédents ont été obtenus en considérant une rupture fragile idéale. Cela suppose que toute l’énergie disponible a été dépensée pour créer deux nouvelles surfaces. Ce qui veut dire qu’il n’y a eu aucune perte. Dans la réalité, une partie de cette énergie peut être consommée par les déformations plastiques (dans le cas des matériaux ductiles) ou par la création des micro-fissures (dans le cas des matériaux fragiles) qui accompagnent la propagation de la fissure principale. Pour tenir compte de ces phénomènes, il est nécessaire de modifier l’expression de l’énergie de surface.

##### 1.3.1.4.1 Énergie de surface effective

En mécanique de la rupture, l’énergie de surface “ $\gamma_s$ ” est l’énergie nécessaire pour rompre un certain nombre de liaisons du matériau. Cette énergie peut être fournie mécaniquement, chimiquement ou par vaporisation. Il faut cependant établir une distinction avec la notion de tension de surface “ $T_s$ ”. Dans le cas d’un liquide, la tension de surface, qui représente la force nécessaire pour maintenir la cohésion du liquide est égale à l’énergie de surface. Par contre pour un solide cristallin les deux termes sont différents. Cette différence est due à l’anisotropie du réseau. En effet, l’énergie de surface dite thermodynamique “ $\gamma_s$ ” dépend de l’orientation

cristallographique (Stoneham A. M. 1981) ce qui n'est pas le cas de la tension de surface.

Dans le cas des solides il faut tenir compte aussi de l'irréversibilité de la rupture. Cette irréversibilité va se manifester par une consommation d'énergie plus importante à cause des processus inélastiques qui l'accompagnent. L'énergie par unité de surface nécessaire est alors appelée "énergie de surface effective" et elle est notée " $\gamma_{eff}$ " ou encore " $\gamma_{nbt}$ ". L'indice " $nbt$ " fait référence au "notch-beam test" qui correspond à la méthode permettant de déterminer cette énergie. Ainsi donc l'énergie,  $\gamma_{nbt}$ , effectivement mesurée par ce type de test, n'est pas seulement l'énergie thermodynamique,  $\gamma_s$ , nécessaire à créer une unité de surface mais elle contient en plus l'énergie dissipée par les processus inélastiques accompagnant la création de la fissure,  $\gamma_p$  :

$$\gamma_{nbt} = \gamma_s + \gamma_p \quad (\text{Équation 1-6})$$

#### 1.3.1.4.2 Courbe R et énergie de rupture pour la propagation

L'hypothèse d'une zone plastique n'est pas satisfaisante dans le cas des matériaux fragiles comme les réfractaires. Cependant les mécanismes de fissuration dans ce type de matériaux s'accompagnent généralement de mécanismes de dissipation de l'énergie en raison de l'interaction entre la fissure et la structure du matériau. Cependant lors de l'initiation, le défaut n'a pas encore interagi avec la structure et l'énergie nécessaire à la création des nouvelles surfaces est l'énergie effective. Au cours de la propagation, les mécanismes d'interaction augmenteront l'énergie nécessaire. Si la résistance à la propagation de la fissure est désignée par la lettre R, cette dernière va augmenter jusqu'à se stabiliser à une valeur limite; c'est le concept de la courbe R. Le problème ainsi posé est résolu en modifiant l'expression de l'énergie de rupture. En effet, bien que la notion d'énergie de surface effective soit plus proche de la réalité elle reste insuffisante pour

décrire le comportement des matériaux hétérogènes tels que les réfractaires. Pour ce type de matériaux, les éléments de la microstructure peuvent interagir avec une fissure au cours de sa propagation. L'énergie dépensée, pour briser un échantillon, sera supérieure à l'énergie de surface effective. Cette énergie supplémentaire peut être attribuée aux mécanismes d'interaction avec la microstructure tels que la déviation de la fissure, le travail d'arrachement des fibres ou des agrégats... Pour tenir compte de cela, on mesure le travail total dépensé pendant une rupture contrôlée. La valeur obtenue est divisée par l'aire des deux surfaces créées ce qui permet de définir l'énergie de rupture, noté " $\gamma_{wof}$ " par l'équation :

$$\gamma_{wof} = \frac{W_{wof}}{2A} \quad (\text{Équation 1-7})$$

Cette énergie peut être décomposée en trois parties distinctes :

$$\gamma_{wof} = \gamma_s + \gamma_p + \gamma_r = \gamma_{eff} + \gamma_r \quad (\text{Équation 1-8})$$

Le premier terme représente l'énergie de surface thermodynamique " $\gamma_s$ ". Le second terme, " $\gamma_p$ ", représente la partie qui correspond aux processus inélastiques qui accompagnent la rupture. Enfin, " $\gamma_r$ " est le terme correspondant à l'interaction de la fissure avec la microstructure.

Il faut donc distinguer deux quantités fondamentales pour représenter l'énergie de surface. La quantité " $\gamma_{eff}$ " mesure l'énergie d'initiation tandis que " $\gamma_{wof}$ " celle de propagation d'une fissure. Il en découle que les paramètres qui caractérisent l'initiation doivent être exprimés en fonction de " $\gamma_{eff}$ " tandis que ceux qui caractérisent la propagation doivent être exprimés en fonction de " $\gamma_{wof}$ ".

### 1.3.1.5 Ténacité

La mécanique de la rupture permet de calculer le champ des contraintes et des déformations au voisinage de l'extrémité d'une fissure. Pour éviter que la contrainte calculée ne soit infinie à cette extrémité, une déformation plastique est supposée se produire (Irwin 1960). On démontre ensuite que les champs des contraintes et des déformations sont donnés en fonction d'un seul paramètre appelé facteur d'intensité des contraintes,  $K_I$ . En mode I (Fig. 1-2) ce facteur est proportionnel à la contrainte appliquée  $\sigma$ , à la longueur de la fissure  $a$  et à un facteur géométrique  $Y$ :

$$K_I = Y\sigma\sqrt{a} \quad (\text{Équation 1-9})$$

Ce paramètre permet de définir un critère de rupture appelé ténacité  $K_{IC}$  du matériau :

$$K_{IC} = Y\sigma_r\sqrt{a} = \sqrt{2E\gamma} \quad (\text{Équation 1-10})$$

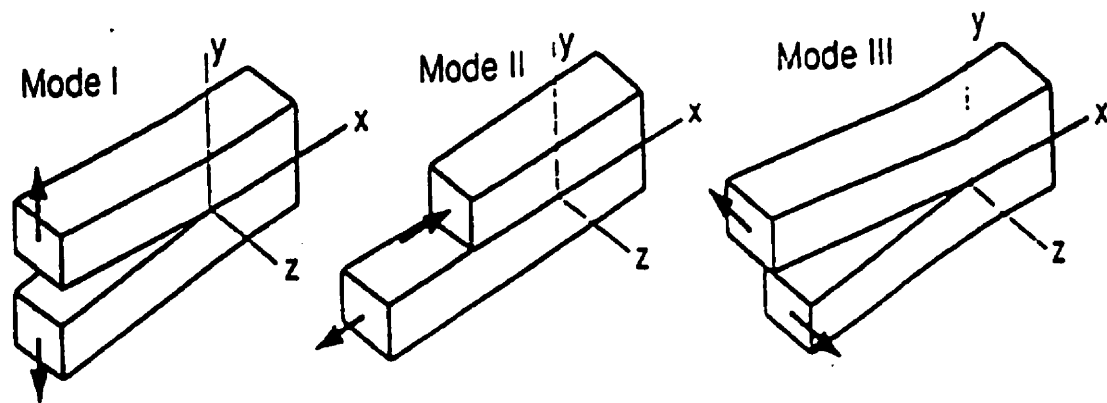
### 1.3.1.6 Approche de la fissure fictive

S'inspirant du modèle de Dugdale pour les métaux, Hillerborg (1976) propose une nouvelle approche pour l'étude de la rupture des bétons en génie civil. L'auteur reproche à la mécanique de rupture classique d'avoir été développée pour les métaux, alors que le comportement de ces derniers se distingue de celui des bétons.

#### 1.3.1.6.1 Fissuration et rupture des bétons

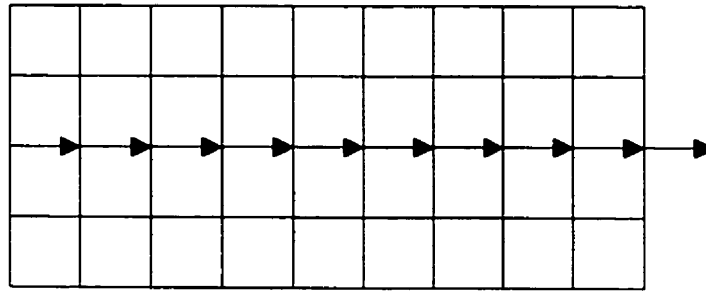
Nous avons vu que la contrainte prévue par la mécanique de la rupture en tête de fissure est infinie. Cette difficulté est contournée en supposant qu'une déformation plastique a lieu au voisinage du front de fissure. Dans le cas des bétons (non ductiles) on propose,

par analogie, que des micro-fissures vont se produire autour de la fissure principale. Cependant ces micro-fissures, contrairement à la déformation plastique, empêchent la transmission des contraintes (Fig. 1-3).

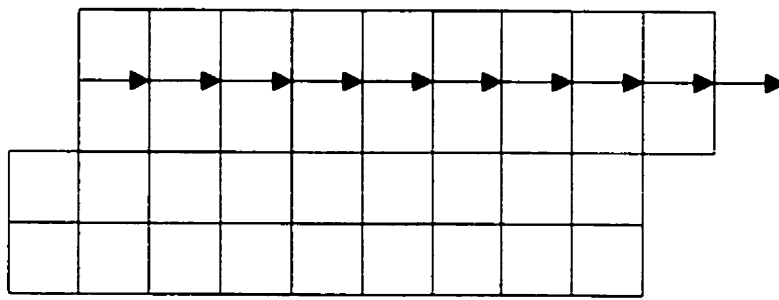


- ★ Mode I : mode d'ouverture de la fissure, où les déplacements aux lèvres de la fissure sont perpendiculaires à la direction de propagation.
- ★ Mode II; mode de cisaillement dans le plan, où les déplacements aux lèvres de la fissure sont parallèles à la direction de propagation.
- ★ Mode III; mode de cisaillement hors de plan, où les déplacements aux lèvres de la fissure sont parallèles au fond de la fissure.

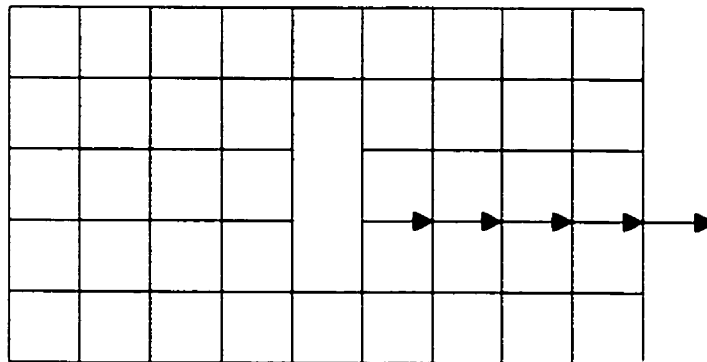
Figure 1-2 : Différents modes de rupture (Recho 1995).



(a) Cristal parfait : transmission normale des contraintes



(b) Cristal déformé plastiquement : transmission normale des contraintes



(c) Cristal fissuré : la fissure empêche la transmission normale des contraintes

Figure 1-3 : Transmission des contraintes dans un cristal

Ce comportement aura pour conséquence deux courbes contrainte-déformation distinctes. Dans le cas des métaux, cette courbe à l'allure donnée à la figure 1-4 (a). Au-delà de la limite d'élasticité, la contrainte reste constante ou augmente légèrement avec la déformation. Dans le cas des bétons, la courbe contrainte-déformation va montrer une diminution de la contrainte lorsque la déformation augmente (Fig. 1-4 (b)). Ainsi la distribution des contraintes au front de la fissure sera modifiée comme le montre la figure 1-5 dans le cas d'une flexion. Cette situation ne permet pas de définir un front de fissure mais une zone de rupture à l'intérieur de laquelle, à cause du nombre élevé de micro-fissures, la contrainte diminue quand la déformation augmente (Fig. 1-6).

Il s'ensuit donc que les formules de la mécanique de la rupture ne peuvent s'appliquer en toute rigueur. Toutefois, si la zone de rupture est petite comparativement à la taille de l'échantillon, ces formules constituent une approximation raisonnable (Hillerborg 1983).

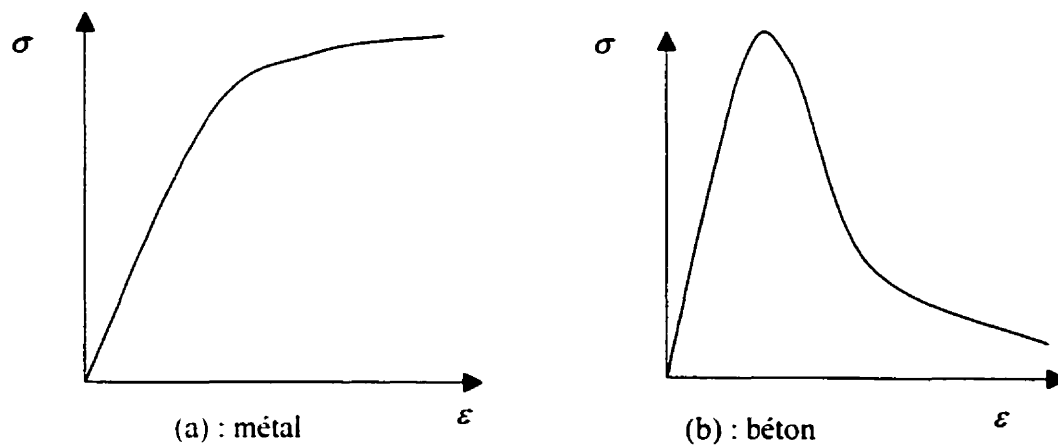


Figure 1-4 : Courbe contrainte-déformation (Hillerborg 1983)

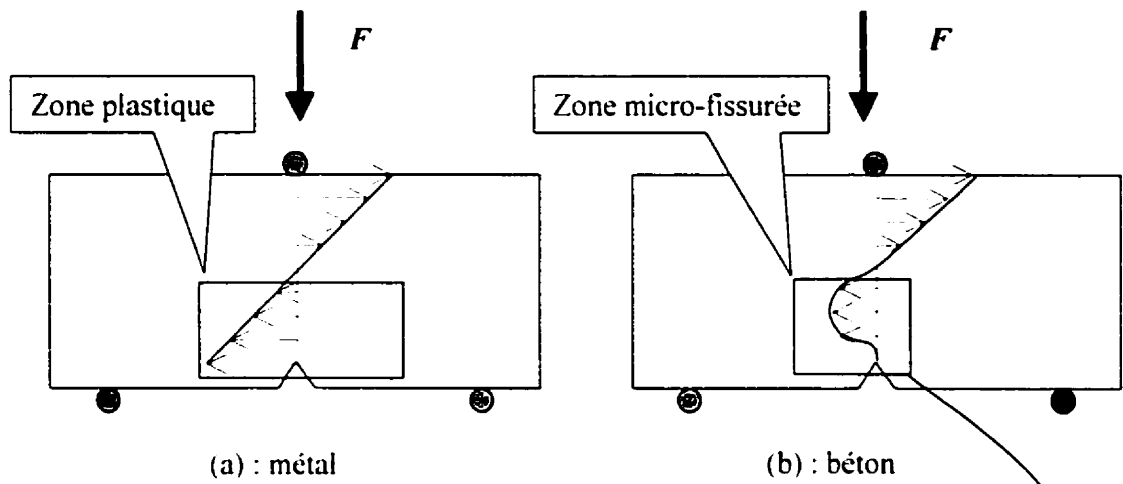


Figure 1-5 : Distribution des contraintes en mode de flexion (Hillerborg 1983)

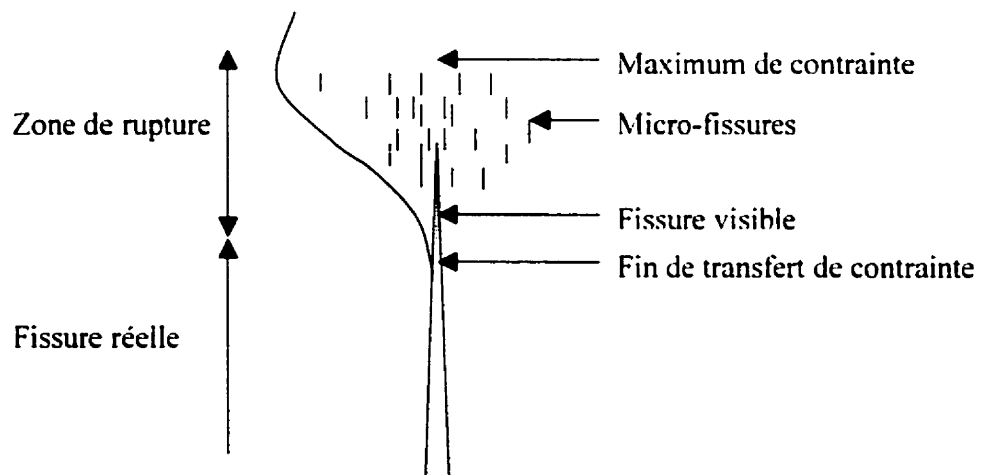


Figure 1-6 : Zone de rupture dans un béton (Hillerborg 1983)

### 1.3.1.6.2 Modèle des fissures fictives

L'idée fondamentale de ce modèle est schématisée dans la figure 1-7 où on a représenté un béton soumis à un essai de traction. Ce test est supposé se dérouler à déformation contrôlée afin de suivre la branche descendante (Fig. 1-4 b) vers zéro. Les deux allongements " $\Delta l_A$ " et " $\Delta l_B$ " ne sont pas égaux. La présence de micro-fissures dans la zone A provoque un allongement additionnel noté " $w$ ". Ainsi on a  $\Delta l_A = \Delta l_B + w$ .

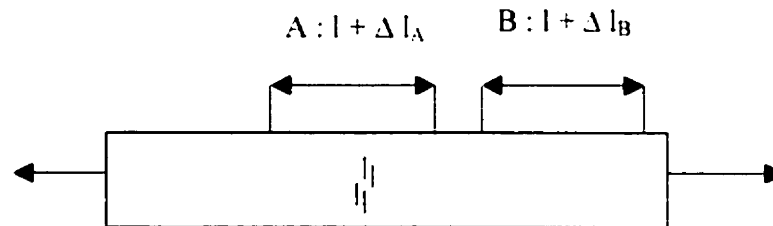


Figure 1-7 : Béton soumis à un essai de traction.

La zone B qui ne présente pas de micro-fissures aura un comportement élastique tout au long de l'essai. Une courbe ( $\sigma$ - $\epsilon$ ) représentant cette zone aura l'allure donnée par la figure 1-8. Le comportement de la zone A est schématisé aussi à la figure 1-8. Le comportement global de l'échantillon est montré par la figure 1-9. Pendant l'essai de traction, on constate qu'une déformation élastique se produit d'abord de manière uniforme dans tout l'échantillon. À partir du maximum de contrainte, on observe deux comportements distincts. Un retour élastique de toutes les zones non fissurées et un allongement de la zone contenant des micro-fissures. Cet allongement se poursuit pendant que le niveau de contrainte diminue jusqu'à la rupture.

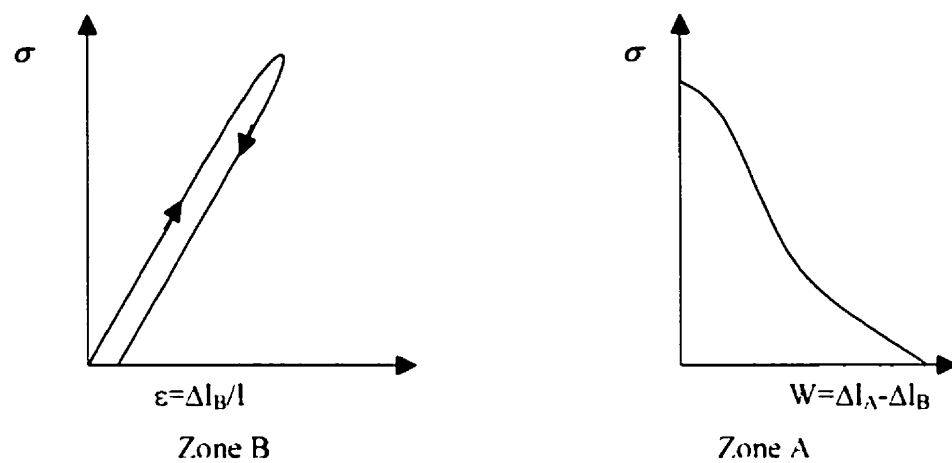


Figure 1-8 : Courbes contrainte-déformation de la zone B et contrainte-allongement de la zone A (Hillerborg 1983).

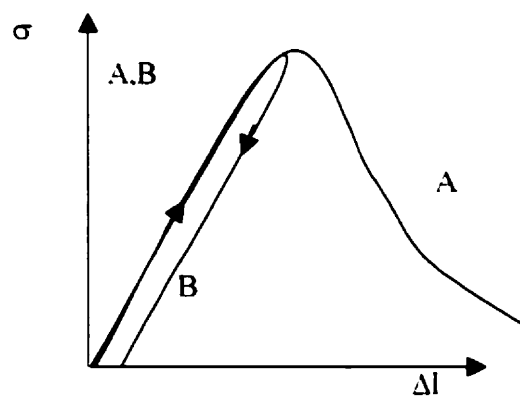


Figure 1-9 : Schéma de la répartition des déformations dans un béton soumis à un essai de traction (Hillerborg 1983).

La méthode de Hillerborg (Hillerborg 1976) consiste à considérer une fissure fictive comme le montre la figure 1-10.

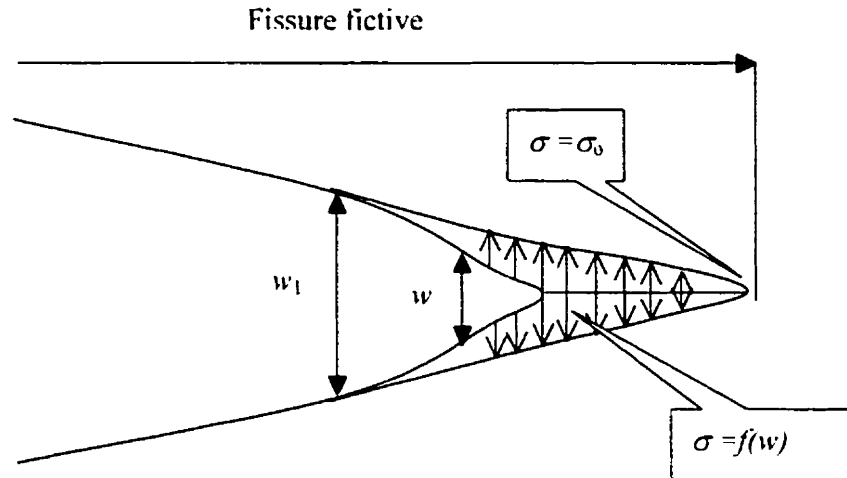


Figure 1-10 : Modèle de Hillerborg (Hillerborg 1976).

Dans ce modèle, on considère que la fissure commence à se propager quand la contrainte en son front atteint le module de rupture  $\sigma_0$ . La contrainte dans tout le front de fissure dépend de l'ouverture de la fissure  $w$ . Plus l'ouverture est grande, plus la contrainte est faible. Elle s'annule pour une valeur donnée qu'on peut noter  $w_1$ . Ainsi la quantité

d'énergie absorbée pendant la propagation de la fissure peut être égale à :  $A \int_0^{w_1} \sigma dw$  ( $A$

est l'aire de la section de l'échantillon). L'approche théorique consiste à proposer une courbe qui décrit le comportement du matériau identique à celle obtenue expérimentalement (Fig. 1-9). La courbe théorique doit donc être choisie tel que l'équation suivante soit vérifiée :

$$A \int_0^{w_1} \sigma dw = A2\gamma \quad (\text{Équation 1-11})$$

Cette méthode nécessite, en général, l'utilisation de méthodes numériques. Cependant, il existe des approximations analytiques. La figure 1-11 montre un exemple très simplifié de ce genre d'approximation. Dans cette figure, on a remplacé les courbes de la figure 1-8 par des droites. Ainsi le comportement élastique est assimilé à une droite croissante tandis que le comportement qui vient après, est assimilé à une droite décroissante. La droite élastique est défini par la loi de Hooke :  $\sigma = E\varepsilon$ .

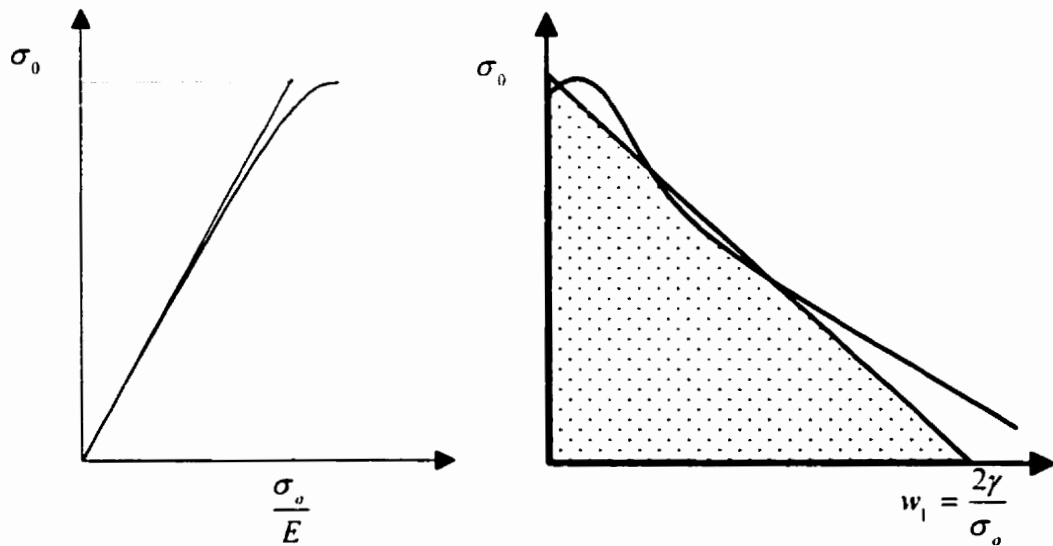


Figure 1-11 : Approximation simple (Hillerborg 1983).

Pour déterminer  $w_1$ , il faut considérer que l'aire sous la courbe représente l'énergie consommée par unité de surface créée. L'énergie est donnée par l'équation 1-11. D'un autre côté, l'aire sous la droite est égale à  $\frac{1}{2} \sigma_0 w_1$ . L'égalisation des deux quantités nous permet de déduire  $w_1$  :

$$\frac{1}{2} \sigma_0 w_1 = 2\gamma \quad (\text{Équation 1-12})$$

Un paramètre important est introduit par cette approche, c'est la longueur caractéristique " $l_{ch}$ ". Ce paramètre n'a cependant pas de signification physique. Il peut être toutefois considéré comme le rapport entre l'énergie de surface et l'énergie élastique emmagasinée par unité de volume, juste avant la rupture :

$$l_{ch} = \frac{2E\gamma}{\sigma_0^2} \quad (\text{Équation 1-13})$$

### 1.3.2 Propagation sous-critique

Nous avons considéré jusqu'à maintenant la rupture catastrophique. Lorsque la contrainte appliquée atteint une valeur critique, en d'autres termes pour des contraintes telles que le facteur d'intensité de contraintes soit égal à sa valeur critique  $K_{IC}$ , il y a propagation instantanée des fissures. Toutefois pour des contraintes inférieures à la valeur critique mais suffisantes ( $K_S < K_I < K_{IC}$ ), la fissure peut croître lentement jusqu'à la rupture. Cette propagation sous-critique peut être observée dans différentes situations. Lorsqu'une sollicitation mécanique (ou thermique) est répétée cycliquement, on a un phénomène de fatigue. L'action de l'environnement peut aussi provoquer une telle propagation. Ce dernier se manifeste par une interaction entre les sollicitations mécaniques et chimiques. Nous reviendrons avec plus de détails sur cette question dans la section 1-6 du présent chapitre.

L'étude des sollicitations sous-critiques se fait en général en traçant des courbes représentant la vitesse de propagation en fonction du facteur d'intensité des contraintes,  $K$ . On observe généralement trois stades dans ce genre de courbes (Fig. 1-12). Un premier stade (I) caractérisant le seuil de propagation d'une fissure existante, un deuxième (II) la propagation sous critique proprement dite et un dernier stade (III) qui correspond à la rupture brutale. Le stade (II) est décrit par la loi de Paris. Cette loi s'écrit dans le cas de la fatigue mécanique :

$$\frac{da}{dN} = A(\Delta K)^n \quad (\text{Équation 1-14})$$

Dans cette équation " $a$ " est la longueur de la fissure, " $N$ " est le nombre de cycles, " $\Delta K$ " est le facteur d'intensité de contraintes imposé et " $A$ " et " $n$ " sont des constantes qui dépendent du matériau sollicité.

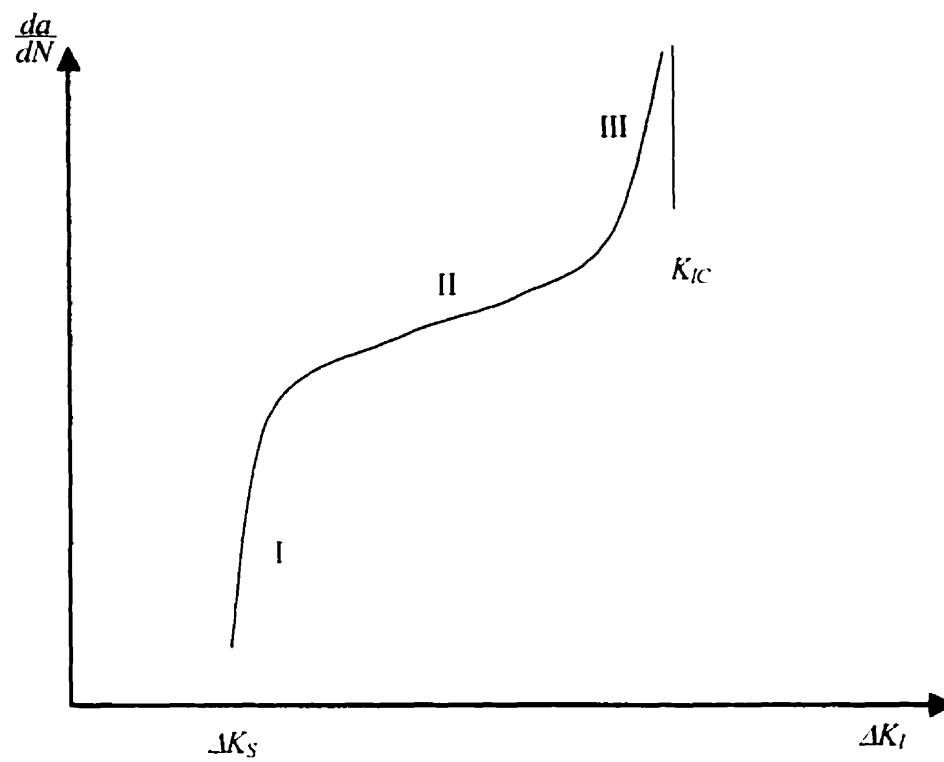


Figure 1-12 : Variation de la vitesse de propagation d'une fissure en fonction du facteur d'intensité des contraintes.

## **1.4 CHOCS THERMIQUES**

### **1.4.1 Introduction**

Les conditions d'utilisation font du choc thermique un des mécanismes de dégradation le plus important. En effet, la température d'utilisation étant très élevée par rapport à l'ambiante, ses fluctuations sont très fréquentes. Dans différents travaux, les chercheurs ont tenté de déterminer le seuil critique de variation de température qui permet la propagation des fissures. Cependant, la rupture peut avoir lieu suite à une accumulation de dommages élémentaires générés par des chocs mous mais répétés; c'est la fatigue thermique. Les travaux sur les chocs thermiques des matériaux fragiles peuvent donc être classés en deux catégories : les chocs thermiques critiques et les chocs thermiques sous-critiques. Le principal modèle théorique qui décrit la réponse des matériaux au premier type est due à Hasselman (1969) alors que celui qui décrit le second type est due à Kamiya (1979).

### **1.4.2 Contraintes thermiques**

Les contraintes d'origine thermique sont provoquées par une variation de la température et/ou par l'hétérogénéité du matériau. La variation de température peut être statique (ou quasi-statique) lorsque la température ne varie pas (ou peu) avec le temps. Elle peut aussi être brutale, c'est le choc thermique.

L'augmentation (ou la diminution) de la température d'un matériau,  $dT$ , provoque sa dilatation (ou sa contraction). Si le matériau est libre de se déformer, cette variation provoque un allongement,  $dl$ , proportionnel à  $dT$  selon l'équation :

$$\alpha dT = \frac{dl}{l} = \varepsilon \quad (\text{Équation 1-15})$$

Le coefficient de proportionnalité  $\alpha$  est le coefficient de dilatation thermique.

Si au contraire, le matériau ou une de ses parties sont empêchés de se déformer, des contraintes thermiques vont être générées. Ces contraintes peuvent apparaître aussi lorsque le matériau est soumis à un gradient de température. Les différentes parties du matériau vont, dans ce cas, subir différentes déformations et se gêneront les unes les autres ce qui conduira à l'apparition de contraintes. Le même phénomène apparaît avec une température uniforme appliquée à un matériau hétérogène. Les différentes parties constituant le matériau auront différentes réponses, cette fois à cause de la différence de leurs coefficients de dilatation thermique.

Lors d'un changement brutal de température, des contraintes thermiques sont produites. Les contraintes sont différentes dans ce cas de celles induites en régime quasi-statique par la même variation de température. Les premières sont, entre autres, plus élevées parce que les gradients créés sont plus importants. Une analyse simple permet d'écrire l'expression de cette contrainte. Considérons pour cela la déformation  $\varepsilon$  qui aurait du apparaître à cause de la différence de température  $\Delta T$  mais qui a été empêchée. Quelque soit le mécanisme qui a empêché cette déformation, il équivaut à l'application d'une contrainte  $\sigma$  qui peut être calculée en utilisant la loi de Hooke :

$$\sigma = E f(\nu) = E \alpha \Delta T f(\nu) \quad (\text{Équation 1-16})$$

Dans cette expression  $E$  est le module d'Young et  $f(\nu)$  est une fonction du coefficient de Poisson  $\nu$ , qui dépend de l'état de sollicitation.

L'équation 1-14 suppose que la surface du solide est instantanément portée à la température finale. Ce cas limite n'est pratiquement jamais rencontré, la contrainte thermique n'est donc qu'une partie de ce que donne l'expression précédente :

$$\sigma = \Psi E \alpha \Delta T f(\nu) \quad (\text{Équation 1-17})$$

La sévérité du choc thermique est d'autant plus grande que la dimension moyenne de l'échantillon " $a$ " est grande et la conductivité thermique " $k$ " du matériau est faible. Elle dépend aussi du fluide où la trempe a été faite. Ainsi, plus le coefficient de convection " $h$ " est grand, plus le choc est sévère. En résumé, le facteur " $\Psi$ ", qui caractérise la sévérité du choc thermique, dépend du nombre de Biot,  $\beta = \frac{ah}{k}$ , et varie de 0 à 1.

Enfin, on peut remarquer que le fait d'imposer " $\Delta T$ " lors d'un choc thermique revient à imposer une déformation " $\alpha \Delta T = \varepsilon$ ". Ce qui nous permet de dire que les sollicitations thermiques sont équivalentes à des sollicitations mécaniques à déformation imposée.

### 1.4.3 Chocs thermiques critiques

Il est important de distinguer les chocs thermiques critiques des chocs thermiques sous critiques. En effet, ces deux notions sont moins claires dans le cas des matériaux réfractaires. Pour des céramiques homogènes et monophasées, un choc critique conduit à la rupture brutale, ce qui exclut toute possibilité de faire des chocs cycliques. Un choc sous-critique quant à lui fait avancer la fissure d'une quantité élémentaire sans qu'il y ait rupture, ce qui permet de faire des tests à plusieurs cycles. Par contre dans le cas des matériaux réfractaires, un choc thermique critique ne conduit pas nécessairement à la rupture, ce qui permet aussi de faire intervenir plusieurs cycles. Ce type de test, appelé abusivement fatigue thermique, est en fait un essai critique à plusieurs cycles. La fatigue

thermique proprement dite a lieu quand la variation de température appliquée est inférieure au seuil critique. L'un des premiers travaux (Kingery 1955) sur les chocs thermiques a été de trouver la valeur de ce seuil.

#### 1.4.3.1 Approche thermoélastique

Le but généralement poursuivi dans ce genre d'étude consiste à trouver, en fonction des propriétés mesurables (module d'Young, ténacité, énergie de rupture ...), des paramètres dits de performance qui permettent de caractériser la résistance des matériaux aux chocs thermiques. L'une des premières théories dans ce sens (Kingery 1955) est basée sur l'élasticité. Dans cette approche, on considère qu'un matériau soumis à un choc thermique va se rompre si la contrainte engendrée par le champ de dilatation thermique dépasse sa contrainte à la rupture, en tension. À partir de la théorie d'élasticité, on peut calculer la contrainte en fonction de la variation de température. En effet, un matériau soumis à une différence de température " $\Delta T$ " est déformé et sa déformation est reliée à la contrainte par la loi de Hooke :

$$\varepsilon = \alpha \Delta T = \frac{\sigma(1-\nu)}{E} \quad (\text{Équation 1-18})$$

La contrainte de rupture " $\sigma_o$ " sera atteinte pour une valeur critique " $\Delta T_c$ ". Si on considère que le meilleur matériau est celui qui supporte la plus grande différence de température sans rupture, on peut définir le premier paramètre de résistance aux chocs thermiques, qui représente aussi le seuil du choc thermique critique,  $\Delta T_c$  :

$$R = \frac{\sigma_o(1-\nu)}{E\alpha} \quad (\text{Équation 1-19})$$

Ce paramètre a toutefois été obtenu en supposant que la chaleur se répand instantanément dans le matériau. Ce qui n'est généralement pas le cas. Il faut donc tenir compte de la conductibilité " $k$ " du matériau. Pour cela un deuxième paramètre a été défini. Plus le matériau est conducteur, plus il propage rapidement la chaleur et plus sa résistance aux chocs thermiques est élevée:

$$R' = kR = \frac{k\sigma_u(1-\nu)}{E\alpha} \quad (\text{Équation 1-20})$$

Cependant, comme la théorie de l'élasticité suppose la continuité du matériau, cette méthode ne peut s'appliquer une fois le stade d'initiation des fissures dépassé. Ceci nous permet de conclure que les paramètres  $R$  et  $R'$  caractérisent la résistance à l'initiation des fissures. Une fois le stade d'initiation dépassé, on se retrouve en présence d'un matériau contenant des fissures plus ou moins longues. C'est le stade de propagation. Il est donc nécessaire de trouver un paramètre qui puisse décrire la résistance à la propagation. Pour cela une approche énergétique est nécessaire.

#### 1.4.3.2 Approche énergétique

Il s'agit dans cette approche de tenter de déterminer les conditions énergétiques de la rupture. Bien que les premiers travaux datent du début des années 1920 (Griffith 1920), il faut attendre les années 1960 pour qu'ils soient utilisés (Hasselman 1963) dans le cas des chocs thermiques. Considérant une surface sphérique de rayon " $b$ ", Hasselman donne une expression de l'énergie élastique légèrement différente de celle de Griffith :

$$U_{el} = \frac{4\pi b^3 \sigma^2 (1-\nu)}{7E} \quad (\text{Équation 1-21})$$

En supposant que toute l'énergie élastique est convertie en énergie de surface, on a pour  $N$  fissures:

$$U_{el} = 2NA\gamma_{eff} \quad (\text{Équation 1-22})$$

Ce qui permet de calculer la surface moyenne des fissures :

$$A = \frac{2\pi b^3 \sigma^2 (1 - \nu)}{7NE\gamma_{eff}} \quad (\text{Équation 1-23})$$

Puisque l'endommagement du matériau est proportionnel à l'énergie élastique stockée dans le matériau juste avant la rupture, on cherchera à minimiser cette énergie. D'autre part, plus la surface créée est grande et plus le matériau sera endommagé. Minimiser l'endommagement équivaut à minimiser la surface créée. On peut donc définir deux nouveaux paramètres de résistance aux chocs thermiques, en minimisant l'une ou l'autre de ces quantités :

$$\begin{aligned} R''' &= \frac{E}{\sigma^2 (1 - \nu)} \propto \frac{1}{\text{énergie élastique stockée}} \\ R'''' &= \frac{E\gamma_{eff}}{\sigma^2 (1 - \nu)} \propto \frac{1}{\text{surface créée}} \end{aligned} \quad (\text{Équation 1-24})$$

#### 1.4.3.3 Unification des deux approches

Dans sa "théorie unifiée" Hasselman (1969, 1995) propose une seule approche pour expliquer la réponse d'un matériau fissuré aux chocs thermiques. Cette approche est basée sur la notion du module d'Young effectif introduite par les travaux de Berry en 1960.

#### 1.4.3.3.1 Module d'Young effectif

Pour définir le module d'Young effectif il faut d'abord écrire l'énergie du système. Considérons pour cela une plaque de surface  $S$  et d'épaisseur unité comme le montre la figure 1-13. L'introduction d'une fissure elliptique de longueur  $2a$  sous une contrainte  $\sigma$  imposée, cause une augmentation de l'énergie potentielle par unité d'épaisseur,  $\Delta U_p$  :

$$\Delta U_p = \frac{\pi a^2 \sigma^2}{E_0} \quad (\text{Équation 1-25})$$

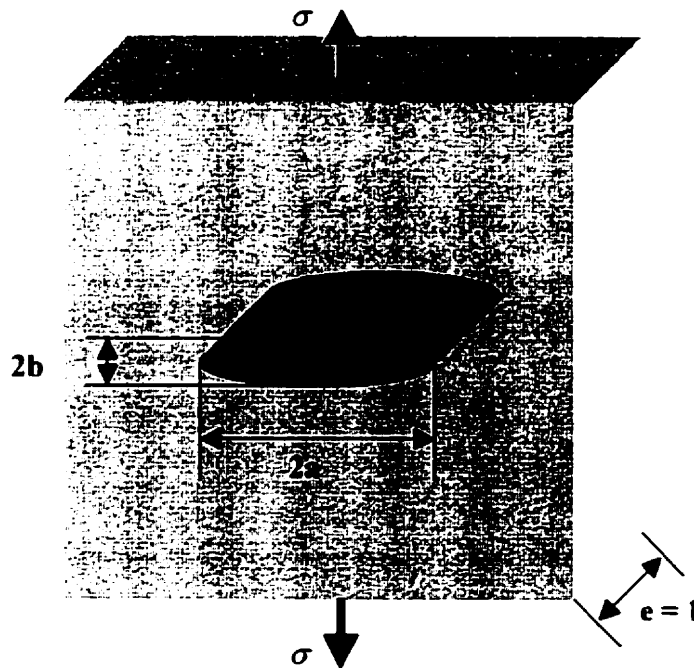


Figure 1-13 : Matériau contenant une fissure elliptique.

L'énergie totale sera donc :

$$U_p = \frac{S\sigma^2}{2E_0} + \frac{\pi a^2 \sigma^2}{E_0} = \frac{S\sigma^2}{2E_0} \left( 1 + \frac{2\pi a^2}{S} \right) = \frac{S\sigma^2}{2E_{eff}} \quad (\text{Équation 1-26})$$

Où  $E_{eff}$  est appelé module d'Young effectif.

La quantité  $1/S$  peut être considérée comme la densité des fissures (1 ici) par unité de volume ( $1 \times S$ ). La réponse d'un matériau de module d'Young,  $E_0$ , contenant  $N$  fissures par unité de volume est la même qu'un matériau non fissuré de module d'Young  $E_{eff}$  tel que :

$$E_{eff} = E_0 \left( 1 + 2N\pi a^2 \right)^{-1} \quad (\text{Équation 1-27})$$

Cette relation ne tient pas compte de l'interaction des fissures ce qui suppose que ces dernières sont suffisamment éloignées les unes des autres. Dans ce cas, le nombre et la taille des fissures doivent être faibles. La condition de validité de l'équation 1-27 peut donc être remplie si la quantité  $\pi N a^2$  est faible devant la surface de l'échantillon.

#### 1.4.3.3.2 Énergie d'un matériau fissuré

Si nous considérons l'unité de volume, l'équation 1-26 devient :

$$u_p = \frac{\sigma^2}{2E_{eff}} = \frac{\varepsilon^2 E_{eff}}{2} \quad (\text{Équation 1-28})$$

Pour une déformation provoquée par une variation de température cette équation peut s'écrire :

$$u_p = \frac{[\alpha(\Delta T)]^2 E_0}{2(1 + 2\pi a^2)} \quad (\text{Équation 1-29})$$

D'autre part, la création de nouvelles surfaces nécessite une énergie. Si on désigne l'énergie de surface nécessaire à la création d'une unité de surface par " $\gamma_{eff}$ ", l'énergie nécessaire pour créer une fissure de surface " $2a \times l$ " sera donc égale à " $\gamma_{eff} \times 2a \times l$ ". Comme nous avons " $N$ " fissures par unité de volume et comme chaque fissure est composée de deux surfaces, l'énergie de surface par unité de volume s'écrira enfin :

$$u_s = 4Na\gamma_{eff} \quad (\text{Équation 1-30})$$

Ainsi, l'énergie totale de la plaque par unité de volume peut s'écrire :

$$u_t = \frac{[\alpha(\Delta T)]^2 E_0}{2(1 + 2\pi Na^2)} + 4Na\gamma_{eff} \quad (\text{Équation 1-31})$$

#### 1.4.3.3 Propagation des fissures

Le critère de Griffith consiste à dire que la propagation de la fissure peut avoir lieu si elle contribue à diminuer l'énergie du système. On a donc :

$$\frac{\partial u_t}{\partial a} = - \frac{2\pi[\alpha(\Delta T)]^2 E_0 Na}{(1 + 2\pi Na^2)^2} + 4N\gamma_{eff} \leq 0 \quad (\text{Équation 1-32})$$

Cette équation permet la détermination de la variation de température critique qui correspond à la condition d'instabilité des fissures :

$$\Delta T_c = \left[ \frac{2\gamma_{eff}}{\pi\alpha^2 E_0} \right]^{1/2} (1 + 2\pi Na^2) [a]^{-1/2} \quad (\text{Équation 1-33})$$

Cette équation peut être illustrée schématiquement par la figure 1-14. La courbe montre deux régions séparées par un minimum pour une valeur donnée " $a_m$ ". Ce minimum peut être calculé en dérivant l'expression 1-32 :

$$a_m = (6\pi N)^{-1/2} \quad (\text{Équation 1-34})$$

Pour des fissures plus petites que  $a_m$ , le terme en  $2\pi Na^2$ , qui est inférieur dans ce cas à 1/3, est plus petit que 1. Pour des valeurs de " $a$ " telles que " $2\pi Na^2$ " peut être négligé devant 1, " $\Delta T_c$ " s'écrit alors:

$$\Delta T_c = \left[ \frac{2\gamma_{eff}}{\pi E_0 \alpha^2 a} \right]^{1/2} \quad (\text{Équation 1-35})$$

Pour des fissures plus longues que " $a_m$ " ce terme devient rapidement plus grand que 1. Quand " $a$ " est suffisamment grand pour que 1 puisse être négligée devant " $2\pi Na^2$ ",  $\Delta T_c$  s'écrit:

$$\Delta T_c = \left[ \frac{8\pi\gamma_{eff} N^2 a^3}{E \alpha^2} \right]^{1/2} \quad (\text{Équation 1-36})$$

Revenons maintenant au cas de la propagation d'une fissure quelconque de longueur initiale " $a_i$ ". Celle-ci va se propager lorsque la variation de température appliquée dépasse la valeur critique,  $\Delta T_c$ , qui lui correspond. Cependant l'énergie disponible peut être plus grande que l'énergie de création des nouvelles surfaces. L'excédant d'énergie constitue l'énergie cinétique de propagation de la fissure. Il s'ensuit que la fissure ne s'arrête pas quand on atteint la zone stable (ligne pleine) mais lorsque cette énergie cinétique est complètement transformée en énergie de surface. La longueur de la fissure atteindra alors une valeur finale " $a_f$ ". Pour déterminer la valeur de cette longueur finale, on peut utiliser le principe de conservation d'énergie :

$$U_{totale}(a_i) = U_{totale}(a_f) \quad (\text{Équation 1-37})$$

En utilisant 1-31, on peut écrire :

$$\frac{[\alpha(\Delta T)]^2 E_0}{2(1 + 2\pi Na_i^2)} + 4Na_i \gamma_{eff} = \frac{[\alpha(\Delta T)]^2 E_0}{2(1 + 2\pi Na_f^2)} + 4Na_f \gamma_{eff} \quad (\text{Équation 1-38})$$

Les valeurs de " $a_f$ ", racines de cette équation, sont représentées en pointillés dans la figure 1-14. Lorsque " $a_i$ " est suffisamment petit pour pouvoir négliger la quantité " $2\pi Na_i^2$ " devant 1, la relation entre " $a_i$ " et " $a_f$ " s'écrit simplement :

$$a_f = (4\pi Na_i)^{-1} \quad (\text{Équation 1-39})$$

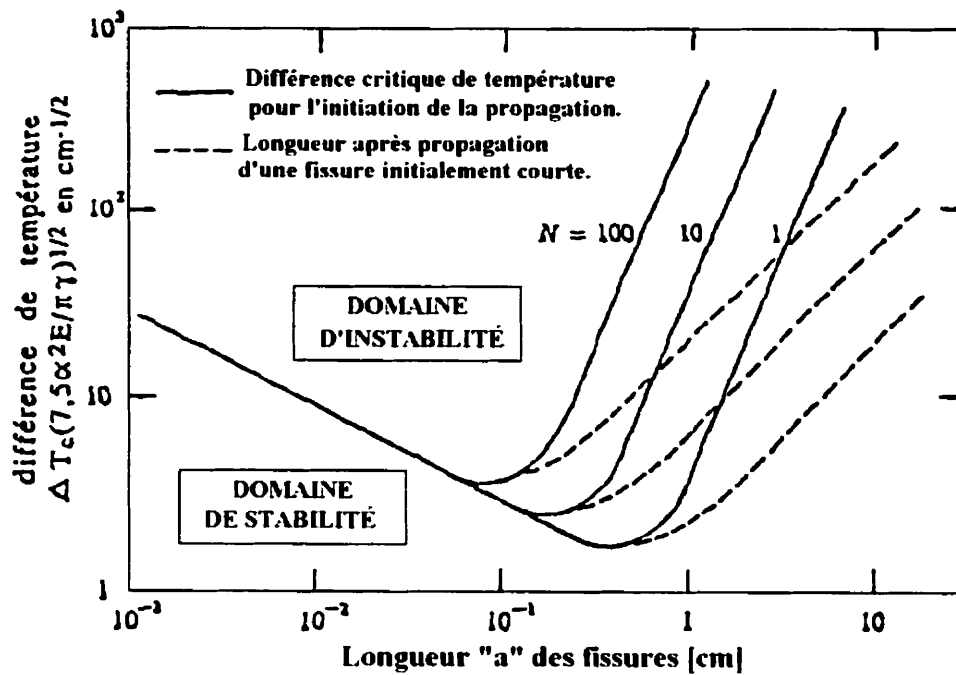


Figure 1-14: Courbe d'Hasselman (1969)

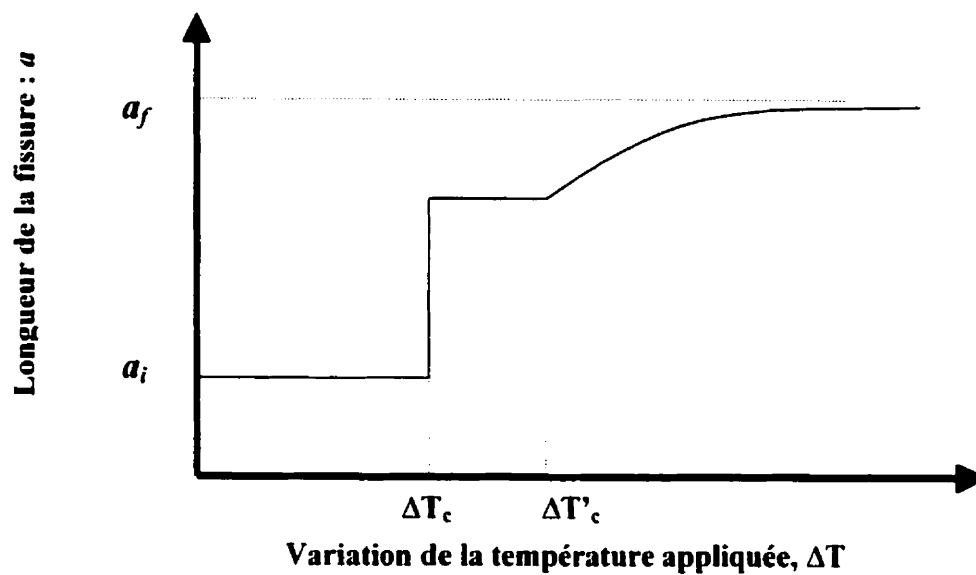


Figure 1-15 : Tailles des fissures après l'application de différents gradients de température.

Considérons un matériau contenant des fissures de longueurs inférieures à la longueur " $a_m$ " que l'on soumet à un choc thermique  $\Delta T > \Delta T_c$ . Au moment où on atteint  $\Delta T_c$ , on entre dans la zone d'instabilité des fissures. Une augmentation de la longueur de fissure à cet instant nous maintient dans la zone d'instabilité, les fissures vont donc se propager de manière catastrophique jusqu'à atteindre la zone de stabilité (Fig. 1-14 et 1-15). Cependant les fissures possèdent alors une énergie cinétique qui leur permet de poursuivre la propagation au-delà de la zone de stabilité, jusqu'aux lignes pointillées (Fig. 1-14). Par la suite, si le choc thermique est suffisamment sévère, on remonte jusqu'à la ligne pleine, c'est à dire  $\Delta T_c$ . À partir de là, la propagation se poursuit mais de manière contrôlée (Fig. 1-14 et 1-15). En effet une augmentation de la longueur de fissure à cet endroit tend à faire sortir l'état du système de la zone d'instabilité, c'est pourquoi la propagation se fait alors de manière quasi-statique. Nous pouvons donc parler de trois zones : initiation, propagation dynamique des fissures courtes et propagation quasi-statique des fissures longues.

Pour vérifier expérimentalement ces résultats, il faut tracer une courbe représentant la taille des fissures en fonction des variations de température appliquées à l'échantillon, comme le montre la figure 1-15. Cependant il est difficile de mesurer la taille des fissures à l'intérieur d'un échantillon. Comme la longueur de la fissure est inversement proportionnelle au module de rupture, on peut utiliser une méthode indirecte pour vérifier la théorie d'Hasselman. Plusieurs études expérimentales (Davidge 1972, Hasselman 1969) ont consisté à mesurer les modules de rupture après un choc thermique. L'allure des courbes obtenues (Fig. 1-16) est, comme attendu, le symétrique de celle indiquée par la figure 1-15.

Si nous considérons par contre un matériau dans lequel les fissures ont une longueur supérieure à " $a_m$ ", les fissures se trouveront dès le début dans la zone de propagation stable et il n'y aura pas de propagation catastrophique.

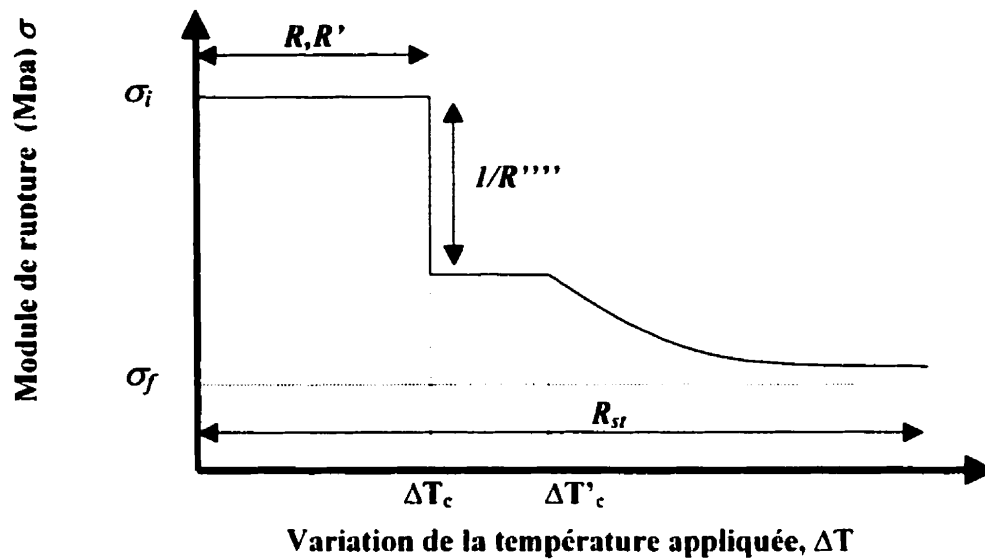


Figure 1-16 : Modules de rupture après l'application de différents gradients de température.

#### 1.4.3.3.4 Résistance aux chocs thermiques

La figure 1-16 montre que pour des variations de température inférieures à la valeur critique,  $\Delta T_c$ , la résistance du matériau peut être caractérisée par les paramètres d'initiation  $R$  et  $R'$  (voir section 1.4.3.1). La chute de résistance qui suit est attribuable à une augmentation de la longueur des fissures, c'est la zone dite dynamique. Elle peut être caractérisée par les paramètres de résistance à la propagation des fissures courtes, c'est à dire par  $R'''$  ou  $R''''$  (voir section 1.4.3.2). Après cela commence la propagation quasi statique. Dans cette région, on a des fissures longues et l'équation donnant la différence critique de température est l'équation 1-36. Cette relation permet d'introduire un paramètre de résistance à la propagation des longues fissures :

$$R_{st} = \left[ \frac{\gamma_{eff}}{\alpha^2 E} \right]^{1/2} \quad (\text{Équation 1-40})$$

En plus de ces paramètres de performance, l'équation 1-39 montre que la longueur finale des fissures est inversement proportionnelle à la longueur initiale. En d'autres termes, se sont *les matériaux les plus fissurés qui sont les plus résistants aux chocs thermiques*.

#### 1.4.3.4 Approche du taux de restitution de l'énergie

Dans les années 1980 une équipe de chercheurs (Bahar et al. 1985, 1986, 1987, 1988, 1993, 1996, Pompe et al. 1993) propose, tout en critiquant la théorie d'Hasselman, une nouvelle approche. L'essentiel de cette critique (Pompe 1993) consiste à remettre en question l'hypothèse de la simultanéité de la propagation des fissures d'Hasselman, lors d'un choc thermique. L'impossibilité d'une telle propagation a fait l'objet d'une démonstration mathématique (Bahar et al. 1993). Pour que la propagation simultanée des fissures puisse avoir lieu dans un matériau soumis à un choc thermique, il faut que toutes les fissures soient de même taille et qu'elles soient soumises à la même sollicitation. Or ces deux conditions ne peuvent être remplies. D'une part, la taille identique des fissures est difficile à admettre et d'autre part, une même sollicitation ne peut avoir lieu que si la variation de température est imposée instantanément dans tout le matériau. Ce dernier pré-requis ne peut être obtenu puisque la chaleur obéit à une loi de diffusion. Bahr démontre en 1988 que, même de manière approximative, cette hypothèse ne peut être retenue.

##### 1.4.3.4.1 Diffusion de la chaleur

L'approche de Bahr est basée sur la répartition de la température dans un échantillon soumis à un choc thermique ainsi que l'évolution des contraintes engendrées avec le temps telle que décrites dans les travaux d'Evans (1977) et ceux d'Emery (1980). Si

nous considérons un matériau de forme parallélépipédique (Fig. 1-17) de température  $T_i$  dont une face est soumise à une température  $T_f$ , la chaleur va diffuser dans le matériau selon la loi de Fick. La température,  $T(y,t)$ , qui dépend de la position et du temps est solution de l'équation de diffusion (Bahr et al. 1993) :

$$\frac{\partial T}{\partial t} - \kappa \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} = 0 \quad (\text{Équation 1-41})$$

Avec  $\kappa$ , le coefficient de diffusion du matériau.

La solution de (1-41) est donnée sous forme de série et n'a pas une expression analytique simple (Bahr et al. 1993) :

$$T(\eta, \tau) = T_i - \Delta T \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2 \sin \mu_n}{\mu_n + \sin(\mu_n) \cos(\mu_n)} \cos(\mu_n \eta - \mu_n) e^{-\mu_n^2 \tau} \quad (\text{Équation 1-42})$$

Dans cette équation  $\Delta T = T_f - T_i$ ,  $\eta = \frac{y}{b}$  et  $\tau = \frac{\sqrt{\kappa t}}{b}$ . Le terme  $\mu_n$  est solution de l'équation  $\mu_n = \beta \cos \mu_n$  où  $\beta = \frac{h b}{k}$  est le nombre de Biot avec  $h$ , le coefficient de convection à l'interface et  $k$ , le coefficient de conduction.

Pour des temps courts l'équation 1-42 peut avoir une expression relativement simple en utilisant la fonction erreur (*erf*) :

$$T(\eta, \tau) = T_i - \Delta T \left\{ \operatorname{erf} \left( \frac{\eta}{2\tau} \right) - e^{\beta \eta + \beta^2 \tau} \operatorname{erf} \left( \frac{\eta}{2\tau} + \beta \tau \right) \right\} \quad (\text{Équation 1-43})$$

Où la fonction  $\operatorname{erf}$  est donnée par :

$$\operatorname{erf}(w) = 1 - \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^{\infty} e^{-\xi^2} d\xi \quad (\text{Équation 1-44})$$

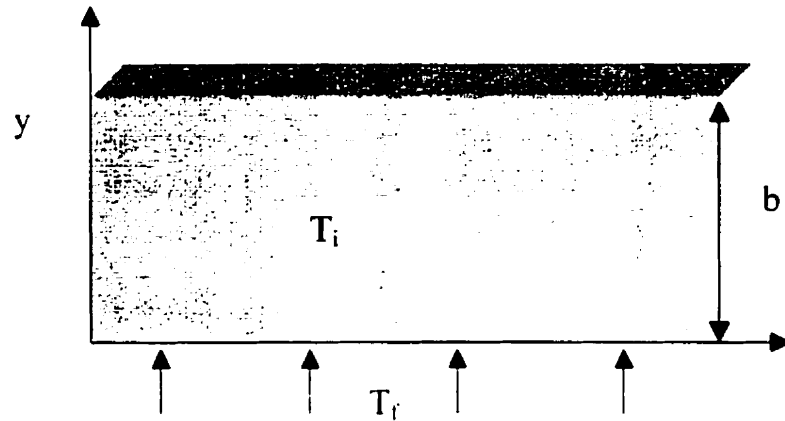


Figure 1-17 : Échantillon soumis à un choc thermique sur une face.

#### 1.4.3.4.2 Condition de propagation simultanée des fissures

Considérons qu'un matériau contient des fissures de différentes tailles. Pour que leur propagation soit simultanée, il faut que l'état de contrainte soit instantanément imposé dans tout le matériau. En effet, si la contrainte en un point où il y a une fissure ne varie pas avec le temps, cette fissure commence à se propager si la contrainte est critique. Par contre, si la contrainte varie avec le temps,  $\sigma(\bar{r}, t)$ , elle atteint la valeur critique à un temps qui dépend de la taille de la fissure. Comme les fissures n'ont pas la même taille, la contrainte atteint la valeur critique à des instants différents pour différentes fissures. Il s'agit de calculer l'ordre de grandeur de cette différence pour voir si elle est suffisamment faible pour être négligée. Pour que cette différence soit considérée comme

négligeable, il faut que le délai " $\delta t$ " pour qu'une seconde fissure commence à se propager soit petit par rapport au temps " $\Delta t$ " mis par la première pour traverser sa zone d'instabilité. Pour cela, on détermine d'abord les conditions de propagation des fissures qui est satisfaite lorsque le taux de restitution d'énergie atteint la valeur critique:

$$G(a, t) = G_c \quad (\text{Équation 1-45})$$

Si nous considérons une autre fissure de taille plus petite,  $a - \delta a$ , le taux de restitution de l'énergie sera atteint plus tard à l'instant " $t + \delta t$ " :

$$G(a - \delta a, t + \delta t) = G_c \quad (\text{Équation 1-46})$$

À partir des équations 1-45 et 1-46, on peut déduire une relation entre " $\delta t$ " et " $\delta a$ " :

$$\delta t = \delta a \left( \frac{\partial G}{\partial a} \right) / \left( \frac{\partial G}{\partial t} \right) \quad (\text{Équation 1-47})$$

Les calculs de Bahr (Bahr 1988) conduisent à une valeur inférieure à  $10^{-6}$  pour  $\frac{\delta a}{a}$ . Ainsi, pour que deux fissures puissent se propager simultanément, il faut que leurs tailles diffèrent d'une valeur inférieure à  $10^{-6}\%$  ! Il s'ensuit donc que la propagation simultanée des fissures est pratiquement impossible.

#### 1.4.3.4.3 Modèle proposé

Contrairement à Hasselman, Bahr considère que la compréhension des chocs thermiques ne passe pas seulement par l'analyse des conditions de propagations des fissures, mais aussi des conditions pour lesquelles une fissure en mouvement s'arrête. Pour cela, Bahr

et al. ont mené des expériences (Bahr et al. 1985) sur des échantillons sur lesquels ils ont usiné des entailles différentes. Ces échantillons sont irradiés avec une énergie donnée jusqu'à une température donnée. Après une trempe, les échantillons dont la fissure ne s'est pas propagée subiront une nouvelle irradiation avec une énergie plus élevée. Les points carrés montrés par la figure 1-18 représentent la puissance d'irradiation critique pour propager la fissure. La taille de la fissure finale donnée par les cercles pleins est atteinte par une propagation instable. Ces résultats permettent de faire plusieurs conclusions. D'abord, on remarque que, conformément aux prédictions d'Hasselman, les fissures finales longues correspondent à des fissures initiales courtes. D'un autre côté, plus la fissure initiale s'approche de la valeur " $x_m$ ", plus la partie d'instabilité est réduite. Les fissures initiales plus larges que " $x_m$ " se propagent de façon stable. La stabilité se traduit ici par la nécessité de maintenir un accroissement de l'énergie d'irradiation pour maintenir la propagation.

#### 1.4.3.4.4 Chargement critique

La propagation des fissures de taille " $a_0$ " s'initie lorsque le taux de restitution d'énergie  $G(a_0)$  est au moins égal à une valeur critique  $G_c$ . Pour déterminer le critère de propagation des fissures, il faut donc connaître l'expression de " $G(a)$ ". Malheureusement, il n'y a pas d'expression analytique simple. Bahr utilise une méthode numérique pour déterminer la valeur de " $G$ ". Cette méthode utilise la solution 1-42 de l'équation de diffusion pour évaluer la température en un point donné de l'échantillon et à un instant donné. Le gradient de température ainsi obtenu permet de calculer l'état des contraintes au point et à l'instant considérés. À partir de l'expression de la contrainte et en utilisant la méthode des fonctions de poids en mécanique de la rupture, il calcule le facteur d'intensité des contraintes " $K$ ". Comme le taux de restitution de l'énergie est lié au facteur d'intensité des contraintes ( $G = K^2 / E$ ), on aboutit, en fin de compte, à estimer " $G$ ". Malgré la précision de la méthode, elle présente le handicap de trop lourds calculs.

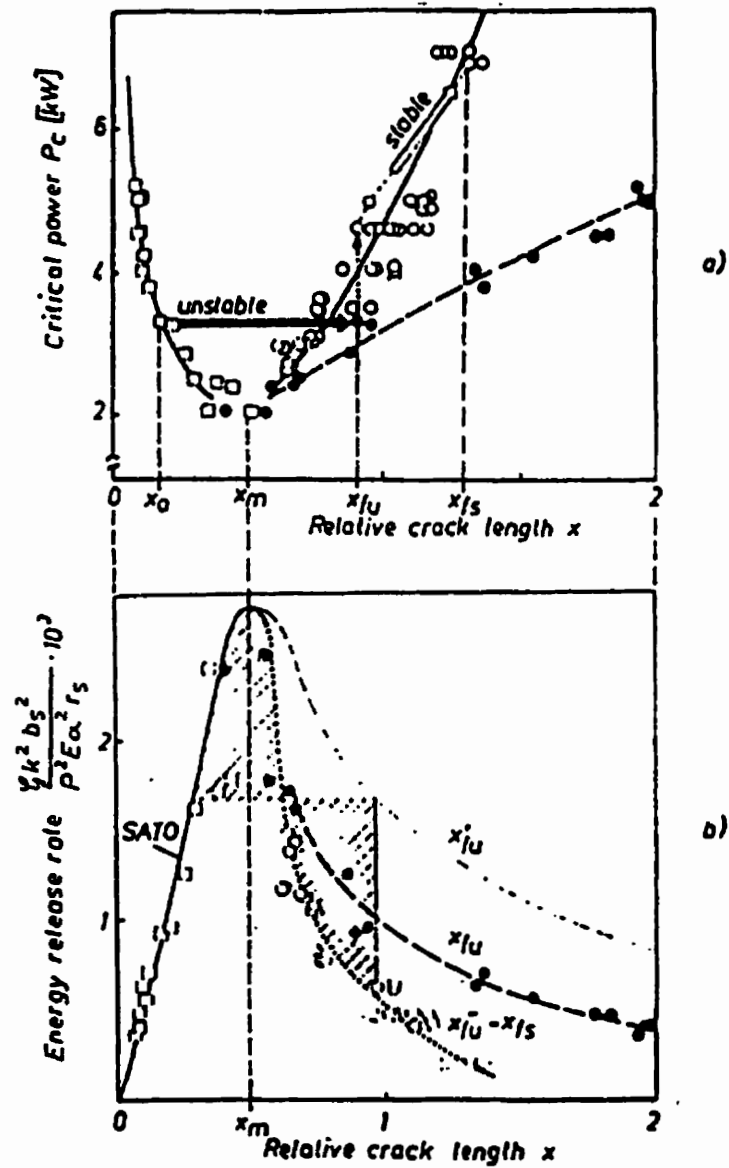


Figure 1-18 : Résultat des expériences de Bahr (1985)

#### 1.4.3.4.5 Taille finale des fissures

La connaissance de la taille finale des fissures est nécessaire dans ce genre d'étude car le module de rupture résiduel après le choc dépend de cette taille. Dans le cas d'une propagation instable, la taille finale est comprise entre deux valeurs limites. Une borne inférieure " $a_{fi-}$ " qui est atteinte lorsqu'une partie de l'énergie est dissipée et une borne supérieure " $a_{fi+}$ " lorsqu'il n'y a aucune perte. Pour déterminer ces tailles limites, on considère que la limite inférieure correspond à un maximum de dissipation, l'énergie qui n'est pas utilisée pour créer la fissure est perdue. Il s'ensuit que la partie utilisée est " $G_c$ ". La taille " $a_{fi-}$ " est obtenue en résolvant l'équation :

$$G(a_{fi-}) = G_c = G(a_o) \quad (\text{Équation 1-48})$$

Pour la limite supérieure, toute l'énergie a servi à créer la fissure. Il s'ensuit donc que l'intégrale entre " $a_o$ " et " $a_{fi+}$ " est égale à l'énergie de création de surface entre ces deux tailles. La solution peut être obtenue en résolvant l'équation suivante :

$$\int_{a_o}^{a_{fi+}} (G(a) - G_c) da = 0 \quad (\text{Équation 1-49})$$

#### 1.4.3.4.6 Fissures multiples

La présence d'une fissure dans un corps, soumis à une contrainte, modifie l'état de contraintes dans une région qui s'étend sur une distance comparable à la longueur de cette fissure. Donc les fissures du voisinage vont 'sentir' cette modification si la distance entre elles est inférieure à cet ordre de grandeur. Cette interaction influence le taux de restitution de l'énergie puisque l'intensité de la contrainte au fond de la fissure peut

augmenter ou diminuer suivant l'arrangement des fissures. Si on considère l'énergie nécessaire pour propager les fissures, on peut dire qu'un échantillon avec  $N$  fissures nécessite  $N$  fois plus d'énergie qu'un échantillon avec une seule fissure. Toutefois, ce raisonnement n'est valable que si les fissures n'interagissent pas. En effet, à cause de la relaxation mutuelle des fissures, l'énergie nécessaire pour propager  $N$  fissures n'atteint pas  $N$  fois l'énergie nécessaire pour propager une seule fissure. Comme le taux de restitution de l'énergie est égal à l'énergie par unité de surface créée, il s'ensuit que ce taux est plus faible pour l'échantillon à  $N$  fissures. L'échantillon avec  $N$  fissures supportera par conséquent un chargement supérieur.

#### 1.4.3.4.7 Résistance aux chocs thermiques

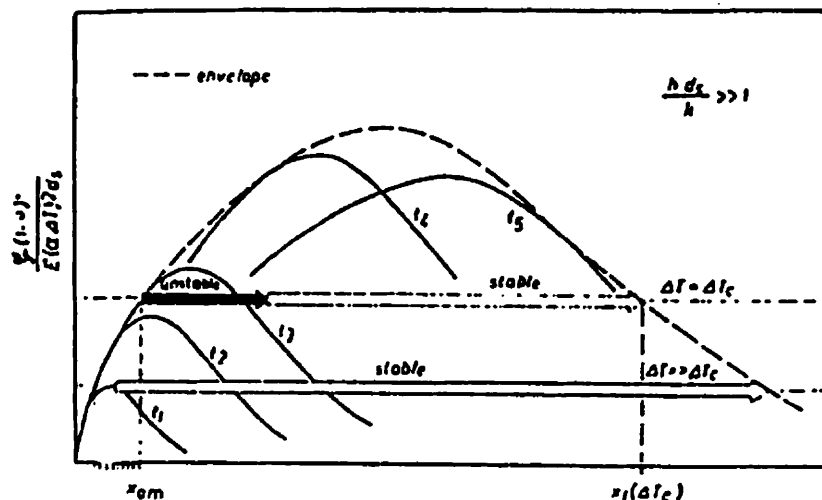
Comme nous l'avons déjà vu, le module de rupture résiduel après choc thermique dépend de la manière avec laquelle les fissures se sont propagées. Ainsi, si les fissures initiales sont petites, nous aurons une propagation instable et une diminution très forte du module de rupture. Par contre, si les défauts initiaux sont grands, nous aurons une propagation plus stable et un module de rupture résiduel plus élevé. Dans le cas d'un échantillon contenant un défaut de longueur  $a$  et soumis à un choc thermique, le taux de restitution de l'énergie peut s'exprimer (Bahr et al. 1985) sous la forme :

$$G = Eb(\alpha\Delta T)^2 f(x, \tau, \beta) \quad (\text{Équation 1-50})$$

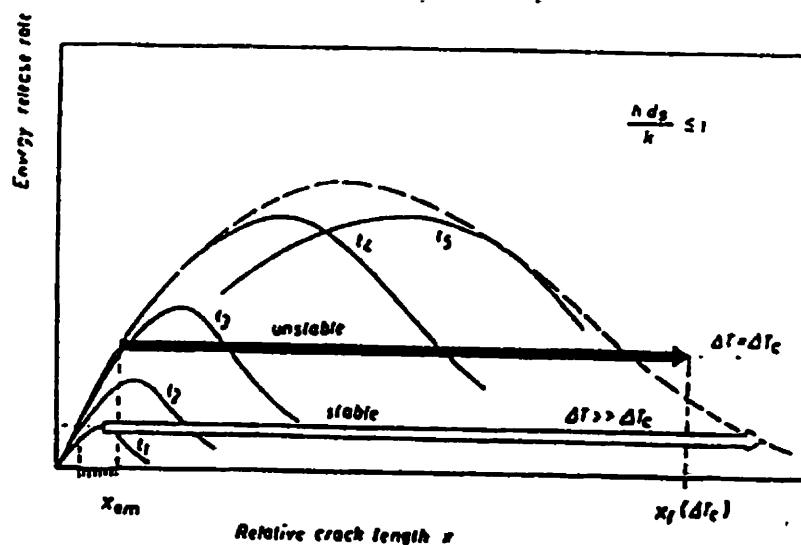
Avec  $b$  la dimension moyenne de l'échantillon,  $x$  ( $=a/b$ ) la dimension relative d'une fissure,  $\tau$  une variable du temps sans dimension et  $\beta$  le nombre de Biot.

Bahr et al. décrivent la propagation des fissures à l'aide des courbes représentatives de la fonction  $f(x, \tau, \beta)$  tracées en fonction de la variable  $x$  et pour différentes valeurs de  $\tau$ . La figure 1-19 montre l'allure de ces courbes pour plusieurs valeurs de  $\tau$ . Sur

cette figure, on peut considérer trois cas : le cas où la variation de température est égale à la valeur critique " $\Delta T = \Delta T_c$ ", celui où la variation de température est légèrement supérieure à cette valeur " $\Delta T \geq \Delta T_c$ " et celui d'une variation de température très supérieure à cette valeur " $\Delta T \gg \Delta T_c$ ".



(a) Cas de  $\beta \gg 1$



(b) Cas de  $\beta \approx 1$

Figure 1-19: Courbes de Bahr

★ Cas où  $\Delta T = \Delta T_c$

Dans ce cas, l'écart de température est juste suffisant pour initier la fissuration des plus gros défauts parmi les plus petits " $x_0$ ". Ces fissures sont celles dont la taille vérifie la relation  $G(x_0) = G_c$ . La propagation qui commence à " $\tau_3$ " est instable et s'arrête quand l'énergie de déformation relâchée par le matériau est totalement absorbée par le mécanisme de fissuration. Comme l'indique la figure 1-19, les fissures initiales petites conduisent à des fissures finales grandes.

★ Cas où " $\Delta T \geq \Delta T_c$ "

Dans le cas où l'augmentation de la variation de température " $\Delta T$ " conduit à une diminution de la fonction  $f(x, \tau, \beta)$  de l'équation 1-50. L'horizontale " $\Delta T_c$ " s'en trouve alors abaissée (Fig. 1-19). Par conséquent, la fissure de taille " $x_0$ " commence à se propager avant le cas précédent. La propagation de ces fissures démarre à l'instant " $\tau_2$ " et sera suivie des fissures plus petites. Après une très petite distance de propagation instable, la fissure continue en mode stable.

Dans le cas où le matériau contient plusieurs fissures, il faut tenir compte de leurs interactions. Plus les fissures tendent vers une taille comparable à la distance qui les sépare, plus elles sont sensibles à la présence de leurs voisines. La courbe qui s'applique pour une seule fissure ne peut plus être utilisée dans ce cas. Ce phénomène d'interaction fait que la propagation ne peut être maintenue pour toutes les fissures. Certaines fissures vont s'arrêter pendant que d'autres vont continuer à se propager. La longueur finale des fissures sera donc contrôlée par deux phénomènes opposés : la relaxation mutuelle et l'augmentation du taux de restitution de l'énergie " $G$ ". La relaxation mutuelle tend à freiner la propagation tandis que le taux de restitution de l'énergie " $G$ " tend à entretenir cette propagation. Les deux phénomènes augmentent quand " $\Delta T$ " augmente. Par

conséquent trois cas peuvent être considérés. D'abord le cas où c'est l'augmentation du taux de restitution qui domine; la longueur finale des fissures va augmenter avec l'augmentation de " $\Delta T$ ". Ensuite le cas où c'est la relaxation mutuelle qui domine; la longueur finale diminue quand " $\Delta T$ " augmente. Enfin, le cas où les deux contributions sont égales; la longueur finale des fissures reste constante quand " $\Delta T$ " augmente. Comme le module de rupture dépend de la longueur des fissures, la variation de ces dernières entraînera la variation du module de rupture résiduel. Quand la variation de température " $\Delta T$ " est légèrement plus grande que la valeur critique " $\Delta T_c$ ", c'est la relaxation qui domine on devrait donc s'attendre à une augmentation du module de rupture résiduel. Ensuite, pour une température plus élevée, les deux phénomènes sont égaux, ce qui devra conduire à un module de rupture résiduel constant. Enfin, pour une température beaucoup plus grande que la valeur critique " $\Delta T_c$ ", c'est le taux de restitution qui domine et le module de rupture résiduel devra recommencer à diminuer. Ces conclusions, qui constituent l'apport majeur de cette approche, peuvent être schématisées comme le montre la figure 1-20. Malgré la difficulté de vérifier expérimentalement ces conclusions, à cause de la dispersion des résultats avec les matériaux fragiles, Bahr cite les travaux de Bersch (Bahr 1985) qui confirment ses prédictions. La figure 1-21 montre la courbe obtenue par Bersch.

#### ★ Cas où " $\Delta T \gg \Delta T_c$ "

Pour un " $\Delta T$ " très grand, de très petites fissures peuvent se propager. La fissuration débute rapidement à " $\tau_I$ " et la phase instable diminue au profit de la phase stable. La taille des défauts activés diminue avec l'augmentation de l'écart de température. Les petits défauts étant plus nombreux que les grands, il en résulte une fissuration multiple, d'autant plus dense que l'écart est plus grand. L'espacement moyen entre chaque fissure au terme de leur croissance instable est à peu près égal à leur taille. Certaines fissures arrêtent alors de se propager. La propagation stable des autres fissures est gouvernée par

le déchargement consécutif lors de l'interaction mutuelle. Dans le cas d'une fissuration multiple, la taille finale des fissures est inférieure à celle d'une fissure simple.

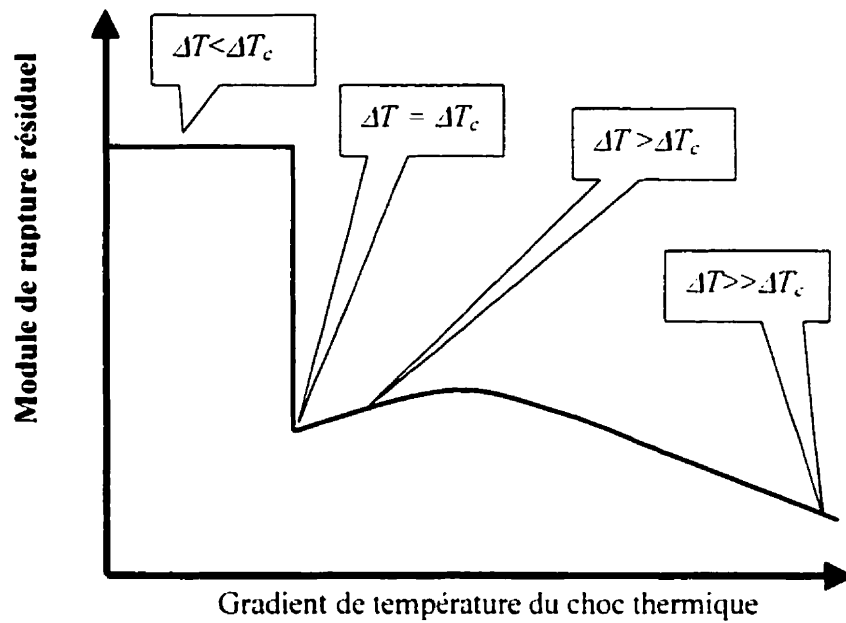


Figure 1-20 : Prédiction de Bahr (1985)

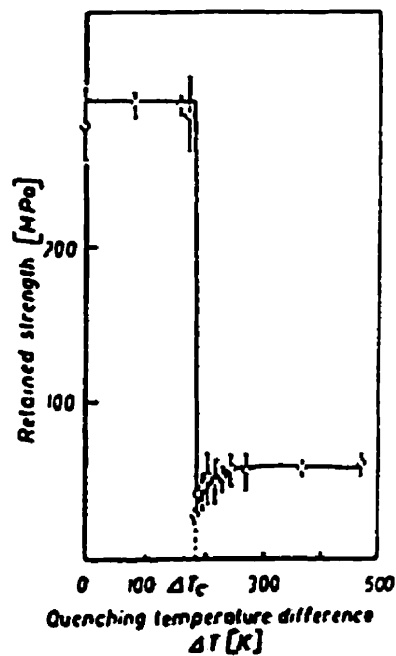


Figure 1-21 : Travaux expérimentaux de Bersch (Bahr 1985)

#### 1.4.3.5 Méthode du “strain softening”

Dans une série d'articles, Harmuth (1995, 1997) propose une nouvelle approche qui utilise le comportement dit “strain softening”. Cette approche est basée sur le modèle de Hilerborg que nous avons exposé dans le paragraphe 1.2.7 pour les bétons du génie civil.

Les matériaux qui présentent un tel comportement sont caractérisés, comme nous l'avons vu, par la capacité de transmettre la contrainte perpendiculairement à la surface des fissures. Cette propriété est habituellement caractérisée par la dépendance de la contrainte transmise “ $\sigma$ ” avec la largeur de fissure “ $x$ ”. Cette approche ne permet pas de conduire à une solution analytique simple. L'utilisation d'une méthode numérique développée par Roelefsra (89), basée sur le modèle de fissure fictive de Hilerborg (83), permet cependant de contourner cette difficulté. L'absence de solution analytique ne permet pas, comme pour le modèle de Bahr, de déduire des paramètres de performance. Pour contourner la difficulté, les auteurs utilisent les paramètres développés par Kingery et Hasselman re-démontrés.

##### 1.4.3.5.1 Paramètres de performance

Pour le premier paramètre, on évalue le rapport entre la déformation ultime sur la déformation imposée :

$$\frac{\text{déformation ultime}}{\text{déformation imposée}} = \frac{\frac{\sigma_o}{E}}{\alpha \Delta T} = \frac{\sigma_o}{E \alpha \Delta T} = \varepsilon_{o,r} \quad (\text{Équation 1-51})$$

Ainsi, on peut écrire le paramètre de Kingery,  $R$ , sous forme :

$$R = \varepsilon_{o,r} \Delta T \quad (\text{Équation 1-52})$$

Pour le paramètre d'Hasselman  $R''''$ , on passe par le "nombre de fragilité" (brittleness number) défini comme le rapport de l'énergie élastique à l'initiation sur l'énergie à la rupture :

$$B = \frac{abl \sigma_o^2}{abG} = \frac{l \sigma_o^2}{EG} = \frac{l}{2R''''} \quad (\text{Équation 1-53})$$

où " $l$ " est la longueur de l'échantillon tandis que " $ab$ " est sa section.

Pour maximiser la résistance à l'initiation, on doit maximiser  $\varepsilon_{o,r}$  (Harmuth 1997) (ce qui revient à maximiser  $R$ ) et pour maximiser la propagation, si l'initiation ne peut être évitée, il faut minimiser  $B$  (Harmuth 1997) (ce qui revient à maximiser  $R''''$ ).

#### 1.4.3.5.2 Modélisation proposée

Comme nous l'avons déjà vu dans le paragraphe 1.2.7, une approximation analytique peut être utilisée pour décrire la courbe de traction représentée par la figure 1-5. Harmuth (1995, 1997) propose l'expression suivante pour simuler le comportement des réfractaires :

$$\sigma_r = \frac{1}{(1 + x_r)^2} \quad (\text{Équation 1-54})$$

Où  $\sigma_r = \frac{\sigma}{\sigma_o}$  et  $x_r = \frac{\sigma_o}{G} x$ .

Cette simulation lui permet de déterminer les conditions d'initiation ainsi que le module de rupture résiduel après choc thermique. Cette approximation est toutefois limitée par la condition :

$$B \leq \frac{1}{2(1 + \lambda_r)} \quad (\text{Équation 1-55})$$

Où  $B$  est le nombre caractérisant la fragilité tandis que  $\lambda_r$  est le rapport de complaisance entre la machine et l'échantillon. Dans le chapitre 4 (chocs thermiques), nous discuterons des conditions où l'équation 1-55 est vérifiée.

#### 1.4.4 Chocs thermiques sous-critiques

Dans cette partie, nous nous intéressons au cas où la différence de température serait inférieure à la valeur critique. Malgré cela, on peut observer la dégradation du matériau après une succession de chocs thermiques. Au lieu de déterminer la différence de température critique, on détermine le nombre de cycles critique.

Les travaux de Lewis en 1981 ont montré que la différence de température critique pour la chute de la résistance résiduelle d'un matériau diminue quand le nombre de cycles augmente. Ceci montre que l'endommagement est graduel. Ainsi, sous l'effet de chocs répétés, la taille des défauts va augmenter d'une distance élémentaire à chaque cycle. Au bout d'un nombre de cycles déterminé, la taille de la fissure en question devient critique et provoque la chute rapide de la résistance du matériau. Les mécanismes qui interviennent dans la fatigue thermique étant multiples et complexes, il est difficile d'estimer la propagation de la fissure pendant un cycle. Le modèle proposé (Kamiya et al. 1979) est basé sur des hypothèses purement mécaniques. En effet, le point de départ est le modèle de Paris pour la fatigue mécanique. Dans ce dernier cas, la vitesse de propagation sous-critique peut s'écrire en fonction du facteur d'intensité des contraintes :

$$\frac{da}{dt} = AK_I^n \quad (\text{Équation 1-56})$$

En remplaçant le facteur d'intensité de contraintes par son expression 1-10 on a :

$$\frac{da}{dt} = A(\gamma\sigma\sqrt{a})^\gamma \quad (\text{Équation 1-57})$$

L'intégration de cette équation permet de déterminer le nombre de cycles à la rupture :

$$N = \frac{B}{(\Delta T)^n} \quad (\text{Équation 1-58})$$

L'équation ainsi obtenue montre que la durée de vie,  $N$ , dépend des propriétés du matériau testé ( $n$  et  $B$ ) et de la différence de température imposée,  $\Delta T$ .

Si on considère un même matériau soumis à des chocs différents " $\Delta T_1$ " et " $\Delta T_2$ ", la durée de vie sera " $N_1$ " et " $N_2$ ". L'équation 1-56 permet alors de déduire :

$$\frac{N_1}{N_2} = \left( \frac{\Delta T_2}{\Delta T_1} \right)^n \quad (\text{Équation 1-59})$$

#### 1.4.5 Conclusion

Si la fatigue thermique ne semble pas poser de divergence entre les différentes approches rencontrées dans la littérature, ce n'est pas le cas pour les chocs thermiques critiques. En effet, plusieurs auteurs ont proposé différentes théories sans que l'une d'elles n'arrive à s'imposer. Certes, le modèle d'Hasselman a maintenu un semblant de suprématie pendant les trente dernières années. Cependant, par ses hypothèses trop simplificatrices, il résiste difficilement à la critique. Hasselman suppose que toutes les fissures sont identiques (formes et tailles) et qu'elles sont suffisamment éloignées les unes des autres pour ne pas interagir. Ces conditions sont, bien entendu, difficilement concevables surtout dans des matériaux fortement hétérogènes comme les réfractaires. Cependant, ce modèle a réussi à se maintenir grâce à la possibilité qu'il offre de dégager des paramètres de performances. Ces derniers sont indispensables pour pouvoir sélectionner, a priori le matériau le plus performant.

Le modèle de Bahr améliore les hypothèses précédentes. Il suppose que les fissures ne sont pas identiques et qu'elles peuvent interagir entre elles. Cette rigueur conduit toutefois à des équations trop complexes ce qui impose des résolutions numériques. Il est par conséquent impossible de dégager des paramètres de performance.

L'approche d'Harmuth, quant à elle, est semi-empirique. Elle nécessite d'abord une détermination expérimentale du comportement, ensuite une simulation numérique. Cette approche peut utiliser une solution analytique approximative. Cette dernière ne peut toutefois être utilisée que dans des conditions particulières.

## **1.5 CHOCS MÉCANIQUES**

### **1.5.1 Introduction**

Les chargements mécaniques peuvent être appliqués de manière progressive, passant plus ou moins lentement d'un état de chargement nul à un état de chargement donné. Il s'agit de sollicitations quasi-statiques. Une deuxième possibilité est que le chargement se fasse de manière brusque, passant presque instantanément au chargement en question. Il s'agit de chargement dynamique. Contrairement aux sollicitations statiques, les impacts mécaniques peuvent générer des ondes. Si la sollicitation quasi-statique ne pose pas de problème particulier, la sollicitation dynamique par contre est très difficile à modéliser. Le problème est rendu difficile par la multitude et la complexité des facteurs qui influencent ce type de chargement tels la contrainte, la vitesse de chargement, la géométrie et la nature, tant du projectile que de la cible... La tâche est rendue encore plus difficile dans le cas de matériaux hétérogènes comme les réfractaires. En plus des propriétés des matériaux, on doit connaître les mécanismes de rupture et les mécanismes de dissipation d'énergie.

Les essais de chocs mécaniques peuvent être conduits de deux façons. La première consiste à donner un seul choc avec une énergie suffisante pour rompre ou endommager (de manière détectable) l'échantillon étudié. Dans ce type d'essais on détermine l'énergie qui provoque la rupture ou l'endommagement de l'échantillon. La deuxième méthode consiste à effectuer des chocs répétés à faible énergie jusqu'à la rupture ou l'endommagement du matériau. Il s'agit, dans ce cas, de mesurer le nombre de cycles nécessaire pour rompre ou endommager l'échantillon pour une énergie fixée. Ce type d'essai est en fait similaire à la fatigue conventionnelle. Dans cette partie, nous étudierons d'abord le cas du choc simple. Ensuite, nous aborderons le cas des chocs multiples.

### 1.5.2 Choc simple (critique)

Au cours d'un choc mécanique, lorsque le projectile touche la cible, il provoque des contraintes locales dans la région de contact et une flexion de l'échantillon. Si le chargement est suffisamment lent, l'essai d'impact ressemble à un essai de dureté. Par contre, si ce chargement est rapide, il donne en plus naissance à une onde de contrainte qui se propage dans l'échantillon. Dans le cas où la vitesse du projectile est suffisamment faible pour pouvoir négliger l'effet de la vibration, le modèle qui a été utilisé dans plusieurs études (Engel 1976, Franck 1967, Lawn 1975, Meyers 1994, Zukas 1982) est basé sur la théorie de Hertz pour la dureté. Dans ce modèle, dit quasi-statique, la force de contact et le déplacement sont déterminés. Par contre, quand la vitesse est suffisamment grande, l'effet de la vibration devient plus important et c'est la théorie vibrationnelle qui décrit mieux le phénomène. Dans cette approche, c'est le contact géométrique qui, cette fois, est négligé.

#### 1.5.2.1 Analyse mécanique de l'impact

Au cours d'un impact mécanique, il se produit un échange de quantité de mouvement et d'énergie cinétique entre le projectile et la cible. L'une des principales difficultés rencontrées dans l'étude des impacts est l'évaluation de la contrainte et de sa variation avec le temps. Pour pallier à cette difficulté, on choisit l'énergie cinétique comme variable de base.

Le projectile de masse " $m_I$ " et de vitesse " $\vec{V}_I$ " possède une quantité de mouvement avant l'impact " $m_I \vec{V}_I$ ". Après l'impact, il cède à la cible une partie de celle-ci. La nouvelle valeur de sa quantité de mouvement,  $m_I \vec{V}_I'$ , est donnée par :

$$m_I \vec{V}_I = m_I \vec{V}_I' + \int \vec{P}(t) dt \quad (\text{Équation 1-60})$$

Où  $\Delta t$  est la durée de la collision et  $\vec{P}(t)dt$  la quantité de mouvement échangée pendant l'intervalle de temps  $dt$ . La variation de la force d'impact  $\vec{P}(t)$  avec le temps rend la connaissance exacte de l'échange très difficile.

Si l'indice  $I$  désigne le projectile et  $C$  désigne la cible, la conservation de la quantité de mouvement peut s'écrire :

$$m_I \vec{V}_I + m_C \vec{V}_C = m_I \vec{V}_I' + m_C \vec{V}_C' \quad (\text{Équation 1-61})$$

D'un autre côté, la conservation de l'énergie cinétique peut s'écrire :

$$\frac{m_I V_I'^2}{2} + \frac{m_C V_C'^2}{2} = e^2 \left( \frac{m_I V_I^2}{2} + \frac{m_C V_C^2}{2} \right) \quad (\text{Équation 1-62})$$

Où  $e$  est appelé coefficient de restitution. Pour un choc complètement inélastique, il n'y a pas de restitution,  $e=0$ . Par contre, pour un choc complètement élastique, il y a restitution complète,  $e=1$ .

### 1.5.2.2 Théorie quasi statique de Hertz

Lors d'un choc à faible vitesse (quasi-statique), la réponse dynamique de l'échantillon testé est négligeable. On peut donc appliquer la théorie de Hertz établie dans des conditions statiques. L'étude de la réponse d'un matériau soumis à un choc simple consiste d'abord à déterminer la force de contact et sa distribution. Ensuite, elle consiste

à évaluer le champ de contrainte à la surface pendant la durée du choc et enfin, à déterminer le mode de rupture ou de l'endommagement du matériau (Zucas 1982).

Les travaux de Timoshenko (1961), entre autres, ont conduit à une solution élégante, qui relie la force d'impact  $P$  au rapprochement  $x$  :

$$P = nx^3 \quad (\text{Équation 1-63})$$

Avec  $n$  donnée par :

$$n = \frac{4\sqrt{R_l}}{3(k_l + k_c)} \quad (\text{Équation 1-64})$$

et

$$k_l = \frac{1 - \nu_l^2}{E_l}, \quad k_c = \frac{1 - \nu_c^2}{E_c} \quad (\text{Équation 1-65})$$

Où  $E_l$  et  $E_c$  sont les modules d'Young respectivement du projectile et de la cible,  $\nu_l$  et  $\nu_c$  sont les coefficients de Poisson respectivement du projectile et de la cible et  $R_l$  le rayon de courbure du projectile.

La vitesse de rapprochement entre le projectile et la cible est égale à la somme des vitesses des deux mobiles :

$$\dot{x} = v_l + v_c \quad (\text{Équation 1-66})$$

et l'accélération est :

$$\ddot{x} = \dot{v}_I + \dot{v}_C \quad (\text{Équation 1-67})$$

Comme la variation de la quantité de mouvement de la cible et celle du projectile sont égales à la force de contact, on peut écrire :

$$m_I \dot{v}_I = m_C \dot{v}_C = P \quad (\text{Équation 1-68})$$

L'équation 1-67 devient en tenant compte de 1-68 :

$$\dot{x} = P \left( \frac{1}{m_I} + \frac{1}{m_C} \right) = PM \quad (\text{Équation 1-69})$$

Ou encore en tenant compte de 1-63 :

$$\ddot{x} = nM\alpha^{3/2} \quad (\text{Équation 1-70})$$

L'intégration de l'équation précédente donne :

$$\left( \dot{x}^2 - v^2 \right) = -\frac{4}{5} nM\alpha^{5/2} \quad (\text{Équation 1-71})$$

Où  $\dot{x}$  est la vitesse de rapprochement à l'instant qui précède l'impact ( $t=0$ ).

La déformation maximale correspond à une vitesse de rapprochement nulle :

$$x_1 = \left( \frac{5v^2}{4nM} \right)^{2/5} \quad (\text{Équation 1-72})$$

En injectant 1-72 dans 1-71, on obtient la force d'impact en fonction de la vitesse avant le choc :

$$P = n^{2/5} \left( \frac{5v^2}{4M} \right)^{3/5} \quad (\text{Équation 1-73})$$

La force d'impact,  $P$ , dépend donc de la vitesse de rapprochement " $v$ ", du rayon du projectile " $R_I$ ", des masses du projectile et de la cible " $m_I$ " et " $m_c$ " et des modules d'Young du projectile et de la cible " $E_I$ " et " $E_c$ ". Si nous considérons que la propagation des fissures commence à une valeur critique " $P_c$ ", il apparaît donc que pour un projectile et une cible donnée, cette valeur critique est atteinte pour une vitesse critique " $v_c$ ". Or, cette vitesse est liée à l'énergie cinétique du projectile avant la collision. Si le projectile est lâché d'une hauteur donnée, son énergie cinétique est égale à son énergie potentielle. Le seuil peut dans ce cas être une hauteur critique " $h_c$ ", à partir de laquelle les fissures de l'échantillon se propagent de manière catastrophique.

### 1.5.2.3 Analyse vibrationnelle

Quand un matériau est sollicité par une contrainte appliquée brutalement, les déformations et les contraintes ne sont pas instantanément transmises à toutes les parties de l'objet. Elles sont transmises de proche en proche et la théorie de l'élasticité prévoit la génération d'ondes. Dans la partie précédente, ces ondes ont été négligées. Lorsque la vitesse du projectile est importante, l'effet de telles ondes ne peut plus être négligé. Leur rôle peut même être dominant. Dans ce cas, on procède à une analyse vibrationnelle.

#### 1.5.2.3.1 Ondes de contrainte dans les solides

Afin d'établir l'équation d'onde, on utilise un système d'équations constitué de l'équation du mouvement, de la loi de Hooke et de la relation entre le déplacement et la déformation.

L'équation de mouvement s'écrit :

$$\sigma_{i,j} + f_i = \rho \ddot{u}_i \quad (\text{Équation 1-74})$$

Où  $\sigma$  est le tenseur des contraintes,  $u$  est le vecteur déplacement,  $\rho$  la densité et  $f$  la densité de forces volumiques. Dans cette notation, la convention d'Einstein pour la sommation sur les indices répétés est utilisée.

La loi de Hooke, de son côté, permet de relier les tenseurs des déformations et des contraintes :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \varepsilon_{kl} = \lambda \varepsilon_{kk} \delta_{ij} + 2\mu \varepsilon_{ij} \quad (\text{Équation 1-75})$$

Où “ $C_{ijkl}$ ” représente le tenseur de rigidité, “ $\lambda$ ” et “ $\mu$ ” les coefficients de Lamé et “ $\delta_{ij}$ ” le symbole de Kronecker.

Enfin, le tenseur des déformations peut être défini comme la partie symétrique du gradient du déplacement :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} (u_{i,j} + u_{j,i}) \quad (\text{Équation 1-76})$$

La combinaison de ces équations conduit à la relation :

$$\mu u_{i,jj} + (\lambda + \mu) u_{i,jj} + \rho f_i = \rho \ddot{u}_i \quad (\text{Équation 1-77})$$

En posant la trace du tenseur des déformations :

$$\Delta = \varepsilon_{ii} = u_{i,i} \quad (\text{Équation 1-78})$$

L'équation d'onde suivante est alors obtenue :

$$\frac{\partial^2 \Delta}{\partial t^2} = \left( \frac{\lambda + 2\mu}{\rho} \right) \frac{\partial^2 \Delta}{\partial x_i \partial x_i} \quad (\text{Équation 1-79})$$

L'expression entre parenthèses représente le carré de la célérité :

$$c^2 = \frac{\lambda + 2\mu}{\rho} = \frac{E}{\rho} \quad (\text{Équation 1-80})$$

L'onde en question est en fait le déplacement de la contrainte dans le matériau de proche en proche. Les atomes (ou les molécules) qui constituent le matériau en question vont transmettre cet état de contrainte les uns aux autres. On peut donc trouver une relation entre cette contrainte et la vitesse de déplacement des particules. Cette relation est donnée par la loi de Newton :

$$F_t dt = m dv_t \quad (\text{Équation 1-81})$$

Ou encore, en exprimant la masse en fonction de la densité " $\rho$ " et la force en fonction de la contrainte :

$$\sigma = \rho x_t \Delta v_t \quad (\text{Équation 1-82})$$

L'onde en question est en fait la propagation d'une contrainte de tension " $\sigma$ ".

### 1.5.2.3.2 Équations de conservation

Considérons une onde de contrainte qui se propage dans un solide. Dans la zone perturbée par le passage de l'onde, on a une densité " $\rho$ ", une pression " $P$ " et une vitesse des particules " $U_p$ ". Dans la zone non perturbée, on a une densité " $\rho_0$ ", une pression " $P_0$ " et la vitesse des particules " $U_0$ ". Si la célérité de l'onde est notée " $C$ ", la vitesse avec laquelle l'onde aurait balayé une quantité de matière non perturbée est " $C-U_0$ ". On peut, par conséquent, calculer la quantité de matière contenue dans un volume balayé par l'onde pendant l'intervalle de temps " $dt$ " :

$$dm = S \rho_0 (C - U_0) dt \quad (\text{Équation 1-83})$$

Les particules de cette même quantité de matière, sous l'effet de l'onde, auront une vitesse différente " $U_p$ " et seront soumis à une compression. La vitesse avec laquelle l'onde balaye la même quantité de matière peut donc s'écrire :

$$dm = S\rho(C - U_p)dt \quad (\text{Équation 1-84})$$

Si on considère que les particules sont au repos avant le passage de l'onde, on peut écrire l'égalité :

$$\rho_0 C = \rho(C - U_p) \quad (\text{Équation 1-85})$$

La loi de Newton nous permet d'écrire que la variation de la quantité de mouvement est égale à l'impulsion communiquée à la masse " $dm$ " par la force appliquée pendant le temps " $dt$ " :

$$dmV_f - dmV_0 = Fdt \quad (\text{Équation 1-86})$$

Si on considère le cas du passage d'une onde, on peut remplacer la masse par l'expression 1-83. La force appliquée est la différence de pression que multiplie la section :

$$\rho S(C - U_p)U_p dt - \rho_0 S(C - U_0)U_0 dt = (PS - P_0S)dt \quad (\text{Équation 1-87})$$

Ou encore en utilisant la conservation de la masse :

$$\rho_0 S C U_p - \rho_0 S (C - U_0) U_0 = (P S - P_0 S) dt \quad (\text{Équation 1-88})$$

Finalement, et si on considère que les particules étaient au repos avant le passage de l'onde ( $U_0=0$ ), on a :

$$P - P_0 = \rho_0 C U_p \quad (\text{Équation 1-89})$$

La conservation de l'énergie est obtenue en égalisant le travail des forces appliquées ( $PS$  et  $P_0S$ ) à la variation de l'énergie (cinétique et interne). Le travail des forces appliquées étant le produit de la force par le déplacement ( $U_0 dt$ ), on peut écrire :

$$\Delta W = (PS) U_p dt - (P_0 S) U_0 dt \quad (\text{Équation 1-90})$$

En utilisant l'équation 1-86 pour l'élément de masse, la variation de l'énergie cinétique et interne s'écrit :

$$\begin{aligned} \Delta E = & \left\{ \frac{1}{2} [\rho_0 S (C - U_p) dt] U_p^2 + E \rho_0 S (C - U_p) dt \right\} \\ & - \left\{ \frac{1}{2} [\rho_0 S (C - U_0) dt] U_0^2 + E_0 \rho_0 S (C - U_0) dt \right\} \end{aligned} \quad (\text{Équation 1-91})$$

En égalisant 1-90 et 1-91 et en prenant  $U_0$  nulle, on a l'équation de conservation de l'énergie :

$$P U_p = \frac{1}{2} \rho_0 C U_p^2 + \rho_0 C (E - E_0) \quad (\text{Équation 1-92})$$

L'expression de la variation de l'énergie interne est obtenue en tenant compte des autres relations de conservation :

$$E - E_0 = \frac{1}{2} (P + P_0) \left( \frac{1}{\rho_0} - \frac{1}{\rho} \right) \quad (\text{Équation 1-93})$$

La variation de l'énergie interne, suite au passage d'une onde, dépend donc des pressions avant et après ce passage ainsi que de la différence de l'inverse des densités. Les équations 1-85, 1-89, 1-92 et 1-93 forment un système de quatre équations à cinq inconnues. La résolution univoque de ce système nécessite donc une cinquième équation. Généralement, on prend une équation empirique qui donne la célérité de l'onde  $C$  en fonction de la vitesse des particules  $U_p$  :

$$C = C_0 + S_1 U_p + S_2 U_p^2 + \dots \quad (\text{Équation 1-94})$$

Dans ce développement  $C_0$  représente la vitesse de propagation du son dans le matériau lorsque la pression est nulle.  $S_1$  et  $S_2$  sont des constantes empiriques. Pour simplifier, on suppose généralement que  $S_2$  est nulle et que le comportement du matériau est linéaire (Meyers 1994).

#### 1.5.2.4 Cas des impacts

L'application de cette approche dans le cas du chargement dynamique pour des céramiques a été faite par Evans (1977). Avant l'impact, le projectile se déplace à une vitesse  $v_0$  et la cible est immobile. Après impact, deux ondes de choc en mode de compression sont créées : l'une se propage dans le projectile à la célérité  $C_I$  et l'autre dans la cible avec la célérité  $C_C$ . La portion non encore comprimée du projectile continue à se déplacer à la vitesse initiale tandis que celle de la cible reste au repos. Pour

établir les équations qui décrivent ce comportement, on suppose qu'il y a continuité à la surface de contact et que, par conséquent, les vitesses des deux parties comprimées sont égales. D'un autre côté, les contraintes de part et d'autre de la surface de séparation seront supposées égales. Avant l'impact, toutes les particules qui forment le projectile ont la même vitesse " $v_0$ ". Après impact, cette vitesse est réduite pour les particules de la région comprimée par l'action de la vitesse de déplacement des particules " $U_{PI}$ ". Dans la cible, la vitesse des particules, nulle avant l'impact, prend la valeur " $U_{PC}$ ". À l'interface on doit avoir une continuité :

$$v_0 - U_{PI} = U_{PC} \quad (\text{Équation 1-95})$$

En utilisant l'équation de conservation de l'impulsion 1-87 et en supposant que  $P_o = 0$  on a pour la cible :

$$P_c = \rho_{OC} C_c U_{PC} \quad (\text{Équation 1-96})$$

Et pour le projectile :

$$P_I = \rho_{OI} C_I U_{PI} \quad (\text{Équation 1-97})$$

L'équation d'état 1-93 peut s'écrire pour la cible et le projectile :

$$C_c = C_{OC} + S_{IC} U_{PC} \quad \text{et} \quad C_I = C_{OI} + S_{II} U_{PI} \quad (\text{Équation 1-98})$$

D'où la pression :

$$P_c = \rho_{OC} (C_{OC} + S_{IC} U_{PC}) U_{PC} \quad \text{et} \quad P_I = \rho_{OI} (C_{OI} + S_{II} U_{PI}) U_{PI} \quad (\text{Équation 1-99})$$

En substituant “ $U_{PC}$ ” par son expression 1-94 dans l’équation 1-99 on a :

$$P_c = \rho_{cl} \left[ C_{ol} (V_o - U_{pl}) + S_{ol} (V_o - U_{pl})^2 \right] \quad (\text{Équation 1-100})$$

En écrivant  $P_l = P_c$  à la surface de séparation, on a :

$$\begin{aligned} & U_{pl}^2 (\rho_{ol} S_{ol} - \rho_{oc} S_{lc}) + U_{pl} (\rho_{ol} C_{ol} + \rho_{oc} C_{oc} + 2\rho_{oc} S_{lc} V_o) \\ & - \rho_{oc} (C_{oc} V_o + S_{lc} V_o^2) = 0 \end{aligned} \quad (\text{Équation 1-101})$$

La résolution de cette équation nous permet de calculer le rayon de contact “ $a$ ”. Pour un projectile sphérique, on peut l’écrire simplement en fonction du rayon du projectile “ $R_l$ ” et de la vitesse de la particule “ $U_{pl}$ ” :

$$a(t) = \sqrt{(2R_l - U_{pl}t)U_{pl}t} \quad (\text{Équation 1-102})$$

Si on considère la force d’impact “ $P$ ” exprimée en fonction de la pression “ $p_l$ ” exercée par les particules de la cible sur la surface de contact de rayon “ $a$ ”, on obtient :

$$P = p_l \pi a^2 = p_l \pi (2R_l - U_{pl}t)U_{pl}t \quad (\text{Équation 1-103})$$

Ainsi, il en résulte un formalisme complètement différent de celui développé pour le cas des impacts quasi-statiques. Afin d’étudier convenablement l’impact mécanique, il faut donc s’assurer que l’on est dans l’un ou l’autre cas. Aux très faibles vitesses, il s’agit simplement d’un essai de dureté. Au fur et à mesure que la vitesse d’impact augmente, on s’achemine vers un chargement purement dynamique.

### **1.5.3 Chocs répétés (sous-critique)**

L'étude des chocs répétés est similaire à celle de la fatigue conventionnelle. Pour tracer des courbes d'endurance en fatigue conventionnelle, on soumet l'échantillon à une contrainte donnée et on note le nombre de cycles à la rupture. Cette méthode a été utilisée pour le choc répété. On trace alors les courbes d'énergie de choc en fonction du nombre de chocs à la rupture. Un autre aspect de l'étude du choc répété est l'observation de la propagation de fissures. Les résultats peuvent être présentés de la même façon que pour la fatigue conventionnelle, soit sous forme de vitesse de propagation des fissures en fonction du facteur d'intensité de contrainte. Le comportement des matériaux sous chocs répétés n'a pas bénéficié du même intérêt que celui accordé au comportement sous choc simple. On trouve toutefois un certain nombre d'études qui ont été menées dans le cas des métaux (Nakayama 1983, Nakayama 1984, Nakayama 1984), des polymères (Riecke 1980, Bhateja 1980), des matériaux composites (Bojji 1993) et des matériaux réfractaires (Ratle 1996). Ainsi, la seule étude faite sur ce sujet dans le cas des matériaux réfractaires est celle de Ratle et al. Nous nous proposons d'exposer brièvement cette approche dans les paragraphes qui suivent.

#### **1.5.3.1.1 Généralisation du phénomène de chocs thermiques**

Dans cette étude, Ratle se base sur la généralisation du phénomène de choc thermique de Pompe (Ratle 1996). Cette généralisation consiste à considérer que l'effet de la déformation d'un matériau, dont les parties ne peuvent pas se déplacer, à l'instar de la variation de température, entraîne la formation d'un champ de contrainte. Si la contrainte générée atteint une valeur critique, cela mènera à la propagation des fissures. Le phénomène des chocs thermiques (ou des impacts mécaniques) peut ainsi être considéré comme un cas particulier d'un phénomène plus général. Cette généralisation a

permis à l'auteur de chercher un paramètre de performance, pour les impacts mécaniques, parmi ceux utilisés dans l'étude des chocs thermiques.

#### 1.5.3.1.2 Paramètres de performances

À partir de cette hypothèse, une étude expérimentale a été menée. Des essais d'impacts répétés ont permis de déterminer la résistance des matériaux étudiés. Ensuite une étude statistique a permis d'établir une corrélation entre des paramètres de performance et la résistance aux impacts mécaniques (Ratle 1996). La même étude expérimentale et statistique a été reprise, dans le cadre du présent travail, sur de nouveaux matériaux (Sebbani 1998) et a permis de retrouver les mêmes résultats que Ratle.

Il a été établi dans ces deux études que la résistance aux impacts mécaniques est corrélée avec le produit du module de rupture original et du paramètre  $R_{st}$ .

$$\sigma_o \times R_{st} = \sigma_o \sqrt{\frac{\gamma_{wof}}{\alpha' E}} \quad (\text{Équation 1-104})$$

Ainsi, pour maximiser la résistance aux impacts mécaniques, on doit maximiser la résistance à l'initiation " $\sigma_o$ " des fissures courtes et la résistance à la propagation des fissures longues " $R_{st}$ ".

#### 1.5.4 Conclusion

Les formalismes développés dans le cas des chocs mécaniques critiques ne semblent pas poser de problèmes comme c'était le cas des chocs thermiques. En effet, les formalismes qui ont été développés, aussi bien dans le cas quasi-statique que dans le cas dynamique, font l'unanimité dans la communauté scientifique.

Dans le cas des chocs répétés les travaux sont beaucoup moins nombreux. Nous n'avons trouvé au cours de notre recherche bibliographique que les travaux de Ratle (1996) dans le cas des réfractaires. Ces derniers nous ont conduit à nous poser plusieurs questions :

- ★ D'abord, l'analogie qui a permis d'utiliser la généralisation du phénomène de choc thermique de Pompe nous paraît non justifié dans le cas des chocs mécaniques. Nous montrerons plus loin les raisons qui justifient notre point de vue.
- ★ Ensuite, un paramètre comme " $R_{st}$ " qui fait intervenir le coefficient d'expansion thermique " $\alpha$ " ne nous semble pas convenir pour caractériser la résistance face à des sollicitations purement mécaniques.
- ★ Enfin, l'excellente corrélation statistique suggère que l'expression 1-104 puisse avoir un fondement théorique au lieu d'être déduite par analogie.

## **1.6 CORROSION**

### **1.6.1 Introduction**

La corrosion sous contrainte (CSC) est un mécanisme de dégradation provoqué par l'action d'une contrainte mécanique dans un environnement corrosif (Staehle 1969). Ce qui donne à ce mécanisme de dégradation son caractère insidieux c'est le fait que la rupture puisse avoir lieu alors que le matériau est supposé avoir une bonne résistance tant à la corrosion, qu'à la rupture mécanique. L'effet combiné d'une contrainte mécanique et d'une attaque chimique provoque une dynamique qui ne peut être réduite à la simple superposition des deux sollicitations. L'immense quantité de travaux effectués dans ce domaine, dans le cas des métaux, montre l'intérêt des chercheurs pour ce phénomène. Cependant, cette abondance de travaux dans le cas des métaux est contrastée par leur rareté du côté des céramiques et leur quasi-absence du côté des réfractaires.

Nous pensons qu'à l'instar des métaux et des céramiques, les sollicitations chimiques et mécaniques peuvent s'influencer mutuellement dans le cas des réfractaires. Nous nous proposons dans cette partie d'introduire le phénomène dans le cas des métaux et des céramiques. Nous examinerons, par la suite, la corrosion dans le cas des matériaux réfractaires causée par l'aluminium liquide.

### **1.6.2 Corrosion sous contrainte dans le cas des métaux**

La corrosion sous contraintes des métaux est un phénomène très important à cause de son caractère difficilement prévisible ainsi que par la variété des matériaux qui en sont touchés. En effet, la susceptibilité à la CSC a été remarquée dans une grande variété

d'aciers, de plusieurs alliages d'aluminium, du cuivre et certains de ses alliages, du titane et ses alliages et des alliages de zirconium.

Si on peut dire que la plasticité joue un rôle essentiel dans la CSC des métaux, ce type de dégradation reste encore très difficile à modéliser. Il s'agit en fait d'un phénomène complexe qui peut être produit par des mécanismes différents et qui est influencé par plusieurs facteurs. Parmi les facteurs susceptibles d'affecter la CSC, on peut noter des facteurs mécaniques, électrochimiques ou métallurgiques, auxquels il faut ajouter l'influence du temps, de la température, de l'état de surface...

#### **1.6.2.1 Facteurs mécaniques**

Parmi les facteurs mécaniques, on peut citer la vitesse du chargement et la contrainte. Cependant, cette dernière n'est pas intrinsèque à un matériau donné car elle dépend, en plus de sa nature, des fissures qu'il contient. Nous avons vu que la mécanique de la rupture introduit une nouvelle grandeur physique qui est intrinsèque au matériau en question, il s'agit de la ténacité " $K_{IC}$ ". Les concepts de la mécanique de la rupture ont été ensuite transposés aux cas où la rupture se produit après propagation lente des fissures comme la fatigue ou la CSC. Il s'agit de propagation sous-critique. Dans le cas de la CSC, la mécanique de la rupture définit un nouveau critère " $K_{ICSC}$ " en dessous duquel aucune propagation n'est possible. A partir de ce seuil, la propagation sous critique commence et sa vitesse est reliée au facteur d'intensité de contraintes,  $K_I$ , comme le montre la figure 1-22. Cette courbe présente trois stades, à partir du seuil " $K_{ICSC}$ " commence le stade I, avec une vitesse de propagation qui augmente rapidement. Dans ce stade, le processus d'activation dû à l'environnement doit être suffisamment rapide pour déclencher la fragilisation de l'échantillon. La vitesse est déterminée par des processus mécaniques tels que la déformation plastique en tête de fissure. Pour le stade II, le plateau montre que le phénomène de corrosion sous contraintes est plus influencé par des aspects chimiques que mécaniques. Cependant

Staehle (1969) suggère que le stade II soit expliqué par l'énergie de surface due à la déformation plastique, qui doit être absorbée pendant la rupture, ce qui conduit à une réduction de la vitesse de fissuration. Enfin, on a le stade III avec la vitesse de propagation des fissures qui augmente à nouveau. Cette région correspond au début de l'instabilité de la fissure.

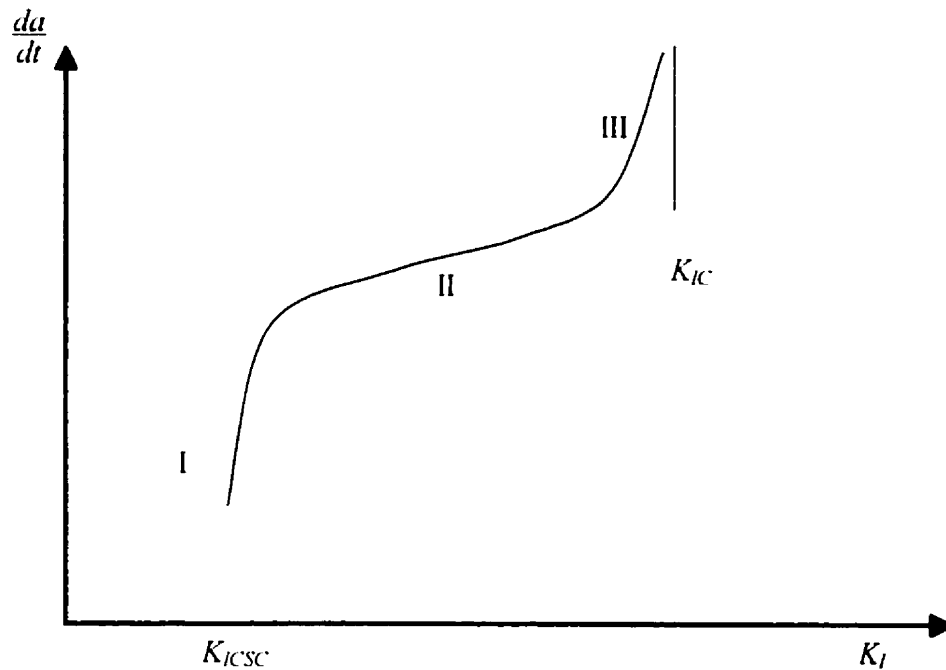


Figure 1-22 : Vitesse de propagation d'une fissure en fonction du facteur d'intensité des contraintes dans le cas de la CSC.

#### 1.6.2.1.1 Contraintes mécaniques

Les contraintes qui interviennent dans la CSC peuvent être externes ou internes. Les contraintes externes sont plus faciles à contrôler. Par contre, les contraintes internes, qui jouent aussi un rôle important, sont plus difficiles à évaluer. Au cours de la corrosion,

une couche protectrice, formée d'oxydes, recouvre le métal. La plupart des oxydes étant plus volumineux que les métaux sur lesquels ils se forment, la pellicule d'oxyde se retrouve en compression tandis que le métal est en tension. Ce changement est caractérisé par le rapport de Pilling et Bedworth qui est égal au volume d'oxyde formé sur le volume du métal consommé. Les contraintes internes peuvent provenir aussi des opérations de mise en forme (laminage, emboutissage,...) et des déformations plastiques par écrouissage.

#### **1.6.2.1.2 Influence de la vitesse de chargement**

En plus de la contrainte, il faut tenir compte de la vitesse de chargement. En effet, la corrosion sous contrainte n'a lieu que si la vitesse de déformation est limitée entre deux bornes inférieure et supérieure. À haute vitesse de déformation, le processus mécanique est plus important que le processus chimique, la rupture a lieu sans l'effet de la corrosion. À très basse vitesse de déformation, le processus mécanique n'est pas suffisamment efficace pour causer la formation et la propagation des fissures.

#### **1.6.2.2 Transformation de phase**

Les transformations de phase sont utilisées pour causer la dispersion des fissures. Dans les alliages durs, il y a différentes séquences d'initiation et de propagation des fissures aux joints de grains. Suivant la phase formée aux joints de grains, un accroissement de la réactivité peut avoir lieu.

#### **1.6.2.3 Influence du temps**

L'évolution au cours du temps de la CSC est généralement caractérisée par quatre périodes. Une période d'incubation, suivie de la formation d'un film passif, ensuite la

formation de fissures et enfin la rupture du matériau. La propagation n'est donc pas instantanée puisqu'elle nécessite un temps d'incubation.

#### **1.6.2.4 Influence de la température**

La corrosion sous contraintes est favorisée par l'élévation de la température. Cependant, à haute température, les très fortes interactions entre la corrosion, le fluage et la fatigue rendent délicate l'application des concepts de la mécanique de la rupture.

#### **1.6.2.5 Mécanismes de la corrosion sous contraintes**

Plusieurs modèles ont été proposés pour expliquer les mécanismes de la corrosion sous contraintes. Cependant aucun modèle ne peut être universel pour expliquer la multiplicité des mécanismes. Chacun s'applique à un système particulier.

##### **1.6.2.5.1 Réduction de l'énergie de surface**

L'adsorption de l'hydrogène sur les surfaces de la fissure et l'interaction avec les liaisons atomiques en fond de fissures affaiblissent la résistance de ces liaisons. Cela se traduit par une réduction de l'énergie de surface (Newman 1995).

##### **1.6.2.5.2 Fissuration par contrainte et adsorption**

La rupture fragile dans la CSC est expliquée dans ce modèle, non pas par une dissolution chimique ou électrochimique, mais par un affaiblissement des liaisons atomiques causé par l'adsorption d'éléments de l'environnement. Cet affaiblissement peut être interprété par la diminution de l'énergie de surface du métal, ce qui facilite sa séparation. Ainsi, on a une réduction de la partie thermodynamique,  $\gamma_o$ , de l'énergie de surface, mais surtout une réduction plus significative de la partie plastique de l'énergie de rupture,  $\gamma_p$ .

### 1.6.3 Corrosion sous contrainte dans le cas des céramiques

Dans le cas des céramiques, il faut distinguer les cas de haute température et de basse température.

#### 1.6.3.1 Corrosion sous contraintes à basse température

À basse température, la CSC des verres, plus connue sous le nom de fatigue statique, est le cas le plus anciennement connu (Mould 1959). Bien que les verres soient souvent choisis pour leur grande résistance à la corrosion, leur susceptibilité à la CSC a été démontrée. La fatigue statique est un phénomène caractérisé par la rupture différée des verres dans un environnement donné soumis à une contrainte statique inférieure au module de rupture. Plusieurs méthodes ont été utilisées pour étudier ce phénomène. L'une d'elles consiste à déterminer la contrainte nécessaire pour causer la rupture en fonction de la durée du chargement.

L'allure exponentielle des courbes expérimentales obtenues conduit à exprimer la vitesse de propagation de la fissure par la relation empirique qui suit (Wiederhorn 1970) :

$$v = \frac{da}{dt} = v_0 \exp[(bK - E)/RT] \quad (\text{Équation 1-105})$$

Où  $v$  est la vitesse de propagation de la fissure,  $E$  l'énergie d'activation,  $T$  la température,  $R$  la constante des gaz et  $K$  le facteur d'intensité de contraintes à un instant  $t$ .

### 1.6.3.2 Aspects théoriques

Les théories sont peu nombreuses. On trouve dans la littérature deux approches. D'un côté, celle de Charles et Hilling (Charles et Hilling 1964, Chuang 1992) qui privilégie l'aspect mécanique. d'un autre côté, celle de Michalske (Michalske 1983, 1986, 1987) qui est basée plutôt sur l'aspect chimique.

#### 1.6.3.2.1 Approche mécanique

L'approche de Charles et Hilling (Charles et Hilling 1964, Chuang 1992) est basée sur le rôle de concentration des contraintes que joue les fissures. Après une attaque chimique, la géométrie de la fissure peut être modifiée. En effet, pour que l'attaque chimique soit uniforme, il faut qu'elle soit indépendante de la contrainte ce qui n'est pas le cas pour la CSC. L'attaque ne sera donc pas uniforme. Elle sera plus grande en front de fissure où la contrainte est maximale.

#### 1.6.3.2.2 Processus chimique

La corrosion sous contraintes des verres et due à la réaction chimique entre le verre et l'espèce corrosive de l'environnement (le plus souvent l'eau) au niveau du front de fissures. La réaction chimique se produit au niveau du front de fissure entre une molécule de l'espèce corrosive (A-A) et les molécules du matériau (-B-B-) comme le montre la figure 1-23 :

Michalske et al (1983) proposent un processus en trois étapes pour le cas de la silice attaquée par les molécules d'eau. D'abord, ces dernières qui sont polaires vont s'adsorber sur les liaisons Si-O des tétraèdres  $\text{SiO}_4^{4-}$ . L'oxygène de l'eau, chargée négativement sera attiré par le silicium tandis que les hydrogènes chargés positivement seront attirés par les oxygènes de Si-O. La deuxième étape consiste à lier simultanément

un H avec l'oxygène du Si-O et OH avec le Si de ce dernier. La troisième étape consiste en la rupture de la liaison Si-O et la formation d'une nouvelle surface formée du groupement hydroxyle. Pour rompre ces liaisons, il faut fournir une certaine énergie. Si on suppose que la rupture d'une liaison "B" nécessite l'interaction avec "n" molécules "A" de l'espèce environnante pour donner le nouvel état "B\*", on peut écrire la variation de l'énergie totale :

$$\Delta U = -Gdu + (\mu_{B^*} - \mu_B - n\mu_A)du \quad (\text{Équation 1-106})$$

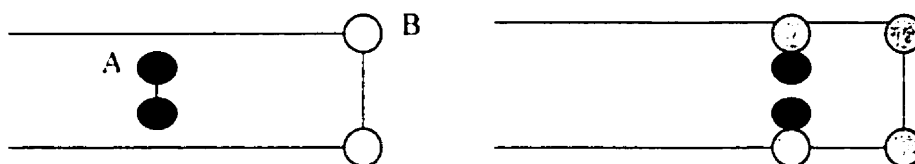


Figure 1-23 : Rupture de liaison en front de fissure par réaction chimique.

### 1.6.3.3 Corrosion sous contraintes à haute température

Les propriétés mécaniques des céramiques à haute température sont sujettes à l'influence de l'environnement. Des travaux expérimentaux sur les propriétés mécaniques à haute température d'alumine polycristalline ont révélé l'existence de rupture prématurée en présence de silice dans l'atmosphère du test (Dagleish 1984, Blumenthal 1984, Johnson 1984). Les observations micro-structurales montrent l'initiation des fissures entre la matrice et la phase amorphe (Cao 1987). La rupture a été attribuée à une pénétration, facilitée par la contrainte, de la matière amorphe dans les joints de grains.

### 1.6.4 Corrosion des matériaux réfractaires

L'étude du phénomène de corrosion consiste à comprendre le mécanisme de corrosion afin de pouvoir prévoir le comportement d'un matériau soumis à l'environnement corrosif. Le but poursuivi est bien entendu d'améliorer la tenue du matériau en question. Le processus de corrosion dépend à la fois des aspects thermodynamiques, cinétiques et micro-structuraux. Ainsi la thermodynamique permet de prévoir les phases les plus stables susceptibles de se former. Cependant, les conditions thermodynamiques ne suffisent pas à elles seules pour avoir de la corrosion. En effet, pour qu'une réaction puisse avoir lieu, il faut d'abord que les réactifs soient mis en contacts. Cela signifie dans notre cas que le métal liquide puisse pénétrer dans le réfractaire. Cette pénétration dépend de la capacité du métal à mouiller le réfractaire et de la microstructure de ce dernier. Enfin, une fois les réactifs en présence, il faut que la cinétique de la réaction ne soit pas trop lente. Dans le cas des réfractaires, deux facteurs sont à souligner : la pénétration et la dissolution (Allaire2000, Gabis 1995).

#### 1.6.4.1 Pénétration

La pénétration d'un réfractaire par un liquide se fait par les ouvertures telles que les pores ouverts, les joints de grains, les fissures... Cependant la pénétration nécessite la mouillabilité du réfractaire par le métal liquide, en l'absence de pression externe. La mouillabilité est expliquée à partir de considérations sur les tensions de surface. La tension (ou énergie) de surface " $\gamma$ " est défini comme la variation de l'énergie libre de Gibbs " $G$ " avec la surface :

$$\gamma = \left. \frac{\partial G}{\partial A} \right|_{T,P,n} \quad (\text{Équation 1-107})$$

Enfin, si on considère une goutte d'un liquide (Fig. 1-24) on peut définir l'équation de Young-Dupré :

$$\cos(\theta) = \frac{\gamma_{sg} - \gamma_{sl}}{\gamma_{lg}} \quad (\text{Équation 1-108})$$

Où " $\gamma_{sg}$ " est l'énergie de surface du solide, " $\gamma_{lg}$ " celle du liquide et " $\gamma_{sl}$ " celle de l'interface solide liquide.

Ainsi le solide est dit mouillé par le liquide lorsque l'angle  $\theta$  est inférieur à  $90^\circ$ . Dans le cas d'un tube plongé dans une cuvette, on observe une montée du liquide dans le cas où ce dernier mouille les parois et une descente dans le cas contraire; c'est le phénomène de la montée capillaire. Dans le cas d'un réfractaire, la pénétration du métal liquide dans ses pores ouverts est expliquée par ce phénomène de montée capillaire.

#### 1.6.4.2 Dissolution

Il s'agit du mécanisme de dissolution du réfractaire dans le liquide. Le taux de dissolution est donné par la loi de Noyes-Nernst (Allaire 2000) :

$$\frac{dn}{dt} = \frac{D \cdot A (C_s - C_l)}{e} \quad (\text{Équation 1-109})$$

Dans cette expression, " $A$ " représente la surface de contact et " $e$ " l'épaisseur de l'interface. La grandeur " $C_s$ " est la concentration à saturation dans le solide tandis que " $C_l$ " est la concentration à saturation dans le liquide. Enfin " $D$ " est le coefficient de diffusion qui dépend de la température.

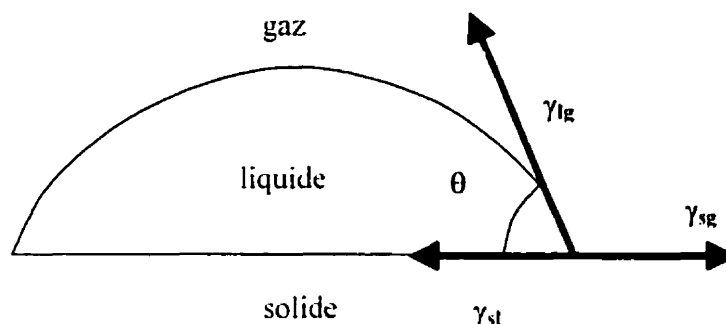


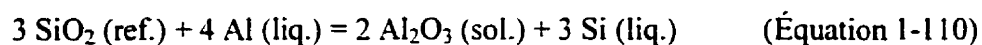
Figure 1-24 : Angle de mouillabilité d'une goutte de liquide sur un substrat solide.

### 1.6.4.3 Corrosion des réfractaires par l'aluminium

Parmi les multiples mécanismes susceptibles de corroder les réfractaires, on retient deux particulièrement fréquents en fonderie d'aluminium (Gabis1995, Afshar 1996); la corrosion par oxydoréduction et par oxydation directe du métal.

#### 1.6.4.3.1 Corrosion par oxydoréduction

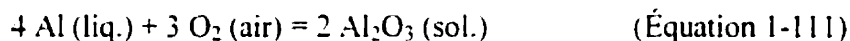
L'aluminium est un métal très avide d'oxygène. Au contact de l'air, il donne très rapidement naissance à l'alumine. Au contact d'un réfractaire constitué d'oxydes, en particulier la silice, il y a tendance d'oxydation de l'aluminium et réduction des oxydes du réfractaire. Au contact de la silice libre (quartz ou cristobalite), la réaction suivante se produit :



La silice est détruite et le silicium se dissout dans le bain métallique. Le corindon qui se forme occupe un volume moins important que celui de la silice détruite. Le métal s'infiltré donc plus aisément dans le réfractaire, grâce à la porosité ainsi créée, et le détériore encore plus profondément. Ainsi, en plus de la dégradation du réfractaire s'ajoute la contamination du métal liquide par le silicium (Quesnel 1996).

#### **1.6.4.3.2 Corrosion par oxydation directe du métal.**

Ce deuxième mécanisme peut être décrit par la réaction suivante :



Si le réfractaire a une porosité ouverte suffisamment grande pour être perméable à l'air, l'oxygène circule à travers le réfractaire et rencontre l'aluminium plus ou moins profondément infiltré dans le réfractaire. La réaction d'oxydation a lieu et du corindon se forme. Le volume du corindon est cette fois supérieur à celui du métal infiltré, une fissuration se produit et du métal nouveau s'infiltré, s'oxyde, provoquant d'autres fissures, et ainsi de suite.

#### **1.6.4.4 Manifestation de la corrosion**

Lorsqu'un matériau réfractaire a été en contact avec l'aluminium liquide, il peut être corrodé en trois étapes : l'infiltration du métal suivi d'une décoloration et enfin de la corrosion proprement dite.

D'abord le métal pénètre à travers le réseau des pores et des fissures. Ensuite, le réfractaire commence à changer de couleur. Cette décoloration doit cependant être distinguée de la décoloration normale causée par la faible pression d'oxygène sans

qu'aucune réaction entre le réfractaire et l'aluminium ou ses alliages n'ait lieu. Enfin, la corrosion ,proprement dite, a lieu lorsque les réactions citées plus haut, entre l'aluminium et les oxydes tel que  $\text{SiO}_2$ , conduisent à la formation d'alumine. La nouvelle structure ainsi formée est un composite contenant l'aluminium métallique et les cristaux d'alumine.

#### **1.6.4.5 Moyens de limiter la corrosion.**

Ce phénomène ne pouvant être supprimé complètement, on cherche à le ralentir et à en limiter l'intensité. Pour cela, plusieurs moyens sont utilisés. On peut, par exemple, agir sur la composition chimique du réfractaire. Dans ce cas, les réfractaires qui contiennent de la silice combinée (sous forme de mullite  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  par exemple), au lieu de la silice libre, sont privilégiés. D'un autre côté, il est souhaitable d'éviter les réfractaires contenant des composés tels que la soude ( $\text{Na}_2\text{O}$ ) ou la potasse ( $\text{K}_2\text{O}$ ). Ces éléments sont indésirables car ils font baisser le point de fusion provoquant ainsi la liquéfaction précoce de la phase vitreuse et facilitant par conséquent la dissolution.

On peut agir aussi sur la mouillabilité. L'abaissement de celle-ci peut se faire, entre autres, en ajoutant des agents anti-mouillants dans les réfractaires. La microstructure est aussi prise en compte dans la lutte contre la corrosion. On privilégie pour cela, une porosité aussi fine que possible. Enfin, on peut aussi agir sur la perméabilité à l'air en privilégiant des réfractaires étanches.

#### **1.6.4.6 Test de corrosion**

Dans le cas de la corrosion des matériaux réfractaires, il existe principalement trois types d'essais : le test du creuset et ceux d'immersions totale et partielle.

#### 1.6.4.7 Essais de type creuset

Cet essai est caractérisé par la faible quantité de métal mis en contact avec le réfractaire. Cet essai consiste à fabriquer un creuset en usinant une cavité dans une brique ou un bloc de béton (Fig. 1-25). On introduit à l'intérieur de cette cavité la quantité adéquate d'un alliage d'aluminium (Al 5% Mg) et on maintient le tout dans un four où l'atmosphère est oxydante.

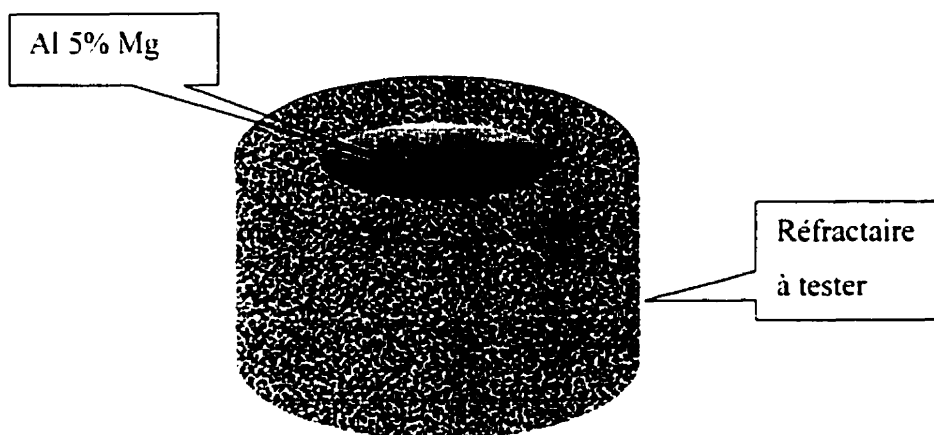


Figure 1-25 : Test creuset

#### 1.6.4.8 Essai d'immersion totale

Dans cet essai, l'échantillon du réfractaire est entouré par une grande quantité de métal (Fig. 1-26) dont la composition est maintenue constante par l'addition périodique des éléments d'alliage. Dans le test d'immersion CIREP, l'alliage utilisé est Al-5% Mg et les échantillons sont de 25x25x51 mm. Les tests sont effectués à 850°C pendant quatre jours.



Figure 1-26 : Test d'immersion totale

#### 1.6.4.9 Essai d'immersion partielle

Pour le test d'immersion partielle, une partie de l'échantillon reste en dehors du métal (Figure 1-27). Ce type de test convient plus à l'étude de la tenue des réfractaires à la ligne de métal. Par contre, le test d'immersion totale convient lorsque l'on veut juger la qualité d'un réfractaire destiné au garnissage du plancher d'un four.

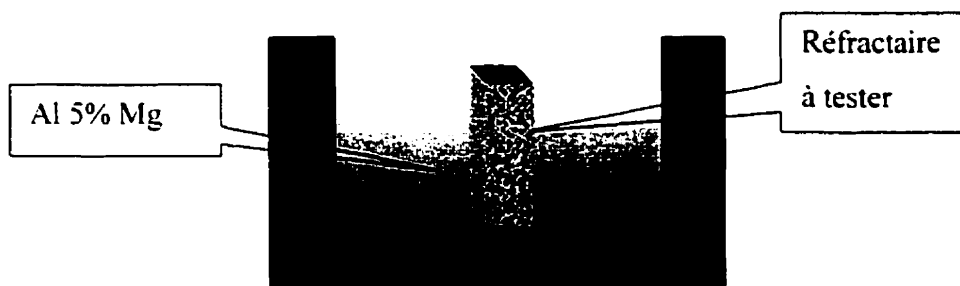


Figure 1-27 : Test d'immersion partielle

#### **1.6.4.10 Caractérisation**

La caractérisation des performances chimiques n'est pas standardisée. Nous avons choisi dans cette étude, l'essai d'immersion totale CIREP. Après essai, les échantillons sont découpés et leur résistance est évaluée en considérant le niveau d'adhérence, d'infiltration et de friabilité/fissuration observés, comme indiquée par le tableau 1-1.

#### **1.6.4.11 Corrosion sous contraintes**

Contrairement aux métaux et aux céramiques, la CSC des matériaux réfractaires a été rarement étudiés. À notre connaissance, le seul travail de ce genre a été fait au CIREP (Rigaud 1992). Dans cette étude, un essai de traction sur une éprouvette DCB a été fait dans l'acier liquide. La faisabilité du test a été démontrée car le montage a permis les mesures de la vitesse de propagation de fissure en fonction du facteur d'intensité de contrainte.

Tableau 1-1 :Critères de classification de l'essai d'immersion CIREP.

| <b>Cote</b> | <b>Catégorie</b>                     | <b>Observations</b>                                                                                                                                                              |
|-------------|--------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>1</b>    | <b>"BONNE" résistance</b>            | <ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Faible adhérence</b></li> <li>• <b>Pas d'infiltration</b></li> <li>• <b>Absence de friabilité et de fissuration</b></li> </ul>       |
| <b>2</b>    | <b>Résistance "BONNE à MOYENNE"</b>  | <ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Forte adhérence</b></li> <li>• <b>Pas d'infiltration</b></li> <li>• <b>Absence de friabilité et de fissuration</b></li> </ul>        |
| <b>3</b>    | <b>Résistance "MOYENNE"</b>          | <ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Forte adhérence</b></li> <li>• <b>Infiltration peu profonde</b></li> <li>• <b>Absence de friabilité et de fissuration</b></li> </ul> |
| <b>4</b>    | <b>Résistance "MOYENNE à FAIBLE"</b> | <ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Forte adhérence</b></li> <li>• <b>Infiltration profonde</b></li> <li>• <b>Absence de friabilité et de fissuration</b></li> </ul>     |
| <b>5</b>    | <b>Résistance "FAIBLE"</b>           | <ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Forte adhérence</b></li> <li>• <b>Infiltration profonde</b></li> <li>• <b>Friabilité et/ou fissuration mineures</b></li> </ul>       |
| <b>6</b>    | <b>Résistance "NULLE"</b>            | <ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Forte adhérence</b></li> <li>• <b>Infiltration profonde</b></li> <li>• <b>Friabilité et/ou fissuration majeures</b></li> </ul>       |

La signification des termes utilisés dans la section “observations” est :

- **Faible adhérence:** La couche de métal recouvrant l'échantillon peut être enlevé en frottant avec les doigts;
- **Forte adhérence:** La couche de métal recouvrant l'échantillon ne peut pas être enlevé en frottant avec les doigts;
- **Pas d'infiltration:** Aucun signe d'infiltration n'est visible à l'œil nu sur la section longitudinale de l'échantillon;
- **Infiltration peu profonde:** Des signes d'infiltration sont visibles à l'œil nu sur la section longitudinale de l'échantillon mais leur profondeur moyenne est inférieure à 1 mm;
- **Infiltration profonde:** Des signes d'infiltration sont visibles à l'œil nu sur la section longitudinale de l'échantillon et leur profondeur moyenne est supérieure à 1 mm;
- **Pas de friabilité:** La surface de la section longitudinale de l'échantillon est lisse et ne se désagrège pas lorsqu'on la frotte avec les doigts;
- **Friabilité mineure:** La surface de la section longitudinale de l'échantillon est rugueuse et ne se désagrège pas lorsqu'on la frotte avec les doigts;
- **Friabilité majeure:** La surface de la section longitudinale de l'échantillon est rugueuse et se désagrège par endroit lorsqu'on la frotte avec les doigts;
- **Pas de fissuration:** Aucun signe de fissuration n'est visible à l'œil nu, ni sur les faces extérieures, ni sur la section longitudinale des échantillons;
- **Fissuration mineure:** Des signes de fissuration sont visibles à l'œil nu sur les faces extérieures et seulement à la périphérie de la section longitudinale des échantillons;
- **Fissuration majeure:** Des signes de fissuration sont visibles à l'œil nu sur les faces extérieures et s'étendent jusqu'à l'axe de symétrie de la section longitudinale des échantillons.

### 1.6.5 Conclusion

L'importance de la corrosion sous contraintes a été mise en évidence dans le cas des métaux et des céramiques. Il est clair aussi que la CSC, malgré les différences que l'on peut relever pour les différents matériaux, les différents environnements ou les différentes conditions, est un phénomène général. Que les mécanismes de déformation soient dus aux mouvements de dislocations, à la propagation de fissures ou par l'intermédiaire de phases vitreuses, il y a toujours une interaction plus ou moins grande avec l'environnement.

Les seuls matériaux qui jusqu'à maintenant ont fait exception sont les matériaux réfractaires. Nous pouvons avancer une première explication dans le fait que les études sur les réfractaires sont plus récentes que dans le cas des autres matériaux. Cependant, une autre explication nous semble plus appropriée. Les sollicitations thermomécaniques que subissent les réfractaires sont souvent trop brutales. La vitesse élevée de ces sollicitations peut donc empêcher l'interaction de la corrosion, comme nous l'avons vu dans le paragraphe 1.6.1.2.

## 1.7 CORRÉLATION ENTRE LES CHOCS THERMIQUES ET MÉCANIQUES

Comme nous l'avons vu précédemment, la durée de vie des réfractaires dépend de leur résistance face à toutes les sollicitations. L'étude de la corrélation entre la résistance face à plusieurs mécanismes s'avère donc nécessaire. Cependant il n'existe, à notre connaissance, aucun travail sur le sujet avant 1996. En effet, l'étude de la corrélation entre les résistances aux chocs thermiques et aux chocs mécaniques au sein du groupe CIREP-CRNF (Ratle 1996) constitue une première.

Cette étude a été menée sur des matériaux réfractaires cuits à 1200°C (pour la plupart d'entre eux). La première étape de cette étude a consisté à déterminer les propriétés (module de rupture, module d'Young, coefficient de Poisson, énergie de rupture, coefficient de dilatation thermique, ténacité...) des matériaux étudiés. Dans la seconde étape, la résistance à chacune des deux sollicitations a été déterminée. La résistance aux chocs thermiques a été évaluée par la mesure du module de rupture " $\sigma_r$ " et du module d'Young " $E_r$ " résiduels tandis que celle aux chocs mécaniques a été caractérisée par le nombre d'impacts " $N$ " pour rompre un échantillon. La dernière étape a consisté en une étude statistique dans le but de trouver une corrélation entre la résistance aux sollicitations et les paramètres de performance. La conclusion de ce travail a été qu'il existe une corrélation entre la résistance aux chocs thermiques " $\sigma_r$ ", la résistance aux chocs mécaniques " $N$ " et le paramètre " $\sigma_o \times R_{st}$ " défini par la relation 1-102.

La même étude expérimentale et statistique a été réalisée, dans le cadre du présent travail, sur de nouveaux matériaux cuits à la même température 1200°C (Sebbani et al. 1998, Sebbani et al. 2000) et a permis d'arriver aux mêmes conclusions.

## CHAPITRE 2. POSITION DU PROBLÈME

Les études précédemment citées (Ratle et al. 1996) ont permis de conclure qu'il existe une corrélation entre la résistance aux chocs thermiques, la résistance aux chocs mécaniques et le paramètre  $\sigma_o \times R_{st}$ . La maximisation à la fois de la résistance à l'initiation des fissures courtes (en maximisant  $\sigma_o$ ) et à la propagation des fissures longues (en maximisant  $R_{st}$ ) permet d'atteindre une résistance aux deux mécanismes. Ces résultats sont originaux mais inhabituels. En effet, il semblait acquis que les matériaux ne peuvent résister à ces deux types de mécanismes de dégradation conjointement. De même, la résistance simultanée à l'initiation et à la propagation des fissures semblait impossible. Ceci nous a amené, dans la première étape de ce travail, à tenter de valider ces résultats. Les expériences que nous avons faites, sur des matériaux autres que ceux étudiés par Ratle, nous ont permis de confirmer ces conclusions (Sebbani et al. 1998, Sebbani et al. 2000). Dès lors plusieurs questions se posent :

1. Pourquoi les résistances aux deux sollicitations doivent être opposées ?
2. Pourquoi dans ces deux études le comportement observé des réfractaires était inattendu?
3. La parfaite corrélation entre les deux résistances et le paramètre  $\sigma_o \times R_{st}$  a-t-elle une explication théorique? En d'autres termes, peut-on établir ce paramètre de manière théorique?
4. Cette corrélation est-elle vraie dans toutes les conditions? En d'autres termes, des facteurs comme les procédés de fabrication ou les conditions d'utilisation peuvent-ils affecter cette corrélation?

Le présent travail a pour objectif de répondre à ces questions. Il s'agit donc d'une étude théorique et expérimentale sur la corrélation entre la résistance aux chocs thermiques et aux chocs mécaniques des matériaux réfractaires.

Dans la partie théorique nous nous proposons d'étudier et, le cas échéant, d'établir des paramètres de performances qui caractérisent la résistance face à chacun des deux mécanismes de dégradation. Ensuite, à essayer d'établir la similitude (ou la différence) entre les sollicitations en question. Dans la partie expérimentale, nous allons tenter de valider l'analyse théorique et, le cas échéant, les paramètres de performances établis. Ensuite, d'étudier la corrélation entre les deux résistances. Enfin, nous allons étudier les facteurs susceptibles d'influencer cette corrélation.

La première étape consiste à adopter une procédure expérimentale (Chapitre 3) et de réaliser un montage adéquat. Ensuite, d'étudier chaque mécanisme de dégradation séparément afin de déterminer le (ou les) paramètres qui caractérisent la résistance des matériaux réfractaires face aux mécanismes en question. Cette partie fera l'objet des chapitres 4 et 5. Ces deux études doivent faciliter la compréhension de chaque mécanisme ce qui nous permettra d'entamer la dernière partie qui est l'étude de la corrélation (chapitre 6). Dans cette partie, nous étudierons en premier les bases théoriques de la corrélation entre les deux mécanismes. Ensuite, nous étudierons les facteurs qui influencent cette corrélation.

## **CHAPITRE 3. MATÉRIAUX ET PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES**

### **3.1 INTRODUCTION**

Dans cette partie, nous nous proposons de décrire la nature et la préparation des différents matériaux qui ont été utilisés dans cette étude. Ainsi, nous donnerons les compositions chimiques et minéralogiques, les propriétés mesurées et les paramètres calculés. Nous décrirons ensuite les différentes procédures expérimentales qui ont permis de déterminer les différentes propriétés ainsi que les performances des matériaux qui ont été étudiés.

### **3.2 NATURE ET PRÉPARATIONS DES MATÉRIAUX UTILISÉS**

Un total de dix (10) produits ont été étudiés, dont quatre (4) briques et six (6) bétons. Certains bétons ont été cuits à différentes températures ce qui a donné, en fin de compte, un ensemble de seize (16) matériaux. Dans chacune des parties de ce travail, nous avons utilisé une partie ou la totalité de ces matériaux. Nous énumérerons au fur et à mesure les matériaux utilisés.

#### **3.2.1 Composition chimique**

Les matériaux utilisés dans cette étude sont des produits alumino-siliceux couramment utilisés dans les fours de traitement de l'aluminium. La composition chimique de ces produits est donnée au tableau 3-1.

### **3.2.2 Composition minéralogique**

Les données fournies par les fabricants se limitent à l'analyse chimique. Cependant, comme nous l'avons vu précédemment, cette dernière est insuffisante pour caractériser les matériaux réfractaires. Des analyses par diffractions des rayons X ont donc été effectuées sur certains produits afin de compléter l'information. Le tableau 3-2 donne les résultats de ces analyses.

### **3.2.3 Préparation des échantillons**

Les bétons ont été préparés par addition de la quantité d'eau recommandée par les manufacturiers. L'ensemble est d'abord mélangé dans un mélangeur (Hobart) pendant cinq minutes. Le mélange est ensuite coulé dans des moules. Pour les bétons non auto-coulable (BT1, BT2, BT3 et BT4) les moules sont soumis à une vibration sur une table vibrante pendant cinq minutes. Pour les bétons auto-coulables (BT5 et BT6) les moules ne sont soumis à aucune vibration. Les échantillons dans leurs moules sont ensuite maintenus à la température ambiante pendant 48 heures. Ils sont ensuite démoulés puis séchés à l'étuve à 110°C pendant 48 heures. Chaque béton est enfin cuit à la température requise. La cuisson est faite pendant 5 heures. La montée et la descente en température sont réglées à 1 K/min.

Tableau 3-1: Composition chimique des matériaux utilisés telle que spécifiée par les manufacturiers.

| Mtériaux | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | SiO <sub>2</sub> | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | TiO <sub>2</sub> | CaO   | MgO   | ZrO <sub>2</sub> | Alcalains |
|----------|--------------------------------|------------------|--------------------------------|------------------|-------|-------|------------------|-----------|
| BR1      | 83,5                           | 11,8             | 1,3                            | 2,8              | <0,01 | <0,01 | -                | <0,01     |
| BR2      | 84                             | 9                | 1                              | 2,5              | -     | -     | -                | -         |
| BR3      | 79                             | 6                | 1,3                            | 2,8              | 0,2   | 0,3   | -                | 0,4       |
| BR4      | 83                             | 10               | <1,4                           | -                | -     | -     | -                | -         |
| BT1      | 82,8                           | 10,8             | 1,2                            | 2,4              | 1,9   | 0,2   | -                | 0,2       |
| BT2      | 75/77                          | 10               | 0,9                            | 2,2              | 1,4   | 0,1   | -                | -         |
| BT3      | 82                             | 11               | 1                              | 1,6              | 2,4   | -     | -                | 0,4       |
| BT4      | 57,5                           | 24,8             | 0,8                            | 1,5              | 2,4   | 0,1   | 8,5              | 0,2       |
| BT5      | 83,6                           | 9,8              | 1,5                            | 2,6              | 1,3   | -     | -                | 0,2       |
| BT6      | 80                             | 12               | 1,2                            | 2,5              | 1     | 0,2   | -                | 0,2       |

Tableau 3-2 : Composition minéralogique des produits obtenus par diffraction X.

|                                                  | <b>BT1<br/>1200</b> | <b>BT1<br/>1350</b> | <b>BT2<br/>1450</b> | <b>BT4<br/>800</b> | <b>BT4<br/>1000</b> | <b>BT4<br/>1200</b> | <b>BT4<br/>1350</b> |
|--------------------------------------------------|---------------------|---------------------|---------------------|--------------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| <b>Mullite</b>                                   | 12,0                | 23,2                | 32,0                | 15,3               | 17,9                | 18,4                | 21,2                |
| <b>Corindon</b>                                  | 66,8                | 59,4                | 55,8                | 13,6               | 18,7                | 24,5                | 30,7                |
| <b>Anorthite</b>                                 | 4,5                 | 6,3                 | 5,4                 | 2,8                | 11,1                | 12,6                | 14,1                |
| <b>Zircon</b>                                    | 0,5                 | 0,6                 | 0,6                 | 28,4               | 27,4                | 23,5                | 12,7                |
| <b>Quartz</b>                                    | 2,6                 | 4,6                 | 2,3                 | 3,4                | 4,1                 | 3,2                 | 2,2                 |
| <b>Cristobalite</b>                              | 12,8                | 5,1                 | 2,9                 | 0,3                | 2,8                 | 2,0                 | 4,7                 |
| <b>Rutile</b>                                    | 0,4                 | 0,4                 | 0,4                 | 0,3                | 2,5                 | 2,1                 | 4,2                 |
| <b>Hématite</b>                                  | 0,2                 | 0,1                 | 0,2                 | 2,4                | 4,7                 | 4,8                 | 4,5                 |
| <b>Celsian</b>                                   | 0,1                 | 0,2                 | 0,1                 | 9,3                | 7,1                 | 5,6                 | 1,7                 |
| <b>Ca<sub>3</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>6</sub></b> | 0,2                 | 0,1                 | 0,1                 | 2,3                | 2,2                 | 1,5                 | 1,5                 |
| <b>CaZrO<sub>3</sub></b>                         | -                   | -                   | -                   | 2,2                | 0,6                 | 1,4                 | 1,9                 |
| <b>Periclase</b>                                 | -                   | -                   | -                   | 1                  | 0,8                 | 0,3                 | 0,4                 |
| <b>ZrO<sub>2</sub></b>                           | -                   | -                   | -                   | 0,1                | 0,1                 | 0,2                 | 0,3                 |

### **3.3 PROPRIÉTÉS DES MATÉRIAUX ÉTUDIÉES**

#### **3.3.1 Propriétés mesurées**

Les seize matériaux étudiés ont été testés afin de déterminer leurs propriétés physiques, mécaniques et thermiques.

##### **3.3.1.1 Coefficient d'expansion thermique**

La détermination du coefficient d'expansion thermique,  $\alpha(^{\circ}\text{C}^{-1})$ , 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. La technique consiste à porter l'échantillon à une température donnée et à mesurer le déplacement grâce à un tensiomètre actionné par un poussoir en alumine. 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 :  $\varepsilon = \alpha \Delta T$ .

##### **3.3.1.2 Module d'Young**

Il faut distinguer le module d'Young,  $E$ , dynamique 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. On mesure la fréquence de résonance d'un échantillon et à partir de cette valeur on détermine le module d'Young. La méthode utilisée est décrite par la norme ASTM C 1295-94. Les échantillons sont de forme parallélépipédique mesurant 15,24×2,54×2,54 cm (6×1×1 po).

### 3.3.1.3 Module de rupture

Le module de rupture, qui est en fait la contrainte à la rupture,  $\sigma_o$  (MPa), a été déterminée par la méthode de flexion trois points sur des échantillons de même dimensions que dans le cas du module d'Young.

### 3.3.1.4 Énergie de rupture

L'énergie de rupture,  $\gamma_{WOF}$  (J/m<sup>2</sup>), a été déterminée par la méthode de flexion trois points sur un échantillon, de mêmes dimensions que dans le cas du module d'Young, taillé en chevron comme l'indique la figure 3-1. Ce type d'entaille permet la propagation stable de la fissure (Pandolfelli 1993). 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. Au fur et à mesure que la surface 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. 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  $\gamma_{WOF}$  :

$$\gamma_{wof} = \frac{W_{wof}}{2A} \quad (\text{Équation 3-1})$$

### 3.3.1.5 Ténacité

À la différence de l'énergie de rupture, la mesure de la ténacité,  $K_{IC}$  (MPa m<sup>1/2</sup>), demande un essai de propagation insatblw. En effet, il s'agit de mesurer la force maximale,  $F$ , atteinte au moment de la rupture et non pas la quantité d'énergie nécessaire à la rupture. À partir de la valeur de cette force, obtenue par un essai de

flexion trois points (ASTM E –399) sur un échantillon ayant une entaille de 0.4 mm de largeur et 3mm de hauteur (fig. 3-2),  $K_{IC}$  est calculé à l'aide d'une formule (équation 3-2) qui dépend de la géométrie de l'échantillon (Sakai 1993) :

$$K_I = \frac{FY}{b\sqrt{t}} \quad (\text{Équation 3-2})$$

où  $Y$  est donnée par :

$$Y(\alpha) = \left(\frac{l}{t}\right) \left[ \frac{3\alpha^{1.2}}{2(1-\alpha)^{3.2}} \right] \left[ 1.99 - 1.33\alpha - (3.49 - 0.68\alpha + 1.35\alpha^2) \frac{\alpha(1-\alpha)}{(1+\alpha)^2} \right] \quad (\text{Équation 3-3})$$

avec  $\alpha = a/t$

### 3.3.1.6 Porosité

La porosité apparente,  $P_{app}$  (%) est déterminée par la méthode d'immersion dans l'eau selon la norme Standard ASTM C 830-88. Cette méthode est basée sur le principe d'Archimède. Dans cette méthode, il faut mesurer trois masses : la masse de l'échantillon sec, de l'échantillon mouillé et celle de l'échantillon immergé. La masse à sec est obtenue en pesant un échantillon préalablement séché à l'étuve. Ensuite, il est introduit sous une cloche et maintenu à vide pendant trente minutes. Cette opération a pour but de vider tous ses pores de l'air. Il est alors introduit dans de l'eau. De cette façon, il sera rempli d'eau au maximum. On mesure alors sa masse qui est la masse de l'échantillon mouillé. Enfin, la mesure de l'échantillon immergé est obtenue lorsque l'échantillon est suspendu dans l'eau. L'équation 3-4 donne l'expression de la porosité :

$$P_{app} = \frac{m_{humide} - m_{sec}}{m_{humide} - m_{suspendu}} \quad (\text{Équation 3-4})$$

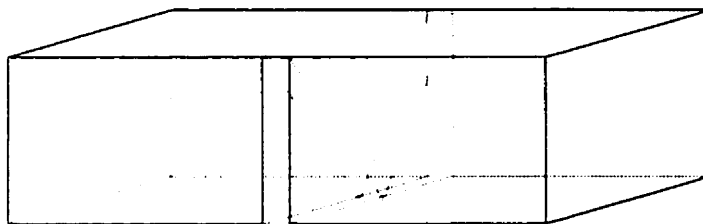


Figure 3-1 : Échantillon à chevron.

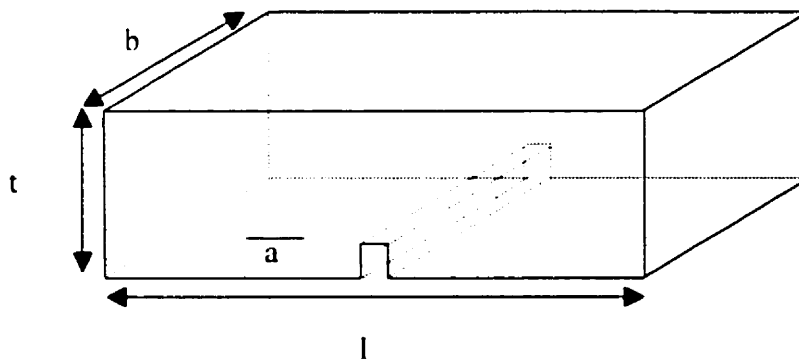


Figure 3-2 : Échantillon à entaille droite.

### 3.3.1.7 Résultats

Les résultats des différentes mesures sont donnés au tableau 3-3.

### 3.3.2 Paramètres calculés

À partir des grandeurs mesurées, les paramètres de performance pertinents ont été calculés. Ainsi l'énergie effective,  $\gamma_{nbt}$ , a été déduite à partir de la ténacité et du module d'Young conformément à l'équation :

$$\gamma_{nbt} = \frac{K_{II}^2}{2E} \quad (\text{Équation 3-5})$$

D'autres paramètres tels que  $R$ ,  $R''''$ ,  $R_{st}$  et  $\sigma_o \times R_{st}$  ont aussi été calculés. L'ensemble des paramètres calculés est réuni dans le tableau 3-4.

Tableau 3-3 : Propriétés mesurées

|                    | $E_o(\text{GPa})$ | $\sigma_o(\text{MPa})$ | $P_{app}(\%)$ | $\gamma_{tot}(\text{J/m}^2)$ | $10^6 \alpha (\text{°C}^{-1})$ | $K_{IC}(\text{Mpa m}^{1/2})$ |
|--------------------|-------------------|------------------------|---------------|------------------------------|--------------------------------|------------------------------|
| <b>BR-1</b>        | <b>32,3</b>       | <b>9,7</b>             | <b>18,0</b>   | <b>80,2</b>                  | <b>8,7</b>                     | <b>1,02</b>                  |
| <b>BR-2</b>        | <b>56,7</b>       | <b>18,3</b>            | <b>14,4</b>   | <b>66,8</b>                  | <b>9,3</b>                     | <b>1,50</b>                  |
| <b>BR-3</b>        | <b>68,6</b>       | <b>17,7</b>            | <b>14,7</b>   | <b>58,1</b>                  | <b>9,3</b>                     | <b>1,57</b>                  |
| <b>BR-4</b>        | <b>54,4</b>       | <b>15,8</b>            | <b>17,9</b>   | <b>87,3</b>                  | <b>9,4</b>                     | <b>1,42</b>                  |
| <b>BT-1(1200)</b>  | <b>54,5</b>       | <b>19,4</b>            | <b>20,2</b>   | <b>53,0</b>                  | <b>7,6</b>                     | <b>2,22</b>                  |
| <b>BT-1(1350)</b>  | <b>41,2</b>       | <b>16,7</b>            | <b>17,9</b>   | <b>61,2</b>                  | <b>6,6</b>                     |                              |
| <b>BT-1(1450)</b>  | <b>45,9</b>       | <b>19,0</b>            | <b>18,3</b>   | <b>55,9</b>                  | <b>7,5</b>                     |                              |
| <b>BT-2(1200)</b>  | <b>25,4</b>       | <b>12,0</b>            | <b>19,6</b>   | <b>56,2</b>                  | <b>7,7</b>                     | <b>1,49</b>                  |
| <b>BT-2(1450)</b>  | <b>61,6</b>       | <b>25,8</b>            | <b>10,0</b>   | <b>67,4</b>                  | <b>8,2</b>                     |                              |
| <b>BT-3(1200)</b>  | <b>54,0</b>       | <b>16,5</b>            | <b>21,6</b>   | <b>59,0</b>                  | <b>9,1</b>                     | <b>1,74</b>                  |
| <b>BT-4 (800)</b>  | <b>36,9</b>       | <b>14,3</b>            | <b>14,2</b>   | <b>60,7</b>                  | <b>5,7</b>                     |                              |
| <b>BT-4 (1000)</b> | <b>44,9</b>       | <b>17,8</b>            | <b>13,4</b>   | <b>48,2</b>                  | <b>5,9</b>                     |                              |
| <b>BT-4(1200)</b>  | <b>57,8</b>       | <b>24,6</b>            | <b>17,0</b>   | <b>46,2</b>                  | <b>5,8</b>                     | <b>2,82</b>                  |
| <b>BT-4(1350)</b>  | <b>51,1</b>       | <b>20,3</b>            | <b>13,2</b>   | <b>45,3</b>                  | <b>6,8</b>                     |                              |
| <b>BT-5(1200)</b>  | <b>60,6</b>       | <b>15,5</b>            | <b>16,2</b>   | <b>70,1</b>                  | <b>8,5</b>                     | <b>2,32</b>                  |
| <b>BT-6(1200)</b>  | <b>47,6</b>       | <b>15,7</b>            | <b>23,7</b>   | <b>114,4</b>                 | <b>8,9</b>                     | <b>1,52</b>                  |

Tableau 3-4 : Paramètres calculés.

|                    | $\gamma_{nbt}(\text{J/m}^2)$ | $\gamma_{nbt}/\gamma_{wof}$ | $R(^{\circ}\text{C})$ | $R''''(\text{mm})$ | $R_{st}(^{\circ}\text{Cm}^{1/2})$ | $\sigma x R_{st}$ |
|--------------------|------------------------------|-----------------------------|-----------------------|--------------------|-----------------------------------|-------------------|
| <b>BR-1</b>        | <b>16,0</b>                  | <b>0,20</b>                 | <b>34,6</b>           | <b>27,3</b>        | <b>5,7</b>                        | <b>55,8</b>       |
| <b>BR-2</b>        | <b>19,9</b>                  | <b>0,30</b>                 | <b>34,7</b>           | <b>11,3</b>        | <b>3,7</b>                        | <b>67,6</b>       |
| <b>BR-3</b>        | <b>18,1</b>                  | <b>0,31</b>                 | <b>27,7</b>           | <b>12,8</b>        | <b>3,1</b>                        | <b>55,2</b>       |
| <b>BR-4</b>        | <b>18,4</b>                  | <b>0,21</b>                 | <b>30,9</b>           | <b>19,0</b>        | <b>4,3</b>                        | <b>67,4</b>       |
| <b>BT-1(1200)</b>  | <b>45,1</b>                  | <b>0,85</b>                 | <b>46,9</b>           | <b>7,6</b>         | <b>4,1</b>                        | <b>79,8</b>       |
| <b>BT-1(1350)</b>  | -                            | -                           | <b>61,3</b>           | <b>9,1</b>         | <b>5,8</b>                        | <b>97,4</b>       |
| <b>BT-1(1450)</b>  | -                            | -                           | <b>55,3</b>           | <b>7,1</b>         | <b>4,7</b>                        | <b>88,6</b>       |
| <b>BT-2(1200)</b>  | <b>43,6</b>                  | <b>0,78</b>                 | <b>61,3</b>           | <b>9,9</b>         | <b>6,1</b>                        | <b>73,3</b>       |
| <b>BT-2(1450)</b>  | -                            | -                           | <b>51,2</b>           | <b>6,2</b>         | <b>4,0</b>                        | <b>104,2</b>      |
| <b>BT-3(1200)</b>  | <b>28,0</b>                  | <b>0,48</b>                 | <b>33,7</b>           | <b>11,6</b>        | <b>3,6</b>                        | <b>60,0</b>       |
| <b>BT-4 (800)</b>  | -                            | -                           | <b>68,6</b>           | <b>10,9</b>        | <b>7,2</b>                        | <b>102,7</b>      |
| <b>BT-4 (1000)</b> | -                            | -                           | <b>67,8</b>           | <b>6,8</b>         | <b>5,6</b>                        | <b>99,7</b>       |
| <b>BT-4(1200)</b>  | <b>68,8</b>                  | <b>1,49</b>                 | <b>73,2</b>           | <b>4,4</b>         | <b>4,9</b>                        | <b>119,6</b>      |
| <b>BT-4(1350)</b>  | -                            | -                           | <b>58,4</b>           | <b>5,6</b>         | <b>4,4</b>                        | <b>88,9</b>       |
| <b>BT-5(1200)</b>  | <b>44,3</b>                  | <b>0,63</b>                 | <b>30,0</b>           | <b>17,7</b>        | <b>4,0</b>                        | <b>61,9</b>       |
| <b>BT-6(1200)</b>  | <b>24,2</b>                  | <b>0,21</b>                 | <b>37,0</b>           | <b>22,2</b>        | <b>5,5</b>                        | <b>86,3</b>       |

### **3.4 PERFORMANCES DES MATÉRIAUX UTILISÉES**

La détermination des performances des matériaux se fait en deux étapes. La première consiste à exposer un échantillon à une simulation expérimentale de la sollicitation en question. La deuxième étape consiste à évaluer le degré de dégradation de l'échantillon testé. On peut trouver dans la littérature plusieurs types de simulations pour chaque type de sollicitations. Dans cette étude, nous avons choisi des simulations particulières que nous avons modifiées au besoin. Dans cette partie, nous allons exposer les différents tests que nous avons adoptés et nous exposerons les modifications que nous leurs avons apportées.

#### **3.4.1 Chocs thermiques**

##### **3.4.1.1 Description de l'essai**

Les tests de chocs thermiques consistent à chauffer un échantillon à une température donnée puis à le refroidir de manière brutale. En général, le refroidissement se fait dans l'eau (20°C). C'est ce qui a été fait la plupart du temps sauf lorsque ces tests ont été combinés à la corrosion. Dans ce cas, les chocs thermiques ont été réalisés sur une plaque métallique refroidie à l'eau. Cette partie est davantage décrite au paragraphe 3.3.4.

Les chocs thermiques peuvent être simples ou cycliques. Seul les chocs thermiques simples ont été réalisés. En fait, dans la section 4.2, consacrée à l'étude théorique des chocs thermiques, nous montrerons que les tests simples sont suffisants pour caractériser la résistance des matériaux réfractaires face aux chocs thermiques. Cette conclusion a par ailleurs été démontrée expérimentalement pour des produits similaires à ceux que nous avons étudiés (Ntakaburimvo 2001).

### 3.4.1.2 Caractérisation

La rupture des matériaux réfractaires après un ou plusieurs chocs thermiques est difficilement réalisable. C'est ce qui a conduit à une alternative plus simple pour caractériser leur résistance aux chocs thermiques. C'est ainsi qu'après chaque test, les modules d'Young,  $E_r$ , et de rupture,  $\sigma_r$ , des échantillons ont été mesurés et comparés à leurs valeurs originales  $E_o$  et  $\sigma_o$ . Les valeurs absolues ( $\sigma_r$ ,  $E_r$ ) ou relatives ( $\sigma_r/\sigma_o$ ,  $E_r/E_o$ ) de ces modules résiduels caractérisent la résistance aux chocs thermiques.

### 3.4.2 Chocs mécaniques

Parmi tous les appareils qui sont utilisées pour les tests d'impacts, deux catégories peuvent être distinguées. Ceux qui utilisent la force de gravité pour mettre en mouvement le projectile et ceux qui ne l'utilisent pas. Dans la première catégorie, le mobile a une trajectoire verticale tandis que dans le second cas, il a une trajectoire horizontale.

Dans les essais à trajectoire horizontale, le projectile est attaché à un sabot par une légère aimantation. Le sabot est introduit dans un pistolet de l'appareil et il est projeté sur la cible. À la fin de sa course, le sabot est arrêté par une barrière qui ne laisse passer que le projectile et à l'aide de capteurs, on peut mesurer sa vitesse en fin de course. L'avantage de ce type d'appareil est de pouvoir utiliser des projectiles très petits à de grandes vitesses.

Dans le cas des essais à trajectoire verticale, le projectile est soumis à la force de gravité sur une distance préalablement réglée. C'est ce type d'essai qui a été utilisé dans la présente étude. Ce montage a été développé au CIREP (Ratle et al. 1996) et il inclut un four à résistance électrique pouvant atteindre une température maximale de 950 °C. Ce

four est pourvu d'une ouverture percée sur la face supérieure. Au-dessus du four, un bâti retient deux colonnes de guidage sur lesquelles glisse la traverse qui porte le projectile. Ce dernier pénètre par l'ouverture supérieure du four pour venir frapper l'échantillon. L'échantillon repose sur deux appuis en béton. Pour éviter que la rupture ne s'amorce à partir d'un défaut de façon aléatoire, les échantillons ont été entaillés sur leur face inférieure.

Un microphone a été relié à un oscilloscope lequel est connecté à un ordinateur. Ce microphone permet de collecter l'onde sonore après chaque impact. Le signal est ensuite enregistré par l'oscilloscope puis traité par ordinateur. Ce traitement permet de représenter l'amplitude des différentes ondes en fonction de leurs fréquences. La fréquence caractéristique du matériau testé a une amplitude maximum et se distingue au milieu du spectre par un pic comme le montre la figure 3-3. Lorsque l'échantillon est suffisamment endommagé (environ 80%), on peut observer une nette diminution de ce pic comme le montre la figure 3-4.

On peut réaliser avec cette machine d'impact trois catégories d'essais. Le premier consiste à fournir une énergie suffisante pour briser l'échantillon. Cet essai met en évidence le caractère progressif de l'endommagement. Le deuxième type d'essai met en jeu une énergie d'impact suffisante pour endommager de manière significative le matériau, sans toutefois provoquer sa rupture complète. Il faut ensuite caractériser le degré d'endommagement après impact, soit par un essai de module de rupture, soit par une méthode ultrasonique de mesure des propriétés élastiques. Enfin le troisième type d'essai consiste en une série d'impacts répétés de faible énergie. Ce type d'essai est alors assimilable à un essai de fatigue. Les cycles de fatigue sont poursuivis jusqu'à ce que l'échantillon atteigne un endommagement donné. La méthode la plus simple serait de poursuivre la série d'impacts répétés jusqu'à la rupture complète de l'échantillon.

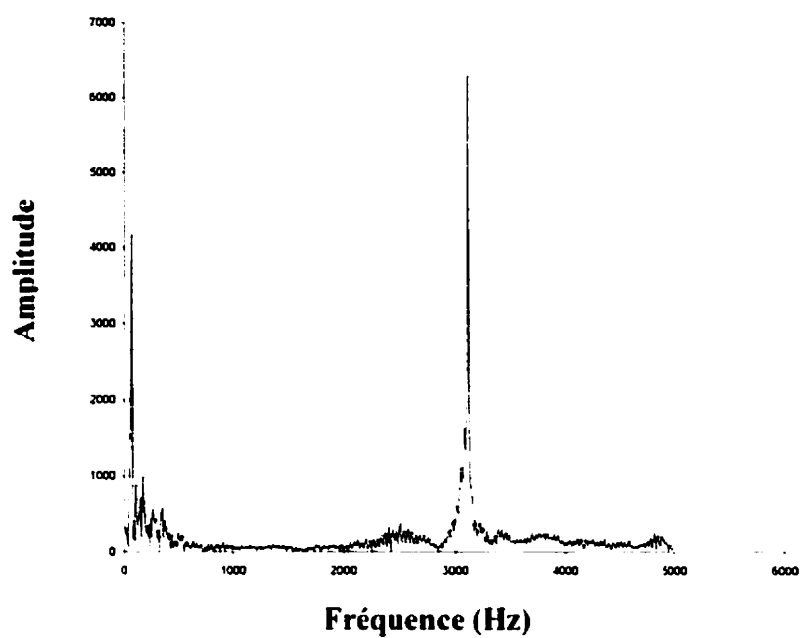


Figure 3-3 : Signal obtenu après 92 impacts (BT1 cuit à 1450°C).

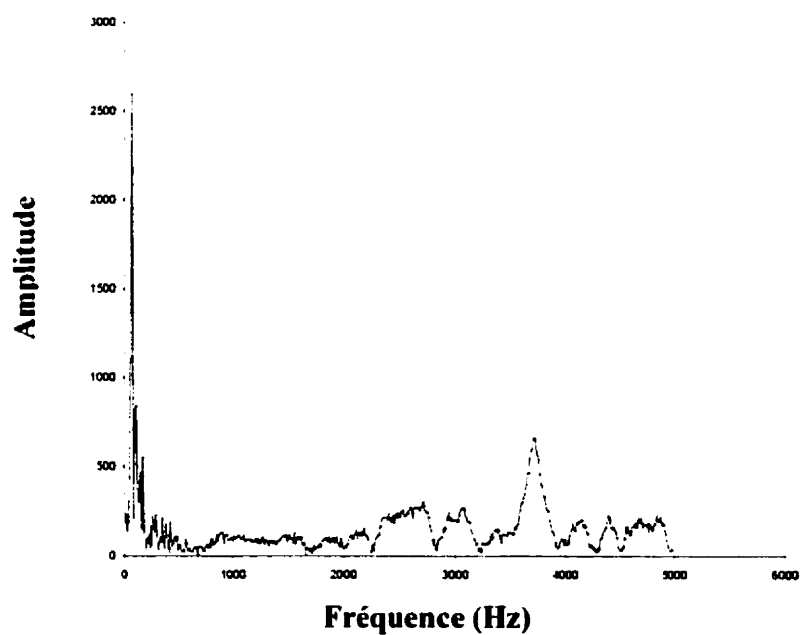


Figure 3-4 : Signal obtenu après 93 impacts (BT1 cuit à 1450°C).

Pour pouvoir effectuer des tests d'impact avec corrosion, ce montage a été modifié en conséquence. L'ensemble du montage permettant de faire des tests de chocs thermiques, de chocs mécaniques et de corrosion sera exposé dans le paragraphe 3.4.4.3.

### **3.4.3 Corrosion**

Dans le cas de la corrosion il existe principalement trois types d'essais : le test du creuset et ceux d'immersions totale et partielle. Le test que nous avons adopté est celui de l'immersion totale. Cependant, nous avons modifié certains paramètres par rapport à l'essai standard CIREP d'immersion totale. La température de l'essai a été de 900°C au lieu de 850°C. La géométrie de l'échantillon a aussi été modifiée. Les raisons de cette modification sont exposées dans le paragraphe 3.4.4.

### **3.4.4 Montage expérimental**

Avant de décrire le montage expérimental qui a été réalisé pour simuler les trois mécanismes de dégradation (choc thermique, choc mécanique et corrosion) nous nous intéresserons dans un premier temps à la forme géométrique des échantillons testés.

#### **3.4.4.1 Effet de la forme de l'échantillon**

Habituellement, la forme de l'échantillon diffère suivant le test à réaliser (choc thermique, choc mécanique, corrosion...). Cette différence peut conduire à une distribution différente des sollicitations dans l'échantillon pour chaque type de test. Cette différence de la répartition des sollicitations pourrait être à l'origine de différences dans la réponse de l'échantillon ou du moins dans la répartition de cette réponse. Dès lors on risque d'imputer cette différence à la nature de la sollicitation elle même au lieu de l'expliquer par la géométrie de l'échantillon.



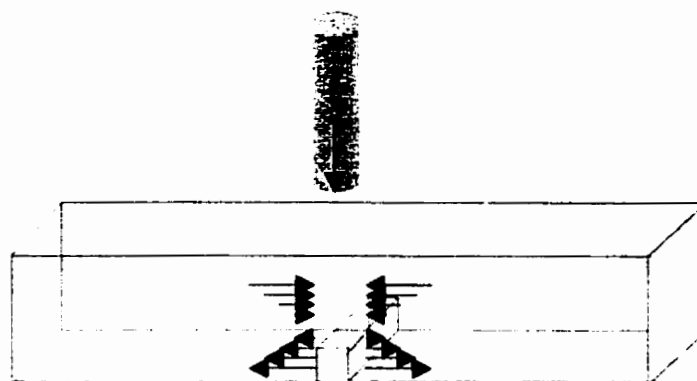


Figure 3-6 : Distribution de contrainte pendant un choc mécanique.

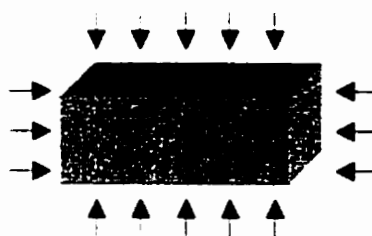


Figure 3-7 : Distribution de l'attaque chimique pendant la corrosion.

#### 3.4.4.1.3 Corrosion

Si nous considérons le cas du test standard CIREP d'immersion total, la forme des échantillons est aussi parallélépipédique mais avec des dimensions différentes par rapport aux cas précédents, soit  $5,08 \times 2,54 \times 2,54$  cm ( $2 \times 1 \times 1$  po). Ici, l'attaque chimique se fera sur toute la surface de l'échantillon (Fig. 3-7).

### 3.4.4.2 Forme adoptée des échantillons

Afin d'avoir le plus de similitude possible entre les différents états de sollicitations, nous avons opté pour une seule forme des échantillons. Il s'agit de celle des chocs mécaniques (Fig. 3-6). Dans ce cas nous aurons pour chaque test les répartitions décrites comme suit.

#### 3.4.4.2.1 Choc thermique

Avec ce type de forme, et si le refroidissement se fait sur la face inférieure, nous aurons une répartition des contraintes comparable au cas des impacts autour de la pré-fissure (Fig. 3-8).

#### 3.4.4.2.2 Corrosion

Pour le cas de la corrosion, on s'attend à ce que la présence de la pré-fissure favorise l'attaque par l'aluminium liquide (Fig. 3-9).



Figure 3-8 : Distribution des contraintes pour un essai de choc thermique sur la surface pré-fissurée.

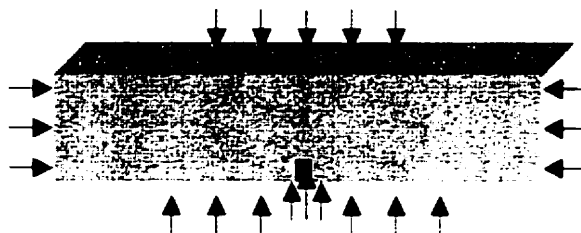


Figure 3-9 : Échantillon pré-fissuré pour les tests de corrosion.

#### 3.4.4.3 Procédure expérimentale adoptée

En plus de la forme géométrique, les trois tests diffèrent généralement par le temps de séjour et la température d'essai. Ainsi, dans le cas des chocs thermique et mécanique, la durée de séjour dans le four est d'environ une heure à une température donnée. Par contre, pour la corrosion, la durée est de 96 heures à 850°C. Or, le problème est que les matériaux réfractaires peuvent continuer à subir des transformations (minéralogie, frittage,...) qui dépendent de la température et du temps de séjour. Nous risquons donc d'avoir des différences dans les résultats qui ne sont pas nécessairement imputables à la différence de la nature des sollicitations. Pour contourner le problème, on introduit 6 échantillons dans le four. Ces six échantillons vont séjourner 96 heures à 900°C mais subiront chacun le traitement particulier. Si on les désigne par des chiffres romains de I à VI, le tableau 3-5 donne la répartition des tests.

Ainsi, l'échantillon I séjournera dans le four au même titre que les autres sans subir l'une des trois sollicitations. Il nous servira, par conséquent, de référence. Les échantillons II, III et IV seront soumis à une seule des trois sollicitations. Enfin, les échantillons V et VI seront soumis à deux sollicitations simultanément (Choc thermique avec corrosion ou choc mécanique avec corrosion). Afin de contenir les six échantillons,

un creuset a été spécialement conçu (Fig. 3-10 et 3-11). Les trois échantillons qui ne subissent pas de corrosion (I, II et III) sont disposés sur les bords du creuset et les trois autres (IV, V et VI) sont introduits à l'intérieur de ce dernier comme l'indique la figure 3-8.

Pour les chocs thermiques, le problème qui se pose est celui des échantillons qui sont immergés dans le métal liquide. En effet, si le refroidissement se fait par trempe dans l'eau, il y a un risque d'immerger à nouveau l'échantillon dans le métal liquide. Nous avons donc opté pour un refroidissement sur une plaque métallique. Une plaque de cuivre refroidie à l'eau munie d'un serpentin tel que montré à la figure 3-12 a donc été conçue.

Le montage expérimental final utilisé dans cette étude est montré à la figure 3-13 sous forme de schéma. Une photo du montage est présentée par la figure 3-14.

Tableau 3-5 : Répartition des tests pour les différents échantillons.

| chantillon | Traitement                                |
|------------|-------------------------------------------|
| I          | Référence : ne subit aucune sollicitation |
| II         | Choc thermique                            |
| III        | Choc mécanique                            |
| IV         | Corrosion                                 |
| V          | Choc thermique et corrosion               |
| VI         | Choc mécanique et corrosion               |

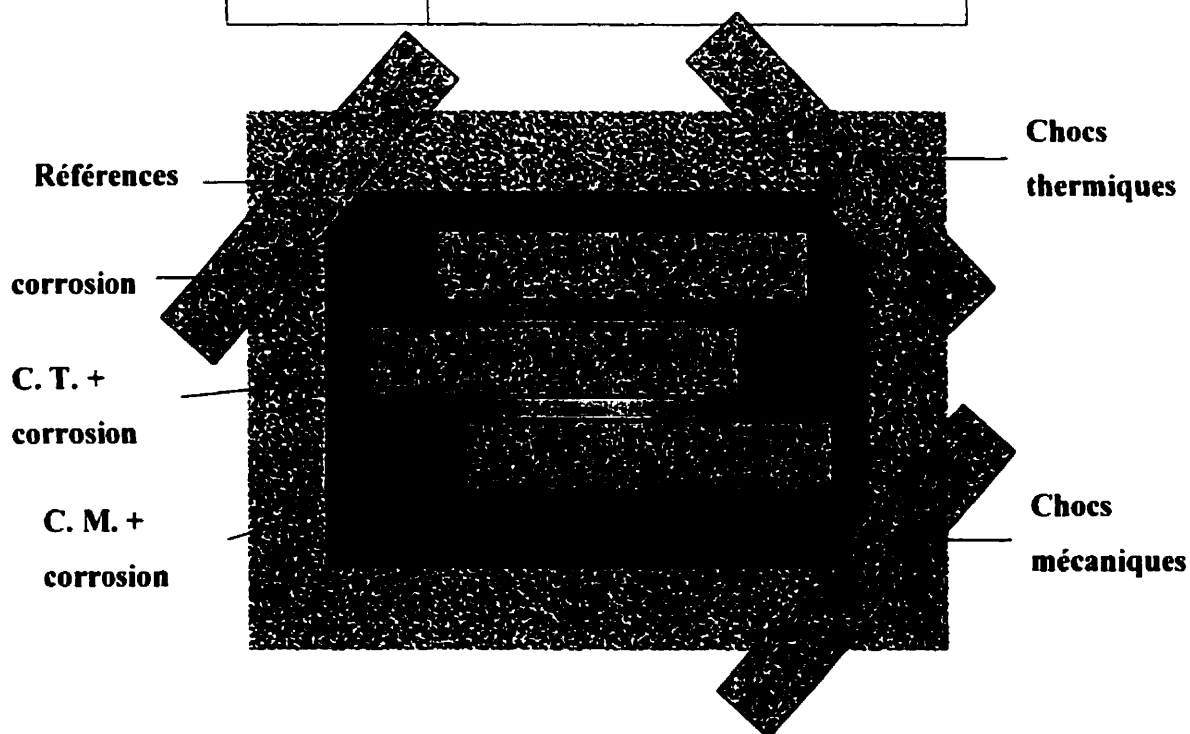


Figure 3-10 : Disposition des échantillons dans le four

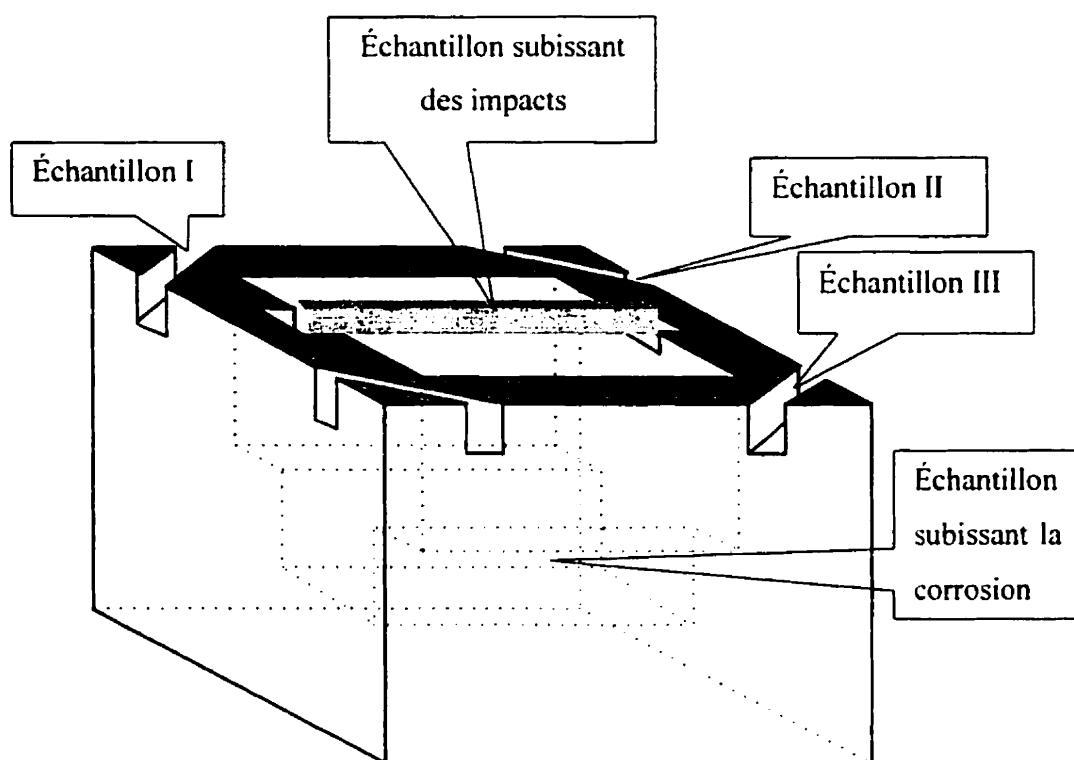


Figure 3-11 : Creuset utilisé pour contenir les échantillons

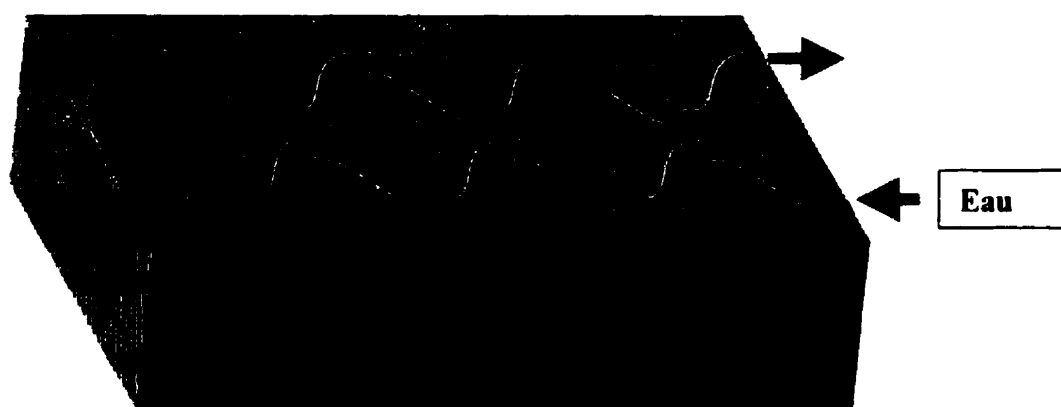


Figure 3-12 : Plaque métallique refroidi à l'eau pour les chocs thermiques.

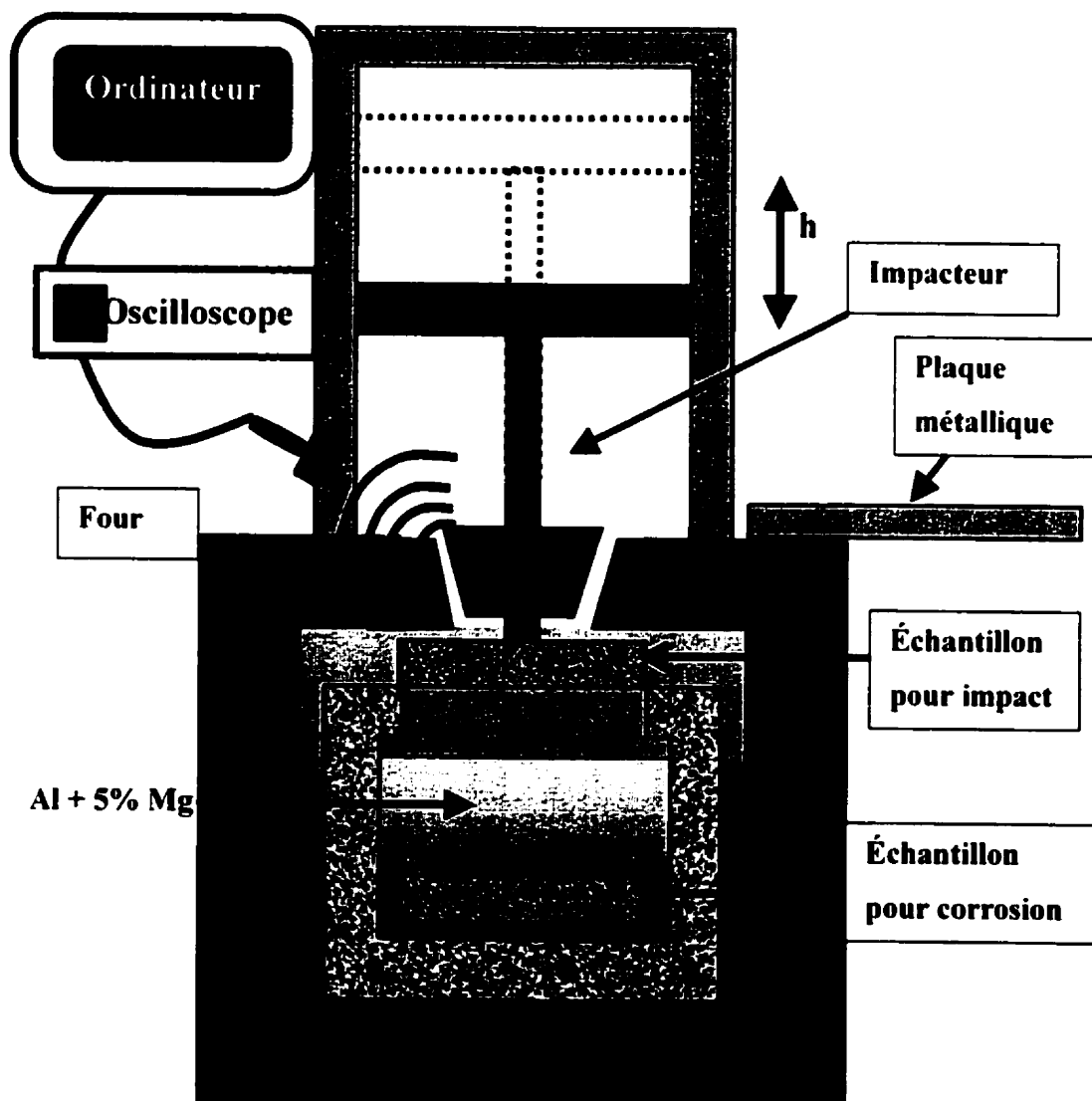


Figure 3-13 : Montage expérimental.

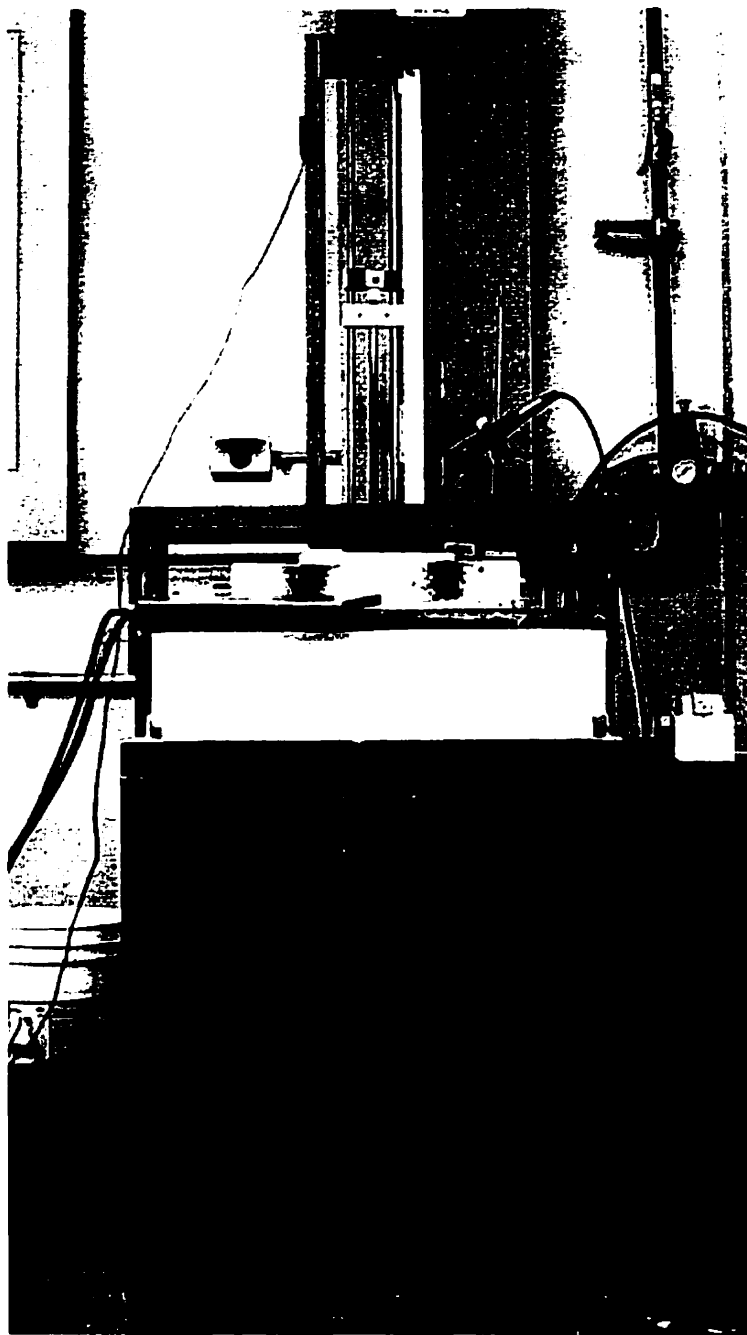


Figure 3-14 : Photo du montage utilisé.

## CHAPITRE 4. ÉTUDE DES CHOCs THERMIQUES

### 4.1 INTRODUCTION

Nous avons vu que dans le cas des chocs thermiques critiques, plusieurs approches contradictoires ont été avancées. Cette diversité nous conduit à nous poser deux questions. D'abord qu'elle est l'approche qui décrit le plus fidèlement le comportement des matériaux réfractaires? Ensuite, qu'elle est l'approche qui s'inscrit le mieux dans notre axe de recherche qui est celui de la sélection des réfractaires?

L'approche recherchée doit donc être à la fois rigoureuse et générale. La rigueur scientifique permet une description fidèle du comportement des matériaux réfractaires. D'un autre côté, plus l'approche est générale, plus elle permet de dégager un critère de sélection qui s'applique à tous les matériaux réfractaires. Les questions précédentes peuvent être remplacées par les questions suivantes : quelle est l'approche la plus rigoureuse? Quelle est l'approche qui permet de dégager un critère de sélection? Qu'elle est l'approche qui peut s'appliquer à tous les matériaux réfractaires?

Dans une première étape, nous discuterons des trois approches en précisant le domaine d'application de chacune. Ensuite, nous reprenons le formalisme d'Hasselman en nous basant, cette fois, sur les hypothèses plus rigoureuses de Bahr. Dans l'étape qui suivra, nous montrerons qu'il est possible d'arriver aux mêmes conclusions que Bahr ce qui nous permet de conclure que ces deux approches sont équivalentes. Nous montrerons enfin l'influence de la nature du matériau sur le comportement face aux chocs thermiques.

## **4.2 ÉTUDE THÉORIQUE**

Avant d'entreprendre notre étude théorique nous nous proposons de faire une discussion générale sur les trois approches dans le but de répondre aux questions que nous nous sommes posés dans l'introduction.

### **4.2.1 Discussion des trois approches**

#### **4.2.1.1 Approche d'Hasselman**

L'approche d'Hasselman permet d'arriver à des expressions analytiques très intéressantes. Ces expressions ont permis de dégager des paramètres de performance qui peuvent être utilisés comme critère de sélection des matériaux réfractaires.

Malgré cet avantage, il reste que cette théorie est basée sur des hypothèses simplificatrices trop grossières. En effet, la répartition aléatoire des défauts dans des matériaux fortement hétérogènes comme les réfractaires ne peut conduire à une uniformité de leurs formes et de leurs tailles. Nous pouvons conclure que si la méthode est bonne, il n'en est pas de même pour ses hypothèses.

À la faiblesse de ces hypothèses, il faut ajouter les limites d'utilisation de cette approche. En effet, nous avons vu dans le premier chapitre que ce modèle est basé sur l'équation 1-27 qui définit le module d'Young effectif. Or, cette définition est justifiée quand les fissures n'interagissent pas, c'est-à-dire lorsqu'elles sont courtes et peu nombreuses. Cette nouvelle contrainte limite donc la validité de cette théorie aux matériaux réfractaires denses dans le meilleur des cas.

#### 4.2.1.2 Approche de Bahr

Pour ce qui de l'approche de Bahr, nous avons vu qu'elle utilisait des hypothèses plus rigoureuses. Nous avons pu constater que la même rigueur a été utilisée dans l'évaluation des contraintes thermiques. Enfin, cette approche tient compte de l'interaction des fissures. Cependant, cette rigueur conduisait à des expressions trop complexes ce qui empêche toute solution analytique. Malgré cette rigueur et cette complexité, l'approche n'a pas conduit à tirer de nouvelles conclusions. En effet, cette approche a finalement conduit à tirer les mêmes recommandations que Hasselman quant à la résistance aux chocs thermiques.

#### 4.2.1.3 Approche d'Harmuth

L'approche d'Harmuth est, quant à elle, semi-empirique. Elle nécessite des calculs numériques afin de retrouver la courbe expérimentale. Outre le fait que cette approche ne permet pas de dégager des paramètres de performances, son champ d'application est aussi limité. En effet, nous avons vu dans le paragraphe 1.4.3.5. que les limites d'application de ce modèle sont données par l'inéquation 1-55 que nous reprenons ici :

$$B = \frac{l}{2R''''} \leq \frac{1}{2(1 + \lambda_r)} \quad (\text{Équation 4-1})$$

Dans cette inéquation,  $B$  est le nombre caractérisant la fragilité, tandis que  $\lambda_r$  est le rapport de complaisance entre la machine et l'échantillon.  $\lambda_r$  peut être donné par l'équation :

$$\lambda_r = \frac{\lambda_M}{\lambda_S} \quad (\text{Équation 4-2})$$

Où  $\lambda_M$  et  $\lambda_S$  sont les complaisances de la machine et de l'échantillon.

Comme dans tous les cas le rapport  $\lambda_r$  ne peut être négatif, la quantité  $1+\lambda_r$  donc sera toujours supérieure à 1. Cette constatation nous permet d'écrire la relation 4-1 sous la forme :

$$\frac{l}{2R''''} < \frac{1}{2(1+\lambda_r)} < \frac{1}{2} \quad (\text{Équation 4-3})$$

Cette inégalité nous permet de déduire le domaine de validité de cette approche comme suit :

$$l < R'''' \quad (\text{Équation 4-4})$$

Or, le paramètre  $R''''$  peut être développé comme suit :

$$R'''' = \frac{2E\gamma}{\sigma^2} = \frac{K_{IC}}{\sigma^2} = \pi a \quad (\text{Équation 4-5})$$

La longueur de la fissure doit être plus grande que le tiers de la longueur de l'échantillon. Plus les fissures sont grandes, plus le modèle sera applicable. Ce modèle s'applique donc, à l'opposé de celui d'Hasselman, aux matériaux réfractaires les moins denses. Cette conclusion semble normale puisque ce modèle a été inspiré de travaux sur les bétons du génie civil.

Les trois approches ne répondent pas de façon satisfaisante aux trois questions que nous nous sommes posées au début de ce chapitre. Dans la partie qui suit, nous montrerons l'équivalence entre les approches de Bahr et de Hasselman, ce qui nous permettra de

réduire le nombre d'approche à deux seulement. Nous discuterons ensuite des corrections susceptibles de rendre le modèle plus général.

#### 4.2.2 Généralisation du modèle d'Hasselman

Nous nous proposons dans cette partie de montrer que le modèle de Bahr constitue en fait une simple généralisation de celui d'Hasselman.

##### 4.2.2.1 Module d'Young effectif

Conformément à l'hypothèse de la taille différente des fissures, on doit écrire que chacune d'elle, de longueur " $a_i$ ", va causer une augmentation de l'énergie potentielle donnée par l'expression :

$$\Delta U_p = \frac{\pi a_i^3 \sigma^2}{E_0} \quad (\text{Équation 4-6})$$

L'énergie potentielle totale doit tenir compte de toutes les fissures :

$$U_p = \frac{S\sigma^2}{2E_0} + \sum_i N_i \frac{\pi a_i^3 \sigma^2}{E_0} = \frac{S\sigma^2}{2E_0} \left( 1 + \sum_i 2N_i \pi a_i^3 \right) \quad (\text{Équation 4-7})$$

Où " $N_i$ " est le nombre de fissures de longueur " $a_i$ " par unité de volume.

En terme de module d'Young effectif, la même énergie peut s'écrire :

$$U_p = \frac{S\sigma^2}{2E_{eff}} \quad (\text{Équation 4-8})$$

L'égalisation des expressions (4-7) et (4-8) conduit à l'expression du module d'Young effectif :

$$E_{eff} = E_0 \left( 1 + \sum_i 2N_i \pi a_i^2 \right)^{-1} \quad (\text{Équation 4-9})$$

#### 4.2.2.2 Énergie d'un matériau fissuré

Si nous considérons l'unité de volume, l'équation (4-8) devient :

$$u_p = \frac{\sigma^2}{2E_{eff}} = \frac{\varepsilon^2 E_{eff}}{2} \quad (\text{Équation 4-10})$$

La déformation  $\varepsilon$  étant d'origine thermique, elle peut être exprimée en fonction du gradient de température  $\delta T$ . Ce qui conduit à l'équation :

$$u_p = \frac{[\alpha(\delta T)]^2 E_0}{2 \left( 1 + \sum_i 2N_i \pi a_i^2 \right)} \quad (\text{Équation 4-11})$$

Le gradient de température  $\delta T$  est toutefois différent de la variation de température imposée  $\Delta T$ . En effet,  $\Delta T$  est la différence entre la température  $T_f$  imposée à l'échantillon et la température initiale  $T_i$  de ce dernier. Le gradient  $\delta T$  quant à lui est égal à la différence entre la température  $T(\eta, \tau)$ , en un point  $\eta$  de l'échantillon et à un instant  $\tau$ , et la température initiale  $T_i$ . Ce gradient,  $\delta T$ , tout comme la

température “ $T$ ”, dépend de la position et du temps. Si on considère le cas unidimensionnel exposé dans le paragraphe 1.3.6.1, le gradient “ $\delta T$ ” peut s’écrire comme une fonction “ $\delta T(\eta, \tau)$ ”. Comme nous l’avons vu au paragraphe 1.3.6.1, “ $\eta$ ” est la position relative du point considéré par rapport à la dimension de l’échantillon “ $\eta = \frac{y}{b}$ ”. Le paramètre “ $\tau$ ” est égal au rapport de la distance de pénétration de la

chaleur par rapport à la dimension de l’échantillon, “ $\tau = \frac{\sqrt{\kappa t}}{b}$ ”.

D’autre part, l’énergie nécessaire pour créer de nouvelles surfaces peut s’écrire :

$$u_i = 4 \sum_i N_i a_i \gamma \quad (\text{Équation 4-12})$$

Ainsi l’énergie totale de la plaque, par unité de volume, peut s’écrire :

$$u_i = \frac{[\alpha (\delta T)]^2 E_0}{2 \left( 1 + \sum_i 2 \pi N_i a_i^2 \right)} + \sum_i 4 N_i a_i \gamma \quad (\text{Équation 4-13})$$

#### 4.2.2.3 Propagation des fissures

Le critère de Griffith s’applique, cette fois, pour une fissure “ $i$ ”. La propagation de cette fissure peut avoir lieu si elle entraîne la diminution de l’énergie du système. On a donc :

$$\frac{\partial u_i}{\partial a_i} = - \frac{2\pi [\alpha(\delta T)]^2 E_0 N_i a_i}{\left(1 + \sum_j 2\pi N_j a_j^2\right)^2} + 4 N_i \gamma \leq 0 \quad (\text{Équation 4-14})$$

Les conditions de propagation peuvent être écrites sous la forme :

$$\frac{\pi [\alpha(\delta T)]^2 E_0 a_i}{\left(1 + \sum_j 2\pi N_j a_j^2\right)^2} \geq 2\gamma \quad (\text{Équation 4-15})$$

Comme le deuxième membre est le taux de restitution de l'énergie critique  $G_c$ , nous pouvons associer le premier membre au taux de restitution de l'énergie  $G(u_i)$  :

$$G(a_i) = \frac{\pi [\alpha(\delta T)]^2 E_0 a_i}{\left(1 + \sum_j 2\pi N_j a_j^2\right)^2} \quad (\text{Équation 4-16})$$

Le gradient de température qui est donnée par l'équation (1-42) peut s'écrire sous la forme plus simple suivante :

$$\delta T = \Delta T f(\eta, \tau, \beta) \quad (\text{Équation 4-17})$$

Cette équation nous permet de mettre l'équation (4-16) sous la forme :

$$\frac{G(a_i)}{[\alpha(\Delta T)]^2 E_0} = \frac{\pi a_i}{\left(1 + \sum_j 2\pi N_j a_j^2\right)^2} f^2(\eta, \tau, \beta) \quad (\text{Équation 4-18})$$

Cette expression peut être modifiée afin de dépendre de la longueur de la fissure normalisée par rapport à l'épaisseur de l'échantillon " $x=a/b$ ".

$$\frac{G(a_i)}{[\alpha(\Delta T)]^2 b E_0} = \frac{\pi x_i}{\left(1 + \sum_j 2\pi b^2 N_j x_j^2\right)^2} f^2(\eta, \tau, \beta) \quad (\text{Équation 4-19})$$

Sous cette forme, le terme de droite ne dépend que de la position " $\eta$ " considérée, du nombre de Biot " $\beta$ ", de la quantité " $b^2 N_j$ ", du temps " $\tau$ ", et de la longueur de la fissure " $x_i$ ". La position relative " $\eta$ " correspond à un point particulier de l'échantillon, il peut par conséquent être fixé a priori. Le nombre de Biot dépend des conditions de déroulement du choc thermique et il peut être fixé aussi. La quantité " $b^2 N_j$ " est le produit de l'aire de la section de l'échantillon " $b^2$ " par le nombre de fissures par unité de surface " $N_j$ ". Ce produit sera donc égal au nombre de fissures contenues dans la section de l'échantillon. On peut donc le fixer aussi. Les seules variables qui nous restent sont donc le temps " $\tau$ " et la longueur relative de la fissure " $x_i$ " en question.

Comme nous l'avons vu, l'expression 1-42 est très complexe, toutefois pour des valeurs de " $\tau$ " assez faible, l'utilisation de l'expression 1-43 est une approximation valable. La figure 4-1 montre l'allure des courbes obtenues à partir de l'équation (4-21). Sur l'axe des ordonnées, on a tracé la quantité " $\frac{G}{E(\alpha\Delta T)^2 b}$ " et sur l'axe des abscisses sont portées les tailles relatives des fissures " $x=a/b$ ". Bien que ces courbes aient été

obtenues en prenant une expression très simple de  $\delta T$ , elles montrent une allure similaire à celles données par Bahr (Fig. 1-19). Le modèle de Bahr peut donc être considéré comme une généralisation de celui d'Haselman.

#### 4.2.2.4 Résistance aux chocs thermiques

L'équation (4-15) peut être exprimée comme suit :

$$\frac{\pi [\alpha (\delta T)]^2 E_{eff} a_i}{\left( 1 + \sum_i 2 \pi N_i a_i^2 \right)} \geq 2 \gamma \quad (\text{Équation 4-20})$$

Ou encore :

$$\frac{\pi \sigma_{app}^2 a_i}{E_{eff} \left( 1 + \sum_i 2 \pi N_i a_i^2 \right)} = \frac{\pi \sigma_{app}^2 a_i}{E_o} \geq 2 \gamma \quad (\text{Équation 4-21})$$

Les fissures qui se propagent doivent donc remplir la condition :

$$\pi a_i \geq \frac{2 \gamma E}{\sigma_{app}^2} \geq \frac{2 \gamma E}{\sigma_o^2} = 2 R'''' = l_{ch} \quad (\text{Équation 4-22})$$

Où  $l_{ch}$  et la longueur caractéristique introduite par Hillerborg (1976).

Afin d'augmenter la résistance aux chocs thermiques, il convient donc de maximiser le paramètre  $R''''$ .

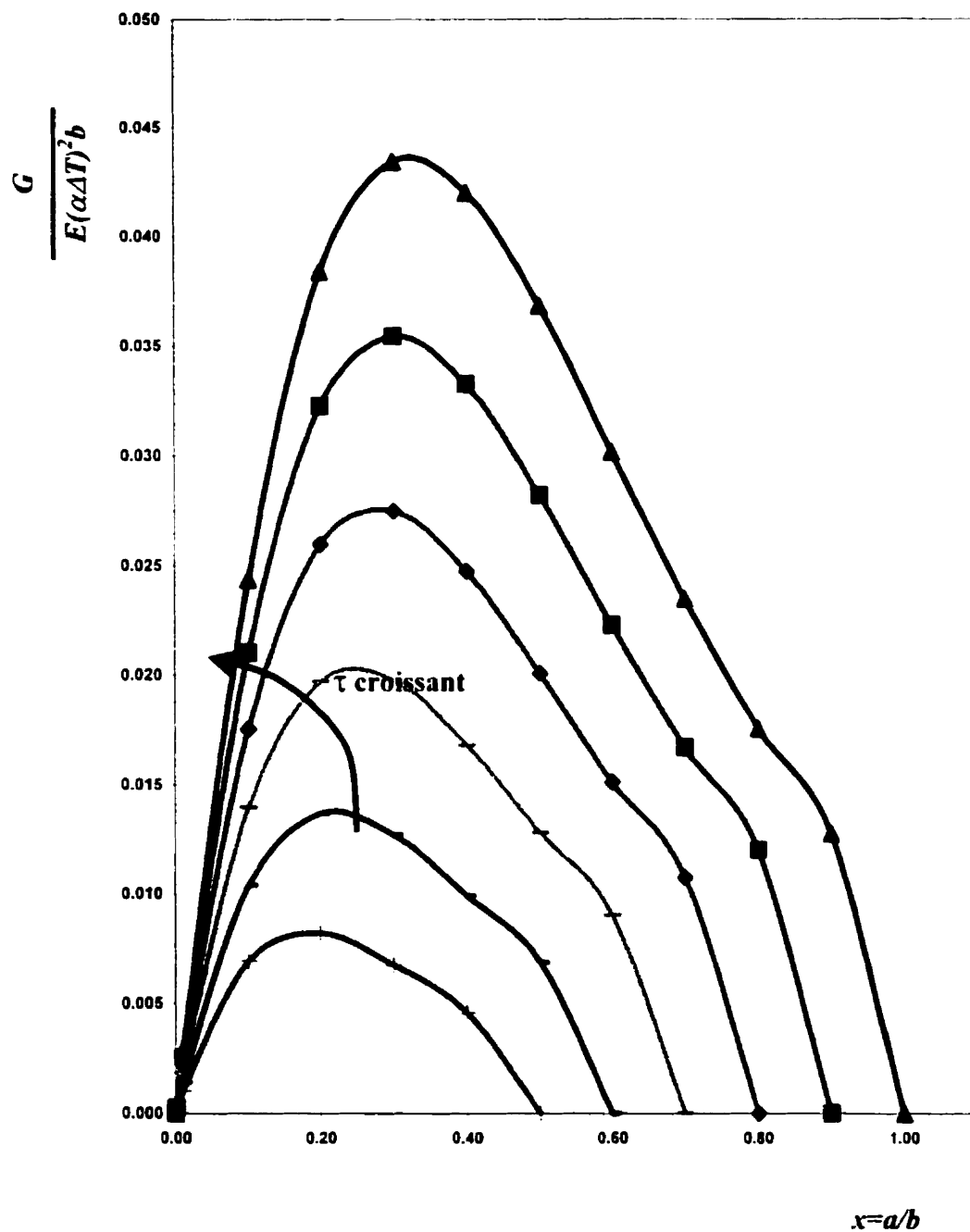


Figure 4-1 : Courbes théoriques donnant la variation du taux de restitution de l'énergie avec la longueur des fissures.

Si nous considérons par contre l'équation (4-18) nous avons :

$$\Delta T \geq \sqrt{\frac{\gamma}{\alpha^2 E}} \frac{\left(1 + \sum_i 2\pi N_i a_i^2\right)}{f(\eta, \tau, \beta) \sqrt{\pi a_i}} = R_{st} F(\eta, \tau, \beta, a_i) \quad (\text{Équation 4-23})$$

Le paramètre qui ne dépend que des caractéristiques du matériau avant le choc thermique est  $R_{st}$ . Sa maximisation permet de maximiser la résistance aux chocs thermiques.

Ce paramètre peut s'écrire :

$$R_{st} = \sqrt{\frac{\gamma}{\alpha^2 E}} = \frac{\sqrt{\gamma E}}{\alpha E} = \frac{K_{IC}}{\alpha E \sqrt{2}} = \frac{\sigma_o \sqrt{\pi a}}{\alpha E \sqrt{2}} \quad (\text{Équation 4-24})$$

Cette équation nous permet de relier les paramètres  $R$  et  $R_{st}$  :

$$R_{st} = YR\sqrt{a} \quad (\text{Équation 4-25})$$

On peut conclure que pour les chocs thermiques, le paramètre  $R_{st}$  joue le rôle de la ténacité  $K_{IC}$ , alors que  $R$ , celui du module de rupture  $\sigma_o$ . Le paramètre  $R_{st}$  peut donc être considéré comme un paramètre intrinsèque qui dépend seulement des propriétés du matériau et ne dépend ni de la taille ni du nombre des fissures.

Comme nous l'avons déjà vu, chacun de ces trois paramètres ( $R$ ,  $R''''$ ,  $R_{st}$ ) caractérise une résistance particulière. Ainsi, le paramètre  $R$  caractérise la résistance à l'initiation des fissures,  $R''''$  la résistance à la propagation dynamique des fissures courtes et enfin  $R_{st}$  la résistance à la propagation quasi-statique des fissures longues. Cependant,

l'équation 4-25 relie les paramètres  $R$  et  $R_{st}$ , ce qui semble suggérer que les deux paramètres caractérisent la même résistance, ce qui serait conforme à la définition d'Harmuth. En effet, ce dernier (Harmuth 1995) considère qu'aussi bien le paramètre  $R$  que  $R_{st}$  sont des paramètres de résistance à l'initiation des fissures.

Nous pensons qu'en fait le problème est mal posé et que ce n'est pas  $R_{st}$  qui caractérise la résistance à l'initiation mais c'est plutôt le mécanisme de propagation des longues fissures qui doit être équivalent au mécanisme d'initiation. En effet, dans un cas de déformation imposée, comme une sollicitation thermique, on distingue le comportement des fissures courtes de celui des fissures longues (Hasselman 1969, 1996). 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 longue fissure, le matériau ne peut pas stocker d'énergie élastique, par conséquent pour propager la fissure, il faut plus d'énergie. La propagation est ainsi une succession d'initiations. Les mécanismes de propagation quasi-statique et d'initiation sont donc équivalents.

Tous ces paramètres ont été développés pour des matériaux céramiques denses homogènes et monophasés, qui sont, en fait, très différents des matériaux réfractaires. Dans la partie qui suit, nous examinerons l'influence de la nature des matériaux sur leur comportement face aux chocs thermiques.

#### **4.2.3 Influence de la nature du matériau**

Les matériaux réfractaires se distinguent des matériaux céramiques homogènes, monophasés et denses par le fait qu'ils sont hétérogènes, multiphasés et poreux. Leur hétérogénéité se répercute entre autre sur l'énergie de surface. Nous verrons dans ce paragraphe comment l'hétérogénéité mais aussi la porosité va influencer l'énergie de surface.

#### 4.2.3.1 Énergie de rupture

Comme nous l'avons vu, le concept d'énergie de surface effective " $\gamma_{eff}$ " est insuffisant pour décrire le comportement des réfractaires. Une manière de contourner le problème serait de remplacer celle-ci par l'énergie de rupture " $\gamma_{WOF}$ " dans les paramètres qui caractérisent la résistance à la propagation des fissures. Ainsi, les paramètres  $R''''$  et  $R_{st}$  doivent être réécrits comme suit :

$$R'''' = \frac{\gamma_{WOF} E}{\sigma_o^2} \quad et \quad R_{st} = \sqrt{\frac{\gamma_{WOF}}{\alpha^3 E}} \quad (\text{Équation 4-26})$$

#### 4.2.3.2 Influence de la densité

Si nous comparons les céramiques denses avec les bétons du génie civil, le frittage est l'une des différences majeures entre ces deux matériaux. Ainsi, les céramiques seront beaucoup plus denses que les bétons. Si on considère uniquement le frittage, les matériaux réfractaires se situent entre ces deux extrêmes. Suivant le degré de celui-ci, le réfractaire va se rapprocher de l'une ou l'autre de ces catégories de matériaux. La question que nous nous posons est de savoir comment le degré de frittage influence-t-il la réponse aux chocs thermiques. Pour répondre à cette question, il faut examiner l'influence de la densité (ou de la porosité) sur les différentes propriétés.

Si on considère le module d'Young,  $E$ , et le module de rupture,  $\sigma_o$ , il est établi (Bradt 1993) que ces deux grandeurs diminuent quand la porosité augmente :

$$E = E_o e^{-aP} \quad et \quad \sigma = \sigma_o e^{-bP} \quad (\text{Équation 4-27})$$

$E_o$  et  $\sigma_o$  sont les modules d'Young et de rupture pour le matériau sans porosité.

Si le comportement des deux modules avec la porosité est parfaitement clair, il n'en est pas de même pour l'énergie de rupture. Ainsi, certains travaux sur des bétons en génie civil (Wittman 1983) ont montré que l'énergie de rupture diminue quand la porosité augmente suivant la relation :

$$\gamma_{app} = \gamma_o(1 - P) \quad (\text{Équation 4-28})$$

Ce comportement est expliqué par le fait que la présence de porosité réduit la matière que doit traverser la fissure et par conséquent, l'énergie mesurée (ou apparente),  $\gamma_{app}$ , est plus petite que l'énergie "réelle",  $\gamma_o$ .

On trouve dans la littérature une autre approche qui tient compte de la longueur des fissures pré-existantes (Harmuth 1997). Dans cette approche, l'auteur considère que si des fissures elliptiques de longueur " $2a_o$ " existent avant le processus de rupture, l'énergie nécessaire pour rompre l'échantillon est donnée par l'équation :

$$\gamma_{app} = \gamma_o \left( 1 - 2n \frac{a_o}{b} \right) \quad (\text{Équation 4-29})$$

Où " $n$ " est le nombre de fissures situées sur la surface de rupture et " $b$ " la largeur de l'échantillon.

Ces deux relations montrent que l'énergie de rupture mesurée diminue avec la longueur de la fissure principale et/ou avec la porosité. Ce comportement est sans doute vrai pour le cas de matériaux très poreux comme les bétons du génie civil, mais nous pensons que dans le cas de matériaux moins poreux, comme les réfractaires, le problème est plus complexe.

En effet, lorsqu'un matériau est assez dense, la porosité va contribuer à relâcher les contraintes, ce qui conduira à une consommation plus grande d'énergie. La porosité doit donc dans ce cas augmenter l'énergie de rupture au lieu de la diminuer, comme le suggère la relation 4-29. Pour illustrer ce raisonnement considérons la figure 4-2.

La figure 4-2 montre que la présence d'un pore a deux conséquences sur la propagation d'une fissure. D'abord, on peut remarquer que l'augmentation du rayon de courbure de la fissure, d'une valeur très faible " $\rho$ " à une valeur très élevée " $r$ ", va freiner la propagation car la concentration de contrainte diminue par conséquent. La poursuite de la propagation nécessite une contrainte plus élevée et donc plus d'énergie. En effet, si on considère un élément de volume entourant la fissure et le pore de la figure 4-2 (A), on peut écrire la contrainte locale comme suit :

$$\sigma_{loc} = \sigma_{nom} \left( 1 + 2\sqrt{\frac{a}{\rho}} \right) \quad (\text{Équation 4-30})$$

Cette quantité devient dans le cas de la figure 4-2 (B) :

$$\sigma_{loc} = \sigma_{nom} \left( 1 + 2\sqrt{\frac{a}{r}} \right) \quad (\text{Équation 4-31})$$

Afin de continuer à propager la fissure, la contrainte nominale doit être plus élevée :

$$\sigma_{nom}^{\rho} \left( 1 + 2\sqrt{\frac{a}{\rho}} \right) = \sigma_{nom}^r \left( 1 + 2\sqrt{\frac{a}{r}} \right) \quad (\text{Équation 4-32})$$

Cette augmentation de la contrainte nécessite une augmentation de l'énergie :

$$\Delta W = V \frac{(\sigma_{num}^p)^2}{2E} - V \frac{(\sigma_{num}^r)^2}{2E} = V \frac{(\sigma_{num}^r)^2}{2E} \left( \frac{(\sigma_{num}^p)^2}{(\sigma_{num}^r)^2} - 1 \right) \quad (\text{Équation 4-33})$$

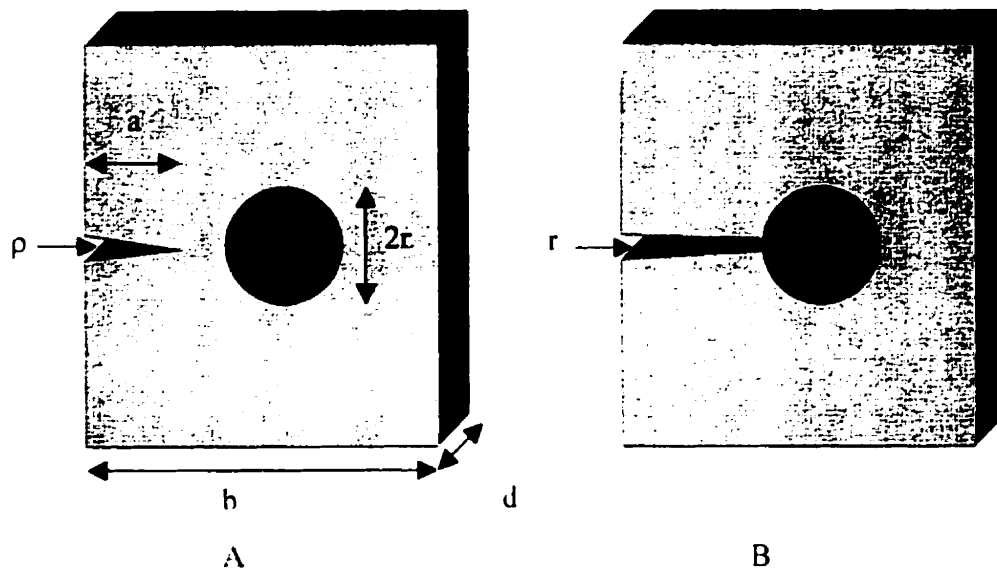


Figure 4-2 : Influence d'un pore sur la propagation d'une fissure.

Si on considère que " $\rho$ " et " $r$ " sont petits devant " $a$ " on peut écrire :

$$\Delta W = V \frac{(\sigma_{num}^p)^2}{2E} \left( \frac{r}{\rho} - 1 \right) \quad (\text{Équation 4-34})$$

L'énergie dépensée sera donc proportionnelle à  $r$ . On pourrait donc conclure que la présence de la porosité aura pour conséquence une consommation plus grande d'énergie et une sur-estimation de l'énergie de rupture  $\gamma$ . Cependant, la présence du pore réduit la surface à créer pour rompre le matériau. Ainsi, si on considère que le pore est une sphère de rayon  $r$ , la surface qui doit être rompue s'écrit :

$$S^p = bd - \pi r^2 = bd \left( 1 - \frac{\pi r^2}{bd} \right) \quad (\text{Équation 4-35})$$

L'énergie nécessaire à la création de deux surfaces avec pore  $S^p$  est plus petite que celle qui est nécessaire à la création de deux surfaces sans pore  $bd$ . Comme l'énergie mesurée sera divisée par  $bd$  l'énergie de surface sera sous-estimée. On pourrait donc conclure que la présence de la porosité aura pour conséquence une consommation plus faible d'énergie et une sous-estimation de l'énergie de rupture  $\gamma$ .

Ainsi donc, nous sommes en présence de deux phénomènes contradictoires. L'énergie nécessaire à la rupture augmente proportionnellement avec  $r$  et diminue proportionnellement avec  $\left( 1 - \frac{\pi r^2}{bd} \right)$ . Il faut par conséquent distinguer deux cas. Lorsque  $r$  est petit, c'est-à-dire pour une porosité faible, la quantité  $\pi r^2 / bd$  est petite devant 1. L'énergie nécessaire à la rupture aura donc tendance à augmenter proportionnellement avec  $r$ . Par contre, lorsque  $r$  est plus grand, c'est-à-dire pour une porosité élevée, l'effet de la quantité  $\left( 1 - \frac{\pi r^2}{bd} \right)$  se fera de plus en plus sentir. On devra donc s'attendre, si on étudie la variation de l'énergie de rupture mesurée en fonction de la porosité, à une augmentation linéaire pour une faible porosité, suivi d'un ralentissement de cette croissance, voire une diminution.

#### 4.2.3.3 Conséquence sur le comportement face aux chocs thermiques simples

Nous avons vu que conformément aux approches d'Hasselman et de Bahr, la résistance aux chocs thermiques est d'autant plus faible que la taille des pré-fissures est petite. Cette conséquence doit être valable pour les matériaux réfractaires denses. En effet, à faible porosité, on peut considérer que la taille des pré-fissures est petite. Dans ce cas, l'augmentation de cette taille favorise la résistance à la propagation des fissures puisque cela nécessitera plus d'énergie. Par contre, si le matériau est trop poreux, cette augmentation défavorise la résistance à la propagation des fissures puisque cela nécessitera moins d'énergie.

#### 4.2.3.4 Conséquence sur le comportement face aux chocs thermiques cycliques

Cette approche nous permet d'expliquer un comportement largement observé dans l'étude de chocs thermiques critiques cycliques (Ratle 1996, Sebbani 2000, Ntakaburimvo 2001). Dans tous les travaux de ce genre, on remarque que la dégradation subit par le réfractaire au premier choc est déterminante pour le classement de sa résistance au cours des chocs suivants. En effet, contrairement au module de rupture original, le module de rupture après un premier choc,  $\sigma_{r1}$ , est parfaitement corrélé avec les modules obtenus après les chocs suivants  $\sigma_{r2}$ ,  $\sigma_{r3}$ ,  $\sigma_{r4}$ . Ceci est d'autant plus vrai que le choc thermique est sévère. Plusieurs travaux expérimentaux peuvent être cités pour confirmer cette conclusion. La figure 4-3 montre un exemple tirée du mémoire de maîtrise de Ratle (Ratle 1996).

On peut remarquer sur cette figure que le module après le premier choc ne peut être corrélé avec la valeur originale (zéro chocs). Par contre, tous les chocs qui suivent sont corrélés.

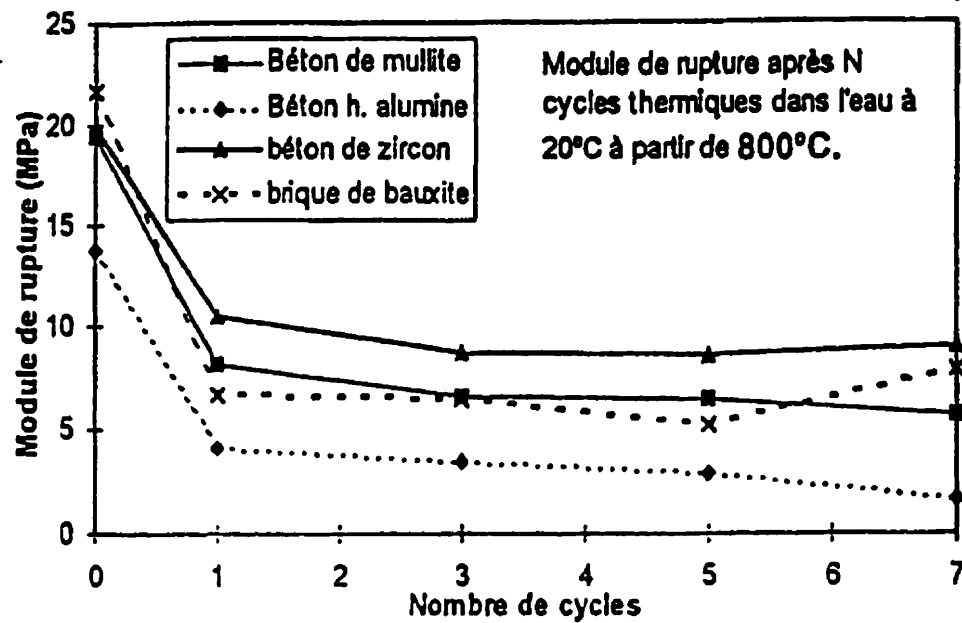


Figure 4-3 : Chocs thermiques cycliques (Ratle 1996).

Ces résultats peuvent être expliqués parfaitement par l'approche que nous proposons. En effet, si nous considérons que les fissures sont courtes avant le premier choc, elles se propageront de façons catastrophiques par la suite. Les longueurs finales seront d'autant plus longues que les longueurs initiales seront petites. Ceci explique pourquoi le module de rupture résiduel tend à être inversement corrélé au module de rupture original puisqu'ils sont reliés à la longueur de fissure ( $\sigma = \frac{K_{IC}}{\pi\sqrt{a}}$ ). Par contre, après un premier choc, les fissures sont très longues, particulièrement dans le cas d'un choc sévère. Les chocs suivants ne peuvent pas provoquer une propagation catastrophique, mais plutôt

une propagation quasi-statique selon Hasselman (1969). Toutefois, cette théorie prévoit une longueur finale de fissure identique pour tous les chocs. En d'autres termes, si on maintient le  $\Delta T$  constant lors des chocs, le module de rupture après le premier choc ne variera plus après les chocs suivants. Par contre, si nous tenons compte de la taille des défauts (paragraphe 4.2.3.2), il faut distinguer deux cas. Le cas des fissures initiales longues et celui des courtes. Dans le cas des fissures courtes, plus une fissure est longue, plus elle nécessite d'énergie pour se propager conformément à Hasselman (1969). Par contre, pour des fissures longues, plus la fissure est longue, moins elle nécessite d'énergie pour se propager conformément à l'approche développée au paragraphe 4.2.3.2. Par conséquent, les longueurs finales des fissures seront d'autant plus grandes que leur longueur initiale (après le premier choc) sera grande.

Cette démarche nous permet de faire deux constats. D'abord, ce raisonnement permet d'expliquer la contradiction qui découlait du modèle d'Hasselman dans le cas des chocs cycliques. Ensuite, on peut conclure que la résistance aux chocs thermiques des réfractaires peut être prédite dès le premier choc ce qui rend inutile de procéder à des chocs thermiques cycliques. C'est du moins ce qui a été démontré expérimentalement dans le cas des chocs thermiques sévères (Ntakaburimvo 2001).

## **4.3 ÉTUDE EXPÉRIMENTALE**

Nous avons vu dans la revue bibliographique et dans la partie théorique que le comportement des matériaux réfractaires n'est pas simple à prévoir. Ainsi, nous avons vu que plusieurs paramètres peuvent être utilisés et surtout que le comportement des réfractaires n'est pas toujours le même. Ces différentes conclusions nous ont amené à tester tous les matériaux dont nous disposions.

### **4.3.1 Procédure expérimentale**

Comme nous l'avons déjà signalé, nous avons opté pour des chocs thermiques simples et sévères. Les échantillons ont été chauffés, à  $3 \text{ Kmin}^{-1}$ , jusqu'à  $900^{\circ}\text{C}$  et maintenu à cette température pendant une heure. Ensuite, ils ont été trempés dans l'eau à la température ambiante. Les échantillons ont été finalement séchés à  $110^{\circ}\text{C}$  avant de procéder aux mesures de leur module d'Young et de leur module de rupture.

### **4.3.2 Résultats et discussions**

Le Tableau 4-1 montre les résultats de chocs thermiques obtenus sur tous les matériaux étudiés, soit des briques et des bétons cuits à différentes températures ( $800^{\circ}\text{C}$  à  $1450^{\circ}\text{C}$ ) (Sebbani et al 2000).

#### **4.3.2.1 Étude statistique**

Pour toutes les études expérimentales, nous avons effectué une analyse statistique. Pour cela, un coefficient de corrélation a été calculé entre différentes variables. Ce coefficient est donné par l'équation :

Tableau 4-1: Modules d'Young et modules de rupture après chocs thermiques.

|                    | $E_r$ (GPa) | $E_r/E_o$ (%) | $\sigma_r$ (MPa) | $\sigma_r/\sigma_o$ (%) |
|--------------------|-------------|---------------|------------------|-------------------------|
| <b>BR-1</b>        | <b>16,3</b> | <b>50,4</b>   | <b>5,6</b>       | <b>58,0</b>             |
| <b>BR-2</b>        | <b>20,0</b> | <b>35,3</b>   | <b>5,1</b>       | <b>27,7</b>             |
| <b>BR-3</b>        | <b>23,4</b> | <b>34,1</b>   | <b>5,7</b>       | <b>32,4</b>             |
| <b>BR-4</b>        | <b>23,1</b> | <b>42,5</b>   | <b>6,8</b>       | <b>42,7</b>             |
| <b>BT-1(1200)</b>  | <b>24,2</b> | <b>44,4</b>   | <b>6,7</b>       | <b>34,5</b>             |
| <b>BT-1(1350)</b>  | <b>20,6</b> | <b>49,8</b>   | <b>7,6</b>       | <b>45,4</b>             |
| <b>BT-1(1450)</b>  | <b>22,7</b> | <b>49,6</b>   | <b>7,5</b>       | <b>39,2</b>             |
| <b>BT-2(1200)</b>  | <b>12,2</b> | <b>47,9</b>   | <b>4,7</b>       | <b>39,4</b>             |
| <b>BT-2(1450)</b>  | <b>17,4</b> | <b>28,3</b>   | <b>5,1</b>       | <b>19,8</b>             |
| <b>BT-3(1200)</b>  | <b>23,1</b> | <b>42,9</b>   | <b>5,7</b>       | <b>34,2</b>             |
| <b>BT-4 (800)</b>  | <b>30,3</b> | <b>82,1</b>   | <b>8,9</b>       | <b>62,5</b>             |
| <b>BT-4 (1000)</b> | <b>26,6</b> | <b>59,2</b>   | <b>9,4</b>       | <b>52,9</b>             |
| <b>BT-4(1200)</b>  | <b>17,2</b> | <b>29,8</b>   | <b>6,9</b>       | <b>28,3</b>             |
| <b>BT-4(1350)</b>  | <b>25,6</b> | <b>50,0</b>   | <b>5,1</b>       | <b>25,0</b>             |
| <b>BT-5(1200)</b>  | <b>25,4</b> | <b>42,0</b>   | <b>4,7</b>       | <b>30,3</b>             |
| <b>BT-6(1200)</b>  | <b>23,7</b> | <b>49,7</b>   | <b>7,3</b>       | <b>46,6</b>             |

$$\text{corr}(x, y) = \frac{\text{cov}(x, y)}{\sqrt{V(x)}\sqrt{V(y)}} \quad (\text{Équation 4-36})$$

Avec:

- ★  $\text{cov}(x, y)$  = covariance entre x et y
- ★  $V(x), V(y)$  = variances de x et de y, respectivement

#### 4.3.2.2 Influence de la porosité sur l'énergie de rupture

Afin de vérifier l'influence de la porosité et de la taille des fissures sur l'énergie de rupture, nous avons tracé les courbes montrées aux figures 4-4 et 4-5. Pour tracer ces courbes, nous avons d'abord calculé la taille des fissures en utilisant la ténacité et le

module de rupture  $\left( \frac{K_{IC}}{\sigma_o} \right)^2 = Y^2 a$ . Nous avons ensuite divisé l'ensemble des

matériaux en deux groupes : un groupe de matériaux à courtes fissures et un autre à longues fissures. Ensuite, nous avons tracé les courbes qui relient l'énergie de rupture à la longueur des fissures (Fig. 4-4) pour chaque groupe. Pour obtenir la courbe sur la figure 4-5, nous avons considéré les mêmes groupes mais en traçant, cette fois, l'énergie de rupture en fonction de la porosité.

Cette courbe (Fig. 4-5) montre des tendances distinctes pour chaque groupe de matériaux. Ainsi, dans le cas des courtes fissures, l'énergie augmente beaucoup avec la longueur des fissures tandis que dans le cas des fissures longues, cette croissance est fortement atténuée comme le montre la figure 4-4. L'effet de la porosité est encore plus clair comme le montre la figure 4-5. En effet, lorsque la porosité est faible, l'énergie de rupture augmente de façon remarquable avec la taille des fissures. Par contre, dans le cas où la porosité est élevée, l'énergie diminue quand la taille des fissures augmente. Ces résultats confirment les conclusions auxquelles nous étions arrivés dans la partie théorique à la section 4.2.3.

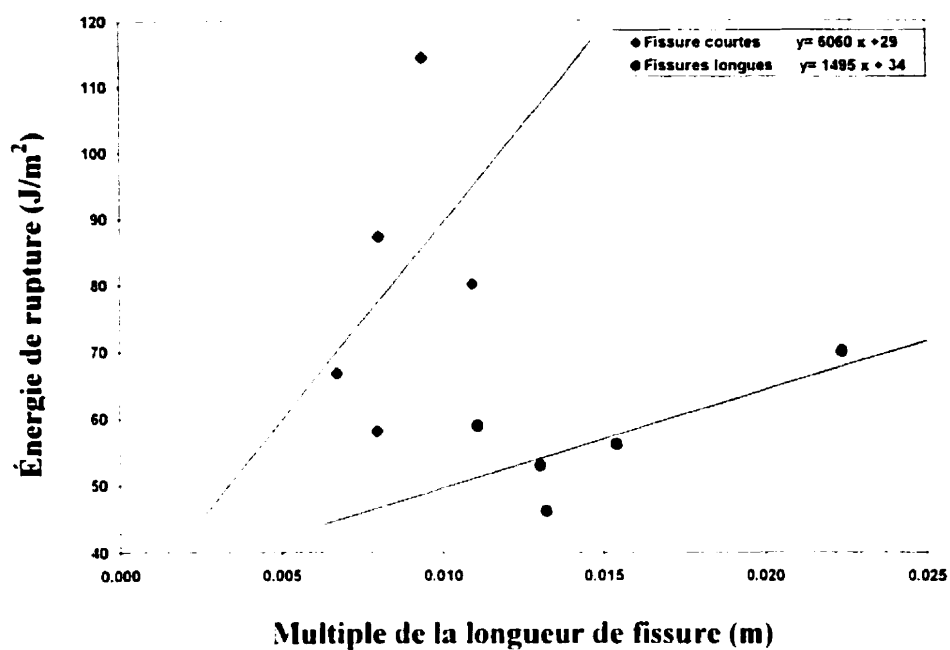


Figure 4-4 : Énergie de rupture en fonction de la taille des fissures.

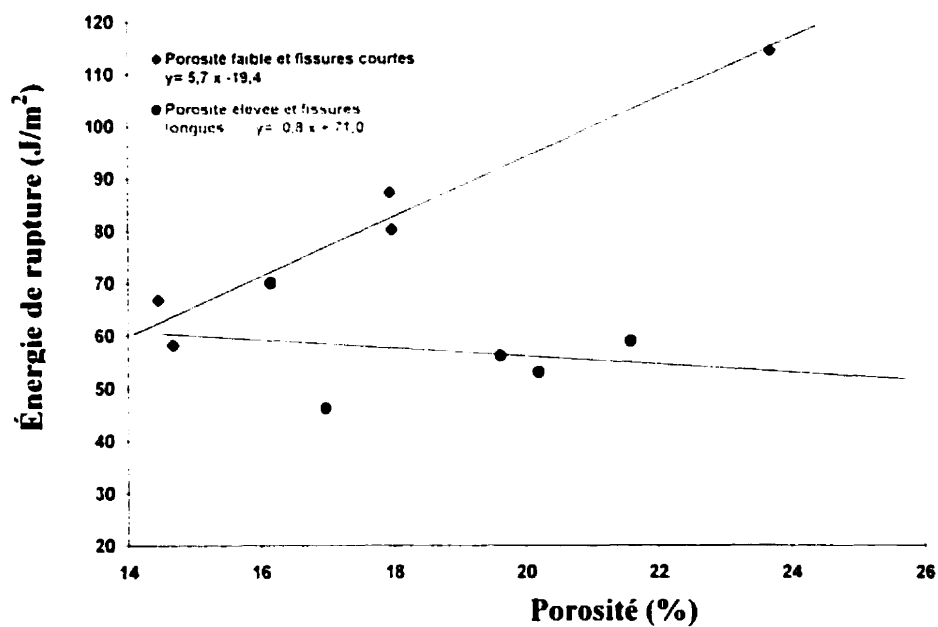


Figure 4-5 : Énergie de rupture en fonction de la porosité.

#### 4.3.2.3 Comportement des réfractaires soumis à un choc thermique

La figure 4-6 montre la variation du module de rupture résiduel ( $\sigma_r$ ) après chocs thermiques en fonction du module de rupture originel ( $\sigma_o$ ) avant choc thermique. Cette figure présente deux courbes, une pour une porosité faible et l'autre pour une porosité élevée. On remarque que deux tendances se dégagent de ces courbes suivant le niveau de porosité. Pour une porosité faible, le module de rupture résiduel ( $\sigma_r$ ) et le module de rupture originel ( $\sigma_o$ ) varient de façon opposée. Par contre pour une porosité élevée, ces deux modules varient de la même manière.

La dispersion des résultats est tout à fait normale. Elle est due d'une part au fait que les expériences sur les matériaux réfractaires comportent un degré d'imprécision plutôt élevé et d'autre part, au fait que le module de rupture dépend, en plus, de la taille des fissures et de la ténacité du matériau, conformément à l'équation 1-10 ( $\sigma = \frac{K_{IC}}{\pi\sqrt{a}}$ ).

Par contre, si nous considérons la taille des fissures, calculées en fonction du module de rupture et de la ténacité, nous arrivons aux courbes de la figure 4-7. Ces courbes représentent la variation de la taille des fissures résiduelles ( $a_r$ ) après choc thermique vs la taille des fissures originelles ( $a_o$ ) avant choc thermique. Ces courbes montrent les deux tendances de façon beaucoup plus claires que dans le cas des modules de rupture.

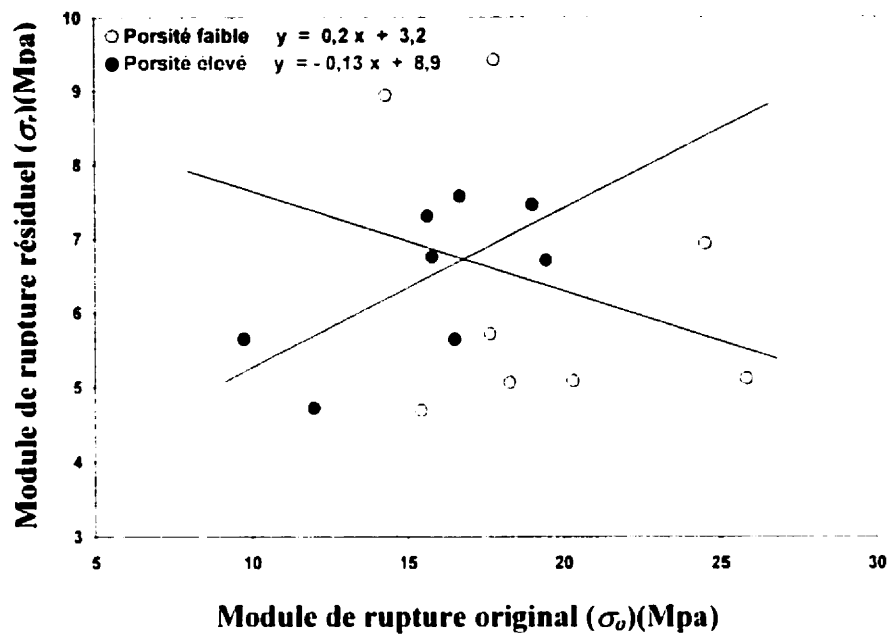


Figure 4-6 : Module de rupture résiduel ( $\sigma_r$ ) après choc thermique vs module de rupture original ( $\sigma_o$ ) avant choc thermique.

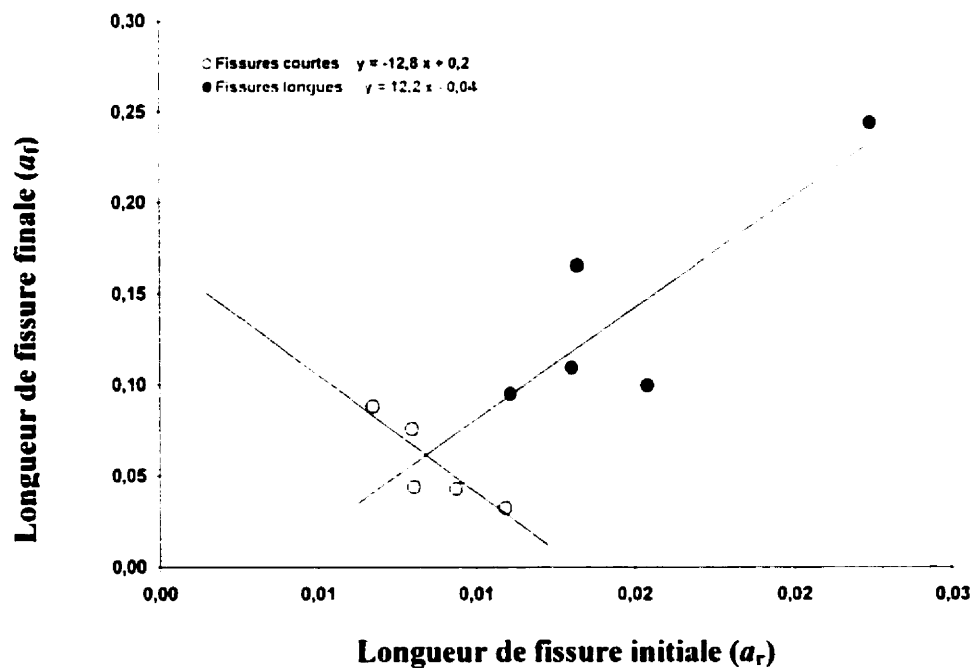


Figure 4-7 : Taille de fissure résiduelle ( $a_r$ ) après choc thermique vs taille de fissure originelle ( $a_o$ ) avant choc thermique.

Ces résultats montrent que les matériaux réfractaires ont effectivement deux comportements distincts conformément aux conclusions issues de notre approche théorique (section 4.2.3). Ceci nous amène à dire qu'on ne peut pas dégager un seul paramètre de performance pour la résistance aux chocs thermiques des matériaux réfractaires.

#### **4.3.2.4 Corrélation entre la résistance aux chocs thermiques et les paramètres de performances**

Afin de trouver le paramètre de performance adéquat, nous avons regroupé les matériaux en trois catégories (tableau 4-2). D'un côté les briques et de l'autre les bétons. Ceux-ci sont subdivisés à leur tour en deux catégories suivant leur température de cuisson (basse température 1200°C et haute température  $\geq 1350^\circ\text{C}$ ). Ces regroupements sont basés sur la porosité moyenne de chaque groupe. Celle-ci est élevée (18.2%) pour le premier groupe (bétons cuit à 1200°C), moyenne (16.3%) pour le deuxième groupe (briques) et faible (14.9%) pour le dernier groupe (bétons cuit à 1450°C).

Nous avons ensuite calculé la corrélation entre le module de rupture résiduel (absolu et relatif) et différents paramètres de performance. Le tableau 4-2 donne ceux qui ont conduit à des valeurs significatives.

Si on considère le module de rupture résiduel,  $\sigma_r$ , après choc thermique, on remarque que sa corrélation avec le module de rupture originel,  $\sigma_o$ , varie d'un groupe à l'autre. Le tableau 4-2 montre qu'il y a une corrélation élevée (91%) dans le cas des bétons à faible température de cuisson, qu'il n'y a pas de corrélation dans le cas des briques (13%) et qu'il y a une corrélation négative (-78%) dans le cas des bétons à température de cuisson élevée. Ce résultat est en parfait accord avec les prévisions théoriques de la section 4.2.3. Plus la porosité est élevée, plus la corrélation entre  $\sigma_r$  et  $\sigma_o$  est élevée (Fig. 4-8).

Tableau 4-2 : Corrélation entre la résistance aux chocs thermiques et les paramètres de performance. Les corrélations significatives ont été colorés en jaune pour une corrélation positive et bleu pour une corrélation négative.

|                                  | $\sigma_o$ | $P_{app}$ | $\gamma_{wet}$ | $R'''$ | $R_{st}$ | $\sigma \times R_{st}$ | $\sigma \times R'''$ |
|----------------------------------|------------|-----------|----------------|--------|----------|------------------------|----------------------|
| BT-1(1200)                       | 19,4       | 20,2      | 53,0           | 7,6    | 4,1      | 79,8                   | 148,7                |
| BT-2(1200)                       | 12,0       | 19,6      | 56,2           | 9,9    | 6,1      | 73,3                   | 119,1                |
| BT-4(1200)                       | 24,6       | 17,0      | 46,2           | 4,4    | 4,9      | 119,6                  | 108,8                |
| BT-5(1200)                       | 15,5       | 16,2      | 70,1           | 17,7   | 4,0      | 61,9                   | 274,3                |
| Moyenne                          | 17,9       | 18,2      | 56,4           | 9,9    | 4,8      | 83,6                   | 162,7                |
| corr( $Y, \sigma_r$ )            | 90,8       | 16,2      | -80,3          | -81,5  | -30,3    | 78,7                   | -53,7                |
| corr( $Y, \sigma_r / \sigma_o$ ) | -75,7      | 80,2      | 3,6            | 1,9    | 63,4     | -49,7                  | -30,6                |
| BR-1                             | 9,7        | 18,0      | 80,2           | 27,3   | 5,7      | 55,8                   | 266,0                |
| BR-2                             | 18,3       | 14,4      | 66,8           | 11,3   | 3,7      | 67,6                   | 206,8                |
| BR-3                             | 17,7       | 14,7      | 58,1           | 12,8   | 3,1      | 55,2                   | 225,7                |
| BR-4                             | 15,8       | 17,9      | 87,3           | 19,0   | 4,3      | 67,4                   | 300,3                |
| Moyenne                          | 15,4       | 16,3      | 73,1           | 17,6   | 4,2      | 61,5                   | 249,7                |
| corr( $Y, \sigma_r$ )            | -12,7      | 67,8      | 66,3           | 31,7   | 12,2     | 17,6                   | 90,0                 |
| corr( $Y, \sigma_r / \sigma_o$ ) | -97,7      | 88,2      | 67,7           | 99,8   | 93,5     | -41,0                  | 67,9                 |
| BT-1(1350)                       | 16,7       | 17,9      | 61,2           | 9,1    | 5,8      | 97,4                   | 151,2                |
| BT-1(1450)                       | 19,0       | 18,3      | 55,9           | 7,1    | 4,7      | 88,6                   | 134,7                |
| BT-2(1450)                       | 25,8       | 10,0      | 67,4           | 6,2    | 4,0      | 104,2                  | 160,6                |
| BT-4(1350)                       | 20,3       | 13,2      | 45,3           | 5,6    | 4,4      | 88,9                   | 113,9                |
| Moyenne                          | 20,5       | 14,9      | 57,4           | 7,0    | 4,7      | 94,8                   | 140,1                |
| corr( $Y, \sigma_r$ )            | -27,4      | 93,8      | 15,4           | 84,7   | 78,6     | -25,0                  | 18,0                 |
| corr( $Y, \sigma_r / \sigma_o$ ) | -50,1      | 95,9      | 0,8            | 87,9   | 89,9     | -31,2                  | 5,6                  |

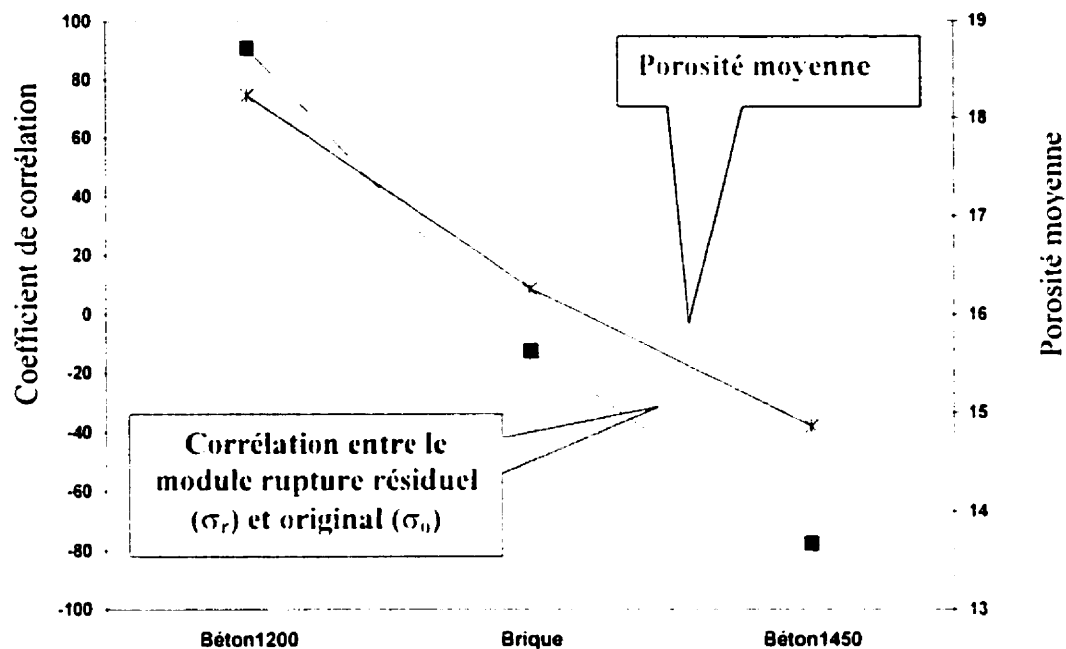


Figure 4-8 : Variation de la corrélation entre le module rupture résiduel ( $\sigma_r$ ) et original ( $\sigma_o$ ) et de la porosité en fonction du groupe de matériaux.

Si nous considérons la porosité, nous remarquons que la corrélation de cette dernière avec le module de rupture résiduel ( $\sigma_r$ ) dépend aussi du groupe considéré. Ainsi on constate que cette corrélation est faible (16%) dans le cas des bétons à faible température de cuisson, quelle est élevée (68%) dans le cas des briques et quelle est très élevée (94%) dans le cas des bétons à température de cuisson élevée. Ce résultat est en parfait accord avec l'analyse théorique faite plus haut (section 4.2.3). Moins le matériau réfractaire est poreux, plus son comportement doit être proche du modèle d'Hasselman.

Si nous considérons la moyenne de l'énergie de rupture pour chaque groupe, nous remarquons quelle est faible pour le cas des bétons, aussi bien pour ceux cuits à faible température ( $56 \text{ J/m}^2$ ) que ceux cuits à température élevée ( $57 \text{ J/m}^2$ ). Elle est par contre

élevée (73 J/m<sup>2</sup>) dans le cas des briques. Ce résultat est en parfait accord avec l'analyse théorique que nous avons faite au paragraphe 4.2.3. L'énergie de rupture d'un matériau doit d'abord commencer par augmenter lorsque sa porosité augmente et ensuite diminuer.

En ce qui concerne le paramètre  $\sigma_o \times R_{st}$ , ce dernier est corrélé (79%) avec le module rupture résiduel ( $\sigma_r$ ) dans le cas des bétons à faible température de cuisson, ce qui valide les travaux antérieurs (Ratle et al. 1996). Par contre, cette corrélation disparaît pour les deux autres groupes.

Si nous considérons la valeur relative du module de rupture ( $\sigma_r / \sigma_o$ ) le paramètre  $R''''$  donne une corrélation pratiquement nulle dans le cas des bétons à faible température de cuisson. Par contre dans les autres cas la corrélation est élevée (99.8% dans le cas des briques et 89% dans le cas des bétons cuits à haute température). Ce résultat peut s'expliquer conformément à notre analyse théorique. En effet, le module de rupture est inversement proportionnel à la racine carrée de longueur de la fissure ce qui nous permet d'écrire :

$$\frac{\sigma_r}{\sigma_o} = \sqrt{\frac{a_o}{a_r}} \quad (\text{Équation 4-37})$$

Si nous considérons que pour un matériau dense la longueur finale de la fissure " $a_r$ ", après un choc thermique, est inversement proportionnelle à sa longueur initiale " $a_o$ " (équation 1-39), on peut écrire l'équation 4-37 sous la forme :

$$\frac{\sigma_r}{\sigma_o} = \sqrt{\frac{a_o}{a_r}} = \sqrt{a_o^2} = a_o \quad (\text{Équation 4-38})$$

Or nous avons vu que le paramètre  $R'''' = \pi a$ . La corrélation avec ce paramètre est donc normale pour un matériau suffisamment dense.

Le paramètre  $R_{st}$  quant à lui est toujours assez bien corrélé avec la valeur relative du module de rupture ( $\sigma_r / \sigma_o$ ). En effet, on a une bonne corrélation pour les trois groupes (63% dans le cas des bétons à faible température de cuisson, 94% dans le cas des briques et 90% dans le cas des bétons à température de cuisson élevée). Ce résultat confirme la conclusion à laquelle nous sommes arrivés dans l'interprétation de l'équation 4-25 dans la partie théorique. Le paramètre  $R_{st}$  semble bien être un *paramètre intrinsèque* qui dépend seulement des propriétés du matériau et non de la taille ni du nombre des fissures qu'il contient.

Enfin, le tableau 4-2 nous montre que pour chaque groupe de matériaux il faut considérer des paramètres particuliers. Si on considère le module de rupture résiduel ( $\sigma_r$ ) après choc thermique on remarque qu'il est plus corrélé avec  $R''''$  (85%) dans le cas des bétons cuit à haute température, avec  $\sigma_o \times R''''$  (90%) dans le cas des briques et avec  $\sigma_o \times R_{st}$  (79%) dans le cas des bétons cuit à basse température.

Si au contraire on considère le module de rupture résiduel relatif ( $\sigma_r / \sigma_o$ ), il est plus corrélé avec  $R_{st}$  (63%) dans le cas des bétons cuit à haute température, avec  $R''''$  (99,8%) dans le cas des briques et avec  $R_{st}$  (90%) dans le cas des bétons cuit à basse température.

## 4.4 CONCLUSIONS

Nous avons vu dans cette partie que les deux approches, de Hasselman et Bahr, semblent se distinguer aussi bien par leurs démarches que par leurs hypothèses de départ. Ainsi Hasselman considère que toutes les fissures d'un matériau sont identiques et que la différence de température s'applique partout dans l'échantillon, instantanément. Sa démarche consiste à déterminer l'évolution de la variation de la température critique en fonction de la longueur de la fissure. De son côté Bahr considère que les fissures sont au contraire de tailles différentes et que la différence de température se répand différemment dans l'échantillon et évolue au cours du temps. Sa démarche, quant à elle, consiste à déterminer le taux de restitution de l'énergie et d'étudier sa variation avec la longueur des fissures.

Bien que ces deux approches paraissent différentes, nous avons montré qu'en réalité la théorie de Bahr peut être considérée comme une généralisation de celle d'Hasselman. Cette façon de faire nous a permis de considérer des paramètres de performance, chose qui n'était pas possible de réaliser avec la théorie de Bahr. D'un autre côté nous avons pu baser notre raisonnement sur des hypothèses plus rigoureuses que celles d'Hasselman.

Enfin, les résultats expérimentaux ont confirmé notre analyse théorique. Nous avons démontré que les matériaux réfractaires ne forment pas un groupe de matériaux dont le comportement peut être décrit par un modèle théorique unique. Il s'ensuit que le modèle *d'Hasselman généralisé* s'applique au cas des réfractaires denses. Dans le cas d'un matériau poreux il faut tenir compte d'une correction du modèle.

L'analyse des résultats expérimentaux nous conduit aux conclusions suivantes:

Afin de choisir des réfractaires ayant le meilleur module de rupture résiduel ( $\sigma_r$ ) après choc thermique il faut maximiser les paramètres suivant:

- $\sigma_o \times R''''$  dans le cas des briques.
- $R''''$  dans le cas des bétons cuit à haute température.
- $\sigma_o \times R_{st}$  dans le cas des bétons cuit à basse température.

Si au contraire on veut choisir des réfractaires ayant le meilleur module de rupture résiduel relatif ( $\sigma_r / \sigma_o$ ) après choc thermique, il faut maximiser les paramètres suivant:

- $R''''$  dans le cas des briques.
- $R_{st}$  dans le cas des bétons cuit à haute température.
- $R_{st}$  dans le cas des bétons cuit à basse température.

## CHAPITRE 5. ÉTUDE DES CHOCS MÉCANIQUES

### 5.1 INTRODUCTION

Contrairement aux chocs thermiques, les chocs mécaniques ont été moins étudiés surtout dans le cas des réfractaires. Nous avons vu qu'il faut distinguer deux cas : d'un côté les sollicitations quasi-statiques où les chargements sont appliqués de manière progressive, et d'un autre côté les sollicitations dynamiques où les chargements se font de manière brusque, passant presque instantanément au chargement en question. Cependant dans ces deux cas, les travaux n'ont pas conduit à dégager des paramètres de performances pouvant servir à sélectionner les matériaux les plus performants. Ce sont les travaux effectués au CIREP (Ratle 1996) qui ont conduit au premier paramètre de performance  $\sigma_o \times R_{st}$  pour les chocs mécaniques. Cette étude antérieure a consisté à effectuer des chocs répétés à faible énergie jusqu'à la rupture ou l'endommagement des échantillons. La résistance aux chocs mécaniques a été évaluée par la mesure du nombre de cycles  $N$  nécessaire pour rompre ou endommager de manière détectable l'échantillon. Une étude statistique a enfin établi une corrélation entre le paramètre  $\sigma_o \times R_{st}$  et le nombre  $N$ .

Les résultats de ces travaux antérieurs nous ont amené à nous poser deux questions. D'abord est-ce que la corrélation de la résistance aux chocs mécaniques avec le paramètre  $\sigma_o \times R_{st}$  est applicable à tous les matériaux réfractaires ? Nous avons donc refait l'étude sur de nouveaux matériaux et les résultats trouvés ont confirmé cette conclusion (Sebbani et al. 1998, 2001). Une deuxième question s'impose : comment peut-on expliquer théoriquement cette corrélation statistique ?

Nous proposons dans ce chapitre d'apporter une réponse à cette question.

## 5.2 ÉTUDE THÉORIQUE

Comme nous l'avons vu plus haut, plusieurs facteurs interviennent durant les impacts mécaniques. En plus des contraintes, la vitesse de chargement, la géométrie et la nature aussi bien du projectile que de la cible ont une influence sur le phénomène. Cependant, l'essai adopté est en fait similaire à la fatigue conventionnelle. Rien ne nous empêche de considérer la fatigue par impact, sur des matériaux réfractaires, comme un phénomène de fatigue qui obéit à la loi de Paris. En effet, différentes études ont montré que cette loi s'applique à des matériaux autres que les métaux (Bojji 1993, Cottrell 1996).

### 5.2.1 Loi de Paris

En fatigue conventionnelle, les courbes d'endurance sont obtenues à partir d'échantillons soumis à un chargement cyclique. Le nombre de cycles toléré avant la rupture est ainsi déterminé. Nous nous proposons d'utiliser la même approche. L'équation de Paris peut s'écrire :

$$\frac{da}{dN} = AK_I^n \quad (\text{Équation 5-1})$$

Dans cette équation " $a$ " est la longueur de la fissure initiale, " $K_I$ " le facteur d'intensité des contraintes, " $A$ " et " $n$ " sont des constantes qui dépendent des caractéristiques du matériau et des conditions des tests. Le facteur d'intensité de contrainte est relié à la contrainte appliquée " $\sigma_{app}$ " et à la longueur des fissures " $a$ ", comme nous l'avons vu précédemment, par l'équation :

$$K_I = Y\sigma_{app}\sqrt{a} \quad (\text{Équation 5-2})$$

La rupture sera provoquée quand ce facteur aura atteint une valeur critique,  $K_{IC}$ . Cette valeur peut être atteinte de deux façons. Si la contrainte appliquée est maintenue constante la taille de la fissure peut augmenter jusqu'à une valeur critique. Par contre si on veut provoquer la rupture pour la taille de la fissure originelle,  $a_0$ , il faut appliquer une contrainte égale au module de rupture,  $\sigma_0$ , telle que donnée par l'équation:

$$K_{IC} = Y\sigma_0\sqrt{a} = \sqrt{2E\gamma_{eff}} \quad (\text{Équation 5-3})$$

Où " $E$ " est le module d'Young, " $\sigma_0$ " le module de rupture et " $\gamma_{eff}$ " l'énergie de surface effective. Cependant, comme nous l'avons vu, il est plus convenable dans le cas des matériaux hétérogènes d'utiliser l'énergie de rupture " $\gamma_{tot}$ " (Sakai 1987) et par conséquent, l'équation suivante :

$$K_{IR} = \sqrt{2E\gamma_{tot}} \quad (\text{Équation 5-4})$$

### 5.2.2 Durée de vie en fatigue par impacts

En combinant l'équation (5-1) et (5-4), on obtient:

$$\frac{da}{dN} = AY^n\sigma_{app}^n a^{\frac{n}{2}} \quad (\text{Équation 5-5})$$

Où " $\sigma_{app}$ " est la valeur maximale atteinte par la contrainte que subit la cible pendant l'impact.

Considérons deux impacts successifs, l'équation (5-5) peut être intégrée comme suit:

$$\int_{a_i}^{a_{i+1}} a^{-\frac{n}{2}} da = \int_i^{i+1} AY^n \sigma_{app}^n dN \quad (\text{Équation 5-6})$$

Où encore:

$$\frac{2}{2-n} \left[ a_{i+1}^{-\frac{n}{2}} - a_i^{-\frac{n}{2}} \right] = AY^n \sigma_{app}^n \quad (\text{Équation 5-7})$$

Supposant que l'échantillon va rompre après " $N+1$ " impacts, l'équation (5-7) pourrait s'écrire :

$$\begin{aligned} a_N^{-\frac{n}{2}} - a_0^{-\frac{n}{2}} &= a_N^{-\frac{n}{2}} - a_{N-1}^{-\frac{n}{2}} + \dots a_i^{-\frac{n}{2}} - a_{i-1}^{-\frac{n}{2}} + \dots a_1^{-\frac{n}{2}} - a_0^{-\frac{n}{2}} \\ &= \frac{N(2-n)}{2} AY^n \sigma_{app}^n \end{aligned} \quad (\text{Équation 5-8})$$

En utilisant l'équation (5-4) on peut écrire:

$$\frac{K_{IR}^{2-n}}{Y^{2-n}} (\sigma_{app}^{n-2} - \sigma_0^{n-2}) = \frac{N(2-n)}{2} AY^n \sigma_{app}^n \quad (\text{Équation 5-9})$$

Puisque l'échantillon est cassé après " $N+1$ " impacts, la longueur de la fissure " $a_N$ " est critique pour une contrainte maximale " $\sigma_{app}$ " appliquée durant l'impact. De façon similaire la longueur initiale " $a_0$ " est critique lorsque la contrainte atteint la valeur du module de rupture de l'échantillon. Nous pouvons alors déterminer le nombre d'impacts tolérés par l'échantillon avant la rupture:

$$N = \frac{2}{(n-2)AY^2} \left( \frac{1}{\sigma_{app}^n} \left( \frac{\sigma_0}{K_{IR}} \right)^{n-2} \left[ 1 - \left( \frac{\sigma_{app}}{\sigma_0} \right)^{n-2} \right] \right) \quad (\text{Équation 5-10})$$

Cette équation décrit complètement le comportement de la fatigue par impact. Toutefois elle dépend de beaucoup de paramètres. Nous allons cependant faire des approximations qui permettent de dégager des paramètres de performances.

### 5.2.3 Paramètre de performance

Puisque la contrainte appliquée " $\sigma_{app}$ " à l'échantillon doit être plus faible que le module de rupture " $\sigma_0$ ", le terme " $\left(\frac{\sigma_{app}}{\sigma_0}\right)^{n-2}$ " peut être négligé car le nombre " $n$ " est de l'ordre de 7-12 (voir les résultats expérimentaux). L'équation (5-10) peut être réécrite ainsi :

$$N = \frac{2}{(n-2)AY^2} \left( \frac{1}{\sigma_{app}^n} \right) \left( \frac{\sigma_0^2}{2E\gamma_{wof}} \right)^{\frac{n-2}{2}} \quad (\text{Équation 5-11})$$

Si la contrainte est fixée, l'équation (5-11) peut s'écrire :

$$N = C \left( \frac{\sigma_0^2}{E\gamma_{wof}} \right)^{\frac{n-2}{2}} \quad (\text{Équation 5-12})$$

Ou encore

$$\log(N) = \log(C) + \frac{n-2}{2} \log\left(\frac{\sigma_0^2}{E\gamma_{wof}}\right) \quad (\text{Équation 5-13})$$

Dans cette équation “ $C$ ” est une constante qui dépend du matériau, laquelle est donnée par l’équation :

$$C = \frac{1}{AY^2(n-2)2^{\frac{n-4}{2}}\sigma_{app}^n} \quad (\text{Équation 5-14})$$

Dans le cas où la contrainte imposée est fixe, les équations (5-12) et (5-13) montrent que la résistance aux impacts mécaniques “ $N$ ” varie uniquement avec les propriétés du matériau.

#### 5.2.4 Énergie

Considérons maintenant le cas où on varie le niveau de contrainte pour un même matériau. L’équation (5-11) peut s’écrire alors :

$$N = \frac{D}{W_{app}^{\frac{1}{n}}} \quad (\text{Équation 5-15})$$

Dans cette équation “ $W_{app}$ ” est l’énergie appliquée à l’échantillon tandis que “ $D$ ” est une constante qui dépend des propriétés du matériau et qui est donnée par l’équation :

$$D = \frac{1}{(n-2)AY^22^{\frac{n-2}{2}}(E)^{n-1}} \left( \frac{\sigma_y}{\gamma_{wof}} \right)^{\frac{2}{n-2}} \quad (\text{Équation 5-16})$$

La quantité d’énergie transmise à l’échantillon est proportionnelle à l’énergie “appliquée”. Cette dernière est égale à “ $mgh$ ” avec “ $m$ ” la masse du projectile, “ $g$ ” la constante gravitationnelle et “ $h$ ” la hauteur à partir de laquelle le projectile est lâché. Finalement l’équation (5-15) peut s’écrire :

$$N = \frac{D'}{h^{\frac{n}{2}}} \quad (\text{Équation 5-17})$$

Ou encore:

$$\log(N) = \log(D') - \frac{n}{2} \log(h) \quad (\text{Équation 5-18})$$

Avec  $D' = \frac{D}{(mg)^{\frac{n}{2}}}$

Dans le cas où nous choisissons de varier la contrainte imposée pour un même matériau, les équations (5-17) et (5-18) montrent que la résistance aux impacts mécaniques  $N$  varie cette fois uniquement avec la hauteur  $h$ .

### 5.2.5 Corrélation avec la fatigue thermique

Considérons maintenant deux niveaux d'énergie différents caractérisés par les hauteurs  $h_1$  et  $h_2$ . On peut déduire de l'équation 5-17 la relation :

$$\frac{N_1}{N_2} = \left( \frac{h_2}{h_1} \right)^{\frac{n}{2}} \quad (\text{Équation 5-19})$$

Cette expression est similaire à celle développée par Kamiya (Kamiya et al. 1979) dans le cas de la fatigue thermique :

$$\frac{N_1}{N_2} = \left( \frac{\Delta T_2}{\Delta T_1} \right)^n \quad (\text{Équation 5-20})$$

Ce résultat montre que les matériaux réfractaires doivent avoir le même comportement face à des sollicitations sous-critiques qu'elles soient d'origine mécanique ou thermique. La variation de température  $\Delta T$  joue le même rôle que la racine carrée de la hauteur  $\sqrt{h}$  ou encore de l'énergie  $\sqrt{mgh}$ .

### 5.2.6 Interprétation

Les équations développées plus haut font intervenir tous les paramètres qui caractérisent le processus de fatigue par impacts mécaniques. Les équations (5-10) et (5-11) montrent que le nombre d'impacts dépend des caractéristiques du matériau par l'intermédiaire des constantes  $n$  et  $A$  mais aussi par le module de rupture  $\sigma_0$  et le module d'Young  $E$ . Ces équations montrent aussi que  $N$  est inversement proportionnel à l'énergie transmise à l'échantillon au cours de l'impact  $\frac{\sigma_{app}^2}{2E}$ . Cette proportionnalité est logique parce que la durée de vie doit être inversement proportionnelle à la contrainte appliquée. Le terme  $\frac{\sigma_0^2}{E\gamma_{surf}}$  est le rapport de l'énergie élastique  $\frac{\sigma_0^2}{E}$  à la rupture sur l'énergie nécessaire pour créer deux nouvelles surfaces,  $\gamma_{surf}$ . Ce terme est en fait l'inverse du paramètre de résistance à la propagation des fissures courtes  $R''''$ . Ceci montre que la durée de vie en fatigue dépend directement de l'énergie élastique stockée. La capacité de l'échantillon à absorber de l'énergie semble un facteur essentiel pour la résistance à la fatigue par impact.

En fait, comme pour tout phénomène de propagation sous-critique, les chocs mécaniques répétés vont causer, après chaque impact, une petite augmentation de la longueur de la

fissure. Après " $N$ " impacts, juste avant le dernier choc, la longueur de la fissure atteint la longueur " $a_N$ ". Cette valeur est critique pour la contrainte appliquée " $\sigma_{app}$ ". La résistance aux impacts mécaniques répétés est contrôlée par la différence entre la longueur de fissure initiale " $a_o$ " et la longueur finale " $a_N$ " comme le montre l'équation 5-8.

Il est à noter enfin que les équations précédentes montrent que la résistance aux impacts diminue quand la constante " $n$ " augmente.

Nous pouvons remarquer que la multitude de paramètres pose un problème pour l'étude. Toutefois, comme nous l'avons déjà vu plus haut, ces paramètres peuvent être réduits si nous fixons la contrainte ou les propriétés des matériaux.

## 5.3 ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

Dans cette partie nous allons confronter les résultats expérimentaux aux prévisions théoriques. Pour cela, quelques matériaux parmi les dix produits ont été testés. En plus des expériences que nous avons mené nous même dans le cadre de ce travail, nous proposons de confronter les résultats de l'étude antérieure précédemment citée (Ratle et al. 1996) faites sur d'autres matériaux.

### 5.3.1 Matériaux et méthode

La procédure expérimentale adoptée dans cette partie a été décrite dans le chapitre 4. Le montage expérimental (Fig. 4-11) permet de donner un nombre d'impacts  $N$  pour une hauteur fixée  $h$ . Tous les tests ont été faits trois fois. Les dimensions des échantillons sont telles que décrites dans le chapitre 4.

Les matériaux auxquels nous avons affaire dans cette partie forment deux groupes distincts :

1. Le groupe I est formé des matériaux choisis pour cette étude. Il s'agit de trois bétons alumino-siliceux à teneur en alumine élevée (BT-1), moyenne (BT-2) et faible (BT-4). Ces derniers ont été cuits à basse ( $1200^{\circ}\text{C}$ ) et à haute ( $1450^{\circ}\text{C}$ ) température. La composition chimique des matériaux formant ce groupe est donnée au tableau 5-1.
2. Le groupe II est formé des matériaux étudiés par Ratle (1996). Il s'agit de quatre matériaux : un béton à mullite (M), un béton haute alumine (A), un béton à zircon (Z) et un brique de bauxite (B). La composition chimique de ces matériaux II est donnée par le tableau 5-2.

### 5.3.2 Résultats et discussions

Les résultats des propriétés mesurées, des paramètres calculés et de la résistance aux impacts mécaniques sont regroupés au tableau 5-3 pour le groupe I et au tableau 5-4 pour le groupe II.

Considérons le groupe I, les courbes représentant  $\log(N)$  en fonction de  $\log(\sigma_o^2 / E\gamma)$  sont montrées sur la figure 5-1. Dans le cas du groupe II, les courbes représentant  $\log(N)$  en fonction de  $\log(h)$  sont montrées sur la figure 5-2.

Dans le groupe I (Fig. 5-1), deux cas ont été distingués suivant la température de cuisson. Le coefficient  $n$  dans le cas des basses températures de cuisson est plus grand (soit 7.6) que dans le cas des hautes températures de cuisson (soit 6.3). Cette décroissance de  $n$  quand la température de cuisson augmente est normale. Plus la température de cuisson augmente, plus le frittage est intense et plus la résistance aux impacts mécaniques augmente. L'équation (5-10) montre que la résistance aux impacts mécaniques est inversement proportionnelle au coefficient  $n$ .

Tableau 5-1 : Composition chimique des matériaux du groupe I

|                                    | <b>BT-1</b> | <b>BT-2</b> | <b>BT-4</b> |
|------------------------------------|-------------|-------------|-------------|
| <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b> | 82.8        | 76          | 57.5        |
| <b>SiO<sub>2</sub></b>             | 10.8        | 10.0        | 24.8        |
| <b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b> | 1.2         | 0.9         | 0.8         |
| <b>TiO<sub>2</sub></b>             | 2.4         | 2.2         | 1.5         |
| <b>CaO</b>                         | 1.9         | 1.4         | 2.4         |
| <b>MgO</b>                         | 0.2         | 0.1         | 0.1         |
| <b>ZrO<sub>2</sub></b>             | -           | -           | 8.5         |
| <b>Alcalains</b>                   | 0.2         | -           | 0.2         |

Tableau 5-2 : Composition chimique des matériaux du groupe II

|                                    | <b>M</b> | <b>A</b> | <b>Z</b> | <b>B</b> |
|------------------------------------|----------|----------|----------|----------|
| <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b> | 57.3     | 96.5     | 6.2      | 81.7     |
| <b>SiO<sub>2</sub></b>             | 30.3     | 0,1      | 34       | 9.7      |
| <b>ZrO<sub>2</sub></b>             | 3.3      | -        | 58.3     | -        |
| <b>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>  | -        | -        | -        | 4.3      |
| <b>CaO</b>                         | 1.4      | 2.7      | 0.8      | 0.1      |
| <b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b> | 0.8      | 0,1      | 0.1      | 1.5      |
| <b>TiO<sub>2</sub></b>             | 1.4      | -        | 0.5      | 2.5      |
| <b>Alcalains</b>                   | 0,1      | 0,1      | 0.1      | 0,2      |

Tableau 5-3 : Propriétés des matériaux (Groupe I)

| Matériaux                                          | BT-1<br>1200°C | BT-1<br>1450 °C | BT-2<br>1200 °C | BT-2<br>1450 °C | BT-4<br>1200 °C | BT-4<br>1350 °C |
|----------------------------------------------------|----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| <b>Propriétés mesurées</b>                         |                |                 |                 |                 |                 |                 |
| $\sigma_o$ (MPa)                                   | 19.4           | 19.0            | 12.0            | 25.8            | 24.6            | 20.3            |
| $E_o$ (GPa)                                        | 54.5           | 45.9            | 25,4            | 61,6            | 57,8            | 51,1            |
| $\gamma$ (J/m <sup>2</sup> )                       | 53,0           | 55,9            | 56,2            | 57,8            | 46,2            | 45,3            |
| $10^6 \alpha$ (°C <sup>-1</sup> )                  | 7.6            | 7.5             | 7.7             | 8.2             | 5.8             | 6.8             |
| <b>Paramètres calculés</b>                         |                |                 |                 |                 |                 |                 |
| $R'''$ (mm)                                        | 7.6            | 7.1             | 9.9             | 5.3             | 4.4             | 5.6             |
| $R_{st}$ (°C m <sup>-1</sup> )                     | 4.1            | 4.6             | 6.1             | 4.0             | 4.9             | 4.3             |
| $\sigma_o \times R_{st}$ (MPa °C m <sup>-1</sup> ) | 79.9           | 88.2            | 74.0            | 103.7           | 119.2           | 93.3            |
| $\sigma_o^2/E\gamma$ (m <sup>-1</sup> )            | 131            | 141             | 101             | 188             | 226             | 178             |
| <b>Résistance aux impacts mécaniques</b>           |                |                 |                 |                 |                 |                 |
| N                                                  | 59             | 104             | 16              | 304             | 361             | 157             |

Tableau 5-4 : Propriétés des matériaux (Groupe II)

| Matériaux                                          | M    | A    | Z     | B    |
|----------------------------------------------------|------|------|-------|------|
| <i>Propriétés mesurées</i>                         |      |      |       |      |
| $\sigma_o$ (MPa)                                   | 16.3 | 11.6 | 16.7  | 18.1 |
| $E_o$ (GPa)                                        | 51   | 58   | 58    | 65   |
| $\gamma$ (J/m <sup>2</sup> )                       | 68   | 68   | 72    | 95   |
| $10^6 \alpha$ (°C <sup>-1</sup> )                  | 6.56 | 9.02 | 5.22  | 8.9  |
| <i>Paramètres calculés</i>                         |      |      |       |      |
| $R'''$ (mm)                                        | 1.3  | 3.0  | 1.5   | 1.7  |
| $R_{st}$ (°C m <sup>-1</sup> )                     | 5.6  | 3.8  | 6.8   | 4.3  |
| $\sigma_o \times R_{st}$ (MPa °C m <sup>-1</sup> ) | 91.1 | 43.9 | 112.1 | 83.4 |

Considérons le "groupe II", les courbes " $\log(V)$ " en fonction " $\log(h)$ " ont été tracées dans le cas de chaque matériau (Fig. 5-2). Le coefficient " $n$ " peut être déduit dans chaque cas. Ce nombre varie entre 7 (béton de Mullite) et 12 (béton à base de Zircon). Cet ordre de grandeur justifie le fait de négliger le terme " $\left(\frac{\sigma_{app}}{\sigma_0}\right)^{n-2}$ " dans l'équation (5-10).

Finalement nous pouvons conclure que la bonne corrélation avec " $\sigma_u \times R_u$ " constatée dans les travaux antérieurs (Ratle et al. 1996, Sebbani et al. 1998, Sebbani et al. 2000) peut être expliquée par la bonne corrélation avec le paramètre " $\sigma_u^2 / E\gamma$ " (qui est égal à l'inverse de  $R'''$ ) montré par l'équation (5-13).

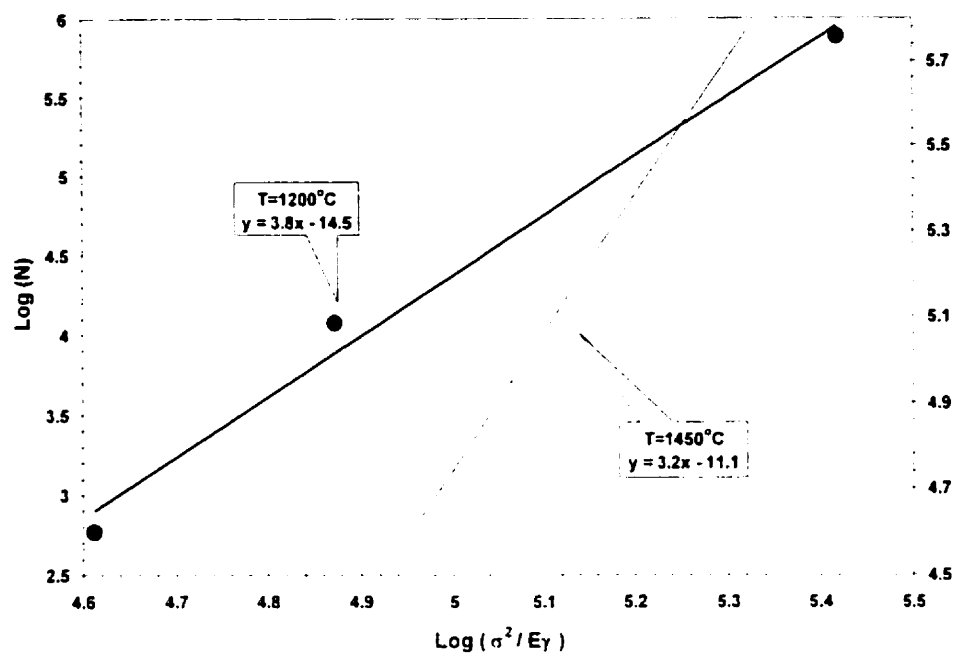


Figure 5-1 : Variation de  $\log(N)$  en fonction de  $\log(\sigma^2/E\gamma)$  (Groupe I)

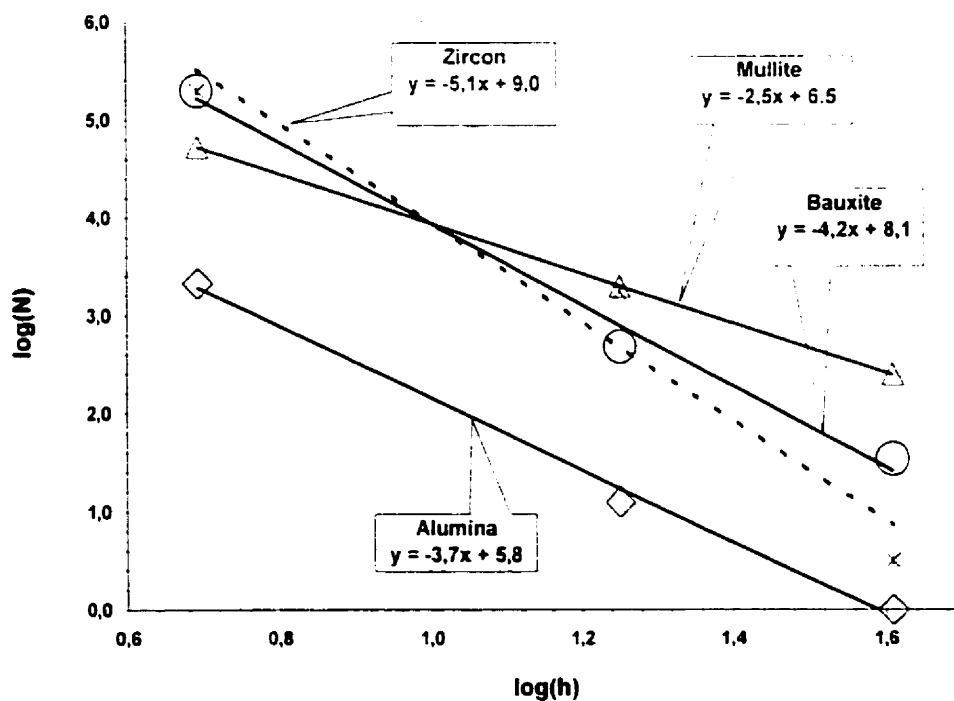


Figure 5-2: Variation de  $\log(N)$  en fonction de  $\log(h)$  (groupe II). (Ratle 1996)

## 5.4 CONCLUSION

Les impacts mécaniques peuvent être suffisamment importants pour produire la rupture ou au contraire un endommagement moins visible. Dans ce cas, les propriétés mécaniques du matériau s'en trouvent réduites. Dans les deux cas il serait intéressant de posséder un paramètre capable de prédire la résistance des matériaux utilisés.

Ce travail montre que la fatigue par impacts mécaniques dépend d'une multitude de facteurs. La résistance des réfractaires aux chocs mécaniques répétés a été en effet corrélée avec plusieurs facteurs comme les propriétés des matériaux ou encore les conditions de sollicitations. Cette résistance a été corrélée en particulier avec le paramètre " $\sigma_u^2 / E\gamma$ ", qui a cette fois été établi théoriquement contrairement au paramètre " $\sigma_u \times R_u$ " cité précédemment.

## CHAPITRE 6. CORRÉLATION ENTRE LES CHOCS THERMIQUES ET LES CHOCS MÉCANIQUES

### 6.1 INTRODUCTION

Jusqu'à présent la quasi-totalité des chercheurs se sont penchés sur l'étude des différents mécanismes de dégradation séparément. Cependant, la durée de vie des réfractaires dépend de leur résistance face à diverses sollicitations exercées simultanément ou alternativement. Dès lors, l'étude de la corrélation entre différentes sollicitations s'avère nécessaire. Ceci a conduit le groupe CIREP-CRNF à s'intéresser, ces dernières années, aux corrélations entre les différents mécanismes. Un premier pas a été franchi (Ratle 1996) en étudiant la corrélation entre la résistance aux chocs thermiques et aux chocs mécaniques. Ces travaux ont conduit à la conclusion qu'il y avait une corrélation entre ces deux résistances et le paramètre  $\sigma_c \times R_{sf}$ , du moins dans le cas des produits testés.

La première étape du présent travail a été de valider ces résultats pour de nouveaux matériaux. Cette validation (Sebbani et al. 1998) nous a amené à poser deux questions. D'abord, comment peut-on expliquer théoriquement une aussi parfaite corrélation expérimentale et statistique? Ensuite, est-ce que cette corrélation est vraie dans toutes les conditions?

Cette partie du présent travail est consacrée à l'étude théorique et expérimentale de la corrélation entre les chocs thermiques et les chocs mécaniques. Nous étudierons les similitudes et les différences entre les sollicitations mécaniques et les sollicitations thermiques. Nous démontrerons pourquoi ces deux sollicitations ne peuvent être

corrélées de manière générale. Nous montrerons aussi que dans des cas particuliers, il peut y avoir une corrélation.

## 6.2 ÉTUDE THÉORIQUE

### 6.2.1 Sollicitations thermiques

Comme nous l'avons vu plus haut, une sollicitation thermique est équivalente, d'un point de vue mécanique, à une sollicitation mécanique à déformation imposée. Si on considère une déformation constante, cela signifie qu'il n'y a pas de travail extérieur. Ce qui nous permet d'écrire la condition de Griffith (Équation 1-4) sous la forme :

$$0 \geq \frac{dU_e}{da} + \frac{dU_s}{da} \quad (\text{Équation 6-1})$$

La propagation de la fissure entraînera une augmentation de l'énergie de surface et nécessairement une diminution de l'énergie élastique stockée par le matériau. Ce résultat est bien montré par la notion du module d'Young effectif. En effet si on tient compte de l'expression de ce module, l'énergie élastique s'écrit :

$$U_e = \frac{1}{2} \varepsilon^2 E_{eff} = \frac{\varepsilon^2 E_o}{2(1 + 2\pi a^2)} \quad (\text{Équation 6-2})$$

On voit bien dans cette expression qu'une augmentation de la longueur,  $a$ , de la fissure va diminuer l'énergie élastique. L'expression 6-1 peut s'écrire alors :

$$-\frac{2E_o\pi\varepsilon^2 a}{(1 + 2\pi a^2)^2} + 4\gamma \leq 0 \quad (\text{Équation 6-3})$$

Ou encore :

$$\varepsilon \geq \sqrt{\frac{2\gamma}{\pi E_0}} \frac{1 + 2\pi a^2}{\sqrt{a}} \quad (\text{Équation 6-4})$$

L'équation 6-4 nous permet de tracer la déformation en fonction de la longueur de la fissure (Fig. 6-1). Cette figure peut être divisée en deux zones : une zone de stabilité et une zone d'instabilité de la fissure. L'analyse de cette courbe nécessite la distinction de deux cas : le cas des sollicitations critiques, entraînant une propagation brutale, et celui des sollicitations sous-critiques, entraînant une propagation contrôlée.

#### 6.2.1.1 Sollicitations critiques

Si nous considérons que la déformation imposée est critique pour la taille de la pré-fissure du matériau, nous pouvons dégager deux conclusions :

1. Lorsqu'une déformation critique est imposée à un matériau qui contient une fissure initiale de longueur " $a_i$ ", cette dernière se propagera jusqu'à une valeur " $a_f$ ". Plus " $a_i$ " est faible et plus la longueur finale sera élevée. Cette constatation est la même que celle suggérée par l'équation 1-37 établit par Hsselman. Le fait que se soient les matériaux les plus fissurés qui vont résister à la propagation des fissures est donc une caractéristique générale des sollicitations à déformation imposée.
2. La propagation catastrophique d'une fissure ne conduit pas nécessairement à la rupture complète de l'échantillon. Il faut en effet que les dimensions de l'échantillon soient plus petites que le palier donné par la différence entre la fissure finale et initiale. Ce résultat apparaît comme une caractéristique générale des sollicitations à déformation imposée.

### 6.2.1.2 Sollicitations sous-critiques

Lorsque la sollicitation est inférieure à la valeur critique, la propagation n'est pas catastrophique. Chaque cycle fera avancer la fissure initiale,  $a_i$ , d'un incrément,  $da$ . Au bout d'un certain nombre de cycle la fissure atteint la valeur critique,  $a_c$ , correspondant à la déformation imposée (Fig. 6-2). La propagation suivant ce dernier cycle sera alors catastrophique. La durée de vie en fatigue sera alors d'autant plus élevée que l'écart entre la longueur de la fissure critique et celle de la fissure initiale sera grande. Comme la longueur de la fissure critique est fixée par le niveau de la sollicitation imposée, la durée de vie dépendra alors de la longueur de la fissure initiale. Elle sera d'autant plus grande que cette dernière est petite.

En conclusion nous pouvons dire qu'en ce qui concerne les sollicitations thermiques, la résistance des matériaux variera dans le même sens que la taille des pré-fissures pour des sollicitations critiques, mais variera en sens contraire pour des sollicitations sous-critiques.

### 6.2.2 Sollicitations mécaniques

Les sollicitations mécaniques interviennent généralement à contrainte imposée. Dans ce cas, l'énergie élastique de l'échantillon augmente sous l'effet de la sollicitation. Ce résultat est bien montré aussi par la notion de module d'Young effectif. En effet, si on tient compte de l'expression de ce module, l'énergie élastique s'écrit :

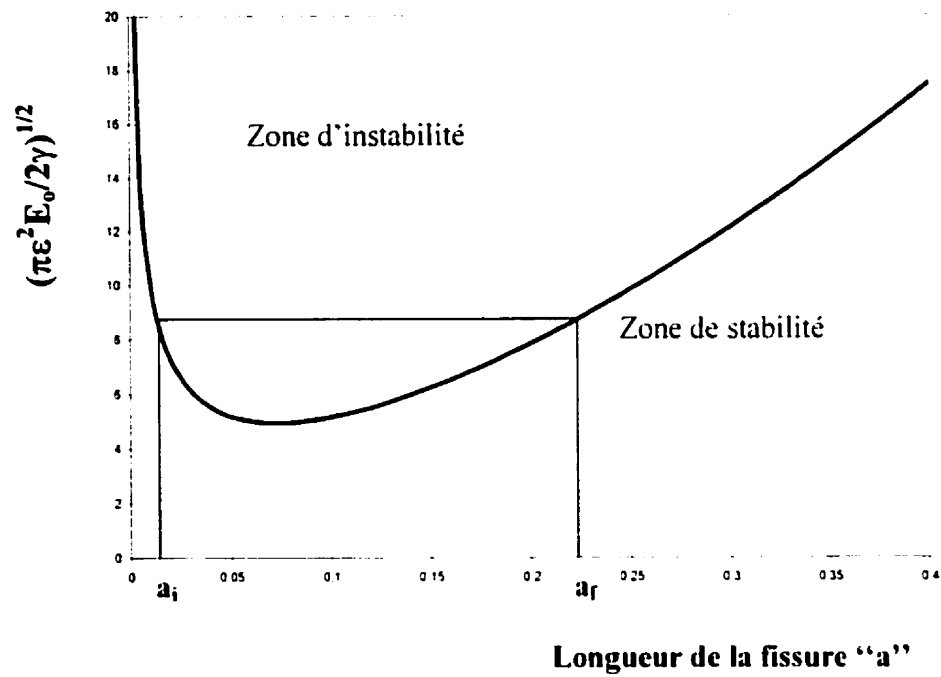


Figure 6-1 : Variation de la déformation en fonction de la longueur de la fissure.

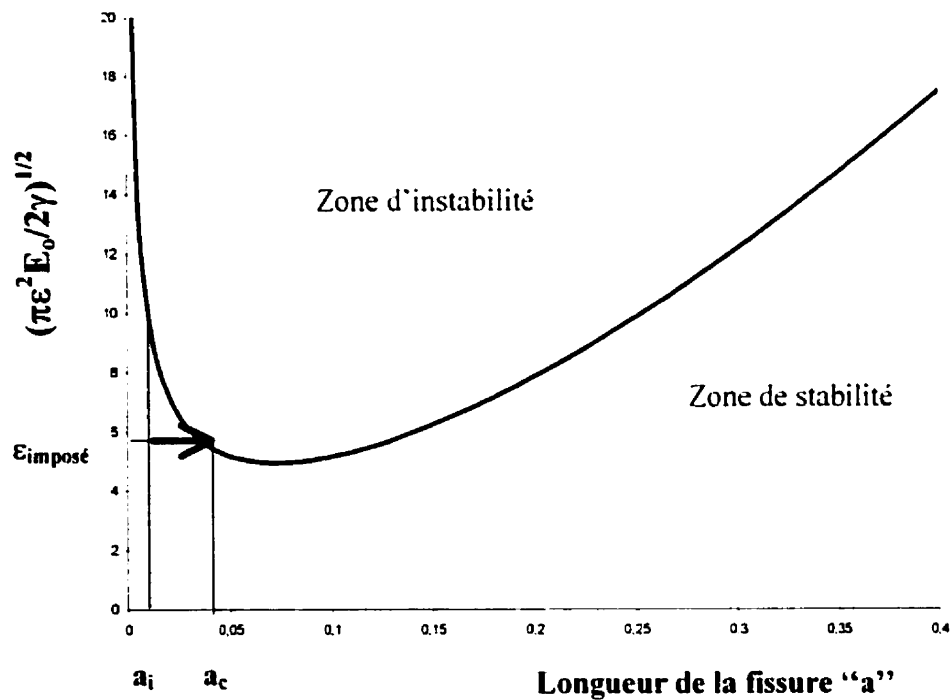


Figure 6-2 : Propagation sous critique

$$U_e = \frac{1}{2} \frac{\sigma^2}{E_{eff}} = \frac{\sigma^2}{2E_0} (1 + 2\pi a^2) \quad (\text{Équation 6-5})$$

On voit bien dans ce cas que si la longueur de la fissure augmente, l'énergie élastique augmente aussi. En fait, on peut démontrer (Recho 1995) que la quantité d'énergie nécessaire pour propager la fissure est aussi égale à l'énergie élastique. L'équation 6-1 s'écrit, en tenant compte de 6-5 :

$$\frac{\sigma^2}{2E_0} (4\pi a) \geq 4\gamma \quad (\text{Équation 6-6})$$

Cette équation peut être mise sous la forme :

$$\sigma \geq \sqrt{\frac{2E_0\gamma}{\pi a}} \quad (\text{Équation 6-7})$$

Cette expression nous permet de tracer la contrainte en fonction de la longueur de la fissure (Fig. 6-3). De la même manière, cette figure peut être divisée en deux zones : une zone de stabilité et une zone d'instabilité de la fissure. De la même façon que dans le cas précédant, l'analyse de cette courbe nécessite la distinction de deux cas : le cas des sollicitations critiques, entraînant une propagation brutale, et celui des sollicitations sous-critiques, entraînant une propagation contrôlée.

### 6.2.2.1 Sollicitations critiques

Si nous considérons que la contrainte imposée est critique pour la taille de la pré-fissure du matériau, nous pouvons dégager deux conclusions :

1. Lorsqu'une contrainte critique est imposée à un matériau qui contient une fissure initiale de longueur " $a_i$ ", cette dernière se propagera. Plus " $a_i$ " est faible et plus la contrainte critique sera élevée. Par conséquent, et contrairement aux sollicitations thermiques, le matériau le plus fissuré sera le moins résistant. Il s'agit là aussi d'une caractéristique générale des sollicitations à contrainte imposée.
2. La propagation catastrophique d'une fissure conduit nécessairement à la rupture complète de l'échantillon. Ce résultat apparaît aussi comme une caractéristique générale des sollicitations à contrainte imposée.

#### 6.2.2.2 Sollicitations sous-critiques

Lorsque la sollicitation est inférieure à la valeur critique, la propagation n'est pas catastrophique. Chaque cycle fera avancer la fissure initiale,  $a_i$ , d'un incrément,  $da$ . Au bout d'un certain nombre de cycles la fissure atteint la valeur critique,  $a_c$ , correspondant à la contrainte imposée (Fig. 6-4). La propagation suivant ce dernier cycle sera alors catastrophique. La durée de vie en fatigue sera alors d'autant plus élevée que l'écart entre la longueur de la fissure critique et celle de la fissure initiale sera grande. Comme la longueur de la fissure critique est fixée par le niveau de la sollicitation imposée, la durée de vie dépendra alors de la longueur de la fissure initiale. Elle sera d'autant plus grande que cette dernière est petite.

Il ressort de cette analyse qu'en ce qui concerne les sollicitations mécaniques, la résistance des matériaux variera dans le sens contraire de la variation de la taille des fissures, indépendamment du type de sollicitations, i.e. critiques ou sous-critiques.

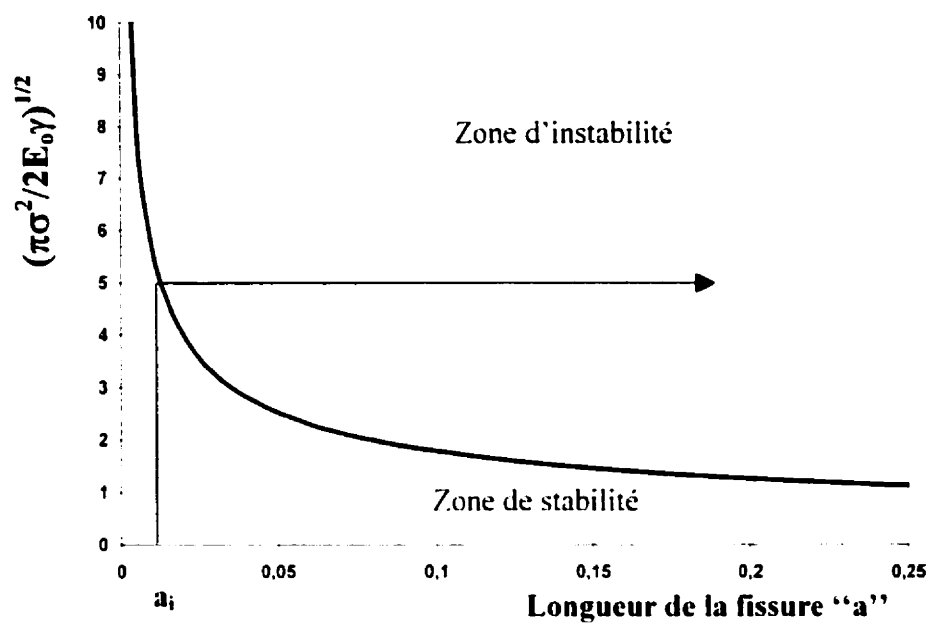


Figure 6-3 : Variation de la contrainte en fonction de la longueur de la fissure.

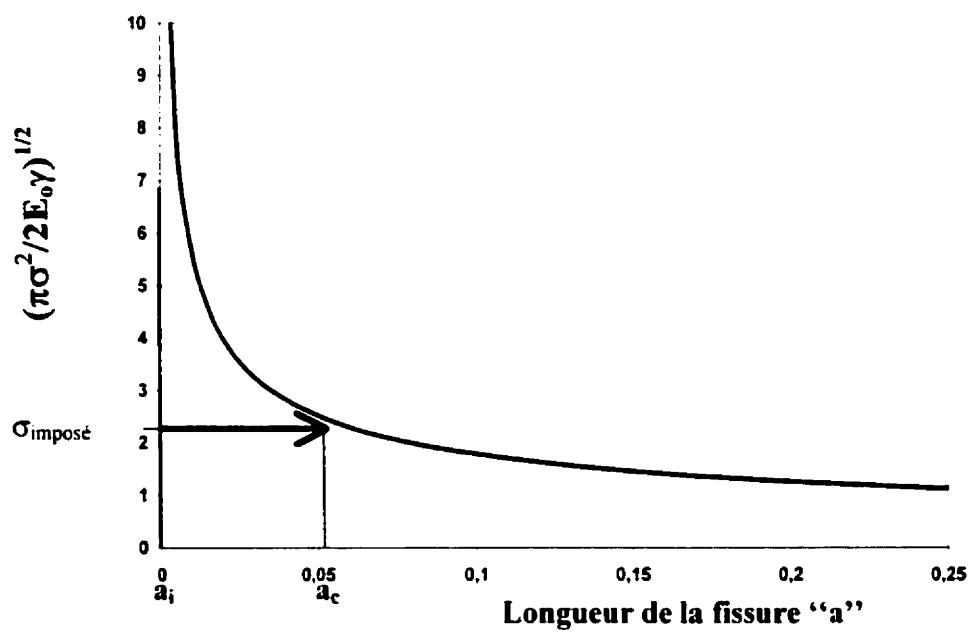


Figure 6-4 : Propagation sous critique

Comme conclusion de cette analyse théorique nous pouvons avancer qu'au moins dans le cas des sollicitations critiques il ne peut y avoir de corrélation entre la résistance aux chocs thermiques et la résistance aux chocs mécaniques.

### 6.2.3 Influence de l'énergie de rupture

Dans l'analyse développée plus haut, nous avons supposé que l'énergie de surface est une caractéristique du matériau qui ne varie pas. Or, au paragraphe 4.2.3, nous avons montré que cette énergie dépend de la porosité et de la taille des pré-fissures. Si nous reprenons l'équation 4-29 (Harmuth 1997) :

$$\gamma_{app} = \gamma_o \left( 1 - 2n \frac{a}{b} \right) \quad (\text{Équation 6-8})$$

Avec " $a$ " la longueur de la fissure, " $n$ " le nombre de fissures contenues dans la section de l'échantillon et " $b$ " la largeur de l'échantillon.

Cette dépendance de la longueur des fissures sera répercutée sur les équations développées plus haut. Ainsi, l'équation 6-3 qui décrit la variation de la déformation avec la longueur des fissures, dans le cas des sollicitations thermiques, devient :

$$-\frac{2E_o \pi \varepsilon^2 a}{(1 + 2\pi a^2)^2} + 4\gamma_o \left( 1 - 4n \frac{a}{b} \right) \leq 0 \quad (\text{Équation 6-9})$$

Alors que l'équation 6-7 qui décrit la variation de la contrainte avec la longueur des fissures, dans le cas des sollicitations mécaniques, devient :

$$\sigma \geq \sqrt{\frac{2E\gamma\left(1 - 4n\frac{a}{b}\right)}{\pi a}} \quad (\text{Équation 6-10})$$

Afin de visualiser l'effet de cette dépendance, nous avons tracé la variation des sollicitations thermique et mécanique en fonction de la longueur des fissures dans les deux cas. La figure 6-5 montre la variation de ces deux sollicitations dans le cas où l'énergie de surface ne dépend pas de la taille des fissures (à partir des équations 6-3 et 6-7). La figure 6-6 montre la variation des deux sollicitations dans le cas où l'énergie de surface dépend de la taille des fissures (à partir des équations 6-9 et 6-10). Ces deux figures montrent clairement que dans le cas où l'énergie ne dépend pas des fissures (Fig. 6-5), le comportement du matériau n'est pas le même face aux deux sollicitations. Par contre lorsque l'énergie dépend des fissures (Fig. 6-6), le comportement du matériau devient pratiquement le même face aux deux sollicitations.

Nous avons vu dans la section 4.2.2 que la dépendance de l'énergie avec les pré-fissures du matériau passe inaperçue dans le cas d'un matériau dense (i.e. contenant des fissures et des pores petits et/ou peu nombreux). Par contre, cette dépendance devient "visible" dans le cas contraire. Il s'ensuit donc qu'à chaque fois que nous sommes en présence d'un matériau dense et contenant peu de défauts (cas des céramiques) son comportement ressemblera à celui montré sur la figure 6-5. Par contre, lorsqu'un matériau est poreux et contient beaucoup de défauts (bétons du génie civil) son comportement ressemblera à celui montré sur la figure 6-6. Dans le premier cas (céramiques) on ne peut observer de corrélation entre les réponses aux deux sollicitations tandis que dans le second cas (bétons du génie civil) une telle corrélation peut être observée.

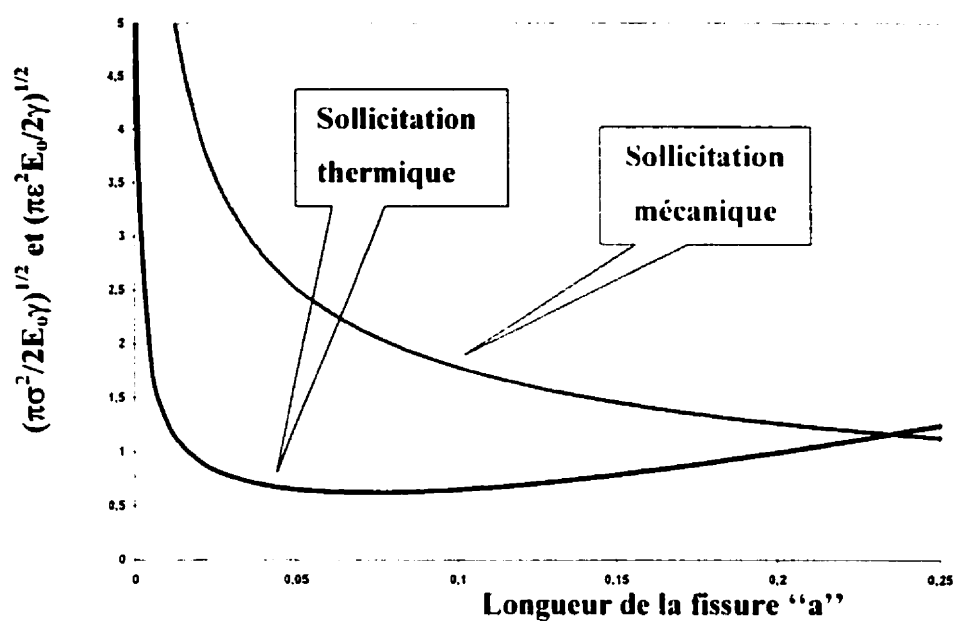


Figure 6-5 : Variation de la sollicitation en fonction de la longueur de la fissure.

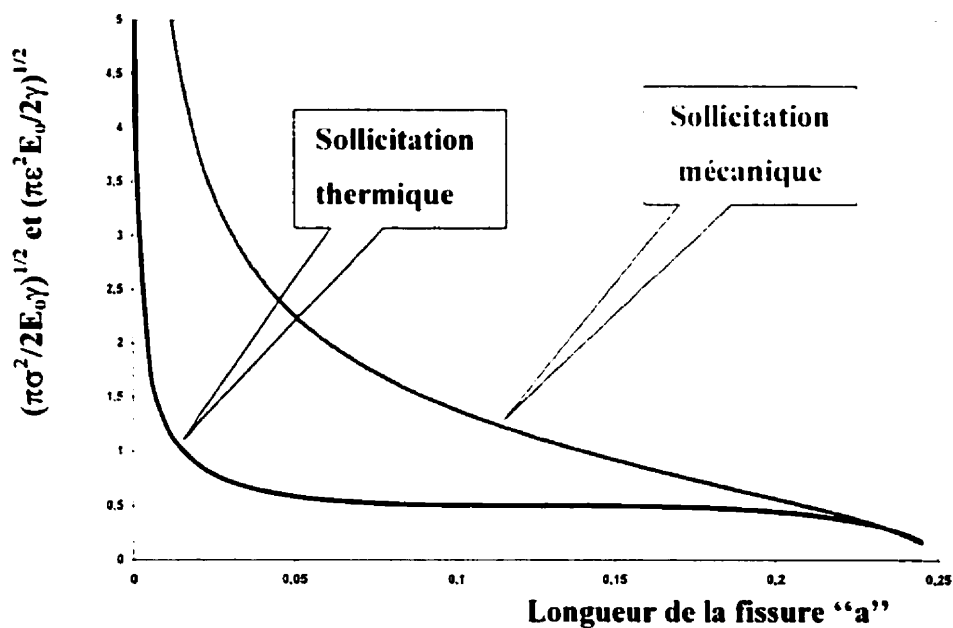


Figure 6-6 : Variation de la sollicitation en fonction de la longueur de la fissure en tenant compte de la variation de l'énergie de rupture.

Contrairement aux matériaux céramiques et aux bétons utilisés en génie civil, les matériaux réfractaires ne peuvent être classés définitivement dans l'une ou l'autre catégorie. En effet, ces derniers présentent une diversité très grande, due à leur nature, aux traitements thermiques subit avant l'utilisation et à l'influence des conditions de leur utilisation. Il nous semble inapproprié, dans ce cas, de parler d'un seul modèle qui permet de décrire le comportement de toute cette diversité, du moins dans l'état actuel des connaissances.

Si nous classons les matériaux réfractaires en fonction du degré de frittage, nous pouvons les répartir au moins en deux groupes : lorsque le frittage est élevé et lorsqu'il est faible. Pour un frittage suffisamment élevé, le nombre et la taille des pores et des pré-fissures diminuent alors que dans le cas contraire ils sont élevés. Cette analyse nous permet de prédire que dans le cas d'un frittage élevé, nous ne pouvons pas observer de corrélation entre les résistances aux chocs thermiques et aux chocs mécaniques. Par contre, pour un faible frittage, une corrélation entre les deux résistances devra se manifester. Dans la partie expérimentale qui suit, nous étudierons l'effet de la variation du degré de frittage, causé par la différence de la température de cuisson, sur cette corrélation.

## **6.3 EFFET DE LA TEMPÉRATURE DE CUISSON**

### **6.3.1 Introduction**

Dans cette partie nous nous proposons d'analyser les résultats de tests de chocs thermiques et de chocs mécaniques effectués sur des bétons préalablement cuits à deux températures différentes. Cette analyse va nous permettre d'atteindre trois objectifs à partir de la même série d'expériences : la validation des travaux antérieurs, la vérification du rôle du frittage sur la corrélation et l'étude de l'influence de la température de cuisson.

Comme cette partie du présent travail s'inscrit dans la continuité des travaux du CIREP-CRNF, notre premier mandat consiste à valider les résultats (Ratle 1996).

Le fait de varier, par la même occasion, le frittage, nous permettra de remplir un mandat académique. Ce dernier consiste à confirmer ou à infirmer la thèse théorique avancée précédemment sur l'influence du frittage sur la corrélation entre les deux sollicitations.

Enfin, l'examen de l'influence de la température de cuisson sur le comportement des matériaux réfractaires permet de remplir un mandat "industriel". En effet, les mécanismes de dégradations affectant les réfractaires pendant les différents traitements des fours (chocs thermiques, dégazage, nettoyage du corindon,...) se font à proximité de la ligne de métal. Or, cette dernière sépare en deux régions les températures d'utilisation des fours de traitement de l'aluminium. Au-dessus de cette ligne la température peut atteindre 1300°C ou plus (Wynn 1992) alors qu'en dessous de la ligne, la température est largement inférieure à 1200°C.

### **6.3.2 Résultats et discussion**

Trois bétons ont été choisis dans cette partie : BT1, BT2 et BT4. Les compositions chimiques sont données au tableau 3-1. Les résultats des propriétés mesurées ainsi que les paramètres calculés sont donnés au tableau 6-1. Les résultats des chocs thermiques et des chocs mécaniques sont donnés au tableau 6-2. Les coefficients de corrélation entre les résistances aux différentes sollicitations sont donnés au tableau 6-3.

#### **6.3.2.1 Frittage**

Comme prévu, le degré de frittage augmente avec la température de cuisson (Fig. 6-7 et 6-8). À la température de 1200 °C, le béton à haute alumine, BT1, présente un faible frittage (Fig. 6-7) donnant lieu à une porosité concentrée dans la matrice aluminosiliceuse du matériau. À cette température, on ne distingue pas de lien entre les grains de bauxite et la matrice. Cependant, lorsque ce produit est cuit à 1450°C, des phases liquides sont engendrées montrant ainsi que le processus de frittage a bel et bien eu lieu (Fig. 6-8). Ces phases liquides seront converties, au cours du refroidissement, en phase vitreuse. Les liens entre les grains de bauxite et la matrice sont aussi visibles dans ce cas.

Tableau 6-1 :Propriétés des matériaux

| <b>Materials</b>                                                 | <b>BT1</b>  | <b>BT2</b>  | <b>BT4</b>  | <b>BT1</b>  | <b>BT2</b>  | <b>BT4</b>  |
|------------------------------------------------------------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| <b>Température de cuisson (°C)</b>                               | <b>1200</b> | <b>1200</b> | <b>1200</b> | <b>1450</b> | <b>1450</b> | <b>1350</b> |
| <b>Mesures expérimentales</b>                                    |             |             |             |             |             |             |
| <b><math>\sigma_o</math> (MPa)</b>                               | 19.4        | 12.0        | 24.6        | 19.0        | 25.8        | 20.3        |
| <b><math>E_o</math> (GPa)</b>                                    | 54.5        | 25.4        | 57.8        | 45.9        | 61.6        | 51.1        |
| <b><math>\gamma</math> (J/m<sup>2</sup>)</b>                     | 53.0        | 56.2        | 46.2        | 55.9        | 67.4        | 45.3        |
| <b><math>10^6 \alpha</math> (°C<sup>-1</sup>)</b>                | 7.6         | 7.7         | 5.8         | 7.5         | 8.2         | 6.8         |
| <b><math>\nu</math></b>                                          | 0.09        | 0.08        | 0.16        | 0.08        | 0.07        | 0.12        |
| <b>Paramètres calculés</b>                                       |             |             |             |             |             |             |
| <b><math>R'''</math> (mm)</b>                                    | 9.1         | 10.7        | 5.2         | 7.9         | 6.8         | 6.0         |
| <b><math>R_{st}</math> (°Cm<sup>-1</sup>)</b>                    | 4.1         | 6.1         | 4.9         | 4.6         | 4.0         | 4.3         |
| <b><math>\sigma_o \times R_{st}</math> (MPa°Cm<sup>-1</sup>)</b> | 79.9        | 74.0        | 119.2       | 88.2        | 103.7       | 93.3        |

Tableau 6-2 : Résultats des chocs thermiques et des chocs mécaniques

| Matériaux                   | A    | B    | C    | A    | B    | C    |
|-----------------------------|------|------|------|------|------|------|
| Température de cuisson (°C) | 1200 | 1200 | 1200 | 1450 | 1450 | 1350 |
| $\sigma_r$ (MPa)            | 6,7  | 4,7  | 6,9  | 7,5  | 5,1  | 5,1  |
| $\sigma_r/\sigma_o$ (%)     | 34,5 | 39,4 | 28,3 | 39,2 | 19,8 | 25,0 |
| $E_r$ (GPa)                 | 24,2 | 12,8 | 26,6 | 22,7 | 17,4 | 17,2 |
| $E_r/E_o$ (%)               | 44,4 | 47,9 | 45,9 | 49,6 | 28,3 | 33,7 |
| N                           | 59   | 16   | 361  | 104  | 304  | 157  |

Tableau 6-3 : Corrélation statistique entre la résistance aux chocs thermiques, aux chocs mécaniques et aux différents paramètres.

| Température de cuisson (°C) | 1200       |                     |       | 1450       |                     |       |
|-----------------------------|------------|---------------------|-------|------------|---------------------|-------|
| Paramètres et propriétés    | $\sigma_r$ | $\sigma_r/\sigma_o$ | N     | $\sigma_r$ | $\sigma_r/\sigma_o$ | N     |
| $\sigma_o$                  | 94,8       | -98,4               | 87,0  | -63,7      | -82,2               | 99,7  |
| $E_o$                       | 100,0      | -87,6               | 66,8  | -74,9      | -90,1               | 99,7  |
| $\gamma$                    | -80,5      | 99,1                | -97,9 | -0,9       | -28,1               | 72,5  |
| $10^6 \alpha$               | -61,6      | 92,0                | -99,8 | 1,3        | -26,0               | 71,0  |
| $R'''$                      | -78,8      | 98,7                | -98,5 | 92,3       | 78,4                | -36,6 |
| $R_{st}$                    | -89,0      | 56,1                | -25,7 | 85,9       | 96,6                | -96,5 |
| $\sigma_o \times R_{st}$    | 67,3       | -94,6               | 100,0 | -74,4      | -89,8               | 99,8  |
| $\sigma_r$                  | 100,0      | -87,6               | 66,8  | 100,0      | 96,2                | -69,5 |
| $\sigma_r/\sigma_o$         | -87,6      | 100,0               | -94,4 | 96,2       | 100,0               | -86,5 |
| N                           | 66,8       | -94,4               | 100,0 | -69,5      | -86,5               | 100,0 |

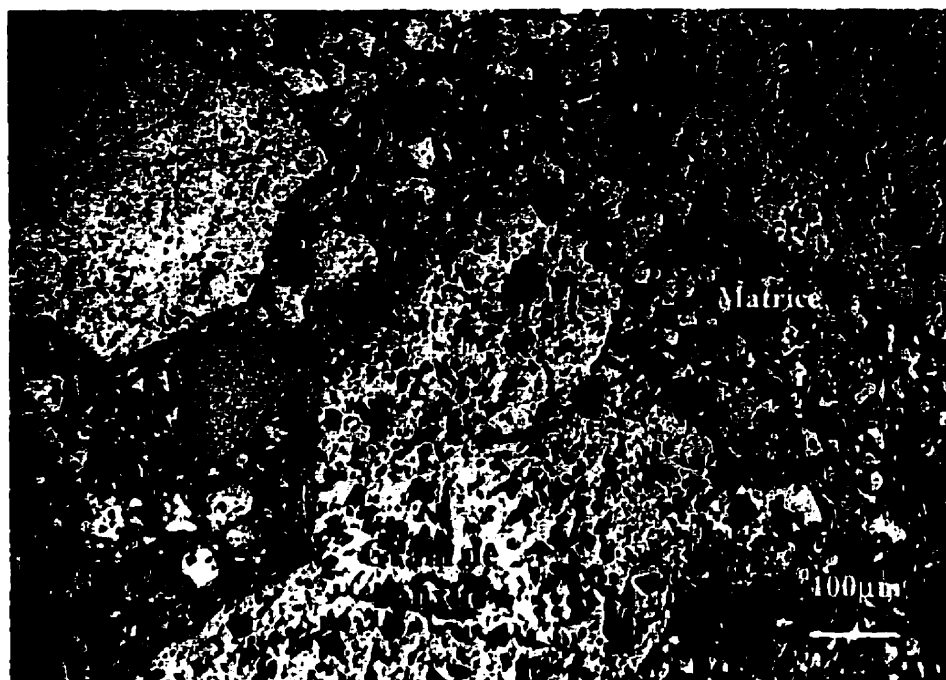


Figure 6-7 : Béton à haute teneur en alumine (BT1) cuit à 1200 °C.

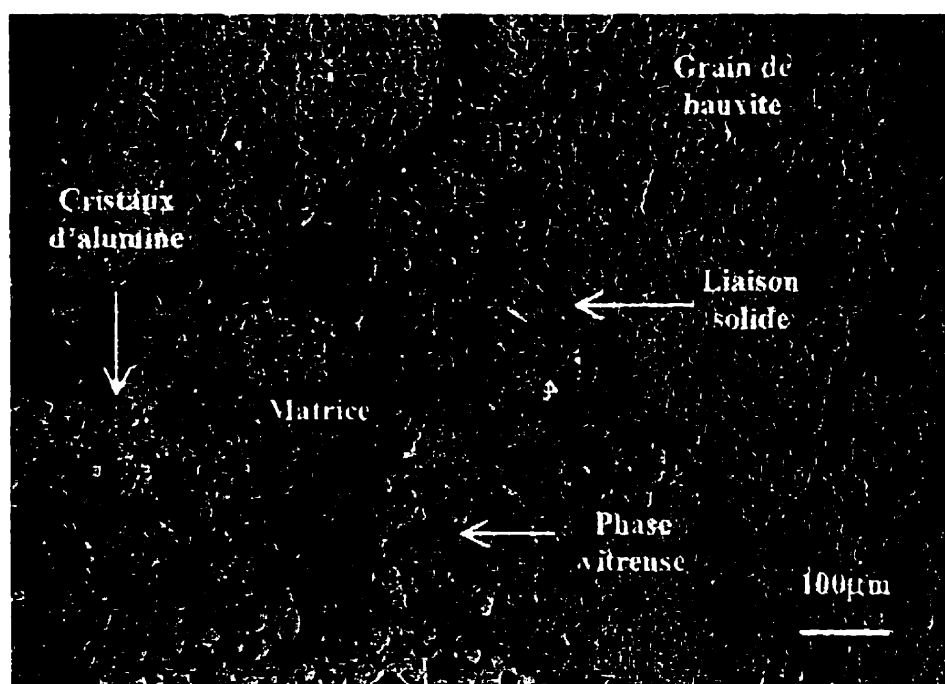


Figure 6-8 : Béton à haute teneur en alumine (BT1) cuit à 1450 °C.

### 6.3.2.2 Chocs mécaniques

Les résultats du calcul des coefficients de corrélation (tableau 6-3) ainsi que la courbe de la figure 6-9 montrent que la résistance aux chocs mécaniques,  $N$ , est bien corrélée avec le module de rupture original,  $\sigma_o$ , (87% pour 1200 °C et 100% pour 1450 °C) ainsi qu'avec le paramètre  $\sigma_o \times R_{st}$  (100% pour 1200 °C et 100% pour 1450 °C). Par contre, la corrélation est franchement négative avec le paramètre  $R'''$ . Ces résultats montrent que la résistance aux chocs mécaniques est davantage contrôlée par les paramètres d'initiation que de propagation des fissures. Ces résultats vont dans le même sens que ceux de Ratle et al. (1996). Cependant, nous pensons que l'interprétation doit plutôt être basée sur la notion de propagation sous critique, telle que nous l'avons expliqué dans la partie théorique. En effet, la contrainte appliquée à l'échantillon étant plus faible que le module de rupture, chaque choc fait avancer la fissure d'un incrément. Le nombre de chocs fatals à l'échantillon ( $N$ ) dépend de la différence entre la taille initiale de la pré-fissure et la taille critique de la fissure atteinte après le choc  $N-1$ . Puisque cette dernière dépend de la contrainte appliquée et non pas de la nature du matériau, le nombre  $N$  va dépendre uniquement de la taille de la fissure initiale. La résistance dans ce cas dépend de la taille de la fissure initiale et par conséquent du module de rupture original.

En conclusion nous pouvons dire que, conformément à l'approche théorique développée plus haut, la résistance aux chocs mécaniques sera toujours contrôlée par les mêmes paramètres, quelque soit le degré de frittage. Ainsi, les critères de sélection des matériaux réfractaires dégagés pour ce type de sollicitation ne dépendent pas de la température de cuisson.

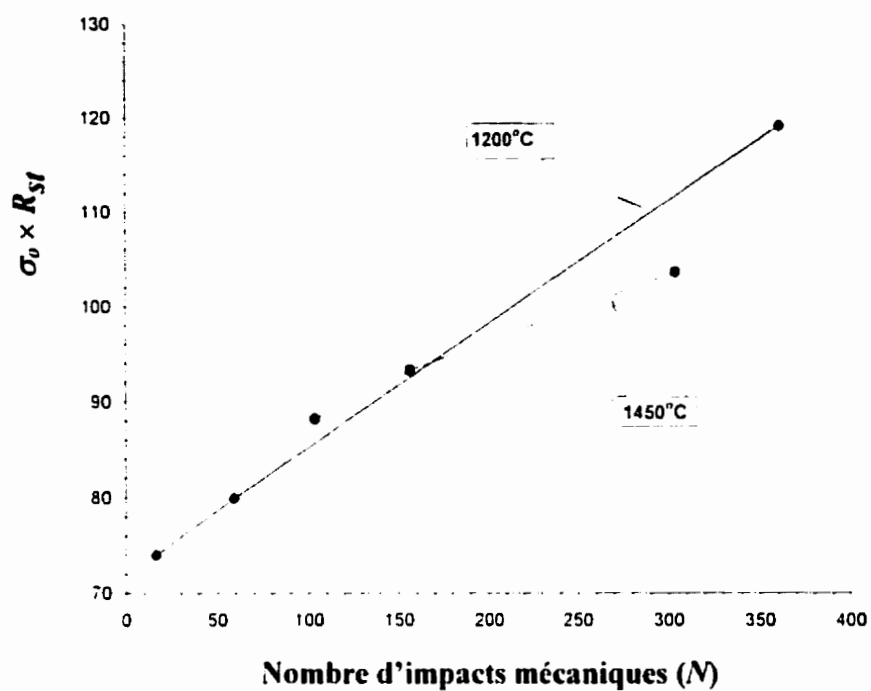


Figure 6-9 Le paramètre  $\sigma_0 \times R_{St}$  en fonction de la résistance aux impacts mécaniques  $N$ .

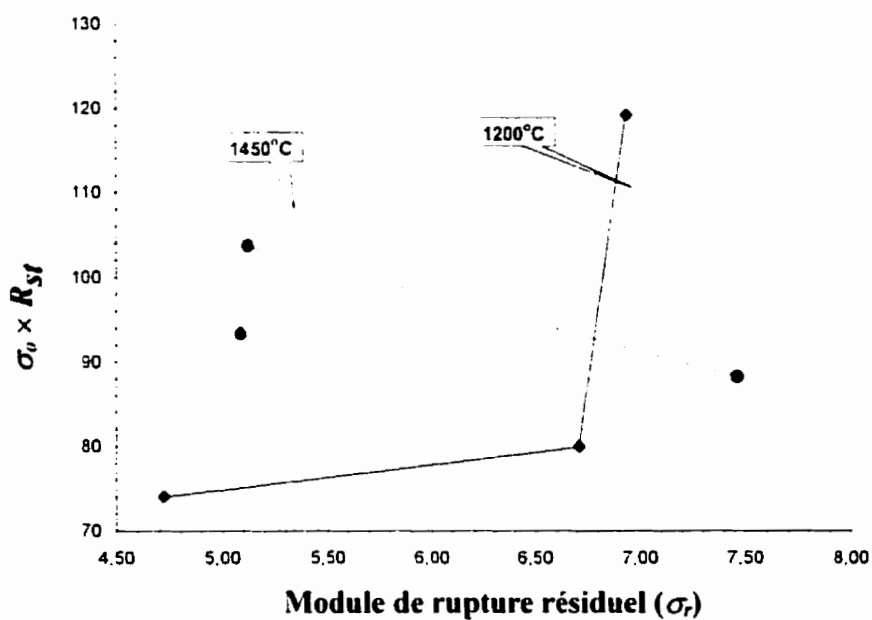


Figure 6-10 : Le paramètre  $\sigma_0 \times R_{St}$  en fonction de la résistance aux chocs thermiques  $\sigma_r$ .

### 6.3.2.3 Chocs thermiques

Dans le cas des chocs thermiques, le module de rupture résiduel,  $\sigma_r$ , est bien corrélé avec le module de rupture original,  $\sigma_o$  (95%), ainsi qu'avec le paramètre  $\sigma_o \times R_{st}$  (67%) pour des bétons cuits à basse température (1200 °C), comme le montre le tableau 6-3 et la figure 6-10. Ces résultats valident les travaux antérieurs (Ratle et al. 1996). Cependant, nous proposons une nouvelle interprétation basée sur les développements théoriques que nous avons présentés dans les chapitres 4 et 6. En effet, dans un cas comme celui-là, où le degré de frittage est assez faible, nous avons montré que l'énergie de rupture dépend du nombre et de la taille des pré-fissures et de la porosité. Ainsi, plus les pré-fissures sont longues, moins leur propagation nécessite d'énergie. Pour une même sollicitation, la fissure initiale la plus longue conduira à la fissure finale la plus longue. Il y a donc une corrélation entre la longueur de la fissure initiale et celle de la longueur finale. Comme le module de rupture est inversement proportionnel à la longueur de la pré-fissure, nous pouvons conclure qu'il y a une corrélation entre le module de rupture original avant choc thermique, et le module de rupture résiduel après choc thermique.

Si nous considérons les bétons cuits à haute température (1450 °C), nous remarquons une corrélation négative entre le module de rupture résiduel,  $\sigma_r$ , et le module de rupture original,  $\sigma_o$  (-64%), ainsi qu'avec le paramètre  $\sigma_o \times R_{st}$  (-74%), comme le montre le tableau 6-3 et la figure 6-10. Ces résultats contredisent les travaux de Ratle et al. (1996). Nous pensons qu'ils s'expliquent aisément par l'approche théorique que nous proposons et que nous avons présentés dans les chapitres 4 et 6. En effet, dans ce cas où le degré de frittage est assez élevé, nous avons montré que l'énergie de rupture ne dépend pas du nombre ni de la taille des pré-fissures, ni de la porosité, ou du moins cette dépendance est faible. Ainsi, le comportement des matériaux réfractaires va ressembler à celui des céramiques denses et dépendra davantage de la nature de la sollicitation. Comme dans le cas des chocs thermiques, nous sommes en présence d'une sollicitation à déformation

imposée. Dans ce cas, plus la fissure initiale sera courte, plus elle conduira à une fissure finale plus longue. La taille de la fissure initiale et celle de la fissure finale vont donc varier de façon opposée. Nous pouvons conclure qu'il doit y avoir une corrélation négative entre le module de rupture originel avant choc thermique et le module de rupture résiduel après choc thermique.

En conclusion, nous pouvons dire que le comportement des matériaux réfractaires face aux chocs thermiques dépend du degré de frittage. Le critère de sélection du matériau le plus performant ne sera donc pas le même si la température de cuisson est changée.

#### **6.3.2.4 Corrélation entre les chocs thermiques et les chocs mécaniques**

Dans le cas de la corrélation il faut aussi distinguer deux cas. Lorsque le degré de frittage est faible (1200 °C) nous pouvons constater (tableau 6-3) qu'il y a une corrélation positive entre les deux résistances (67%). Ce résultat va dans le même sens que les travaux de Ratle et al. (Ratle 1996). Par contre, lorsque le degré de frittage est élevé (1450 °C), cette corrélation devient négative (-74%) ce qui est en contradiction avec les travaux de Ratle et al. (Ratle 1996). Ces résultats confirment par contre notre approche théorique développée dans la section 6.2. En effet, nous avons montré dans cette partie que lorsque le degré de frittage est faible, le comportement des matériaux face à une sollicitation mécanique varie de la même manière que pour une sollicitation thermique (Fig 6-6). Cependant, lorsque le degré de frittage est assez important, les deux comportements sont opposés (Fig 6-5).

En conclusion, nous pouvons dire que la corrélation entre les deux mécanismes (chocs thermiques et impacts mécaniques) dépend du degré de frittage. Ainsi lorsque la température de cuisson est assez faible, maximiser la résistance aux chocs thermiques d'un réfractaire contribue à maximiser sa résistance aux chocs mécaniques. Par contre,

lorsque la température de cuisson est élevée, nous ne pouvons pas maximiser les deux résistances, il faut par conséquent choisir entre la résistance mécanique ou thermique.

## **6.4 EFFET DE LA DURÉE DE SÉJOUR**

### **6.4.1 Introduction**

Certains des matériaux évalués au cours de cette étude ont montré un comportement imprévisible (Sebbani 1998). Entre autres, au cours des essais de chocs mécaniques, des échantillons des produits BT4 cuits à 800°C et à 1000 °C ont présenté une résistance exceptionnelle. Plusieurs hypothèses ont été émises pour expliquer un tel comportement (Sebbani 1998, Ntakaburimvo 2001). Comme la température d'essai (900 °C) est proche des températures de cuisson, nous pensons que des transformations de phases au sein du matériau continuent d'avoir lieu durant le temps de séjour dans le four pendant l'essai. Ces transformations contribuent à poursuivre le processus de frittage du réfractaire. L'effet probable du temps de séjour au cours des essais devrait donc être pris en considération. Ceci nous a amené, durant toutes les expériences que nous avons menées, à inclure systématiquement un échantillon de référence afin de dissocier l'effet du séjour prolongé dans un four à haute température des différents comportements que nous voulions étudier. Les observations que nous avons pu faire nous ont conduit à ajuster au fur et à mesure notre procédure expérimentale. Nous sommes arrivés à la conclusion que la durée de séjour influence le comportement des bétons réfractaires et pourrait par conséquent fausser l'interprétation des résultats si aucune précaution n'est prise. Cependant, l'étude de l'effet du temps de séjour sort du cadre de cette thèse et de plus une étude rigoureuse aurait nécessité beaucoup plus de temps et d'échantillons. Nous n'avons donc pas pu mener cette étude de façon systématique et complète. Nous nous contentons par conséquent dans cette partie d'énumérer quelques observations et d'indiquer des pistes que nous avons soupçonnées.

### 6.4.2 Résultats préliminaires

Tous les tests qui incluent la corrosion durent 96 heures. Dans l'étude de l'interaction entre les chocs mécaniques et la corrosion, le test mécanique était fait après 48 heures au début de cette étude. Pendant les premiers tests, nous avons remarqué que les échantillons qui avaient passé tout ce temps dans le four étaient beaucoup plus résistants que les mêmes échantillons testés après seulement une heure. Cette résistance était telle que nous n'étions pas en mesure de rompre les échantillons dans un délai raisonnable. Ceci nous a amené, entre autres, à augmenter le niveau d'énergie d'impact.

Afin de comprendre ce comportement, nous avons fait quelques tests qui ne s'inscrivent cependant pas directement dans le cadre de cette thèse. Ces tests ont consisté à mesurer différentes propriétés (le module d'Young,  $E$ , la ténacité,  $K_{IC}$ , le module de rupture,  $\sigma$ , et la porosité,  $P$ ) sur des échantillons ayant passé 96 heures dans un four à 900 °C. Ces valeurs ont été comparées à ceux d'échantillons de référence comme le montre le tableau 6-4.

### 6.4.3 Discussions

En dehors du module d'Young qui présente une diminution systématique et significative (de l'ordre de 10%) après un séjour à haute température de l'échantillon, les autres propriétés ne varient pas de façon significative (Tableau 6-4). Nous ne pouvons pas par conséquent tirer de conclusion claire pour interpréter cette augmentation significative de la résistance aux chocs mécaniques. Toutefois, si nous nous référons aux travaux exposés au chapitre 5, la résistance aux chocs mécaniques était obtenu à partir de l'équation (5-1). À partir de cette équation ( $\frac{da}{dN} = AK_I^n$ ), et des suivantes, on a pu conclure que la résistance aux chocs mécaniques ( $N$ ) dépend, entre autre, du coefficient

“ $n$ ” qui dépend à son tour de la nature du matériau. Or nous avons démontré au chapitre 5 que ce coefficient dépendait de la température de cuisson. Ainsi, nous avons vu au paragraphe 5.3.2 que plus la température de cuisson était élevée, plus le coefficient “ $n$ ” était faible (Fig. 5-1). Si l’augmentation de la durée du séjour jouait un rôle analogue à l’augmentation de la température de cuisson, le phénomène observé trouve son explication. En effet, si l’augmentation de la durée du séjour, pendant un test, modifie le coefficient “ $n$ ”, cela se répercute sur la résistance à la fatigue par impact. Cette hypothèse pourrait alors expliquer deux résultats. D’abord le fait que cette modification du comportement n’a été observée que dans le cas de la fatigue par impact. Ce résultat devient alors évident puisque seul un comportement en fatigue fait intervenir le coefficient “ $n$ ”. Ensuite, l’augmentation spectaculaire de la résistance aux impacts devient évidente aussi puisque le coefficient en question est sous forme de puissance.

Une étude systématique devrait consister à mesurer différents paramètres, en particulier le coefficient “ $n$ ”, pour différents temps de séjour. Dans le cas où cette hypothèse serait vérifiée, des tests de fatigue thermique pourraient corroborer ces éventuelles conclusions. Une analyse minéralogique devrait aussi être faite dans chaque cas afin de voir l’évolution des différentes phases, et en particulier de la fumée de silice que nous soupçonnons être à l’origine de ce comportement.

Tableau 6-4 : Variation des propriétés après un temps de séjour de 96 heures à une température de 900°C. Les échantillons testés contiennent une entaille comme le montre la figure 3-2.

| Matériaux | $E_o$ (GPa) |       | $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> ) |       | $\sigma_o$ (MPa) |       | P(%)  |       |
|-----------|-------------|-------|----------------------------------|-------|------------------|-------|-------|-------|
|           | Avant       | Après | Avant                            | Après | Avant            | Après | Avant | Après |
| BT1       | 43,2        | 39,5  | 2,22                             | 2,07  | 22,1             | 19,4  | 20,1  | 19,1  |
| BT2       | 23,2        | 21,6  | 1,54                             | 1,28  | 17,3             | 14,0  | 20,6  | 21,3  |
| BT4       | 53,3        | 49,1  | 2,82                             | 2,81  | 27,5             | 28,6  | 16,8  | 18,4  |
| BT5       | 61,7        | 53,8  | 2,32                             | 2,19  | 22,6             | 22,8  | 19,9  | 19,8  |
| Moyenne   | 45,3        | 41,0  | 2,2                              | 2,1   | 22,4             | 21,2  | 19,4  | 19,6  |

## **6.5 EFFET DU MÉTAL LIQUIDE**

### **6.5.1 Introduction**

L'un des principaux rôles des matériaux réfractaires est le confinement de la matière. Avec l'aluminium liquide, il y a pénétration du métal dans le réfractaire qui réagit avec ses oxydes ou encore directement avec l'oxygène. Nous avons vu que lorsqu'une telle réaction s'effectue à partir de la silice, le volume de l'oxyde formé est plus faible alors que dans le cas de la réaction avec l'oxygène il est plus élevé. L'attaque du métal a donc pour conséquence une transformation des phases qui constituent le réfractaire suivi de la modification du réseau des pores et des fissures. Cette modification du réfractaire peut affecter ses propriétés et ses performances. La résistance aux chocs thermiques et/ou aux chocs mécaniques peut donc être modifiée par ces transformations. Si cela se produit il y aura des conséquences sur la corrélation entre ces deux résistances. Nous nous proposons dans cette partie d'étudier le comportement de matériaux réfractaires soumis à des chocs thermiques ou à des chocs mécaniques conjointement à de la corrosion.

### **6.5.2 Matériaux et méthode**

Avant de procéder à un choix des matériaux à étudier, il a fallu connaître leur résistance à la corrosion. Pour cela tous les produits ont subi un test de corrosion seul. Les quatre matériaux qui ont été choisis sont les bétons BT1, BT2, BT4, BT5. Ces matériaux ont été sélectionnés pour la diversité qu'ils manifestent quant à leur résistance à la corrosion. Les briques, par exemple, ont été écartées à cause de leur mauvaise résistance à la corrosion (Sebbani et al. 2000). Nous présenterons d'abord les résultats de corrosion seule pour ces quatre bétons.

### 6.5.3 Tests de corrosion seule

Les tests de corrosion seule ont été faits selon le standard CIREP tel que décrit dans le chapitre 3. Ces tests ont donné le classement du tableau 6-5. Les photos des échantillons corrodés sont donnés aux figures 6-11, 6-12, 6-13 et 6-14.

Tableau 6-5 : Classification des quatre bétons par rapport à leur résistance à la corrosion.

| Produit | Classification selon le standard CIREP |
|---------|----------------------------------------|
| BT1     | 6                                      |
| BT2     | 6                                      |
| BT4     | 4                                      |
| BT5     | 1                                      |

### 6.5.4 Tests de chocs thermiques et mécaniques avec la corrosion

Le déroulement des essais de chocs thermiques, de chocs mécaniques et de corrosion sont réalisés, comme nous l'avons exposé dans le chapitre 3, en plusieurs étapes et dure une semaine complète.

Le premier jour, six (6) échantillons avec la quantité adéquate d'aluminium (soit 3.5 kg) sont introduit dans le four. Ce dernier est ensuite mis en marche. Vers le milieu de l'après midi de cette première journée, l'aluminium atteint sa température de fusion. On ajoute à ce moment la quantité de magnésium nécessaire (175 g, soit 5% de la masse totale de l'aluminium).

En après midi du deuxième jour, soit 24 heures après l'ajout du magnésium, la couche d'oxyde s'étant formée à la surface de l'aluminium liquide est enlevée et le premier essai de choc thermique est effectué sur les échantillons numéro II (choc thermique seul) et numéro V (choc thermique +corrosion). Après l'essai, 70 g de magnésium (soit 2% de la masse totale) sont rajoutés.

Le troisième jour en après midi, soit 48 heures après le premier ajout de magnésium, la même procédure est effectuée. Il s'agit du nettoyage de la couche d'oxyde suivi du deuxième essai de choc thermique et enfin de l'ajout de magnésium.

Le quatrième jour la procédure habituelle est recommencée (nettoyage de la couche d'oxyde suivi du troisième essai de choc thermique et enfin de l'ajout de magnésium). En plus de cette procédure, des tests de chocs mécaniques sont effectués cette journée. Ces tests concernent les échantillons III (choc mécanique seul) et VI (choc mécanique plus corrosion).

Le cinquième jour, tous les échantillons sont retirés de l'aluminium liquide et déposés sur le bord du creuset. Le tout est maintenus dans le four en arrêt de marche.

Le huitième jour lorsque le four est complètement refroidi, les échantillons sont retirés et une nouvelle série de tests est commencée. Cette procédure est résumée dans le tableau 6-6.

Les échantillons qui étaient en contact avec l'aluminium sont alors polis afin d'enlever la couche d'aluminium qui les recouvre. Cette opération est très délicate car elle doit se faire à l'aide d'un papier abrasif à faible vitesse. Cette opération prend énormément de temps (3 jours par échantillon). Ensuite les échantillons polis sont séchés à l'étuve. Ensuite, leur module d'Young est mesuré. Enfin, les échantillons sont découpés afin d'observer l'étendue de leur corrosion.

Tableau 6-6 : Étapes de la procédure expérimentale qui combine les trois mécanismes de dégradation

| Étapes | Jours                 | Temps séparant deux étapes | Procédures                                                                                                                            |
|--------|-----------------------|----------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1      | 1 <sup>er</sup> jour  | 0 heures                   | Introduction des 6 échantillons + 3,5 kg d'aluminium                                                                                  |
| 2      | 1 <sup>er</sup> jour  | 0 heures                   | Démarrage du four                                                                                                                     |
| 3      | 1 <sup>er</sup> jour  | 7 heures                   | Fusion de l'aluminium                                                                                                                 |
| 4      | 1 <sup>er</sup> jour  | 0 heures                   | Ajout de 175 g de magnésium (5%)                                                                                                      |
| 5      | 2 <sup>ème</sup> jour | 24 heures                  | 1 <sup>er</sup> essai de choc thermique pour :<br>★ Échantillon II choc thermique seul<br>★ Échantillon V choc thermique + corrosion  |
| 6      | 2 <sup>ème</sup> jour | 0 heures                   | Ajout de 70 g de magnésium ( 2%)                                                                                                      |
| 7      | 3 <sup>ème</sup> jour | 24 heures                  | 2 <sup>ème</sup> essai de choc thermique pour :<br>★ Échantillon II choc thermique seul<br>★ Échantillon V choc thermique + corrosion |
| 8      | 3 <sup>ème</sup> jour | 0 heures                   | Ajout de 70 g de magnésium ( 2%)                                                                                                      |
| 9      | 4 <sup>ème</sup> jour | 24 heures                  | 3 <sup>ème</sup> essai de choc thermique pour :<br>★ Échantillon II choc thermique seul<br>★ Échantillon V choc thermique + corrosion |
| 10     | 4 <sup>ème</sup> jour | 0 heures                   | Essai de choc mécanique pour :<br>★ Échantillon III choc mécanique seul<br>★ Échantillon VI choc mécanique + corrosion                |
| 11     | 4 <sup>ème</sup> jour | 0 heures                   | Ajout de 70 g de magnésium ( 2%)                                                                                                      |
| 12     | 5 <sup>ème</sup> jour | 24 heures                  | Retrait des échantillons de l'aluminium et maintenu à l'intérieur du four                                                             |
| 13     | 5 <sup>ème</sup> jour | 0 heures                   | Arrêt du four                                                                                                                         |
| 14     | 7 <sup>ème</sup> jour | 48 heures                  | Retrait des échantillons                                                                                                              |

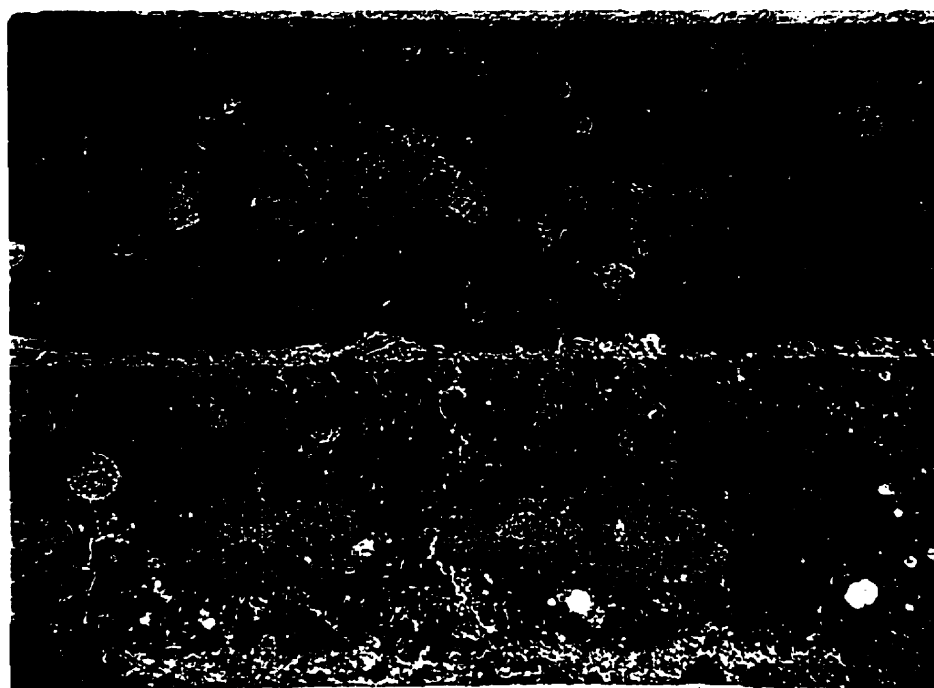


Figure 6-11 : Échantillon BT1 pénétré, décoloré et corrodé.

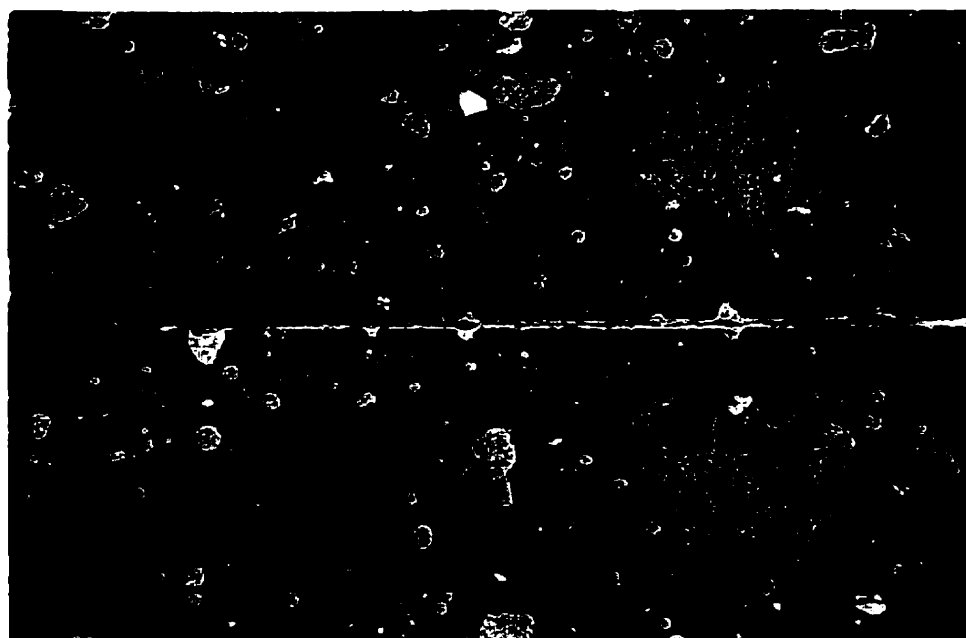


Figure 6-12 : Échantillon BT2 pénétré et décoloré.



Figure 6-13 : Échantillon BT4 montrant une zone décolorée.

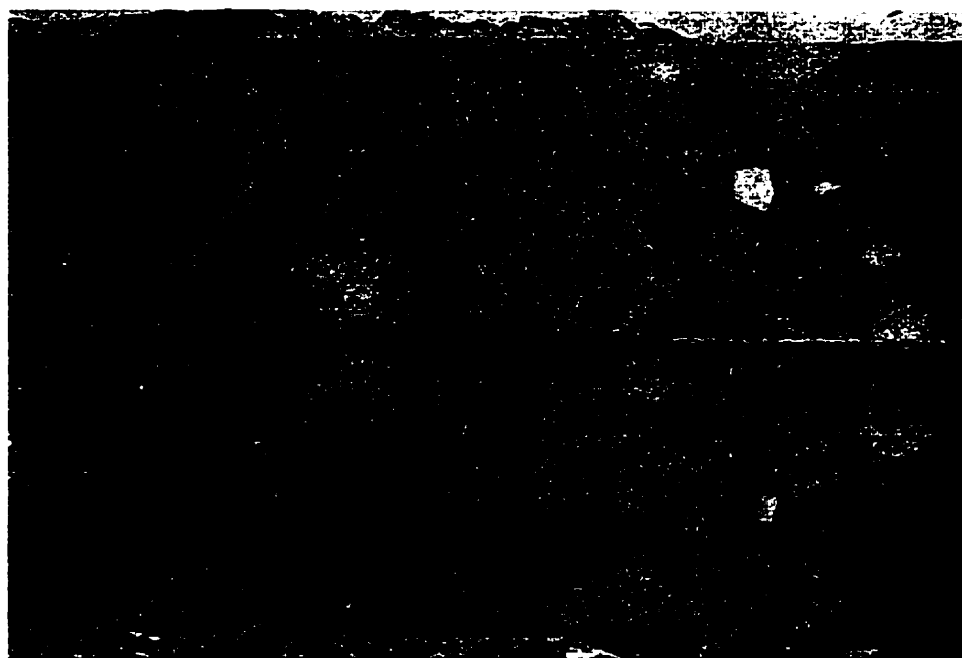


Figure 6-14 : Échantillon BT5 n'ayant subi aucun effet.

Sur la photo de la figure 6-11, on peut remarquer que le matériau BT1 a subi tous les stades de corrosion. La photo montre en effet une pénétration, une décoloration et une corrosion. La pénétration et la décoloration sont claires mais la corrosion doit être confirmée par des observations au microscope optique. La figure 6-15 montre l'échantillon en question où on peut remarquer de la corrosion. Sur la photo 6-12, le matériau BT2 montre une pénétration et une décoloration mais pas de trace de corrosion malgré le fait qu'il est classé de la même façon que l'échantillon précédent (numéro 6). Au microscope optique nous n'avons pas pu voir non plus de région corrodée. L'échantillon BT4 de la figure 6-13 montre seulement une décoloration et il est classé numéro 4, tandis que l'échantillon BT5 (Fig. 6-14) ne montre aucune altération par le métal liquide et a été classé numéro 1.

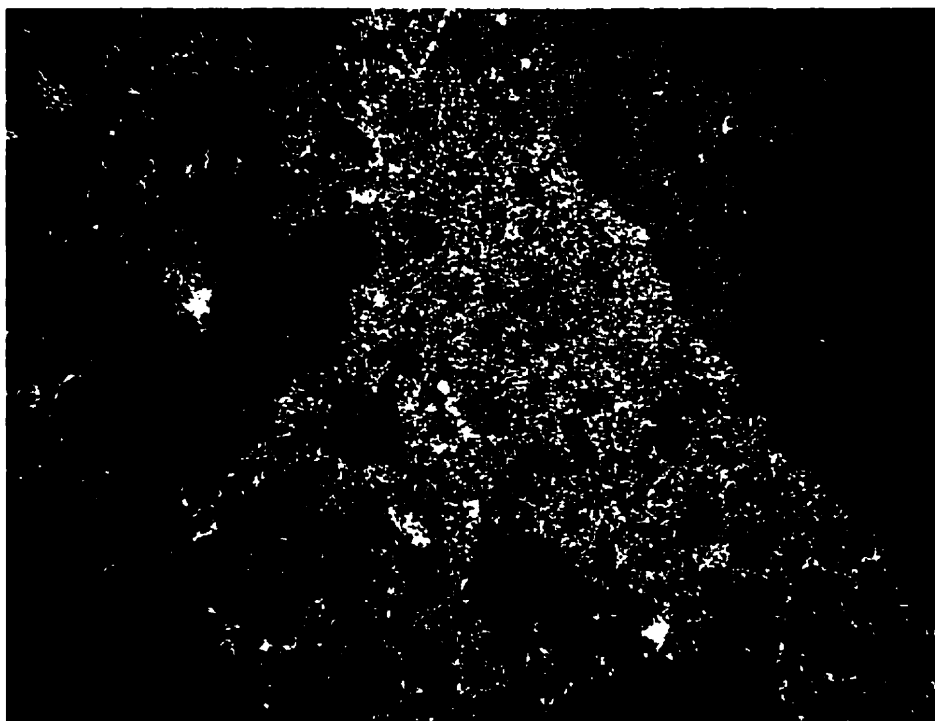


Figure 6-15 : Matériau BT1 corrodé (microscope optique).

### **6.5.5 Chocs thermiques et corrosion**

Dans cette partie nous nous intéressons aux résultats des essais combinés de chocs thermiques et de corrosion. Notre but dans cette thèse est d'examiner l'influence de la corrosion sur les chocs thermiques et non pas l'inverse. Toutefois, nous nous sommes aussi intéressés à l'influence des chocs thermiques sur la corrosion. Deux raisons nous ont conduit à cet intérêt. En premier lieu, supposons qu'après un choc thermique la résistance face à la corrosion soit modifiée. Cela voudrait dire que le matériau serait, par exemple, plus corrodé après un premier choc thermique. Supposons ensuite que la corrosion affecte à son tour la résistance aux chocs thermiques. Cela voudra dire qu'après une corrosion, le matériau sera, par exemple, moins résistant à un choc thermique. Nous pourrions donc après un premier choc favoriser la corrosion qui à son tour affaiblira la résistance du matériau face à un deuxième choc. La résistance aux chocs thermiques sera donc finalement affectée. La deuxième raison réside dans le fait qu'une interaction entre les deux mécanismes pourrait nous induire en erreur quant à l'interprétation des résultats.

#### **6.5.5.1 Influence des chocs thermiques sur la corrosion**

Afin de dégager l'effet d'un mécanisme sur l'autre, nous avons comparé les matériaux qui ont subi une corrosion seule à ceux qui ont subi une corrosion et des chocs thermiques. Les observations n'ont montré aucune différence dans le cas des matériaux BT1 et BT2. Cela est probablement dû au fait que dans les deux cas les matériaux sont trop corrodés (numéro 6). Par contre dans le cas des matériaux BT4 et BT5, une nette modification apparaît. Ainsi, le matériau BT4 est classé numéro 4 (Fig. 6-16) lorsqu'il est soumis à la corrosion seule. Cependant, si en plus de la corrosion il est soumis aux chocs thermiques, il devient numéro 6 comme le montre la figure 6-17. Le matériau BT5

qui est classé numéro 1 (Fig. 6-18) lorsque est soumis à la corrosion seule devient numéro 4 lorsqu'en plus de la corrosion il subit les chocs thermiques (Fig. 6-19).

Ces résultats montrent sans équivoque que les chocs thermiques affaiblissent la résistance à la corrosion. Une observation au microscope montre que le matériau est fissuré sur la face qui a subi un choc thermique (Fig. 6-20). On peut donc conclure que la région du réfractaire qui touche la face qui a subi les chocs thermiques est la région la plus fissurée (Fig. 6-20) et la plus corrodée (Fig. 6-20). Les chocs thermiques vont donc conduire à un état de fissuration avancé et localisé sur la face du matériau sollicité. Cette augmentation du nombre et de la taille des fissures va faciliter l'infiltration du métal.



Figure 6-16 : Matériau BT4 exposé à la corrosion seulement : classement 4.

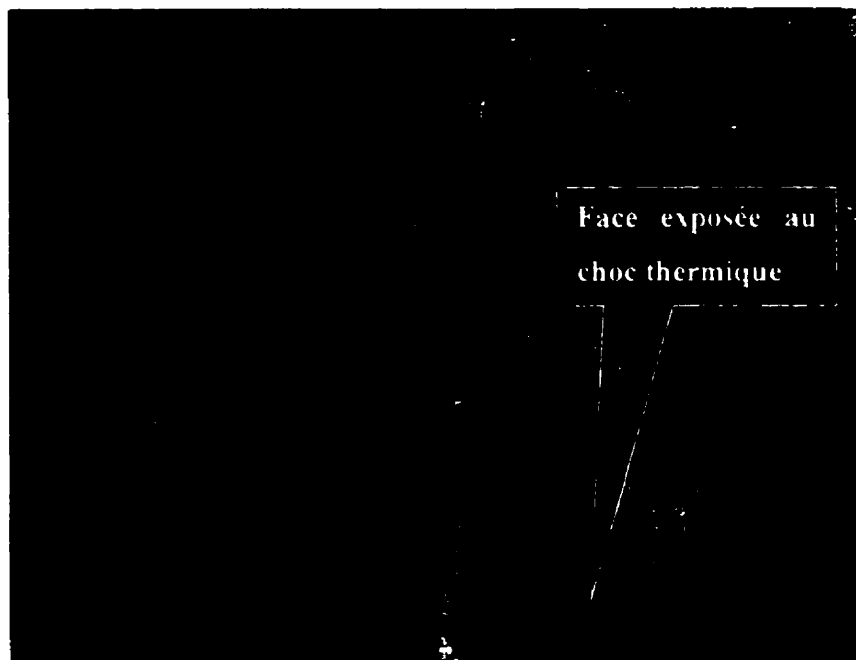


Figure 6-17 : Matériau BT4 exposé à la corrosion et aux chocs thermiques: classement 6.

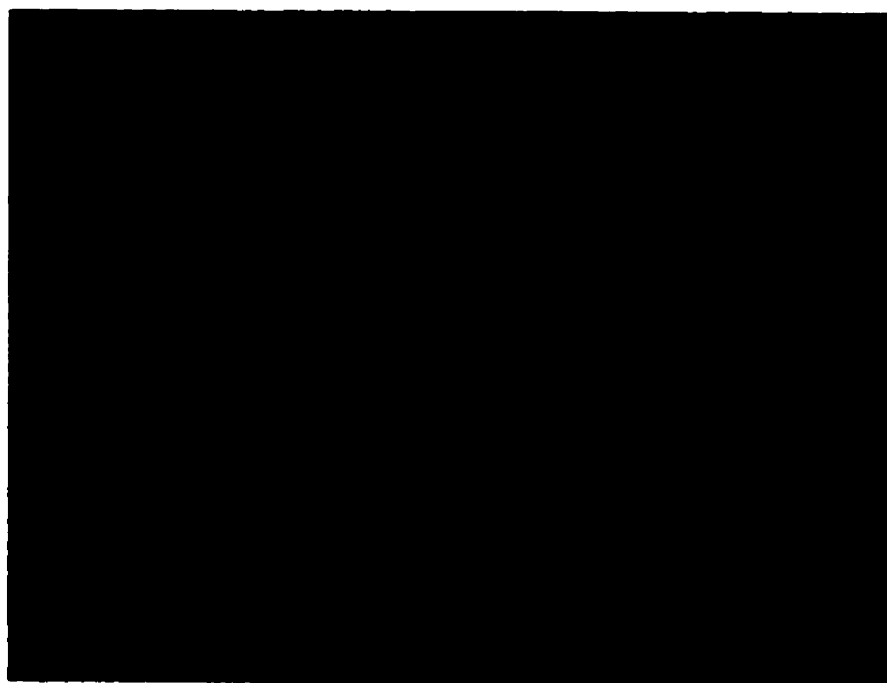


Figure 6-18 : Matériau BT5 exposé à la corrosion seulement (classement 1).

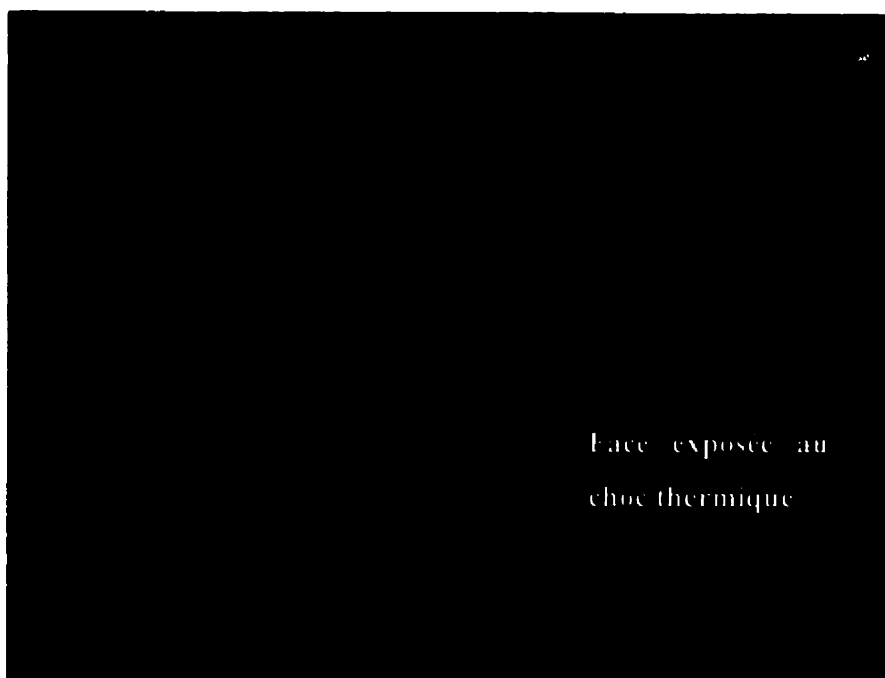


Figure 6-19 : Matériau BT5 exposé à la corrosion et aux chocs thermiques (classement 4).

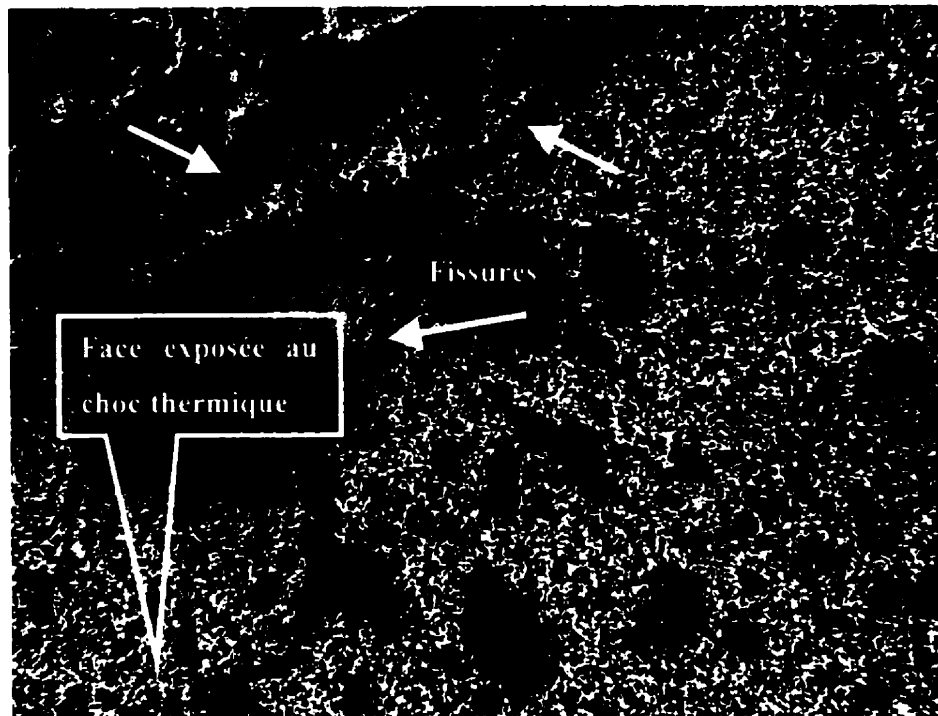


Figure 6-20 : Matériau BT5 exposé à la corrosion et aux chocs thermiques (Microscope optique x50).

#### 6.5.5.2 Influence de la corrosion sur la résistance aux chocs thermiques

La résistance aux chocs thermiques a été évaluée par l'intermédiaire du module d'Young. Cette technique non-destructive a été adoptée car les mesures peuvent être faites avant et après le test pour un même échantillon. Une fois donc les échantillons polis et séchés, des mesures du module d'Young ont été faites. Les résultats de ces mesures sont donnés aux tableaux 6-7 et 6-8.

Le tableau 6-7 montre les valeurs du module d'Young avant (initial) et après chaque expérience (final). Ainsi, pour chaque échantillon (référence I, choc thermique seul II,

corrosion seule IV et corrosion plus choc thermique V) le tableau 6-7 donne le module avant le test ( $E_{initial}$ ), celui après le test ( $E_{final}$ ) et le rapport des deux ( $E_f/E_i$ ).

Le tableau 6-8 montre les valeurs du module d'Young résiduel dans chaque cas. D'abord le rapport entre les valeurs avant le séjour (final) et après le séjour (initial) dans le four, de l'échantillon de référence ( $E_{rf}/E_{ri}$ ). Ensuite le rapport entre les valeurs après choc thermique sur celles du même échantillon avant son introduction dans le four ( $E_{CTf}/E_{CTi}$ ). Puis le rapport des valeurs après choc thermique sur celles de l'échantillon de référence après séjour ( $E_{CTf}/E_{rf}$ ). Enfin le rapport du module d'Young de l'échantillon qui a subi la corrosion plus le choc thermique, sur celui qui a subi la corrosion seule ( $E_{corr+CT}/E_{corr}$ ). La figure 6-21 montre des courbes de la variation de ces différents rapports.

La figure 6-21 représente les variations de tous ces rapports. L'analyse des courbes ainsi obtenues nous a conduit à faire quelques constatations. D'abord, les deux courbes qui représentent le choc thermique sans corrosion varient de la même façon. Ces courbes correspondent à deux façons différentes de caractériser la résistance aux chocs thermiques. Dans l'une, le module d'Young après le choc thermique est comparé au module initial de l'échantillon (avant son introduction dans le four). Dans l'autre, le même module est comparé à celui d'un autre échantillon ayant séjourné dans le four sans subir de choc thermique. On trouve ainsi le même classement des résistances aux chocs thermiques des matériaux testés. La caractérisation de la résistance aux chocs thermiques n'est donc pas affectée par le temps de séjour.

Pour la courbe obtenue avec corrosion, on remarque que l'allure change. Ce changement peut être remarqué pour au moins un matériau parmi les quatre. Ainsi, les matériaux BT4 et BT5 ne sont pas affectés par la corrosion. Comparativement au matériau BT1, le matériau BT2 est le plus affecté. En référence aux figures 6-11 et 6-12, on remarque que ces deux produits n'ont pas été affectés de la même façon par la corrosion. Ainsi, le matériau BT1 (Fig. 6-11) montre des signes de pénétration, de décoloration et de

corrosion. On peut dire que le métal pénétré a réagi, au moins en partie, avec le réfractaire. Ce changement de la structure du réfractaire qui conduit à un composite formé d'aluminium et d'alumine (Fig. 6-15) pourrait freiner la propagation des fissures due aux chocs thermiques. Par contre pour le matériau BT2 (Fig. 6-12), le métal ne semble pas avoir réagi. Le métal est plutôt contenu dans les pores du matériau. À haute température le métal est liquide. Nous pensons que la présence de cette quantité de métal liquide regroupé dans des pores ne contribue pas à freiner la propagation des fissures lors des chocs thermiques.

Cependant, une conclusion sans équivoque est difficile à tirer dans ce cas. En effet, le module d'Young dynamique d'un matériau peut être modifié de plusieurs façons. D'abord, le métal liquide infiltré dans l'échantillon et non réagi peut modifier la fréquence de résonance de ce dernier. Ensuite, la présence de défauts comme les fissures peut aussi affecter le module dynamique. C'est d'ailleurs cette propriété qui nous permet habituellement d'évaluer la dégradation des réfractaires par choc thermique. Enfin, les transformations de phases qui vont avoir lieu au cours de la corrosion par exemple peuvent aussi affecter le module d'élasticité du matériau. Afin de pouvoir démêler ces facteurs, il aurait fallu réaliser une étude qui sort du cadre cette thèse. Dans une telle étude, l'évolution des propriétés de matériaux réfractaires doit être suivie au cours de leur corrosion. Ceci nécessite le suivi des propriétés comme le module d'Young, le module de rupture ou encore l'énergie de rupture d'échantillons ayant séjourné dans l'aluminium pendant des durées différentes. Une analyse de la minéralogie et de la microstructure au cours de la corrosion serait aussi souhaitable.

Tableau 6-7 : Module d'Young de l'échantillon de référence, de celui qui a subi le choc thermique, la corrosion et la corrosion plus choc thermique.

|                               |               | BT1   | BT2   | BT4   | BT5   |
|-------------------------------|---------------|-------|-------|-------|-------|
| Échantillon de référence (I)  | $E_{Initial}$ | 43,2  | 23,9  | 53,5  | 61,7  |
|                               | $E_{Final}$   | 39,5  | 22,2  | 49,3  | 53,8  |
|                               | $E_f/E_i$     | 91,5  | 93,1  | 92,2  | 87,1  |
| Choc thermique(II)            | $E_{Initial}$ | 42,6  | 22,9  | 52,2  | 58,9  |
|                               | $E_{Final}$   | 38,1  | 20,0  | 45,8  | 42,3  |
|                               | $E_f/E_i$     | 89,5  | 87,3  | 87,8  | 71,8  |
| Corrosion (IV)                | $E_{Initial}$ | 47,8  | 23,3  | 51,3  | 48,3  |
|                               | $E_{Final}$   | 161,1 | 80,6  | 62,3  | 88,7  |
|                               | $E_f/E_i$     | 337,0 | 346,6 | 121,3 | 183,8 |
| Corrosion +Choc Thermique (V) | $E_{Initial}$ | 45,2  | 24,7  | 53,6  | 57,4  |
|                               | $E_{Final}$   | 149,5 | 67,3  | 60,4  | 83,2  |
|                               | $E_f/E_i$     | 330,7 | 271,9 | 112,8 | 145,0 |

Tableau 6-8 : Module d'Young résiduel (%) de l'échantillon de référence ( $E_{rf}/E_{ri}$ ), de celui qui a subi un choc thermique ( $E_{CTf}/E_{CTi}$  et  $E_{CTf}/E_{rf}$ ) et de celui qui a subi un choc thermique et la corrosion ( $E_{corr+CT}/E_{corr}$ )

|     | $E_{rf} / E_{ri}$ | $E_{CTf} / E_{CTi}$ | $E_{CTf} / E_{rf}$ | $E_{corr+CT} / E_{corr}$ |
|-----|-------------------|---------------------|--------------------|--------------------------|
| BT1 | 91,5              | 89,5                | 97,8               | 98,1                     |
| BT2 | 93,1              | 87,3                | 93,8               | 78,5                     |
| BT4 | 92,2              | 87,8                | 95,2               | 93,0                     |
| BT5 | 87,1              | 71,8                | 82,4               | 78,9                     |

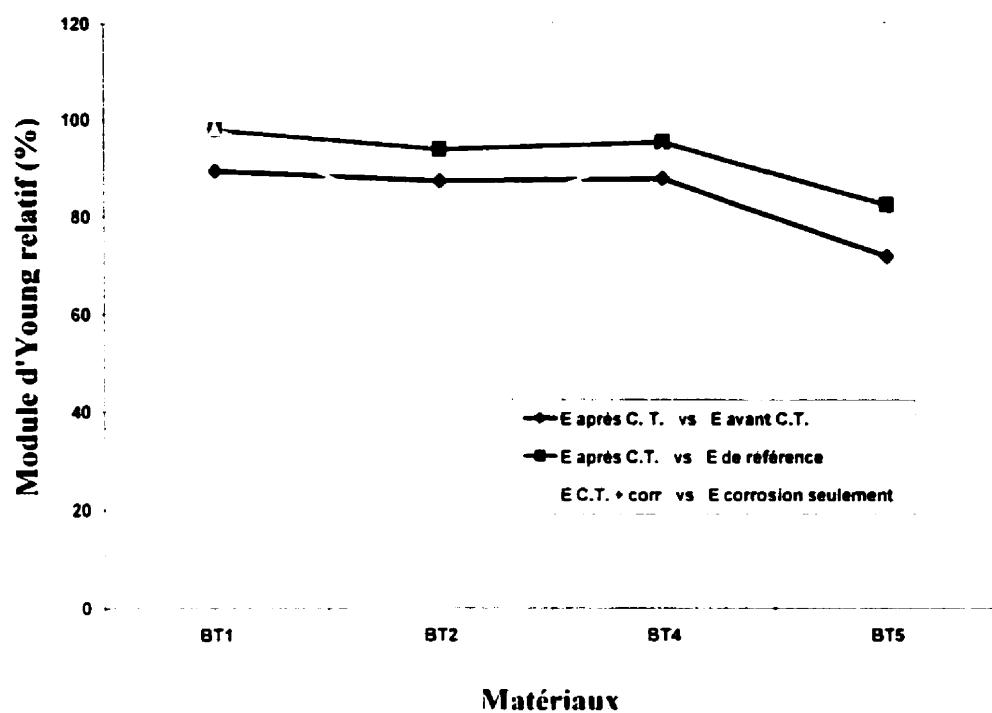


Figure 6-21 : Influence de la corrosion sur les chocs thermiques.

### 6.5.6 Chocs mécaniques et corrosion

Les chocs mécaniques ont été fait après 72 heures pour deux échantillons (III et VI). L'échantillon III ayant juste séjourné dans le four alors que l'échantillon VI était immergé dans le métal liquide. Les résultats des tests sont donnés au tableau 6-9.

Nous pouvons remarquer qu'en dehors du matériau BT1 la résistance aux chocs mécaniques n'a pas été influencée par la corrosion. Le matériau BT1 montre par contre une chute importante de cette résistance. Étant donné que c'est le seul matériau corrodé complètement, nous pensons que la corrosion baisse la résistance aux chocs mécaniques. Ainsi donc, la pénétration ou décoloration ne semblent pas modifier la réponse face aux chocs mécaniques. Nous avons vu que la corrosion peut se faire de deux façons. Lorsque l'aluminium réagit avec la silice, les produits seront l'alumine et le silicium. Le volume de l'oxyde produit est plus faible que celui du réactif. Une autre réaction est possible: soit l'oxydation directe de l'aluminium au contact de l'oxygène. Dans ce cas les produits occupent un volume plus grand que les réactifs. Dans un cas comme dans l'autre des défauts sont introduits dans le réfractaire. Or la résistance mécanique diminue lorsque la sévérité des défauts augmente.

Nous pensons aussi que l'énergie de rupture, tout comme d'autres propriétés d'ailleurs, va être affectée par la corrosion. Sa variation va se répercuter de façon différente sur les deux résistances mécaniques. En effet, la résistance aux chocs thermiques varie de la même façon que l'énergie de rupture puisque les paramètres  $R'''$  et  $R_{st}$  sont tous les deux proportionnels à cette énergie. Par contre, la résistance aux chocs mécaniques est inversement proportionnelle à cette énergie via le paramètre  $(R''')^{-1}$ .

Tableau 6-9 : Résultats des chocs mécaniques avec corrosion.

|            | <b>Choc mécanique<br/>seul</b> | <b>Choc mécanique<br/>avec corrosion</b> |
|------------|--------------------------------|------------------------------------------|
| <b>BT1</b> | <b>237</b>                     | <b>149</b>                               |
| <b>BT2</b> | <b>38</b>                      | <b>45</b>                                |
| <b>BT4</b> | <b>163</b>                     | <b>151</b>                               |
| <b>BT5</b> | <b>410</b>                     | <b>435</b>                               |

## 6.6 CONCLUSION

Dans cette partie nous avons pu montrer de façon théorique et expérimentale que les sollicitations mécaniques et thermiques ne peuvent être corrélées qu'exceptionnellement. Ainsi du fait que les chocs thermiques sont des sollicitations à déformation imposée ce sont les fissures les plus courtes qui sont les plus néfastes. Pour les chocs mécaniques qui sont des sollicitations à contrainte imposée, se sont les fissures les plus longues qui sont les plus néfastes. Toutefois, nous avons vu que le degré de frittage, par exemple, peut modifier cette situation en affectant l'énergie de rupture. Par conséquent, tout ce qui contribue à augmenter le frittage va diminuer la corrélation entre les deux mécanismes. C'est le cas de la température et de la durée de cuisson, mais c'est aussi le cas de la température et de la durée de séjour en service. C'est probablement aussi le cas de la corrosion.

## CHAPITRE 7. CONCLUSION GÉNÉRALE

### 7.1 RAPPEL DES OBJECTIFS

Utilisés comme revêtement des fours, les matériaux réfractaires sont exposés à des conditions de service très sévères. Plusieurs mécanismes de dégradations (chocs thermiques, chocs mécaniques, corrosion, abrasion...) contribuent à leur détérioration. Les sollicitations que subissent les matériaux réfractaires peuvent être scindées en trois catégories. Il s'agit des sollicitations thermiques, mécaniques et chimiques. Le groupe des sollicitations thermiques est formé de tous les mécanismes qui font intervenir une variation de la température. Cette variation peut être quasi-statique ou brutale, simple ou cyclique, critique ou sous-critique. Les sollicitations mécaniques quant à elles offrent la même diversité. Ils s'agit des impacts ou de l'abrasion, de sollicitations lentes ou brutales....Enfin, le dernier groupe renferme toutes les attaques de type chimiques. Elles peuvent être dues au métal liquide ou à l'atmosphère du four. La prédiction du comportement des matériaux réfractaires en service passe par la connaissance de leur réponse face à toutes ces sollicitations.

Les conditions d'utilisation font des chocs thermiques et des chocs mécaniques des mécanismes de dégradation très importants. En effet, la température d'utilisation étant très élevée, les fluctuations de températures sont fréquentes et peuvent être importantes. De la même façon, les chargements mécaniques sont très fréquents dans les fours suites aux diverses opérations de nettoyage, de chargements et autres...

La compréhension de la résistance à la dégradation, par chocs thermiques et par chocs mécaniques, est donc incontournable pour prédire la durée de vie des réfractaires dans les fours de maintien et de fonte de l'aluminium. Cependant, l'étude des mécanismes

de dégradation séparément ne nous semble pas suffisante puisque les réfractaires subissent toutes les sollicitations en service. Nous nous sommes donc intéressés à l'étude de la corrélation entre la résistance à chacun de ces deux mécanismes.

Ainsi, la principale question à laquelle nous avons tenté de répondre a été : y a-t-il une corrélation entre la résistance aux chocs thermiques et aux chocs mécaniques?

Pour répondre à cette question nous avons commencé par une étude bibliographique, théorique et expérimentale de chacun de ces deux mécanismes de dégradation. Ensuite, une troisième étude bibliographique, théorique et expérimentale a été faite sur la corrélation entre la résistance aux chocs thermiques et aux chocs mécaniques.

Le but recherché dans l'étude théorique préalable a été de choisir, et le cas échéant d'établir, des paramètres de performances qui peuvent jouer le rôle de critère de sélection pour chacun des deux mécanismes de dégradation étudiés. La partie expérimentale dans ce cas a pour but de valider l'analyse théorique et, le cas échéant, les paramètres de performances établis dans la partie théorique. À l'issue de cette étude préalable, nous sommes passés à la question de la corrélation proprement dite. Le but de cette partie de l'étude, a été de dégager théoriquement les similitudes (ou les différences) entre les deux mécanismes. Ensuite, de valider expérimentalement les conclusions théoriques. La dernière étape a été enfin d'examiner les facteurs qui peuvent influencer cette corrélation. Ces facteurs sont les procédés de fabrication et les conditions d'utilisation.

## 7.2 SYNTHÈSE DES RÉSULTATS

Avant de faire la synthèse des différents résultats auxquels nous sommes arrivés dans ce travail, nous allons commencer par faire l'inventaire des principaux faits saillants.

### 7.2.1 Faits saillants

L'ensemble des contributions se situe au niveau du montage expérimental, des analyses théoriques et des résultats expérimentaux :

#### 7.2.1.1 Contributions à la mise au point du montage :

- ★ Conception d'un creuset qui permet la réalisation des trois sollicitations simultanément ou séparément.
- ★ Conception d'une plaque métallique refroidie à l'eau pour faire des chocs thermiques.
- ★ Adoption d'une forme unique des échantillons.

#### 7.2.1.2 Contributions théoriques :

- ★ Mise en évidence des limites de validité des principales approches qui décrivent le comportement des céramiques et des réfractaires face aux chocs thermiques.
- ★ Équivalence entre les approches de Bahr et d'Hasselman pour les chocs thermiques.
- ★ Généralisation de l'approche d'Hasselman.
- ★ Nouvelles interprétations des paramètres de performance des chocs thermiques. Établissement du caractère intrinsèque du paramètre  $R_{st}$ .

- ★ Influence de la porosité et de la taille des fissures sur l'énergie de rupture.
- ★ Conséquences sur le comportement des matériaux réfractaires face aux chocs thermiques.
- ★ Explication du comportement des matériaux réfractaires face aux chocs thermiques cycliques.
- ★ Interprétation de travaux antérieurs sur les chocs thermiques cycliques.
- ★ Analyse théorique de la fatigue par impacts mécaniques.
- ★ Nouveau paramètre de performance pour les impacts mécaniques.
- ★ Équivalence entre la fatigue thermique et la fatigue par impacts mécaniques.
- ★ Interprétation de travaux antérieurs sur la fatigue par impacts mécaniques.
- ★ Comportement critique et sous-critique sous l'effet de sollicitations à contraintes imposées.
- ★ Comportement critique et sous-critique sous l'effet de sollicitations à déformations imposées.
- ★ Opposition du comportement des matériaux soumis à des sollicitations à déformation et à contraintes imposées.
- ★ Influence de l'énergie de rupture sur la similitude entre les sollicitations à déformation et à contraintes imposées.
- ★ Effet de la densité sur la corrélation entre les sollicitations thermiques et les sollicitations mécaniques.

#### **7.2.1.3 Contributions expérimentales :**

- ★ Influence de la porosité et de la taille des fissures sur l'énergie de rupture.
- ★ Influence de la porosité sur la corrélation entre le module de rupture résiduel ( $\sigma_r$ ) après choc thermique et le module de rupture original avant choc thermique ( $\sigma_o$ ).

- ★ Influence de la porosité sur la corrélation entre la taille des fissures résiduelle ( $a_r$ ) après choc thermique et la taille des fissures originelles avant choc thermique ( $a_o$ ).
- ★ Influence de la porosité sur la validité du modèle d'Hasselman.
- ★ Influence de la densité sur le comportement face aux chocs thermiques.
- ★ Influence de la porosité sur la validité du paramètre de performance du choc thermique ( $R'''$ ).
- ★ Vérification du caractère intrinsèque du paramètre de performance  $R_{st}$ .
- ★ Validation de l'analyse théorique de la fatigue par impacts mécaniques.
- ★ Validation du nouveau paramètre de performance pour les impacts mécaniques.
- ★ Influence du frittage sur la résistance à la fatigue par impacts mécaniques.
- ★ Effet de la température de cuisson sur le comportement face aux chocs thermiques.
- ★ Effet de la température de cuisson sur le comportement face aux chocs mécaniques.
- ★ Influence de la température de cuisson sur la corrélation entre les chocs thermiques et mécaniques.
- ★ Effet du frittage sur la corrélation entre les chocs thermiques et mécaniques.
- ★ Mise en évidence de l'effet de la durée de séjour.
- ★ Effet de la corrosion sur la résistance aux chocs mécaniques.
- ★ Effet de la corrosion sur la résistance aux chocs thermiques.
- ★ Effet des chocs thermiques sur résistance à la corrosion.

### 7.2.2 Analyse des résultats

L'étude préalable nous a permis de mieux comprendre chacun de ces deux mécanismes. Ainsi, dans le cas des chocs mécaniques nous avons pu démontrer, de manière théorique et expérimentale, que la résistance des matériaux réfractaires peut être corrélée avec le

paramètre  $\left( \frac{\sigma_0^2}{E\gamma_{wof}} \right)^{\frac{n-2}{2}}$ . Ce nouveau paramètre nous a permis d'expliquer la corrélation

statistique entre la résistance aux impacts mécaniques et le paramètre  $\sigma_0 \times R_{st}$  établi par des travaux antérieurs. Nous avons pu établir expérimentalement que le frittage contribue à rendre les réfractaires plus résistants à ce type de sollicitations, notamment en diminuant le coefficient " $n$ ". Dans cette partie de l'étude nous avons pu démontrer, théoriquement cette fois, l'équivalence entre la fatigue thermique et la fatigue par impacts. Le gradient thermique imposé dans le premier cas joue le même rôle que la hauteur du projectile dans le second cas. Le résultat le plus important dans l'étude des sollicitations mécaniques est d'être arrivé à la conclusion que toutes les catégories de matériaux réfractaires ont le même comportement. Cette généralisation facilite la tâche quand on veut trouver un critère de sélection.

Si dans le cas des sollicitations mécaniques la difficulté réside plus au niveau expérimental, dans le cas des chocs thermiques par contre c'est l'étape la plus simple. En effet, la simulation des chocs thermiques est un test très simple à faire. Par contre, toutes les autres étapes de l'étude de ce type de sollicitations sont très difficiles à réaliser. Que ce soit au niveau bibliographique ou théorique, l'étude des chocs thermiques n'aboutit pas à une généralisation qui est susceptible de permettre de dégager un critère *unique* de sélection. D'abord, dans la littérature on trouve plusieurs modèles sans qu'on puisse trancher en faveur de l'un ou l'autre. De toutes ces études on peut dégager essentiellement trois approches. Il s'agit des approches d'Hasselman, de Bahr et d'Harmuth. Dans cette étude nous avons pu démontrer que les modèles d'Hasselman et de Bahr, apparemment distincts, sont en fait équivalents. Ainsi, nous avons pu établir que le modèle de Bahr peut être considéré comme une généralisation du modèle d'Hasselman. Le nombre des modèles a pu être ainsi réduit à deux au lieu de trois. Nous avons pu constater qu'aucune de ces deux approches ne pouvait s'étendre à tous les matériaux réfractaires. Ainsi, la généralisation de l'approche d'Hasselman est d'autant plus vraie que les matériaux considérés sont denses alors que celle d'Harmuth est vraie

dans le cas contraire. L'étude de l'influence de la porosité sur l'énergie de rupture nous a permis de démontrer que cette influence permet d'expliquer le comportement des matériaux moins denses. L'absence de généralisation dans ce cas fait que les paramètres qui peuvent être corrélés avec la résistance aux chocs thermiques dépendent du type de réfractaire en question. Le degré de frittage, en particulier, joue un rôle déterminant dans ce sens. Le principal résultat dans l'étude des sollicitations thermiques est d'être arrivé à la conclusion que les différentes catégories des matériaux réfractaires n'ont pas le même comportement.

L'examen de la corrélation entre les deux mécanismes nous a permis de montrer, de façon théorique et expérimentale, que les sollicitations mécaniques et thermiques ne peuvent être corrélées qu'exceptionnellement. Nous avons vu que dans le cas des chocs thermiques, qui sont des sollicitations à déformation imposée, ce sont les fissures les plus courtes qui sont les plus dangereuses. Par contre dans le cas des chocs mécaniques, qui sont des sollicitations à contrainte imposée, se sont les fissures les plus longues qui sont les plus néfastes. Ces résultats excluent, a priori, toute similitude entre les deux mécanismes. Toutefois nous avons vu que le degré de frittage, par exemple, peut modifier cette situation en affectant l'énergie de rupture. Par conséquent tout ce qui contribue à augmenter le frittage va diminuer la corrélation entre les deux mécanismes. Ainsi, lorsque le frittage est faible, on peut maximiser la résistance aux deux mécanismes simultanément. Par contre, lorsque le degré de frittage est élevé, il faut faire un choix et maximiser la résistance à un seul de ces mécanismes. Ainsi, les matériaux réfractaires forment un groupe disparate contenant des produits dont le comportement se rapproche soit de celui des bétons du génie civil ou encore de ceux dont le comportement est plus près des céramiques denses.

### 7.3 PERSPECTIVES

La durée de vie des matériaux réfractaires est affectée par les différents mécanismes de dégradation, ce qui a justifié l'important effort qui a été fait pour étudier ces derniers. Cependant, la majorité de ces études ont été faites sur chaque mécanisme séparément. Les résultats de ces démarches ont conduit à faire des choix, et d'optimiser l'une ou l'autre résistance. Ainsi, si on choisit des matériaux denses, on opte pour une bonne résistance mécanique et chimique au détriment de la résistance thermique. Toutefois, nous avons montré que les chocs thermiques entraînent une diminution de la résistance à la corrosion, qui à son tour entraîne une diminution de la résistance mécanique. Ceci nous entraîne donc dans une sorte de cercle vicieux. L'étude des performances des matériaux réfractaires doit passer, à notre avis, par l'étude de l'interaction entre les chocs thermiques et la corrosion. Nous devons être en mesure, non pas de prédire la résistance à chacun de ces deux mécanismes, mais de comprendre les interactions qui favorisent la pénétration du métal après un choc thermique.

L'effet des différents aspects de la corrosion (pénétration, décoloration et corrosion) sur les différentes propriétés des matériaux est sans aucun doute incontournable pour arriver à l'optimisation des performances recherchée. Ceci nécessite le suivi des paramètres comme le module d'Young, le module de rupture, l'énergie de rupture mais aussi, la microstructure d'échantillons ayant séjourné dans l'aluminium pendant des durées différentes.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

AFSHAR S., ALLAIRE C. (1996). The corrosion of refractories by molten aluminium. JOM, 23-27.

ALLAIRE C. (2000). Cours de céramiques 5.558, notes de cours.

ASTM Standard C 830-88. Standard test methods for apparent porosity, apparent specific gravity and bulk density of refractory shapes by vacuum pressure. Annual book of ASTM standards, 15.02, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA.

ASTM Standard C 1295-94 (1995). Standard test method for dynamic Young's, shear and Poisson's ratio for advanced ceramics by impulse excitation of vibration. Annual book of ASTM standards, 15.02, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA.

ASTM Standard (1995). E-399-90, Annual book of ASTM standards, American Society for Testing and Materials, 15.02, Philadelphia, PA.

BAHR, H.A., WEISS, H. J. (1985). Thermal stress cracking. Current topics in materials science, 12, E. Kaldis, Amsterdam, North-Holland, 317-.

BAHR, H.A., WEISS, H. J. (1986). Thermal-shock crack patterns explained by single and multiple crack propagation. J. Mater. Sci., 21, 2716-2720..

BAHR, H.A., BAHLKE, H., KUNA, M., LIESK, H. (1987). Fracture analysis of a single edge cracked strip under thermal shock. Theor. Appl. Fract. Mech., 8, 33-39.

BAHR, H.A., WEISS, H. J., MASHLKE, H. G., MEISSEN, F. (1988). Multiple crack propagation in a strip caused by thermal shock. Theor. Appl. Fract. Mech., 10, 219-226,.

BAHR, H.A., FELT, T., HAHN, I., MUNZ, D., PFLUGBEIL, I. (1993). Fracture mechanics treatment of thermal shock and effect of bridging stresses. Thermal shock and thermal fatigue behavior of advanced ceramics, Schneider G.A. ed., Kluwer Academic publishers, 105-117.

BAHR, H.A., BAH, U., BALKE, H., MASHLKE, H. G., PETZOLD, A., WEISS, H.J. (1993). Multiple crack propagation under thermal load. Thermal shock and thermal fatigue behavior of advanced ceramics, Schneider G.A. ed., Kluwer Academic publishers, 143-153.

BAHR, H.A., BAH, U., GERBATSCH, A., PFLUGBEIL, I., VOJTA, A., WEISS, H.J. (1996). Fracture mechanical analysis of morphological transitions in thermal shock cracking. Fracture mechanics of ceramics, 11, R. C. Bradt et al., Plenum Press, New York, 507-522.

BERRY, J. P. (1960). Some kinetic considerations of the Griffith criterion of fracture-I : Equations of motion at constant force. J. Mech. Phys. Solids, 8, 194-206.

BERRY, J. P. (1960). Some kinetic considerations of the Griffith criterion of fracture-II : Equations of motion at constant deformation. J. Mech. Phys. Solids, 8, 207-216.

BHATEJA, S., RIECKE, J., ANDREWS, E. (1980). Impact fatigue response of ultrahigh molecular weight linear polyethylene, Part 3. Ind. Eng. Chem. Prod. Res. Dev., 19, 4, 607-612.

BLUMENTHAL, W., EVANS, A. G. (1984). High temperature failure of polycrystalline alumina: II creep crack growth and blunting. J. Am. Ceram. Soc., 67 [11], 751-759.

BOJJI, C. (1993). Comportement des matériaux composites sous chocs répétés. Thèse de Doctorat, École Polytechnique de Montréal, Canada.

BRADT R. C. (1993). Elastic modulus, strength and fracture characteristics of refractories. Key engineering materials, 88, 165-192.

BROECK, D. (1986). Elementary engineering fracture mechanics. Marinus Nijhoff Publishers.

CAO, H. C., DALGELISH, B. J., HSUEH, C. H., EVANS, A. G. (1987). High-temperature stress corrosion cracking in ceramics. J. Am. Ceram. Soc., 70, 4, 257-64.

CHARLES R. J. AND HILLING W. B. (1964). Surfaces, stress-dependent surface reactions, and strength. High-strength materials, Zackay V. F. Wiley, New York.

CHUANG, T., FULLER, E. R. JR. (1992). Extended Charles-Hillig theory for stress corrosion cracking of glass. J. Am. Ceram. Soc., 75, 3, 540-545.

COTTERELL, B., MAI, Y. W. (1996). Fracture mechanics of cementitious materials. Blackie Academic & Professional.

DAGLEISH, B. J., JOHNSON, S. M., EVANS, A. G. (1984). High temperature failure of polycrystalline alumina: I crack nucleation. J. Am. Ceram. Soc., 67, 11, 741-750.

EMERY, A. F., KOBATYACHI, A. S. (1980). Transient stress intensity factors for edge and corner cracks in quench-test specimens. Journal of the American Ceramic Society, 63, 7, 410-415.

EMERY, A. F. (1980). Thermal stress fracture in elastic-brittle materials. Thermal stresses in severe environments, Plenum press, New York.

ENGEL P. A. (1976). Impact wear of materials. Elsevier, New York.

EVANS, A. G., WILSHAW, T. R. (1977). Dynamic solid particle damage in brittle materials : an appraisal. Journal of Materials Science, 12, 97-116.

EVANS, A. G., CHARLES, E. A. (1977). Structural integrity in severe thermal environments. Journal of the American Ceramic Society, 60, 1, 22-28.

FRANCK, F.C., LAWN, F.R.S., LAWN, B.R. (1967). On the theory of Hertzian fracture. Proc. Roy. Soc. 299 A, 291-306.

GABIS, V. (1995). Comportement des réfractaires au contact de l'aluminium et de ses alliages. Al 13, le magazine de l'Aluminium, 1, 1, 18-22.

GRIFFITH, A. (1920). The phenomena of rupture and flow in solids. Philosophical transaction, 221, 163-198.

HARMUTH, H. (1995). Fracture mechanical characterization of concrete and refractories-development and application of a new approach based on the strain softening behaviour. World Cement, 26, 10, 71-78.

HARMUTH, H. (1997). A fracture mechanics approach for the development of refractory materials with reduced brightness. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 20, 11, 1585-1603.

HASSELMAN, D. P. H. (1963). Elastic energy at fracture and surface energy as design criteria for thermal shock. Journal of American Ceramic Society, 46, 11, 535-540.

HASSELMAN, D. P. H. (1969). Unified theory of thermal shock fracture initiation and crack propagation in brittle ceramics. Journal of the American Ceramic Society, 55, 5, 249-604.

HASSELMAN, D. P. H. (1996). On the nature of crack propagation during thermal shock of brittle ceramics. Fracture mechanics of ceramics, 11, Edited by Bradt, Plenum Press, New York, 485-494.

HILLERBORG, A. (1976) Analysis of crack formation and crack growth in concrete by means of fracture mechanics and finite element. Cement and concrete research, 6, 773-782.

HILLERBORG, A. (1983) Analysis of one single crack. Fracture mechanics of concrete, 223-249, Elsevier Science Publications, Amsterdam.

INGLIS C. E. (1913) Trans. Inst. Arch. 219-55

IRWIN R. (1964) App. Mat. Res. 65-3

JOHNSON S. M., DAGLEISH B. J., EVANS A. G. (1984). High temperature failure of polycrystalline alumina: III Failures times. J. Am. Ceram. Soc., 67, 11, 759-763.

KAMITYA, N., KAMIGAITO, O. (1979). Prediction of thermal fatigue life of ceramics. Journal of materials science, 14, 573-582.

KINGERY W. D. (1955). Factors affecting thermal stress of ceramic materials. Journal of the American Ceramic Society, 38, 1, 3-14.

LAWN, B.R., WILSHALAW, T.R. (1975). Review : Indentation fracture : principles and applications. J. Mater. Sci., 10, 1049-1081.

LEWIS D., RICE R. W. (1981). Thermal shock fatigue of monolithic ceramics and ceramic-ceramic particulate composite. Engineering Science Proceeding, 2, 712-718.

MEYERS M. A. (1994). Dynamic behavior of materials. John Wiley & Sons, New York.

MICHALSKE T. A. AND FREIMAN S. W. (1983) A molecular mechanism for stress corrosion in vitreous silica. J. Am. Ceram. Soc., 66 [4], pp 284-288.

MICHALSKE T. A., BUNCKER C. B. AND FREIMAN S. W. (1986) Stress corrosion of ionic and mixed ionic/covalent solids. J. Am. Ceram. Soc., 69 [10], 721-724.

MICHALSKE T. A. AND BUNCKER C. B. (1987) Steric effects in stress corrosion fracture of glass. J. Am. Ceram. Soc., 70 [10], 780-784.

MOULD R. E. AND SOUTHWICK R. D. (1959) Strength and static fatigue of abraded glass under controlled ambient conditions : I' J. Amer. Ceram. Soc. 42 [11], 542-547

MOULD R. E. AND SOUTHWICK R. D. (1959) Strength and static fatigue of abraded glass under controlled ambient conditions : II' J. Amer. Ceram. Soc. 42 [11] 582-592

NAKAYAMA H., KANAYAMA Y., TANAKA T. (1983) Study on crack behavior in impact fatigue, Part I, Bulletin of JSME, vol 26 n 219, pp 1453-1460

NAKAYAMA H., KANAYAMA Y., SHIKIDA M., TANAKA T. (1984) Study on crack behavior in impact fatigue, Part II, Bulletin of JSME, vol 27 n 227, pp 854-861.

NAKAYAMA H., KANAYAMA Y., SHIKIDA M., TANAKA T. (1984) Study on crack behavior in impact fatigue, Part III, Bulletin of JSME, vol 27 n 234, 2599-2604.

NEWMAN R.C. (1995) Corrosion mechanisms in theory and practice, Marcus P. Oudar J. New York, 311-372.

NTAKABURIMVO N., SEBBANI J. AND ALLAIRE C. (1997) Physical simulation of the degradation of refractories in aluminum melting and holding furnaces, Progress report no. 1, CIREP-CRNF, École Polytechnique de Montréal.

NTAKABURIMVO N., SEBBANI J. AND ALLAIRE C. (1999) Physical simulation of the degradation of refractories in aluminum melting and holding furnaces, Progress report no. 3, CIREP-CRNF, École Polytechnique de Montréal.

NTAKABURIMVO N. ALLAIRE C. AND SEBBANI J. Influence of firing temperature on the thermo-mechanical behavior of refractory castables, British Ceramics transactions, submitted the November 2000.

OROWAN E. (1949) Rep. Prog. Phys. 185-12.

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, Brazil American Ceramic Society 282-291.

POMPE W.E. (1993) Thermal shock behavior of ceramics materials – Modelling and measurment. Thermal shock and thermal fatigue behavior of advanced ceramics, Schneider G.A. ed., Klerwer Academic publishers. 3-14.

QUESNEL S. (1996) Essai sous gradient thermique du corindonage des réfractaires: application aux fours de traitement de l'aluminium. Mémoire de maîtrise, Ecole Polytechnique de Montreal, Canada.

QUESNEL S., AFSHAR S., ALLAIRE C. (1996) Corrosion of refractories at the bellyaband of melting and holding furnaces. TMS Light Metals Proceedings, 661-7.

RATLE A., PANDOLFELLI V. C., ALLAIRE C., RIGAUD. M. (1997) British Ceramics transactions, **96**, (6), 225-230.

RATLE, A. (1996). Corrélation entre la résistance à l'impact mécanique et au choc thermique des réfractaires. Mémoire de maîtrise, Ecole Polytechnique de Montreal, Canada.

RATLE A. and ALLAIRE C. (1996) Journal of the Canadian Ceramic Society, **65**, (4), 263-269.

RECHO N. (1995). Rupture par fissuration des structures. Édition Hermes. Paris.

RIECKE J., BHATEJA S., ANDREWS E. (1980) Impact fatigue response of ultrahigh molecular weight linear polyethylene, Part 2. Ind. Eng. Chem. Prod. Res. Dev., vol 19, 601-606.

RIGAUD M., GUÉROULT B. (1992) A new thermomechanical test for refractory materials, 28<sup>th</sup> Symposium on refractories, The St Louis Section of the Am. Ceram. Soc.

RIGAUD M., LANDY R.A. (1996). Pneumatic steelmaking, volume 3, Refractories, ISS, Warrandale, Pa, USA.

ROELFSTRA, P. E., (1989). A numerical approach to investigate the properties of concrete: numerical concrete. Thèse de Doctorat, École Polytechnique Federale de Lausanne, Suisse.

SAKAI M. (1987). Fracture mechanics of refractory materials. Taikabutsu Overseas, vol. 39, n 11, 604-612.

SAKAI M., ICHIKAWA H. (1992) Work of fracture of brittle materials with microcracking and crack bridging. *Int. J. of Fracture*, 55, 65-79.

SAKAI, M., BRADT, R. C., (1993). Fracture toughness testing of brittle materials. Journal of materials Science, 3, 165-173.

SEBBANI M. J. E., NTAKABURIMVO N. AND ALLAIRE C. (1998) Physical simulation of the degradation of refractories in aluminum melting and holding furnaces, Progress report no. 2, CIREP-CRNF, École Polytechnique de Montréal.

SEBBANI M. J. E., NTAKABURIMVO N. AND ALLAIRE C. (2000) Physical simulation of the degradation of refractories in aluminum melting and holding furnaces, Final report, CIREP-CRNF, École Polytechnique de Montréal.

SEBBANI M. J. E., ALLAIRE C AND NTAKABURIMVO N. (2000). Influence of firing temperature on correlation between thermal shock and mechanical impact resistance of refractory castables. British Ceramics Transactions, 99, 5, 215-218.

SEBBANI M. J. E. AND ALLAIRE C. (1999). Mechanical impact fatigue for refractories. British Ceramics Transactions, accepted.

STAEHLE R. W., FORTY A. J. AND D. VAN ROOYEN (1969). Fundamental aspects of stress-corrosion cracking, NACE, Houston.

STONEHAM A. M. (1981). Ceramic surfaces : Theoretical studies. J. Am. Ceram. Soc., vol. 64, n 1, 54-60.

TIMOSHENKO S. (1961). Théorie de l'élasticité. Librairie Polytechnique Ch. Béranger, Paris.

WITTMAN F. H., (1983). Structure of concrete with respect to crack formation. Fracture mechanics of concrete, Elsevier Science Publishers B. V. Amsterdam.

WIEDERHORN S. M. AND BOLZ L. H. (1970). Stress corrosion and static fatigue of glass, Jour. of Amer. Cer. Soc. Vol. 53 , N 10, 543-548.

WYNN M. (1992). British Ceramics Transactions J. **91**, (5), 153-158.

ZUKAS, J. A., NICHOLAS, T., SWIFT, H F., GRESCZUK, L. B., CURRAN, D. B., (1982). Impact dynamics, John Wiley & Sons, New York.

## ANNEXES

### Annexe 1 : Programme de calcul de la répartition du gradient de température

```

c-----
c
c Programme de calcul de la répartition du gradient de température dans un
c échantillon soumis à un choc thermique
c
c      eta=0.01   beta=10
c-----
      dimension tau(50),f(50)
      open(unit=9,file='tau.dat',status='unknown')
      open(unit=10,file='gradT10.dat',status='unknown')
      do i=1,50
      read(9,*) tau(i)
      enddo
      close(9)
      eta=0.01
      beta=10.
c-----
c      calcul de la fonction f
c-----
      do j=1,50
      f(j)=ERFC(eta/(2.*tau(j)))-(exp(beta*eta+
      1((beta*tau(j))**2))*ERFC((eta/(2*tau(j)))+(beta*tau(j))))
      write(10,*) f(j)
      print*,j,'=',f(j)
      enddo
      close(10)
      end
c-----
      FUNCTION ERFC(X)
      IF(X.LT.0.)THEN
      ERFC=1.+GAMMP(.5,X**2)
      ELSE
      ERFC=GAMMQ(.5,X**2)

```

```

ENDIF
RETURN
END

```

```

c-----
FUNCTION GAMMP(A,X)
IF(X.LT.0..OR.A.LE.0.)PAUSE
IF(X.LT.A+1.)THEN
  CALL GSER(GAMSER,A,X,GLN)
  GAMMP=GAMSER
ELSE
  CALL GCF(GAMMCF,A,X,GLN)
  GAMMP=1.-GAMMCF
ENDIF
RETURN
END

```

```

c-----
FUNCTION GAMMQ(A,X)
IF(X.LT.0..OR.A.LE.0.)PAUSE
IF(X.LT.A+1.)THEN
  CALL GSER(GAMSER,A,X,GLN)
  GAMMQ=1.-GAMSER
ELSE
  CALL GCF(GAMMCF,A,X,GLN)
  GAMMQ=GAMMCF
ENDIF
RETURN
END

```

```

c-----
SUBROUTINE GSER(GAMSER,A,X,GLN)
PARAMETER (ITMAX=100.EPS=3.E-7)
GLN=GAMMLN(A)
IF(X.LE.0.)THEN
  IF(X.LT.0.)PAUSE
  GAMSER=0.
  RETURN
ENDIF
AP=A
SUM=1./A
DEL=SUM
DO 11 N=1,ITMAX
  AP=AP+1.
  DEL=DEL*X/AP
  SUM=SUM+DEL
  IF(ABS(DEL).LT.ABS(SUM)*EPS)GO TO 1

```

```

11  CONTINUE
    PAUSE 'A too large, ITMAX too small'
1   GAMSER=SUM*EXP(-X+A*LOG(X)-GLN)
    RETURN
    END

```

```

C-----
SUBROUTINE GCF(GAMMCF,A,X,GLN)
PARAMETER (ITMAX=100, EPS=3.E-7)
GLN=GAMMLN(A)
GOLD=0.
A0=1.
A1=X
B0=0.
B1=1.
FAC=1.
DO 12 N=1,ITMAX
  AN=FLOAT(N)
  ANA=AN-A
  A0=(A1+A0*ANA)*FAC
  B0=(B1+B0*ANA)*FAC
  ANF=AN*FAC
  A1=X*A0+ANF*A1
  B1=X*B0+ANF*B1
  IF(A1.NE.0.)THEN
    FAC=1./A1
    G=B1*FAC
    IF(ABS((G-GOLD)/G).LT.EPS)GO TO 2
    GOLD=G
  ENDIF
12  CONTINUE
    PAUSE 'A too large, ITMAX too small'
2   GAMMCF=EXP(-X+A*ALOG(X)-GLN)*G
    RETURN
    END

```

```

C-----
FUNCTION GAMMLN(XX)
REAL*8 COF(6),STP,HALF,ONE,FPF,X,TMP,SER
DATA COF,STP/76.18009173D0,-86.50532033D0,24.01409822D0,
*  -1.231739516D0,.120858003D-2,-.536382D-5,2.50662827465D0/
DATA HALF,ONE,FPF/0.5D0,1.0D0,5.5D0/
X=XX-ONE
TMP=X+FPF
TMP=(X+HALF)*LOG(TMP)-TMP
SER=ONE

```

```
DO 13 J=1,6
  X=X+ONE
  SER=SER+COF(J)/X
13 CONTINUE
  GAMMLN=TMP+LOG(STP*SER)
  RETURN
END
c-----FIN DU PROGRAMME-----
```

## Annexe 2 : Programme de calcul du taux de restitution de l'énergie

```

c-----
cc Programme de calcul du taux de restitution de l'énergie
c en fonction de la longueur de la fissure
c-----
c          n=1    beta=10
c-----
  dimension xi(21),f(20),g(21,20)
  open(unit=9,file='xi.dat',status='unknown')
  open(unit=10,file='gradT.dat',status='unknown')
  open(unit=11,file='Gthese.dat',status='unknown')
  n=1.
  pi=3.1415927
  do i=1,21
    read(9,*) xi(i)
  enddo
  do i=1,20
    read(10,*) f(i)
  enddo
  close(9)
  close(10)

c-----
c    calcul de la fonction G
c-----
  do i=1,21
    do j=1,20
      g(i,j)=(pi*xi(i)*(f(j)**2))/((1.+((2*pi*n)*(xi(i)**2)))**2)
      write(11,*) g(i,j)
      print*,j,i,'=',g(i,j)
    enddo
  enddo
  close(11)
end
c-----FIN DU PROGRAMME-----

```