

N° ENSC-2009/210



THESE DE DOCTORAT DE L'ECOLE NORMALE SUPERIEURE DE CACHAN

Présentée par Mademoiselle Eléonore Arfan

Pour obtenir le grade de Docteur de l'Ecole Normale Superieure de Cachan

Domaine : MECANIQUE - GENIE MECANIQUE - GENIE CIVIL

Sujet de la thèse :

TENUE THERMOMECANIQUE DES DALLES D'IMPACT DES POCHES A ACIER EN CERAMIQUES REFRACTAIRES

Thèse présentée et soutenue à Cachan le 15 Décembre 2009 devant un jury composé de :

Jacques Poirier	Professeur, Polytech'Orléans	Président
Thierry Cutard	Maître Assistant HDR, Mines d'Albi-Carmaux	Rapporteur
Alain Gasser	Professeur, Polytech'Orléans	Rapporteur
Tiphaine Hoerner	Ingénieur, ArcelorMittal	Examinatrice
Elodie Lamblin	Ingénieur, TRB	Examinatrice
Nicolas Schmitt	Professeur, Université Paris XII	Directeur de thèse

Laboratoire de Mécanique et Technologie ENS Cachan/CNRS UMR 8535/Université Paris 6 61, avenue du Président Wilson, F-94235 CACHAN CEDEX

<u>Remerciements</u>

De prime abord, c'était la partie de la rédaction qui paraissait juste formelle et obligatoire.

Pourtant, arrivée là, que la rédaction du manuscrit est terminée, qu'il a été relu, que la soutenance a eu lieu, la place et les mots manquent pour exprimer tout ce que je voudrais.

J'avais pourtant été prévenue. La thèse, au-delà de l'épreuve technique, c'est une épreuve morale, pavée de remises en questions et de périodes de doute.

Et tout du long, j'ai été encadrée et coachée par des personnes qui me sont chères et qui, de fait, ont partagé avec moi une période importante dans ma vie.

En tout premier lieu je tiens donc à remercier, pour les raisons évidentes, mes encadrants, Nicolas Schmitt et François Hild.

Un grand merci aussi à tous ceux qui ont été partenaires de ce projet, toujours disponibles pour répondre à mes questions ou à m'accueillir sur leurs sites.

Je pense en particulier à Jacques Poirier, Marie-Laure Bouchetout, et Pascal Prigent pour la collaboration universitaire avec le CEMHTI et le LMSP à Orléans ; à Jean-François Domgin, Tiphaine Hoerner et Christophe Ganser d'ArcelorMittal *Research and Development*, à Metz ; à Philippe Blumenfeld, Pierre Boulanger, Joël Bruwaert, Thierry Coffre et Sylvain Peruzzi, Lucie Godart et Alexandre Iannocari de l'usine de Dunkerque ; à Elodie Lamblin, Eve Aigueperse, Bernard Detout, Laurent Skrobacki, Gregory Lefebvre, Cyrille Deteuf, et Nicolas Prompt chez TRB ; et enfin à Christophe Perrot, Orianne Ritz et Lorette Sébillaud chez ICAR.

Je souhaite aussi remercier particulièrement Stéphane Roux et Rodrigue Desmorat pour leur grande aide, ainsi que René Billardon, Pierre-Alain Boucard, Sébastien Vincent, Sylvie Pommier, David Néron et Jean-François Witz d'avoir enduré les pré-soutenances.

Pour la meilleure partie, i.e. la soutenance, merci de nouveau à Jacques Poirier pour avoir accepté de présider mon jury, à Thierry Cutard et Alain Gasser d'avoir bien voulu être mes rapporteurs, et encore à Tiphaine Hoerner, Elodie Lamblin, et Nicolas Schmitt d'avoir fait partie du jury.

Last but not least, merci à tous mes proches : mes amis, ma famille, mes collègues de bureau, toujours là pour le coaching dans les moments difficiles, et plus spécialement à Jean-Michel Lévy-Bruhl, Mathilde Bazy, Anne-Sophie Guillin, Alexandra Auffret, Matthieu Cousin, Marie-Estelle Dupont, Clémentine Castaing.

<u>Resume</u>

La dalle d'impact est une zone du revêtement en céramique réfractaire du fond de la poche à acier, renforcée pour résister aux sollicitations thermomécaniques induites par l'impact du jet d'acier liquide lors du remplissage. Les résultats d'une enquête menée sur un site de production sont d'abord présentés. Les causes et les modes de dégradation observés sur différents types de dalles ont été identifiés et l'influence de certains paramètres du procédé d'affinage de l'acier sur la durée de vie de la dalle a été évaluée. Une campagne d'essais mécaniques de compression simple et de flexion 3-points a ensuite été réalisée jusqu'à 1500°C sur différents types de bétons réfractaires alumine-magnésie formant des spinelles MgAl₂O₄. Elle a permis de caractériser le comportement mécanique de ces céramiques et les déformations induites par les changements de phases se produisant à haute température. Une loi de comportement thermoélasto-viscoplastique prenant en compte les changements de phases a été construite pour décrire le comportement en service des réfractaires. La dernière partie du document est consacrée à des simulations numériques réalisées avec les codes de calculs FLUENT et ABAQUS. Elle vise à décrire le comportement thermique et mécanique de la dalle d'impact au cours d'un cycle d'affinage et en particulier lors de l'impact du jet de métal liquide. Associées à des observations de la microstructure et des données recueillies sur le procédé d'affinage, ces simulations ont permis de reconstruire l'historique des sollicitations s'appliquant sur la dalle et de mieux comprendre à quelles étapes du procédé d'affinage certaines dégradations observées pouvaient être attribuées.

<u>Mots-clefs</u> : céramiques réfractaires, comportement thermomécanique, choc thermique, érosion, simulations numériques

ABSTRACT

The impact pad is a reinforced zone of the refractory lining of the bottom part of the steel ladle designed to resist against thermo-mechanical loads due to the liquid steel impact during filling. Results of an inquiry performed on a steel plant are first presented. Degradations observed on different kinds of impact pad materials have been indentified and the influence of process parameters on their life span has been evaluated. Mechanical experiments (compression tests and three-point bend tests) have been performed up to 1500°C on different alumina-magnesia refractories. They allow for the characterization of the thermomechanical behaviour and the strains due to phase-transformations at high temperatures. A thermo-elasto-viscoplastic model taking into account the phase-transformations is proposed. The last part deals with numerical simulations carried out with ABAQUS and FLUENT softwares. These computations aim at describing the thermal and mechanical behaviour of the impact pad during the steel making process, and more precisely during the impact of the liquid steel. Combined with micro-structural observations and refining process data, these simulations enabled us to figure out how the different types of loads might be responsible for the degradations observed on worn impact pads.

<u>Key-words</u>: refractory ceramics, thermomechanical behaviour, thermal shock, erosion, numerical simulations.

Sommaire

Remerciem	ents	5
Résumé		7
Abstract		7
Nomenclat	ure	13
Partie A.	Prologue	15
Introductio	n	17
CHAPITRE	I. Les dégradations dans la poche et problèmes scientifiques associés	19
I.	Le garnissage réfractaire d'une poche	20
II.	La poche à acier dans l'aciérie	
1.	Mode de fonctionnement d'une poche à acier	
2.	Analyse de la durée de vie d'une poche à acier	
3.	Schématisation des sollicitations dans la poche	
III.	Dégradations des réfractaires du fond de poche	
1.	Evolution qualitative de l'usure du fond de poche	37
2.	Observations d'échantillons de dalles usées	41
3.	Synthèse des enquêtes	45
IV.	Conclusions et stratégies d'étude	48
Partie B.	Caractérisation et modélisation thermomécanique d'une céramique réfa 49	ractaire
CHAPITRE	II. Analyses expérimentales d'un réfractaire alumine magnésie	51
I.	Le réfractaire support de l'étude	52
1.	Constitution et fabrication des trois nuances considérées	52
2.	Evolution de la microstructure	55
II.	Méthodologie des essais	58
1.	Confection des éprouvettes	58
2.	Les protocoles	59
3.	Moyens de mesures pour post-traitement	65
III.	Caractérisation du comportement à température ambiante	
1.	Comportement en compression	
2.	Comportement en traction	
IV.	Evolution du comportement avec la température	82

1		02
1	Comportement en compression	
2	Comportement en traction	
3	Essais anisothermes	
4	Mise en évidence des déformations liées aux transformations de pha	ses91
V.	Autres interprétations des résultats	95
VI.	Conclusion	
CHAPITRE	III. Thermoélasto – viscoplasticité avec changements de phases	
I.	Les phases en présence	
II.	Formulation générale	
1	Cadre thermodynamique	
2	Variables d'état et forces associées	
3	Lois d'état et d'évolution	
4	Equation générale de la chaleur	
III.	Première proposition d'une loi de comportement	
1	Energie libre et lois d'état	
2	Forme des lois d'évolution	
3	Bilan des équations du modèle	
IV.	Conclusion	
Partie C.	Analyses Numériques	
CHAPITRE	IV. Analyses de l'écoulement et conséquences thermiques	
I.	Analyse thermique de la rotation de la poche	
II.	Le choc thermique	
1	Etude de l'écoulement du métal liquide	
2	Analyse thermique du choc	
-	Conclusion	167
CHAPITRE	V Analyses et Simulations numériques des dégradations de la dalle	169
I	Influence de la rotation de la noche	170
1	Influence de la température sur l'état de contrainte	171
2	Prise en compte de la pression induite par l'écoulement	175
L II	Modélisation mécanique du choc thermique	176
11.	Influence du gradient de température	177
1	Influence de la présonce d'une potite figure	170
ے ۱۱۱	Toshniques de sélection des matérieurs surveit annuelles de selection de select	
et à la co	rechniques de selection des materiaux : creuset soumis aux chocs ti	
1	Résumé de l'expérience	

2.	Résultats numériques des simulations thermo-élastiques		
IV.	Conclusion	195	
Partie D. I	rtie D. Epilogue		
Conclusion (Générale		
Perspectives		203	
Partie E.	Annexes et Bibliographie	205	
Annexe I. I	Paramètres, unité et conversions	207	
Annexe II.	Bilan des poches	208	
Annexe III.	Bilan des essais réalisés	209	
1.	Pour les essais de compression	209	
2.	Pour les essais de flexion 3-points	210	
3.	Pour les essais anisothermes	212	
Annexe IV.	Mesures des rigidités des machines d'essais	213	
1.	Machine TRB en compression simple	214	
2.	Machine LMT en compression et en flexion à froid	214	
3.	Machine ICAR en flexion 3 points	215	
Annexe V.	Définition du coefficient radioconvectif	216	
Annexe VI.	Modélisation d'un écoulement turbulent multiphasique	217	
1.	Modélisation de l'écoulement multiphasique	217	
2.	Modèle de turbulence	218	
Annexe VII.	Précis de thermique	220	
1.	La conduction	220	
2.	La convection		
3.	Le rayonnement		
Annexe VIII.	Démonstration de la solution analytique approchée		
1.	Diffusion de la température sur la surface	229	
2.	Diffusion de la température dans la matière	230	
3.	Proposition d'une solution approchée pour un front de tempo 230	érature mobile	
4.	Validation analytique	231	
Annexe IX.	Propriétés physiques du fond de poche	234	
Bibliographi	e	237	

Nomenclature

Les réfractoristes ont conventionnellement adopté une nomenclature simplifiée pour caractériser les formules chimiques des composés du diagramme $Al_2O_3 - CaO - SiO_2$ (Figure 1), que l'on appelle formules de Bogue (1929). Ces formules chimiques étaient à l'origine utilisées en génie civil pour les descriptions des composants des ciments et clinkers. L'oxyde est alors représenté par la première lettre de son symbole chimique :

$$Ca0 = C$$
 $Al_2O_3 = A$ $SiO_2 = S$ $MgO = M$

Ainsi, les composés les plus couramment rencontrés dans les matériaux tels que ceux de cette étude s'écrivent de la façon suivante :

 $Ca0.Al_2O_3 = CA \quad Ca0.2Al_2O_3 = CA2 \quad Ca0.6Al_2O_3 = CA6$





Figure 1 Diagramme des phases à l'équilibre du système Ca0. Al₂O₃. SiO₂ (Osborn, 1960).

Partie A. PROLOGUE

INTRODUCTION

Si la sidérurgie est le principal consommateur de céramiques réfractaires, ces dernières sont tout autant indispensables à d'autres industries lourdes, comme la pétrochimie, l'industrie verrière, à tout type d'incinérateur, à la production de chaux et ciments, à la fabrication de catalyseurs automobiles ou de tuiles de barrières thermiques de navettes spatiales. Au sein de l'aciérie, la poche à acier – outil sidérurgique servant au traitement métallurgique secondaire – possède un garnissage réfractaire constitué d'une dizaine de types de céramiques différents, ce qui correspond à environ soixante tonnes.

La dalle d'impact située dans le fond d'une poche à acier est une zone renforcée du revêtement réfractaire. Elle est destinée à résister aux sollicitations thermiques, mécaniques et chimiques sévères induites par le métal liquide et le laitier. En effet, aux premiers instants du remplissage, la température de surface passe brutalement de $1000 - 1200^{\circ}$ C à $1650 - 1750^{\circ}$ C, selon le procédé d'affinage employé. A ce choc thermique s'ajoute une action mécanique due à la chute de métal liquide depuis le convertisseur et aux remous du bain lors de l'affinage. Enfin, le contact de la dalle avec le laitier engendre une corrosion de la surface qui affaiblit la résistance du matériau. Pour ces multiples raisons, l'usure est importante dans cette zone du garnissage, ce qui implique de lourdes conséquences tant sur la qualité du métal que sur la durée de vie de la poche à acier.

Les dalles utilisées actuellement dans certaines aciéries d'ArcelorMittal (dont Dunkerque et Gand) sont des plaques de béton alumineux de dimensions approximatives 1500 mm × 500 mm × 250 mm. Sur le site industriel de Dunkerque, la durée de vie d'une poche est d'environ 85 coulées, ce qui correspond à une campagne d'environ trois semaines sans réfection du garnissage. La dalle d'impact constitue avec la zone du cordon laitier une des zones les plus sollicitées du garnissage de réfractaire, limitant la durée de vie du revêtement.

La céramique utilisée pour les dalles d'impact est un réfractaire plus élaboré que la plupart des autres matériaux du garnissage. Elle est riche en alumine (Al_2O_3) présente sous forme de granulats dont la taille peut atteindre quelques millimètres, et de fines de quelques centaines de micromètres au plus qui font partie de la matrice. Cette dernière comporte aussi des fines de magnésie (MgO), du spinelle $(MgAl_2O_4)$ et un liant hydraulique de type ciment alumineux. La présence de spinelle confère une forte réfractarité au matériau, notamment en termes de résistance à la corrosion.

Le travail présenté ici porte sur l'analyse du comportement mécanique du réfractaire afin de mieux comprendre les différents types de dégradation qui apparaissent et mènent à la ruine de la structure. Il s'inscrit dans une recherche plus générale qui a conduit à la mise en place d'une collaboration entre les sociétés TRB et ArcelorMittal. Pour atteindre ces objectifs, l'équipe de Jacques Poirier du CEMHTI d'Orléans (Conditions Extrêmes et Matériaux : Haute Température et Irradiation UPR3079 CNRS) a été associée à cette étude pour traiter les problèmes spécifiques liés à l'élaboration du matériau et à sa dégradation par corrosion.

Ce mémoire est constitué de quatre grandes parties. Une première partie, dans laquelle le CHAPITRE I présente les analyses préliminaires qui ont servi à identifier les paramètres critiques du matériau et du procédé sur l'usure des dalles. Elles ont consisté, dans un premier temps, à identifier les différents facteurs du procédé d'affinage de l'acier qui peuvent intervenir dans la durée de vie des dalles d'impact; puis l'observation des échantillons de dalles usées, de différents matériaux, et provenant de différents sites, a permis de décrire et de hiérarchiser les modes de dégradations qui peuvent apparaître. La connaissance des paramètres liés au procédé les plus critiques (température du bain, temps d'attente, etc.) donne une première idée de la marge de manœuvre existante sur la mise en œuvre du procédé. Les observations permettent, quant à elles, d'apprécier les premiers liens entre la constitution du matériau et ses types de dégradations potentielles. En parallèle, une étude physico-chimique complémentaire est effectuée par le CEMHTI sur les réfractaires dans le cadre de la thèse de Pascal Prigent (2006, 2007, 2008) pour connaître leur microstructure avant et après utilisation.

La deuxième partie est constituée des CHAPITRE II et CHAPITRE III. Le CHAPITRE II présente une campagne d'essais réalisés sous conditions isothermes qui a permis de caractériser le comportement mécanique sur une large plage de température (1000 -1500°C). Plusieurs nuances de matériaux à base d'alumine - magnésie - spinelle ont été testées à température ambiante au LMT-Cachan et à hautes températures chez TRB et ICAR. Des essais anisothermes ont mis en évidence l'évolution du matériau avec la température, notamment les changements de phases, ce qui a permis de les caractériser du point de vue mécanique. En parallèle, le CEMHTI a analysé l'influence de la composition sur l'évolution de la microstructure et la résistance à la corrosion (Prigent, 2007, 2008). Des corrélations entre les propriétés thermomécaniques et les dégradations observées sur les éprouvettes d'une part, et celles observées sur les dalles d'impact post mortem d'autre part, ont alors été établies. Les premiers résultats d'essais obtenus sur le matériau support de cette étude ont ensuite servi de base à la construction d'un modèle thermoélasto-viscoplastique prenant en compte les changements de phases et la dissymétrie traction-compression. La présentation du modèle fait l'objet du CHAPITRE III. Malheureusement, certaines complications survenues lors de la réalisation des essais n'ont pas permis d'effectuer l'identification complète des paramètres du modèle à l'heure de la rédaction de ce rapport.

La troisième partie, constituée des chapitres CHAPITRE IV et CHAPITRE V, présente les aspects liés aux simulations numériques. Une description des phénomènes d'érosion, qui ont servi de ligne directrice dans la mise en place des simulations numériques, est faite. Le CHAPITRE IV porte sur l'analyse de l'écoulement ainsi que sur les analyses thermiques des différentes étapes qui constituent la coulée. C'est ainsi que l'analyse délicate de l'influence d'un choc thermique induit par un front de chaleur qui s'épand a donné lieu à l'élaboration d'une solution analytique approchée au problème de thermique correspondant. Les résultats obtenus dans ce chapitre ont ensuite servi à établir les conditions aux limites dans les calculs du CHAPITRE V. Ce chapitre expose un ensemble de simulations numériques du point de vue mécanique de la vie de la dalle afin de corréler les étapes du procédé d'affinage de l'acier aux diverses dégradations observées sur les dalles post mortem.

Et enfin, la quatrième partie présente les conclusions de cette étude et les perspectives envisageables.

CHAPITRE I. LES DEGRADATIONS DANS LA POCHE ET PROBLEMES SCIENTIFIQUES ASSOCIES

En raison de l'extrême complexité des phénomènes mis en jeu et responsables des dégradations du revêtement, il serait totalement illusoire de vouloir mettre en place des simulations numériques visant à prédire la tenue des pièces réfractaires du garnissage sans connaître les pistes à explorer de manière privilégiée. L'analyse des dégradations des pièces usagées ainsi que de l'histoire thermomécanique et thermochimique est de ce fait un préalable pour cerner les conditions aux limites des simulations numériques qui seront réalisées.

Dans ce but, ce chapitre présente d'abord le fonctionnement de la poche à acier au sein de l'aciérie afin de mieux comprendre ce que le fond de poche, et donc la dalle d'impact, subit au cours de son utilisation. Les endommagements observables sur les dalles usées sont ensuite décrits et mis en relation avec les sollicitations. Ceci permet alors de fixer les axes de notre étude et la stratégie mise en place pour la mener à bien.

I. LE GARNISSAGE REFRACTAIRE D'UNE POCHE

La poche à acier est le principal outil de métallurgie secondaire. A l'aciérie de Dunkerque, elle se présente sous la forme d'un récipient cylindrique de diamètre et de hauteur d'environ 4 m, et sa capacité d'affinage de l'acier atteint 270 *tonnes* par coulée (Figure 2).



Une poche est principalement constituée (Figure 2) :

- d'une paroi au contact de l'acier liquide qui est la couche d'usure, constituée d'un revêtement réfractaire sous forme de briques (Blond, 2003) ;
- ces briques s'appuient sur du béton coulé qui forme la couche de sécurité servant à contenir l'acier liquide en cas de perçage de la couche d'usure (Hernandez, 2000) ;
- un béton isolant de quelques centimètres projeté sur les parois pour limiter les pertes de chaleur ;
- enfin, tout le garnissage s'appuie sur la carcasse métallique.

Comme historiquement les matières premières arrivaient par bateau, la coulée en poche se fait toujours « face à la terre, cul à la mer ». C'est pourquoi les principaux renforts du revêtement, comme la dalle d'impact, sont positionnés côté « terre ». Mais le revêtement en paroi est aussi renforcé à d'autres endroits à cause des remous du bain induits par les gaz impulsés à travers les bouchons poreux pour effectuer les différents traitements. De même, la zone de cordon laitier doit être particulièrement résistante aux attaques chimiques causées par le laitier qui remonte à la surface du bain lors de l'affinage.

Un autre renfort important est celui situé entre l'extrémité de la dalle et la paroi côté terre. Il a aussi pour fonction d'absorber le choc thermique et mécanique induit par le jet de métal car, au tout début du remplissage par le convertisseur, l'inclinaison du jet par rapport au fond de la poche fait que le métal chute très près de la paroi avant d'être recentré sur la dalle.



Figure 4 Maçonnerie de poche en réfection.

Figure 5 Dalle d'impact prête pour le maçonnage.

La dalle d'impact (Figure 5) est une pièce d'environ $1,5 m \times 0,5 m \times 0,25 m$ posée au fond de la poche sur une couche de briques qui repose sur une couche de poudre céramique damée servant de joint de dilatation et permettant de désolidariser le revêtement d'usure des couches de sécurité (Derré, 2000). En dehors de la dalle d'impact, d'autres éléments sont présents dans le fond de la poche (Figure 3) : un revêtement briqueté, des bouchons poreux servant à l'injection de gaz et un trou de coulée pour évacuer le métal liquide lors du transvasement vers le répartiteur pour la coulée continue. Le fond est généralement incliné pour faciliter l'évacuation de l'acier traité et du laiter. Dans certaines usines, le revêtement briqueté est remplacé par des plaques de béton réfractaire. A Dunkerque, la dalle est entourée de briques de même hauteur pour éviter tout décrochement brutal d'épaisseur. Le maçonnage du fond est réalisé de sorte que les dilatations thermiques soient absorbées afin d'éviter que les contraintes de compression induites ne soient responsables du soulèvement du fond et engendrent un cisaillement des bouchons poreux (Blumenfeld, 2003). Cependant, toutes les aciéries ne sont pas équipées du même type de dalle d'impact et les architectures de fond de poche varient.

Le garnissage des poches est donc une architecture complexe (Figure 4). En fonction des sollicitations subies principalement par la zone du garnissage considérée, les matériaux réfractaires qui la composent diffèrent (Figure 2). Ces sollicitations sont à la fois d'origine thermique, mécanique et chimique (Figure 6) :

 thermiques, car le métal liquide en provenance du convertisseur a une température avoisinant les 1650 – 1750°C, alors que la température intérieure de la poche à vide descend autour des 1000 – 1200°C;

- mécaniques, de par le choc induit par la chute du métal liquide et les remous dus à l'écoulement aussi bien pendant le remplissage que par la phase d'affinage ; mais aussi de par les transports de la poche et le nettoyage ;
- chimiques, car toutes les impuretés et les oxydes contenus dans le bain enrichissent le laitier déjà fortement agressif, et corrodent le réfractaire, notamment lorsque la poche est vide et que le laitier stagne sur la surface du fond avant le nettoyage (Poirier, 2001).



Figure 6 Interactions des différentes sollicitations à l'origine des dégradations des poches (d'après Barthel et al., 1989).

Le but du réfractoriste est donc d'uniformiser au mieux l'état d'usure des différentes parties car le remplacement d'une zone du garnissage implique systématiquement d'abattre l'intégralité de la zone maçonnée de la poche ! Les dalles d'impact sont livrées aux aciéries après avoir été séchées puis étuvées à $110^{\circ}C$ pendant vingt-quatre heures. Les dalles d'impact sont généralement constituées de béton à base d'alumine-magnésie spinelle, plus performant que les bétons simplement alumineux (Lee et Moore, 1998). Ces bétons alumine-magnésie peuvent se grouper en deux grandes familles :

- Les PFSC¹, dans lesquels des grains de spinelles $MgAl_2O_4$ sont directement incorporés à la préparation du béton réfractaire comprenant des granulats d'alumine et un liant cimentaire à base d'aluminates de chaux (Ko et Chan, 1999); mais la fabrication du spinelle synthétique est très coûteuse et à des températures très élevées des endommagements plus importants apparaissent (Fuhrer, 1998).

¹ Pre-Formed Spinel Castable

- Pour ces raisons, une nouvelle génération de produits réfractaires a été développée : les SFSC², où les spinelles se forment en service à partir des fines d'alumine Al_2O_3 et de magnésie MgO contenues dans la préparation du béton réfractaire (Urita, 1996 ; Lee et Moore, 1998).
- Il existe également des produits intermédiaires, apparus ces dernières années, contenant à la fois des spinelles synthétiques et des spinelles formés en service que l'on désignera par PSFSC (Preformed and Self-Forming Spinel Castable). Eschner (1991) a montré que cette famille de produits possédait une bonne résistance à l'usure.

Le béton réfractaire support de cette étude se situe dans la catégorie des SFSC. Sa constitution ainsi que ses propriétés thermiques et mécaniques sont détaillées dans le CHAPITRE II. Les performances de ces produits sont cependant très variables selon le site de production de l'acier et la nuance du réfractaire utilisé. Plusieurs phénomènes se produisent à l'échelle de la microstructure qu'il convient de recenser dans le but d'analyser leur impact sur le comportement à haute température. Les études faites sur de nombreux matériaux appartenant à cette famille de produits montrent que la composition chimique et minéralogique joue un rôle important sur les propriétés à chaud. Des analyses de la microstructure des matériaux étudiés dans le cadre de ce travail sont présentées dans les rapports d'avancement de Prigent (2007, 2008).

Ainsi, dans le but de mieux comprendre les critères de performance que doit posséder le béton de la dalle d'impact, il est judicieux de s'intéresser au fonctionnement de la poche à acier et donc aux diverses sollicitations auxquelles doit faire face la dalle d'impact.

² Self-Forming spinel Castable

II. LA POCHE A ACIER DANS L'ACIERIE

1. MODE DE FONCTIONNEMENT D'UNE POCHE A ACIER

Les nombreux retours d'expérience des usines sidérurgiques ont montré que les conditions d'exploitation industrielle des outils sidérurgiques jouent un rôle considérable sur la tenue en service des réfractaires. Un matériau réfractaire ayant une excellente tenue en service dans une aciérie peut avoir des performances médiocres dans une autre usine fabriquant des produits sidérurgiques similaires. De nombreux facteurs peuvent expliquer ces écarts, certains ayant été déjà répertoriés par Blumenfeld (2003, 2005). Il est donc utile de rappeler dans un premier temps le procédé de traitement de métallurgie secondaire et la manière dont il est mis en œuvre dans l'usine qui sert de référence dans notre étude : l'aciérie du site de Dunkerque.



Figure 7 Organisation type d'une aciérie (source : internet).

A la sortie du haut fourneau (n°1 Figure 7), la fonte est acheminée au convertisseur par une poche tonneau, aussi appelée « torpedo » (n°2 Figure 7 et Figure 8). Dans le convertisseur (n°3 Figure 7 et Figure 8), la fonte, à laquelle de la ferraille est ajoutée, subit un premier affinage avant d'être déversée dans la poche à acier (n°4 Figure 7 et Figure 8) où un traitement d'affinage est effectué pour obtenir la composition chimique souhaitée. Une fois ce traitement de métallurgie secondaire achevé, l'acier est déversé dans les répartiteurs (n°5 Figure 7 et Figure 8) pour la coulée continue (n°6 Figure 7 et Figure 8) où il se solidifie, suite à quoi il est entreposé, généralement sous forme de brames.

Prologue



Figure 8 Schéma de l'implantation de l'aciérie de Dunkerque (doc. ArcelorMittal).

L'affinage secondaire de l'acier provenant du convertisseur peut être réalisé selon différents procédés en fonction de la composition chimique voulue (Figure 8 n°4) :

Pour commencer, dès que la poche à acier est remplie par le métal provenant du convertisseur, elle passe par la **passerelle** où le bain d'acier subit un premier brassage léger par lance sous un débit de gaz (type *argon*) de 700 – 800 *l. min⁻¹* pendant quatre à sept minutes. Ce brassage sert principalement à l'homogénéisation du bain, mais pour certaines nuances, dites « douces », le traitement se termine ici : la poche est directement acheminée vers le répartiteur pour la coulée continue, puis vers la zone de nettoyage. Dans ce cas, on nommera ce trajet de la poche **PAS**.



Figure 9 Poche à acier arrivant dans la halle des poches.

• Dans le cas général, un échantillon est prélevé et la température mesurée avant que la poche poursuive son trajet vers l'un des trois outils de métallurgie secondaire :

- **DIP** : *Deep Injection Process* ; brassage violent par lance de désulfuration, celle-ci est plongée dans le bain jusqu'à environ 300 mm au dessus de la dalle vers le centre de la poche ;
- **RHOB** : *Rheinstahl Heraus Oxygen Blowing* ; technique de traitement sous vide pour une décarburation ;
- **VEC** : *Vide En Cuve* ; technique d'affinage en faisant le vide dans la poche pour réaliser une décarburation, une désulfuration ou une déshydrogénation poussées ; dans ce cas, le traitement se fait avec un mètre de garde, ce qui signifie que la poche n'est alors remplie que par 235 tonnes d'acier au lieu de 270 *tonnes*. Sur le site de Dunkerque notamment, le traitement VEC s'effectue dans une autre halle, ce qui nécessite l'acheminement de la poche par l'extérieur (Figure 8).
- Dans certains cas, la poche passe par un **second outil**, i.e. la poche se dirige vers le RHOB après un DIP, ou vers le DIP après le RHOB ; les cas où la poche subit un VEC combiné à un autre traitement sont très rares.
- Enfin, que ce soit directement après la passerelle ou après le passage par différents outils, la cuve est vidée dans les répartiteurs pour la **coulée continue**.



Figure 10 Décrassage d'un fond de poche à acier en phase d'attente.

• Lorsque la poche est vide, elle passe au **nettoyage**. Le laitier ainsi que les différents résidus stagnant sur le fond de la poche et les parois latérales sont éliminés par action mécanique de type marteau-piqueur (Figure 10). Le nettoyage du fond est donc néfaste pour la longévité de la poche bien qu'il ne soit pas possible d'apprécier son impact sur les dégradations. A la fin du nettoyage, l'usure du revêtement du fond de poche est contrôlée grâce à des mesures différentielles par interférométrie laser.

2. Analyse de la duree de vie d'une poche a acier

Plusieurs poches ont été examinées pendant cette thèse sur le site de l'aciérie de Dunkerque afin de mieux comprendre quels types de chargement elles subissent réellement. Une partie de ce travail est basée sur les données récupérées à Dunkerque par B. Polak (2005). Ensuite, des séjours à l'aciérie durant cette thèse ont permis de compléter le panel de poches et de récupérer également des mesures par interférométrie laser afin d'établir un

Prologue

lien entre l'histoire de la poche et l'évolution du profil d'usure du revêtement du fond de poche. Ces mesures relatives ne sont pas réalisées régulièrement ni automatiquement à certains points de la vie des poches. Nous avons donc jugé utile d'essayer de corréler ces mesures à l'historique de la poche considérée.

Les données utilisées pour ces analyses servent de suivi informatif pour estimer la durée de vie restante des poches et prévoir leur maintenance mais aucune étude ne corrèle les historiques des poches à la durée de vie des revêtements réfractaires. Cette analyse vise à dégager des facteurs du procédé d'affinage pouvant avoir une influence sur la durée de vie des poches. Ont alors été retenus comme facteurs le type d'affinage vers lequel la poche va se diriger (VEC, DIP, RHOB), les températures de bain, ou encore les temps d'attente.

Les illustrations présentées ici proviennent de deux enquêtes : la première, de 7 poches ayant fonctionné entre Janvier et Mai 2005 (Polak, 2005), la seconde, de 17 poches ayant fonctionné entre Novembre 2007 et Avril 2008. Toutes les poches de la première enquête ont été arrêtées à cause de l'usure du fond, mais peu d'informations sont disponibles à leur sujet. Les poches de la seconde enquête ont toutes été maçonnées avec les mêmes briques réfractaires en paroi et ont été équipées de deux types de dalles que l'on nommera ici V et C. Sur ces 17 poches, 9 étaient équipées d'une dalle de type V et donc 8 de type C. Leur critère d'arrêt n'a été que l'usure du revêtement du fond ou bien du cordon laitier du haut. Sur les 11 poches arrêtées pour l'usure du fond, 4 poches possédaient une dalle V et 7 une dalle C. Seules les poches de la seconde enquête arrêtées à cause de l'usure du fond sont représentées sur les graphes suivants.

Rappelons que la coulée (ou le cycle d'affinage de la poche) peut être scindée en deux phases : une phase pendant laquelle la poche est pleine (l'affinage) et une phase pendant laquelle la poche est vide. La phase pendant laquelle la poche est pleine, après réception du métal liquide, comprend un premier brassage par lance réalisé au niveau de la passerelle, puis la poche est acheminée vers un des outils de métallurgie secondaire avant d'arriver aux répartiteurs pour la coulée continue. Le trajet, le temps, les réactions chimiques et les échanges thermiques influent sur la température du bain qui varie au cours de la phase d'affinage. Toutefois, ces variations se font progressivement bien qu'elles puissent atteindre une centaine de degrés Celsius au cours de l'affinage. Elles ne seront pas prises en considération par la suite au profit de la température « moyenne » du bain car ces informations ne sont pas disponibles.

Le Graphe 1 présente l'évolution de la température moyenne de chaque bain T_{Rj} au cours de la vie de la poche de référence R de la seconde enquête qui a montré le comportement le plus représentatif (poche 71 dans l'Annexe II). La poche n'a pas subi de traitements combinés (DIP+RHOB ou RHOB+DIP) ; mais leur occurrence étant faible, leur présence est donc peu représentative du comportement moyen.



Type d'affinage	VEC	DIP	RHOB	PAS
Quantités	8	16	21	32
Température moyenne	1695	1680	1675	1655

Graphe 1 Evolution des températures et utilisation des outils (VEC, DIP, RHOB, ou PAS) au cours de la vie de la poche *R* de la seconde campagne.

Ce graphe met en évidence les fluctuations de température d'une coulée à l'autre ainsi que l'ordre chronologique des outils par lesquels passe la poche. On note alors qu'une gestion spécifique des poches est faite pour améliorer la durée de vie du garnissage et limiter la sollicitation des poches lorsqu'elles approchent de la fin de vie :

- les traitements en VEC se font de préférence au début de la mise en service à cause de leur influence plus néfaste et de leur température de bain en moyenne plus élevée ;
- après les vingt premières coulées, la sollicitation thermique des poches est plus modérée : les variations de température d'une coulée à l'autre sont moins importantes et les températures moyennes sont plus basses ;
- enfin, sur la fin de la vie, soit la poche est davantage « poussée à bout » lorsque les observations de l'usure des réfractaires semblent le permettre : les variations de température redeviennent plus importantes pour des moyennes plus élevées ; soit l'utilisation de la poche est un peu plus ménagée de sorte à atteindre un nombre de coulées avant réfection du garnissage raisonnable. Cette dernière phase est

généralement accompagnée d'un suivi de l'usure par des mesures interférométriques plus régulières.

Cependant, dans les cas où une usure élevée du fond apparait prématurément, du réfractaire de réparation est directement versé sur le fond de poche.

Sur le panel de poches sélectionnées, la température des bains d'acier varie entre 1600°C et 1740°C. À titre d'exemple, le Graphe 2 montre la répartition des fréquences de températures d'affinage au cours d'une campagne pour la poche R issue du second panel.



Graphe 2 Occurence des températures d'affinage pour la poche *R* du seconde panel.

Les exploitants de l'aciérie s'accordent sur le fait que la température de coulée en poche T_{ij} est un facteur affectant la durée de vie des revêtements réfractaires. On peut donc considérer comme un facteur représentatif la température moyenne de coulée \overline{T}_i , définie comme étant la moyenne des températures de bain T_{ij} à chaque coulée j au cours de la vie de la poche i de durée de vie N_i :

$$\bar{T}_i = \frac{\sum_j T_{ij}}{N_i}$$

Cependant, ce facteur ne prend que partiellement en compte l'effet de la température de coulée. Pour une température moyenne donnée, la durée de vie est d'autant plus réduite que le nombre de coulées à « haute température » est élevé. Une température de bain élevée T_{ij} peut se justifier de plusieurs manières. Par exemple, certaines réactions, comme celles avec l'aluminium sont généralement exothermiques et provoquent alors une élévation de la température du bain. Si cette température est trop élevée, le mélange devient très corrosif !

L'incidence sur l'usure des réfractaires est directe : la dalle peut alors perdre jusqu'à 6 *mm* au lieu d'environ 2 *mm* en moyenne par coulée !

Pendant la phase à vide, la température de la surface du revêtement baisse progressivement jusqu'à environ 1000 - 1200°C. Ces temps à vide ont une incidence indirecte sur la vie de la poche : plus le temps à vide est long, plus la température moyenne du revêtement baisse, et plus le choc thermique au début de la coulée suivante sera important. Pour limiter les pertes de chaleur, la poche peut être couverte ou réchauffée au brûleur. C'est souvent le cas lorsqu'une poche est mise en attente trop longtemps entre deux coulées. En effet, les périodes à vide ont des durées très variables mais sont, en moyenne, proches des deux heures (Graphe 3). Dès que le temps d'attente excède cette durée, la poche est placée sous brûleur. On précise qu'avant la première coulée, la poche est préchauffée par le brûleur pendant quelques heures de sorte que sa température atteigne environ 1000 - 1200°C.



Graphe 3 Répartition du temps passé sous vide au cours des coulées (Poche R de la seconde campagne).

Le passage par le VEC peut être relié à ce temps d'attente (Graphe 4 et Graphe 5), nécessairement plus long puisque la poche doit revenir d'une halle indépendante. Cependant, un temps à vide plus long n'implique pas que la poche soit passée par le VEC et ne peut être que le reflet de la logistique de la halle aux poches : file d'attente pour le nettoyage, baisse de régime de production etc. C'est pourquoi, un nombre de passage en VEC plus grand n'est pas pour autant responsable d'une baisse de la fréquence de coulée ni d'une augmentation du temps d'attente (Graphe 4 et Graphe 5).



Graphe 4 Influence du nombre de passages en VEC sur la fréquence de coulée.



Graphe 5 Influence du nombre de passages en VEC sur le temps d'attente total de la poche entre deux coulées.

Blumenfeld (2003) avait déjà signalé qu'il existait une corrélation entre la fréquence de coulée et la durée de vie des réfractaires. Une fréquence de coulées plus élevée permet de réduire notablement la vitesse d'usure des parois de bauxite (Blond, 2003). Une augmentation de la fréquence du cyclage thermique conduit à une réduction de l'écart maximum de température, donc une réduction des sollicitations thermo-mécaniques. Ce panel confirme ainsi l'adage « *plus on l'use, moins ça s'use »*.

Le Graphe 6 présente ensuite la fréquence de coulée « normée » Fr_i^N en fonction de la durée de vie (en nombre de coulées) « normée » N_i^N de chaque poche *i*. La fréquence de coulée « normée » Fr_i^N étant définie comme la durée de vie « normée » N_i^N ramenée au nombre de jours de service de la poche « normé » J_i^N ; la durée de vie « normée » N_i^N étant celle définie précédemment, et de même, le nombre de jours de service de la poche « normé » J_i^N est le nombre de jours de services de la poche *i* considérée J_i ramené au nombre de jours de service de la poche $R(J_R)$:

$$Fr_i^N = \frac{N_i^N}{J_i^N} \qquad J_i^N = \frac{J_i}{J_R}$$

Remarque : les valeurs dites « normées » sont les valeurs du paramètre de la poche i ramenées à la valeur du même paramètre de la poche R présentant un comportement moyen. Soit par exemple pour la durée de vie :

$$N_i^N = \frac{N_i}{N_R}$$

où N_i^N , la durée de vie « normée » de la poche i, est la durée de vie de la poche i en nombre de coulées N_i , divisée par la durée de vie de la poche R en nombre de coulées N_R .

Ainsi, le nombre de passage en VEC « normé » VEC_i^N de la poche i est défini comme le nombre de passage en VEC de la poche i (VEC_i) ramené au nombre de passages en VEC de la poche R (VEC_R) :

$$VEC_i^N = \frac{VEC_i}{VEC_R}$$

Eléonore Arfan



Graphe 6 Influence de la fréquence de coulée sur la durée de vie (en nombre de coulées).

Graphe 7 Influence du nombre de passages en VEC sur la durée de vie (en nombre de coulées).

La tendance du Graphe 7 peut s'expliquer de plusieurs manières : le VEC demande d'acheminer la poche hors de la halle principale, ce qui engendre une baisse de la température du bain. Pour pallier cette perte de chaleur, la température initiale du bain est alors un peu plus élevée. Le choc thermique dû au remplissage de la poche est par conséquent plus important même si la poche est maintenue sous brûleur avant la coulée. Mais le maintien sous brûleur n'est pas toujours bénéfique : il peut contribuer à l'oxydation du laitier de tapissage (des résidus stagnant à la surface du fond) et ainsi contribuer à la formation d'oxydes de fer. Le laitier, riche en oxydes, est donc naturellement très corrosif.

De plus, c'est le temps que la poche attend vide comparé aux fluctuations des températures de bain qui peut avoir une influence néfaste sur sa durée de vie. Comme il a été indiqué plus haut, plus la poche passe de temps à vide plus sa température décroît, tant qu'elle n'est pas mise sous brûleur. Le Graphe 8 présente l'influence, sur la durée de vie « normée » N_i^N , de la température moyenne des bains \overline{T}_i divisée par le temps total que la poche a passé à vide, sans brûleur ni couvercle. Le Graphe 9 présente l'influence, sur la durée de vie durée de vie « normée » N_i^N , de la température moyenne des bains \overline{T}_i divisée par le temps total que la poche a passé à vide, sans brûleur ni couvercle. Le Graphe 9 présente l'influence, sur la durée de vie e vie « normée » N_i^N , de la température moyenne des bains \overline{T}_i divisée par le temps que la poche a passé sous le brûleur. Malheureusement, notre panel ne nous permet pas de conclure à ce sujet.

Prologue



Graphe 8 Influence de la température moyenne des bains ramenée au temps passé à vide sur la durée de vie des poches.

Graphe 9 Influence de la température moyenne des bains ramenée au temps passé sous brûleur sur la durée de vie des poches.

L'analyse de l'influence des différents paramètres du procédé est donc d'autant plus complexe que ces paramètres sont majoritairement corrélés les uns aux autres. Il serait donc nécessaire de développer une méthodologie d'analyse : endommagement, fatigue, prenant en compte ces phénomènes ; cela passe d'abord par une analyse fine des sollicitations thermiques, chimiques et mécaniques : la température moyenne pour une poche n'est pas une donnée suffisamment pertinente. Il serait donc préférable d'étudier l'histoire de la température réelle aux points les plus sollicités et l'agressivité des agents en contact. Ces enquêtes ont cependant permis d'avoir une meilleure lisibilité du fonctionnement réel d'une poche.

3. Schematisation des sollicitations dans la poche

On peut alors définir une vision schématique simplifiée de la vie de la poche et des diverses sollicitations qu'elle subit (Figure 11). En effet, au regard de la complexité des phénomènes, on cherche à se placer dans un cas type afin d'expliquer les origines possibles des dégradations observables sur les dalles post mortem (partie III de ce chapitre). De plus, cette schématisation permet aussi bien de définir les conditions aux limites à introduire dans les simulations numériques (Partie C) que de choisir les températures d'essais pour la caractérisation du comportement mécanique du matériau (Partie B). Un cycle d'affinage, si l'on se place du point de vue des sollicitations appliquées sur le fond du garnissage, peut se décomposer en plusieurs périodes caractéristiques (Figure 11) :



Figure 11 Schéma d'une coulée.

Au début de la coulée, la poche vide reçoit au niveau de sa dalle d'impact le jet de métal liquide provenant du convertisseur. Les premières minutes du remplissage sont alors plus critiques car le jet de métal liquide induit une interaction thermomécanique forte avec le fond de la poche, localisée principalement au niveau de la dalle. Se déroule ensuite l'affinage du bain qui dure environ deux heures. Ensuite, la poche est amenée à la coulée continue, et vidée. Les premières minutes de la phase à vide provoquent un choc thermique descendant « mou » et les sollicitations chimiques sont importantes à cause du laitier et des résidus stagnant sur le fond de la poche avant le nettoyage. Enfin, la poche est nettoyée et refroidit pendant environ deux heures avant de recevoir un nouveau bain d'acier. Par conséquent, les sollicitations qui s'appliquent sur le fond de la poche au cours d'une coulée s'échelonnent de la manière suivante (Figure 12).

Au début de la phase de remplissage, sur une période de quelques fractions de secondes, le garnissage du fond subit un violent choc thermique et mécanique qui résulte de la projection du métal liquide sur sa surface. Le métal tombe d'une hauteur d'environ 6 à 7 m lors de la vidange du convertisseur sous la forme d'un jet d'environ 17 cm de diamètre. La surface du fond subit alors une élévation brutale de la température, de 400°C à 700°C selon les conditions d'exploitation de la poche. Dans le diagramme proposé en Figure 12, les sollicitations se présentent alors de la façon suivante :

- → sollicitations thermiques : choc thermique dur ascendant assez localisé ;
- ➡ sollicitations mécaniques : impact du jet de métal liquide et contraintes d'origine thermique ;
- → sollicitations chimiques : faibles car les temps considérés sont courts.



Figure 12 Sollicitations du fond de la poche au cours d'un cycle d'affinage d'acier.

Ensuite, au cours de la phase de remplissage qui dure quelques minutes, tant que la hauteur de métal liquide n'est pas suffisante, l'écoulement du métal liquide au niveau de la dalle est extrêmement turbulent :

- → sollicitations thermiques : température uniforme sur la surface du fond, élévation progressive de la température de la poche ;
- ➡ sollicitations mécaniques : remous dus à l'écoulement de l'acier, les contraintes d'origine thermique s'amoindrissent ;
- → sollicitations chimiques : faibles car les temps sont courts.

Durant la phase d'affinage, les actions du métal liquide sur le fond sont provoquées par le brassage du métal. Les sollicitations dans la dalle sont alors plus uniformes :

- → sollicitations thermiques : variations douces, la température du bain diminue lentement, mais ces fluctuations ne peuvent pas être appréciées précisément ;
- ➡ sollicitations mécaniques : remous d'autant plus néfastes que le réfractaire à plus haute température devient plus visqueux ;
- sollicitations chimiques : légèrement croissantes du fait de la viscosité du matériau ce qui facilite les incrustations de métal et de laitier dans les premiers millimètres d'épaisseur de la dalle ainsi que la diffusion d'éléments dans la matière, la période considérée est plus longue.

La vidange clôture cette phase de traitement de l'acier et s'achève par le dépôt d'une couche de laitier (de quelques millimètres à quelques centimètres) :

- ➡ sollicitations thermiques : choc thermique mou descendant quand la poche est vidée ;
- → sollicitations mécaniques : annihilées ;

 sollicitations chimiques : importantes au début du temps à vide avant que le fond de poche ne soit nettoyé et tant que la température dans le réfractaire est encore suffisamment élevée pour favoriser les réactions chimiques entre le laitier et le réfractaire.

Lors de la phase à vide, la vitesse de refroidissement en surface dépend des conditions dans lesquelles la poche est maintenue (présence ou non d'un couvercle, maintien de la température grâce à un brûleur). La maintenance en service est également effectuée durant cette phase d'attente. Des opérations de décrassage des parois latérales et du fond avec un engin mécanique (sorte de marteau piqueur) sont parfois faites, ce qui produit des vibrations et des mouvements des pièces du fond. L'engin mécanique impacte parfois la dalle pour éliminer un dépôt trop important de laitier (Figure 10). Ainsi :

- → sollicitations thermiques : faibles ;
- → sollicitations mécaniques : ponctuellement forte mais difficiles à évaluer ;
- → sollicitations chimiques : faible dès que le fond de poche est nettoyé.

Cette répartition des sollicitations pour les différentes étapes caractérisques d'une coulée vont maintenant pouvoir servir d'accroche pour comprendre l'évolution des profils d'usure des fonds de poche ainsi que les dégradations observables sur des dalles post mortem. Cette schématisation sera aussi la base des simulations numériques qui font l'objet de la Partie C.
III. DEGRADATIONS DES REFRACTAIRES DU FOND DE POCHE

1. Evolution qualitative de l'usure du fond de poche

Les mesures par interférométrie laser effectuées à intervalles réguliers au cours de la vie des poches permettent d'établir des relevés topographiques du niveau d'usure du garnissage réfractaire. Ces mesures sont réalisées lorsque la poche sort du nettoyage en positionnant le fond de la poche dans le collimateur de l'interféromètre qui mesure une épaisseur relative par rapport à un point théorique situé à la surface de la couche de durée. L'incertitude d'une telle mesure est de quelques millimètres, mais l'incertitude sur le positionnement de la poche est d'environ cinq centimètres. De plus, il existe toujours, après nettoyage, une couche résiduelle de laitier qui n'a pas pu être éliminée en raison du refroidissement rapide du fond qui fige le laitier par endroits. La nature du laitier et donc sa viscosité modifient cette épaisseur qui est donc difficile à apprécier. Par conséquent, s'il est possible de suivre l'évolution du profil du fond de poche, il n'est pas possible de déterminer précisément l'épaisseur de revêtement perdue d'une coulée à l'autre. Ce suivi permet cependant de constater que l'usure du fond dépend des matériaux utilisés pour la constitution du revêtement. Cette hypothèse est confirmée par les observations d'échantillons de dalles post mortem.

Les illustrations ci-dessous ont été choisies parmi les mesures interférométriques des poches présentées précédemment selon plusieurs critères :

- 1) il existe des prises de vue le plus tôt possible de la vie de la poche et au plus près de la dernière coulée ;
- 2) on cherche à comparer les modes de dégradation du fond selon la nuance de dalle utilisée ;
- 3) on souhaite également observer un profil d'usure du fond d'une poche pour laquelle le critère d'arrêt n'a pas été l'usure du fond.

De plus, les trois poches sélectionnées ci-après présentent la particularité d'avoir été arrêtées après le même nombre de coulées. Le Tableau 1 présente le pourcentage de passage par chaque outil des trois poches au cours de leur vie et rappelle leur cause d'arrêt ainsi que la nuance de dalle dont elles sont équipées.

n° poche	Nb coulées / jour	VEC (%)	DIP (%)	RHOB (%)	RH+DIP (%)	DIP+RH (%)	PAS seule (%)	cause d'arrêt	Dalle
71	4,05	10,3	20,8	27,3	0	0	41,6	fond	V
56	4,81	24,7	16,8	22,1	1,3	0	35,1	cordon haut	V
66	4,53	2,6	32,5	31,1	1,3	0	32,5	fond	С

 Tableau 1 Pourcentage de passage par outil, cause d'arrêt et nuance de dalle des poches 71, 56 et 66.

La première poche présentée ici est la poche R (n°71) qui a servi de référence dans les analyses du paragraphe précédent. Elle était équipée d'une dalle V et a été arrêtée en raison de l'usure de son fond.



Figure 13 Mesures interférométriques laser à différents instants de la vie de la poche *R*.



Graphe 10 Rappel des températures moyennes de coulée de la poche *R* de la seconde enquête.

Malgré la légère surépaisseur initiale de la dalle, on constate que le fond tend à s'uniformiser au fil des coulées. Ceci traduit le fait que les sollicitations sur la dalle sont telles qu'une surépaisseur est nécessaire pour garantir une usure uniforme du fond bien qu'un matériau ayant de meilleures performances ait été mis en place. De plus, un trou s'est creusé juste au dessus de la dalle et cette usure a été à l'origine de l'arrêt de la poche. Cette poche au cours de sa période de fonctionnement a peu subi de passages en VEC (10,3 %) et les passages par les outils utilisant un brassage par lance ont été plus nombreux (Graphe 1 et Tableau 1). Cela explique la formation d'une cuvette au centre de la poche. Mais à l'exception de cette cuvette, l'usure parait régulière d'après ces trois interférométries, ce qui peut être mis en relation avec le fait que le même type de variations de température au cours de la vie de la poche est observable sur le graphe ci-dessus.

La poche 56 était également équipée d'une dalle V mais a été arrêtée en raison de l'usure de son cordon haut.





violents. Ensuite, les températures de coulées sont en moyenne plus faibles. La dalle est donc presque autant sollicitée que le reste du fond (ou légèrement plus). Du fait que la dalle est dimensionnée pour mieux résister aux sollicitations thermiques, elle s'use alors moins que le reste du garnissage, ce qui lui permet de retrouver sa surépaisseur relative.

60

80

Enfin, la poche 66 dont la dalle d'impact était une dalle C a été arrêtée en raison de l'usure de son fond.



Figure 15 Mesures interférométriques laser à différents instants de la vie de la poche 66.



Graphe 12 Températures moyennes de coulée de la poche 66 de la seconde enquête.

La surépaisseur de la dalle due à la méthode d'architecture des poches est toujours présente. Cependant, contrairement à l'état de la poche 71, cette fois la dalle s'use autant voire davantage que le reste du fond. Comme la poche 56, les fortes variations de températures de coulée jusqu'à la coulée 42 peuvent être responsables de l'usure plus importante de la dalle menant à l'homogénéisation de l'épaisseur du fond comme le montre l'image de la coulée 46. Cependant, même si au-delà de la coulée 42 la moyenne des températures semble moins haute, les variations d'une coulée à l'autre sont encore fortes dans certains cas, responsables de chocs thermiques plus violents. La dalle, dont la constitution est moins endurante d'après les expériences sur site, s'use donc toujours autant que le fond.

Ces observations montrent que les profils d'usure diffèrent selon la nuance de dalle utilisée pour le revêtement du fond de la poche. Cependant, l'incertitude de mesure ne permet pas d'en déterminer la perte d'épaisseur d'une coulée à l'autre.

2. **OBSERVATIONS D'ECHANTILLONS DE DALLES USEES**

Afin de mieux comprendre les mécanismes de dégradation des dalles d'impact, une observation plus fine de l'endommagement de différentes nuances de réfractaire a été réalisée. Dans ce but, plusieurs morceaux de dalles d'impact qui avaient été récupérées par le LMT et le CEMHTI dans des aciéries après le démaçonnage des revêtements réfractaires de poches ont été découpés, et observés (Tableau 2).

Propriétés	Analyse chimique (Teneur en <i>wt</i> . %)					Taille de	Masse	Porosité
Produit	<i>Al</i> ₂ <i>0</i> ₃	MgO	SiO ₂	Ca0	Autres (dont <i>Fe</i> ₂ <i>O</i> ₃)	grain maxi.	volumique	(%)
SFSC : Ecokast 46B70 ³ (béton haute teneur en alumine à spinelle se formant en service)	85,9	5,5	0,7	1,7	6,2	8 mm	3100 kg.m ⁻³	18
PFSC : Refracol ³ (béton haute teneur en alumine avec spinelle)	94,4	4,1		0,91	0,59	12,7 mm	3150 kg.m ⁻³	12,5
PSFSC : Vesuvius ³ (béton haute teneur en alumine à spinelle se formant en service)	91,6	5,9	0,9	0,9	0,7 (0,1)	5 <i>mm</i>	3180 kg.m ⁻³	NA

Tableau 2 Principales caractéristiques des bétons des dalles d'impact observées.

a. Echantillon en PSFSC

L'échantillon de dalle PSFSC, récupéré à l'aciérie de Dunkerque, présente plusieurs zones endommagées distinctes comme le montre la Figure 16.



Figure 16 Echantillon de dalle en PSFSC.

³ Source : fiche technique des fabricants

La surface supérieure de la dalle très irrégulière est corrodée. Une fine couche (< 1 mm) de laitier y est incrustée. Dans les premiers millimètres de profondeur, on observe un réseau dense de microfissures perpendiculaires et parallèles à la face chaude. La zone est imprégnée par le laitier et est partiellement corrodée. Les grains ne sont pas discernables de la matrice. A quelques centimètres de la surface, on observe des fissures parallèles à la face chaude et des pores remplis de métal. Les zones proches des fissures sont corrodées. Audelà de 3 mm des lèvres de la fissure, le matériau paraît plutôt sain, les grains sont plus visibles. Enfin un réseau peu dense de macrofissures se forme dans le reste de l'épaisseur de la dalle. Certaines sont remplies de métal liquide. En dehors des bords des fissures la microstructure du matériau ne semble pas être modifiée par le laitier.

b. Echantillon en PFSC

Les dégradations d'un l'échantillon de dalle en PSFC sont différentes de celles mises en évidence sur la dalle en PSFSC (Figure 17).



Figure 17 Echantillon de dalle en PFSC.

Une couche plus épaisse de la surface est incrustée de métal et de laitier. Mais la frontière avec le réfractaire est beaucoup plus nette car la corrosion du réfractaire paraît absente; dans l'épaisseur du réfractaire, la couleur de la matrice reste uniforme. En revanche, la coloration des grains (bleu/violet) pourrait être liée à des transformations de phases qui les affectent; mais l'imprégnation du laitier n'en est sans doute pas la cause car ce dernier n'est pas visible en profondeur. Cette coloration pourrait constituer un traceur naturel de la température maximale atteinte dans la zone.

c. Echantillon en SFSC

Le dernier échantillon provient d'une dalle SFSC (Figure 18), commercialisée par la société TRB utilisée à l'aciérie SIDMAR, dont les dégradations se rapprochent davantage de celles de la dalle en PSFSC que des dalles en PFCS. De plus, la taille de l'échantillon étant importante, il a été possible de la découper en plusieurs tranches d'environ 10 mm

d'épaisseur chacune, et d'effectuer une étude de la répartition de la dégradation dans l'espace, i.e. pas uniquement dans la profondeur.



Figure 18 Echantillon de dalle en SFSC-TRB, matériau « REF ».

i. Etude en profondeur

Comme déjà observé précédemment dans le cas du PSFSC, une couche très irrégulière de moins de 1 mm à la surface de l'échantillon est imprégnée de métal. La limite entre le laitier et le réfractaire n'est pas précise. Par contre, dans les premiers millimètres (~5 mm), on n'observe pas de microfissures mais une multitude d'inclusions de métal, et la zone paraît corrodée, saturée.

Des fissures très fines et assez longues sont observées dans une couche d'environ 4 *cm* d'épaisseur située plus en profondeur. Cette zone est partiellement imprégnée de laitier à certains endroits et relativement saine en d'autres (présence de zones plus claires). On trouve aussi quelques macrofissures remplies de métal qui constituent des chemins préférentiels par lesquels le laitier peut pénétrer en profondeur. Elles semblent contribuer à la formation d'écailles de plusieurs centimètres d'épaisseur.

Cette zone est enfin bien délimitée par quelques macrofissures, parallèles à la surface, très imprégnées, et au-delà desquelles le matériau paraît sain. On observe pourtant une macrofissure non imprégnée, mais ceci serait plutôt représentatif d'une fissure apparue au moment de la démolition du garnissage de la poche ou qui s'est propagée lors de la découpe.

ii. Etude latérale

La portion de la dalle a été découpée au CEMHTI-CNRS (Figure 19) et les tranches numérotées de A à E. On observe le même type de dégradation en profondeur sur toutes les tranches (A-E). Une corrosion plus importante est cependant observée dans la tranche E dont l'envers (la face qui n'a pas été découpée) est aussi imprégné, voire incrusté par endroits. Ceci suggère que le métal et le laitier auraient pu s'infiltrer entre la dalle et le reste du revêtement du fond de poche, ou bien qu'une fissure orthogonale à la surface de la dalle en contact avec le bain d'acier a favorisé l'imprégnation de métal et de laitier vers le cœur de la dalle.



Figure 19 Découpes d'une dalle post mortem en réfractaire SFSC-TRB.

Dans tous les cas, le mode d'endommagement semble suivre le schéma suivant :

- incrustation de la surface par le laitier et des résidus de métal ;

- zone corrodée saturée dans les premiers millimètres ; présence de microfissures et infiltration de métal ;
- zone corrodée dans les centimètres suivants ; présence de quelques macrofissures ;
- zone saine au delà des premiers centimètres.

Des macrofissures, même présentes dans la zone saine, parallèles à la surface de la dalle en contact avec le bain d'acier, ont été responsables de la rupture des échantillons. Il n'est pourtant pas possible de savoir si ces fissures ont été produites lors du refroidissement de la dalle ou bien sont apparues lorsque le revêtement réfractaire a été démaçonné.

On cherche désormais à corréler les différents types d'endommagement observés aux sollicitations recensées.

3. Synthese des enquetes

On rappelle que les sollicitations recensées sont au nombre de trois : thermique, mécanique et chimique. Leurs actions sont plus ou moins prédominantes selon l'étape de la coulée à laquelle on se situe. Chacune engendre l'apparition de dégradations visibles sur les échantillons port-mortem.

a. Les dégradations d'origine thermomécanique

Les premières observations post mortem de dalles constituées de différents matériaux (Benjamai, 2006) confirmées par nos propres observations ont permis de distinguer différentes zones de fissuration.

Dans les premiers millimètres de profondeur se trouvent des microfissures parallèles à la surface chaude très denses et quelques fissures perpendiculaires. Ces fissures seraient principalement dues aux chocs thermiques.

A quelques centimètres de profondeur apparaissent des macrofissures parallèles à la face chaude qui seraient initiées par les contraintes thermiques ou les changements de phase comme la spinellisation. Cette réaction n'existe pas dans les matériaux PFSC qui n'ont pas présenté ce type d'endommagement.

Cependant, les phénomènes de dégradation provenant de la corrosion et du choc thermique sont très liés. Il est délicat de discerner les fissures dues aux transformations de phases intrinsèques au matériau de celles produites par la corrosion. Au vu des photos des éprouvettes corrodées lors d'essais de corrosion présentées par Prigent (2007, 2008), on peut imaginer le scénario d'endommagement suivant : la dégradation du réfractaire s'effectue de manière séquentielle durant un cycle de la campagne d'une poche : les contraintes d'origine thermique et/ou les variations de volume induites par les changements de phase engendrent une fissuration ou font propager des fissures existantes. Ensuite, le laitier pénètre dans le matériau. Il peut contribuer à faire propager ces fissures. Ce phénomène d'endommagement peut se reproduire à chaque cycle, conduisant progressivement à l'usure du réfractaire.

b. Les dégradations d'origine chimique



Figure 20 Endommagement chimique d'une dalle en SFSC (TRB).

La dalle en fin de vie présente trois zones (Figure 20) qui ont déjà été observées par d'autres auteurs sur d'autres réfractaires (Korgul, 1997 ; Blond et al., 2007) :

- une zone imprégnée et saturée dans les premiers millimètres près de la face chaude (zone A),
- une zone imprégnée sur quelques centimètres (zone B),
- et une zone saine (zone C).

La corrosion se caractérise par deux effets majeurs : d'une part, en pénétrant dans le matériau elle altère ses propriétés mécaniques ; d'autre part, elle induit aussi la dissolution du matériau, contribuant à la perte de matière.

Lors du traitement, les impuretés et résidus contenus dans le bain d'acier remontent à la surface et forment <u>le laitier</u>. Cette phase liquide très oxydante se dépose sur le fond de la poche lors de la vidange et stagne quelques instant avant d'être évacuée. Les laitiers contiennent principalement de l'alumine (Al_2O_3) , de la chaux (CaO), des oxydes de silice (SiO_2) , et d'autres oxydes; on rappelle que le réfractaire est principalement formé d'alumine et de magnésie $(Al_2O_3 \text{ et } MgO)$. La porosité initiale du réfractaire et sa fissuration débouchant en surface facilite la pénétration du laitier et du métal liquide dans la profondeur des dalles. Le laitier réagit alors avec le réfractaire. Les spinelles du réfractaires vont capter des oxydes de fer et de manganèse contenus dans le laitier, alors que les CA6 (qui se forment autour des grains en l'absence de corrosion) vont alors aussi se former dans la matrice par réaction entre la chaux du laitier et l'alumine de la matrice (Prigent, 2008).

c. L'érosion et l'usure

L'érosion est un autre mode d'usure observée sur les dalles d'impact. Elle se manifeste par une perte de matière plus importante et parfois très localisée.

La littérature distingue plusieurs types d'érosion : une érosion fragile, et une érosion ductile.

L'érosion fragile se caractérise par la formation d'un réseau de microfissures (Figure 21) sous la zone d'impact près de la surface (Bitter, 1963). Ces fissures deviennent

dramatiques lorsqu'elles coalescent et débouchent à la surface, entraînant un écaillage de celle-ci. Ce phénomène est donc généralement responsable d'une perte de matière importante.

L'érosion ductile se caractérise par la formation de cratères (Figure 22) due à des déformations plastiques importantes très localisées à la surface liées à l'impact de particules solides. La formation de ces cratères a été beaucoup étudiée par Hutchings et Winter (1974, 1975). La perte de volume ainsi engendrée provient alors de l'extrusion du matériau cible par les particules d'impact, et de l'arrachage de matière.



Figure 21 Réseau de fissures caractéristique de l'érosion fragile.



Figure 22 Formation d'un cratère caractéristique de l'érosion ductile.

Un cas un peu particulier se présente lorsqu'un matériau, du type quasi-fragile, est fortement hétérogène. L'érosion se déroule en deux étapes majeures. La première se caractérise par une perte de la phase matricielle (ciment), la seconde se traduit par le détachement des particules lorsque celles-ci ne sont plus suffisamment liées à la matrice (Engman, 1995; Wellman & Nicholls, 2004), ce qui traduit un effet protecteur des grains sur la matrice (Wiederhom, 1979). Le taux de perte est alors proportionnel à la surface de phase cimentaire exposée (on fait généralement l'hypothèse que l'usure des grains est négligeable). Au fur et à mesure que la phase matricielle est érodée, les grains dépassent de plus en plus ce qui forme des obstacles qui vont protéger la matrice. Mais lorsque les grains finissent par tomber, la phase matricielle est à nouveau bien plus exposée.

Les différentes observations ont donc amené à considérer que l'érosion des dalles d'impact intervient de plusieurs façons : par érosion fragile suite au choc thermomécanique au tout début du remplissage alors que le matériau n'est qu'à 1000 - 1200°*C*; puis par érosion ductile suite aux remous induits par le remplissage et les injections de gaz sur des temps plus longs lorsque la température en surface de la dalle est plus élevée. Malgré l'hétérogénéité du matériau considéré dans cette étude, le mécanisme d'érosion privilégié n'est pas celui des matériaux hétérogènes. En effet, les transformations de phases prenant place dans le matériau avec la montée en température engendrent une « fusion » des grains avec la matrice, phénomène d'autant plus aggravé si l'on prend en considération la corrosion par les laitiers. Ceci est nettement visible sur les Figure 16 à Figure 20.

IV. CONCLUSIONS ET STRATEGIES D'ETUDE

Ces observations aux différentes échelles (de la structure de la poche à la microstructure du matériau) nous ont incités à étudier l'influence des différents paramètres du procédé d'affinage sur la durée de vie des dalles, et à selectionner des paramètres plus représentatifs pour les introduire dans des simulations numériques. Ces simulations numériques nous aideraient alors à comprendre quelle étape du procédé serait à l'origine des différents endommagements observés.

Quelle qu'en soit la cause, la dégradation des dalles d'impact se traduit principalement par l'apparition et la propagation de fissures, formant dans certains cas des réseaux. Des microfissures en surface peuvent coalescer et provoquer un micro-écaillage. Les macrofissures en profondeur peuvent également se développer, facilitant l'imprégnation et la corrosion en profondeur.

Par conséquent, la deuxième partie de ce document concerne la caractérisation expérimentale du matériau à température ambiante et à haute température (au-delà de $1000^{\circ}C$) et la modélisation du comportement qui en découle.

Partie B. CARACTERISATION ET

MODELISATION THERMOMECANIQUE D'UNE

CERAMIQUE REFRACTAIRE

CHAPITRE II. ANALYSES EXPERIMENTALES D'UN REFRACTAIRE ALUMINE MAGNESIE

En service le revêtement d'usure est soumis à des sollicitations très variables dans le temps et l'espace (les températures varient typiquement entre $1000^{\circ}C$ et $1700^{\circ}C$), parfois brutales comme lors de l'impact du jet de métal liquide, ou plus modérées comme pendant les périodes d'affinage.

La caractérisation des réfractaires SFSC est de ce fait généralement réalisée sur une large gamme de températures (Prompt, 2000; Diaz, 2005, 2009). Le modèle de comportement doit donc permettre de reproduire la réponse du réfractaire aux sollicitations rapides (soit un comportement du type élastique fragile) mais aussi aux sollicitations plus lentes (soit un comportement plus visqueux) en prenant en compte la forte dissymétrie de comportement traction-compression bien connue pour les réfractaires (Simonin, 2000; Blond, 2003).

Pour l'application liée à la tenue de la dalle d'impact, la caractérisation expérimentale a été réalisée entre 1000°C et 1500°C. Le LMT ne disposant pas de l'équipement nécessaire, les essais de compression à hautes températures ont été réalisés chez TRB et les essais de flexion 3-points ainsi que des essais anisothermes sur les dispositifs de la société ICAR, société partenaire d'ArcelorMittal. Des essais identiques ont été réalisés à température ambiante sur les différentes machines ainsi qu'au LMT dans le but de vérifier que les différents résultats obtenus concordaient entre eux.

Ce chapitre présente le réfractaire qui a servi de base à cette étude ainsi que les deux nuances qui en sont dérivées, puis les résultats expérimentaux obtenus.

Cependant, au moment du dépôt de ce manuscrit, l'ensemble des résultats expérimentaux n'était pas disponible, suite à des retards dans la campagne expérimentale à hautes températures liés à de multiples problèmes techniques. Pour cette raison, seule une identification partielle de la loi de comportement n'aura pu être faite.

I. LE REFRACTAIRE SUPPORT DE L'ETUDE

Le réfractaire qui a servi de support pour cette étude est un béton SFSC désigné Ecokast 46B70 par la société TRB. Ce matériau est déjà utilisé pour la confection de dalles d'impact dans plusieurs aciéries notamment celle de Sidmar. On présente ici synthétiquement sa constitution ainsi que celle des deux autres nuances qui ont été étudiées au cours de ce projet de recherche dans le but d'analyser l'influence de certains composants sur le comportement thermomécanique et chimique.

1. Constitution et fabrication des trois nuances considerees

Les bétons réfractaires de cette étude sont constitués d'agrégats liés par une matrice. Les agrégats sont des grains d'alumine (corindon blanc) dont la taille maximale atteint 8 *mm* (Graphe 13). De manière conventionnelle, il a été décidé de nommer phase matricielle, ou **matrice**, l'ensemble des constituants de taille inférieure à un millimètre. Ce choix arbitraire est lié au fait qu'il est difficile d'analyser la microstructure et les changements qui se produisent dans la phase liante présente en faible quantité dans le matériau. De ce fait, toutes les analyses menées par le CEMHTI ont été effectuées sur du matériau dont les grains de taille supérieure à 1 *mm* ont été éliminés.



Graphe 13 Courbe granulométrique du béton de référence 46B70.

Cette matrice est composée d'un ciment alumineux (du Secar 80) qui contient des aluminates de chaux hydratés, de fines d'alumine calcinée Al_2O_3 et de fines de magnésie MgO de taille moyenne 200 μm , et enfin d'adjuvants en faible proportion (1,9 wt.% dans notre cas).

La magnésie terrestre présente dans la formulation de référence contient une fraction massique d'impuretés proche de 9 *wt*. %, ce qui favorise l'apparition de phases fusibles (du type géhlénite ($Ca_2Al_2SiO_7$) ou anorthite ($CaAl_2Si_2O_8$)) à haute température, facilitant l'imprégnation du réfractaire par les laitiers (Prigent, 2007).

Teneur (wt.%) Béton	<i>Al</i> ₂ <i>O</i> ₃ - Corindon blanc - Alumine réactive	<i>MgO</i> terrestre	<i>Mg0</i> marine	<i>SiO</i> ₂	Ciment Secar 80 (dont <i>CaO</i>)	Autres
46B70 « REF »	- 81,15 - 4,75	5,5	0	0,7	7,9 (1,7)	
46B70 « SEA »	- 81,15 - 4,75	0	5	0,7	7,9 (1,7)	0,5
46B70 « CEM »	- 81,15 - 7,85	0	5	1	5 (1,1)	

Tableau 3 Composition chimique des bétons étudiés.

Il a donc été convenu de caractériser également le comportement d'un produit de type Ecokast 46B70 à base de magnésie marine plus pure (à peine 2 *wt*. % d'impuretés) afin de comparer les propriétés de ces deux matériaux. La nuance Ecokast 46B70 qui contient de la magnésie terrestre est désignée par « **REF** » et la nuance Ecokast 46B70 avec magnésie marine est désignée par « **SEA** ». Enfin, les études réalisées au CEMHTI par Prigent (2008) ont donné naissance à une troisième nuance, optimisée du point de vue des attaques chimiques, que l'on dénomme par la suite « **CEM** ». Dans cette nuance, l'utilisation de magnésie marine permet d'améliorer la quantité et la qualité des spinelles ; l'augmentation du taux de silice a pour but de compenser les expansions de volume induites par les transformations de phases ; et enfin, la diminution de la quantité de chaux permet de limiter la formation de *CA*6 (Prigent, 2008).

Dans les trois nuances, les fines de magnésie et d'alumine contenues dans la matrice réagissent à haute température pour former du spinelle. Les spinelles $MgAl_2O_4$ (ou MA avec la notation de Bogue) possèdent une température de fusion élevée ($T_f = 2100^{\circ}C$), ce qui améliore sensiblement la résistance au choc thermique (Ko et Chan, 1999; Chen, 2002) car le coefficient de dilatation thermique de MA ($\alpha = 7,6.10^{-6} K^{-1}$) est plus faible que celui de la magnésie pure MgO ($\alpha = 13,5.10^{-6} K^{-1}$), mais cet écart peut entraîner le développement de microfissures autour des grains de spinelle (Aksel, 2004; Ghosh, 2004).



Figure 23 Diagramme d'équilibre $MgO - Al_2O_3$ (Roy, 1953).

La présence de spinelles *MA* dans les bétons réfractaires leur confère de multiples avantages. La résistance à la corrosion par les laitiers des revêtements réfractaires (Ganesh, 2002 ; Sasaki, 2003) est sensiblement améliorée par l'ajout d'environ 10 à 20 wt.% de spinelle (Korgul, 1997 ; Ghosh, 2004). Cette amélioration des performances pourrait s'expliquer par la capacité du spinelle *MA* à capter divers cations du laitier ($Mn^{2+}, Fe^{2+}, Fe^{3+}, Cr^{3+}$), conduisant le laitier à devenir plus riche en SiO_2 et de ce fait plus visqueux (Oguchi et Mori, 1993 ; Dominguez, 2001). L'infiltration du laitier est alors fortement limitée.

La résistance mécanique à haute température est également améliorée par la présence de spinelles *MA*. Par exemple, Ko et Chan (1999) ont montré que la résistance en traction (HMOR) augmente avec la quantité de spinelle pour des températures comprises entre $1000^{\circ}C$ et $1500^{\circ}C$.

La faible proportion de *CaO* dans les bétons joue également un rôle positif sur la résistance à haute température (Chan et Ko, 1998). La formation de *CA6* (Tableau 4) améliore la liaison entre les grains d'alumine et la matrice et diminue la porosité par l'expansion engendrée par la réaction, ce qui densifie la matrice. Cependant, la variation de volume induite par la réaction peut amorcer des fissures.

Des observations faites sur de nombreux sites industriels utilisant ce type de produit ont montré que l'incorporation de magnésie améliore sensiblement la durée de vie des dalles d'impact. Elles ont été confirmées par des études réalisées en laboratoire (Nagai, 1990). L'incorporation de fines de magnésie en quantité limitée présente un autre intérêt. Dissoutes dans le laitier, elles rendent ce dernier plus visqueux ce qui limite sa pénétration dans la dalle.

2. EVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE

La composition des réfractaires de type SFSC est à l'origine de multiples transformations chimiques irréversibles au sein du matériau qui interviennent lors de la montée en température. La microstructure et les propriétés mécaniques de cette famille de réfractaires évoluent alors dans une large plage de température comme l'ont déjà montré de nombreux auteurs (Sarpoolaky, 2002 ; Auvray, 2003 ; Mukhopadhyay, 2003 ; Diaz, 2005...). Le Tableau 4 résume succinctement les principales transformations qui ont lieu au sein de ce type de matériau :

Nature de la réaction	Températures
$Al_2O_3 + MgO \rightarrow MgAl_2O_4$ (Spinellisation)	T > 1100℃
$CaO + 2Al_2O_3 \rightarrow CaAl_4O_7$ (CA2)	T > 1100℃
$CaO + 6Al_2O_3 \rightarrow CaAl_{12}O_{19} \text{ (CA6)}$	T > 1450℃

Tableau 4 Evolution microstructurale à haute température des SFSC.

Lorsque le matériau n'est pas en présence de laitier, et une fois la phase de déshydratation achevée, les transformations débutent. Les mono-aluminates de chaux présents dans le ciment s'enrichissent en alumine dès lors que la température atteint $1100^{\circ}C$ pour former des dialuminates de chaux (*CA2*) et $1450^{\circ}C$ pour former des hexaluminates de chaux (*CA6*). Ces réactions endothermiques s'accompagnent d'une expansion de volume importante (Tableau 5). En parallèle, au-delà de $1100^{\circ}C$, les fines d'alumine (*A*) et de magnésie (*M*) contenues dans la phase matricielle réagissent via une réaction exothermique et expansive pour former des spinelles alumine-magnésie (*MA*).

Réaction	$\frac{\Delta V}{V}$ (%) de matériau	$\frac{\Delta V}{V}$ (%) de transformation	
$Al_2O_3 + MgO \rightarrow MgAl_2O_4$ (spinellisation)	+9,3 % (De Aza, 2003)	+8 % (Ganesh, 2002) +5 % (Ghosh, 2004)	
$Al_2O_3 + CaAl_2O_4 \rightarrow CaAl_4O_7$ (CA2)	+13,6% (De Aza, 2003; Auvray, 2007)		
$CaAl_4O_7 + 4Al_2O_3 \rightarrow CaAl_{12}O_{19} \text{ (CA6)}$	+3,01 % (Auvray, 2007)		

Tableau 5 Exemples de variations de volume associées aux transformations à hautes tempé	ratures.
---	----------

Les augmentations locales de volume ont alors deux effets sur le matériau : elles produisent un gonflement irréversible du matériau qui est directement lié à la quantité de composés réactifs présents dans le réfractaire (Ko et Lay, 2000 ; De Aza, 2003 ; Diaz, 2005 ; Prigent, 2006, 2007), ce qui explique que dans notre cas la dilatation due à la formation de *CA*6 soit la plus importante (Graphe 14), et viennent partiellement combler la porosité du matériau. Cependant, la taille des fines a une influence directe sur les dilatations engendrées par les transformations de phases (Braulio, 2008) et les proportions des différents constituants peuvent modifier l'ordre de ces réactions (Prigent, 2007). De plus, ces changements de microstructure s'accompagnent d'apparition de phases liquides de manière temporaire selon la quantité de silice contenue dans la matrice. Ces phases liquides augmentent la viscosité du matériau et sont sans doute à l'origine du retrait observé à haute température.

Ces principaux effets sont visibles sur les courbes de dilatométrie lors de la première chauffe de l'échantillon, comme par exemple ci-dessous pour la matrice du matériau REF (Graphe 14).



Graphe 14 Courbe de dilatométrie de la matrice du matériau REF réalisée avec une vitesse de chauffe de 5°C/min sans charge appliquée à l'échantillon.

Pour une température inférieure à $1000\,^{\circ}C$, la dilatation peut être considérée comme linéaire en première approximation. Un retrait de déshydratation n'est que très peu détecté car la fraction volumique de phase cimentaire est faible. Lors de la première montée, une inflexion de la courbe apparaît vers $1000 - 1100\,^{\circ}C$, ce qui correspond à la formation du *MA* et du *CA2* (Auvray, 2003). La formation de *CA*6 vers $1400\,^{\circ}C$ se traduit par une augmentation importante de la dilatation observée par ailleurs dans les essais réalisés par Prigent (2007).

Des micrographies (Figure 24 à Figure 26) ont été réalisées lors d'un séjour au CEMHTI afin de mieux comprendre l'évolution de la microstructure du matériau cuit à différentes températures pendant deux heures (après une montée à $300^{\circ}C/h$) :

- 350°C qui est la température minimale à laquelle le matériau doit être chauffé pour ne plus être hydrophile ;
- 1200°C qui est une température légèrement supérieure à la température de spinellisation;
- 1650°*C* qui est proche de la température de service.



Figure 24 Micrographies CEMHTI ; échantillon REF cuit à 350°C.



Figure 25 Micrographies CEMHTI ; échantillon REF cuit à 1200°C.



Figure 26 Micrographies CEMHTI ; échantillon REF cuit à 1650℃.

Les plus gros grains visibles sur ces micrographies sont de l'alumine (Al_2O_3) . A 350°C (Figure 24), seule la phase cimentaire du matériau s'est transformée : les hydrates sont partiellement transformés en anhydres. A 1200°C (Figure 25), la spinellisation est responsable d'une densification de la matrice et la bicoloration de certains grains d'alumine traduit la formation des aluminates de chaux. A 1650°C (Figure 26), la matrice est très dense, et les aluminates de chaux (*CA2* et *CA6*) forment des couronnes bien visibles autour des grains d'alumine.



Figure 27 Détail au voisinage d'un grain Al_2O_3 après cuisson à 1650°C (d'après Prigent, 2007).

II. METHODOLOGIE DES ESSAIS

1. Confection des eprouvettes

Le tableau suivant résume les différents types d'éprouvettes qui ont été fabriqués par la société TRB. Certains gabarits sont petits au vu de la taille des agrégats des matériaux, mais la confection des éprouvettes a été tributaire des moules disponibles chez TRB ainsi que des moyens de caractérisation expérimentale pouvant être mis en œuvre.

	Essais de flexion 3-points (h × l × L)	Essais de compression simple	Essais anisothermes
Barrettes	$25 \times 25 \times 100$ $40 \times 40 \times 160$		
Cylindres pleins		Ø 25 × H 60	
Cylindres creux			Ø 50 × H 50 Diamètre du trou : 12 mm

Tableau 6 Gabarits (en millimètres) des éprouvettes pour chaque type d'essais.

Pour faciliter leur rectification, les éprouvettes – très friables à froid juste après leur séchage – sont d'abord traitées thermiquement pour stabiliser leur microstructure. Elles sont étuvées à $110^{\circ}C$ pendant vingt-quatre heures, puis cuites à $1200^{\circ}C$ pendant cinq heures. Cette température permet de se rapprocher des conditions de première utilisation de la dalle en poche puisque celle-ci est placée sous brûleur, jusqu'à ce que la température du revêtement réfractaire atteigne environ $1200^{\circ}C$, avant de recevoir sa première coulée (ceci pour minimiser le choc thermique).



Figure 28 La photo de l'ensemble des éprouvettes.

Les cylindres utilisés pour les essais de compression et les essais anisothermes ont été rectifiés par la société ICAR dans le but de garantir au mieux le parallélisme des faces en contact avec les têtes de la machine d'essai. Malgré ces précautions, le parallélisme n'est pas parfaitement garanti. Ce phénomène bien connu pour les matériaux hétérogènes (Gorisse 1982, Schmitt 2000) se traduit par une hétérogénéité macroscopique des contraintes et des déformations, accentuée par le fait que la microstructure n'est pas non plus homogène dans l'échantillon. L'effet s'estompe si le matériau a un domaine de plasticité suffisamment étendu. L'hétérogénéité due au non parallélisme a été également limitée par la présence d'une rotule sur une des têtes d'amarrage. De plus, le frottement des extrémités de l'éprouvette en contact avec les têtes d'amarrage produit un frettage dont l'effet le plus connu est l'apparition de cônes lors de la rupture des éprouvettes cylindriques en compression. C'est pour cette raison qu'il est d'usage de choisir un rapport hauteur sur diamètre de l'ordre de 2 à 2,5. On notera à ce sujet que la comparaison entre les résultats d'essais de compression simple réalisés sur des cubes couramment appelés « essais d'écrasement » et des essais de compression réalisés sur des cylindres doit être faite avec précaution.

2. Les protocoles

a. Préparation des essais de compression

Pour caractériser le comportement mécanique en compression à différentes températures, notamment les non-linéarités dues aux mécanismes dissipatifs (endommagement, plasticité, viscosité), et identifier une loi de comportement non linéaire, plusieurs trajets de chargement mécanique ont été appliqués sur les éprouvettes. Les quatre protocoles de chargement (PC1 à PC4) sont présentés sur la Figure 29 :

- Le protocole PC1 consiste à réaliser un chargement monotone sur les éprouvettes dans une gamme de vitesse de déformation standard de $10^{-4} s^{-1}$. L'essai est asservi en déplacement de vérin à une vitesse constante et égale à 0,36 mm. min⁻¹.
- Le protocole PC2 s'appuie sur les informations recueillies lors du protocole PC1. Des cycles de charge-décharge sont réalisés à différents niveaux de chargement pour caractériser les déformations inélastiques du matériau. La même vitesse de déplacement de vérin (0,36 mm.min⁻¹) est appliquée dans les phases de chargement et de déchargement. La Figure 29 donne une indication des niveaux de chargement auxquels la décharge doit s'opérer. En pratique, plus de décharges ont été réalisées pour enrichir la base de données.
- Le protocole PC3 vise à caractériser le comportement visqueux du matériau. Une première relaxation est effectuée après un chargement à la vitesse de déformation de $10^{-4} s^{-1}$. La recharge s'effectue à une vitesse dix fois plus lente (soit $10^{-5} s^{-1}$), ce qui permettra d'estimer l'influence de la vitesse de chargement sur le pic de contrainte et la déformation associée à ce pic.
- Enfin, le protocole PC4 correspond à un trajet de chargement qui servira à valider le modèle identifié par les protocoles PC1 à PC3.



Figure 29 Protocoles de chargement pour les essais de compression simple

Au LMT-Cachan, trois éprouvettes de matériaux REF et SEA ont été sollicitées sous chaque protocole *PCi* avec le dispositif présenté sur la Figure 30 : une machine hydraulique MTS 50 kN. L'appui inférieur est équipé d'une liaison rotule dans le but de réduire l'effet de flexion parasite. Les déplacements relatifs entre les deux bases de l'éprouvette sont mesurés par le capteur de la machine et la charge est donnée par la cellule d'effort.

Pour certaines éprouvettes, les déformations longitudinales ont été mesurées dans la partie médiane de l'éprouvette par 3 jauges longitudinales collées à 120° les unes des autres. La longueur de jauges est de 7 *mm* (petites jauges). Au regard de la taille moyenne des agrégats du matériau (5 *mm*), les premières jauges utilisées paraissaient un peu trop petites, des jauges de 11 *mm* (grandes jauges) ont donc été utilisées pour vérifier la qualité des premières mesures.

Enfin, une technique de mesure de champ de déplacement par corrélation d'images (Hild, 2003) a aussi été utilisée sur certains essais afin d'observer les hétérogénéités du champ de déformation dans l'éprouvette et les comparer aux mesures faites par les jauges. Cette technique de mesure sans contact pourra très probablement s'appliquer à haute température à l'avenir.



Figure 30 Dispositif d'essai de compression utilisé au LMT-Cachan.

L'Annexe III récapitule les essais de compression réalisés en précisant les dimensions de chaque échantillon ainsi que les moyens de mesure de déplacement utilisés. Pour les essais réalisés chez TRB, qui dispose d'un équipement permettant de réaliser des essais jusqu'à 1500°C, les mesures de déplacement sont réalisées par le capteur LVDT de la machine ainsi que par un dispositif de mesure de déplacement différentiel entre les deux têtes de vérins. La mesure de l'effort est faite par la cellule d'effort de la machine.

Dans le cas des essais réalisés à haute température, les éprouvettes sont chauffées progressivement jusqu'à la température d'essai. Pendant la chauffe, un faible effort est appliqué sur l'éprouvette et est maintenu pour éviter une désolidarisation de l'éprouvette avec le montage. Ayant déjà subi un traitement thermique (cuisson à $1200^{\circ}C$ après étuvage), il n'a pas été nécessaire de respecter les paliers de chargement correspondant au séchage de la phase cimentaire. Les éprouvettes ont donc été chauffées à la vitesse de $200^{\circ}C/h$ jusqu'à la température d'essai, puis maintenues à cette température durant au moins deux heures avant l'application de la charge. Cette histoire de chargement thermique est conforme à celle adoptée par Prompt (2000) et Blond (2003). Une vitesse de montée en température trop rapide pourrait induire un gradient de température suffisant dans l'éprouvette pour endommager les échantillons avant le début du chargement mécanique. Le temps de palier de température à respecter avant les essais sert aussi à stabiliser les transformations chimiques, et ce temps nécessaire à la chimie est bien supérieur à celui requis pour la stabilisation de la température dans les échantillons. Une façon de vérifier si la microstructure est stable (chimiquement) avant de commencer l'essai est d'observer l'évolution du déplacement de la traverse pendant le palier en température : tant que des transformations ont encore lieu, l'échantillon se dilate. Une partie de cette dilatation peut aussi être liée au chauffage du dispositif.



Figure 31 Eprouvette de matériau REF sortie du four à 1200°C.

Le dépouillement des essais de compression simple est facile puisqu'on suppose que la contrainte est homogène. Les contraintes et les déformations sont donc définies selon la méthode classique sous l'hypothèse des petites perturbations :

$$\sigma = \frac{F}{S} \qquad \varepsilon = \frac{U}{h_0}$$

où *F* est la charge appliquée, *S* la surface de l'échantillon sur laquelle est appliquée la charge, h_0 la hauteur initiale de l'échantillon, et *U* la variation de hauteur de l'échantillon, connue soit par le déplacement de la traverse de la machine, soit par les mesures de capteur, soit par corrélation d'images (cf. paragraphe 3).

b. Préparation des essais de flexion 3-points

Bien que l'état de contrainte et de déformation dans une éprouvette soumise à un essai de flexion 3-points ne soit pas homogène, moyennant une analyse fine des résultats, cet essai peut apporter des informations pertinentes à la fois sur le comportement du matériau en traction et sur l'influence de sa structure. Les protocoles établis sont identiques à ceux de compression PC1 (essai sous chargement monotone) et PC3 (essais avec relaxation), mais à des vitesses de déplacement de la traverse $v_1 = 0.5 mm.min^{-1}$ et $v_0 = 0.05 mm.min^{-1}$ après relaxation.

Cependant, à température ambiante, en vue d'étudier l'effet d'échelle sur le comportement mécanique et quantifier la dispersion des résultats, un grand nombre d'essais a été réalisé sur deux gabarits différents d'éprouvettes ($25 mm \times 25 mm \times 100 mm$ avec une distance entre les plots inférieurs du montage de $L_a = 75 mm$, et $40 mm \times 40 mm \times 160 mm$ avec une distance entre les plots inférieurs du montage de $L_a = 112 mm$ et $L_a = 150 mm$) selon un chargement monotone à une vitesse $v_2 = 0,003 mm.s^{-1}$ et $v_3 = 0,015 mm.s^{-1}$ pour analyser aussi l'effet de vitesse.

Au LMT-Cachan, les essais ont été réalisés à température ambiante sur la machine MTS 50 *kN*. Le dispositif de flexion 3-points utilisé est présenté sur la Figure 32 (Robin, 1995). A la place du dispositif de mesure différentielle de la flèche du montage, il a été décidé de mesurer le champ de déplacement avec la technique de corrélation d'images *Correli*^{Q4}. La prise d'images a été faite avec un appareil photo Canon EOS 350 qui possède une résolution de huit millions de photosites.

Caractérisation et modélisation thermomécanique d'une céramique réfractaire



Figure 32 Dispositif de flexion 3-points utilisé pour les essais réalisés au LMT.

Les essais de flexion 3-points à haute température ont été réalisés chez ICAR. Les résultats concernant les déplacements présentés ci-dessous sont issus des mesures de la traverse corrigées de la rigidité du montage. La mise en température s'est effectuée sous une vitesse de chauffage de $200^{\circ}C/h$ suivie d'un palier de trois heures pour stabiliser la microstructure (Figure 33).



Figure 33 Essai de flexion 3-points à 1200°C chez ICAR (sortie de l'éprouvette).

Le dépouillement usuel des essais de flexion 3-points pour identifier certaines caractéristiques du comportement (module d'Young E_f et module de rupture par flexion (MOR) σ_r^{tF}) s'appuie sur la théorie des poutres élastiques (Figure 34).



Figure 34 Principe de l'essai de flexion 3-points.

En considérant un comportement élastique isotrope, le module d'Young E_f peut être obtenu par la formule usuelle qui donne au milieu de la poutre, sous l'effort, un déplacement vertical $\delta_f \left(\frac{L_a}{2}\right)$ tel que :

$$\delta_f\left(\frac{L_a}{2}\right) = \frac{FL_a^3}{4E_f h^4} \Longleftrightarrow E_f = \frac{FL_a^3}{4\delta_f h^4}$$

où *h* est la hauteur d'un coté de la section carrée de la poutre et L_a la longueur entre appuis, appelé aussi empan ou empattement (Figure 34). Pour des rapports ${}^{L_a}/_h < 4$, il est conseillé de prendre en compte la flèche induite par la présence de l'effort tranchant, soit par exemple :

$$\delta_f = \frac{FL_a^3}{4E_fh^4}(1+\alpha)$$

avec $\alpha = 2,85 \left(\frac{h}{L_a}\right)^2 - 0,84 \left(\frac{h}{L_a}\right)^3$ (Timoshenko, 1955).

La contrainte maximale en flexion simple σ_r^{tF} peut être estimée par l'expression :

$$\sigma_r^{tF} = MOR = \frac{3}{2} \frac{F_r L_a}{h^3}$$

où F_r est l'effort maximal. Cette expression est valable sous l'hypothèse que le comportement est élastique linéaire jusqu'à la rupture et considère que la distribution de contrainte est linéaire dans l'échantillon sous le point d'application de l'effort F_r . Cette estimation donne dans le cas des matériaux à comportement quasi-fragile une surestimation de la contrainte à la rupture en traction comme le montrent de nombreux travaux réalisés sur le sujet (Timoshenko, 1951; Planas, 1992; Schmitt, 2000), principalement du fait que le comportement de ces matériaux n'est pas élastique avec une

rupture fragile. La contrainte à rupture « réelle » est donc inférieure à celle calculée par la relation précédente et peut, par exemple, être estimée par la relation suivante (Timoshenko,1951) :

$$\sigma_r^t = \frac{MOR}{\beta}$$
 avec $\beta = \frac{1}{1 - 0.1773 \frac{h}{L_s}}$

Ces corrections étant rarement faites dans les résultats présentés dans la littérature, nous adopterons dans ce rapport les formules simples ($\delta_f = \frac{FL_a^3}{4E_fh^4}$ et $\sigma_r^{tF} = \frac{3}{2} \frac{F_rL_a}{bh^2}$) afin de faciliter la comparaison avec les données bibliographiques.

3. MOYENS DE MESURES POUR POST-TRAITEMENT

Les mesures de déplacement effectuées par les machines prennent en compte toutes les déformations, y compris celles de la machine, engendrant une erreur de mesure pouvant atteindre deux, voire trois fois la valeur de la déformation réelle de l'échantillon. C'est pour cela que les rigidités des dispositifs d'essais ont été évaluées et que d'autres moyens de mesure ont été utilisés. Des mesures « globales » ont permis de déterminer la déformation moyenne de l'échantillon (les mesures globales corrigées de la rigidité du montage et les mesures par capteurs différentiels) ; alors que deux autres techniques (les mesures par jauges et par la corrélation d'images) ont permis d'obtenir des informations locales. On précise cependant que la corrélation d'images a aussi permis d'obtenir la déformation globale de l'échantillon tout en fournissant des informations très locales.

a. Influence de la rigidité de la machine

Les figures suivantes (Graphe 15) comparent les résultats bruts des essais de compression simple réalisés au LMT-Cachan avec ceux de TRB. Les déformations présentées sont déduites directement des mesures des machines sans correction. On constate que les deux dispositifs de mesures de variation de hauteur de l'éprouvette donnent des courbes contrainte-déformation similaires.



Graphe 15 Résultats d'essais de compression simple (selon PC1 et PC2) sur les matériaux REF et SEA à température ambiante, mesures machines non corrigées.

Pour le post-traitement des résultats, il est cependant nécessaire de déterminer la part de déformation provenant de la rigidité du montage. Les mesures de rigidité des machines d'essais sont présentées en Annexe IV.

Chez TRB, les mesures de la rigidité du montage ont été réalisées en appliquant le protocole de chargement monotone sur une éprouvette de Jargal, dans la même gamme d'effort que celle appliquée aux éprouvettes de réfractaires. Les déplacements résiduels déterminés en fonction de l'effort appliqué sont ensuite retranchés aux mesures d'essai. Au LMT-Cachan, l'éprouvette de Jargal a été remplacée par un bloc d'acier.



Graphe 16 Essai de compression simple sur le matériau REF (PC1R1) – Comparaison des mesures brutes et corrigées de la rigidité du montage (LMT-Cachan).

Le Graphe 16 illustre l'influence de la prise en compte de la rigidité de la machine sur les résultats de mesures. On constate que près de 40 % de la déformation sont en réalité dus à la déformation de la machine.

b. Calcul des déformations à partir de mesures par des capteurs différentiels

Un dispositif couramment utilisé à froid sur des essais de compression consiste à mesurer les déplacements relatifs de deux anneaux fixés sur deux sections proches dans la zone médiane de l'éprouvette par l'intermédiaire de trois capteurs LVDT afin de mettre en évidence les hétérogénéités de chargement possibles. Cette technique est délicate à mettre en œuvre, surtout à haute température (Massard, 2005), et n'a donc pas été envisagée dans le cadre de cette étude.

Un dispositif plus simple existant chez TRB (Figure 35) permet de connaître le déplacement moyen entre les deux plateaux de la machine en contact avec l'éprouvette par des tiges en alumine.



Figure 35 Principe du système de mesures de déplacement par capteurs différentiels utilisés chez TRB (Prompt, 2000).

Ces mesures ont l'avantage de ne pas être parasitées par la déformation de la machine pendant l'essai et la configuration du montage permet de faire l'hypothèse que ces mesures ne sont pas faussées par des déformations potentielles des capteurs (flambement des baguettes par exemple).

Les résultats obtenus sont présentés pour l'essai de compression monotone (PC1) sur le matériau REF en Graphe 17.



Graphe 17 Comparaison de mesure de déformation par un capteur différentiel (TRB).



La comparaison des mesures de déplacement obtenues par le capteur ou par la traverse corrigée de la rigidité du montage permet de confirmer les hypothèses précédentes (Graphe 18), à savoir que les capteurs permettent de s'affranchir des déformations parasites dues à la machine. *Les mesures par capteurs différentiels sont donc celles adoptées pour le post-traitement des essais réalisés chez TRB*.

La société ICAR a aussi utilisé un capteur pour la mesure de la flèche lors des essais de flexion à haute température. Cependant, contrairement au dispositif de TRB dans lequel les capteurs reposent sur des plateaux et non sur l'échantillon, le capteur du dispositif d'ICAR

vient directement en butée avec la face inférieure de l'éprouvette parallélépipédique. Il s'en est suivi un collage de l'embout du capteur, voire une pénétration pour les températures d'essais les plus élevées. *Les résultats de mesures fournies par le capteur pour les essais de flexion réalisés cher ICAR n'ont par conséquent pas pu être utilisés.*

c. Mesure des déformations par jauges

L'apport des jauges par rapport aux mesures de déplacement par la machine seule a été de pouvoir notamment suivre l'évolution de la déformation transverse. Avant d'analyser ce résultat, il est nécessaire de comparer les mesures de déformations longitudinales obtenues d'une part par les mesures de déplacement de la machine, d'autre part, par des jauges collées dans l'axe du chargement.



Figure 36 Eprouvette « PC1R1 » équipée de trois petites jauges dans le sens longitudinal et une petite jauge dans le sens transverse.

Le Graphe 19 et Graphe 20 montrent l'évolution de la contrainte moyenne en fonction des déformations longitudinales mesurées par les trois jauges dans l'éprouvette PC2S2 placées à 120°. On constate qu'il est difficile de s'affranchir de l'effet de flexion parasite malgré les précautions prises lors de la réalisation des éprouvettes et de l'essai ; cet effet ne peut pas être détecté à partir d'une mesure globale. Les différences de mesure d'une jauge à l'autre résultent soit d'un défaut de parallélisme qui n'a pas pu être corrigé par la rotule soit par la présence d'une zone plus rigide (peut-être liée à la présence d'un gros grain d'alumine qui engendre une hétérogénéité). L'éprouvette subit une sollicitation de type flexion composée ; une partie de sa section pourrait être soumise très ponctuellement à des contraintes de traction (exemple de la jauge 2 du Graphe 20).



Graphe 19 Mesures petites jauges sur PC2S2.



Les mesures effectuées à l'aide des jauges de déformations permettent d'affiner les informations sur le comportement mécanique. Toutefois, quelques difficultés d'interprétation peuvent apparaître suite à des décollements de jauge lorsqu'elles sont trop déformées ou si la surface sur laquelle elles sont collées est trop fragile. Le Graphe 19 montre l'évolution de la contrainte avec la déformation pour une éprouvette équipée de petites jauges et soumise au protocole d'essai PC2. On remarque que la déformation est plus faible que la déformation estimée par la mesure du déplacement vérin même corrigée de la rigidité de la machine. Il faut donc garder à l'esprit que les rigidités élastiques estimées sont plus élevées que celles estimées par le déplacement différentiel.

Les mesures de déformation par les grandes jauges (Graphe 20) ont donné de meilleurs résultats au sens où les jauges ne se sont pas décollées après le pic d'effort, comme le montre le Graphe 20, et leur plus grande surface de mesure permet d'obtenir un comportement moyen plus représentatif. Ce n'est pas pour autant le moyen de mesure qui a été choisi pour le post traitement de tous les essais. Non seulement le positionnement des jauges est une opération longue est délicate, mais en plus, cette technique n'est pas utilisable à chaud.

Cependant, quelles que soient les jauges utilisées, la déformation à rupture (i.e. au niveau du pic d'effort) avoisine les 0,2 % au lieu des 0,4 % obtenus par les mesures machines corrigées, ce qui est une valeur plus en accord à celles généralement obtenues pour un béton à hautes performances (Malier, 1992).

d. Mesure des déformations par corrélation d'images

La corrélation d'images numériques est une méthode optique, sans contact, de mesure de déplacement sur la surface d'un objet (Besnard, 2006). Cette technique permet ainsi d'obtenir les composantes du champ de déplacement dans le plan en tout point de la surface. Les informations issues de cette technique sont donc infiniment plus riches que celles données par une jauge qui ne fournit qu'une moyenne de la déformation sur une très petite zone. Il est ainsi possible de mettre en évidence des hétérogénéités dans le chargement ou le comportement. La figure suivante montre le résultat de corrélation obtenu pour un essai de compression simple.



Figure 37 Champ de déplacement (en pixels) selon l'axe de chargement mesuré par *Correli*^{Q4} sur PC1S2 <u>au pic d'effort</u>.

Il est donc possible d'extraire du champ calculé les déformations en un même point tout au long de l'essai ou bien de suivre la déformation globale de l'éprouvette. Les résultats obtenus par *Correli*^{Q4} sont comparés aux résultats obtenus selon les autres méthodes pour l'éprouvette PC1S2 (éprouvette de matériau SEA sous chargement monotone) sur le Graphe 21.

Cette technique a été utilisée sur la plupart des essais réalisés au LMT-Cachan et a permis de confirmer les résultats lors de l'identification des paramètres mécaniques à froid. De plus, comme le montrent le Graphe 22 et le Graphe 23, la corrélation d'images permet de vérifier que la mesure machine corrigée de la rigidité du montage surestime quand même les déformations mais que contrairement aux jauges elle permet d'avoir des informations après le pic d'effort, souvent responsable du décollement des jauges.



Graphe 22 Comportement sous PC2 (protocole avec décharges) du matériau REF (PC2R3).



L'influence des déplacements parasites liés à la rigidité du montage est encore plus flagrante lors des essais de flexion 3-points. Les Graphe 24 et Graphe 25 présentent les résultats obtenus par les différents moyens de mesure de la flèche pour R15a (matériau REF) et S16b (matériau SEA). Afin de faciliter la comparaison entre les différentes courbes, il a été décidé de fixer le déplacement nul pour l'état de chargement correspondant à la première image (on rappelle que l'image de référence représente l'état non déformé). Ceci explique le niveau d'effort non nul au tout début du chargement.



Graphe 24 Comparaison des post-traitements sur R15a (matériau REF), validation de l'hypothèse poutre par *Correli*^{Q4} et *Correli^{BEAM}* en calculant la flèche au niveau de la fibre neutre ($E_{tF REF} =$ 35 GPa).

Graphe 25 Post-traitement de S16b (matériau SEA) par *Correli*^{Q4} ($E_{tFSEA} = 35$ GPa).

Sur le Graphe 24 la flèche a été déterminée par *Correli^{Q4}* (Besnard, 2006) et *Correli^{BEAM}* (Hild, 2009) qui ont fourni des résultats identiques. Les résultats obtenus selon une approximation de type poutre permettent de déterminer un module d'Young de 35 *GPa*. Cette même approximation poutre sur les valeurs de flèche déterminées par les mesures de la traverse corrigées de la rigidité du montage ont donné des niveaux de module d'Young dix fois plus faibles ; valeur incohérente pour un béton. Pour le matériau SEA (Graphe 25), la
flèche n'a été calculée que par *Correli*^{Q4} et a aussi confirmé les valeurs obtenue en compression ($E_f = 35 \ GPa$).

Ceci peut avoir des conséquences importantes sur la suite de l'identification des paramètres mécaniques à haute température. En effet, la corrélation d'images n'a été utilisée qu'à température ambiante. Ainsi à chaud, les essais ayant été réalisés chez ICAR, les seules mesures disponibles sont celles données par la machine (mesure de la traverse) ou par le capteur différentiel corrigées des mesures de rigidité du montage. Cette approximation poutre sur les valeurs de la machine sous-estimera donc fortement certains paramètres.

Lors des essais de flexion 3-points, les prises de vue ont permis de constater que les déplacements verticaux au niveau des deux appuis ne sont pas identiques (Figure 38).



Figure 38 Rotation de l'éprouvette dans les conditions réelles d'essai.

On peut déterminer la rotation de corps rigide de l'éprouvette θ par la relation :

$$\theta = \arctan \frac{V_{plot}}{L}$$

où V_{plot} est le déplacement vertical relatif des plots (appuis inférieurs), et L la distance entre appuis mesurée sur les images. Pour déterminer la déformée de la poutre, il faut donc effectuer un changement de repère :

$$\begin{cases} \hat{x}_{C} = \cos\theta \, \hat{x}_{p} + \sin\theta \, \hat{y}_{p} \\ \hat{y}_{C} = -\sin\theta \, \hat{x}_{p} + \cos\theta \, \hat{y}_{p} \end{cases}$$

D'après la Théorie des Poutres, le champ de déplacement dans la poutre déformée est donnée par $\vec{U}(x,y) = u(x,y)\hat{x}_p + \delta_f(x)\hat{y}_p$ qui s'exprime dans le repère de la poutre $(0, \hat{x}_p, \hat{y}_p)$ par :

$$\begin{cases} u(x,y) = -y \begin{cases} \frac{3P}{E_f h^4} x^2 - \frac{3PL_a^2}{4E_f h^4} = u_g(x), & x \le \frac{L_a}{2} \\ -\frac{3P}{E_f h^4} x^2 + \frac{6PL_a}{E_f h^4} x - \frac{9PL_a^2}{4E_f h^4} = u_d(x), & x \ge \frac{L_a}{2} \end{cases} \\ \delta_f(x) = \begin{cases} \frac{P}{E_f h^4} x^3 - \frac{3PL_a^2}{4E_f h^4} x = \delta_{f_g}(x), & x \le \frac{L_a}{2} \\ -\frac{P}{E_f h^4} x^3 + \frac{3PL_a}{E_f h^4} x^2 - \frac{9PL_a^2}{4E_f h^4} x + \frac{PL_a^3}{4E_f h^4} = \delta_{f_d}(x), & x \ge \frac{L_a}{2} \end{cases} \end{cases}$$

où x et y sont les coordonnées d'un point de la poutre, E_f le module d'Young, et L_a la distance entre appuis.

La figure suivante montre les déplacements verticaux déterminés par *Correli*^{Q4} (pour la fibre neutre apparente) et *Correli*^{BEAM} en comparaison avec la déflection verticale calculée par la théorie des poutres. Ces calculs ont confirmé qu'une raideur de 35 *GPa* correspond le mieux au comportement à froid.



Graphe 26 Déformée de R15a au niveau de la deuxième image, calculs par *Correli*^{Q4} et *Correli*^{BEAM}, comparés à une approximation poutre ($E_{tF REF} = 35$ GPa et P = 703 Pa).

Sur la partie gauche de l'éprouvette, vers l'abscisse 15 - 20 mm, on observe une rupture de la déformée. Cette irrégularité a été due à la présence d'un granulat.

III. CARACTERISATION DU COMPORTEMENT A TEMPERATURE AMBIANTE

1. Comportement en compression

Le matériau présente un comportement mécanique de type élastique quasi-fragile en adéquation avec celui décrit dans la littérature par de nombreux auteurs sur des réfractaires à liaison hydraulique ou à liaison carbone (Prompt, 2000 ; Simonin, 2000 ; Schmitt, 2004). Les non-linéarités observées sont liées à l'évolution de l'endommagement du matériau qui se traduit par la présence de microfissures de type inter-granulaire se développant dans la phase matricielle et aux interfaces grain-matrice. L'adoucissement observé apparaît après la localisation des déformations, phénomène bien connu dans les géomatériaux (Maso, 1982 ; Mazars, 1982).

Les cycles de charges et décharges permettent de mettre en évidence la présence de déformations résiduelles, d'hystérésis et d'une légère baisse de la rigidité du matériau, signes manifestes de l'endommagement qui se produit par microfissuration dans un premier temps et l'apparition d'une zone de déformation localisée avant l'amorçage d'une macrofissure au pic d'effort. Le fort adoucissement post-pic est significatif du comportement non-homogène dans l'éprouvette qui se comporte alors comme une structure, et dépend de nombreux paramètres (géométrie de l'éprouvette, conditions aux limites, ...).



Figure 39 Faciès de rupture d'une éprouvette ayant été soumise à un essai de compression (PC1R3).

Les résultats d'essais réalisés selon les protocoles PC1 et PC2 (respectivement : essai de charge monotone et essai avec décharges) sur les matériaux REF et SEA sont regroupés dans le Graphe 27.



Graphe 27 Résultats d'essais à froid selon les protocoles PC1 et PC2 sur les matériaux REF et SEA (mesure du déplacement vérin corrigée pour les essais LMT et mesure du déplacement par le capteur différentiel pour les essais TRB).

Ces résultats ont été complétés par des mesures par jauges. L'avantage de ces mesures a été de pouvoir mesurer les déformations transverses. La jauge transverse affiche une déformation positive au cours du chargement. Avec l'hypothèse d'élasticité isotrope on a :

 $\varepsilon_T = -\nu \varepsilon_L$

Le Graphe 28 illustre les résultats obtenus dans le cas d'un essai de chargement monotone sur le matériau SEA (PC1S1).





Graphe 28 Déformation longitudinale, transverse et volumique (= Tr ε) au cours du chargement (PC1S1).



A l'instar d'un béton à haute performance, avant la rupture et sur une certaine gamme de contraintes, la relation entre la contrainte et la déformation est linéaire. Cependant, à partir d'une contrainte d'environ -40 MPa, une première inflexion de la courbe se produit correspondant à un endommagement progressif. Un second point d'inflexion est visible près du pic de l'effort. L'expansion transversale de l'éprouvette croît rapidement en raison de l'apparition de la fissuration.

Le coefficient de Poisson obtenu (Graphe 29) a une valeur proche de celle généralement mesurée sur ce type de réfractaire (Hernandez, 2000 ; Auvray, 2008) :

$$v = 0,25$$

Les comportements des deux nuances de SFSC (REF et SEA) ne présentent pas de différences notables. Le matériau SEA semble toutefois avoir une résistance maximale un peu plus élevée à température ambiante. Les paramètres des deux matériaux à froid sont rassemblés dans le Tableau 7.

	Contrainte maximale en compression $\sigma_r^c (MPa)$	Raideur E (GPa)	Raideur mesurée par les jauges	Coefficient de poisson v	$\varepsilon(\sigma_{max})$ (%)
Matériau REF	-54	45	55	0,25	0,4
Matériau SEA	-68	62	70	0,25	0,3

Tableau 7 Paramètres de compression à froid des matériaux REF et SEA d'après les résultats d'essais présentés précédemment.

Cependant, la forte hétérogénéité du matériau crée une dépendance des résultats aux positions des jauges. Pour limiter cet effet, les jauges doivent avoir une surface suffisante

pour couvrir au moins un grain afin que les valeurs obtenues puissent être considérées comme représentatives du comportement.

La raideur et la déformation à rupture présentées dans le Tableau 7 sont issues des mesures réalisées par corrélation d'images. Les valeurs de raideur obtenues par les mesures de jauges sont bien plus proches des mesures obtenues par ultra-sons présentées Graphe 35. Enfin, les résultats d'essais de relaxation (protocole PC3) sont présentés dans le Graphe 30.



Graphe 30 Résultats d'essais à froid selon les protocoles PC3 sur les matériaux REF et SEA (mesure du déplacement vérin corrigé U_{vc} pour les essais LMT et mesure du déplacement par le capteur différentiel pour les essais TRB).

Les bétons REF et SEA ne présentent pas de viscosité à température ambiante, même pour des temps très longs comme le montrent les courbes contrainte-temps.

2. Comportement en traction

Les courbes brutes « effort F – flèche δ_f » des essais réalisés au LMT-Cachan sont données en Graphe 31 pour le matériau REF et en Graphe 32 pour le matériau SEA. Conformément à la compression, les deux matériaux présentent des comportements semblables.





Graphe 31 Comportement brut sous flexion 3points des barrettes 25 mm × 25 mm × 100 mm de matériau REF à 0, 5 mm.min⁻¹ (puis 0, 05 mm.min⁻¹ après relaxation) avec une distance entre appuis de 75 mm.

Graphe 32 Comportement brut sous flexion 3points des barrettes 25 $mm \times 25 mm \times 100 mm$ de matériau SEA à 0, 5 $mm.min^{-1}$ (puis 0, 05 $mm.min^{-1}$ après relaxation) avec une distance entre appuis de 75 mm.

Dans la première phase de la courbe, l'effort est quasi proportionnel au déplacement du vérin. On peut considérer que, dans cette phase de chargement, le comportement mécanique est élastique linéaire jusqu'au pic d'effort. Dans la zone post-pic, l'adoucissement observé est lié à l'amorce d'une fissure qui se propage jusqu'à rupture complète de l'éprouvette. Dans les SFSC testés, les déformations inélastiques apparaissant en traction sont suffisantes pour que la rupture ne soit pas « brutale » comme cela est observé dans de nombreux bétons (Gorisse, 1982 ; Baron, 1995).

Le matériau CEM a également été testé sous flexion 3-points. Le Graphe 33 présente les résultats d'essai des quatre échantillons testés ainsi que le résultat d'un essai réalisé sur le matériau REF de même taille afin de faciliter la comparaison. Il semble que la dispersion des résultats (Graphe 33) du nouveau matériau soit beaucoup plus faible que pour les matériaux REF et SEA. La mesure de la flèche par *Correli^{BEAM}* (Graphe 34) a permis de déterminer la raideur, plus importante que pour les autres matériaux :

 $E_{tF CEM} = 40 GPa$

<u>Remarque</u>: Les essais de relaxation quant à eux ont confirmé la non-viscosité des deux nuances de réfractaire à température ambiante, les courbes représentant l'effort en fonction du temps ne sont donc pas présentées ici.





Graphe 33 Comportement sous flexion 3-points des barrettes 40 mm × 40 mm × 160 mm de CEM à 0,5 mm.min⁻¹ (puis 0,05 mm.min⁻¹ après relaxation), comparaison avec RG26 (40 mm × 40 mm × 160 mm à 0,9 mm.min⁻¹) de matériau REF.

Graphe 34 Post-traitement de l'éprouvette CEM4 de matériau CEM par *Correli^{BEAM}* ($E_{f CEM} = 40$ GPa). N.B. : Les « carrés » représentent la position des images.

Ces premiers résultats ont finalement amené à approfondir l'étude du comportement à température ambiante selon deux axes. Le premier concerne la forte dispersion des résultats, le second porte sur l'analyse de la ténacité. Ces analyses font l'objet de la partie V.

	Taille des éprouvettes	Contrainte maximale en traction par flexion σ_r^{tF} (MPa)	Raideur E (GPa)	Raideur déterminée par mesure US (GPa)	$\delta_f(\sigma_{max})(mm)$ déterminé par Correli ^{Q4}
Matériau REF	25 mm × 25 mm × 100 mm	10	35	65 (50 pour les grosses éprouvettes)	0,015
Matériau SEA	25 mm × 25 mm × 100 mm	9	35	54 (50 pour les grosses)	0,018
Matériau CEM	40 mm × 40 mm × 160 mm	6	40	NA	0,013

Les résultats obtenus pour la flexion 3-points à froid sont regroupés dans le Tableau 8.

Tableau 8 Résumé des paramètres identifiés à partir des essais de flexion 3-points à froid.

Les valeurs de raideur déterminées par ultra-sons sont supérieures à celle identifiées à partir des essais de flexion selon les valeurs de flèche mesurées par *Correli*^{Q4}. Le Graphe 35 permet de comparer les résultats de mesure de raideur par US sur les nuances REF et SEA à froid avec le résultat d'essai sur un matériau très similaire (Auvray, 2007, 2008) pour lequel les mesures ont été effectuées avec la montée en température. Cet essai avait permis de

montrer que la valeur obtenue à haute température était voisine de celle mesurée sur le matériau à froid ayant été cuit à cette même température. On rappelle que dans notre cas, les échantillons ont été précuits à 1200°*C*. Les valeurs que nous avons obtenues sur les matériaux REF et SEA à froid sont donc en bon accord avec la valeur obtenue par Auvray à 1200°*C*, bien qu'elles soient en moyenne un peu plus hautes. Cet écart est probablement dû au fait que la cuisson de nos échantillons a permis de stabiliser la microstructure ce qui n'est peut-être pas le cas de l'échantillon de l'essai réalisé par Auvray.



Graphe 35 Mesures de raideur par US sur les matériaux REF et SEA; comparaison avec les mesures d'essais de Auvray (2007, 2008).



Le Graphe 36 résume les différentes mesures de raideur obtenues pour les matériaux REF et SEA selon les différents protocoles. On remarque une dispersion très importante des résultats.

IV. EVOLUTION DU COMPORTEMENT AVEC LA TEMPERATURE

1. Comportement en compression

Il est nécessaire de préciser que la hauteur de référence des échantillons utilisée pour le dépouillement des essais à hautes température est la valeur à température ambiante avant l'essai. Cette démarche permet par la suite une modélisation en partant des seuls paramètres géométriques à froid et de comparer les essais aux différentes températures par rapport à une seule et même référence.

Les résultats présentés ci-dessous correspondent aux essais disponibles à la date du manuscrit, et ne concernent que le matériau REF. Des défaillances multiples du dispositif ont conduit à des retards dans la campagne expérimentale.



Graphe 37 Comportement à HT du matériau REF sous PC1 (essais monotones), mesures TRB corrigées de la rigidité de la machine.

Graphe 38 Comportement à HT du matériau REF sous PC2 (essais avec décharges), mesures TRB corrigées de la rigidité de la machine.

Les courbes contrainte-déformation des essais effectués selon les protocoles de compression simple PC1 et PC2 (chargement monotone et chargement avec décharges, Graphe 37 et Graphe 38) montrent que le comportement à $1000^{\circ}C$ est similaire au comportement à température ambiante, i.e. du type élastique quasi-fragile. Par contre, à $1400^{\circ}C$ la résistance mécanique devient très faible et le comportement est principalement viscoplastique.

L'ensemble des essais de compression ont ainsi permis de tracer le Graphe 39 et le Graphe 40 qui représentent l'évolution de la contrainte à rupture en compression σ_r^c et de la raideur en fonction de la température pour le matériau REF. Les valeurs obtenues pour le matériau SEA à froid sont rappelées à titre comparatif.

Caractérisation et modélisation thermomécanique d'une céramique réfractaire



Graphe 39 Evolution de la contrainte à rupture en compression σ_r^c avec la température identifiée à partir des résultats d'essais réalisés par PC1.



En première approximation, on peut considérer que la contrainte à rupture σ_r^c et la raideur restent constantes entre la température ambiante et 1000°*C*, ce qui s'explique en partie par le fait que tous les échantillons ont été cuits à 1200°*C* (Simonin, 2000). Les faibles variations observées dans la littérature sont liées au fait que les déformations locales ne sont pas uniformes et peuvent dans certains cas provoquer un léger endommagement diffus qui peut conduire à une diminution de la résistance aux températures les plus faibles. Par contre, à 1400°*C* la résistance mécanique σ_r^c décroît fortement et la raideur devient très délicate à mesurer. Par conséquent, deux cas de figure devront être envisagés lors des simulations : une raideur décroissante ou une raideur restant constante avec la température afin d'analyser l'effet de cette incertitude de mesure.

2. Comportement en traction

Le Graphe 41 et le Graphe 42 présentent l'évolution du comportement des matériaux REF et SEA avec la température. Puisque le matériau SEA a présenté jusque là un comportement très semblable à celui du matériau REF, les essais n'ont été réalisés qu'à $1400^{\circ}C$ et $1500^{\circ}C$.



Graphe 41 Comportement à hautes températures du matériau REF en flexion 3-points.



Graphe 42 Comportement à hautes températures du matériau SEA en flexion 3-points.

Cette fois encore, les courbes effort-flèche montrent que le comportement du matériau REF reste élastique quasi fragile jusque 1200°*C* (Graphe 41). A partir de 1400°C, la résistance mécanique σ_r^t s'effondre, et aucune différence notable ne semble exister entre les matériaux REF et SEA (Graphe 42) bien qu'à 1400°*C* le matériau SEA semble avoir une résistance légèrement plus élevée.

Les évolutions du module de rupture à haute température (HMOR) σ_r^{tF} ainsi que de la raideur en fonction de la température sont présentées sur le Graphe 43 et le Graphe 44 pour les matériaux REF et SEA.



Graphe 43 Evolution des HMOR (σ_r^{tF}) des matériaux REF et SEA en fonction de la température.



La décroissance des paramètres entre $1000^{\circ}C$ et $1500^{\circ}C$ est clairement observable. L'approximation « poutre » (fondée sur la théorie de l'élasticité) ne parait plus pertinente au-delà des $1200^{\circ}C$ car le matériau devient visqueux et les déformations élastiques sont négligeables vis-à-vis des déformations inélastiques. L'estimation des raideurs donne ainsi des valeurs aberrantes à $1400^{\circ}C$ et $1500^{\circ}C$. Même à froid, comme les dépouillements avec *Correli*^{Q4} l'ont démontré, les modules d'Young déterminés par approximation poutre élastique sur les courbes issues des mesures machines sont bien inférieurs à ceux issus des mesures *Correli*^{Q4} qui correspondent alors bien davantage aux modules identifiés par les essais de compression.

Enfin, le Graphe 45 présente les résultats de relaxation en flexion 3-points pour le matériau REF à $1200^{\circ}C$, $1400^{\circ}C$ et $1500^{\circ}C$, et pour le matériau SEA à $1400^{\circ}C$ et $1500^{\circ}C$. Le matériau REF présente une forte viscosité dès $1200^{\circ}C$. A $1400^{\circ}C$ et $1500^{\circ}C$, les comportements des matériaux REF et SEA sont proches et la viscosité est fortement prédominante.



Caractérisation et modélisation thermomécanique d'une céramique réfractaire

Graphe 45 Résultats des essais de relaxation sous flexion 3-points des matériaux REF et SEA à hautes températures.

3. ESSAIS ANISOTHERMES

Des essais d'affaissement sous charge (ASC) et de dilatation sous faible charge (EDT) ont été réalisés chez ICAR. Ces essais visent à mettre en évidence la réfractarité du matériau ainsi que l'influence des principales transformations de phases sur le comportement mécanique. Ils ont été réalisés sur le matériau de référence REF et le matériau optimisé CEM, selon les conditions imposées par la norme dans un premiers temps, puis en faisant varier la vitesse de chauffe ou le niveau de charge lors d'essais complémentaires. Les éprouvettes utilisées sont des cylindres de hauteur et diamètres de 50 *mm* avec un trou au centre de 12 *mm* de diamètre (Figure 40). Tous les échantillons ont été précuits à 1200°*C*.



Figure 40 Format des éprouvettes pour les ASC et EDT.

a. Essais de dilatation sous faibles charges (EDT)

Ces essais ont été réalisés dans un premier temps selon un protocole standard :

- Application d'une contrainte de -0,01 MPa,
- Chauffe avec une vitesse de montée en température de 150°C/h (2,5°C/min) jusqu'à 1550°C,
- Refroidissement également à une vitesse de 150°*C*/*h* (2,5°*C*/*min*) jusqu'à 800°*C*, et en dessous de cette température, l'inertie du four ne permet plus de maintenir la consigne et le refroidissement se fait naturellement (plutôt de l'ordre de 50°*C*/*h*). Ceci ne doit pas avoir d'influence sur l'allure de la courbe de refroidissement puisqu'à cette température le matériau est stabilisé chimiquement.

Les essais de dilatométrie sur les bétons ont été comparés à ceux réalisés par Prigent (2008) sur les matrices selon le protocole suivant :

- chauffe : 2°*C*/min jusqu'à 1550°*C*,
- palier de cinq minutes à 1550°*C*,
- descente en température à 5°*C*/min jusqu'à 20°*C*,
- contrainte : -0,001 MPa.

Il est important de noter que les échantillons de matrice qui ont été testés par Prigent n'ont été préchauffés qu'à 1000°*C* avant les essais pour faciliter leur usinage en cylindre.





Graphe 46 Comparaison des essais de dilatation sous –0, 01 *MPa* (EDT) du matériau REF et sur sa matrice seule sous –0, 001 *MPa*.



Les essais sur les éprouvettes composées de <u>matrices</u>, aussi bien du matériau REF que du matériau CEM, présentent un « gonflement » vers 1100°*C*. Ce gonflement est représentatif de la formation des *MA* et des CA2.

En ce qui concerne le matériau REF, l'essai sur la matrice ne présente pas d'affaissement entre $1200^{\circ}C$ et $1400^{\circ}C$ contrairement à l'essai sur le matériau complet (matrice + grains). Cet affaissement, qui apparaît dès lors qu'une charge suffisante est appliquée, est lié à l'apparition de phases liquides qui rendent le matériau plus visqueux. De plus, dans le cas du matériau complet, la précuisson a permis de former les *MA* et *CA2* qui n'induisent donc plus de dilatation, ou bien très peu si la réaction n'a pas été complète. Ensuite, la dilatation importante, visible vers $1450 - 1550^{\circ}C$, est due à la formation des CA6 et est majoritairement responsable de la déformation résiduelle de l'échantillon de retour à température ambiante (qui est de l'ordre de 0,85 % pour le matériau de référence).

Les essais sur la matrice du nouveau matériau CEM présentent les mêmes caractéristiques que ceux réalisés sur la matrice du matériau REF jusque 1400°C. La grande différence réside dans le fait que cette dilatation est directement suivie, dès 1400°C, d'un affaissement tel que la déformation résiduelle de l'échantillon de matrice lors du retour à température ambiante est négatif, près de -1%. Cet affaissement est dû à la formation en plus faible quantité de CA6 au profit de la quantité de phase vitreuse (Prigent, 2008). Par conséquent, l'essai sur le matériau complet présente un premier affaissement dès 1200°C dû au début de cette formation de phases vitreuses non compensée par la formation des MA et CA2 du fait de la précuisson mais laisse cependant apparaître une reprise de dilatation liée à la formation des CA6. L'affaissement global est donc plus faible sur l'essai réalisé sur le béton (-0,6%.) que sur celui réalisé sur la matrice, phénomène probablement renforcé par les grains qui consolident la structure.

La comparaison des courbes réalisées sur les deux matériaux met en évidence ces différents phénomènes (Graphe 48).



Graphe 48 Courbes de dilatation sous faible charge des réfractaires REF et CEM.

Ces essais permettent cependant d'identifier les coefficients de dilatation thermique à différentes températures pour les deux nuances :

	Chauffage			Refroidissement		
α (10 ⁻⁶)	200°C	500°C	1100°C	1100°C	800°C	400°C
Matériau REF	7	9,5	9,2	9,2	9,5	9,2
Matériau CEM	6	8,7	9,3	9,2	9,3	8,4

Tableau 9 Coefficients de dilatation thermique des matériaux REF et CEM.

Les faibles variations de α qui existent entre 400°*C* et 1100°*C*, entre la montée et la descente en température, permettent de considérer que le coefficient de dilatation thermique est constant, et n'est pas affecté par l'état de transformation de la microstructure du matériau. On fait donc l'hypothèse (forte) que les autres variations sont dues aux

déformations d'origine plastique, ou liées aux transformations de phases. Les coefficients de dilatation des matériaux REF et CEM valent :

$$\alpha_{REF} = 9,2.10^{-6} K^{-1}$$
$$\alpha_{CEM} = 9.10^{-6} K^{-1}$$

b. Essais d'affaissement sous charge (ASC)

Afin de faciliter la comparaison avec les résultats obtenus sur des produits similaires, ces essais ont été réalisés en suivant la procédure définie par la norme ISO-1893, à savoir :

- Une contrainte de -0,2 *MPa*,
- Une vitesse de montée en température de 300°*C*/*h* jusqu'à 1700°*C*, mais ici l'essai est limité à 1660°*C* par le four disponible.

Les courbes obtenues pour les matériaux REF et CEM sont présentées sur le Graphe 49.





La norme demande ensuite d'identifier les températures de début d'affaissement, et pour 0,5%, 1%, 2% et 5% d'affaissement (Tableau 10). Les critères de réfractarité sont ensuite fixés par le fabricant du matériau en fonction de son utilisation.

Affaissement \ Matériau	REF	СЕМ
Température de début d'affaissement	1170°C	1200° <i>C</i>
Température à 0,50 % d'affaissement	1400° <i>C</i>	1480° <i>C</i>
Température à 1,00 % d'affaissement	1570°C	1630°C
Température à 1,17 % d'affaissement	1600°C	1660°C
Température à 1,77 % d'affaissement	1660°C	

Tableau 10 Températures caractéristiques des essais d'ASC sur les matériaux REF et CEM selon la Norme ISO-1893.

Les résultats montrent un faible affaissement de la part de ces matériaux puisque la valeur maximale n'atteint que 1,77% pour REF et 1,17% pour CEM à 1660°*C*. La réfractarité est donc bonne, notamment pour le matériau CEM, ce qui est confirmé par la comparaison de ces courbes avec d'autres valeurs obtenues sur des matériaux similaires, si on se réfère aux températures de début d'affaissement (Sarpoolaky, 2002 ; Chen, 2002).

Par contre, il est plus difficile de mettre en évidence les diverses transformations de phases ayant lieu dans les matériaux sur ce type d'essais. En effet, on remarque que la dilatation des échantillons avec la montée en température est régulière jusqu'à l'adoucissement de la courbe qui annonce l'affaissement. Au-delà, les courbes de dilatation présentent des irrégularités ; ces dernières sont caractéristiques de transformations de phases survenant dans le matériau. Afin de mieux les mettre en évidence, ces résultats sont comparés à ceux des essais de dilatation sous faibles charges (Graphe 50 pour le matériau de REF et Graphe 51 pour le matériau CEM).





Graphe 50 Comparaison de l'essai de dilatation sous –0, 01 *MPa* (EDT) et de l'affaissement sous –0, 2 *MPa* (ASC) pour le matériau REF.



Bien que la contrainte soit plus importante lors de l'essai d'affaissement (-0,2 MPa)que lors de l'essai de dilatation (-0,01 MPa), le début de l'affaissement lors de l'essai du matériau REF paraît prématuré. On remarque que dans le cas du matériau CEM, l'affaissement se produit avec le début des formations des phases liquides, les courbes sont parfaitement en adéquation jusque $1200^{\circ}C$. Dans le cas du matériau REF, cela peut refléter un problème lors de la précuisson de l'échantillon, qui n'aurait donc pas été complètement précuit jusque $1200^{\circ}C$. Au-delà de cette température, les irrégularités des courbes d'affaissement correspondent aux variations de dilatation des essais de dilatométrie.

4. MISE EN EVIDENCE DES DEFORMATIONS LIEES AUX TRANSFORMATIONS DE PHASES

Les différents essais de dilatation sous faibles charges et d'affaissement sous charge ont mis en évidence certains effets des transformations de phases sur le comportement du matériau en fonction de la température. Ces essais ont été complétés par d'autres essais sur le matériau de référence dans le but de caractériser les déformations associées à ces transformations chimiques : la déformation viscoplastique de transformation de phase ε^{VPTR} et la déformation de transformation de phase ε^{TR} .

a. Mise en évidence de la déformation viscoplastique de transformation (ε^{VPTR})

La déformation dite « viscoplastique de transformation de phase » ε^{VPTR} peut être mise en évidence par la comparaison des différents essais de dilatation sous faible charge ayant la même vitesse de montée en température (150°*C*/*h*) mais des niveaux de charge différents (-0,01 *MPa*, -0,1 *MPa* et -0,2 *MPa* dans le cas présent), sous l'hypothèse forte que cet état de contrainte ne modifie pas le taux de phase formée. Les résultats des trois essais effectués sur le matériau REF sont présentés sur le Graphe 52.



Graphe 52 Mise en évidence d'ε^{VPTR} par comparaison de montées en température à 150°*C/h* sous différentes charges (matériau REF).



Les déformations observables sur ce type d'essais sont liées à plusieurs causes. D'abord, les essais à hautes températures ont mis en évidence le comportement thermoélastoviscoplastique du matériau. La déformation totale peut alors se décomposer de la façon suivante :

$$\varepsilon = \varepsilon^e + \varepsilon^{th} + \varepsilon^p$$

où ε est la déformation totale, $\varepsilon^e = \frac{\sigma}{E}$ la déformation élastique, $\varepsilon^{th} = \alpha_T (T - T_0)$ la déformation thermique et ε^p la déformation viscoplastique. Or, comme il a été possible de le constater sur les essais anisothermes, des déformations résiduelles sont aussi dues aux variations de volume induites par les transformations de phases ainsi qu'à une augmentation temporaire de la viscosité lors de la transformation. La déformation totale peut par conséquent se décomposer de la manière suivante :

$$\varepsilon = \varepsilon^e + \varepsilon^{th} + \varepsilon^p + \varepsilon^{TR} + \varepsilon^{VPTR}$$

où ε^{TR} est la déformation liée à la transformation de phase (dilatation positive ou négative, réversible ou rémanente) et où ε^{VPTR} représente la viscosité de la transformation. Ainsi, sous l'hypothèse que le niveau de chargement n'influence pas la quantité de phases formées, les essais de dilatation sous faible charge mettent en évidence cette viscosité de transformation, les autres déformations restant identiques d'un essai à l'autre. De plus, en considérant que le niveau de chargement est suffisamment faible pour que le matériau ne reste que dans son domaine élastique, alors :

$$\varepsilon^p = 0$$

Le Graphe 53 ne met plus en évidence que les déformations de transformation de phase ε^{TR} (qui ne peuvent pas encore être identifiées mais qu'on suppose identiques d'une courbe à

<u>Remarque</u> : La déformation élastique est négligeable devant les déformations liées à la dilatation thermique : la prise en compte d'un module d'Young constant ou dépendant de la température (Graphe 40 p. 83) n'a eu aucune influence sur les résultats présentés en Graphe 53.

l'autre) et de viscosité de transformation de phase ε^{VPTR} :

$$\varepsilon - \varepsilon^e - \varepsilon^{th} = \varepsilon^{TR} + \varepsilon^{VPTR} + \varepsilon^p$$

Il est donc possible de connaitre deux courbes $\frac{\delta \varepsilon^{VPTR}}{\delta \sigma}$ en fonction de la température. Par conséquent, à chaque température, deux valeurs de $\frac{\delta \varepsilon^{VPTR}}{\delta \sigma}$ sont connues auxquelles il est possible d'ajouter que $\delta \varepsilon^{VPTR} = 0$ pour une variation de contrainte nulle et tend vers la déformation maximale (à rupture) pour les valeurs de $\delta \sigma$ grandes.

b. Mise en évidence de la déformation de transformation de phase (ε^{TR})

Comme l'avait montré le Tableau 5 (p. 55), on différencie la variation de volume liée à la transformation de phase (réaction chimique) et la variation de volume mesurable sur l'échantillon. La variation de volume induite par la transformation de phase est une propriété intrinsèque à cette réaction. Elle peut donc être caractérisée par un coefficient, que l'on nomme ici β_i (*i* étant un indice représentant la réaction chimique considérée), constant. La variation de volume de l'échantillon $\frac{\Delta V}{V}$ liée à une transformation de phase peut alors s'écrire :

$$\frac{\Delta V}{V} = \operatorname{Tr} \boldsymbol{\varepsilon}^{TR}$$

De plus, la variation de volume du matériau dépend de la quantité de phase formée. La déformation de transformation de phase est alors liée à la quantité de phase *i* formée de la façon suivante :

$$\varepsilon_i^{TR} = \beta_i \xi_i$$

où ξ_i est alors le taux d'avancement de la transformation de phase *i*.

La quantification des phases formées reste une opération extrêmement délicate. Selon les proportions des différents constituants du béton, il se peut que les phases ne se forment pas de la même manière (Prigent, 2007) et n'engendrent donc pas les mêmes variations de volume. De plus, les β_i sont très difficiles à déterminer parce que tous les constituants ne réagissent pas et qu'à tout moment les réactions ne sont pas obligatoirement complètes. Il est cependant possible de suivre visuellement les évolutions des phases avec la température (De Aza, 2003).

Ainsi, sous charges identiques mais à vitesse de montée en température différentes, les déformations mesurées donnent une indication de la quantité de phase formée (sous l'hypothèse forte que l'état de contrainte n'influe pas sur les transformations). Déterminer cette déformation implique donc de connaître la cinétique de transformation des phases *i* ainsi que le coefficient de dilatation β_i de cette transformation. Selon la même démarche que précédemment, le Graphe 54 et le Graphe 55 permettent de mettre en évidence ε^{TR} mais elle ne pourra être estimée que par déduction des autres déformations. En effet, ici, il n'est pas possible de considérer que ε^{VPTR} est constante d'une courbe à l'autre car elle dépend par essence même de la quantité de phase formée.



Graphe 54 Mise en évidence d' ε^{TR} par comparaison de différentes vitesses de montée en température sous -0, 2 *MPa* (matériau REF).

Graphe 55 $\varepsilon - \varepsilon^e - \varepsilon^{th} - \varepsilon^p$ avec un Module d'Young constant à 35 *GPa* (matériau REF).

Pour connaître ces dilatations, il serait donc nécessaire de répéter cet essai en diminuant la vitesse de montée en température jusqu'à ce que les courbes se superposent, signifiant de la sorte que les phases sont complètement formées, et de réitérer cette démarche pour plusieurs niveaux de contrainte (Ting, 1999).

Les déformations ε^{VPTR} et ε^{TR} sont donc fortement liées et l'état actuel d'avancement des essais ne permet pas de les identifier.

V. AUTRES INTERPRETATIONS DES RESULTATS

a. Effet d'échelle et approche probabiliste

La résistance mécanique du matériau dépend de la géométrie, des dimensions de l'éprouvette et de l'hétérogénéité des contraintes. Ce phénomène appelé « effet d'échelle » est bien connu dans les géomatériaux dont le comportement est quasi-fragile (L'Hermite, 1973 ; Hild, 1992 ; Bazant et Planas, 1998). Ainsi, dans un essai de traction pure, la résistance moyenne à la rupture diminue lorsque le volume de l'échantillon augmente, car plus grande est la probabilité de rencontrer un maillon faible. Par conséquent, à volume constant, la résistance à la rupture en traction par flexion σ_r^{tF} est plus élevée que la résistance en traction pure car la zone la plus sollicitée (en traction) est plus faible. L'effet d'échelle ainsi qu'une analyse de la dispersion des résultats selon une approche statistique ont été étudiés par la théorie de Weibull de rupture des matériaux fragiles (1939). De telles analyses sont encore rares à température ambiante sur les bétons réfractaires et inexistantes à haute température.

Pour mettre en évidence cet effet d'échelle ainsi que la dépendance à la vitesse de chargement à température ambiante, deux trajets de chargement mécanique monotones ont été appliqués sur trois tailles utiles d'éprouvettes : un trajet lent nommé « PF3PL » est effectué par un asservissement en déplacement de la traverse de la presse à une vitesse $v_2 = 0,003 \text{ mm. s}^{-1}$ et un trajet rapide « PF3PR » avec une vitesse $v_3 = 0,015 \text{ mm. s}^{-1}$. Ceci permet de déceler les potentiels effets visqueux (variation de la vitesse de chargement), ainsi que l'effet d'échelle (influence sur les résultats de la variation de la taille d'éprouvette) pour les deux nuances de matériau REF et SEA. Pour ce type d'analyse, il est nécessaire de tester un nombre suffisant d'échantillons afin d'obtenir une population représentative. Le nombre d'éprouvettes ayant été testées par protocole est indiqué dans le Tableau 11.

		$v_3 = 15.10^{-3}mm.s^{-1}$	$v_2 = 3.10^{-3} mm.s^{-1}$
Barrettes V_0 (25 mm × 25 mm × 100 mm) Empando 75 mm	REF	13	14
Type « Petite »	SEA	13	12
Barrettes V_1 (40 mm × 40 mm × 160 mm) Emman da 112 mm	REF		10
Type « Moyenne »	SEA		10
Barrettes V_2 (40 mm × 40 mm × 160 mm) Empan do 150 mm	REF	12	
Type « Grosse »	SEA	13	

Tableau 11 Répartition des éprouvettes de flexion 3 points par protocole d'essai.

Afin de faciliter la comparaison avec d'autres matériaux, l'analyse a porté sur les valeurs de contraintes à rupture (Da Silva 2005; Grange, 2007). Les moyennes des contraintes à rupture en traction par flexion 3-points σ_r^{tF} sont reportées dans le Tableau 12.

		$v_3 = 15.10^{-3}mm.s^{-1}$	$v_2 = 3.10^{-3} mm.s^{-1}$
Barrettes V_0 (25 mm × 25 mm × 100 mm) Empan de 75 mm	REF	$\sigma_r^{tF} = 10,3 MPa$	$\sigma_r^{tF} = 9,1 MPa$
Type « Petites »	SEA	$\sigma_r^{tF} = 9,1 MPa$	$\sigma_r^{tF} = 8,4 MPa$
Barrettes V_1 (40 mm × 40 mm × 160 mm) Empan do 112 mm	REF		$\sigma_r^{tF} = 6,3 MPa$
Type « Moyenne »	SEA		$\sigma_r^{tF} = 7,8$
Barrettes V_2 (40 mm × 40 mm × 160 mm) Empande 150 mm	REF	$\sigma_r^{tF} = 6,4 MPa$	
Type « Grosse »	SEA	$\sigma_r^{tF} = 7,5 MPa$	

Tableau 12 Résultats des essais de flexion 3-points au LMT (valeur moyenne par groupe ; valeurs
aberrantes exclues).

Le Graphe 56 et le Graphe 57 représentent ainsi l'effet de la vitesse de chargement sur la probabilité de rupture P_r en fonction de la contrainte σ_r^{tF} pour les éprouvettes de volume V_0 de matériau REF et SEA. La probabilité de rupture P_r est déterminée à partir du rang *i* de chaque éprouvette, les *N* éprouvettes ayant été classées selon leur résistance à la rupture croissante.

$$P_r = \frac{i}{N+0.5}$$





Graphe 56 Effet de la vitesse de chargement sur la probabilité de rupture en fonction de la contrainte σ_r^{tF} (éprouvettes de volume V_0 de matériau REF).

Graphe 57 Effet de la vitesse de chargement sur la probabilité de rupture en fonction de la contrainte σ_r^{tF} (éprouvettes de volume V_0 de matériau SEA).

La première remarque concerne la courbe du matériau REF de volume V_0 à la vitesse de chargement lente (Graphe 56). Cette courbe révèle la présence de trois ensembles de points. Ceci n'est qu'un artefact lié aux différents lots de fabrication des échantillons et ce phénomène n'est donc pas pris en considération dans la suite de l'analyse.

Les résultats d'essais précédents avaient d'ores et déjà montré que les matériaux ne sont pas visqueux à température ambiante, i.e. que la vitesse de chargement n'a pas d'influence. Dans ce cas, même si les contraintes à rupture sont légèrement plus élevées dans le cas du chargement plus rapide, les écarts ne sont pas suffisants pour être caractéristiques d'un effet de vitesse. Afin d'étoffer l'échantillonnage, les éprouvettes de même taille, sollicitées à des vitesses différentes, ont donc été analysées ensemble.

i. Choix du modèle probabiliste

La dispersion de la résistance en traction par flexion σ_r^{tF} (ou compression σ_r^c) est liée à l'hétérogénéité de la microstructure et des propriétés mécaniques du matériau. La théorie classique de Weibull (1939) est souvent utilisée pour caractériser cet effet. Une manière de retrouver la loi de Weibull est de considérer que les sites d'amorçage de fissures sont ponctuels et décrits par une loi de Poisson qui donne la probabilité de trouver *k* sites dans un volume *V* :

$$P_k(V) = \frac{(\lambda V)^k}{k!} \exp(-\lambda V)$$

On parle ainsi d'un processus ponctuel de Poisson. Le cas où k = 0 correspond à la survie de l'échantillon, ce qui permet d'exprimer la probabilité de survie P_v de la façon suivante :

$$P_{v} = P_{k=0}(V) = \exp(-\lambda V)$$

ou encore la probabilité de rupture P_r sous l'hypothèse du maillon le plus faible :

$$P_r = 1 - P_v = 1 - \exp(-\lambda V)$$

Le paramètre λ caractérise l'intensité du processus ponctuel de Poisson : plus la contrainte augmente, plus la densité de défauts activés est grande. Afin de retrouver la loi de Weibull, il faut décrire cette intensité à l'aide d'une loi de puissance :

$$\lambda = \frac{1}{V_0} \left(\frac{\sigma_r - \sigma_u}{\sigma_0} \right)^m \quad \text{lorsque } \sigma_r > \sigma_u$$

Le module de Weibull *m* sert à modéliser la dispersion de la contrainte à rupture, σ_u est une valeur seuil en dessous de laquelle aucun défaut n'est activé, σ_r est la contrainte à rupture, σ_0 est le paramètre d'échelle et V_0 un volume de référence. Lorsque le module de Weibull est petit, la dispersion sur les valeurs de contraintes à rupture est grande.

ii. Prise en compte de l'hétérogénéité des contraintes

Dans le cas où la contrainte est <u>uniforme</u>, l'expression devient alors :

$$P_r = 1 - \exp\left(-\frac{V}{V_0} \left(\frac{\sigma_r - \sigma_u}{\sigma_0}\right)^m\right)$$

où $\langle \cdot \rangle$ représentent les crochets de Macauley.

Dans une structure soumise à une sollicitation non homogène, comme dans le cas de la flexion, il est nécessaire de décrire l'effet de l'hétérogénéité des contraintes sur la probabilité de rupture. On définit le facteur d'hétérogénéité des contraintes H_m par :

$$H_m^0 = \frac{\frac{1}{V} \int_{\Omega} \|\boldsymbol{\sigma}\|^m \, dV}{\sigma_r^m}$$

où $\sigma_r = \max_{\Omega} \|\boldsymbol{\sigma}\|$, et $\|\boldsymbol{\sigma}\|$ est une contrainte équivalente du tenseur de contrainte $\boldsymbol{\sigma}$. Dans le cas où un seuil σ_u ($\sigma_r > \sigma_u$) est pris en considération, l'expression devient alors :

$$H_m^{\sigma_u} = \frac{\frac{1}{V} \int_{\Omega} \langle \|\boldsymbol{\sigma}\| - \sigma_u \rangle^m \, dV}{(\sigma_r - \sigma_u)^m}$$



Figure 41 Représentation schématique du volume effectif « sollicité » où des sites d'amorçages de fissures peuvent apparaitre.

On obtient ainsi une loi de Weibull à trois paramètres :

$$P_r = 1 - \exp\left(-\frac{V_{eff}}{V_0} \left(\frac{\langle \sigma_r - \sigma_u \rangle}{\sigma_0}\right)^m\right)$$

où V_{eff} représente le volume effectif que devrait avoir une éprouvette de traction qui, soumise à la contrainte maximale aurait la même probabilité de rupture que la pièce réelle. Ce volume effectif se calcule par :

$$V_{eff} = \int_{\Omega} \left(\frac{\langle \|\sigma\| - \sigma_u \rangle}{\sigma_r - \sigma_u} \right)^m dV \quad \text{lorsque } \sigma_r > \sigma_u$$

L'intégration porte alors sur le domaine hachuré de la Figure 41. Lorsque $\sigma_u = 0$, l'intégration porte sur la zone en traction de la poutre, ce qui dans le cas de la flexion 3-points correspond à la zone sous la fibre neutre. Dans le cas de la poutre en flexion 3-points, l'expression de V_{eff} , qui est à calculer, peut se mettre sous la forme suivante :

$$V_{eff} = 2b \int_{x_u}^{L_{a/2}} \int_{-h/2}^{y_u} \left(\frac{\left\langle \frac{\sigma(x, y)}{\sigma_r^{tF}} - \frac{\sigma_u}{\sigma_r^{tF}} \right\rangle}{1 - \frac{\sigma_u}{\sigma_r^{tF}}} \right)^m dy \, dx \quad \text{avec } \sigma_r^{tF} > \sigma_u$$

Or, par la Théorie des Poutres élastiques, on connait l'expression de la contrainte :

$$\sigma = -\frac{6F}{bh^3}xy \quad \text{pour } x \le \frac{L_a}{2}$$

La contrainte est donc maximale en $\left(\frac{L_a}{2}; -\frac{h}{2}\right)$:

$$\sigma_r^{tF} = \frac{3FL_a}{2bh^2}$$

soit :

$$\frac{\sigma}{\sigma_r^{tF}} = -\frac{4}{L_a h} x y$$

On cherche y_u pour $x \in \left] x_u; \frac{L_a}{2} \right[$ tel que :

$$\frac{\sigma}{\sigma_r^{tF}} - \frac{\sigma_u}{\sigma_r^{tF}} > 0$$

$$\Leftrightarrow y_u = -\frac{L_a h \sigma_u}{4 x \sigma_r^{tF}} \in \left[-\frac{h}{2}; 0\right]$$

Ainsi, lorsque $y_u = -\frac{h}{2}$ on trouve alors :

$$x_u = \frac{L_a \sigma_u}{2\sigma_r^{tF}} \in \left[0; \frac{L_a}{2}\right]$$

soit :

$$V_{eff} = \frac{2b}{\left(1 - \frac{\sigma_u}{\sigma_r^{tF}}\right)^m} \int_{x_u}^{L_{a/2}} \int_{-h/2}^{y_u} \left(-\frac{4}{L_a h} xy - \frac{\sigma_u}{\sigma_r^{tF}}\right)^m dy \, dx$$

qui se simplifie par :

$$V_{eff} = \frac{V}{2(m+1)\left(1 - \frac{\sigma_u}{\sigma_r^{tF}}\right)^m} \int_{x_u}^{L_{a/2}} \frac{1}{x} \left(\frac{2}{L_a}x - \frac{\sigma_u}{\sigma_r^{tF}}\right)^{m+1} dx$$

Il suffit d'opérer le changement de variable suivant :

$$\xi = \frac{2x}{L_a}$$

L'expression devient alors :

$$V_{eff} = \frac{V}{2(m+1)\left(1 - \frac{\sigma_u}{\sigma_r^{tF}}\right)^m} \int_{\frac{\sigma_u}{\sigma_r^{tF}}}^1 \frac{1}{\xi} \left(\xi - \frac{\sigma_u}{\sigma_r^{tF}}\right)^{m+1} d\xi = V H_m^{\sigma_u}$$

où l'on fait apparaître le facteur d'hétérogénéité des contraintes $H_m^{\sigma_u}$ qui prend en compte l'effet du seuil :

$$H_m^{\sigma_u} = \frac{1}{2(m+1)\left(1 - \frac{\sigma_u}{\sigma_r^{tF}}\right)^m} \int_{\frac{\sigma_u}{\sigma_r^{tF}}}^1 \frac{1}{\xi} \left(\xi - \frac{\sigma_u}{\sigma_r^{tF}}\right)^{m+1} d\xi$$

pour $\sigma_r^{tF} > \sigma_u$.

Dans le cas où $\sigma_u = 0$, on retrouve l'expression habituelle pour la flexion 3 points (Davies, 1973) :

$$V_{eff} = \frac{V}{2(m+1)^2} = VH_m^0 \iff H_m^0 = \frac{1}{2(m+1)^2}$$

L'expression de $H_m^{\sigma_u}$ n'a pas de solution déterminable analytiquement. Il est par contre possible de tracer la fonction suivante pour analyser l'influence d'un seuil en contrainte dans le facteur d'hétérogénéité :

$$H_r = \frac{H_m^{\sigma_u}}{H_m^0} = \frac{(m+1)}{\left(1 - \frac{\sigma_u}{\sigma_r^{tF}}\right)^m} \int_{\frac{\sigma_u}{\sigma_r^{tF}}}^{1} \frac{1}{\xi} \left(\xi - \frac{\sigma_u}{\sigma_r^{tF}}\right)^{m+1} d\xi$$

On obtient les représentations graphiques suivantes :



Graphe 58 Evolution de l'influence d'un seuil dans le facteur d'échelle.

Ainsi dans le cas général, le volume effectif à considérer dans l'expression de la probabilité de rupture de la structure est $V_{eff} = VH_m^{\sigma_u} = VH_rH_m^0$ et par conséquent :

- Lorsque $\frac{\sigma_u}{\sigma_r^{tF}} \mapsto 0$ alors $H_m^{\sigma_u} \mapsto H_m^0$; cela signifie que le seuil, très petit devant σ_r^{tF} devient négligeable, et on retrouve le résultat initial. Inversement, quand $\frac{\sigma_u}{\sigma_r^{tF}} \mapsto 1$, cela voudrait dire que la rupture n'interviendrait jamais. On rappelle que le seuil correspond à une valeur de la contrainte en dessous de laquelle on est assuré de ne pas casser.
- D'autre part, la valeur de *m* n'a que peu d'influence sur l'évolution de la valeur de $\frac{H_m^{\sigma_u}}{H_m^0}$; l'important est l'écart entre la contrainte à rupture et le seuil. Pour m = 0, on obtient donc $\frac{H_m^{\sigma_u}}{H_m^0} = \int_{\frac{\sigma_u}{\sigma_r^{tF}}}^1 \left(1 \frac{\sigma_u}{\xi \sigma_r^{tF}}\right) d\xi = \left[\xi \frac{\sigma_u}{\sigma_r^{tF}} \ln \xi\right]_{\frac{\sigma_u}{\sigma_r^{tF}}}^1 = 1 + \frac{\sigma_u}{\sigma_r^{tF}} \left(\ln \frac{\sigma_u}{\sigma_r^{tF}} 1\right)$. Dans ce cas la dispersion des résultats est immense. Si $m \mapsto +\infty$ on tend vers un

ce cas, la dispersion des résultats est immense. Si $m \mapsto +\infty$, on tend vers un comportement déterministe car cela signifie que la dispersion de résultat est quasi nulle, et $\frac{H_m^{\sigma_u}}{H_m^0}$ tend à se stabiliser.

iii. Prise en compte de l'effet de volume

Une éprouvette de volume V (resp. $VH_m^{\sigma_u}$) peut être considérée comme la mise en série de *n* éprouvettes de volume V_0 (resp. $V_0H_m^{\sigma_u}$) :

$$V = nV_0$$
$$VH_m^{\sigma_u} = nV_0H_m^{\sigma_u}$$

Cette éprouvette de volume *V* (resp. $VH_m^{\sigma_u}$) survit donc si toutes les *n* éprouvettes de volume V_0 (resp. $V_0H_m^{\sigma_u}$) qui la constituent survivent, ce qui se traduit de la façon suivante :

$$P_{v} = P_{v0}^{n} \Leftrightarrow (1 - P_{r}) = (1 - P_{r0})^{n}$$

La probabilité de rupture d'une éprouvette de volume V est ainsi liée à la probabilité de rupture d'une éprouvette de volume V_0 par :

$$\ln(1-P_r) = \frac{V}{V_0} \ln(1-P_{r0}) \Leftrightarrow P_r = 1 - \exp\left(\frac{V}{V_0} \ln(1-P_{r0})\right)$$

où P_{r0} est la probabilité de rupture pour un volume V_0 .

En pratique, pour prendre en compte cet effet de volume, les éprouvettes de même nuance de matériau ayant été sollicitées à la même vitesse mais de tailles différentes peuvent être traitées ensemble (Da Silva, 2005). Pour cela, il devient intéressant de définir une contrainte Σ_r , nommée la contrainte de Weibull (Beremin, 1983) en partant de l'expression générale :

$$P_r = 1 - \exp\left[-\frac{V_{eff}}{V_0} \left(\frac{\sigma_r - \sigma_u}{\sigma_0}\right)^m\right]$$
$$\Leftrightarrow P_r = 1 - \exp\left[-\left(\left(\frac{V_{eff}}{V_0}\right)^{1/m} \frac{(\sigma_r - \sigma_u)}{\sigma_0}\right)^m\right]$$
$$\Leftrightarrow P_r = 1 - \exp\left[-\left(\frac{\Sigma_r}{\sigma_0}\right)^m\right]$$

où $\Sigma_r = \left(\frac{V_{eff}}{V_0}\right)^{1/m} (\sigma_r - \sigma_u)$ est la contrainte de Weibull. Le volume V_0 ainsi que la première valeur de m sont choisis arbitrairement (pour simplifier V_0 est souvent choisi égal au plus petit volume, i.e. au volume de la plus petite éprouvette). En fait, V_0 n'a d'influence que sur l'allure de la courbe représentant la probabilité de rupture en fonction de la contrainte de Weibull, i.e. celle comprenant tous les points. En revanche, les courbes déduites pour chaque catégorie d'éprouvettes séparément y sont indifférentes.

Dans le cas où $\sigma_u = 0$, les paramètres m et σ_0 sont ensuite déterminés en traçant les diagrammes de Weibull :

$$\ln(-\ln(1-P_r)) = m\ln\Sigma_r - m\ln\sigma_0$$

En traçant $\ln(-\ln(1-P_r))$ en fonction de $\ln \Sigma_r$, on retrouve une fonction affine de la forme Y = aX + b. Ainsi m = a et $\sigma_0 = \exp\left(-\frac{b}{m}\right)$. En effet, pour pouvoir calculer Σ_r pour chaque résultat expérimental, il faut pouvoir évaluer $H_m^{\sigma_u}$, donc connaître m, ce qui n'est pas le cas. On procède de la manière suivante. On choisit une valeur initiale de m, on calcule l'ensemble des contraintes de Weibull que l'on classe par ordre croissant, et on peut ensuite estimer les probabilités de rupture associées P_r telles que

$$P_r = \frac{i}{N+0.5}$$

où N est le nombre d'échantillons et i est le rang de l'échantillon à avoir la i plus petite contrainte de rupture Σ_r . Il est ensuite possible de tracer le diagramme de Weibull modifié et déterminer m et σ_0 . Quelques itérations sont nécessaires pour déterminer le meilleur jeu de paramètres m et σ_0 .

Si l'effet de volume est notable et est bien pris en compte par la théorie de Weibull, alors les paramètres identifiés sur l'ensemble des éprouvettes de même matériau, sollicitées à même vitesse, mais de tailles différentes, doivent correspondre à ceux de la loi représentant la probabilité de rupture des éprouvettes de même matériau, sollicitées à même vitesse pour chaque taille indépendamment. Dans le cas contraire, soit l'effet d'échelle n'existe pas, soit la théorie de Weibull ne parvient pas à le prendre en compte. Cela peut être dû au fait que la disparité ne provient pas que de la quantité de défauts au sein de l'éprouvette, mais à d'autres paramètres internes au matériau comme la taille des granulats par exemple.

iv. Analyse des résultats

La littérature ne recense pas d'analyses de Weibull sur cette classe de matériaux. Du fait de leurs applications, les essais sont généralement réalisés à hautes températures ce qui de par leur complexité et leur coût demande de limiter leur nombre. Comme la vitesse n'a pas d'influence (ou du moins une influence négligeable) sur le comportement à froid des matériaux considérés, il est possible d'analyser les trois tailles indépendamment de la vitesse de sollicitation. De plus, par l'intermédiaire de la contrainte de Weibull, il est d'abord

<u>Remarque</u> : Il est généralement commode de connaître la contrainte à rupture pour 50 % de survie, qui peut être estimée par la relation suivante :

$$\begin{split} \Sigma_{0,5} &= \sigma_0 (-\ln 0.5)^{1/m} \\ \Leftrightarrow \sigma_{0,5} &= \sigma_0 \left(\frac{V_0}{V_{eff}}\right)^{1/m} (-\ln 0.5)^{1/m} + \sigma_t \end{split}$$

Remarque : Calcul de la valeur moyenne de la contrainte à rupture

On peut estimer la moyenne des contraintes à la rupture en traction $\bar{\sigma}^t$ d'éprouvettes de volume V_T par :

$$\bar{\sigma}^t = \int_0^{+\infty} \sigma \, dP_r(\sigma) = \sigma_0 \Gamma \left(1 + \frac{1}{m}\right) \left(\frac{V_0}{V_T}\right)^{1/m} \quad \text{où } \Gamma(p) = \int_0^{+\infty} x^{p-1} \exp(-x) \, dx$$

En prenant en compte le facteur d'hétérogénéité des contraintes, la valeur moyenne des contraintes à la rupture $\bar{\sigma}_r$ d'une éprouvette de volume V est alors définie par :

$$\bar{\sigma}_r = \sigma_0 \Gamma \left(1 + \frac{1}{m} \right) \left(\frac{V_0}{VH_m} \right)^{1/m}$$

La contrainte moyenne à rupture $\bar{\sigma}_r$ est reliée à la contrainte moyenne à la rupture en traction $\bar{\sigma}^t$ par :

$$\bar{\sigma}_r = \bar{\sigma}^t \left(\frac{V_T}{VH_m}\right)^{1/m}$$

La contrainte moyenne à la rupture dans le cas d'une flexion 3-points $\overline{\sigma_r^{tF}}$ est reliée à la contrainte moyenne à la rupture en traction $\overline{\sigma}^t$ par :

$$\overline{\sigma_r^{tF}} = \bar{\sigma}^t (2(1+m)^2)^{1/m} \left(\frac{V_T}{V}\right)^{1/m}$$



possible de les analyser tous ensemble. Les résultats sont présentés sur le Graphe 59.

Graphe 59 Analyse de Weibull sur les matériaux REF et SEA en prenant en compte tous les gabarits ensemble par l'intermédiaire de la contrainte de Weibull ($\sigma_u = 0$).

Le Graphe 59 représente les points expérimentaux et la loi de Weibull pour les matériaux REF et SEA. Les paramètres ainsi obtenus sont reportés dans le Tableau 13.

	Nombre d'éprouvettes	m	σ_0	$\sigma_{0,5}$ pour V_0	$\sigma_{0,5}$ pour V_1	$\sigma_{0,5}$ pour V_2
Matériau REF	49	7	4,7	9	7,4	7,1
Matériau SEA	48	8	5	9,1	7,7	7,4

Tableau 13 Paramètres de Weibull obtenus avec l'analyse globale ($\sigma_u = 0$).

La différence de comportement à rupture entre les deux nuances de matériau est faible. Les lois de Weibull correspondantes semblent bien représenter l'allure des points expérimentaux bien que pour les faibles valeurs des contraintes de Weibull, les lois surestiment les probabilités de rupture. Pour cela, la prise en compte d'un seuil serait intéressante et permettrait de mieux représenter les probabilités de rupture pour ces faibles contraintes.

Les paramètres m et σ_0 permettent de tracer la loi de Weibull en fonction de la contrainte σ_r^{tF} pour les différents lots d'éprouvettes ; et l'on compare l'allure des lois aux

points expérimentaux (P_r en fonction de σ_r^{tF}) pour les différentes tailles séparément. On teste ainsi la capacité de la Loi de Weibull à reproduire l'effet d'échelle. Ces résultats sont présentés sur le Graphe 60 pour le matériau REF et sur le Graphe 61 pour le matériau SEA.



Graphe 60 Analyses de Weibull pour le matériau REF pour les éprouvettes de chaque taille.

Graphe 61 Analyses de Weibull pour le matériau SEA pour les éprouvettes de chaque taille.

On remarque la bonne concordance de la loi de Weibull avec les résultats obtenus expérimentalement pour les valeurs de contraintes élevées alors que pour les faibles valeurs, la loi surestime la probabilité de rupture, comme cela avait déjà été observé sur le Graphe 59. Malgré cela, il a été jugé suffisant de ne pas considérer un seuil σ_u non nul.

b. Mesure de la ténacité

Le mode de rupture des éprouvettes en flexion 3-points, leur comportement quasifragile jusqu'à environ 1200°C, ainsi que le réseau des fissures observé sur les dalles post mortem ont incité à caractériser la ténacité du matériau, le plus simple étant à température ambiante. Cette démarche a été développée à l'occasion d'un stage de Master II (Chan-Yone, 2009). Très peu d'essais ont été réalisés. La dispersion caractéristique de ce type de matériau n'est donc pas prise en compte et les valeurs ne représentent donc qu'un ordre de grandeur. Le but étant de valider une démarche qui pourrait s'appliquer.

Pour un matériau fragile, la ténacité K_{IC} est plus délicate à déterminer que pour un matériau ductile. En effet, une fissure amorcée se propage souvent instantanément à travers la structure amenant à sa ruine. Comme il est nécessaire de créer une fissure pour déterminer la ténacité, le protocole suivant peut être mis en place :

- une pré-entaille est réalisée à la scie sur une très faible profondeur *a* au milieu de l'éprouvette ;
- un essai de flexion 3-points sur une éprouvette prise en sandwich entre deux plaques de matériau ductile (Figure 42) permet ensuite d'initier une fissure à partir de la pré-entaille selon la procédure définie par Pancheri (1998);



Figure 42 Montage utilisé pour la réalisation d'un essai sandwich de préfissuration d'une éprouvette sans pré-entaille.

- la fissure initiée, l'éprouvette est soumise (comme traditionnellement) à l'essai de flexion 3-points classique (Figure 43).



Figure 43 Eprouvette soumise à un essai de flexion 3 points. La fissure a une longueur a et une ouverture au niveau de la surface δ .

Cependant, dans notre cas, les matériaux étudiés n'ont pas présenté un comportement totalement fragile : la fissure s'amorce au moment du pic d'effort au milieu de l'éprouvette mais ne se propage pas instantanément à travers toute la hauteur de la structure, il est donc plus facile de suivre sa progression. Néanmoins, des essais sandwich ont été réalisés pour garantir de meilleurs résultats : i.e. la fissure a pu être initiée sans qu'il ne se soit avéré nécessaire de créer de pré-entaille à la scie, et sa propagation est très lente.

La technique de suivi de déplacement de la pointe de fissure au cours du chargement qui a été choisie est la corrélation d'images (Forquin, 2004). Le calcul de la ténacité se déroule alors en deux étapes :

- *Correli*^{Q4} permet de déterminer les champs de déplacement à la surface de l'éprouvette (Besnard, 2006). Les images de l'éprouvette doivent donc être prises à une cadence suffisamment élevée pour détecter l'amorçage de la

fissure. Les champs obtenus permettent aussi d'identifier la position de la fissure, souvent invisible à l'œil nu ;

- une fois la fissure existante, la fonction *Fissure_Fit* (Roux, 2006) de *Correli*^{Q4} détermine la valeur de la ténacité en minimisant l'écart entre le champ de déplacement précédemment mesuré et le champ de déplacement asymptotique de Westergaard.

Toutefois, les hypothèses conduisant à la solution théorique n'étant pas toutes vérifiées (matériau homogène, champs théorique valables loin des bords, etc.), les résultats obtenus par *Correli*^{Q4} ont également été comparés aux valeurs obtenues par des simulations par éléments finis et par calcul analytique 2D.

Les résultats présentés dans ce paragraphe sont ceux de l'application à l'éprouvette RG18 de matériau REF de $40 \times 40 \times 160 \text{ }mm^3$ qui a été sollicitée à $3 \mu m. s^{-1}$ sous un chargement monotone après avoir subi une pré-fissuration par essai sandwich sans préentaille. Le Graphe 62 présente la courbe Effort-flèche obtenue pour cette éprouvette. La courbe noire présente les mesures fournies par la machine, corrigées de la rigidité du montage, et la courbe grise présente les valeurs de la flèche d'après les calculs de champs de déplacement de *Correli*^{Q4} (les « carrés gris » représentant la position des prises de vue).



Graphe 62 Comportement sous flexion 3-points après pré-fissuration par essai sandwich de l'éprouvettede REF RG18 de gabarit $40 \times 40 \times 160 \ mm^3$.

De même que précédemment, les courbes ont été recalées de sorte que la flèche soit nulle au niveau de la première prise de vue. La partie linéaire de la courbe avant le pic d'effort valide à nouveau un module d'Young de 35 *GPa* par une approximation poutre sur le post-traitement avec *Correli*^{Q4}. Toutes les images prises après le pic permettent de suivre la propagation de la fissure.

i. Estimation par formules analytiques

La contrainte se met alors sous la forme :

$$\sigma_r^{tF} = \frac{3}{2} \frac{FL_a}{bh^2} = 5,36 MPa$$

avec L_a l'empan, h la hauteur de l'éprouvette, et b son épaisseur.

Le facteur d'intensité des contraintes est lié à cette contrainte par la relation :

$$K_I = \sigma_r^{tF} \sqrt{\pi a} f\left(\frac{a}{h}\right)$$

où $f\left(\frac{a}{h}\right)$ peut être approché, pour $\frac{L_a}{h} = 4$, par la fonction suivante (Murakami, 1987) :

$$f\left(\frac{a}{h}\right) = 1,090 - 1,735\left(\frac{a}{h}\right) + 8,20\left(\frac{a}{h}\right)^2 - 14,18\left(\frac{a}{h}\right)^3 + 14,57\left(\frac{a}{h}\right)^4$$

De manière plus générale, $f\left(\frac{a}{h}\right)$ est tabulée par la méthode des fonctions de poids (Emery, 1969). On trouve alors (au niveau de l'image n°9) :

$$K_I = 1,7 MPa. \sqrt{m}$$

où *a*, la taille de fissure vaut $a = 18,5.10^{-3} m$ (taille de fissure déterminée par les mesures de champs avec *Correli*^{Q4}) et par conséquent $\frac{a}{h} = 0,46$; $L_a = 0,15 m$; l'effort à l'image n°9 est F = 1525 N. La littérature présente d'autres fonctions, comme par exemple celle établie par Tada (1973) utilisée par Simonin (2000) :

$$K_I = \sigma_r^{tF} \sqrt{\pi a} Y\left(\frac{a}{h}\right)$$

avec :

$$Y\left(\frac{a}{h}\right) = \sqrt{\frac{2}{\pi}\frac{h}{a}}\tan\left(\frac{\pi a}{2h}\right)}\frac{0.923 + 0.199\left(1 - \sin\left(\frac{\pi a}{2h}\right)\right)^4}{\cos\left(\frac{\pi a}{2h}\right)}$$

Et qui donne un résultat très similaire :

$$K_I = 1,8 MPa. \sqrt{m}$$

L'ouverture de fissure δ présentée sur la Figure 43 est déterminée (sous l'hypothèse des contraintes planes) par la relation suivante :

$$\delta = \frac{4\sigma_r^{tF}a}{E}v_1\left(\frac{a}{h}\right) = 0,026 mm$$
où :
$$v_1\left(\frac{a}{h}\right) = 0,76 - 2,28\left(\frac{a}{h}\right) + 3,87\left(\frac{a}{h}\right)^2 - 2,04\left(\frac{a}{h}\right)^3 + \frac{0,66}{\left(1 - \frac{a}{h}\right)^2}$$

Et enfin, la flèche de la poutre fissurée est donnée par la relation suivante :

$$\delta_f\left(\frac{L_a}{2}\right) = \frac{FL_a^3}{4E_fh^4} + \frac{\sigma_r^{tF}L_a}{E}v_2\left(\frac{a}{h}\right) = 0,04 \ mm$$

où $v_2\left(\frac{a}{h}\right) = \left(\frac{\frac{a}{h}}{1-\frac{a}{h}}\right)^2 \left[5,58 - 19,57\left(\frac{a}{h}\right) + 36,82\left(\frac{a}{h}\right)^2 - 34,94\left(\frac{a}{h}\right)^3 + 12,77\left(\frac{a}{h}\right)^4\right]$

La valeur de la flèche ainsi obtenue est légèrement supérieure à celle mesurée par corrélation d'images. Cependant, nous avons considéré pour les mesures par corrélation d'images que l'image de référence a une flèche nulle alors que l'effort est non nul. La flèche calculée par la formule analytique précédente parait donc être une très bonne évaluation.

ii. Calcul par corrélation d'images

Calcul des champs de déplacement

Le calcul des champs de déplacement par *Correli*^{Q4} utilise une discrétisation par éléments *Q4*, i.e. à interpolations bilinéaires. Les figures suivantes présentent les champs de déplacement horizontaux ainsi que la carte de résidus de l'image 9 de l'essai sur RG18. Dans la configuration utilisée, la résolution est telle que : 1 *pixel* = 9,6. 10^{-5} *m*.



Figure 44 Champs de déplacement horizontaux (en mm) calculés par *Correli*^{Q4} sur l'image 9 de RG18.

Figure 45 Carte des résidus (normés) de corrélation de l'image 9 de RG18.

La Figure 44 et la Figure 45 permettent dans un premier temps de vérifier la symétrie du chargement, même si une très faible rotation de la poutre survient généralement. Il est alors possible de définir la position de la fissure, ainsi que son ouverture, qui vaut pour cette configuration :

$\delta=0,0475\,mm$

Le programme *Fissure_Fit* peut ensuite être utilisé pour calculer les facteurs d'intensité de contrainte. Le paramètre intéressant est la valeur de K_{Ic} , i.e. la valeur du facteur d'intensité des contraintes au pic d'effort, au moment du début de la propagation de la

fissure. Cependant, on ne présente ici le résultat qu'à l'image n°9 car à l'image n°8 la fissure est bien trop petite et n'a donc pas été traitée.

Calcul des Facteurs d'Intensité des Contraintes

Roux et Hild (Hild, 2006 ; Roux, 2006) ont exploité la technique de mesure du champ de déplacement par corrélation d'images pour déterminer les facteurs d'intensité de contrainte en mode I et II. Pour cela, ils projettent les déplacements mesurés sur l'espace des déplacements de la solution analytique de Westergaard, donnée ici sous l'hypothèse des contraintes planes par (Lemaitre, 1985) :

$$u_x = \frac{K_I}{E} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \sin\frac{\theta}{2} (3 - \nu - (1 + \nu)\cos\theta)$$
$$u_y = \frac{K_I}{E} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \cos\frac{\theta}{2} (3 - \nu - (1 + \nu)\cos\theta)$$

avec ν le coefficient de Poisson et (r, θ) les coordonnées polaires du point (l'origine du repère coïncidant avec la pointe de la fissure, comme sur la Figure 44) pour le mode I par exemple. *Fissure_Fit* minimise les écarts entre le champ mesuré (Figure 44) et le champ théorique et détermine ainsi les facteurs d'intensité des contraintes K_I . Cette minimisation fournit aussi des indications sur une meilleure position de la pointe de fissure.

Le calcul des champs de déplacements se base sur le développement asymptotique entre les déplacements mesurés sur un rayon proche (R_p) et un rayon lointain (R_L) . Les valeurs de ces rayons sont fixées en début de calcul. Il s'est avéré que les résultats dépendaient fortement des conditions du calcul, surtout en ce qui concerne la position du domaine lointain : qui doit être assez large pour valider les hypothèses de « domaine lointain » mais suffisamment loin des bords. Un critère permettant d'apprécier la qualité des résultats en fonction des positions des domaines est d'observer la valeur des résidus d'identification. Les valeurs de R_p et R_L minimisant ce résidu (erreur *E*) permettent alors de déterminer la valeur de la ténacité la plus probable (Chan-Yone, 2009).

Les variations de la valeur de K_{Ic} en fonction de la valeur de R_L sont présentées sur le Graphe 63 avec la valeur de l'erreur correspondante pour une valeur de $R_p = 25$ pixels. Les analyses ont montré que la valeur de R_p n'a pas d'importance.



Graphe 63 Evolution de la valeur de la ténacité et de l'erreur (en pxl) en fonction de la valeur de R_L ($R_p = 25 pxl$).

Suite à ces résultats, un rayon lointain de 125 pixels a été retenu pour identifier la valeur du facteur d'intensité des contraintes au niveau de l'image 9 (avec un module d'Young de 35 *GPa* et un coefficient de Poisson de 0,25), soit :

$$K_{Ic} = 1,6 MPa. \sqrt{m}$$

On rappelle que pour un béton classique, la valeur est généralement proche de 1 *MPa*. \sqrt{m} .

Malgré la forte hétérogénéité du matériau, les résultats obtenus par approximation analytique et ceux déduits de l'analyse du champ de déplacement par corrélation d'images sont en bon accord. Les valeurs sont cependant plus élevées que celle déterminée par Simonin (2000) pour un matériau similaire (0,8 *MPa*. \sqrt{m}) à température ambiante pour le matériau précuit à 1200°*C*.

iii. Calcul par simulation éléments finis sur Abaqus

Le calcul par éléments finis pour la détermination des facteurs d'intensité des contraintes en élasticité linéaire utilise la technique des intégrales de contour. L'intégrale de Rice, indépendante du contour entourant la pointe de fissure, est définie par :

$$J = \int_{C} \left(w_e n_1 - \sigma_{ij} n_j \frac{\partial u_i}{\partial x_1} \right) \mathrm{d}s$$

où w_e telle que $\sigma_{ij} = \frac{\partial w_e}{\partial \varepsilon_{ij}}$ est la densité d'énergie de déformation élastique. C est le contour de normale \hat{n} sur lequel est calculée l'intégrale. L'intégrale est ensuite reliée à l'accroissement de la fissure par :

$$J = \frac{\mathrm{d}\mathcal{U}}{\mathrm{d}a} = G = \frac{K_I^2}{\bar{E}}$$

où $\mathcal{U} = \int_{\mathcal{S}} w_e \, dV - \int_{\partial \mathcal{S}_F} \overrightarrow{F^d} \cdot \overrightarrow{u} \, dS$ est l'énergie potentielle du solide et d*a* l'accroissement de la fissure. La fissure est supposée sollicitée en mode I. Enfin, $\overline{E} = \frac{E}{1-\nu^2}$ en déformations planes, et $\overline{E} = E$ en contraintes planes.

Les éléments utilisés pour le maillage sont des quadrangles à interpolations quadratiques. Leur taille varie d'environ 0,015 mm en pointe de fissure à 2 mm sur les bords de la structure (Figure 46). Le calcul a été effectué avec Abaqus Standard en utilisant des intégrations réduites. La poutre est en contact rigide avec un coefficient de frottement de 0,1 avec les deux plots inférieurs et la traverse (mais la suppression de la condition de frottement a une influence négligeable sur les résultats obtenus). Tous les degrés de liberté des plots inférieurs sont bloqués. Dans l'exemple traité, la flexion est réalisée en imposant le déplacement vertical déterminé par *Correli*^{Q4} ou un effort de 1525 N à la traverse supérieure. Les calculs sont réalisés sous l'hypothèse des contraintes planes.



Figure 46 Maillage de la structure pour la modélisation EF sous Abaqus.

Pour la première identification, le déplacement de la traverse supérieure a été imposé $\left(\delta_f\left(\frac{L_a}{2}\right) = 0,03 \text{ }mm\right)$, et les calculs ont convergé en 9 itérations avec une taille d'incrément automatique.

Les champs de déplacements (horizontaux et verticaux) obtenus sont présentés sur la Figure 47 et sur la Figure 48.



Figure 47 Champ de déplacement horizontal (en mm) déterminé par Abaqus Standard en appliquant le déplacement de la traverse supérieure.

Figure 48 Champ de déplacement vertical (en *mm*) déterminé par Abaqus Standard en appliquant le déplacement de la traverse supérieure.

Le calcul a alors donné comme valeur du facteur d'intensité des contraintes :

$$K_I = 1,04 MPa. \sqrt{m}$$

et l'ouverture de la fissure vaut :

$$\delta=0,018\,mm$$

Ces valeurs sont plus faibles que celles trouvées précédemment.

Pour la seconde identification, on décide alors d'appliquer à la traverse supérieure l'effort obtenu pendant l'essai, soit 1525 N divisé par l'épaisseur de l'éprouvette puisque le calcul est simplement 2D. Avec ce type de condition, la convergence est plus difficile à atteindre du fait du problème de contact en effort à résoudre. Un déplacement (dont la valeur est indifférente pour un calcul élastique) est d'abord appliqué à la traverse afin de s'assurer que celle-ci est bien en contact avec l'éprouvette avant d'appliquer la consigne en effort. Et dans ce cas le calcul converge en quatre itérations une fois le contact établi. Les résultats donnent alors :

$$\delta_f \left(\frac{L_a}{2}\right) = 0,047 mm$$
$$K_I = 1,63 MPa.\sqrt{m}$$
$$\delta = 0,028 mm$$

Les différences de résultat observées peuvent provenir de différentes causes. La flèche visualisée sur le Graphe 62 est bien inférieure à la flèche réelle puisque l'on a considéré qu'à l'image de référence la flèche est nulle alors que l'effort ne l'est pas. La valeur de la flèche obtenue par simulation par éléments finis semble donc être une valeur plus proche de la valeur réelle de la déformée, en accord avec l'approximation analytique. D'autre part, l'estimation des valeurs de la ténacité et de l'ouverture de fissure par des formules analytiques s'appuie sur des fonctions tabulées, normalement plus adaptées pour un

rapport $\frac{L_a}{b} = 4$, ce qui n'est pas parfaitement notre configuration ($\frac{150}{40} = 3,75$). De plus, comme il a été montré précédemment, la raideur a été délicate à mesurer et la valeur utilisée ($E = 35 \ GPa$) peut surestimer la valeur de raideur en traction et sous estimer celle en compression. Pourtant, les valeurs de ténacité déterminées par les différentes techniques sont en excellent accord alors que l'ouverture de fissure semble être toujours sous-estimée par rapport à l'ouverture observée grâce à *Correli*^{Q4}. Cependant, l'ouverture de fissure mesurée par corrélation d'image peut résulter non seulement de l'écartement des deux lèvres mais aussi d'une légère perte de matière qui a pu être observée lors de la rupture des éprouvettes pendant les essais. Ceci expliquerait pourquoi cette valeur est plus grande que les autres.

Quelle que soit la méthode utilisée, la ténacité de ce type de céramique est difficile à évaluer. Le matériau est fortement hétérogène et les analyses probabilistes ont montré une grande dispersion des résultats. De plus, dans notre cas, les éprouvettes ont été testées à froid après avoir été précuites à $1200^{\circ}C$. De ce fait, seulement une partie des transformations de phases ont été amorcées. En service, la température du matériau peut atteindre $1700^{\circ}C$. Ainsi, même lorsque sa température redescend vers $1200C^{\circ}$ lors des périodes à vide, toutes les réactions ont eu lieu et les liaisons entre les grains et la matrice sont bien plus fortes, sans compter que la corrosion va contribuer à une « fusion » des grains avec la matrice.

VI. CONCLUSION

Le but de ce chapitre était d'analyser le comportement du réfractaire utilisé pour la fabrication des dalles d'impact.

Dans un premier temps, des essais à température ambiante ont été réalisés pour recaler les résultats des différentes machines d'essais et caractériser le comportement pour faciliter la comparaison avec des produits similaires. Des analyses statistiques de Weibull ont permis d'apprécier la dispersion de la contrainte à rupture en traction par flexion et la ténacité a été estimée par des techniques de corrélation d'images.

D'autre part, les analyses de la constitution des matériaux ont facilité la prévision des transformations chimiques qui interviennent avec la montée en température, ce qui a aidé au choix des températures d'essais pour l'identification du comportement mécanique en traction et en compression sur une large gamme de température, i.e. de l'ambiante à 1500°*C*. Malheureusement, les problèmes techniques rencontrés sur le dispositif expérimental de la société TRB n'ont pas permis de réaliser la campagne d'essais complète, ce qui constitue un frein important à l'identification des paramètres de la loi de comportement. Il est cependant possible d'affirmer à ce stade de l'étude que le comportement du réfractaire évolue d'élastique fragile pour les basses températures à viscoplastique à hautes températures.

En parallèle, les essais anisothermes ont permis de mettre en évidence la part des transformations chimiques qui ont lieu dans le matériau pendant les montées en température sur le comportement macroscopique.

La modélisation de ce comportement nécessite donc de développer une loi dissymétrique en traction-compression prenant en compte le caractère thermoélastoviscoplastique sur une large gamme de températures ainsi que les transformations de phases.

CHAPITRE III. THERMOELASTO – VISCOPLASTICITE AVEC CHANGEMENTS DE PHASES

Dans un premier temps, ce chapitre présente brièvement le formalisme de la thermodynamique des processus irréversibles (TPI) utilisé, dans lequel sont établies les lois de comportement, avant d'en proposer une adaptation aux réfractaires étudiés (les concepts théoriques sont détaillés dans de nombreux ouvrages : Germain, 1973 ; Lemaitre, 1985, 2009 ; Maugin, 1992). Cette démarche fournit un cadre qui permet de vérifier facilement que la loi de comportement élaborée respecte le second principe de la thermodynamique. De plus, ce formalisme permet de faire apparaître naturellement les termes de couplage dans la modélisation des phénomènes multi-physiques.

La particularité ici est de chercher à rendre compte, en plus du comportement classique généralement observé sur les bétons réfractaires (Hernandez, 2000 ; Prompt, 2000 ; Auvray, 2003 ; Blond, 2003 ; Massard, 2005), de l'influence des transformations de phases.

Ce chapitre présente dans un second temps les transformations de phases à prendre en compte. On ne retient que celles sur lesquelles on dispose de suffisamment d'informations pour envisager une modélisation pertinente et qui ont un impact important sur le comportement mécanique.

Enfin, une loi thermoélasto-viscoplastique prenant en compte ces changements de phases et capable de représenter la dissymétrie traction-compression existant dans les matériaux quasi-fragiles est proposée.

I. LES PHASES EN PRESENCE

Les essais anisothermes ainsi que les observations microstructurales ont montré que trois phases apparaissent au cours de la montée en température (CHAPITRE II.I.2) en l'absence de contact du matériau avec le laitier :

- le *CA*2 et le *MA* qui apparaissent vers 1100°*C*,
- le *CA*6, responsable de la déformation la plus importante, à partir de 1450°C.

Or, les déformations associées aux formations du *CA*2 et du *MA* sont difficiles à distinguer d'un point de vue macroscopique. Dans un premier temps, la modélisation ne prendra donc en considération que deux transformations « globales » de la microstructure : la première est associée à la formation de *CA*2 et de *MA*, et la seconde à l'apparition de *CA*6. Enfin, l'hypothèse forte faite ici est que les deux transformations de phases sont indépendantes.

On définit alors <u>les taux d'avancement de transformation</u> ξ_i (i = [CA2 + MA] ou [CA6]) comme étant des variables macroscopiques décrivant en moyenne l'évolution de la microstructure, et qui, dans notre cas, ne peuvent que croître car les transformations sont irréversibles. Ces variables pourraient être reliées aux taux massiques de phases produites, mais les effets produits par ces transformations sur le comportement thermomécanique sont très dépendants de certains paramètres comme la distribution granulométrique des éléments réactifs ou encore la composition initiale du béton (Prigent, 2008).

De plus, comme on peut le constater, ces transformations de phases ne résultent pas d'une variation de structure cristallographique du matériau comme dans les alliages à mémoire de forme (AMF) par exemple (Patoor, 1994), mais de réactions chimiques entre ses différents constituants. Une construction de loi de comportement à partir d'une loi des mélanges n'est donc pas envisageable puisque les interactions entre les phases initiales du matériau sont extrêmement fortes et que cela demanderait de connaître indépendamment le comportement de chaque phase.

D'autre part, dans l'approche proposée, l'apport de matière résultant de l'imprégnation du laitier ne sera pas pris en compte. Ceci nécessiterait de construire un modèle qui prenne en compte les phénomènes d'imprégnation, basé sur la thermomécanique des milieux poreux (Coussy, 1991).

II. FORMULATION GENERALE

1. CADRE THERMODYNAMIQUE

a. Premier principe de la thermodynamique

Le premier principe de la thermodynamique affirme que l'énergie totale d'un système isolé reste constante. Il rejoint un principe énoncé par Lavoisier : « Rien ne se perd, rien ne se crée, tout se transforme ». Les événements qui s'y produisent ne se traduisent que par des transformations de certaines formes d'énergie en d'autres formes d'énergie. L'énergie ne peut donc pas être produite *ex nihilo* ; elle est en quantité invariable dans la nature. Elle ne peut que se transmettre d'un système à un autre.

Pour un système déformable Ω de frontière $\partial \Omega$, soumis à un effort volumique \vec{f} ainsi qu'à une source de chaleur r_T en chaque point du domaine, à un effort surfacique \vec{F} et à un flux thermique surfacique \vec{q} sur sa surface $\partial \Omega$, le premier principe se traduit sous sa forme globale par :

$$\dot{E} + \dot{K} = \mathcal{P}_{ext} + Q$$

avec :

- *E*, l'énergie interne telle que $E = \int_{\Omega} \rho e \, dV$, où ρ est la masse volumique et *e* l'énergie interne spécifique ;
- *K*, l'énergie cinétique : $K = \frac{1}{2} \int_{\Omega} \rho \vec{u} \cdot \vec{u} \, dV$, où \vec{u} est la vitesse en un point du système ;
- \mathcal{P}_{ext} , la puissance des efforts extérieurs : $\mathcal{P}_{ext} = \int_{\Omega} \vec{f} \cdot \vec{u} \, dV + \int_{\partial \Omega} \vec{F} \cdot \vec{u} \, dS$;
- Q, le taux d'énergie calorifique reçue : $Q = \int_{\Omega} r_T dV \int_{\partial \Omega} \vec{q} \cdot \hat{n} dS = \int_{\Omega} (r_T \text{div}\vec{q}) dV$, \hat{n} étant la normale à la surface $\partial \Omega$ pointant vers l'extérieur du domaine.

En appliquant le principe des puissances virtuelles, ici appliqué au champ réel \vec{u} , on a : $\mathcal{P}_{\gamma} = \mathcal{P}_{ext} + \mathcal{P}_{int}$ avec la puissance des quantités d'accélération $\mathcal{P}_{\gamma} = \int_{\Omega} \rho \vec{\gamma} \vec{u} \, dV = \dot{K}$, et la puissance des efforts intérieurs $\mathcal{P}_{int} = \int_{\Omega} -\boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} \, dV$, où $\boldsymbol{\sigma}$ est le tenseur des contraintes de Cauchy et $\boldsymbol{\varepsilon}$ le tenseur des déformations linéarisé. On obtient alors :

$$\dot{E} - \int_{\Omega} \boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} \, dV = Q$$

En tenant compte de la conservation de la masse, l'équation précédente s'écrit alors sous la forme locale :

$$\rho \dot{e} = \boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} + r_T - \operatorname{div} \vec{q}$$

b. Second principe et inégalité de Clausius-Duhem

Le second principe de la thermodynamique est introduit pour rendre compte de l'irréversibilité d'une transformation d'état. Il affirme que l'entropie d'un système isolé ne peut qu'augmenter, ou rester constante. Il est associé à l'impossibilité du passage du désordre à l'ordre sans intervention extérieure.

Le second principe postule donc que la variation d'entropie \dot{S} d'un système isolé à une température uniforme sera toujours plus grande que celle d'un système à l'équilibre, soit :

$$\Leftrightarrow \dot{S} \ge \int_{\Omega} \frac{r_T}{T} dV - \int_{\Omega} \frac{\vec{q} \cdot \hat{n}}{T} dS$$

où $S = \int_{\Omega} \rho s \, dV$, avec *s* l'entropie spécifique.

On peut alors écrire l'inégalité de Clausius-Duhem en combinant le premier et le second principe sous une forme locale :

$$\mathcal{D} = \rho \dot{s}T - T\left(\frac{r_T}{T} - \operatorname{div}\frac{\vec{q}}{T}\right) \ge 0$$

Comme div $\frac{\vec{q}}{T} = \frac{\text{div}\vec{q}}{T} - \frac{\vec{q}}{T^2}$. $\overrightarrow{\text{grad}}T$, et en tenant compte de $\rho \dot{e} = \boldsymbol{\sigma}: \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} + r_T - \text{div}\vec{q}$, la dissipation \mathcal{D} devient alors classiquement :

$$\mathcal{D} = \boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} + \rho(\dot{s}T - \dot{e}) - \frac{\vec{q}}{T} \cdot \overrightarrow{\text{grad}}T \ge 0$$

que l'on décompose en une dissipation volumique intrinsèque D_i et en une dissipation volumique d'origine purement thermique D_{th} de la façon suivante :

- $\mathcal{D}_i = \boldsymbol{\sigma}: \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} + \rho(\dot{s}T \dot{e})$ la dissipation volumique intrinsèque (mécanique) qui est nulle si le comportement est réversible (élastique) ;
- $\mathcal{D}_{th} = -\frac{\bar{q}}{T} \cdot \overline{\text{grad}}T$, dissipation volumique d'origine purement thermique (due à la conduction thermique).

L'hypothèse classique de découplage des dissipations entraı̂ne $\mathcal{D}_i \ge 0$ et $\mathcal{D}_{th} \ge 0$.

La positivité de la dissipation thermique est assurée par l'adoption de la loi de conduction de Fourier :

$$\vec{q} = -k \overrightarrow{\text{grad}} T$$

où \vec{q} est le vecteur flux de chaleur et k le coefficient de conductivité thermique.

Lorsque l'on construit une loi de comportement, il reste donc à s'assurer que la dissipation intrinsèque D_i est positive.

2. VARIABLES D'ETAT ET FORCES ASSOCIEES

Comme il a été vu au chapitre précédent, la déformation totale est la somme de déformations dues aux transformations réversibles (comme l'élasticité et la thermoélasticité), et irréversibles (comme la viscoplasticité ou les déformations induites par les transformations de phases). Nous proposons, dans le cadre de la thermodynamique, la partition des déformations sous la forme définie au chapitre précédent, mais écrite sous forme tensorielle :

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon}^e + \boldsymbol{\varepsilon}^{th} + \boldsymbol{\varepsilon}^p + \boldsymbol{\varepsilon}^{TR} + \boldsymbol{\varepsilon}^{VPTR}$$

où :

• $\boldsymbol{\varepsilon}$ est le tenseur des déformations totales linéarisé :

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \frac{1}{2} (\mathbf{Grad} \, \vec{u} + \mathbf{Grad}^{\mathsf{T}} \, \vec{u})$$

- $\boldsymbol{\varepsilon}^{e} = \mathbb{E}^{-1}$: $\boldsymbol{\sigma}$ est la déformation élastique purement mécanique avec \mathbb{E} le tenseur de Hooke, qui dépend de la température et éventuellement des taux d'avancement des transformations de phases ξ_{i} ;
- $\boldsymbol{\varepsilon}^{th} = \alpha_T (T T_i) \mathbb{I}$ est la déformation isotrope d'origine thermique avec α_T le coefficient de dilatation thermique sécant qui dépend éventuellement de la température et des taux ξ_i , \mathbb{I} le tenseur identité d'ordre 2, et T_i la température initiale ;
- les déformations inélastiques ε^p contiennent les déformations mécaniques non réversibles usuelles : déformations plastique et viscoplastique ;
- *ε*^{*TR*} est la déformation liée aux variations de volume dues aux changements de phases, qui peut être réversible si la transformation est réversible ;
- ε^{VPTR} est la déformation viscoplastique de transformation de phase, généralement dépendante du niveau de contrainte.

On postule que l'état d'un système (mécanique, thermique, et microstructural) en évolution est caractérisé par un ensemble de variables d'état et que cet état dépend des vitesses d'évolution de ces variables (Germain, 1973 ; Lemaitre 1985) :

- les variables observables telles que la déformation $\boldsymbol{\varepsilon}$ et la température T,
- les variables internes comme des déformations inélastiques (ϵ^{p} , ϵ^{VPTR}), des variables d'écrouissages (V^{*}) qui peuvent être des écrouissages isotropes ou cinématiques, ou encore des variables liées à de l'endommagement (N^{*}). Dans le cas où des transformations microstructurales existent, ces variables internes peuvent aussi représenter le taux d'avancement de la transformation : ξ_i .

A chacune des variables d'état est associée une force thermodynamique par l'intermédiaire des lois d'état (Tableau 14).

Variables d'état	Observables	ε	Т					
variables u etat	Internes			$\boldsymbol{\varepsilon}^p$	$oldsymbol{arepsilon}^{VPTR}$	ξ_i	V *	N *
Force thermodynamique associée		σ	S	$-\boldsymbol{\sigma}^{P}$	$-\sigma^{VPTR}$	$-X_i$	$-A^*$	M *

Tableau 14 Variables d'état et forces thermodynamiques associées.

 X_i est la force thermodynamique motrice de transformation associée au taux d'avancement de la transformation de la phase ξ_i , aussi appelée « affinité ». Les forces thermodynamiques A^* (resp. M^*) sont associées aux variables internes V^* (resp. N^*).

3. LOIS D'ETAT ET D'EVOLUTION

La loi de comportement d'un matériau est entièrement définie par la construction de potentiels et de fonctions critères. Cependant, aucun moyen ne permet de les construire à partir de mesures directes. Ils sont souvent postulés *a priori* et identifiés à partir des lois d'état et des lois d'évolution.

Les lois d'état sont obtenues par dérivation du potentiel de Helmholtz Ψ ou de son dual (Gibbs) Ψ^* . Ce sont les potentiels thermodynamiques qui lient les forces thermodynamiques à leurs variables d'état. L'énergie de Gibbs est utilisée, par exemple, lorsqu'il devient nécessaire d'effectuer un partitionnement sur les contraintes pour caractériser un comportement dissymétrique en traction et compression (Ladevèze, 1984; Desmorat, 2007).

Pour les lois d'évolution, on peut définir un pseudo-potentiel de dissipation ϕ et son dual ϕ^* , qui relient les variables flux aux forces thermodynamiques associées. La fonction $\phi(\dot{\xi}_i, \dot{\epsilon}^p, \dot{\epsilon}^{VPTR}, \vec{q}, \dot{V}^*, \dot{N}^*)$ est convexe, positive, et nulle à l'origine dans l'espace des variables flux $(\dot{\xi}_i, \dot{\epsilon}^p, \dot{\epsilon}^{VPTR}, \vec{q}, \dot{V}^*, \dot{N}^*)$. Elle permet de définir, par la règle de normalité, les lois complémentaires relatives aux processus dissipatifs. Le potentiel dual ϕ^* , qui est généralement celui utilisé, est obtenu par une transformée de Legendre-Fenchel. Une autre possibilité consiste à définir un potentiel d'évolution *F* dont dérivent les lois d'évolution par la règle de normalité.

Pour les grandeurs mécaniques dissipatives, on doit également définir un critère (la fonction f) permettant de prédire si le comportement du matériau est élastique ou non, et qui active les lois d'évolution.

La fonction critère f associée au critère de charge-décharge permet de décrire complètement les possibilités d'écoulement plastique ou viscoplastique. Elle fait intervenir les composantes du tenseur des contraintes (ainsi que les écrouissages s'ils existent) ou encore la température $f = f(\sigma, T)$ telle que :

 $\begin{array}{ll} f < 0 & domaine \ \acute{e}lastique \\ f = 0 & ou & df < 0 & d\acute{e}charge \ \acute{e}lastique \\ \end{array} \Bigr\} Condition \ de \ coh\acute{e}rence$

Lorsqu'on est en plasticité :

$$f = 0$$
 et $df = 0$ écoulement plastique

Cette dernière condition est remplacée en cas de viscoplasticité par :

$$f = \sigma_v \ge 0$$
 écoulement viscoplastique

où σ_v est la contrainte visqueuse obtenue par une loi de viscosité formellement écrite dans la suite.

Il reste donc à déterminer une forme adéquate de la fonction critère f. Notons que dans l'approche simplifiée retenue, cette fonction critère ne dépendra pas du taux de phases formées.





Figure 49 Forme de l'équipotentiel du domaine élastique. Où :



$$I_1 = \operatorname{Tr}\sigma \quad J_2 \equiv \sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2}\sigma^D \cdot \sigma^D} \quad \sigma^D = \sigma - \frac{1}{3}Tr\sigma \mathbb{I}$$

En ce qui concerne les transformations de phase, il est plus commode de considérer leur amorçage dès lors qu'une température T_{is} est atteinte :

$$T \ge T_{is}$$
 $(i = a, b)$

a. Obtention des lois d'état

L'énergie libre spécifique Ψ de Helmholtz est définie par :

$$\Psi = e - Ts$$

Lorsqu'elle est introduite dans la dissipation intrinsèque, on retrouve la forme classique de l'inégalité de Clausius-Duhem :

$$\mathcal{D}_i = \boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} - \rho \left(\dot{\boldsymbol{\Psi}} + s \dot{T} \right) \ge 0$$

L'énergie libre de Helmholtz du système s'exprime alors en fonction de l'ensemble des variables d'état, dont certaines peuvent être regroupées (Lemaitre, 1985) :

$$\Psi = \Psi(\boldsymbol{\varepsilon}, T, \boldsymbol{\varepsilon}^{p}, \boldsymbol{\varepsilon}^{VPTR}, \xi_{i}, \boldsymbol{V}^{*}, \boldsymbol{N}^{*}) = \Psi([\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^{p} - \boldsymbol{\varepsilon}^{VPTR}], T, \xi_{i}, \boldsymbol{V}^{*}, \boldsymbol{N}^{*})$$

Que l'on rencontre souvent décomposé de la façon suivante, endommagement non pris en compte ici :

$$\Psi([\boldsymbol{\varepsilon}-\boldsymbol{\varepsilon}^p-\boldsymbol{\varepsilon}^{VPTR}],T,\xi_i,\boldsymbol{V}^*)=\Psi_{th-e}([\boldsymbol{\varepsilon}-\boldsymbol{\varepsilon}^p-\boldsymbol{\varepsilon}^{VPTR}],T)+\Psi_T(T)+\Psi_{\chi}(\xi_i,T)+\Psi_{V^*}(\boldsymbol{V}^*,T)$$

La variation d'énergie libre spécifique peut donc s'écrire :

$$\dot{\Psi} = \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} + \frac{\partial \Psi}{\partial T} \dot{T} + \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}^p} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^p + \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}^{VPTR}} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{VPTR} + \frac{\partial \Psi}{\partial \xi_i} \dot{\boldsymbol{\xi}}_i + \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{V}^*} : \dot{\boldsymbol{V}}^* + \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{N}^*} : \dot{\boldsymbol{N}}^*$$

En l'incorporant dans l'expression de la dissipation intrinsèque, on obtient alors :

$$\mathcal{D}_{i} = \left(\boldsymbol{\sigma} - \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}}\right) : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} - \rho \left(\boldsymbol{s} + \frac{\partial \Psi}{\partial T}\right) \dot{T} - \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}^{p}} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{p} - \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}^{VPTR}} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{VPTR} - \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\xi}_{i}} \dot{\boldsymbol{\xi}}_{i} - \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{V}^{*}} : \dot{\boldsymbol{V}}^{*} - \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{N}^{*}} : \dot{\boldsymbol{N}}^{*} \ge \mathbf{0}$$

En remarquant que la partition des déformations implique que $\frac{\partial \Psi}{\partial \varepsilon} = -\frac{\partial \Psi}{\partial \varepsilon^p} = -\frac{\partial \Psi}{\partial \varepsilon^{VPTR}} = \sigma$, les lois d'état s'écrivent alors :

$$\boldsymbol{\sigma} = \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} \quad \boldsymbol{s} = -\frac{\partial \Psi}{\partial T} \quad \boldsymbol{\sigma}^{p} = -\rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}^{p}} = \boldsymbol{\sigma} \quad \boldsymbol{A}^{*} = \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{V}^{*}} \quad \boldsymbol{M}^{*} = \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{N}^{*}}$$
$$\boldsymbol{\sigma}^{VPTR} = -\rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}^{VPTR}} = \boldsymbol{\sigma} \quad \boldsymbol{X}_{i} = -\rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\xi}_{i}}$$

En introduisant ces expressions dans la dissipation intrinsèque, celle-ci se simplifie et devient alors :

$$\mathcal{D}_i = \boldsymbol{\sigma}^p: \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^p + \boldsymbol{\sigma}^{VPTR}: \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{VPTR} + X_i \dot{\boldsymbol{\xi}}_i - \boldsymbol{A}^*: \dot{\boldsymbol{V}}^* - \boldsymbol{M}^*: \dot{\boldsymbol{N}}^*$$

b. Lois d'évolution des variables internes

Les lois complémentaires peuvent être déduites d'un potentiel de dissipations ϕ^* qui s'exprime sous la forme suivante :

$$\phi^* = \phi^*(\boldsymbol{\sigma}^p, \boldsymbol{\sigma}^{VPTR}, T, \boldsymbol{A}^*, \boldsymbol{M}^*, X_i)$$

Lorsque l'on choisit ϕ^* de telle sorte qu'il soit convexe, positif, et nul à l'origine dans l'espace des variables « force », l'inégalité de Clausius-Duhem est alors toujours vérifiée (Lemaitre, 1985). Ce potentiel peut aussi dépendre de variables primales qui sont alors considérées comme des paramètres. Par convention, on sépare les paramètres des variables par un « ; ».

De même que précédemment, le potentiel des dissipations peut être décomposé en plusieurs termes :

$$\phi^* = \phi_p^*(\boldsymbol{\sigma}^p, \boldsymbol{\sigma}^{VPTR}, \boldsymbol{A}^*, \boldsymbol{M}^*; T, \xi_i) + \phi_{\chi}^*(X_i; \boldsymbol{\sigma}, T, \xi_i) + \phi_T^*(\overline{\text{grad}} T; T)$$

Le potentiel ϕ_p^* est lui-même souvent décomposé en un potentiel plastique ou viscoplastique $\Omega_p(\sigma^p, A^*, M^*; T, V^*, N^*, \xi_i)$ et un potentiel « de restauration » $\Omega_r(R, T)$ (Lemaitre, 1985) ;

$$\phi_p^* = \Omega_p + \Omega_r$$

En présence de viscoplasticité de transformation de phase, on ajoute un terme supplémentaire $\Omega_{VPTR}(\sigma^{VPTR}; T, \xi_i)$ (Goth, 2002), soit :

$$\phi_p^* = \Omega_p + \Omega_r + \Omega_{VPTR}$$

Les vitesses d'évolution des variables internes mécaniques dissipatives s'obtiennent alors par dérivation, endommagement omis à partir d'ici :

$$\begin{split} \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{p} &= \frac{\partial \Omega_{p}}{\partial \boldsymbol{\sigma}^{p}} \Big|_{\boldsymbol{\sigma}^{p} = \boldsymbol{\sigma}} + \frac{\partial \Omega_{r}}{\partial \boldsymbol{\sigma}^{p}} \Big|_{\boldsymbol{\sigma}^{p} = \boldsymbol{\sigma}} \\ \dot{\boldsymbol{V}}^{*} &= \frac{\partial \Omega_{p}}{\partial \boldsymbol{A}^{*}} + \frac{\partial \Omega_{r}}{\partial \boldsymbol{A}^{*}} \\ \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{VPTR} &= \frac{\partial \Omega_{VPTR}}{\partial \boldsymbol{\sigma}^{VPTR}} \Big|_{\boldsymbol{\sigma}^{VPTR} = \boldsymbol{\sigma}} \end{split}$$

Le potentiel Ω_p est généralement mis sous la forme d'une fonction de la contrainte et des variables d'écrouissage : $\Omega_p(g(\sigma, A^*); T, V^*, \xi_i)$. Si cette fonction g est la fonction critère f, alors $\dot{\epsilon}^p$ est normal à f. Mais pour que la dilatance soit mieux représentée pour les matériaux considérés, il est nécessaire de remplacer f par un potentiel d'écoulement viscoplastique $F \neq f$ dont dérivent, par normalité, les lois d'évolution des variables internes (schéma non associé). Ce potentiel F dépend des forces thermodynamiques et éventuellement de variables d'état telles que la température mais où l'on néglige la dépendance possible aux fractions de phases formées ξ_i :

$$F = F(\boldsymbol{\sigma}, \boldsymbol{A}^*; T)$$

En viscoplasticité, la loi de normalité est représentée par une famille de surfaces équipotentielles : ce sont les surfaces de l'espace des contraintes en chaque point desquelles le module de la vitesse de déformation est le même, ce qui signifie que la dissipation est la même. La surface de potentiel nul est donc la surface limitant le domaine d'élasticité.

De manière assez formelle, on définit le multiplicateur $\dot{\lambda}$, fonction de f, qui est nul lorsqu'il n'y a pas d'écoulement (i.e. quand f < 0, ou quand f = 0 et $\frac{\partial f}{\partial \sigma}$: $\dot{\sigma} \le 0$) de la façon suivante :

$$\dot{\lambda} = \Phi(f)$$

En utilisant la règle de normalité uniquement pour les grandeurs mécaniques, on peut alors définir un cadre suffisamment général dans lequel notre modèle peut être développé. Les lois d'évolution sont alors écrites sous la forme :

$$\begin{split} \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{p} &= \Phi(f) \frac{\partial F}{\partial \boldsymbol{\sigma}} \\ \dot{\boldsymbol{V}}^{*} &= -\Phi(f) \frac{\partial F}{\partial \boldsymbol{A}^{*}} \\ \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{VPTR} &= \frac{\partial \Omega_{VPTR}}{\partial \boldsymbol{\sigma}^{VPTR}} \Big|_{\boldsymbol{\sigma}^{VPTR} = \boldsymbol{\sigma}} \end{split}$$

La dissipation intrinsèque devient alors :

$$\mathcal{D}_{i} = \Phi(f) \left(\boldsymbol{\sigma} : \frac{\partial F}{\partial \boldsymbol{\sigma}} + \boldsymbol{A}^{*} : \frac{\partial F}{\partial \boldsymbol{A}^{*}} \right) + \boldsymbol{\sigma} : \frac{\partial \Omega_{VPTR}}{\partial \boldsymbol{\sigma}} + X_{i} \dot{\xi}_{i}$$

ce qui permet de considérer que la dissipation intrinsèque \mathcal{D}_i est composée d'une dissipation mécanique \mathcal{D}_m et d'une dissipation (chimique) liée aux transformations de phases \mathcal{D}_{χ} telles que :

$$\mathcal{D}_{m} = \Phi(f) \left(\boldsymbol{\sigma}: \frac{\partial F}{\partial \boldsymbol{\sigma}} + \boldsymbol{A}^{*}: \frac{\partial F}{\partial \boldsymbol{A}^{*}} \right) \qquad \mathcal{D}_{m} \geq 0 \text{ car } F \text{ est convexe par definition} \\ \mathcal{D}_{\chi} = \boldsymbol{\sigma}: \frac{\partial \Omega_{VPTR}}{\partial \boldsymbol{\sigma}} + X_{i} \dot{\xi}_{i} \qquad \mathcal{D}_{\chi} \geq 0 \text{ si } \frac{\partial \Omega_{VPTR}}{\partial \boldsymbol{\sigma}} \text{ a une forme adéquate et } X_{i} > 0$$

Dans ce cadre, la normalité ne s'applique pas sur toutes les variables internes, on n'est donc pas dans un cadre de normalité généralisée. Néanmoins, cette écriture offre beaucoup plus de souplesse pour la modélisation, et la dissipation mécanique est positive dans tous les cas, y compris lors de chargement thermomécaniques complexes.

4. EQUATION GENERALE DE LA CHALEUR

En repartant du premier principe ($\rho \dot{e} = \boldsymbol{\sigma}: \dot{\boldsymbol{\epsilon}} + r_T - \operatorname{div} \vec{q}$) avec la définition précédente de l'énergie libre de Helmholtz, puis en remplaçant $\dot{\Psi}$ par son expression en fonction des variables d'état, il vient :

$$\boldsymbol{\sigma}: (\dot{\boldsymbol{\varepsilon}} - \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^p - \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{VPTR}) - X_i \dot{\xi}_i + \boldsymbol{A}^*: \dot{\boldsymbol{V}}^* + \rho T \dot{\boldsymbol{s}} = \boldsymbol{\sigma}: \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} + r_T - \operatorname{div} \vec{q}$$

or, avec $s = -\frac{\partial \Psi([\varepsilon - \varepsilon^{p} - \varepsilon^{VPTR}], T, \xi_{i}, V^{*})}{\partial T}$, on peut encore exprimer \dot{s} de la façon suivante :

$$\dot{s} = -\frac{1}{\rho} \frac{\partial \boldsymbol{\sigma}}{\partial T} : (\dot{\boldsymbol{\varepsilon}} - \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^p - \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{VPTR}) + \frac{\partial s}{\partial T} \dot{T} + \frac{1}{\rho} \frac{\partial X_i}{\partial T} \dot{\xi}_i - \frac{1}{\rho} \frac{\partial A^*}{\partial T} : \dot{\boldsymbol{V}}^*$$

En introduisant la chaleur spécifique C_{ϵ} définie à partir de l'entropie par :

$$C_{\epsilon} = -T\frac{\partial^2 \Psi}{\partial T^2} = T\frac{\partial s}{\partial T}$$

et en prenant en compte la divergence de la loi de Fourier (div $\vec{q} = -k \Delta T$) et la partition des déformations définie dans le cadre de cette thèse, on peut enfin écrire l'équation complète de la chaleur :

$$\rho C_{\epsilon} \dot{T} = k \Delta T + r_{T} - \boldsymbol{\sigma} : (-\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{p} - \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{VPTR}) - \left(\boldsymbol{A}^{*} - T \frac{\partial \boldsymbol{A}^{*}}{\partial T}\right) : \dot{\boldsymbol{V}}^{*} + \left(X_{i} - T \frac{\partial X_{i}}{\partial T}\right) \dot{\boldsymbol{\xi}}_{i} + T \frac{\partial \boldsymbol{\sigma}}{\partial T} : (\dot{\boldsymbol{\varepsilon}} - \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{p} - \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{VPTR})$$

En négligeant les contributions thermomécaniques, l'équation précédente se réduit à :

$$\rho C_{\epsilon} \dot{T} = k \Delta T + r_T - \left(\mathbf{A}^* - T \frac{\partial \mathbf{A}^*}{\partial T} \right) : \dot{\mathbf{V}}^* + \underbrace{\left(X_i - T \frac{\partial X_i}{\partial T} \right)}_{-\Delta H_i} \dot{\xi}_i$$

L'enthalpie de transformation de phase à température constante, ou chaleur latente de transformation est définie par :

$$\Delta H_i = L_i = -X_i + T \frac{\partial X_i}{\partial T}$$

De plus, quand il n'y a pas de déformations et que $r_T = 0$, on a :

$$\rho C_{\varepsilon} \dot{T} = -\Delta H_i \dot{\xi}_i = -L_i \dot{\xi}_i \iff \rho C_{\varepsilon} (T - T_0) = -L_i (\xi_i - 0)$$

tel qu'à $T = T_0$ on ait $\xi_i = 0$ et qu'à $T = T_f$ on ait $\xi_i = 1$. Dans les conditions adiabatiques (pas d'échanges de chaleur avec l'extérieur), la chaleur latente de transformation se calcule comme suit :

$$L_i = -\rho C_{\varepsilon} \big(T_f - T_0 \big)$$

Si les contributions chimiques et thermomécaniques sont négligées, en conditions adiabatiques et sans sources de chaleur, on retrouve alors :

$$\rho C_{\epsilon} \dot{T} = \boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^p - \boldsymbol{A}^* : \dot{\boldsymbol{V}}^*$$

où $\int \boldsymbol{\sigma}$: $\boldsymbol{\dot{\epsilon}}^p dt = w_p$ est le travail plastique, et \boldsymbol{A}^* : $\boldsymbol{\dot{V}}^* = \rho \dot{\Psi}_{\boldsymbol{V}^*}$ est le taux d'énergie stockée.

III. PREMIERE PROPOSITION D'UNE LOI DE COMPORTEMENT

On cherche à développer une loi de comportement rendant compte à la fois du comportement thermomécanique observé sur les réfractaires étudiés au-delà de $1000^{\circ}C$ ainsi que des effets induits par les transformations de phases. Le comportement observé au cours de la campagne d'essais sur ce type de matériau va nous orienter dans le choix des lois pour modéliser les différents phénomènes. Certaines hypothèses simplificatrices sont faites :

- hypothèse des petites perturbations,
- découplage des déformations,
- matériau homogène et isotrope,
- existence d'une surface seuil « macroscopique » du domaine élastique,
- comportement non-endommageant : ce qui signifie que les dégradations (comme la fissuration) qui sont à l'origine de la partie adoucissante post-pic des courbes contrainte-déformation ou effort-flèche ne sont pas modélisées,
- de plus, on suppose que lorsque plusieurs phases sont présentes, l'équilibre thermique local est atteint, i.e. que la température est la même dans chaque phase.

Les aspects visqueux des réfractaires, notamment à hautes températures, ainsi que la dissymétrie du comportement entre traction et compression sont déjà bien connus (Kingery, 1976).

La dissymétrie entre traction et compression peut être obtenue soit par des modèles basés sur les invariants des contraintes (Hill, 1948) soit par une partition des contraintes (Ladevèze, 1984 ; Lemaitre, 1985 ; Desmorat, 2007). La première catégorie est plus souvent utilisée pour les géomatériaux et les bétons. Parmi eux, le modèle de plasticité de Drücker-Prager (1952) est un des modèles les plus utilisés et généralement disponible dans les codes de calculs industriels. Il permet de bien représenter la dilatance des matériaux, et il est possible de prendre en compte un grand nombre de variables.

Dans notre cas, seul un écrouissage isotrope R (plus facilement identifiable avec un comportement monotone) est pris en compte dans un premier temps, mais un écrouissage cinématique X pourrait être ajouté si nécessaire. La viscosité est modélisée par une loi de Norton, facilement identifiable et couramment utilisée pour rendre compte de ce phénomène dans les géomatériaux (Berest, 1990).

Pour intégrer les effets liés aux transformations de phases dans un modèle thermomécanique, deux approches sont couramment utilisées.

La première approche consiste à introduire des variables macroscopiques dans un modèle phénoménologique développé et identifié dans les plages où seule une phase est présente à la fois (Inoue, 1985 ; Goth, 2002). Les variables (comme le taux d'avancement de la transformation) permettent alors de passer d'un modèle vers l'autre de manière continue

et d'introduire des effets transitoires (comme la déformation liée à la viscosité de transformation).

La seconde se base sur les techniques d'homogénéisation, ce qui nécessite une description plus fine de la microstructure. Les modèles plus simples sont basés sur les hypothèses de Voigt (1889) ou de Reuss (1929). Les propriétés du matériau global résultent d'un mélange linéaire des propriétés de chacune des phases qui le composent pondérées par leur taux de présence (Leblond, 1986, 1989). Ainsi, chaque phase a son propre comportement thermomécanique. Même si ces modèles rendent compte de l'aspect hétérogène, ils se fondent sur l'hypothèse que les interactions physico-chimiques entre les différentes phases sont négligeables.

Le chapitre précédent a montré la part importante des transformations de phases dans le comportement. De plus, une faible variation de la proportion des constituants peut avoir un effet notable sur les transformations (CHAPITRE II.I). Ces types d'approches ne sont donc pas directement transposables. Un phénomène analogue couramment traité pour les bétons est la déshydratation (Bamford, 1980). Dans notre cas, l'influence des transformations de phases est prise en compte à travers une déformation composée d'une part à la variation de volume induite par la transformation de phase $\boldsymbol{\varepsilon}^{TR}(\xi_i; T)$ et d'une part à la viscoplasticité de transformation de phase $\boldsymbol{\varepsilon}^{VPTR}(\xi_i, \boldsymbol{\sigma}; T)$.

1. Energie libre et lois d'etat

En faisant l'hypothèse de partition du potentiel thermodynamique, on obtient :

$$\rho \Psi = \underbrace{\rho \Psi_{0}}_{=0 \ (hyp)} + \rho \Psi_{th-e} (\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^{p} - \boldsymbol{\varepsilon}^{VPTR}, T) + \rho \Psi_{R} + \rho \Psi_{\chi} + \rho \Psi_{T}$$

où :

- Ψ_0 est l'énergie libre spécifique à l'état de référence (0),
- Ψ_{th-e} l'énergie libre spécifique liée à la thermo-élasticité,
- Ψ_R est l'énergie liée à l'écrouissage isotrope,
- $\Psi_{\chi} = \Psi_{TR} + \Psi_L$ est l'énergie libre représentant les phénomènes chimiques qui se compose de l'énergie libre spécifique de transformation de phase (*TR*) et de chaleur latente de transformation (*L*), mais on verra par la suite que Ψ_L peut être négligée,
- Ψ_T est l'énergie libre liée à la capacité calorifique du matériau.

L'énergie thermo-élastique est définie par :

$$\rho \Psi_{th-e} = \frac{1}{2} (\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^p - \boldsymbol{\varepsilon}^{VPTR}) : \mathbb{E} : (\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^p - \boldsymbol{\varepsilon}^{VPTR}) - 3K\alpha_T (T - T_0) Tr(\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^p - \boldsymbol{\varepsilon}^{VPTR})$$

avec :

• $\mathbb{E} = \mathbb{E}(T, \xi_i)$ le tenseur d'élasticité isotrope (de Hooke) d'ordre 4 dont les coefficients dépendent de la température *T* et des taux de transformation ξ_i des phases [*CA*2 + *MA*] ou [*CA*6]

- $3K(T,\xi_i) = \frac{E(T,\xi_i)}{1-2\nu} = 2\mu(T,\xi_i) + 3\lambda(T,\xi_i)$ où $K(T,\xi_i)$ est le module de compressibilité hydrostatique, fonction de la température *T* et éventuellement du taux d'avancement des transformations ξ_i ; $\lambda(T,\xi_i)$ et $\mu(T,\xi_i)$ sont les coefficients de Lamé;
- $\alpha_T(T,\xi_i)$ le coefficient de dilatation thermique linéaire (sécant) à la température *T*.

Le terme $\rho \Psi_R$ permet d'introduire un écrouissage isotrope R qui peut être défini de différentes façons :

$$\rho \Psi_R = \begin{cases} f(r) & \text{dans le cas général} \\ kr^2 & \text{pour un écrouissage linéaire} \end{cases}$$

où $r \equiv V^*$, la variable interne associée à la force thermodynamique $R \equiv A^*$.

Le terme $\rho \Psi_{TR}$ correspond à l'énergie libre spécifique liée à la transformation de phase, et est défini par :

$$\rho \Psi_{TR} = -3K\beta_{[CA2+MA]}\xi_{[CA2+MA]}Tr(\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^p - \boldsymbol{\varepsilon}^{VPTR}) - 3K\beta_{[CA6]}\xi_{[CA6]}Tr(\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^p - \boldsymbol{\varepsilon}^{VPTR})$$

où β_i est le coefficient de dilatation associé à la transformation de la phase i (i = [CA2 + MA] ou [CA6]), analogue à un coefficient de dilatation thermique. On considère ici que l'énergie $\rho \Psi_{TR}$ est directement proportionnelle à ξ_i , ce qui revient à faire l'hypothèse que la déformation $\boldsymbol{\varepsilon}_i^{TR}$ liée à la transformation de phase i est proportionnelle à ξ_i . Cette dépendance linéaire est le choix le plus simple. En effet, on peut imaginer que la croissance des nouveaux cristaux de phase se fasse dans un premier temps dans la porosité de la matrice et n'a donc aucun effet visible sur la déformation macroscopique (cf. CHAPITRE II.I.2).

Le terme $\rho \Psi_L$ correspond à l'énergie stockée ou restituée en l'absence d'effet mécanique dû au changement d'état, où L_i est la chaleur latente libérée au cours de la transformation de phase supposée indépendante de *T* et de ξ_i :

$$\rho \Psi_L = -L_{[CA2+MA]} \xi_{[CA2+MA]} - L_{[CA6]} \xi_{[CA6]}$$

Enfin le terme Ψ_T lié à l'équation de la chaleur se présente sous la forme :

$$\rho \Psi_T = -\rho C_{\varepsilon} \left[T \ln \frac{T}{T_0} - T + T_0 \right]$$

où $C_{\varepsilon} = -T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial T^2} \Big|_{\varepsilon=0,T=T_0}$ est la capacité calorifique, supposée constante en première approximation sur une large plage de température. Lorsque $C_{\varepsilon}(T)$ n'est pas constant, la relation précédente est obtenue par la double intégration de :

$$\frac{C_{\varepsilon}(T)}{T} = -\frac{\partial^2 \Psi}{\partial T^2}$$

On en déduit les lois d'état suivantes :

$$\boldsymbol{\sigma} = \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} = \mathbb{E} : (\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^{p} - \boldsymbol{\varepsilon}^{VPTR}) - 3K\alpha_{T}(T - T_{0})\mathbb{I} - 3K(\beta_{[CA2+MA]}\xi_{[CA2+MA]} + \beta_{[CA6]}\xi_{[CA6]})\mathbb{I}$$

$$s = -\frac{\partial \Psi}{\partial T}$$

$$R = \frac{\partial f(r)}{\partial r}$$

$$X_{[CA2+MA]} = -\rho \frac{\partial \Psi}{\partial \xi_{[CA2+MA]}} = 3K\beta_{[CA2+MA]}Tr(\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^{p} - \boldsymbol{\varepsilon}^{VPTR}) + L_{[CA2+MA]}$$

$$X_{[CA6]} = -\rho \frac{\partial \Psi}{\partial \xi_{[CA6]}} = 3K\beta_{[CA6]}Tr(\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^{p} - \boldsymbol{\varepsilon}^{VPTR}) + L_{[CA6]}$$

En inversant cette première relation, ou en utilisant un potentiel dual, la déformation en fonction de la contrainte s'exprime de la façon suivante :

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \mathbb{E}^{-1}: \boldsymbol{\sigma} + \alpha_T (T - T_0) \mathbb{I} + \left(\beta_{[CA2 + MA]} \xi_{[CA2 + MA]} + \beta_{[CA6]} \xi_{[CA6]} \right) \mathbb{I} + \boldsymbol{\varepsilon}^p + \boldsymbol{\varepsilon}^{VPTR}$$

où l'on retrouve la partition des déformations imposée au départ : la somme de $\boldsymbol{\varepsilon}^{e} = \mathbb{E}^{-1}$: $\boldsymbol{\sigma}$, la déformation élastique, de $\boldsymbol{\varepsilon}^{th} = \alpha_T (T - T_0)\mathbb{I}$, la dilatation thermique, et de $\boldsymbol{\varepsilon}^{TR} = \beta_{[CA2+MA]}\xi_{[CA2+MA]}\mathbb{I} + \beta_{[CA6]}\xi_{[CA6]}\mathbb{I}$, la déformation de transformation de phase. Une telle description permet alors d'identifier de manière indirecte la cinétique de transformation en fonction du temps et de la température à partir d'essais de dilatométrie, ce qui est bien plus facile à mettre en œuvre que des analyses microstructurales d'échantillons cuits à différentes températures pendant différentes durées.

2. FORME DES LOIS D'EVOLUTION

Les non linéarités du comportement mécanique sont liées principalement à la présence de déformations visqueuses et dans une moindre mesure à l'écrouissage. Le matériau travaillant à hautes températures, on cherche à identifier une loi de comportement viscoplastique qui tende vers une loi de plasticité simple pour les basses températures. On cherche donc à modéliser dans un premier temps le comportement purement mécanique, puis dans un second temps le comportement spécifique lié aux transformations de phases.

a. Modélisation du comportement mécanique non linéaire

i. Modèle de Drücker-Prager

Définition de la fonction critère

Dans le modèle de Drücker-Prager original, le domaine élastique est défini par un cône dans l'espace des contraintes, ce qui dans le plan $\left(\frac{1}{3}\operatorname{Tr}\boldsymbol{\sigma},\sigma_{eq}\right)$ donne la représentation de la Figure 51.



Figure 51 Représentation de la fonction *f* du modèle de Drücker-Prager.

La fonction seuil est définie par :

$$f = \sigma_{eq} + \frac{1}{3} \tan \psi_f \operatorname{Tr} \boldsymbol{\sigma} - \sigma_s - R$$

où $\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2}} \sigma^{\mathbf{p}} \cdot \sigma^{\mathbf{p}}$ est la contrainte équivalente de Von Mises, $\sigma^{\mathbf{p}} = \sigma - \frac{1}{3}Tr\sigma\mathbb{I}$ le déviateur du tenseur des contraintes, σ_s est la contrainte seuil, et ψ_f est l'angle de frottement interne. Le paramètre ψ_f contrôle l'influence de la pression sur la limite élastique. Pour $\psi_f = 0$ on retrouve le critère de Von Mises, donc un comportement symétrique en traction et compression.

Définition du potentiel viscoplastique

Dans le cadre de modèles non-associés, les lois d'écoulement dérivent d'un potentiel viscoplastique qui prend la forme :

$$F = \sigma_{eq} + \frac{1}{3} \tan \psi_F \operatorname{Tr} \boldsymbol{\sigma} - \sigma_s - R$$

Le paramètre ψ_F est appelé « angle de dilatance plastique ». Dans le cas où $\psi_f = \psi_F$, on retrouve alors un modèle associé sur le plan mécanique, et pour $\psi_F = 0$ on retrouve un comportement sans dilatance plastique. Ce choix conduit généralement à une surestimation de la dilatance dans les bétons qui est principalement liée à la présence d'endommagement.

Loi de normalité

On choisit pour expression du multiplicateur plastique $\dot{\lambda}$ une loi de puissance de type Norton :

$$\dot{\lambda} = \Phi(f) = \left\langle \frac{f}{K_N} \right\rangle^N$$

où $\langle \cdot \rangle$ représentent les crochets de Macauley.

Les équations d'évolution des variables internes du modèle s'écrivent alors :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{p} = \boldsymbol{\Phi}(f) \frac{\partial F}{\partial \boldsymbol{\sigma}} = \left\langle \frac{f}{K_{N}} \right\rangle^{N} \left[\frac{3}{2} \frac{\boldsymbol{\sigma}^{\boldsymbol{D}}}{\sigma_{eq}} + \frac{1}{3} \tan \psi_{F} \mathbb{I} \right]$$
$$\dot{\boldsymbol{r}} = -\boldsymbol{\Phi}(f) \frac{\partial F}{\partial R} = \left\langle \frac{f}{K_{N}} \right\rangle^{N}$$

On notera que $\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^p$ peut se réécrire sous la forme :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^p = \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{pD} + \frac{1}{3} \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{pV} \mathbb{I}$$

avec $\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{pD}$ la vitesse de déformation plastique déviatorique, et $\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{pV} = \left\langle \frac{f}{K_N} \right\rangle^N \tan \psi_F$ la vitesse de déformation plastique hydrostatique.

On définit souvent la déformation plastique cumulée p par :

$$p = \int \sqrt{\frac{2}{3}} \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{pD} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{pD}} dt$$

Dans le cas présent, elle est égale à la variable r et $\dot{p} = \dot{r} = \left(\frac{f}{K_N}\right)^N$.

ii. Ecriture uni-axiale pour l'identification

Dans la modélisation proposée, la dissymétrie entre la traction et la compression de la déformation viscoplastique est simplement décrite par $\Phi(f)$. Il pourrait être intéressant, ultérieurement, si la base de données est suffisamment riche, de distinguer davantage la viscosité en traction de celle en compression, par exemple en introduisant deux fonctions $\Phi(f)$ (Blond, 2003).

Pour identifier plus facilement les paramètres du modèle à partir d'essais uniaxiaux, les équations sont écrites en hypothèse 1D pour la compression simple et la traction pure.

En compression simple La contrainte σ est négative. La contrainte équivalente s'exprime alors par :

$$\sigma_{ea} = |\sigma| = -\sigma$$
 et Tr $\boldsymbol{\sigma} = \sigma < 0$

La fonction critère devient :

$$f = -\sigma \left(1 - \frac{1}{3} \tan \psi_f \right) - \sigma_s - R$$

Or, à la limite f = 0 du domaine élastique $\sigma = \sigma^c < 0$. Par conséquent, on en déduit l'expression de la limite d'élasticité en compression en fonction des paramètres du modèle de la façon suivante :

$$-\sigma^{c}(R) = |\sigma^{c}| = \frac{\sigma_{s} + R}{\left(1 - \frac{1}{3}\tan\psi_{f}\right)}$$

Les équations du modèle se mettent alors sous la forme suivante :

$$\dot{\varepsilon}_{11}^{p} = -\left(\frac{-\sigma\left(1-\frac{1}{3}\tan\psi_{f}\right)-\sigma_{s}-R}{K_{N}}\right)^{N}\left[1-\frac{1}{3}\tan\psi_{F}\right]$$

Soit, en notant $|\sigma_v^c| = |\sigma| - |\sigma^c|$:

$$\dot{\varepsilon}_{11}^p = - \left\langle \frac{|\sigma_v^c|}{K_0^c} \right\rangle^N$$

avec $K_0^c = \frac{K_N}{\left(1 - \frac{1}{3} \tan \psi_f\right) \left[1 - \frac{1}{3} \tan \psi_F\right]^{1/N}}$

On détermine de la même façon les autres composantes du tenseur $\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^p$:

$$\dot{\varepsilon}_{22}^{p} = \dot{\varepsilon}_{33}^{p} = \left(\frac{-\sigma\left(1 - \frac{1}{3}\tan\psi_{f}\right) - \sigma_{s} - R}{K_{N}}\right)^{N} \left[\frac{1}{2} + \frac{1}{3}\tan\psi_{F}\right]$$

Soit :

$$\frac{\dot{\varepsilon}_{22}^{p}}{\dot{\varepsilon}_{11}^{p}} = -\frac{\frac{1}{2} + \frac{1}{3}\tan\psi_{F}}{1 - \frac{1}{3}\tan\psi_{F}} \quad \Rightarrow \quad \psi_{F} = \operatorname{atan}\left(3\frac{\dot{\varepsilon}_{22}^{p} + \frac{1}{2}\dot{\varepsilon}_{11}^{p}}{\dot{\varepsilon}_{22}^{p} - \dot{\varepsilon}_{11}^{p}}\right)$$

Enfin :

$$\dot{r} = \left(\frac{-\sigma\left(1 - \frac{1}{3}\tan\psi_f\right) - \sigma_s - R}{K_N}\right)^N$$

A partir des essais de relaxation, il est donc possible d'identifier les paramètres K_0^c et Nen faisant l'hypothèse que pendant la relaxation l'écrouissage isotrope est constant. L'écrouissage est finalement déterminé selon un processus itératif. Comme on fait l'hypothèse que l'écrouissage est identique en traction et en compression, identifier l'écrouissage à partir des essais de compression simple mènerait à une surestimation de l'écrouissage en traction, et inversement, déterminer l'écrouissage à partir du comportement en traction peut sous-estimer l'écrouissage en compression. Par sécurité, on préférera donc identifier l'écrouissage à partir du comportement en traction par simulations numériques des essais de flexion 3 points.

Soit pour un essai de compression isotherme stabilisé chimiquement :

$$\sigma = \sigma^c + \sigma_v^c$$
$$\sigma_v^c = -K_0^c \left| \dot{\varepsilon}_{11}^p \right|^{1/N}$$
$$\dot{\varepsilon}_{11}^p = \dot{\varepsilon} - \frac{\dot{\sigma}}{E}$$

Malheureusement, les difficultés liées à la réalisation des essais ne permettent pas cette identification car aucun essai de relaxation à haute température n'est disponible au moment de la rédaction de ce manuscrit et le matériau n'est pas visqueux à température ambiante.

En traction pure

La démarche précédente s'applique de la même façon dans le cas de la traction pure. La contrainte σ est cette fois positive et on a :

$$\sigma_{eq} = \sigma$$
 et Tr $\boldsymbol{\sigma} = \sigma$

de sorte que la fonction critère devient :

$$f = \sigma \left(1 + \frac{1}{3} \tan \psi_f \right) - \sigma_s - R$$

A la limite du domaine élastique en traction f = 0 et $\sigma = \sigma^t > 0$. D'où :

$$\sigma^{t} = \frac{\sigma_{s} + R}{\left(1 + \frac{1}{3} \tan \psi_{f}\right)} < |\sigma^{c}|$$

ce qui assure la dissymétrie du domaine élastique en traction-compression.

De plus, en déterminant le rapport entre les limites d'élasticité σ_y^t et σ_y^c (i.e. lorsque R = 0), le coefficient de frottements internes ψ_f peut être identifié par le rapport des limites d'élasticité en traction et en compression :

$$\frac{\sigma_y^t}{|\sigma_y^c|} = \frac{1 - \frac{1}{3} \tan \psi_f}{1 + \frac{1}{3} \tan \psi_f} \quad \Rightarrow \quad \psi_f = \operatorname{atan}\left(3 \frac{|\sigma_y^c| - \sigma_y^t}{|\sigma_y^c| + \sigma_y^t}\right)$$

La même relation est vérifiée à la rupture ($\sigma = \sigma_r^c$ en compression et $\sigma = \sigma_r^t$ en traction), lorsque $R = R_{max}$, supposé identique en traction et en compression.

$$\frac{\sigma_r^t}{|\sigma_r^c|} = \frac{1 - \frac{1}{3} \tan \psi_f}{1 + \frac{1}{3} \tan \psi_f} \quad \Rightarrow \quad \psi_f = \operatorname{atan}\left(3 \frac{|\sigma_r^c| - \sigma_r^t}{|\sigma_r^c| + \sigma_r^t}\right)$$

La contrainte de traction étant reliée à la contrainte à rupture déterminée par flexion 3 points par la relation entre les valeurs moyennes (p. 103) :

$$\overline{\sigma_r^{tF}} = \overline{\sigma_r^t} (2(1+m)^2)^{1/m} \left(\frac{V_T}{V}\right)^{1/m}$$

A température ambiante, l'angle ψ_f vaut alors (en prenant les valeurs des tableaux p. 77, 80, et 104) :

$$\psi_f = \operatorname{atan} \begin{pmatrix} 54 - \frac{10}{(2(1+7)^2)^{1/7} \left(\frac{60 \times \pi \times 12, 2^2}{25 \times 25 \times 75}\right)^{1/7}} \\ 3\frac{10}{54 + \frac{10}{(2(1+7)^2)^{1/7} \left(\frac{60 \times \pi \times 12, 2^2}{25 \times 25 \times 75}\right)^{1/7}}} \end{pmatrix} = 69^{\circ}$$

La valeur importante de l'angle ψ_f est due à l'hypothèse forte que l'écrouissage R est identique en traction et en compression. Une valeur plus précise devrait être obtenue par la relation sur les valeurs des limites élastiques σ_y^t et σ_y^c .

Enfin, en notant $\sigma_v^t = \sigma - \sigma^t$, on a :

où $K_0^t = \frac{K_N}{\left(1 + \frac{1}{3} \tan \psi_f\right) \left[1 + \frac{1}{3} \tan \psi_F\right]^{1/N}}$

On peut tracer le rapport des constantes de viscosité de traction et de compression $\frac{K_0^t}{K_0^c}$ en fonction de *N*, selon que l'angle ψ_F vaut zéro ou ψ_f :

$$\frac{K_0^t}{K_0^c} = \frac{\left(1 - \frac{1}{3}\tan\psi_f\right) \left[1 - \frac{1}{3}\tan\psi_F\right]^{1/N}}{\left(1 + \frac{1}{3}\tan\psi_f\right) \left[1 + \frac{1}{3}\tan\psi_F\right]^{1/N}} = \frac{\sigma_y^t}{|\sigma_y^c|} \left[\frac{1 - \frac{1}{3}\tan\psi_F}{1 + \frac{1}{3}\tan\psi_F}\right]^{1/N}$$

Dans le cas où $\psi_F = 0$, on trouve le rapport des limites élastiques, ainsi que pour les grandes valeurs de *N* (Graphe 64).



Graphe 64 Rapport des constantes de viscosité $\frac{K_0^t}{K_0^c}$ en fonction de *N*.

Si l'on fait l'hypothèse que le rapport $\frac{K_0^t}{K_0^c}$ est de l'ordre de $\frac{1}{10}$, comme pour les matériaux à base de bauxite étudiés dans la thèse de Blond (2003), alors :

$$\psi_F pprox 0$$

Dans ce cas, l'analogie avec les matériaux à base de bauxite permet de considérer $N\approx 2$ à haute température.

Enfin, pour les déformations transverses on obtient :

$$\dot{\varepsilon}_{22}^{p} = \dot{\varepsilon}_{33}^{p} = \left(\frac{\sigma \left(1 + \frac{1}{3} \tan \psi_{f} \right) - \sigma_{s} - R}{K_{N}} \right)^{N} \left[-\frac{1}{2} + \frac{1}{3} \tan \psi_{F} \right]$$

Soit :

$$\frac{\dot{\varepsilon}_{22}^{p}}{\dot{\varepsilon}_{11}^{p}} = \frac{-\frac{1}{2} + \frac{1}{3}\tan\psi_{F}}{1 + \frac{1}{3}\tan\psi_{F}} \quad \Rightarrow \quad \psi_{F} = \operatorname{atan}\left(3\frac{\dot{\varepsilon}_{22}^{p} + \frac{1}{2}\dot{\varepsilon}_{11}^{p}}{\dot{\varepsilon}_{11}^{p} - \dot{\varepsilon}_{22}^{p}}\right)$$

En considérant que la déformation plastique est identique en traction et en compression, on retrouve le même angle ψ_F que celui déterminé à partir des déformations visqueuses en compression.

Enfin :

$$\dot{r} = \left(\frac{\sigma\left(1 + \frac{1}{3}\tan\psi_f\right) - \sigma_s - R}{K_N}\right)^N$$

Une procédure d'identification itérative permet de déterminer l'ensemble des paramètres du modèle. Pour cela, les paramètres initiaux manquants seront identifiés directement à partir des essais de compression simple. Une optimisation de ces paramètres prendra en compte les résultats de simulations numériques des essais de flexion 3 points. La dissymétrie de l'écoulement plastique est donc assurée avec un même exposant de Norton N (et un même paramètre K_N) mais pour des paramètres K_0^c et K_0^t différents.

Une meilleure prise en compte de la dissymétrie du comportement est possible par un enrichissement du potentiel d'écoulement viscoplastique en introduisant deux angles différents en compression et en traction, ψ_F^+ et ψ_F^- , de la manière suivante :

$$F = \sigma_{eq} + \frac{1}{3} \tan \psi_F^+ \operatorname{Tr} \langle \boldsymbol{\sigma} \rangle + \frac{1}{3} \tan \psi_F^- \operatorname{Tr} \langle -\boldsymbol{\sigma} \rangle - \sigma_s - R$$

ou sur une décomposition en une partie positive et une partie négative des potentiels ϕ^* (Desmorat, 2007) ou des champs de contraintes (Blond, 2003) en veillant à assurer un raccordement continu lors du passage traction-compression pour limiter les problèmes numériques.

b. Modélisation des transformations de phases

La modélisation des cinétiques de transformations de phases nécessite a priori de prendre en compte les deux aspects qui gouvernent ces phénomènes : la germination de phases nouvelles et la croissance de ces phases. La germination correspond à l'étape au cours de laquelle les premières molécules apparaissent et se développent jusqu'à atteindre une taille critique. Dans un second temps, la croissance est l'étape au cours de laquelle les germes de taille suffisante grossissent.

Ces phénomènes ont été largement étudiés sur différents matériaux et de nombreux modèles sont aujourd'hui disponibles s'appuyant sur une approche physique ou phénoménologique. Les modèles les plus connus s'appuient pour l'essentiel sur ceux développés dans les années 1930 par Kolmogorov (1937), Johnson et Mehl (1939) et Avrami (1939) améliorés récemment par Bamford (1980) ou Leblond (1986, 1989).

L'approche phénoménologique est privilégiée dans le cadre de cette étude. En effet, la littérature fournit des travaux relatifs aux cinétiques de transformations de phases dans les céramiques (Sarpoolaky, 2002 ; Lee, 2008 ; Multon, 2009), dont certains plus spécifiques aux oxydes qui se forment dans les réfractaires étudiés (Aliprandi, 1989 ; Ting, 1998 ; Sung, 1999 ; Watson, 2002 ; Pacurariu, 2007). Néanmoins, il est difficile de transposer directement ces résultats car les facteurs influençant les cinétiques sont très nombreux.

i. Modélisation de la cinétique des transformations $\xi_i(T, t)$

On définit $T_{[CA2+MA]s}$ et $T_{[CA6]s}$, les températures d'amorçage des transformations de phases [CA2 + MA] et [CA6], comme dans le CHAPITRE II.I.2 (p. 55), telles que :

 $T_{[CA2+MA]s} = 1100^{\circ}C$ $T_{[CA6]s} = 1450^{\circ}C$ Les températures de fin de transformation ne sont pas toujours définies au sens où audelà de la température de début de transformation, la phase apparaît avec une cinétique plus ou moins rapide en fonction de la température. Pourtant, une vitesse de montée en température \dot{T} trop importante demandera d'effectuer un temps de maintien à haute température plus long pour que l'équilibre thermo-chimique soit atteint.

L'expression de l'évolution du taux de transformation de phase dans le cadre le plus général se présente sous la forme suivante (Bamford, 1980) :

$$\dot{\xi}_i(T,t) = C_i \xi_i^n (1 - \xi_i)^m (-\ln(1 - \xi_i))^s$$

où *n*, *m* et *s* sont des paramètres.

Cependant, pour une grande partie des réactions, à l'image des phénomènes de déshydratation par exemple, à une température donnée, le taux d'avancement n'atteindra pas nécessairement la valeur 1. On considère donc qu'à chaque température, ce taux ne peut atteindre qu'une valeur à l'équilibre $\xi_i^{\infty}(T) \in [0; 1]$. L'équation précédente s'écrit alors en fonction de la température :

$$\dot{\xi}_{i}(T,t) = C_{i}\xi_{i}^{n}(\xi_{i}^{\infty} - \xi_{i})^{m}(-\ln(1 - \xi_{i}))^{s}$$

Une loi d'Arrhénius (1889) permet de définir le facteur C_i tel que :

$$C_i = C_{0i} \exp\left(-\frac{E_{ai}}{K_B T}\right)$$

où E_{ai} est l'énergie d'activation de la transformation *i*, K_B est la constante de Boltzmann valant 287 J. kg^{-1} . K^{-1} , et C_{0i} une constante.

Pour un grand nombre de réactions chimiques, l'énergie d'activation est comprise entre 40 et $130 kJ.mol^{-1}$. Cependant certaines réactions ont des énergies d'activation faibles, voire proches de zéro (par exemple des réactions entre ions ou radicaux) et d'autres ont des valeurs supérieures à $200 kJ.mol^{-1}$. Pour un spinelle alumine-magnésie cette énergie d'activation est d'environ 400 $kJ.mol^{-1}$ (Watson, 2002).

On peut alors postuler de manière assez standard :

$$\dot{\xi}_i(T,t) = 0 \qquad \text{pour } T < T_{is}$$
$$\dot{\xi}_i(T,t) = C_{0i} \exp\left(-\frac{E_{ai}}{K_B T}\right) \xi_i^n (\xi_i^\infty - \xi_i)^m (-\ln(1-\xi_i))^s \quad \text{pour } T \ge T_{is}$$

Un cas particulier plus simple consiste à considérer n = 0, m = 1 et s = 0. L'expression devient alors :

$$\dot{\xi}_i(T,t) = C_{0i}(\xi_i^{\infty} - \xi_i) \exp\left(-\frac{E_{ai}}{K_B T}\right)$$

Mais si cette expression convient bien aux basses températures, lorsque les transformations se produisent à haute température, l'évolution de la transformation reste

lente même lorsque les gradients de température sont élevés. Il est alors possible d'introduire un facteur multiplicatif en température de la façon suivante (Eyring, 1935) :

$$C_i = C_{0i} T^{\vartheta_i} \exp\left(-\frac{E_{ai}}{K_B T}\right)$$

Lorsque $\vartheta_i = 0$ on retrouve la loi d'Arrhénius classique, et $\vartheta_i = 1$ représente « la théorie des états de transition » d'Eyring. Le taux d'avancement de la réaction prend alors la forme :

$$\dot{\xi}_i(T,t) = C_{0i}T^{\vartheta_i}(\xi_i^\infty - \xi_i)\exp\left(-\frac{E_{ai}}{K_BT}\right)$$

Ce qui peut se représenter de la façon suivante (Figure 52) :



Figure 52 Evolution du taux de transformation $\xi_i(T, t)$ en fonction du temps, à température constante.

ii. Modélisation de ε^{TR}

Comme il a déjà été mentionné, on fait l'hypothèse simplificatrice que la déformation provoquée par les transformations de phases dépend linéairement du taux de phase formée :

$$\boldsymbol{\varepsilon}^{TR} = \left[\beta_{[CA2+MA]}\xi_{[CA2+MA]} + \beta_{[CA6]}\xi_{[CA6]}\right]\mathbb{I}$$

où β_i est le coefficient de dilatation due à la transformation de phase *i* considérée (*i* = [*CA*2 + *MA*] ou [*CA*6]), déjà introduit dans le potentiel thermodynamique $\rho \Psi_{TR}$ (§III.1).

iii. Modélisation de ε^{VPTR}

Les déformations de viscoplasticité de transformation sont des déformations (visqueuses) qui n'apparaissent que durant la transformation de phase et même pour des contraintes bien inférieures à la limite élastique. Ces phénomènes ont d'abord été observés et modélisés sur des matériaux métalliques. Dans le cas des alliages, il a été fréquemment observé que cette déformation varie linéairement avec la contrainte appliquée lorsque celleci reste faible (CISM n°368). De nombreux auteurs (De Jong et Rathenau, 1961 ; Greenwood et Johnson, 1965) ont mis en évidence que cette déformation liée à la variation volumique lors de la transformation dépend aussi de la quantité de phase formée. Ces modèles ont ensuite été notamment repris par Leblond (1986, 1989) et Fischer (1990). La déformation plastique de transformation est donc à la fois une fonction du niveau de contrainte appliquée et de la quantité de phase formée :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{VPTR} = \frac{\partial \Omega_{VPTR}}{\partial \boldsymbol{\sigma}^{VPTR}} \Big|_{\boldsymbol{\sigma}^{VPTR} = \boldsymbol{\sigma}}$$

où, Ω_{VPTR} peut prendre la forme suivante (Goth, 2002) :

$$\Omega_{VPTR} = \frac{\gamma}{\eta+1} \left\langle \frac{\sigma_{eq}}{\gamma} \right\rangle^{\eta+1} \dot{\xi}_i$$

où γ et η sont deux coefficients.

Cette expression traduit l'hypothèse forte que les influences de l'état de contrainte et de la quantité de phase présente sont découplées :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{VPTR} = \boldsymbol{G}(\sigma) \dot{\xi}_i$$

où $\boldsymbol{G}(\sigma) = \frac{\partial}{\partial \sigma} \left(\frac{\gamma}{\eta + 1} \left(\frac{\sigma_{eq}}{\gamma} \right)^{\eta + 1} \right).$

Il faut enfin vérifier la positivité de la dissipation chimique :

$$\mathcal{D}_{\chi} = \boldsymbol{\sigma}: \frac{\partial \Omega_{VPTR}}{\partial \boldsymbol{\sigma}} + X_i \dot{\xi}_i \quad \mathcal{D}_{\chi} \ge 0 \text{ si } \frac{\partial \Omega_{VPTR}}{\partial \boldsymbol{\sigma}} \text{ a une forme adéquate et } X_i > 0$$

0r :

$$\boldsymbol{\sigma}:\frac{\partial \Omega_{VPTR}}{\partial \boldsymbol{\sigma}} = \frac{3}{2}\boldsymbol{\sigma}:\frac{\boldsymbol{\sigma}^{\boldsymbol{D}}}{\sigma_{eq}} \Big\langle \frac{\sigma_{eq}}{\gamma} \Big\rangle^{\eta} \dot{\boldsymbol{\xi}} = \Big\langle \frac{\sigma_{eq}}{\gamma} \Big\rangle^{\eta} \dot{\boldsymbol{\xi}} \ge 0$$

ce qui reste positif ou nul quel que soit le chargement (puisque ξ ne peut que croître ou rester constant). On peut donc écrire le taux de déformation viscoplastique de transformation de phase comme suit :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{VPTR} = \frac{3}{2} \frac{\boldsymbol{\sigma}^{\boldsymbol{D}}}{\sigma_{eq}} \left\langle \frac{\sigma_{eq}}{\gamma} \right\rangle^{\eta} \dot{\boldsymbol{\xi}}$$

On remarque que la trace d' $\dot{\epsilon}^{VPTR}$ est alors nulle, ce qui permet de simplifier certaines équations du modèle.

3. BILAN DES EQUATIONS DU MODELE

Terminons cette partie par un bilan des équations qui seront nécessaires à l'implantation numérique du comportement.

	Equation caractéristique	Paramètres à identifier	Identification et essais nécessaires
Partition des déformations	$\boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon}^e + \boldsymbol{\varepsilon}^{th} + \boldsymbol{\varepsilon}^p + \boldsymbol{\varepsilon}^{TR} + \boldsymbol{\varepsilon}^{VPTR}$		
Thermo- élasticité	$\boldsymbol{\varepsilon}^{e} = \mathbb{E}^{-1}: \boldsymbol{\sigma}$ $\boldsymbol{\varepsilon}^{th} = \alpha_{T}(T - T_{0})\mathbb{I}$	Ε, ν α	Essais isothermes Dilatométrie
Fonction critère	$f = \sigma_{eq} + \frac{1}{3} \tan \psi_f \operatorname{Tr} \boldsymbol{\sigma} - \sigma_s - R$	ψ_f σ_s	$\psi_f = \operatorname{atan} \left(3 \frac{ \sigma_r^c - \sigma_r^t}{ \sigma_r^c + \sigma_r^t} \right)$ Essais de relaxation
Viscoplasticité	$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{p} = \left\langle \frac{f}{K_{N}} \right\rangle^{N} \left[\frac{3}{2} \frac{\boldsymbol{\sigma}^{D}}{\sigma_{eq}} + \frac{1}{3} \tan \psi_{F} \mathbb{I} \right]$ $\dot{\boldsymbol{r}} = \left\langle \frac{f}{K_{N}} \right\rangle^{N}$ $\boldsymbol{R} = \boldsymbol{R}(\boldsymbol{r})$	ψ_F N, K_N Paramètres d'écrouissage	$\psi_F = \operatorname{atan}\left(3\frac{\dot{\varepsilon}_{22}^p + \frac{1}{2}\dot{\varepsilon}_{11}^p}{\dot{\varepsilon}_{11}^p - \dot{\varepsilon}_{22}^p}\right)$ Essais de relaxation
Transformations de phases	$\begin{split} \dot{\xi}_{i}(T,t) &= C_{0i}T^{\vartheta_{i}}(\xi_{i}^{\infty} - \xi_{i})\exp\left(-\frac{E_{ai}}{K_{B}T}\right) \\ \boldsymbol{\varepsilon}^{TR} &= \left[\beta_{[CA2+MA]}\xi_{[CA2+MA]} + \beta_{[CA6]}\xi_{[CA6]}\right]\mathbb{I} \\ \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{VPTR} &= \frac{3}{2}\frac{\boldsymbol{\sigma}^{\boldsymbol{D}}}{\sigma_{eq}}\left\langle\frac{\sigma_{eq}}{\gamma}\right\rangle^{\eta}\dot{\boldsymbol{\xi}} \\ X_{[CA2+MA]} &= 3K\beta_{[CA2+MA]}Tr(\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^{p}) + L_{[CA2+MA]} \\ X_{[CA6]} &= 3K\beta_{[CA6]}Tr(\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^{p}) + L_{[CA6]} \end{split}$	$C_{0i}, \vartheta_i, \xi_i^{\infty}, E_{ai}$ $\beta_{[CA2+MA]}, \beta_{[CA6]}$ η, γ $L_{[CA2+MA]}, L_{[CA6]}$	Collaboration physico- chimique Essais anisothermes en diminuant <i>†</i> Essais anisothermes sous différentes charges

Si l'on cherche à déterminer les sources volumiques de chaleur $-\Delta H_i \dot{\xi}_i$ dues aux transformations de phases, il est nécessaire de prendre en compte les deux équations de $X_{[CA2+MA]}$ et $X_{[CA6]}$, spécifiques aux hypothèses faites dans le cas présent.

IV. CONCLUSION

Ce chapitre a présenté dans le cadre formel de la thermodynamique l'écriture d'une loi de comportement thermoélasto-viscoplastique, dissymétrique traction-compression et prenant en compte l'influence des transformations de phases dans le comportement macroscopique du réfractaire.

Dans un souci de simplification, ne considérer que seulement deux transformations microstructurales a été justifiée :

- la formation du *MA* et du *CA*2
- la formation des CA6

Ces transformations influencent principalement le comportement mécanique à travers la présence de deux déformations : la déformation due à la transformation chimique $\boldsymbol{\varepsilon}^{TR}$ et la déformation viscoplastique de transformation $\boldsymbol{\varepsilon}^{VPTR}$, qui ont été introduites dans le cadre thermodynamique.

Le comportement purement mécanique 3D a été représenté par un modèle de Drücker-Prager avec une loi de Norton dont les paramètres peuvent varier avec la température. Le second principe de la thermodynamique est vérifié et la dissipation est positive quel que soit le chargement appliqué.

On a proposé une procédure d'identification du modèle de Drücker-Prager à partir d'essais de relaxation. La dissymétrie traction compression peut être facilement mesurée : le paramètre ψ_f peut être déterminé à partir du rapport des domaines élastiques de traction et de compression, et ψ_F à partir de la dissymétrie des relaxations.

La construction de ce modèle est néanmoins basé sur des simplifications fortes, par exemple le fait de considérer le matériau comme homogène et non-endommageable.

L'identification n'a pas pu être achevée du fait de l'absence de certains résultats d'essais fondamentaux. Ceci, ainsi que l'implantation numérique du modèle, sont donc des voies de poursuite à court terme de cette étude, réalisables dès l'obtention desdits essais.
Partie C. ANALYSES NUMERIQUES

L'usure du revêtement réfractaire, et en particulier de la dalle d'impact, est un phénomène de dégradation complexe qui s'explique par le fait qu'à l'action mécanique et thermique du bain de métal liquide s'ajoute une action corrosive suite à l'attaque chimique par le laitier. Les études menées par les céramistes pour comprendre les mécanismes de dégradation sont nombreuses. En revanche, il n'existe pas de modèle prédictif à ce jour.

La corrosion des réfractaires par le laitier qui pénètre dans la porosité ouverte altère sa résistance mécanique (Korgul, 1997 ; Ganesh, 2002 ; Cho, 2002 ; Ko, 2002 ; Guo, 2006 ; Diaz, 2007 ; Berjonneau, 2009) et conduit dans certains cas à une dissolution du béton (Zhang, 2000 ; Guo, 2006). Les études sur la compréhension et la modélisation des usures d'origine thermomécanique sur tout type de matériaux sont aussi nombreuses. Certains s'intéressent à la dégradation de surfaces par chocs thermiques, ce qui se traduit principalement par de la fissuration dans les matériaux fragiles (Saadaoui, 1998 ; Zhao, 2000 ; Ko, 2001 ; Kerezsi, 2003 ; Hosseini-Tehrani, 2004). D'autres ont analysé les phénomènes induits par de l'érosion par jet de liquide (Bowden, 1964 ; Springer, 1976 ; Evans, 1980 ; Field 1999, Momber, 2003, 2004) ; ou, aux températures élevées, par impact de particules solides (Engman, 1995 ; Tabakoff, 1995 ; Heuer, 1999 ; Hayashi, 2005).

Les deux principales formes d'érosion sont observables sur les matériaux homogènes ou à microstructure fine lorsqu'ils sont impactés par des particules solides selon que le matériau a un comportement fragile ou ductile. La plupart de ces travaux est basée sur les analyses de Bitter (1963) ou Hutchings (1973) et Winter (1974, 1975). Dans les deux cas, les phénomènes d'usure sont localisés au voisinage de la surface. Pour les matériaux à structure grossière, les mécanismes d'usure s'effectuent en deux temps. L'érosion de la matrice permet de découvrir les grains qui sont ensuite arrachés lorsque la surface de contact n'est plus suffisante (cf. p. 46).

Mis à part les phénomènes de corrosion (qui ne sont pas étudiés dans le cadre de cette thèse), les actions thermiques et mécaniques sont étroitement liées. Dans notre cas, au début du choc thermomécanique, le matériau est à une température comprise entre 1000°*C* et 1200°*C* et possède encore un comportement assez fragile. Or, comme l'a montré Hasselman (1969) dans ses travaux, les chocs thermiques sont responsables de l'amorce et la propagation de fissures dans les matériaux fragiles. L'érosion, par impact de solide ou de liquide sur ces matériaux, est également à l'origine d'un réseau de fissures sous la zone d'impact (Aquaro, 2001). Dans chacun des cas, lorsque les fissures se propagent et coalescent, il se produit un écaillage de la surface du matériau. Ces dégradations se situent très près de la surface chaude de la dalle, et se produisent à de petites échelles de temps et d'espace. Plus tard, au cours du remplissage, alors que la température de la dalle augmente, le comportement du matériau devient très visqueux. Dès lors, les remous du bain et les différentes actions liées au procédé d'affinage peuvent être responsables d'une érosion ductile de la surface du matériau.

On cherche donc à caractériser ces phénomènes. Cet état d'usure continue est défini classiquement par des lois d'usure comme celles d'Archard (1953). Cependant, ces lois dépendent notamment de la géométrie des corps en contact et de la configuration de l'essai ou du milieu environnant, elles ne sont pas intrinsèques et aptes à définir des critères pour caractériser l'évolution de l'usure des pièces mécaniques. La littérature fournit quelques formules empiriques pour caractériser la quantité de matière perdue, mais elles sont souvent construites à partir de résultats d'essais en laboratoire d'impacts de particules solides (Bitter, 1963). Enfin, les analyses numériques traitant d'érosion sont délicates à mettre en œuvre, surtout s'il s'agit d'érosion par fluide, et font alors plus souvent appel aux méthodes SPH (Smoothed Particle Hydrodynamics) ou aux éléments de frontière qu'aux éléments finis (Serre, 2001 ; Potapov, 2009).

Il est alors nécessaire de mettre en place des simulations numériques qui soient à même de fournir des explications quant aux origines des différentes dégradations observées. Ne pouvant séparer les sollicitations thermiques des sollicitations mécaniques, il a donc été décidé de scinder l'étude du procédé d'affinage en plusieurs étapes afin d'analyser au mieux l'influence des différentes sollicitations sur la fond de poche selon les échelles mises en jeu. On effectue d'abord une analyse « globale » qui consiste à analyser la rotation de la poche dans son ensemble sur des durées pouvant atteindre plusieurs heures. Puis on présente une analyse « locale » concentrée sur l'étude du choc qui se produit lors de l'étalement du métal liquide sur la dalle. Les durées concernées sont alors très courtes et induisent des dégradations très localisées.

CHAPITRE IV. ANALYSES DE L'ECOULEMENT ET CONSEQUENCES THERMIQUES

Le couplage thermomécanique étant « faible » dans le sens où l'état mécanique n'a que très peu d'influence sur les valeurs des propriétés thermiques et des flux, il est possible de calculer séparément les champs de température et les champs de contraintes et de déformations.

Ce chapitre présente les diverses analyses visant à déterminer les champs de températures dans le fond de poche, et plus particulièrement dans la dalle d'impact.

I. ANALYSE THERMIQUE DE LA ROTATION DE LA POCHE

Comme il l'a été présenté dans le CHAPITRE I, le fond de la poche est constitué de plusieurs couches de réfractaires (Figure 53).



Figure 53 Structure du fond de la poche.

Dans la zone étudiée, la dalle d'impact constitue la couche d'usure de 250 *mm* d'épaisseur. Elle repose sur un lit de briques réfractaires de 180 *mm* d'épaisseur en béton de bauxite à ultra basse teneur en ciment. L'ensemble est posé sur la tôlerie du fond d'une épaisseur de 78 *mm* constituée d'un acier de nuance *A*48*CP*.

On cherche à connaître l'évolution de la température dans la dalle au cours des cycles d'affinage. Pour cela, on procède à un calcul par éléments finis à l'aide du logiciel Abaqus (Abaqus, User's manual).

Afin de se rapprocher au mieux des conditions réelles d'exploitation, un préchauffage progressif de 60 000 *s* est appliqué (Derré, 2000) durant lequel la température de la surface croît linéairement de la température ambiante à $1200^{\circ}C$. Ensuite, le fond de poche est soumis à une dizaine de rotations (cycles d'affinage) avec une température de bain de $1650^{\circ}C$ et une température pour les temps d'attente à vide de $1200^{\circ}C$. La durée pour la période d'affinage et la période d'attente à vide a été fixée à deux heures (cf. CHAPITRE I).

Les sollicitations thermiques étant quasi unidirectionnelles, le fond de poche a été modélisé en deux dimensions (Figure 54) de sorte qu'un seul élément soit nécessaire dans la largeur de la structure. Un calcul 2D a cependant été nécessaire pour pouvoir ensuite

analyser les effets des différentes conditions aux limites mécaniques en gardant des maillages éléments finis compatibles.

Les conditions aux limites suivantes ont été appliquées (Figure 54) : la température est imposée à la surface du fond pendant le temps de préchauffage et les périodes d'affinage, et des échanges thermiques de type convection et rayonnement ($h = 0,05 \ mW.\ mm^{-2}.\ K^{-1}$; $\epsilon = 0,8$; $T_{ext} = 1200^{\circ}C$) sont imposés pendant les périodes où la poche est vide. Des conditions de convection et rayonnement sont appliquées à la tôlerie pendant toute la simulation ($h = 0,005 \ mW.\ mm^{-2}.\ K^{-1}$; $\epsilon = 0,7$; Figure 54). Les pas de temps sont fixés à 600 s pour la phase de préchauffage et 60 s pour les rotations (affinage + temps à vide).

Les éléments finis sont des quadrangles de $5 \times 5 mm$ linéaires (type DC2D4). Enfin, les paramètres thermiques dépendent de la température (Annexe IX). La résolution numérique a été effectuée par un schéma implicite (Abaqus Standard).

Il faut aussi prendre en considération le fait que l'écoulement du métal et les remous du bain entrainent une érosion progressive de la surface du fond, de l'ordre de 2 - 3 mm par coulée. Deux configurations ont donc été analysées. La première, où la dalle est neuve avec une épaisseur de 250 mm, la seconde où la dalle est usée et ne mesure plus que 100 mm d'épaisseur. Pour les deux configurations, le même chargement thermique a été imposé car on ne s'intéresse qu'à l'état thermique stabilisé.



Figure 54 Résumé des conditions aux limites de la simulation thermique des rotations de la poche.

Dans le cas où la dalle est neuve (250 *mm* d'épaisseur), la stabilisation du champ de température apparaît à partir de cinq rotations (Graphe 65). Le bas de la dalle atteint à peine les 1000°C et la tôlerie tend vers 345°C. Les champs de température calculés sont en adéquation avec ceux fournis dans le rapport de dimensionnement des poches (Derré, 2000). Lorsque la dalle ne mesure plus que 100 *mm* d'épaisseur, la température du bas de la

dalle oscille entre $1100^{\circ}C$ et $1250^{\circ}C$ et la température de la tôlerie est à peine plus élevée, atteignant les $385^{\circ}C$.



Graphe 65 Evolution de la température à différentes profondeurs d'une dalle de <u>250 mm</u> d'épaisseur et à la surface extérieure de la tôle au cours des rotations (Abaqus). Graphe 66 Evolution de la température à différentes profondeurs d'une dalle de <u>100 mm</u> d'épaisseur et à la surface extérieure de la tôle au cours des rotations (Abaqus).

En premier lieu, on remarque que l'épaisseur de la dalle n'a pas d'influence sur le champ de température stabilisé dans les premiers centimètres d'épaisseur. D'autre part, comme il l'a été montré au CHAPITRE II, des transformations de phases sont activées dans le matériau au-delà de 1100°*C*, engendrant des dilatations importantes (cf. CHAPITRE II, IV.3) qui favorisent l'apparition de fissures. Dans notre cas, la transformation la plus néfaste est la formation des *CA*6 dès 1450°*C*. On rappelle que sur la dalle observée post mortem en SFSC, des macrofissures sont principalement présentes dans les 4 - 5 premiers centimètres d'épaisseur. Sur le Graphe 67, on constate que la température de la dalle dépasse la température d'amorçage des *CA*6 dans les 7 premiers centimètres, ce qui engendrerait des fissures à une profondeur plus importante que ce qui a pu être observé sur les dalles post mortem. Cependant, lorsque la dalle ne mesure plus que 100 *mm* (Graphe 68), cette profondeur est réduite aux quatre premiers centimètres. Cette profondeur est en accord avec les observations faites sur les dalles post mortem (p. 41).



Graphe 67 Température dans une dalle de 250 mm Graphe 68 Température dans une dalle de 100 mm en fin d'affinage (Abaqus).

en fin d'affinage (Abaqus).

Les formations des CA2 et MA dès 1100°C peuvent être initiées dans toute l'épaisseur de la dalle. En effet, même lorsque la dalle mesure 250 mm d'épaisseur, sa température excède les 1100°C dans les 20 premiers centimètres en quelques rotations, même pendant les périodes d'attente à vide (Graphe 69) ; en fin de vie, la face froide de la dalle atteint les 1150°C (Graphe 70).



à la fin du temps à vide (Abaqus).

Graphe 69 Température dans une dalle de 250 mm Graphe 70 Température dans une dalle de 100 mm à la fin du temps à vide (Abaqus).

Ces résultats ont été confirmés par les observations microstructurales réalisées par Benjamai (2006) et Prigent (2007) sur des échantillons prélevés en face froide et en face chaude d'une dalle d'impact post mortem constituée du réfractaire étudié (dalle présentée p. 42). En face froide, les spinelles sont bien présents et seules des traces de CA6 sont visibles. En face chaude, CA2, MA et CA6 constituent les phases majoritaires avec d'autres oxydes résultant de la corrosion par le laitier.







Graphe 72 Comparaison des températures dans une dalle de 100 *mm* en fin d'affinage et de temps à vide (Abaqus).

Enfin, le Graphe 71 et Graphe 72 comparent les températures dans l'épaisseur de la dalle à la fin d'un affinage et du temps d'attente à vide en cycle stabilisé (dans notre cas, le dixième cycle). Ces graphes permettent de mieux apprécier le gradient de température existant dans la dalle en fin d'affinage et à la fin du temps d'attente. On remarque qu'à la fin du temps d'attente, i.e. juste avant le choc thermique induit par la coulée suivante, la température dans les 10 premiers centimètres de la dalle est assez homogène. Ceci va nous permettre de considérer un champ de température initial homogène dans la zone de dalle modélisée pour l'analyse du choc thermique.

II. LE CHOC THERMIQUE

Le choc thermique induit au cours des premiers instants du remplissage de la poche est une sollicitation critique pour la tenue des réfractaires. C'est pour cette raison que la dalle d'impact doit être particulièrement résistante. La littérature recense de nombreux travaux expérimentaux (Hamidouche, 2003 ; You, 2005 ; Peng, 2008 ; Kovalcikova, 2009) et analyses numériques (Fenner, 1997 ; Reytier, 2006 ; Damhof, 2008 ; Gilbert, 2008 ; Nakonieczny, 2009) sur le comportement au choc thermique des matériaux et structures.

Les simulations numériques liées à ce type de sollicitation sont délicates à mettre en œuvre. Dans les calculs par éléments finis, des instabilités peuvent apparaître à cause de problèmes de discrétisation en temps et en espace. Par exemple, lors de calculs thermiques, l'utilisation d'éléments finis du second ordre impose de respecter la condition de stabilité numérique suivante (Abaqus, User's Manual) :

$$\delta t > \frac{\rho C_{\varepsilon}}{6k} \delta l^2$$

où δt est l'incrément de temps du calcul thermique, δl la taille des éléments, ρ la masse volumique, C_{ε} la capacité calorifique, et k la conductivité thermique. Cette relation provient de la discrétisation spatio-temporelle de la loi de Fourier (liée au nombre de Fourier, Annexe VII). Si cette condition n'est pas respectée, des oscillations spatiales apparaissent au début du calcul. L'utilisation d'éléments finis linéaires permet de s'affranchir de cette contrainte. En contrepartie, les éléments finis doivent être suffisamment petits pour que le gradient thermique ne soit pas contenu dans un seul élément pendant un pas de temps, sinon la solution dépendra du maillage.

Afin de garantir la qualité des résultats des calculs, une solution analytique approchée a été développée pour un problème aux conditions aux limites en température mobiles en s'appuyant sur des solutions analytiques de problèmes de diffusion thermique (Carslaw, 1959).

Au préalable, une analyse de l'écoulement du métal liquide qui s'étale sur le fond de la poche a été faite afin de mieux appréhender les conditions aux limites à imposer lors des simulations par éléments finis.

1. Etude de l'ecoulement du metal liquide

On cherche à caractériser l'écoulement du métal liquide dans la poche à acier depuis sa sortie du convertisseur jusqu'à ce que le métal ait atteint un niveau suffisant dans la poche pour que les remous n'aient plus qu'une incidence mécanique minime sur le fond de la poche.

Le code de calcul de mécanique des fluides FLUENT (Fluent, 2006) a été utilisé pour déterminer les actions du fluide sur le revêtement réfractaire du fond de la poche (pression, vitesse) lors de l'étalement du jet de métal liquide sur le fond de la cuve et au cours du

remplissage. Ce code a notamment été choisi parce qu'il permet une communication facile des résultats chez les partenaires industriels du projet. Ces simulations ont été en partie réalisées au centre de recherche d'ArcelorMittal en bénéficiant des conseils de Jean-François Domgin.

La modélisation concerne la chute d'un fluide (l'acier liquide) dans une poche à acier remplie d'air. L'équation de la chaleur n'est pas résolue car on fait l'hypothèse que les échanges de chaleur ont une influence négligeable sur le comportement de l'écoulement. La seule force agissant est la gravité. Le modèle d'écoulement multiphasique VOF (Volume of Fluide) a été choisi parce qu'il est bien adapté, entre autres, dans le cas de phases immiscibles et lorsque l'on cherche à déterminer l'interface entre un gaz et un fluide. Un schéma de résolution explicite en temps est utilisé, ainsi, le logiciel Fluent raffine automatiquement le pas de temps pour résoudre les équations. Enfin le modèle de turbulence choisi est le $k - \epsilon$ realizable (Shih, 1995). Quelques détails techniques sont donnés en Annexe VI.

Le métal liquide est considéré comme un fluide newtonien de masse volumique $\rho = 7000 \ kg.m^{-3}$, de chaleur spécifique $C_v = 800 \ J.kg^{-1}.K^{-1}$, et de viscosité dynamique $\mu = 0,0054 \ kg.m^{-1}.s^{-1}$. L'air a une masse volumique $\rho = 1,225 \ kg.m^{-3}$, une chaleur spécifique à volume constant $C_v = 1006,43 \ J.kg^{-1}.K^{-1}$, et une viscosité dynamique $\mu = 1,7894.10^{-5} \ kg.m^{-1}.s^{-1}$. La température de référence est de 298,15 K.

Afin d'alléger les calculs, une section de la poche est modélisée en axisymétrie (rayon de la poche de 2 m pour une hauteur de 4 m, Figure 55) en faisant l'hypothèse que le métal liquide chute d'aplomb au centre de la poche avec un rayon de jet de 8,5 cm (rayon du trou de coulée du convertisseur) et une vitesse initiale v à l'entrée de la poche. Sachant que 270 t d'acier correspondent à une hauteur de liquide dans le convertisseur d'environ 5 m, la vitesse initiale de l'écoulement à la sortie du convertisseur est estimée par les relations de conservation du débit et de Bernoulli :

 $v \approx 10 \ m. s^{-1}$

La géométrie de l'intérieur de la cuve a été maillée avec des éléments triangles de 2 *cm* de coté maximum ; le maillage est raffiné près des parois où s'écoule le fluide ainsi qu'au niveau du jet afin de mieux prendre en compte les couches d'écoulement turbulent en dessous de la couche limite (Figure 56).



Figure 55 Géométrie et conditions aux limites de la demipoche pour la simulation de l'écoulement.

Figure 56 Maillage de la section de la poche modélisée.

Les figures ci-dessous montrent l'état de remplissage de la poche à l'instant où le métal impacte le fond et au bout d'une minute d'écoulement.



Air Métal

Figure 57 Ecoulement du métal au moment de l'impact sur le fond (Fluent).

Figure 58 Niveau du métal dans la poche au bout d'une minute d'écoulement (Fluent).

Les sollicitations mécaniques induites par l'écoulement du métal liquide sur le fond de poche se traduisent principalement par une pression statique et une contrainte de cisaillement. Conformément à la littérature, l'écoulement brutal du fluide se déroule en deux étapes. Dans un premier temps, le fluide produit un « effet marteau » ; la pression d'impact atteint quelques *MPa* et pourrait être responsable de l'endommagement très superficiel et localisé. Après cette première étape de quelques fractions de secondes, le fluide s'étale très rapidement sur le fond puis le niveau monte au cours du remplissage. Le régime établi est

atteint en quelques minutes et la pression sur le solide est la pression statique de Bernoulli (Field, 1999). Le Graphe 73 présente l'évolution du maximum de pression sur le fond de la poche au cours du remplissage, ce qui permet d'avoir une estimation du pire cas. Le Graphe 74 illustre la répartition de cette pression sur le fond à trois instants du remplissage.



Graphe 73 Evolution du maximum de pression sur le fond de la poche au cours du temps.



Le Graphe 74 montre que l'effet marteau est bien visible : au moment de l'impact la pression sous le jet atteint 3,5 *MPa* puis décroît jusqu'environ 0,3 *MPa* ce qui correspond bien au simple poids du métal lorsque la poche est remplie ($P = \rho gh = 0,28 MPa$). Par comparaison avec le Graphe 73, on constate que le maximum de pression se situe sous le jet de métal liquide, le reste du fond étant relativement peu sollicité mécaniquement.

Cependant, la valeur de la pression due à l'effet marteau met plus de deux minutes à se stabiliser, ce qui semble contradictoire avec le fait que ce soit un phénomène instantané. Dans notre cas, l'impact n'est pas dû à un volume fini de fluide chutant brutalement mais à un jet continu. Ce phénomène sur le fond de la poche dure donc jusqu'à une certaine hauteur de liquide dans la poche soit atteinte, amortissant alors l'écoulement lors de la pénétration du liquide dans le bain, de sorte que la pression induite n'affecte plus le fond de la poche.

Le Graphe 75 donne l'évolution du maximum de la contrainte de cisaillement sur le fond de la poche au cours du temps. On observe un pic de valeur au tout début du remplissage à un instant très légèrement postérieur à l'impact du métal liquide sur le fond. Cela est dû au fait que la contrainte de cisaillement τ est directement liée au champ de vitesse pour les fluides newtoniens :

$$\boldsymbol{\tau} = \boldsymbol{\mu} \boldsymbol{D}$$
$$\boldsymbol{D} = \frac{1}{2} \left(\mathbf{Grad} \ \vec{v} + \mathbf{Grad}^{\mathrm{T}} \ \vec{v} \right)$$

où \vec{v} est le vecteur vitesse en tout point, **D** est le tenseur taux de déformation et μ la viscosité du fluide.

Au moment de l'impact, le champ de vitesse dans le fluide est principalement normal à la surface du fond et n'engendre donc pas de contrainte de cisaillement. Ensuite, lorsque le

fluide s'étale sur le fond, le champ de vitesse devient tangentiel à la surface et provoque un cisaillement. Pour la même raison, la contrainte de cisaillement est bien plus importante, non pas à l'aplomb du jet, mais au bord (i.e. à 8,5 *cm*) (Graphe 76). De par la symétrie de la modélisation, la vitesse tangentielle au centre de la poche (i.e. à l'abscisse 0) est nulle.

Après ce pic, la valeur décroît pendant les 2 - 3 premières minutes. Au-delà, le niveau de métal liquide dans la poche a atteint une hauteur suffisante pour que les remous n'aient plus d'influence sur le fond de poche.



Graphe 75 Evolution du maximum de la contrainte de cisaillement sur le fond de la poche au cours du temps.

Graphe 76 Evolution de la contrainte de cisaillement sur le fond de la poche à différents instants.

Rappelons que, pendant ce temps, en raison de la diffusion de la chaleur au sein de la dalle, le comportement du matériau est devenu plus visqueux dans les premiers centimètres, et de ce fait, la résistance mécanique a chuté (Graphe 39 et Graphe 43) telle que :

pour
$$T \ge 1400^{\circ}C$$
 $\begin{cases} \sigma_r^c \le 5 MPa \\ \sigma_r^t \le 1 MPa \end{cases}$

Les pressions induites par le jet de métal peuvent donc être à l'origine d'une érosion ductile au niveau de la zone d'impact du jet. La perte de matière de la dalle d'impact serait alors due à une érosion par extrusion et par sectionnement. C'est pour cela qu'une zone d'usure plus marquée peut être observée au centre de la dalle sur les mesures par interférométrie laser (§ CHAPITRE I.III.1 p. 37).

L'analyse plus fine de l'écoulement permet de suivre l'évolution de l'étalement du métal sur le fond de la poche. Ce phénomène est très rapide. Le fond de la poche est recouvert par le métal liquide en moins de 0,36 s, ce qui correspond à une vitesse moyenne d'écoulement du métal sur le fond de l'ordre de 5,6 $m.s^{-1}$. Cependant, lors de ce type d'écoulement, la vitesse du fluide sur le solide peut atteindre des valeurs supersoniques pendant quelques fractions de secondes dès l'impact (Field, 1999). Ce temps a cependant permis de déterminer la limite entre les simulations concernant le choc thermomécanique (i.e. tant que la dalle n'est pas totalement recouverte par le métal liquide) et les simulations

concernant la rotation de la poche. Pendant l'étalement du fluide, le fond de poche est donc soumis en surface à une discontinuité de température, le métal étant à 1650°*C* et l'air à 1200°*C*. On cherche donc à connaître les conséquences en terme de dégradations de ce phénomène très local sur la dalle d'impact.

2. Analyse thermique du choc

Les conditions d'échanges thermiques entre le métal liquide et le revêtement réfractaire sont très difficiles à évaluer. Au moment de l'impact, il se produit un phénomène d'éclaboussement, qui ne conduit pas à un contact simple entre le solide et liquide. Ensuite, les turbulences du liquide au voisinage du jet et le fait que la surface du réfractaire est rugueuse, peuvent induire un échange thermique variable d'un point à l'autre. Le refroidissement très local du métal liquide au voisinage de la surface de contact peut conduire à une diminution progressive de la température du liquide lorsqu'on approche de la surface. Même en l'absence de mouvement du fluide, il est connu que lorsqu'on met deux corps de caractéristiques différentes en contact, un équilibre thermique « instantané » a lieu à l'interface qui dépend de l'émissivité des deux corps en présence (Sacadura, 2000). La température en surface est alors estimée par :

$$T_{s} = \frac{\left(\sqrt{k\rho C_{\varepsilon}}T\right)_{dalle} + \left(\sqrt{k\rho C_{\varepsilon}}T\right)_{metal}}{\left(\sqrt{k\rho C_{\varepsilon}}\right)_{dalle} + \left(\sqrt{k\rho C_{\varepsilon}}\right)_{metal}} \approx 1560^{\circ}C$$

où $T_{dalle} = 1200^{\circ}C$ et $T_{metal} = 1650^{\circ}C$.

Dans notre cas, T_s est plus proche de celle du métal liquide. Imposer à la surface de la dalle d'impact la température du bain de métal est un compromis acceptable qui va dans le sens de la sécurité dans la mesure où la sollicitation thermique sera légèrement surestimée. Il faut cependant garder à l'esprit que, dans les propos tenus par la suite, une incertitude existe sur l'évolution de la température qui peut être significative vu que l'on s'intéresse à une couche de réfractaire de faible épaisseur au cours des premiers instants du choc.

Une analyse numérique est délicate à mettre en œuvre. Le maillage doit être très raffiné autour du front de température. Une première solution, pour limiter le nombre d'éléments finis, consiste à créer un maillage adaptatif dont la zone raffinée se déplace avec le front de température, mais des problèmes de transposition de champs de températures d'un maillage à l'autre, d'une itération à l'autre, et l'extrapolation du champ de température, engendrait un cumul d'erreurs non négligeables. Une discrétisation très fine au voisinage de

<u>Remarque</u>: Lorsque $x \mapsto x_f$ dans la partie (2) de l'équation ci-dessus, la température tend vers $\frac{T_f + T_0}{2}$ à la surface (y = 0). Ceci est le fait analogue à la mise en contact brutal de deux solides à des températures différentes (Sacadura, 2000) : leur surface prend instantanément la température T intermédiaire, le corps le plus chaud subit alors une « poussée thermique » négative et le corps le plus froid une « poussée thermique » positive en cédant à une densité de flux thermique de la forme :

$$\varphi_i = \sqrt{k_i \rho_i c_i} \frac{1}{\sqrt{\pi t}} (T - T_i)$$

Si i représente la partie la plus chaude (resp. froide), le flux φ_i est négatif (resp. positif) et la conservation du flux implique :

$$T = \frac{\sum_{i} \sqrt{k_i \rho_i c_i} T_i}{\sum_{i} \sqrt{k_i \rho_i c_i}}$$

La grandeur $\sqrt{k_i \rho_i c_i}$ est l'effusivité thermique du matériau du corps i.

la surface sur toute la longueur de propagation est donc nécessaire. Pour cela, la structure devait donc être réduite au maximum. On a donc cherché dans un premier temps une approximation analytique de la solution.

a. Proposition d'une solution analytique approchée

Si l'on considère en première approximation que la diffusion thermique est unidirectionnelle, dans la direction orthogonale à la surface, compte tenu de la plage de temps considérée, la dalle peut être considérée comme un milieu semi infini dont la frontière libre est définie par z = 0 (axes définis en Figure 59).

Le problème de thermique associée s'écrit alors :

$$\frac{\partial^2 T}{\partial z^2} - \frac{1}{\kappa} \frac{\partial T}{\partial t} = 0$$

$$T(z, 0) = T_0 \quad \text{pour } z \ge 0$$

$$T(z, t) = T_f \quad \text{pour } t > 0$$

La condition initiale $T(z, 0) = T_0 \forall z$ est raisonnable car après le refroidissement le gradient spatial de température est faible (Graphe 71 et Graphe 72), donc négligeable dans l'épaisseur considérée. Le champ de température d'un tel problème est alors donné par la solution classique de Carslaw et Jaeger (1959) :

$$T(z,t) = T_0 + \left(T_f - T_0\right) \operatorname{erfc}\left(\frac{z}{2\sqrt{\kappa t}}\right)$$

Pour une diffusivité $\kappa = 0.8$ et t = 0.36 s, $T_0 = 1200^\circ C$ et $T_f = 1650^\circ C$, l'épaisseur affectée par le gradient de température est inférieure à 3 mm (Graphe 77). Il est donc raisonnable d'un point de vue thermique de ne pas modéliser toute l'épaisseur de la dalle mais simplement une zone de quelques millimètres et d'imposer à la face froide une température constante et égale à la température initiale.



Graphe 77 Gradient de température dans la profondeur de la dalle pour $\kappa = 0, 8$ et t = 0, 36 s, $T_0 = 1200^{\circ}C$ et $T_f = 1650^{\circ}C$ (solution analytique).

Dans un second temps, on cherche à mieux évaluer l'impact du front de propagation du métal liquide sur l'état thermique de la dalle. Le problème consiste donc à approcher analytiquement une solution d'un problème de thermique avec front mobile.



Figure 59 Schématisation du problème thermique avec front mobile x_f à résoudre.

A notre connaissance, il n'existe pas de solution traitant directement le problème de base suivant que nous poserons en hypothèse 2D plane :

$0 \le x \le L, z \ge 0, t \ge 0$
pour $0 \le x \le L, z \ge 0$
pour $x < x_f$, $z = 0$
pour $x > x_f$, $z = 0$

où x_f est la position du front que l'on se donne à chaque instant.

Toutefois, compte tenu de la vitesse d'avancement du front de métal liquide, il est raisonnable de considérer que le flux thermique dans les premiers instants est principalement orienté dans la direction de l'épaisseur (axe \hat{z} représenté Figure 59) :

$$\overrightarrow{grad} T \approx \frac{\partial T}{\partial z} \hat{z}$$

Ceci reviendrait alors à considérer que pour chaque position x on puisse calculer indépendamment l'évolution de T(x, z, t) pour que l'on sache à partir de quel instant τ la température en surface passe de T_0 à T_f . Dans notre cas, le front commençant à se propager à t = 0, chaque abscisse x voit la température T_f avec ce retard de τ . Si le front avance à la vitesse U, alors : $\tau = \frac{x}{u}$.

A la surface supérieure, une température T_f est appliquée pour $x \le x_f$, x_f la position du front mobile. La dalle (grisée, Figure 59) a pour dimension L selon l'axe \hat{x} et s'étend sur $[0; +\infty[$ selon l'axe \hat{z} .

Dans ces conditions une solution approchée du problème s'écrit :

$$T(x, z, t) = \begin{cases} T_0 & x > x_f \\ T_0 + (T_f - T_0) \operatorname{erfc}\left(\frac{z}{2\sqrt{\kappa(t - \tau)}}\right) & x \le x_f \end{cases}$$

où $\kappa = \frac{k}{\rho c_{\varepsilon}}$ est la diffusivité thermique; k est la conductivité thermique, ρ la masse volumique et C_{ε} la chaleur spécifique.

Ce champ présente ainsi une singularité forte en $x = x_f$. On peut améliorer la solution précédente en modifiant T_f pour prendre en compte la diffusion de la chaleur en surface dans la direction de l'axe \hat{x} (on suppose alors le milieu semi-infini), ce qui revient à surestimer légèrement la température au voisinage de la singularité. D'après Carslaw et Jeager (1959), la température à la surface vaut alors :

$$T_s(x,t) = T_0 + \frac{T_f - T_0}{2} \left(1 - \operatorname{erf} \frac{x - x_f}{2\sqrt{\kappa t}}\right) \quad t > 0$$

En considérant désormais que le champ de température $T_s(x,t)$ diffuse selon l'axe \hat{z} , alors :

$$T(x, z, t) = \begin{cases} T_0 & x \ge x_f \\ T_0 + (T_s(x, t) - T_0) \operatorname{erfc} \left(\frac{z}{2\sqrt{\kappa(t - \tau)}}\right) & x < x_f \end{cases}$$

Soit :

$$T(x,z,t) = \begin{cases} T_0 & x \ge x_f (1) \\ T_0 + \frac{T_f - T_0}{2} \left(1 - \operatorname{erf} \frac{x - Ut}{2\sqrt{\kappa t}}\right) \left(1 - \operatorname{erf} \frac{z}{2\sqrt{\kappa \left(t - \frac{x}{U}\right)}}\right) & x < x_f (2) \end{cases}$$

La démonstration complète est donnée en Annexe VIII.

Dans la configuration du choc thermique qu'on cherche à caractériser, au cours du temps nécessaire (0,36 s) pour que le métal liquide recouvre le fond de la poche, seuls les trois premiers millimètres de la dalle se trouvent affectés par le gradient de température engendré. Cette solution approximative constitue une aide pour le choix de la discrétisation lors des calculs par éléments finis.

b. Analyse numérique du problème

Lors du choc thermique, il se peut que la surface du fond soit encore recouverte d'une couche résiduelle de laitier solidifié qui n'aurait pas été éliminée lors du nettoyage. Ce cas n'est pas envisagé ici, et on ne s'intéresse qu'au cas simplifié où le métal s'écoule à la surface de la dalle, considérée comme lisse, pour comprendre les phénomènes qui y sont liés.

En raison du caractère très local du choc thermique, seul un échantillon de dalle de $5 \times 15 \text{ mm}^2$ est modélisé (Figure 60). L'hétérogénéité du milieu n'est pas prise en compte, et les paramètres du matériau sont considérés constants et égaux à leurs valeurs obtenues à $1200^{\circ}C$.



Figure 60 Schema de la zone d'étude par éléments finis du choc thermique.

La vitesse d'avancée du front de métal est prise égale à $v = \dot{x}_f = 5,63 \text{ m. s}^{-1}$. La température initiale est de 1200°*C* et le métal liquide est à 1650°*C*. On considère que les flux thermiques sont nuls sur tous les bords sauf à la surface supérieure où l'on impose la condition en température suivante :

$$T = \begin{cases} T_0 = 1200^{\circ}C, & x \ge x_f \\ T_f = 1650^{\circ}C, & x < x_f \end{cases}$$

où x_f est la position du front de métal liquide qui avance à la vitesse v. Ceci a été pris en compte dans le code de calculs par éléments finis (Abaqus) par l'écriture d'une subroutine spécifique. La structure est maillée avec des éléments quadrangles linéaires en température de taille 0,1 mm dans la partie grossière et 0,01 mm dans la zone raffinée (Figure 61).



Figure 61 Echantillon de dalle de 5 \times 15 mm^2 modélisé.

La Figure 62 présente le résultat du calcul thermique au bout de $1,5.10^{-3}s$ autour du front de chaleur.



Figure 62 Détail du maillage autour du front de température (en *K*) à $t = 1, 5.10^{-3}s$.

On remarque que la zone affectée par la variation de température pendant l'écoulement du métal liquide sur le fond est très faible (< 0,2 mm), ce qui est confirmé par le résultat donné par la solution analytique approchée (Graphe 78).



Graphe 78 Champ de température (en °*C*) induit par un front de température mobile selon la solution analytique approchée (à $t = 1, 5. 10^{-3} s$).

La solution analytique approchée permet donc d'obtenir une bonne estimation de la profondeur de réfractaire affectée lors de l'étalement du métal liquide à la surface.

Dans le cas où des résidus de laitier sont restés incrustés à la surface de la dalle, le gradient de température induit par l'écoulement du métal liquide resterait principalement concentré dans cette couche de laitier et affecterait alors peu le matériau réfractaire. Cette couche de laitier résiduelle aurait alors un effet protecteur car elle subirait les premières sollicitations thermiques. Cependant, le laitier incrusté dans la surface du réfractaire peut être arraché lors du choc entrainant avec lui un peu de réfractaire. Même si sous l'effet de la température le laitier redevient liquide très rapidement, les échelles de temps sont si petites que les transformations de phases n'ont pas le temps d'évoluer.

III. CONCLUSION

Dans ce chapitre, nous avons d'abord effectué une analyse thermique simplifiée de la rotation de la poche en nous basant sur l'étude complète présentée dans le rapport de dimensionnement des poches (Derré, 2000). Nous avons ainsi pu déterminer les champs de température dans la profondeur de la dalle au cours des coulées, ce qui nous a permis de situer les profondeurs auxquelles ont lieu les transformations de phases. Les dégradations qu'elles peuvent engendrer ont été mises en relation avec les observations faites sur les dalles usées.

L'analyse de l'écoulement de métal dans la poche a été nécessaire pour mieux appréhender les conditions aux limites à imposer lors de la suite de l'étude. Elle a permis de mettre en évidence l'effet marteau induit par l'impact du métal liquide et de déterminer l'évolution de la contrainte de cisaillement et de la pression qui s'appliquent sur le fond au début de remplissage et qui pourrait être à l'origine de l'usure plus marquée à l'aplomb du jet.

Enfin, les champs de température dus au choc thermique des premiers instants du remplissage ont été évalués par une solution analytique approchée dans le cas d'un problème avec une condition aux limites mobile en surface. Cette solution a aidé à la mise en œuvre des simulations numériques sur Abaqus. La comparaison des résultats de simulations numériques avec les champs calculés par une méthode analytique a permis de confirmer la validité de la solution approchée. Il a alors été possible de déterminer le gradient de température très localisé induit sous la surface de la dalle par le choc thermique.

CHAPITRE V. Analyses et Simulations numeriques des degradations de la dalle

Dans le chapitre précédent, les champs de température dans la dalle d'impact ont été déterminés. On cherche désormais à analyser leur influence sur l'état de contrainte de la dalle en analysant diverses configurations.

I. INFLUENCE DE LA ROTATION DE LA POCHE

Le calcul mécanique est effectué dans la même section du fond de la poche que celle présentée en Figure 54. Deux configurations ont été analysées :

- dans la première, toutes les dilatations latérales de la dalle sont bloquées dès le début du maçonnage ;
- dans la seconde, les dilatations durant la phase de préchauffe sont libres grâce à un joint souple réalisé autour de la dalle.

Le cas où les dilatations sont complètement bloquées correspond à une architecture qui n'est plus usitée car ce blocage était à l'origine d'un soulèvement du fond ! L'étude de ces deux cas ne permet donc qu'une comparaison des états de contraintes induits par différentes technologies de maçonnerie. Les éléments finis utilisés sont des éléments quadratiques à huit nœuds et à intégration réduite (CPE8R). Les calculs sont réalisés sous l'hypothèse de déformations planes, ce qui paraît un peu plus réaliste que l'hypothèse des contraintes planes compte tenu du fait que la dalle est bloquée latéralement dans le fond de poche. L'hypothèse des déformations planes permet également de représenter ce même blocage hors plan (Figure 63).

D'autre part, l'analyse de l'écoulement a montré que des contraintes mécaniques non négligeables agissaient sur le fond de la poche pendant le remplissage. La pression induite par l'écoulement, notamment suite à « l'effet marteau », étant bien supérieure à la contrainte de cisaillement induite par la viscosité du fluide, seule son influence est analysée pendant les phases d'affinage.

Les résultats présentés dans cette partie ont un caractère qualitatif. En effet, au-delà des 1200°*C*, le matériau de la dalle d'impact présente un comportement plus visqueux. Les résultats qui suivent ont été réalisés en considérant un comportement thermo-élastique, avec les paramètres du matériau évoluant avec la température.



Figure 63 Résumé des conditions aux limites de la simulation mécanique des rotations de la poche.

1. Influence de la temperature sur l'etat de contrainte

a. Prise en compte du blocage de la dilatation latérale de la dalle sur toute la campagne

En thermo-élasticité, le blocage initial de la dalle génère des contraintes de compression dans la dalle atteignant 300 *MPa* lors de la phase de préchauffe (Graphe 79). Bien que le niveau de contrainte soit surestimé du fait du calcul thermo-élastique, le matériau est cependant toujours principalement élastique fragile tant que sa température ne dépasse pas les $1200^{\circ}C$ (ce qui est le cas pendant la phase de préchauffe). Des contraintes de compression apparaissent donc d'abord dans la partie supérieure de la dalle. Lorsque ces contraintes deviennent trop importantes, un soulèvement du fond peut se produire par un effet de flambage, ce qui avait été constaté avec ce type d'architecture.



Graphe 79 Evolution de la contrainte σ_{11} au cours des rotations pour différentes profondeurs dans la dalle (pour *E* évoluant avec la température).

Graphe 80 Evolution de la contrainte σ_{11} dans l'épaisseur de la dalle (pour *E* évoluant avec la température).

Ces graphes montrent que la diminution du module d'Young à haute température (p. 83) permet de limiter considérablement les contraintes développées par les sollicitations thermiques dans la zone où la température de la dalle est supérieure à $1200^{\circ}C$, par comparaison avec le Graphe 81 et le Graphe 82 où *E* est constant. Même en ne considérant qu'un comportement thermo-élastique, l'effet induit par la diminution de la raideur élastique lors de la phase d'affinage est donc plus marqué que celui induit par la dilatation thermique. On notera que, lorsque les cycles sont stabilisés, les variations de contrainte pendant l'affinage demeurent limitées (entre 75 *MPa* et 90 *MPa*) dans la zone proche de la surface chaude (Graphe 80), ce qui n'est pas le cas lorsque la raideur reste constante (Graphe 82). La diminution de la raideur aurait donc un effet bénéfique sur la tenue de la dalle.





Graphe 82 Evolution de la contrainte σ_{11} dans l'épaisseur de la dalle (pour *E* fixe à 35 *GPa*).

Dans tous les cas, les niveaux de contraintes de compression atteints sont largement supérieurs à la capacité de résistance du matériau. L'utilisation d'une loi de comportement non-linéaire à hautes températures est donc nécessaire pour obtenir un champ de contrainte plus réaliste. En particulier, compte tenu de la viscosité forte du matériau à hautes températures, il faut s'attendre à ce que l'état de contrainte dans la zone chaude soit proche de la contrainte de compression hydrostatique. Il est alors possible que des contraintes de traction se développent lors des temps d'attente, qui seraient susceptibles de provoquer l'amorçage de fissures verticales (orthogonales à la surface), facilitant ainsi la pénétration du laitier.

b. Prise en compte de la dilatation latérale de la dalle pendant la phase de préchauffe

Dans ce cas de figure plus réaliste, seul le cas où la raideur varie avec la température a été étudié.



Graphe 83 Evolution de la contrainte σ_{11} au cours des rotations pour différentes profondeurs dans une dalle de 250 mm (pour E évoluant avec la température) sous l'hypothèse des déformations planes.

Graphe 84 Evolution de la contrainte σ_{11} dans l'épaisseur d'une dalle de 250 mm (pour E évoluant avec la température) sous l'hypothèse des déformations planes.

Lorsque la dilatation de la dalle est libre pendant la phase de préchauffage et qu'elle est simplement posée sur la couche de sécurité, aucune contrainte n'est alors développée. Les contraintes se développent lors de la première coulée (Graphe 83) et de ce fait leur intensité est plus modérée. Ainsi, à la fin de l'affinage, la température plus élevée dans le matériau engendre des contraintes de compression d'une trentaine de *MPa* dans les premiers centimètres sous la surface (Graphe 84). A la fin de la période d'attente à vide, la température redescend à environ $1200^{\circ}C$, le comportement thermo-élastique permet de retrouver l'état de contrainte quasi nul puisque la phase de préchauffage durant laquelle les dilatations étaient libres chauffait la dalle jusque $1200^{\circ}C$. On rappelle que la contrainte à rupture en compression (Graphe 39) décroît de 50 *MPa* à 5 *MPa* entre $1000^{\circ}C$ et $1400^{\circ}C$! Et au-delà de $1200^{\circ}C$, le comportement bien plus viscoplastique, ce qui favorise la relaxation des contraintes au cours de la période d'affinage. Comme évoqué précédemment,

lors du refroidissement, des contraintes de traction, de l'ordre d'une vingtaine de *MPa*, apparaissent si la température baisse de $1650^{\circ}C$ à $1200^{\circ}C$, ce qui favorise l'apparition et la propagation de fissures orthogonales à la surface, débouchant à la surface.

Il existerait donc une profondeur délimitant le domaine du comportement élastique de celui du comportement viscoplastique. A cette interface, le gradient de contrainte pourrait alors favoriser l'apparition de fissures parallèles à la surface. Enfin, le chapitre précédent a montré que les transformations de phase s'amorcent, et peuvent aussi être à l'origine de macrofissures dans cette zone.

Il est possible d'estimer la contribution des dilatations liées aux transformations de phases dans les niveaux de contraintes à partir de l'expression suivante :

$$\boldsymbol{\sigma} = \mathbb{E} : \left(\boldsymbol{\varepsilon} - \alpha \Delta T \mathbb{I} - \beta_{[CA2+MA]} \xi_{[CA2+MA]} \mathbb{I} - \beta_{[CA6]} \xi_{[CA6]} \mathbb{I}\right)$$

En considérant qu'en cycle stabilisé $\xi_{[CA2+MA]} = \xi_{[CA6]} = 1$ et avec les β_i déterminés par la déformation résiduelle des essais de dilatométrie (Graphe 46), la contribution des transformations de phases dans les contraintes est alors de l'ordre de :

$$\sigma_{11} = E(1650^{\circ}C): \left(-\beta_{[CA2+MA]} - \beta_{[CA6]}\right) \approx -5000 \times (0,0085) = -42,5 \, MPa$$

Sans prendre en compte les aspects visqueux et les relaxations de contrainte associées, la contrainte thermique ne représenterait qu'un tiers de la contrainte totale (engendrée par les sollicitations thermiques et les dilatations dues aux transformations de phase). Rappelons que les contraintes d'origine thermique ne correspondraient qu'à une vingtaine de *MPa*.

Enfin, on a également cherché à déterminer les niveaux de contraintes dans la dalle lorsque celle-ci ne mesure plus qu'une dizaine de centimètres d'épaisseur (Graphe 85 et Graphe 86).



Graphe 85 Evolution de la contrainte σ_{11} au cours des rotations pour différentes profondeurs dans une dalle de 100 mm (pour E évoluant avec la température) sous l'hypothèse des déformations planes. Graphe 86 Evolution de la contrainte σ_{11} dans l'épaisseur d'une dalle de 100 mm (pour E évoluant avec la température) sous l'hypothèse des déformations planes. La contrainte dans la dalle lorsque celle-ci ne mesure plus que 10 *cm* (Graphe 86) est alors proche de celle présente dans les dix premiers centimètres d'une la dalle de 25 *cm* (Graphe 84), ce qui est en accord avec le fait que les champs de température sont semblables dans les premiers centimètres de profondeur quelle que soit l'épaisseur de la dalle.

2. Prise en compte de la pression induite par l'ecoulement

On cherche désormais à déterminer l'influence de la pression induite par l'écoulement à l'aplomb du jet de métal liquide, ce qui correspond au pire cas. Cette pression a été prise en compte en appliquant, durant les phases correspondant à l'affinage, la consigne de la Figure 64 à la surface du fond :



Figure 64 Pression appliquée à la surface du fond lors d'une phase d'affinage.

Au tout début de la phase d'affinage une pression de 3,5 *MPa* est appliquée à la surface et décroit linéairement pendant trois minutes jusqu'à atteindre 0,3 *MPa*. Ceci permet de représenter l'effet marteau ainsi que la pression induite par les remous pendant les premières minutes du remplissage et enfin la simple pression hydrostatique due au poids du métal liquide. Enfin, cette pression décroît linéairement jusqu'à zéro pour représenter la phase de vidange. Or, au début de la phase d'affinage, le matériau est encore à 1200°*C*. On peut estimer l'influence d'une telle pression sur la contrainte σ_{11} par la relation :

$$\boldsymbol{\sigma} = 2\mu\boldsymbol{\varepsilon} + \lambda \mathrm{Tr}\boldsymbol{\varepsilon}\mathbb{I} \quad \Rightarrow \quad \sigma_{11} \approx -1,17 \; MPa$$

La prise en compte de la pression induite par l'écoulement est négligeable lors d'un calcul thermo-élastique. Cette pression aurait néanmoins davantage de conséquences lors d'un calcul prenant en compte la porosité du matériau, ou en présence d'une fissure débouchante car elle faciliterait l'imprégnation du laitier et du métal liquide. En effet, l'observation post mortem des dalles a montré une forte imprégnation du métal dans les premiers millimètres, voire centimètres dans certains cas, pour les matériaux SFSC.

Cependant, l'effet marteau est accompagné dans notre cas, d'un choc thermique sévère. On cherche alors à déterminer l'influence du choc thermique sur ces états de contrainte.

II. MODELISATION MECANIQUE DU CHOC THERMIQUE

La résistance au choc thermique est une caractéristique fréquemment utilisée pour la sélection des matériaux fragiles, et plus particulièrement des réfractaires. Ces critères prennent en compte les paramètres thermiques et mécaniques ainsi que la nature du chargement thermique ou la forme de la structure. Ces critères peuvent être regroupés en deux catégories : ceux qui traitent de l'amorce de fissure sous choc thermique, et ceux qui traitent de la propagation de fissures existantes, ce qu'on peut aussi comprendre par des critères en contrainte (Kingery, 1955 ; Zhou, 2005) et des critères en énergie. Dans ce dernier cas, ces critères sont basés sur les travaux d'Hasselman (1970).

Les critères utilisés pour définir les niveaux de température ou de flux thermiques à partir desquels l'endommagement s'amorce s'appuient sur un comportement thermoélastique. Si la contrainte thermique $\sigma_{Th} = -E\alpha\Delta Tg(\nu)$ (où la fonction $g(\nu)$ dépend du type de conditions aux limites ; en considérant des contraintes uni-axiales, alors $g(\nu) = 1$) engendrée par une différence de température ΔT excède la contrainte à rupture σ_{max}^t du matériau, alors il y a apparition d'endommagement. Ainsi, pour un choc thermique ascendant (de 1200°C à 1650°C par exemple), la contrainte thermique est compressive, ce qui le rend moins pénalisant que le choc thermique descendant d'un même ΔT .

Pour un milieu non fissuré, différents facteurs de criticité R (en K), R' (en $W.m^{-1}$) et R'' (en K) expriment la propension d'une fissure à s'amorcer (Kingery, 1955; Hasselman, 1970) sous des chocs thermiques « durs » ou « mous » en fonction des conditions aux limites, comme par exemple :

$$R = \frac{\sigma_{max}^t}{E\alpha}g(\nu)$$
$$R' = kR$$
$$R'' = \phi R$$

où k est la conductivité thermique et ϕ un facteur de concentration de contrainte. Ces critères, bien adaptés aux céramiques homogènes, peuvent être adaptés aux matériaux hétérogènes en y incluant une modélisation multi-échelle (Schmitt, 2002). Le choix du paramètre à utiliser dépend des conditions du choc : ainsi pour un choc « dur », i.e. avec une variation instantanée de température, le paramètre R est le plus approprié. Pour le matériau d'étude (considéré homogène en première approximation) à 1200°C, le paramètre R vaut (en considérant les paramètres du Graphe 43 et du Graphe 44) :

$$R=272 K$$

La valeur de *R* correspond à une variation de température critique ΔT_{max} . Bien que cette valeur soit élevée, le choc thermique du début du remplissage de la poche par l'acier provenant du convertisseur induit une variation de température plus importante (450°*C*), ce qui sera donc à l'origine de l'amorçage de fissures d'après Hasselman.

Pour les matériaux préalablement fissurés, on peut alors prédire si un choc thermique conduit à une propagation stable ou instable de ces fissures. Pour caractériser l'évolution de

l'endommagement par choc thermique, Hasselman exprime alors la résistance du matériau à la propagation de fissure par les coefficients de criticité R''' (en m^3 . $MJ^{-1} \equiv MPa^{-1}$) et R''''(en m) de la façon suivante :

$$R^{\prime\prime\prime} = \frac{E}{\sigma_{max}^{t^2}(1-\nu)}$$
$$R^{\prime\prime\prime\prime} = \frac{E\gamma_{WOF}}{\sigma_{max}^{t^2}(1-\nu)}$$

où $2\gamma_{WOF} = \frac{K_{lc}^2}{E}$ (en $MJ.m^{-2}$) est l'énergie de surface, ou de décohésion, nécessaire à la propagation d'une fissure (Griffith, 1920; Hasselman, 1969). R''' renseigne alors sur le minimum d'énergie élastique à rupture nécessaire à la propagation de la fissure. Plus la valeur de R''' est grande, meilleure est la résistance au choc thermique. Le paramètre R'''' représente l'extension de fissure minimale pour produire de la fissuration par contrainte thermique uniquement. Il permet de comparer les niveaux d'endommagement de matériaux ayant des valeurs de γ_{WOF} très différentes (par exemple, si l'on veut comparer la résistance au choc thermique d'un matériau ductile avec celle d'un matériau fragile) alors que R''' ne permet de comparer les états d'endommagement que de matériaux ayant des propriétés semblables en ce qui concerne la résistance à l'amorçage de fissure (i.e. des valeurs de γ_{WOF} proches). Dans notre cas, en considérant qu'à $1200^{\circ}C$ la ténacité est de $1,5 MPa.\sqrt{m}$, l'énergie vaut alors : $\gamma_{WOF} = \frac{1.5^2}{4000} = 5,6.10^{-4} MJ.m^{-2}$ ce qui est une valeur très élevée mais permet d'obtenir un ordre d'idée. Les paramètres valent alors :

$$R''' = \frac{2000}{25 \times (1 - 0.25)} = 107 MPa^{-1}$$
$$R'''' = \frac{1.5^2}{25 * 2 * (1 - 0.25)} = 6.10^{-2} m$$

Si les réfractaires ne sont pas très résistants à l'amorçage de fissures par contrainte thermique, on leur reconnaît une bonne résistance à la propagation ou extension des fissures (Aksel, 2003; Zhou, 2005). Ceci est confirmé ici par la grande valeur des paramètres R''' et R'''', bien que ce dernier soit anormalement élevé du fait de la méconnaissance de la ténacité à $1200^{\circ}C$. Dans notre cas, on cherche désormais plus particulièrement à savoir ce qui se passe phénoménologiquement à un niveau très local. Pour cela, les simulations numériques permettront d'estimer les champs de contraintes dans la dalle lors du passage du front de température.

1. INFLUENCE DU GRADIENT DE TEMPERATURE

Le calcul a été effectué sous l'hypothèse des déformations planes. Il n'a pas été décidé de réaliser ce calcul en axisymétrie car on souhaite étudier le cas général de l'influence du front de température sur le champ de contrainte et pas seulement le cas où l'on se situe sous l'axe du jet de métal. Le maillage pour le calcul mécanique est composé d'éléments quadrangles quadratiques (CPE8R) ce qui le rend compatible au maillage du calcul thermique, seule l'extrapolation du champ de température aux nœuds supplémentaires a été nécessaire. Le champ de température déterminé lors du calcul thermique a donc été imposé comme condition aux limites. Les paramètres thermo-élastiques sont considérés constants (aux valeurs à 1200°*C*) pour l'analyse du choc thermique car les échelles de temps mises en jeu sont très petites.



Figure 65 Champ de déformation verticale induit par la variation de température.

Conformément au champ de température, la déformation induite par le gradient de température est très localisé (Graphe 64). La déformation maximale verticale est une déformation de traction de l'ordre de $\varepsilon_{22} = 6,4.10^{-3}$. On rappelle qu'à 1200°*C* alors que le comportement est encore principalement quasi-fragile, la déformation maximale en traction est de l'ordre de $1,6.10^{-3}$ selon une approximation élastique (la contrainte à rupture en traction par flexion est de l'ordre de 4 *MPa* (Graphe 43) et la raideur est de 2,5 *GPa* (Graphe 44)). Sous cette hypothèse, la déformation est donc supérieure à la déformation maximale admissible par le réfractaire en traction. Ceci peut ainsi se traduire par un micro écaillage issu de l'amorçage et la propagation de microfissures très proches de la surface, parallèle à celle-ci.

Dans les autres directions, le blocage de la déformation totale induit des contraintes élevées lors du passage du front de température (Figure 66). La contrainte de compression induite par le gradient thermique dépasse les -30 MPa (en ce qui concerne σ_{11} et σ_{33}). Enfin, la dilatation libre dans la direction verticale induit alors une contrainte de cisaillement lors du passage du front qui vaut $\sigma_{12} \approx 1,3 MPa$. La contrainte à rupture en compression n'a pas pu être déterminée à $1200^{\circ}C$. Cependant, l'extrapolation des points expérimentaux du Graphe 39 permet de croire que cette contrainte à rupture n'est pas très différente des -30 MPa. Des microfissures horizontales très proches de la surface peuvent ainsi être amorcées et se propager à l'instar des faciès de rupture des éprouvettes cylindriques qui ont été sollicitées en compression simple (Figure 39).



Figure 66 Champs de contrainte dans l'échantillon de dalle sous le front de température.

Les niveaux de contraintes et de déformations paraissent donc favorables à l'amorçage et la propagation de petites fissures principalement parallèles à la surface et très proches de celle-ci. On cherche donc à évaluer le comportement d'une petite fissure existante et à caractériser son influence à travers l'étude des champs de contrainte et de déformation lors du passage du front de température.

2. INFLUENCE DE LA PRESENCE D'UNE PETITE FISSURE

Le matériau étudié, faisant partie des bétons, est naturellement micro-fissuré. De plus, les changements de phases ainsi que les cycles thermiques causent d'autres fissures comme il l'a été vu plus haut.

Dans un premier cas, nous avons considéré une petite fissure de 3 mm de longueur, parallèle à la surface chaude, située à 1 mm de profondeur ; ce qui correspond à certaines microfissures observées sur les dalles usées. Seule une condition de contact a été appliquée

aux lèvres de la fissure afin d'empêcher leur interpénétration dans le cas où elle serait sollicitée en compression.

Afin de simplifier les calculs, nous avons considéré que la présence de la microfissure n'a pas d'influence sur la température. Le champ de température servant de condition aux limites est donc celui calculé précédemment sans fissure. La présence de la fissure lors du calcul mécanique induit donc des modifications du maillage qui devient alors incompatible avec celui du calcul thermique précédent, mais le logiciel Abaqus gère automatiquement les extrapolations de champ. La structure est maillée avec des éléments de type CPE8R (quadrangle quadratique, déformations planes), les zones raffinées comportent des éléments de 0,01 *mm* et les zones grossières des éléments de 0,1 *mm* comme le montre la Figure 67.



Figure 67 Détail de la structure autour de la fissure ; maillage et champ de température.

De même qu'au CHAPITRE II.V.b.iii, le maillage a été raffiné au niveau des pointes de la fissure pour déterminer les facteurs d'intensité des contraintes par la méthode des intégrales de contour. La méthode utilisée pour déterminer la direction de propagation a été la maximisation du taux de restitution d'énergie (Abaqus User's Manual).

Lors du passage du front de température, la déformation de la fissure montre une tendance de celle-ci à se propager en direction de la surface en suivant l'avancée du front de température (Figure 68).



Figure 68 Champ de déformation verticale induit par la variation de température suite à la présence d'une petite fissure (× 1000).
Pourtant, à cette profondeur, on peut considérer que la fissure n'est pas influencée par le gradient de température. En effet, les facteurs d'intensité des contraintes K_I suite à cette sollicitation sont très faibles (Graphe 87) et les facteurs K_{II} restent toujours négatifs et quasi nuls (ils ne sont donc pas représentés graphiquement). On rappelle qu'à température ambiante, la ténacité vaut $K_{Ic} \approx 1,6$ MPa. \sqrt{m} .



Graphe 87 Evolution du facteur d'intensité des contraintes et de l'angle de propagation θ de la fissure avec l'avancée du front de température à une vitesse de 5630 mm/s.

L'influence négligeable de la présence d'une telle microfissure est confirmée par les champs de contrainte, très peu affectés, en dehors de la divergence qui existe en pointe de fissure (Figure 69).



Figure 69 Champs de contrainte dans l'échantillon de dalle sous le front de température en présence d'une fissure.

Afin d'étudier le cas où la microfissure se situe dans la zone affectée par le gradient de température, on impose une vitesse de 20 mm. s^{-1} à l'avancée du front. Ainsi, la température diffuse plus en profondeur au cours du déplacement du front de métal liquide comme le montre la Figure 70. La déformée est présentée sur la Figure 71.



Figure 70 Champ de température induit par un écoulement à une vitesse de 20 mm. s^{-1} .

Figure 71 Champ de déformation verticale induit par un écoulement à une vitesse de 20 mm. s^{-1} .

On s'intéresse alors aux évolutions des angles de propagation θ et des facteurs d'intensité des contraintes au passage du front (Graphe 88).



Graphe 88 Evolution du facteur d'intensité des contraintes et de l'angle de propagation ∂ de la fissure avec l'avancée du front de température à une vitesse de 20 mm/s.

Bien que la valeur du facteur d'intensité des contraintes K_I soit toujours faible par rapport à la valeur déterminée à froid, le passage du front de température provoque bien une propension de la fissure à bifurquer en direction de la surface selon un angle de 80°. Ceci traduit bien une tendance de la fissure à bifurquer vers la surface pour se retrouver orthogonale à celle-ci, phénomène déjà observé par Zhao (2000). De même que précédemment, le facteur K_{II} reste toujours négatif et faible et n'est donc pas représenté.

Le choc thermique provoqué par l'écoulement de métal liquide sur la dalle d'impact a donc pour effet un microécaillage de la surface et l'amorçage et la propagation de microfissures orthogonales et parallèles à la surface à une très faible profondeur dans la dalle d'impact.

III. TECHNIQUES DE SELECTION DES MATERIAUX : CREUSET SOUMIS AUX CHOCS THERMIQUES ET A LA CORROSION

Il existe actuellement un essai utilisé pour la sélection des matériaux réfractaires qui est celui du choc thermique en auto-creuset dont le trou est rempli de laitier synthétique. Cet essai vise à mettre en évidence l'influence de certains paramètres (choc thermique et corrosion) sur les changements de phase et leurs relations directes avec la dilatation des matériaux. Cependant, les conditions aux limites de ce type d'essais sont compliquées à maîtriser. L'histoire thermique est délicate à contrôler et nécessite donc l'application de thermocouples en différents points du creuset. Les niveaux de température élevés rendent les échantillons difficiles à manipuler. Enfin, les endommagements observés en fin d'essai proviennent de différentes causes et il n'est pas possible de savoir à quel moment ils apparaissent.

On cherche donc à mettre en place une analyse numérique de cet essai afin de mieux comprendre quels sont les facteurs responsables des endommagements observés sur les creusets après essai.

1. Resume de l'experience

Des essais de choc thermique couplés à de la corrosion sur des creusets de différentes compositions ont été réalisés au CEMHTI par Prigent (2008). Les essais ont été réalisés dans un four électrique à sole translatable facilitant la manipulation des creusets chauds (Figure 72).



Figure 72 Creuset en SFSC à la sortie du four (Prigent, 2008).

Les creusets, dont les dimensions sont données Figure 73, sont d'abord précuits à $1200^{\circ}C$ afin de se rapprocher des conditions réelles d'utilisation de la dalle d'impact lorsqu'elle est placée dans la poche à acier (préchauffage avant la première coulée). Après refroidissement, le trou du creuset est rempli de 90 *g* de poudre de laitier synthétique compactée, puis le creuset subit deux chocs thermiques : un choc ascendant et un choc descendant dans le but d'établir des relations entre l'imprégnation chimique du laitier, les changements de phases et de propriétés, ou encore la migration d'élément. Le four est donc porté à 1600°C, et ce n'est qu'une fois cette température stabilisée que le creuset est enfourné (choc dur ascendant). Les pertes calorifiques lors de l'ouverture du four sont responsables d'une baisse de la température. Lorsque la température est à nouveau stabilisée à 1600°C, le creuset est maintenu à cette température pendant deux heures avant d'être ressorti rapidement par le bas du four grâce à la sole translatable.



Figure 73 Dimension des creusets.

Il subit alors un choc thermique mou descendant qui affecte essentiellement les faces extérieures (non corrodées), ce qui ne correspond pas à la configuration générale des garnissages réfractaires. Pour concentrer le choc thermique sur l'intérieur du trou du creuset et sur la face supérieure, les faces latérales ont été protégées par des briques d'alumine « RI30 » lors de certains essais (Figure 74).



Figure 74 Position des thermocouples (TCi) lors des essais avec briques autour du creuset.

Pour évaluer l'évolution spatio-temporelle de la température dans le creuset lors des essais, quatre thermocouples ont été positionnés en différents points de la surface (Figure 74). Lors des essais avec briques, le thermocouple TC2 est coincé entre le creuset et une brique d'alumine. Compte tenu de l'incertitude concernant les flux thermiques échangés entre les surfaces du creuset et l'environnement (le four), les températures relevées par ces thermocouples ont servi à ajuster les coefficients d'échange thermique (radiatifs ou convectifs) lors des calculs numériques par éléments finis de sorte à retrouver les températures mesurées expérimentalement. Les résultats d'essai avec et sans briques sont présentés sur les graphes suivants.



Graphe 89 Températures mesurées par thermocouples pendant l'essai de choc thermique sur un creuset avec un support en RI30 <u>sans</u> briques de protection sur les côtés (Prigent, 2008).

Graphe 90 Températures mesurées par thermocouples pendant l'essai de choc thermique sur un creuset avec un support en RI30 <u>avec</u> des briques de protection en RI30 sur les côtés (Prigent, 2008).

Dans le cas présent, on ne s'intéresse qu'aux contraintes engendrées thermiquement lors des cycles et susceptibles d'endommager le creuset, aucun phénomène chimique n'est ici pris en compte. Les simulations numériques cherchent simplement à reproduire les champs de température dans le creuset pour calculer ensuite les contraintes thermiques. Il est ensuite possible d'avoir une idée de la contribution de ces contraintes pour justifier la présence de fissures observables sur les faces du creuset (comme on peut le constater sur la Figure 72).

2. Resultats numeriques des simulations thermoelastiques

Les simulations numériques ont été réalisées avec le code de calcul par éléments finis Abaqus Standard. Afin de limiter les temps de calculs, seul un huitième du creuset a été modélisé pour les simulations 3D (Figure 75). De plus, les calculs des champs de température et de contraintes-déformations ont été réalisés séparément. Les simulations se sont référées aux essais réalisés sans les briques RI30 afin de faciliter l'identification des conditions aux limites et l'analyse de l'influence du choc thermique en différents points du creuset.



Figure 75 Géométrie et maillage du huitième de creuset sans briques de protection.

Le calcul de thermique a été réalisé avec des éléments finis de type *DC3D4* (éléments tétraédriques, à 4 nœuds, à interpolations linéaires).

Les paramètres utilisés pour le creuset évoluent avec la température (Annexe IX). Pour le support, les valeurs utilisées ont été les suivantes :

Brique isolante 60 % d' Al_2O_3 (T_{max} d'utilisation 1550°C)			400° <i>C</i>	1000° <i>C</i>	1400° <i>C</i>
Conductivité thermique	$W. m^{-1}. K^{-1}$	0,32	0,37	0,43	0,7
Masse volumique	$kg.m^{-3}$	900	NA	NA	NA
Capacité calorifique	$J. kg^{-1}. K^{-1}$	1100	NA	NA	NA

Tableau 15 Paramètres du matériaux constituant le support (et les briques d'isolant).

En ce qui concerne les conditions aux limites, l'hypothèse classique est faite que le four est un corps noir à la température T (qui est la consigne du four). D'autre part, la prise en compte des facteurs de forme de la pièce réfractaire et du four réduit la valeur de l'émissivité du réfractaire (Cf. Annexe VII). Ceci explique qu'on puisse atteindre des valeurs d'émissivité de 0,1 lors de l'identification et modélisation des échanges thermiques pour retrouver les températures mesurées par les thermocouples. En réalité, cette valeur correspond à l'émissivité du matériau corrigée du facteur de forme (Cf. Remarque cidessous).

<u>Remarque</u>: On considère dans le cas général deux corps de surface S_1 et S_2 . Le corps 1 est à la température T_1 et à une émissivité ε_1 ; le corps 2 est à la température T_2 et à une émissivité ε_2 . La disposition de S_1 par rapport à S_2 implique de prendre en compte le facteur de forme entre les deux surfaces. On connait le flux radiatif reçu par la surface 2 en appliquant la loi des nœuds (par analogie avec les circuits électriques):



On note σ la constante de Stephan-Boltzmann et J_i la radiosité de la surface i.

Dans le cas où la surface 1 est un corps noir, ce qui signifie que $\varepsilon_1 = 1$, on trouve $J_1 = \sigma T_1^4$, ce qui simplifie grandement les calculs, pour aboutir à :

$$\varphi_{2} = -S_{2} \frac{\varepsilon_{2} F_{2-1}}{\varepsilon_{2} + F_{2-1}(1 - \varepsilon_{2})} \sigma (T_{2}^{4} - T_{1}^{4}) = -S_{2} \boldsymbol{E}_{2-1} \sigma (T_{2}^{4} - T_{1}^{4})$$

En première approximation, au vu des hypothèses citées précédemment, E_{2-1} peut alors être vu comme un coefficient d'émissivité global, prenant en compte le facteur de forme.

Les conditions aux limites en température et flux ont ainsi été appliquées au huitième de creuset de la façon suivante :



Figure 76 Conditions aux limites pour la modélisation sans briques de protection.

Une émissivité de 0,1 constante tout au long de la simulation et des coefficients de convection thermique *h* différents dans le trou et autour du creuset ont été appliqués comme le montre la Figure 76. A l'intérieur du trou, *h* varie de $40 W.m^{-2}.K^{-1}$ à la température ambiante à $20 W.m^{-2}.K^{-1}$ à 1600°*C*. Sous le support, la température a été imposée d'après les mesures réalisées par TC4. Ces paramètres sont ceux qui ont permis d'obtenir les résultats les plus proches des valeurs expérimentales en considérant que la température du milieu extérieur est de 1250°*C* lors de l'entrée du creuset, et croit linéairement pendant plus de deux heures pour atteindre 1600°*C*. Cette température est ensuite maintenue pendant deux heures. Puis une température extérieure de 25°C est imposée pour représenter l'environnement extérieur du four à la sortie de l'échantillon. La température en différents points représentant les positions des quatre thermocouples est ensuite relevée ce qui a permis de tracer le Graphe 91.



Graphe 91 Relevé des températures obtenues par simulation par EF <u>sans</u> briques de protection.

Graphe 92 Comparaison des températures mesurées du Graphe 89 et des températures calculées du Graphe 91.

On remarque que la température calculée par simulation numérique surestime les résultats expérimentaux. Pendant la chauffe, la température est globalement trop élevée et pendant le refroidissement, la température est plus faible que celle observée expérimentalement. La courbe de température la plus éloignée du relevé expérimental est celle du fond du trou (TC1). Ceci a une incidence sur la mesure effectuée sous le creuset (TC3). Cette erreur pendant la phase de chauffage s'explique par le fait qu'en réalité la température de consigne du four est différente de la température dans l'enceinte du four. On remarque que numériquement, la température au niveau des surfaces du creuset atteint la température de consigne ce qui n'est jamais le cas pour les résultats expérimentaux. De meilleurs résultats auraient été obtenus en considérant une température de consigne plus faible que celle appliquée en théorie au creuset lors de l'expérience. Lors du refroidissement, la température du creuset décroît trop rapidement. Les coefficients d'échanges thermiques devraient être différents lors de la montée et descente en température. Ceci peut être dû au fait que les transformations de phases qui ont eu lieu avec la montée en température modifient de manière importante les propriétés thermiques du réfractaires. De plus, lors de l'expérience, le choc thermique descendant s'opère sur le matériau corrodé. Les propriétés thermiques du matériau sont altérées par la corrosion, phénomène qui n'est pas pris en compte dans cette modélisation.

On cherche désormais à estimer l'influence de ce chargement sur l'état de contrainte du creuset. Le calcul mécanique (élastique) a été réalisé sur Abaqus Standard. Le creuset possède le même maillage, mais composé d'éléments de type C3D10M (tétraèdres à 10 nœuds, quadratiques).

Les résultats ci-dessous présentent les champs de contrainte selon la direction parallèle à la face latérale du creuset, σ_{22} .



Figure 77 Etat de contrainte σ_{22} au début des chocs ascendant et descendant sur la face du creuset.

Les contraintes σ_{22} les plus élevées surviennent au niveau du milieu de la face du creuset (Figure 77). Ces contraintes de compression sont très élevées lors du choc thermique ascendant ($\gg |-100 MPa|$). Ces contraintes sont bien supérieures à la résistance en compression du matériau qui n'est que de 55 *MPa* à température ambiante (cf. CHAPITRE II.III.1). Lors du choc thermique descendant, des contraintes de traction ($\gg 100 MPa$) apparaissent au même endroit et dépassent aussi largement la résistance en traction du matériau qui n'est plus qu'à peine 1 *MPa* à 1500°*C*.

On remarque donc facilement que, malgré le calcul thermo-élastique, les zones du creuset soumises aux contraintes les plus extrêmes correspondent aux zones fissurées du creuset à la sortie du four (Figure 72).



Figure 78 Etat de contrainte σ_{22} au début des chocs ascendant et descendant dans le trou. La zone entourée correspond à l'endroit où les contraintes sont maximales pendant le choc ascendant.

Au niveau du trou (Figure 78), la zone soumise aux contraintes les plus importantes est le raccord entre le fond du trou et la paroi verticale lors du choc thermique ascendant ($\approx 75 MPa$). Ce phénomène est plus marqué sur les champs de contrainte verticale σ_{33} (Figure 79, où le maillage n'est pas affiché pour plus de clarté), surtout lors de la période de chauffe. Lors de la période de refroidissement, les contraintes σ_{33} sont soumises à de la compression dans cette zone, il a donc été décidé de ne pas les présenter.



Figure 79 Etat de contrainte σ_{33} au début et à la fin de la période de chauffe au niveau du trou.

Ces contraintes vont faciliter l'amorçage et la propagation de fissures comme celles que l'on peut l'observer sur la Figure 80. Ces fissures vont permettre au laitier de s'y infiltrer et donc de corroder le matériau plus profondément.



Figure 80 Coupe d'un creuset ayant été soumis à un essai de corrosion et choc thermique (Prigent, 2007).

Malgré la simplicité du modèle de comportement introduit par la thermo-élasticité, les champs de contrainte thermiques obtenus ont permis de mieux comprendre l'apparition de l'endommagement survenant en cours d'essai seulement sous l'effet de la température. Ainsi, la phase de chauffe favoriserait l'amorçage des fissures au niveau du trou facilitant la pénétration du laitier ; et durant la période de refroidissement, des macrofissures verticales apparaîtraient au milieu des faces du creuset.

Des résultats plus précis pourront cependant être obtenus après l'implantation de la loi de comportement. La comparaison des résultats obtenus dans les deux cas permettra de connaître la part de l'influence des contraintes thermiques par rapport à celles dues aux transformations de phases.

IV. CONCLUSION

Pour caractériser l'état de contrainte dans la dalle d'impact lors des rotations successives, deux configurations ont été analysées : le cas où les dilatations latérales ne sont pas possibles ce qui représente l'architecture où la dalle est totalement bloquée, et le cas où ces dilatations sont libres uniquement pendant la phase de préchauffe, ce qui correspond à la présence d'un joint servant à compenser une partie des dilatations thermiques. Les calculs thermo-élastiques ont conduit à une surestimation de l'état de contrainte existant dans le fond de poche lors des rotations, même en faisant varier les paramètres thermomécaniques disponibles avec la température. Cependant, la forme du champ de contrainte a permis de vérifier que le blocage des dilatations pendant la phase de préchauffe favorise le soulèvement du fond de la poche. Dans le cas plus réaliste où les dilatations sont libres pendant cette période, les niveaux de contrainte élevés pourront être à l'origine de l'amorçage de fissures orthogonales à la surface qui faciliteront la pénétration du laitier lorsqu'elles débouchent à la surface. De plus, la transition du comportement du réfractaire d'élastique-quasi-fragile à viscoplastique (qui permet une relaxation des contraintes) pourrait être responsable de l'amorçage de macrofissure parallèles à la surface à quelques centimètres de profondeur. Ce phénomène est accentué par les transformations de phases dont les dilatations sont aussi responsables de l'apparition de fissures parallèles à la surface et dont les contraintes associées peuvent être deux fois plus importantes que les contraintes thermiques. Enfin, la pression induite par l'écoulement du métal liquide a une influence négligeable sur les champs de contraintes dans la dalle lors d'un calcul thermo-élastique.

En ce qui concerne le choc thermique, les calculs numériques ont permis de comprendre l'influence du choc thermique à un niveau plus local. Les temps considérés sont si courts qu'un calcul thermo-élastique avec des paramètres constants à leurs valeurs à 1200°C est suffisant, les effets dus à la viscosité ou aux transformations de phase n'ont alors pas le temps de se manifester. Les états de contrainte induits par le choc sont bien supérieurs à la limite à rupture du matériau. Le choc thermique est donc bien susceptible d'amorcer des fissures dans une très faible profondeur qui favoriseront un micro-écaillage. De plus, l'analyse de l'influence de la présence d'une microfissure parallèle à la surface a montré que celle-ci a tendance à se propager en direction de la surface lors du passage du front de température. Lorsque ces fissures coalescent, un écaillage se produit, caractéristique de l'érosion fragile qui se produit lors d'impacts par du fluide.

Enfin, les simulations numériques simplifiées ont été confrontées à la réalité en comparant les résultats de calculs par éléments finis (avec des paramètres matériaux qui varient avec la température) aux résultats d'expérience de chocs thermiques sur un creuset rempli de laitier. La première partie de la simulation a permis de recaler les coefficients d'échanges thermiques afin de retrouver au mieux les champs de température mesurés par les thermocouples pendant l'expérience. La température réelle du four probablement moindre que la température de consigne de celui-ci, a conduit à une surestimation de la température du creuset lors des simulations. Cependant, les calculs thermo-élastiques ont ensuite permis une évaluation des champs de contraintes thermiques. Les résultats ont montré que les zones de plus fortes contraintes correspondent aux principales fissures

observables sur les creusets après essai. Les simulations numériques simplifiées mises en œuvre ont donc permis une bonne estimation des résultats. Cependant, les valeurs seront plus précises lorsque les aspects visqueux et ceux liés aux transformations de phases pourront être pris en compte.

Partie D. EPILOGUE

CONCLUSION GENERALE

L'objectif de ce travail portait sur l'analyse du comportement mécanique du réfractaire des dalles d'impact afin de mieux comprendre les différents types de dégradations qui apparaissent et mènent à l'érosion progressive du fond de la poche à acier, voire à la ruine de la structure.

Dans un premier temps, il a fallu se familiariser avec les poches à acier, leur constitution et leur mode de fonctionnement. Cela s'est matérialisé par des séjours sur le site de l'aciérie de Dunkerque, mais aussi chez la société TRB pour ce qui concerne la fabrication du matériau. L'organisation et la hiérarchisation des données récupérées complétées par des observations de dalles post mortem ont permis de faire des premières hypothèses concernant la causalité de l'usure des dalles et d'établir ce qui allait servir de conditions aux limites pour les simulations numériques.

Afin d'identifier la part du comportement intrinsèque au matériau dans les endommagements observés, une campagne d'essais a été mise en place. Celle-ci devait permettre d'identifier un comportement mécanique sur une très large gamme de température, typiquement entre 1000°*C* et 1500°*C*. Des essais anisothermes ont complété cette campagne dans le but d'identifier l'influence des transformations chimiques sur le comportement mécanique. Parallèlement, des essais à température ambiante ont permis de réaliser des analyses statistiques selon une loi de Weibull et d'étudier la ténacité du béton grâce à une technique de mesure de champs par corrélation d'images.

Les résultats d'essais obtenus ont ensuite servi de base à la construction d'une loi de comportement dissymétrique traction-compression, rendant compte du caractère thermoélasto-viscoplastique du béton réfractaire, et prenant en considération les transformations de phases du matériau non imprégné. Cette loi n'a pour le moment pas pu être complètement identifiée suite au peu d'essais disponibles à l'heure de la rédaction de ce manuscrit et doit donc aussi être implantée numériquement dans un code de calcul par éléments finis.

De plus, des simulations numériques ont permis de mettre en évidence des facteurs pouvant agir sur l'usure de la dalle d'impact. La modélisation de l'érosion étant un phénomène trop lourd et compliqué à mettre en place par rapport aux axes fondamentaux de cette étude, la coulée a, par conséquent, été scindée en diverses étapes afin d'analyser séparément leur influence. Les simulations numériques ont donc porté, d'une part, sur l'analyse des rotations de la poche dans leur ensemble en ce qui concerne les analyses macroscopiques de la structure, i.e. à l'échelle de l'épaisseur du revêtement réfractaire du fond de la poche, et d'autre part, à une échelle plus fine, sur l'influence du choc thermique. Ceci a d'ailleurs donné lieu à la construction d'une solution analytique approchée d'un problème de conduction thermique ayant une condition en température mobile.

Les simulations mécaniques ont finalement permis de construire le Graphe 93 qui représente qualitativement les apparitions les plus probables des différents endommagements observables sur les dalles usées constituées de bétons de type SFSC (béton dans lesquels les spinelles se forment pendant le service). Le choc thermomécanique induit par la chute de métal liquide provenant du convertisseur va être à l'origine de l'amorçage de petites fissures parallèles et orthogonales à la surface et favorisera la propagation des microfissures existantes parallèles à la surface. Puis les remous dus au remplissage de la poche ainsi que certains outils d'affinage favoriseront une érosion localisée sous l'axe du jet à l'origine des cuvettes observées sur les cartographies réalisées par interférométrie laser. Pendant la phase d'affinage, alors que la température du matériau continue à augmenter, les dilatations importantes provoquées par les transformations de phases seront responsables de l'apparition de macrofissures parallèles à la surface à quelques centimètres de profondeur. Ensuite, le début du refroidissement produit un second choc thermique (descendant) qui engendrera des contraintes de traction dans les premiers centimètres de la dalle, où la viscosité du matériau a permis un relâchement des contraintes à la fin de l'affinage, ce qui pourra favoriser à nouveau la propagation de fissures orthogonales à la surface. Enfin, après la vidange, le laitier, stagnant sur le fond de la poche avant le nettoyage, va corroder les premiers centimètres du matériau et restera incrusté à la surface à certains endroits.

	Remplissage 5 minutes 1 1 Raffinage 2 heures Erosion ductile due aux remous par le remplissage et le procédé d'af	provoqués ffinage.
Endommagements	rofissures parallèles et orthogonales à la	Macrofissures parallèles à la surface à quelques centimètres de profondeur dues aux changements de phases et à la viscosité du matériau.
	ace dans les premiers millimètres d'épaisseur.	à cause du refroidissement et corrosion par le laitier au début de la phase à vide.
	1.1	temps

Graphe 93 Evolution qualitative de l'endommagement au sein de la dalle d'impact.

Ainsi, malgré la surestimation des contraintes liée à la prise en compte d'un comportement thermo-élastique, les résultats ont permis de dégager ces premières tendances qui peuvent être des axes de départ pour la poursuite de ce projet.

Epilogue

Enfin, la comparaison de simulations numériques avec les résultats d'essai de chocs thermiques et de corrosion sur un creuset permet de faciliter la compréhension de phénomènes analogues à ceux qui ont lieu lors de la vie des dalles d'impact. Les conditions aux limites peuvent être mieux maîtrisées et la variation de certains paramètres peut être directement mise en relation avec les endommagements observables sur les creusets après essai. A terme, ce type d'essai serait un bon moyen pour sélectionner les matériaux candidats à la constitution des dalles d'impact.

PERSPECTIVES

A court terme, il faudra procéder à l'achèvement de la campagne d'essais à hautes températures, notamment en ce qui concerne les essais de compression. Cela permettra de terminer l'identification du modèle mécanique et également des cinétiques des transformations chimiques. La loi de comportement devra être implantée dans un code de calculs par éléments finis, Abaqus par exemple. Les simulations numériques mécaniques déjà réalisées pourront alors être menées sur la base de ce nouveau comportement nonlinéaire couplé à la chimie ce qui permettra d'obtenir une meilleure estimation des champs de contrainte existants dans la dalle d'impact.

A plus long terme, la loi de comportement actuelle pourra être enrichie afin de prendre en compte des facteurs supplémentaires comme l'endommagement. Une campagne d'essais complémentaire dédiée à la mise en évidence et à la mesure des phénomènes d'endommagement est à envisager. Sur la base de ces observations, le modèle pourra être couplé à l'endommagement. En termes de calculs par éléments finis, cela conduira à des phénomènes de localisation pouvant représenter des sites d'amorçage de fissures et leur propagation.

A une échelle plus fine, l'hétérogénéité du matériau pourra aussi être prise en considération dans le comportement et l'analyse locale du choc thermique. Le choc thermique affecte une épaisseur plus petite que la microstructure, ce qui implique qu'elle pourra avoir un effet fort sur les résultats. Les hétérogénéités ont donc un rôle important sur l'état de contrainte local. Ce problème est cependant fortement couplé à l'état d'imprégnation. En effet, la corrosion a tendance à « lisser » la matière dans les premiers centimètres de profondeur. Prendre en compte les états d'imprégnation dans la modélisation est donc une perspective à ce travail.

Enfin, les phénomènes d'érosion pourront également être étudiés aux deux échelles. Lorsque le matériau est sain, le mode d'érosion est plutôt celui des matériaux hétérogènes (Wiederhom, 1979), et lorsque le matériau est très corrodé, l'érosion privilégiée serait celle des matériaux fragiles et ductiles.

Partie E. ANNEXES ET BIBLIOGRAPHIE

Annexe I. Paramètres, unité et conversions

Paramètre	Unités SI homogènes en mètres	Unités SI homogènes en millimètres
	$W. m^{-1}. K^{-1}$	$mW.mm^{-1}.K^{-1}$
Conductivite inermique k	ou <i>N</i> . <i>s</i> ⁻¹ . <i>K</i> ⁻¹	ou $N. s^{-1}. K^{-1}$
Massa volumiquo a	$kg.m^{-3}$	$T.mm^{-3}$
Masse vorunique p	ou $N. s^2. m^{-4}$	ou <i>N</i> . s^2 . mm^{-4}
Module d'Young F	$Pa ou N m^{-2}$	МРа
Module a Toulig E	Fu ou N. m	ou <i>N</i> . <i>mm</i> ⁻²
Dilatation thermique α	K ⁻¹	K^{-1}
	$J. kg^{-1}. K^{-1}$	$mJ.T^{-1}.K^{-1}$
Chaleur specifique C_{ε}	ou m^2 . K^{-1} . s^{-2}	ou mm^2 . K^{-1} . s^{-2}
Controinto a	Ра	МРа
Contrainte o	ou <i>N</i> . <i>m</i> ⁻²	ou <i>N.mm</i> ⁻²
Coefficient de convection thermique h	$W. m^{-2}. K^{-1}$	$mW.mm^{-2}.K^{-1}$
coencient de convection thermique n	ou $N. s^{-1}. m^{-1}. K^{-1}$	ou $N. s^{-1}. mm^{-1}. K^{-1}$
Diffusivité ĸ	$m^2 \cdot s^{-1}$	$mm^2 \cdot s^{-1}$
Effusivité	$N.m^{-1}.K^{-1}.s^{-1/2}$	$N.mm^{-1}.K^{-1}.s^{-1/2}$

Annexe II. Bilan des poches

Première campagne :

n° poche	campagne	âge	Nb VEC (V)	Nb DIP (4)	Nb RHOB (G)	RH+DIP (L)	DIP+RH (8)	PAS seule (0)	cause d'arrêt	Dalle
52	28/01/05- 16/02/05	80	21	19	14			26	fond	Criterion92SR
56	01/05/05- 19/05/05	81	19	15	27			20	fond	S220
63	23/04/05- 10/05/05	84	21	16	24	2	2	19	fond	S220 F6
66	10/03/05- 31/03/05	80	31	14	14		2	19	fond	S220 F6
69	24/04/05- 12/05/05	82	20	18	25			19	fond	S220 F6
70b	23/04/05- 16/05/05	95	19	21	30			25	fond	S220
71	05/01/05- 24/01/05	82	20	31	18		1	12	fond	S220

Seconde campagne :

n° poche	campagne	âge	Nb VEC (V)	Nb DIP (4)	Nb RHOB (G)	RH+DIP (L)	DIP+RH (8)	PAS seule (0)	cause d'arrêt	Dalle
57	29/11/07 - 12/12/07	50	12	8	17	1	0	12	cordon haut	V
56	8/12/07 - 24/12/07	77	9	28	17	0	3	20	fond	V
71	4/12/07 - 25/12/07	81	13	19	24	1	1	23	fond	V
70	15/11/07 - 4/12/07	73	13	24	23	0	1	12	cordon haut	V
56	5/01/08 - 21/01/08	77	19	13	17	1	0	27	cordon haut	V
60	12/01/08 - 6/02/08	76	30	15	10	0	0	21	cordon haut	V
59	26/01/08 - 17/02/08	85	16	20	23	0	1	25	cordon haut	С
60	14/02/08 - 3/03/08	66	9	13	24	0	1	19	fond	V
58	17/02/08 - 04/03/08	69	5	19	26	2	0	17	cordon haut	v
57	25/02/08 - 15/03/08	86	5	20	33	3	1	24	fond	С
59	29/02/08 - 22/03/08	88	3	22	28	1	0	34	fond	С
71	01/03/08 - 20/03/08	77	8	16	21	0	0	32	fond	V
57	22/03/08 - 10/04/08	85	5	29	25	2	3	21	fond	С
68	26/03/08 - 12/04/08	84	15	22	26	0	4	17	fond	С
66	31/03/08 - 17/04/08	77	2	25	24	1	0	25	fond	С
59	30/03/08 - 17/04/08	76	14	24	21	0	1	16	fond	С
71	29/03/08 - 16/04/08	89	6	29	21	1	1	31	fond	С

Annexe III. Bilan des essais réalisés

Les tableaux suivants résument les éprouvettes qui ont été testées au LMT, chez TRB (par Grégory Lefebvre et Laurent Skrobacki) et chez ICAR (par Orianne Ritz).

1. POUR LES ESSAIS DE COMPRESSION

a. A froid

Protocoles Matériau	PC1	PC2	PC3	PC4
Muteriau	PC1R1	PC2R1 : vierge	PC3R1	PC4R1
	4 petites jauges	4 petites jauges	3 petites jauges	3 petites jauges
	H = 58,27 R = 12,55 $\Delta h = 0,06$	$H = R = \Delta h = \Delta h$	H = 58,27 R = 12,59 $\Delta h =$	H = 59,05 R = 12,58 $\Delta h = 0,07$
	<u>PC1R2</u>	<u>PC2R2</u>	<u>PC3R2</u>	<u>PC4R2</u>
REF	3 petites jauges	3 petites jauges	3 petites jauges DIC	3 petites jauges DIC
	H = 57,91 R = 12,52 $\Delta h = 0,05$	H = 57,91 R = 12,52 $\Delta h = 0,05$	H = 58,16 R = 12,52 $\Delta h = 0,11$	H = 58,07 R = 12,51 $\Delta h = 0,12$
	PC1R3	PC2R3	PC3R3	<u>PC4R3</u>
		3 Grandes jauges DIC	DIC	DIC
	H = 58,14 R = 12,55 $\Delta h = 0,08$	H = 59,15 R = 12,67 $\Delta h = 0,08$	H = 58,22 R = 12,54 $\Delta h = 0,08$	H = 58,94 R = 12,48 $\Delta h = 0,05$
	<u>PC1S1</u>	<u>PC2S1</u>	<u>PC3S1</u>	<u>PC4S1</u>
	4 petites jauges	4 petites jauges	3 petites jauges	3 petites jauges
	H = 58,98 R = 12,67 $\Delta h = 0,06$	H = 59,06 R = 12,54 $\Delta h = 0,06$	H = 58,97 R = 12,56 $\Delta h = 0,04$	H = 59,05 R = 12,74 $\Delta h = 0,08$
	<u>PC1S2</u>	<u>PC2S2</u>	<u>PC3S2</u>	<u>PC4S2</u>
SEA	3 petites jauges DIC	3 petites jauges DIC	3 petites jauges DIC	3 petites jauges DIC
	H = 59,13 R = 12,52 $\Delta h = 0,04$	H = 58,97 R = 12,37 $\Delta h = 0,03$	H = 58,69 R = 12,59 $\Delta h = 0,06$	H = 58,8 R = 12,46 $\Delta h = 0,06$
	<u>PC1S3</u>	<u>PC2S3</u>	<u>PC3S3</u>	<u>PC4S3</u>
	DIC	3 Grandes jauges DIC	DIC	DIC
	H = 58,67 R = 12,57 $\Delta h = 0,06$	H = 59,11 R = 12,68 $\Delta h = 0,06$	H = 59,1 R = 12,54 $\Delta h = 0,11$	H = 59,18 R = 12,6 $\Delta h = 0,04$

Tableau 16 Récapitulatif des essais de compression réalisés (LMT-Cachan) précisant les moyens de mesure utilisés en plus des capteurs de la machine, et les dimensions (en *mm*) des éprouvettes.

Protocole Matériau	PC1	PC2	PC3	PC4
REF	H = 58,03	H = 58,99	H = 58,07	H = 58,10
	R = 12,55	R = 12,55	R = 12,54	R = 12,63
SEA	H = 59,02	H = 58,99	H = 59,02	H = 59,94
	R = 12,66	R = 12,63	R = 12,62	R = 12,40

Tableau 17 Géométrie des éprouvettes des essais de compression simple réalisés chez TRB à la température ambiante.

b. A chaud

Protocole Matériau	PC1	PC2	PC3 (échecs)	PC4
REF à 1000°C	H = 57,98 R = 12,49	H = 59,02 R = 12,46	H = 58,04 R = 12,5	
REF à 1400°C	H = 57,96 R = 12,47	H = 58,03 R = 12,53	H = 57,89 R = 12,58	

Tableau 18 Géométrie des éprouvettes des essais de compression simple réalisés chez TRB, sur le matériau REF uniquement, à hautes températures.

2. POUR LES ESSAIS DE FLEXION 3-POINTS

a. A froid

Protocoles	PF3P1	PF3P2
Materiau	D1Eo	D160
	KIJA	<u>K10a</u>
REF	<i>b</i> = 24,95	<i>b</i> = 25,06
$(L_a = 74, 81 mm)$	<u>R15b</u>	<u>R16b</u>
	<i>b</i> = 24,95	<i>b</i> = 24,98
	<u>S15a</u>	<u>S16a</u>
SEA	<i>b</i> = 25,14	<i>b</i> = 25,12
$(L_a = 74, 81 mm)$	<u>S15b</u>	<u>S16b</u>
	<i>b</i> = 25,23	<i>b</i> = 25,25
	<u>CEM1</u>	<u>CEM3</u>
СЕМ	<i>b</i> = 39,86	<i>b</i> = 39,94
$(L_a = 150 mm)$	<u>CEM2</u>	<u>CEM4</u>
	<i>b</i> = 40,27	<i>b</i> = 40,37

 Tableau 19 Récapitulatif des essais de flexion 3 points réalisés (LMT-Cachan) à température ambiante.

b. A chaud

Protocole Matériau	PF3P1	PF3P2
	<u>R18a</u>	
REF à 1000° <i>C</i>	<i>b</i> = 25,11	
$(L_a = 80 mm)$	<u>R25a</u>	
	<i>b</i> = 25,17	
	<u>R22a</u>	<u>R21b</u>
REF à 1200° <i>C</i>	b = 25,10	<i>b</i> = 25,15
$(L_a = 80 mm)$	<u>R23a</u>	
	<i>b</i> = 25,10	
	<u>R23b</u>	<u>R27b</u>
REF à 1400° <i>C</i>	b = 25,11	<i>b</i> = 25,11
$(L_a = 80 mm)$	<u>R25b</u>	
	<i>b</i> = 24,95	
	<u>R22b</u>	<u>R24b</u>
REF à 1500° <i>C</i>	<i>b</i> = 24,98	<i>b</i> = 25,07
$(L_a = 80 mm)$	<u>R26a</u>	
	<i>b</i> = 25,00	

 Tableau 20 Bilan des essais réalisés en flexion 3 points sur le matériau REF à hautes températures.

Protocole Matériau	PF3P1	PF3P2
	<u>S27a</u>	<u>S26a</u>
SEA à 1400° <i>C</i>	<i>b</i> = 25,04	<i>b</i> = 25,04
$(L_a = 80 mm)$	<u>S29a</u>	
	<i>b</i> = 24,08	
	<u>S26b</u>	<u>S27b</u>
SEA à 1500° <i>C</i>	<i>b</i> = 25,07	<i>b</i> = 25,09
$(L_a = 80 mm)$	<u>S30</u>	
	<i>b</i> = 25,09	

Tableau 21 Bilan des essais réalisés en flexion 3 points sur le matériau SEA à hautes températures.

3. POUR LES ESSAIS ANISOTHERMES

Protocole Matériau	EDT	ASC
	$\dot{\theta} = 150^{\circ}C. h^{-1}$ $\sigma = -0.01 MPa$ $D = 50.32$ $d = 12.29$ $H = 49.99$ $\dot{\theta} = 150^{\circ}C. h^{-1}$ $\sigma = -0.1 MPa$	
REF	b = -0,1 MPa $D = 50,18$ $d =$ $H = 49,94$	à 20005 L-1
	$\theta = 150^{\circ}C. h^{-1}$ $\sigma = -0.2 MPa$ $D = 49.78$ $d =$ $H = 48.65$	$\theta = 300^{\circ}C. h^{-1}$ $\sigma = -0.2 MPa$ $D = 50.1$ $d =$ $H = 49.41$
СЕМ	$\dot{\theta} = 150^{\circ}C. h^{-1} \\ \sigma = -0.01 MPa \\ D = 49.91 \\ d = 12.1 \\ H = 50.56$	$\dot{\theta} = 300^{\circ}C. h^{-1}$ $\sigma = -0.2 MPa$ D = 49,78 d = H = 50,31

Annexe IV. Mesures des rigidités des machines d'essais

Les mesures du déplacement par le vérin de la presse (notées U_v) ou du déplacement relatif des deux têtes d'amarrage de l'éprouvette par des capteurs différentiels (notées U_c) sont utilisées dans les essais à froid et chaud (essais TRB et ICAR).

On note une non-linéarité plus ou moins marquée au début du chargement due à la mise en place de l'éprouvette. On peut limiter cet effet en réalisant, avant la phase de chargement, des petits cycles de charge-décharge à des niveaux de contraintes faibles pour faciliter l'adaptation de la rotule pour compenser le défaut de parallélisme. Si U_{reel} est le déplacement relatif réel de l'éprouvette soumise à un effort *F*, ce déplacement est différent de celui mesuré (U_v ou U_c). On a donc :

$$U_{v}(F) = U_{reel}(F) + \Delta U(F)$$

Pour évaluer l'erreur commise ΔU , une solution consiste à mesurer le déplacement U_v ou U_c en effectuant un essai sur une éprouvette de référence de section S_{ref} et de longueur L_{ref} en acier ou alumine de rigidité connue K_{ref} ,

$$F = K_{ref} U$$
 où $K_{ref} = E_{ref} \frac{S_{ref}}{L_{ref}}$

On peut alors en déduire une courbe d'étalonnage de la presse $\Delta U_p(F)$ par :

$$U = U_{ref} + \Delta U_p(F)$$

Les courbes d'essais corrigées sont ensuite obtenues par :

$$U_{\nu c} = U_{\nu} - \Delta U_{\nu}(F)$$

qui permettra de se rapprocher de U_{reel} .

La figure suivante présente les corrections qui ont été apportées aux mesures brutes de U_v . Au LMT Cachan, la mesure de la rigidité de la machine d'essai a été obtenue en mettant directement en contact les deux têtes d'amarrage lorsque le dispositif le permettait, sinon sur un bloc d'acier. Chez TRB, celle-ci a été réalisée grâce à une éprouvette cylindrique en Jargal (H = 47,96 mm et D = 20,35 mm) et chez ICAR des barrettes de Jargal ($25 \times 25 \times 100 mm^3$) ont été utilisées.

1. MACHINE TRB EN COMPRESSION SIMPLE



Graphe 94 Correction à apporter aux mesures machine de TRB pour la première série d'essais de compression aux différentes températures.



Graphe 95 Correction à apporter aux mesures machine de TRB pour la deuxième série d'essais de compression aux différentes températures.



Graphe 96 Correction à apporter aux mesures machine du LMT pour les essais de compression simple.



Graphe 97 Correction à apporter aux mesures machine du LMT pour les essais de flexion 3 points.

2. MACHINE LMT EN COMPRESSION ET EN FLEXION A FROID



3. MACHINE ICAR EN FLEXION 3 POINTS

Graphe 98 Correction à apporter aux mesures machine d'ICAR pour les essais de flexion 3 points aux différentes tempétratures.

Annexe V. Définition du coefficient radioconvectif

En se basant sur un exemple de transfert thermique global à travers une paroi (en tenant compte des échanges par conduction à l'intérieur de la paroi et par convection et rayonnement entre la paroi et le milieu extérieur) à l'équilibre, les différents flux tendent à se compenser. La température dans un solide soumis à des conditions mixtes, i.e. à la fois en température et en flux, est la température qui à tout instant permet de vérifier :

$$\Phi_{conductif} + \Phi_{convectif} + \Phi_{radiatif} = 0$$

Le transfert thermique entre la paroi et le milieu extérieur est la somme d'un transfert thermique par convection et d'un transfert thermique par rayonnement. Il est alors possible de simplifier le problème en définissant un coefficient d'échange radioconvectif h qui tient compte des deux modes de transfert thermique. Considérons une paroi, dont l'une des deux faces, de surface S et d'émissivité ε , est à la température T_s . on note h_c le coefficient d'échange par convection entre la paroi et le milieu extérieur à la température T_a . Le flux thermique total sur toute la surface est donc égal à la somme du flux thermique dû aux échanges par convection et du flux thermique dû aux échanges par rayonnement :

$$\Phi = \Phi_{convectif} + \Phi_{radiatif}$$

où :

$$\Phi_{convectif} = S\varphi_{convectif} = h_c S(T_s - T_a)$$

$$\Phi_{radiatif} = \epsilon S\sigma(T_s^4 - T_a^4) = \epsilon S\sigma(T_s^2 + T_a^2)(T_s + T_a)(T_s - T_a) = h_r S(T_s - T_a)$$

avec :

$$h_r = \epsilon \sigma \left(T_s^2 + T_a^2 \right) (T_s + T_a) \approx 4 \epsilon \sigma T_m^3$$

où T_m est la température moyenne : $T_m = \frac{T_s + T_a}{2}$.

Le flux thermique total peut alors s'exprimer de la façon suivante :

$$\Phi = (h_c + h_r)S(T_s - T_a) = hS(T_s - T_a)$$

où h est le coefficient d'échanges radioconvectifs. Cette linéarisation facilite généralement l'identification des paramètres thermiques du problème. Cependant, la modélisation de la physique mise en jeu en est appauvrie. Ainsi lors des modélisations numériques, on cherchera à différencier le coefficient de convection de l'émissivité autant que faire se peut.
Annexe VI. Modélisation d'un écoulement turbulent multiphasique

1. MODELISATION DE L'ECOULEMENT MULTIPHASIQUE

Le modèle VOF (Volume of Fluide) est particulièrement adapté pour l'étude de l'écoulement de phases immiscibles et lorsque l'on cherche à déterminer l'interface entre un gaz et un fluide. Un schéma de résolution explicite en temps, avec un affinage automatique du pas de temps, est utilisé pour résoudre les équations de volume, ce pas de temps étant sensible à la valeur du nombre de Courant.

a. Conservation de la masse

Dans le cas d'un problème multiphasique, l'équation de continuité qui permet de définir les limites entre les phases se base sur la solution de l'équation de continuité pour chaque phase. Ainsi, pour une phase q, l'équation prend la forme suivante :

$$\frac{1}{\rho_q} \left[\frac{\partial}{\partial t} (\alpha_q \rho_q) + \nabla \cdot (\alpha_q \rho_q \vec{v}_q) = S_{\alpha_q} + \sum_{p=1}^n (\dot{m}_{pq} - \dot{m}_{qp}) \right]$$

où \dot{m}_{qp} est le transfert de masse de la phase q à la phase p et \dot{m}_{pq} celui de la phase p à la phase q. S_{α_q} est le terme source. L'équation n'est cependant pas résolue pour la phase primaire qui est en fait déduite de la propriété suivante :

$$\sum_{q=1}^{n} \alpha_q = 1$$

Dans notre cas, la phase considérée comme la phase primaire est l'acier liquide, car c'est la phase possédant la plus forte densité.

b. Conservation du moment

Le modèle VOF a l'avantage de n'avoir à résoudre qu'une seule équation de moment sur le domaine. Le champ de vitesse qui en résulte est ensuite partagé entre les phases. La dépendance à la fraction volumique de chaque phase se fait au travers des paramètres ρ et μ :

$$\frac{\partial}{\partial t}(\rho \vec{v}) + \nabla \cdot (\rho \vec{v} \vec{v}) = -\nabla p + \nabla \cdot [\mu (\nabla \vec{v} + \nabla \vec{v}^T)] + \rho \vec{g} + \vec{F}$$

c. Conservation de l'énergie

Il en est de même pour la conservation de l'énergie E :

$$\frac{\partial}{\partial t}(\rho E) + \nabla \cdot \left(\vec{v}(\rho E + p) \right) = \nabla \cdot \left(\lambda_{eff} \nabla T \right) + S_h$$

où λ_{eff} est la conductivité thermique effective ; S_h est un terme source, qui comprend les contributions du rayonnement ainsi que des sources de chaleur volumiques. Dans notre cas, $S_h = 0$.

2. MODELE DE TURBULENCE

Le modèle choisi est le $k - \epsilon$ realizable (Shih,1995). Ce modèle à deux équations de transport combine la relation de Boussinesq et la définition de la viscosité turbulente.

Les équations de transport sont alors modélisées par :

$$\frac{\partial}{\partial t}(\rho k) + \frac{\partial}{\partial x_j}(\rho k u_j) = \frac{\partial}{\partial x_j} \left[\left(\mu + \frac{\mu_t}{\sigma_k} \right) \frac{\partial k}{\partial x_j} \right] + G_k + G_b - \rho \epsilon - Y_M + S_k$$

et :

$$\frac{\partial}{\partial t}(\rho\epsilon) + \frac{\partial}{\partial x_j}(\rho\epsilon u_j) = \frac{\partial}{\partial x_j} \left[\left(\mu + \frac{\mu_t}{\sigma_\epsilon} \right) \frac{\partial \epsilon}{\partial x_j} \right] + \rho C_1 S \epsilon - \rho C_2 \frac{\epsilon^2}{k + \sqrt{\nu\epsilon}} + C_{1\epsilon} \frac{\epsilon}{k} C_{3\epsilon} G_b + S_{\epsilon}$$

avec :

$$C_1 = \max\left[0,43; \frac{\eta}{\eta+5}\right], \quad \eta = S\frac{k}{\epsilon}, \quad S = \sqrt{2S_{ij}S_{ij}} \quad S_{ij} = \frac{1}{2}\left(\frac{\partial u_j}{\partial x_i} + \frac{\partial u_i}{\partial x_j}\right)$$

où G_k représente la génération d'énergie cinétique de la turbulence due au gradient de la vitesse, G_b représente la génération d'énergie cinétique de la turbulence due à la flottabilité, Y_M représente la contribution de la dilatation fluctuante de la turbulence compressible au taux de dissipation total, C_2 et $C_{1\epsilon}$ sont des constantes, σ_k et σ_ϵ sont les nombres de Prandtl pour un écoulement turbulent correspondant à k et ϵ , S_k et S_ϵ sont des termes sources. C_2 , σ_k et σ_ϵ ont été déterminées de façon à assurer une bonne performance du modèle pour certains écoulements canoniques, soit : $C_{1\epsilon} = 1,44$, $C_2 = 1,9$, $\sigma_k = 1$ et $\sigma_\epsilon = 1,2$. La viscosité turbulente est alors modélisée par l'équation suivante :

$$\mu_t = \rho C_\mu \frac{k^2}{\epsilon}$$

où C_{μ} n'est pas une constante, contrairement aux autres modèles $k - \epsilon$ habituels :

$$C_{\mu} = \frac{1}{A_0 + A_S \frac{kU^*}{\epsilon}}$$

où : $U^* = \sqrt{S_{ij}S_{ij} + \tilde{\Omega}_{ij}\tilde{\Omega}_{ij}}$, avec $\tilde{\Omega}_{ij} = \Omega_{ij} - 2\epsilon_{ijk}\omega_k$ et $\Omega_{ij} = \overline{\Omega_{ij}} - \epsilon_{ijk}\omega_k$; $\overline{\Omega_{ij}}$ étant la valeur moyenne du tenseur taux de rotation dans le repère de référence rotatif de vitesse angulaire ω_k . Enfin : $A_0 = 4,04$ et $A_S = \sqrt{6}\cos\phi$, où $\phi = \frac{1}{3}\cos^{-1}(\sqrt{6}W)$, $W = \frac{S_{ij}S_{jk}S_{ki}}{\tilde{S}^3}$, $\tilde{S} = \sqrt{S_{ij}S_{ij}}$.

Annexe VII. Précis de thermique

A la base de l'étude des transferts thermiques se trouvent les concepts de quantité de chaleur et de différence de température qui sont définis par les principes mêmes de la thermodynamique :

- équivalence de la chaleur et du travail comme forme particulière de l'énergie (premier principe) ;
- mesure du déséquilibre thermique relatif de deux systèmes par leur différence de température, la valeur de cette différence caractérisant le sens et l'intensité de l'énergie calorifique transférée (second principe).

La thermodynamique ne s'attache, dans sa forme classique, qu'à des états d'équilibre. L'étude des mécanismes d'échanges thermiques s'est donc développée indépendamment. Ainsi, deux corps solides, liquides ou gazeux, en contact l'un avec l'autre sont en équilibre thermique si leurs températures sont égales. Sinon, il y a transfert de chaleur entre ces deux corps par l'un des modes de transferts thermiques suivants :

- transfert thermique par conduction,
- transfert thermique par convection,
- transfert thermique par rayonnement,
- transfert thermique mixte s'il y a association de plusieurs de ces modes.

1. LA CONDUCTION

La conduction est la seule façon de transmettre de la chaleur dans les milieux solides opaques. Ce mode de transfert de chaleur se produit sans mouvement de matière et est régi par la loi de Fourier, qui pour un milieu isotrope se met sous la forme suivante :

$$\vec{\phi}_{convectif} = S\vec{\phi}_{conductif} = -k S \overrightarrow{\text{grad}}T = \frac{d\vec{Q}}{dt}$$

où $\varphi_{conductif}$ la densité de flux s'exprime en $W.m^{-2}$ donc $\Phi_{convectif}$ en W, et Q est l'énergie calorifique en Joules. Associée à l'équation de conservation de l'énergie, on obtient en régime transitoire (en considérant que le milieu est homogène et isotrope) l'équation de la chaleur :

 $k \Delta T + r_T = \rho c \frac{\partial T}{\partial t}$ si les coefficients restent constants avec la température $\Delta T - \frac{1}{\kappa} \frac{\partial T}{\partial t} + \frac{1}{k} \frac{dk}{dT} \left(\overrightarrow{\text{grad}} T \right)^2 + \frac{r_T}{k} = 0$ si les coefficients dépendent de la température

où *c* est la chaleur spécifique en *J*.*K*⁻¹.*kg*⁻¹, ρ est la masse volumique en *kg*.*m*⁻³ et *k* est le coefficient de conduction thermique en *W*.*m*⁻¹.*K*⁻¹, et *r*_T une source interne de chaleur. On appelle diffusivité thermique $\kappa = \frac{k}{\rho C_p}$ exprimée en *m*².*s*⁻¹. On définit ainsi le temps caractéristique $\tau_{th} = \frac{L^2}{\kappa}$ ou *L* est la longueur caractéristique, du problème considéré.

On rappelle aussi l'expression du nombre de Fourier *Fo* qui est le rapport d'un terme κt (en m^2) qui correspond au carré de la profondeur de pénétration d'une perturbation thermique dans un corps au bout du temps t, et d'une longueur caractéristique L de se corps, au carré :

$$Fo = \frac{\kappa t}{L^2} = \frac{t}{\tau_{th}}$$

Il caractérise donc la pénétration de la chaleur en régime variable. Le nombre de Fourier peut intervenir au travers des critères de stabilité dans les calculs numériques.

<u>Remarque</u> : C'est la conductivité thermique k qui prédomine en régime permanent, et c'est la diffusivité thermique κ en régime transitoire.

Dans les solides, la conduction est prédominante, contrairement aux liquides et aux gaz pour lesquels la convection et le rayonnement sont les principaux modes de transmission de la chaleur.

2. LA CONVECTION

Le transfert thermique par convection est le mode de transmission de la chaleur au sein des fluides, ou entre un fluide en mouvement et un solide. On fait l'hypothèse dans ce cas que le régime du fluide est établi. On distingue la convection forcée dans laquelle le mouvement du fluide est produit par une action extérieure (ventilateur...) et la convection libre, ou naturelle, dans laquelle le mouvement du fluide ne résulte que de la différence de densité entre les particules chaudes et froides du fluide. La modélisation exacte de ces phénomènes pose donc généralement des problèmes de mécanique des fluides complexes qu'il n'est pas possible de résoudre directement. La loi de Newton :

$$\Phi_{convectif} = S\varphi_{convectif} = hS(T_s - T_f)$$

où :

- $\varphi_{convectif}$ est le flux thermique surfacique échangé par convection en $W.\,m^{-2}$;
- *h* est le coefficient d'échange par convection en $W. m^{-2}. K^{-1}$ (Van Dyke, 1982),
- T_s est la température à la surface du solide,
- T_f la température du fluide en mouvement du milieu ambiant,

permet alors, par analogie avec la conduction, de n'introduire que le coefficient h de sorte que $\varphi_{convectif}$ soit proportionnel à la différence des températures. Pour déterminer le flux thermique échangé par convection il est seulement nécessaire de connaitre le coefficient h. Ce dernier est déterminé par des formules empiriques faisant intervenir des nombres caractéristiques sans dimension.

On introduit enfin la résistance au transfert thermique : $R = \frac{1}{h}$ en $K.m^2.W^{-1}$.

3. Le rayonnement

Enfin, le rayonnement est une énergie émise sous forme d'ondes électromagnétiques, qui se transforment en chaleur lorsqu'elles sont absorbées par un corps. C'est de ce fait la seule possibilité d'échange thermique entre deux corps distants, même placés dans le vide. Ce phénomène est principalement régi par la loi de Stefan-Boltzmann qui se déduit par intégration sur l'ensemble des longueurs d'onde de la relation fondamentale obtenue par Planck dans sa théorie des quanta. Cependant, les lois du rayonnement dans leur intégralité sont au nombre de 5 : aux lois de Stefan-Boltzmann et de Planck il faut ajouter les deux lois de Wien pour l'émission du rayonnement thermique, et la loi de Kirchhoff pour lier l'émission à l'absorption d'un corps.

a. Définitions générales

Le transfert thermique par rayonnement s'effectue sans support matériel et se caractérise par la propagation d'ondes électromagnétiques. Cinq flux thermiques surfaciques peuvent coexister (Figure 81) :

- Flux incident φ_i en $W. m^{-2}$
- Flux émis φ_e en $W. m^{-2}$
- Flux absorbé φ_a en $W.m^{-2}$
- Flux réfléchi φ_r en $W.m^{-2}$
- Flux transmis φ_t en $W. m^{-2}$



Figure 81 Flux thermique dans un corps.

Une partie du flux incident est en fait absorbé alors que le reste est réfléchi. Pour un corps opaque, le flux transmis étant égale à zéro, on peut alors décomposer le flux incident de la façon suivante :

$$\varphi_i = \varphi_a + \varphi_r$$

On peut définir le flux sortant qui est égal à la somme des flux émis et des flux réfléchis :

$$\varphi_s = \varphi_e + \varphi_r$$

Le flux radiatif φ est égal à la différence du flux émis et du flux absorbé :

$$\varphi = \varphi_e - \varphi_a = (\varphi_e + \varphi_r) - (\varphi_a + \varphi_r) = \varphi_s - \varphi_i$$

b. Flux émis et luminance

On définit enfin le flux total Φ_j pour une surface S_j qui est égal au produit de la surface S_j par le flux φ_j par unité de surface dS_j . Si l'on considère le flux émis, la notation sera la suivante :

$$\Phi_{e,j} = S_j \varphi_{e,j}$$

Le flux émis par une unité de surface dS à la température T selon la direction $\vec{\delta}$, pour des photons de longueur d'onde λ a pour expression :

$$\varphi_e = \int_{\lambda=0}^{\infty} \int_{\theta=0}^{\pi/2} \int_{\varphi=0}^{2\pi} \mathcal{L}_{\lambda,e}(\lambda,\theta,\varphi,T) \cos\theta \,\mathrm{d}\Omega \,\mathrm{d}\lambda$$

avec $d\Omega = \sin \theta \, d\theta d\varphi$, et Ω est l'angle solide. On appelle $L_{\lambda,e}(\lambda, \theta, \varphi, T)$ la luminance monochromatique du corps, la luminance totale est donc donnée par la somme de toutes les longueurs d'onde :

$$\mathcal{L}_{e}(\theta,\varphi,T) = \int_{\lambda=0}^{\infty} \mathcal{L}_{\lambda,e}(\lambda,\theta,\varphi,T) \,\mathrm{d}\lambda$$

ce qui donne comme expression du flux émis pour une surface isotrope :

$$\varphi_e = \pi L_e(T)$$

c. Emissivité d'un corps et loi de Planck

Un corps noir absorbe la totalité du flux incident ; sa luminance monochromatique a donc pour expression :

$$L^{0}_{\lambda}(\lambda,T) = \frac{C_{1}\lambda^{-5}}{\exp\left(\frac{C_{2}}{\lambda T}\right) - 1}$$

C'est la loi de Planck, avec :

- $C_1 = 2hc_{\lambda}^2 \approx 1,19.10^{-16} \,\mathrm{W.m^2}$
- $C_2 = \frac{hc_{\lambda}}{k} \approx 1,44.10^{-2} \text{ m.K}$
- *h* est la constante de Planck, qui vaut 6,6255. 10^{-34} *J*. *s*
- k est la constante de Boltzmann, qui vaut 1,3805. 10^{-23} J. K^{-1}
- $c_{\lambda} = \frac{c}{n_{\lambda}}$ est la vitesse du rayonnement électromagnétique, *c* est la vitesse de la lumière et

 n_{λ} l'indice de réfraction du milieu pour la longueur d'onde λ .

La luminance totale du corps noir vaut alors :

$$\mathbf{L}^0 = \frac{\sigma T^4}{\pi}$$

où σ est la constante de Stephan-Boltzmann : σ = 5,67. 10⁻⁸ W.m⁻².K⁻⁴.

Ainsi, la puissance du rayonnement thermique émis par unité de surface d'un corps noir est donnée par :

$$\varphi_e = \sigma T^4$$

L'émissivité, ou facteur d'émission, ϵ de la surface d'un corps réel est alors définie comme le rapport de la luminance monochromatique de la surface du corps réel à la luminance monochromatique du corps noir :

$$\epsilon_{\lambda}(\lambda,\theta,\varphi,T) = \frac{\mathrm{L}_{\lambda,e}(\lambda,\theta,\varphi,T)}{\mathrm{L}_{\lambda}^{0}(\lambda,T)}$$

On appelle surface *diffuse* ou *isotrope* la surface d'un corps dont l'émissivité est indépendante de la direction de propagation $\vec{\delta}$ du rayonnement. L'émissivité d'un corps noir est indépendante de la longueur d'onde λ et de la direction de propagation $\vec{\delta}$ du rayonnement, elle vaut 1.

<u>Remarque :</u> Un corps dont la luminance est constante dans toutes les directions est aussi appelé un corps <u>lambertien</u>.

d. Définition du facteur de forme

Hypothèses de départ :

- Les surfaces sont opaques, isothermes et isotropes
- La luminance monochromatique incidente $L_{\lambda,i,j}$ pour une surface S_j est indépendante de la direction de propagation $\vec{\delta}$ du rayonnement.

Lorsque deux surfaces S_j et S_k sont en vis-à-vis (ce qui n'implique pas qu'elles doivent être parallèles), la surface S_k émet un flux incident sur la surface S_j . Le flux monochromatique partant de S_k a l'expression suivante :

$$\mathrm{d}\Phi_{\boldsymbol{\lambda},p,k} = S_k d\lambda \int_{\theta=0}^{\pi/2} \int_{\varphi=0}^{2\pi} \mathrm{L}_{\boldsymbol{\lambda},p,k}(\boldsymbol{\lambda},T_k) \cos\theta \,\mathrm{d}\Omega = S_k \pi \mathrm{L}_{\boldsymbol{\lambda},p,k}(\boldsymbol{\lambda},T_k) d\boldsymbol{\lambda}$$

Cependant, le flux monochromatique incident sur la surface S_i a pour expression :

$$d\Phi_{\boldsymbol{\lambda},i,k\to j} = d\boldsymbol{\lambda} \int_{S_j} \int_{S_k} L_{\boldsymbol{\lambda},p,k}(\boldsymbol{\lambda},T_k) \cos\theta_j \,\mathrm{d}\Omega_j \,\mathrm{d}S_j$$

avec $d\Omega_j = \frac{\cos \theta_k dS_k}{d^2}$ où d est la distance entre les deux centres des surfaces élémentaires dS_j et dS_k . En faisant le rapport entre ces deux flux, on fait apparaitre un coefficient que l'on nomme facteur de forme et qui représente la partie du flux émergeant de S_k qui arrive sur S_j , on le note F_{k-j} :

$$F_{k-j} = \frac{d\Phi_{\lambda,i,k\to j}}{d\Phi_{\lambda,p,k}} = \frac{1}{S_k} \int_{S_j} \int_{S_k} \frac{\cos\theta_j \cos\theta_k}{\pi d^2} dS_k dS_j$$

Le facteur de forme ne dépend donc que de la géométrie ! Par la même démarche en analysant les flux provenant de S_j incidant sur S_k , il en découle la relation de réciprocité suivante :

$$S_k F_{k-j} = S_j F_{j-k}$$

La somme des flux incidents sur différentes surfaces S_k (k allant de 1 à N) en provenance de la surface S_i est égale au flux partant de la surface S_i :

$$\frac{\sum_{k=1}^{N} d\Phi_{\lambda,i,j \to k}}{d\Phi_{\lambda,p,j}} = \sum_{k=1}^{N} F_{j-k} = \frac{d\Phi_{\lambda,p,j}}{d\Phi_{\lambda,p,j}} = 1$$

Même si l'évaluation des facteurs de forme se ramène dans le cas général au calcul d'une intégrale de surface sans difficultés majeures, l'opération peut vite devenir très longue. Dans la pratique, il n'est jamais nécessaire de calculer les facteurs de forme d'un système radiatif : il est souvent possible de trouver certains d'entre eux à partir de considérations simples de la géométrie et d'en déduire les autres par les relations précédentes. Des ouvrages de référence fournissent des abaques d'un grand nombre de configurations courantes comme celui de Siegel et Howell (1972) ou de Rohsenow et Hartnett (1973).

e. Expression du flux radiatif d'une surface

Comme écrit précédemment, le flux radiatif de la surface S_i a l'expression suivante :

$$\varphi_j = \varphi_{p,j} - \varphi_{i,j}$$

Soit en prenant en compte les facteurs de forme :

$$\varphi_{j} = \pi \int_{\lambda=0}^{\infty} \left[L_{\lambda,p,j}(\lambda,T_{j}) - L_{\lambda,i,j}(\lambda) \right] d\lambda = \pi \int_{\lambda=0}^{\infty} \left[L_{\lambda,p,j}(\lambda,T_{j}) - \sum_{k=1}^{N} F_{j-k} L_{\lambda,p,k}(\lambda,T_{j}) \right] d\lambda$$

$$\Leftrightarrow \varphi_{j} = \pi \int_{\lambda=0}^{\infty} \left[\varepsilon_{\lambda,j}(\lambda,T_{j}) L_{\lambda}^{0}(\lambda,T_{j}) + \left[1 - \varepsilon_{\lambda,j}(\lambda,T_{j}) \right] \sum_{k=1}^{N} F_{j-k} L_{\lambda,p,k}(\lambda,T_{k}) - \sum_{k=1}^{N} F_{j-k} L_{\lambda,p,k}(\lambda,T_{k}) \right] d\lambda$$

$$\Leftrightarrow \varphi_{j} = \pi \int_{\lambda=0}^{\infty} \varepsilon_{\lambda,j}(\lambda,T_{j}) \left[L_{\lambda}^{0}(\lambda,T_{j}) - \sum_{k=1}^{N} F_{j-k} L_{\lambda,p,k}(\lambda,T_{k}) \right] d\lambda = \pi \int_{\lambda=0}^{\infty} \left[J_{\lambda,j}(\lambda,T_{j}) - E_{\lambda,j}(\lambda) \right] d\lambda$$

Ce qui amène à définir l'éclairement monochromatique :

$$E_{\lambda,j}(\lambda) = L_{\lambda,i,j}(\lambda) = \sum_{k=1}^{N} F_{j-k} L_{\lambda,p,k}(\lambda, T_k) = \sum_{k=1}^{N} F_{j-k} J_{\lambda,k}(\lambda, T_k)$$

et la radiosité monochromatique :

$$J_{\lambda,j}(\lambda,T_j) = L_{\lambda,p,j}(\lambda,T_j) = \epsilon_{\lambda,j}(\lambda,T_j)L_{\lambda}^0(\lambda,T_j) + [1 - \epsilon_{\lambda,j}(\lambda,T_j)]E_{\lambda,j}(\lambda)$$

Le flux radiatif peut alors s'exprimer à partir de l'éclairement total et de la radiosité totale :

$$\varphi_j = \mathbf{J}_j - \mathbf{E}_j$$

où :

$$J_{j} = \pi \int_{\lambda=0}^{\infty} J_{\lambda,j}(\lambda, T_{j}) d\lambda = \epsilon_{j} \sigma T_{j}^{4} + (1 - \epsilon_{j}) E_{j}$$
$$E_{j} = \pi \int_{\lambda=0}^{\infty} E_{\lambda,j}(\lambda) d\lambda = \sum_{k=1}^{N} F_{j-k} J_{k}$$

f. Loi de Stefan-Boltzmann

On considère dans le cas général deux corps de surface S_1 et S_2 . Le corps 1 est à la température T_1 et a une émissivité ϵ_1 ; le corps 2 est à la température T_2 et a une émissivité ϵ_2 . La disposition de S_1 par rapport à S_2 implique de prendre en compte le facteur de forme entre les deux surfaces. On connait le flux radiatif reçu par la surface 2 en appliquant la loi des nœuds (par analogie avec les circuits électriques) :



On note σ la constante de Stephan-Boltzmann et J_i la radiosité de la surface *i*.

Si dans un premier cas on ne prend pas en compte le facteur de forme (ce qui revient à prendre le facteur de forme égal à 1) et que l'on considère que la surface 1 est un corps noir (ce qui signifie que $\epsilon_1 = 1$), on trouve $J_1 = \sigma T_1^4$ et on retrouve la loi de Stefan-Boltzmann :

$$\varphi_2 = -S_2 \epsilon_2 \sigma \left(T_2^4 - T_1^4 \right)$$

En prenant en compte un facteur de forme quelconque, l'expression devient :

$$\varphi_2 = -S_2 \frac{\epsilon_2 F_{2-1}}{\epsilon_2 + F_{2-1}(1 - \epsilon_2)} \sigma (T_2^4 - T_1^4) = -S_2 \boldsymbol{E}_{2-1} \sigma (T_2^4 - T_1^4)$$

Dans une certaine mesure, E_{2-1} peut alors être vu comme un coefficient d'émissivité global prenant en compte le facteur de forme, et dans tous les cas $E_{2-1} < \epsilon_2$.

On précise néanmoins que la valeur de l'émissivité utilisée pour les calculs peut être (très) inférieure à la valeur de l'émissivité du matériau intrinsèquement parlant, du fait de la prise en considération des facteurs de forme.

Annexe VIII. Démonstration de la solution analytique approchée

On cherche une solution analytique à un problème de thermique aux conditions aux limites mobiles afin de mieux caractériser l'évolution de la température au sein d'un solide face à ce type de chargement.

Dans le cas d'un matériau continu, homogène, isotrope, à coefficients thermiques constants, l'équation de la chaleur s'écrit en régime transitoire, et en l'absence de source de chaleur, sous la forme :

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} = \frac{1}{\kappa} \frac{\partial T}{\partial t}$$

où $\kappa = \frac{k}{\rho C_{\varepsilon}}$ est la diffusivité thermique $(mm^2.s^{-1})$; k est la conductivité thermique $(mW.mm^{-1}.°C^{-1})$, ρ la masse volumique $(T.mm^{-3})$ et C_{ε} la chaleur spécifique $(mJ.T^{-1}.°C^{-1})$ (cf. Annexe I pour les conversions d'unités SI).

Dans le cas où les propriétés thermiques dépendent de la température, l'équation de la chaleur à résoudre devient (sans considérer de génération de chaleur) :

$$k\nabla^2 T + \frac{\partial k}{\partial T} \left(\left(\frac{\partial T}{\partial x} \right)^2 + \left(\frac{\partial T}{\partial y} \right)^2 + \left(\frac{\partial T}{\partial z} \right)^2 \right) = \rho C_{\varepsilon} \frac{\partial T}{\partial t}$$

La résolution est alors plus compliquée puisque le problème est non linéaire. Peu de solutions analytiques ont été développées, bien que cette situation soit courante, notamment lorsque de larges gammes de température sont invoquées. Dans la majorité des cas, il est alors nécessaire de faire appel aux méthodes numériques. Par conséquent, on cherche une solution approchée au problème considéré.

En se ramenant à un problème 2D, dans la situation du choc thermique rencontrée, la dalle peut être considérée comme un massif semi-infini dans la direction de la hauteur, et infini hors plan. Sa température initiale est T_0 , que l'on considère constante dans un premier temps.

On ne prend en compte aucun rayonnement et les flux de chaleur sont nuls. A la surface supérieure, une température T_f est appliquée pour $x \le x_f$, x_f désignant la position du front (Figure 82).



Figure 82 Front de température responsable du choc thermique.

La dalle (grisée) a pour dimension *L* selon \hat{x} et s'étend sur $[0; +\infty[$ selon \hat{y} . Le problème que l'on cherche à résoudre peut se mettre sous la forme :

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} = \frac{1}{\kappa} \frac{\partial T}{\partial t} \quad 0 \le x \le L, y \ge 0, t \ge 0$$

$$T = T_0 \text{ à } t = 0 \qquad \text{pour } 0 \le x \le L, y \ge 0$$

$$T = T_f \text{ à } t > 0 \qquad \text{pour } x < x_f, y = 0$$

$$T = T_0 \text{ à } t > 0 \qquad \text{pour } x > x_f, y = 0$$

1. DIFFUSION DE LA TEMPERATURE SUR LA SURFACE

Considérons dans un premier temps le problème 1D selon l'axe \hat{x} . En faisant l'hypothèse simplificatrice que notre domaine d'étend de $-\infty à +\infty$ selon \hat{x} , pour lequel, la zone -a < x < a est à la température T_f (de par les propriétés de la fonction erf, la solution vaut $\frac{T_f}{2}$ en |x| = a), alors que pour |x| > a la température initiale est nulle, la solution est connue (Carslaw et Jaeger, 1959) :

$$T = \frac{T_f}{2} \left(\operatorname{erf} \frac{a - x}{2\sqrt{\kappa t}} + \operatorname{erf} \frac{a + x}{2\sqrt{\kappa t}} \right) \quad -\infty < x < +\infty, t > 0$$

ou plus simplement, dans le cas où $T = T_f$ pour x > 0, et T = 0 pour x < 0:

$$T = \frac{T_f}{2} \left(\operatorname{erf} \frac{x}{2\sqrt{\kappa t}} + 1 \right) \quad -\infty < x < +\infty, t > 0$$

Ainsi, la solution dans le cas où $T = T_f$ pour $x < x_f$, et T = 0 pour $x > x_f$ se présente sous la forme :

$$T = \frac{T_f}{2} \left(-\operatorname{erf} \frac{x - x_f}{2\sqrt{\kappa t}} + 1 \right) \quad -\infty < x < +\infty, t > 0$$

Ce qui, dans le cas où la température initiale vaut T_i , la solution selon \hat{x} est :

$$T_x = \frac{T_f - T_i}{2} \left(1 - \operatorname{erf} \frac{x - x_f}{2\sqrt{\kappa t}} \right) + T_i \quad -\infty < x < +\infty, t > 0$$

On rappelle la définition et quelques propriétés de la fonction erreur :

 $\operatorname{erf} x = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_{0}^{x} \exp(-\theta^{2}) d\theta$ $\Rightarrow \operatorname{erf}(-x) = -\operatorname{erf} x, \operatorname{erf} 0 = 0, \operatorname{erf} \infty = 1$ $\operatorname{erfc} x = 1 - \operatorname{erf} x$

2. DIFFUSION DE LA TEMPERATURE DANS LA MATIERE

D'autre part, dans le cas où la condition à la surface dépend du temps, et sans production de chaleur, la solution peut être déduite du théorème de Duhamel, à savoir :

« Si T = F(x, y, z, t) représente la température au point (x, y, z) à l'instant t, dans un solide de température initiale nulle, alors que la température à la surface est $\phi(x, y, z, \tau)$, alors la solution du problème est donnée par : $T = \int_0^t \frac{\partial}{\partial t} F(x, y, z, \tau, t - \tau) d\tau$ ».

Par le théorème de Duhamel, dans le cas où la température vaut en surface T_0 pour $0 < t < \tau$ et T_f pour $t \ge \tau$ à une abscisse x (T_0 et T_f constantes), et où la température initiale du domaine <u>est nulle</u>, la solution se met sous la forme (Carslaw et Jaeger, 1959) :

$$\begin{cases} T = T_0 \operatorname{erfc} \frac{y}{2\sqrt{\kappa t}} & 0 < t \le \tau \\ T = T_0 \operatorname{erfc} \frac{y}{2\sqrt{\kappa t}} + (T_f - T_0) \operatorname{erfc} \frac{y}{2\sqrt{\kappa(t - \tau)}} & t > \tau \end{cases}$$

3. **PROPOSITION D'UNE SOLUTION APPROCHEE POUR UN** FRONT DE TEMPERATURE MOBILE

Lorsque le front commence à se propager à partir de t = 0, chaque abscisse x voit la température T_f avec ce retard de τ . Si le front avance à la vitesse \vec{U} , alors : $\tau = \frac{x}{U}$. De plus, si la température initiale vaut T_i , et $T_f = T_x$:

$$\begin{cases} T = (T_0 - T_i) \operatorname{erfc} \frac{y}{2\sqrt{\kappa t}} + T_i & 0 < t \le \tau \\ T = (T_0 - T_i) \operatorname{erfc} \frac{y}{2\sqrt{\kappa t}} + (T_x - T_0) \operatorname{erfc} \frac{y}{2\sqrt{\kappa(t - \tau)}} + T_i & t > \tau \end{cases}$$

où T_x est la solution obtenue précédemment, soit :

$$\begin{cases} T = (T_0 - T_i)\operatorname{erfc}\frac{y}{2\sqrt{\kappa t}} + T_i & 0 < t \le t \\ T = (T_0 - T_i)\operatorname{erfc}\frac{y}{2\sqrt{\kappa t}} + \left(\frac{T_f - T_i}{1 - \operatorname{erf}\frac{x - x_f}{2}}\right) + T_i - T_i\right)\operatorname{erfc}\frac{y}{2\sqrt{\kappa t}} + T_i - T_i > \tau_i \end{cases}$$

$$\left(T = (T_0 - T_i)\operatorname{erfc}\frac{y}{2\sqrt{\kappa t}} + \left(\frac{T_f - T_i}{2}\left(1 - \operatorname{erf}\frac{x - x_f}{2\sqrt{\kappa t}}\right) + T_i - T_0\right)\operatorname{erfc}\frac{y}{2\sqrt{\kappa(t - \tau)}} + T_i \quad t > \tau$$

La solution de conduction de chaleur au problème de front à température $T = T_f$ pour $x < x_f$ ($T = T_0$ pour $x > x_f$) s'écoulant selon \hat{x} à la vitesse \vec{U} sur la surface y = 0 d'un massif semi-infini compris dans l'espace $[0; +\infty[\times [0; +\infty[$ à la température initiale $T_i = T_0$ peut alors se mettre alors sous la forme :

$$\begin{cases} T = T_0 & 0 < t \le \tau \\ T = T_0 + \frac{T_f - T_0}{2} \left(1 - \operatorname{erf} \frac{x - x_f}{2\sqrt{\kappa t}} \right) \operatorname{erfc} \frac{y}{2\sqrt{\kappa(t - \tau)}} & t > \tau \end{cases}$$

Soit :

$$\begin{cases} T = T_0 & x \ge x_f (1) \\ T = T_0 + \frac{T_f - T_0}{2} \left(1 - \operatorname{erf} \frac{x - Ut}{2\sqrt{\kappa t}}\right) \left(1 - \operatorname{erf} \frac{y}{2\sqrt{\kappa} \left(t - \frac{x}{U}\right)}\right) & x < x_f (2) \end{cases}$$

Lorsque $x \mapsto x_f$ dans la partie (2) de l'équation ci-dessus, la température tend vers $\frac{T_f+T_0}{2}$ à la surface (y = 0). Ceci est analogue à la mise en contact brutal de deux solides à des températures différentes (Sacadura, 2000). Leur surface prend instantanément la température T intermédiaire : le corps le plus chaud subit alors une « poussée thermique » négative et le corps le plus froid une « poussée thermique » positive en cédant à une densité de flux thermique de la forme :

$$\varphi_i = \sqrt{k_i \rho_i c_i} \frac{1}{\sqrt{\pi t}} (T-T_i)$$

Si *i* représente la partie la plus chaude (resp. froide), le flux φ_i est négatif (resp. positif) et la conservation du flux implique :

$$T = \frac{\sum_{i} \sqrt{k_i \rho_i c_i} T_i}{\sum_{i} \sqrt{k_i \rho_i c_i}}$$

La grandeur $\sqrt{k_i \rho_i c_i}$ est l'effusivité thermique du matériau du corps *i*.

4. VALIDATION ANALYTIQUE

On cherche à vérifier l'équation de la chaleur :

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} - \frac{1}{\kappa} \frac{\partial T}{\partial t} = 0$$

La solution vérifie bien l'équation de la chaleur pour $x \ge x_f$. Pour $x < x_f$, l'écriture de la solution peut se simplifier sous la forme suivante :

$$T = T_0 + \delta(1 - g)(1 - h)$$

où :

$$\delta = \frac{T_f - T_0}{2}$$
$$\operatorname{erf}\left(\frac{x - X}{2\sqrt{\kappa t}}\right) = g$$
$$\operatorname{erf}\left(\frac{y}{2\sqrt{\kappa(t - \tau)}}\right) = h$$

Et ainsi :

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} - \frac{1}{\kappa} \frac{\partial T}{\partial t} = -\left(\frac{\partial^2 g}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 g}{\partial y^2} - \frac{1}{\kappa} \frac{\partial g}{\partial t}\right)(1-h) \\ -\left(\frac{\partial^2 h}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 h}{\partial y^2} - \frac{1}{\kappa} \frac{\partial h}{\partial t}\right)(1-g) \\ + 2\left(\frac{\partial g}{\partial x} \frac{\partial h}{\partial x} + \frac{\partial g}{\partial y} \frac{\partial h}{\partial y}\right)$$

On rappelle :

$$(g \circ u)' = u' \times g'(u)$$

$$\frac{\partial \operatorname{erf} x}{\partial x} = \beta(x) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} e^{-x^2} \Longrightarrow \operatorname{erf}'(u) = \frac{2u'}{\sqrt{\pi}} e^{-u^2} = u'\beta(u)$$

$$\beta'(u) = -2uu'\frac{2}{\sqrt{\pi}} e^{-u^2} = -2uu'\beta(u)$$

$$ex: \frac{\partial^2 \operatorname{erf} x}{\partial x^2} = \frac{\partial^2 u}{\partial x^2}\beta(u) - 2u\left(\frac{\partial u}{\partial x}\right)^2\beta(u) = \left(\frac{\partial^2 u}{\partial x^2} - 2u\left(\frac{\partial u}{\partial x}\right)^2\right)\beta(u)$$

Lorsque X et τ sont des constantes, g et h sont chacune solution de l'équation de la chaleur et l'absence de termes croisés font que T est alors aussi solution. Dans le cas où X = Ut et $\tau = \frac{x}{U}$ alors :

$$\begin{aligned} \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} - \frac{1}{\kappa} \frac{\partial T}{\partial t} &= REZ = -\frac{U}{2\kappa\sqrt{\kappa t}} \beta\left(\frac{x - Ut}{2\sqrt{\kappa t}}\right) erfc\left(\frac{y}{2\sqrt{\kappa \left(t - \frac{x}{U}\right)}}\right) \\ &- \frac{6\kappa y\left(t - \frac{x}{U}\right) - y^3}{16\kappa U^2\left(t - \frac{x}{U}\right)^3 \sqrt{\kappa \left(t - \frac{x}{U}\right)}} \beta\left(\frac{y}{2\sqrt{\kappa \left(t - \frac{x}{U}\right)}}\right) \left(1 + erf\left(-\frac{x - Ut}{2\sqrt{\kappa t}}\right)\right) \\ &+ \frac{y}{4U\left(t - \frac{x}{U}\right)\sqrt{\kappa t} \sqrt{\kappa \left(t - \frac{x}{U}\right)}} \beta\left(\frac{y}{2\sqrt{\kappa t}}\right) \beta\left(\frac{y}{2\sqrt{\kappa \left(t - \frac{x}{U}\right)}}\right) \end{aligned}$$

0r :

$$\lim_{x \mapsto +\infty} \operatorname{erf} x = 1$$
$$\lim_{x \mapsto -\infty} \operatorname{erf} x = -1$$

et :

$$\lim_{x \to 0} \beta(x) = \frac{2}{\sqrt{\pi}}$$
$$\lim_{x \to +\infty} \beta(x) = 0$$

Sauf que :

 $x \mapsto x_f \Leftrightarrow t \mapsto \tau$

Ainsi, REZ = 0 dans la majorité des cas.

<u>Remarque</u>: de par la nature de la fonction erf x, la température en x_f vaudra $\frac{\Delta T}{2}$ alors que dans les calculs EF, même si la température est imposée pour $x < x_f$, la température en x_f sera supérieure à $\frac{\Delta T}{2}$. La solution analytique proposée respecte l'équilibre thermique en x_f .

Annexe IX. Propriétés physiques du fond de poche

Pour la tôlerie : acier type A48CP

T(°C)	20	100	150	200	250	300	350	400	450	500	550
$\alpha(. 10^{-6} K^{-1})$ coefficient de dilatation thermique	10,9	11,5	11,4	12,3	12,6	12,9	13,3	13,6	13,9	14,2	14,4
E (GPa) module d'Young	201	196	193	189	187	184	178	170	160		

- Masse volumique : $\rho = 7800 \ kg. m^{-3}$
- Conductivité thermique : $k = 54,7 W. m^{-1}. K^{-1}$
- Chaleur spécifique : $C_{\varepsilon} = 515 J. kg^{-1}. K^{-1}$
- Coefficient de Poisson : v = 0,3

Pour la couche de durée : béton de bauxite à ultra-basse teneur en ciment

T(°C)	20	210	350	600
E (GPa) module d'Young	38,8	26,1	44	35

- $\alpha = 6,9.10^{-6} K^{-1}$
- $\rho = 2860 \ kg. m^{-3}$
- $k = 2 W. m^{-1}. K^{-1}$
- $C_{\varepsilon} = 1000 J. kg^{-1}. K^{-1}$
- ν = 0,2

Pour la couche d'usure : la dalle d'impact en béton alumine-magnésie

- $\alpha = 8,5.10^{-6} K^{-1}$ (valeur moyenne)
- $\rho = 3100 \ kg. m^{-3}$
- $\nu = 0,25$



Figure 83 Evolution de la conductivité thermique et de la chaleur spécifique de la dalle avec la température (document TRB).

													10000000	
	Temperature en C	25	28	120	250	350	200	750	1000	1200	1350	1-400	1500	1700
	Température en K	298	301	393	523	623	773	1023	1273	1473	1623	1673	1773	1973
Dalle SPSC Ref. en mêtres														
conductivité lambda	W/(m.K) on N/(s.K)		9,24E+00	7,51E+00	5,90E+00	5,09E+00	3.97E+00							
masse vol. rho	ke/mv3 ou N.s^2/mv4	3.106+03												
and all a diversion of	Chank Manual D	01.003 0						01.3035	01-306 (-	oprava 2		5 ONF 100		
Supply a supply a	7 milernores	and and a						nt norte	DT_ TRUE	Contraction in		C ALMANYO		
coel de poisson nu		th-and's												
dilatation	(I-]/W	8,50E-06												
C capa calorifique	I/(kg.K) ou m^2/(Ks^2)	7,83E+02	7,85E+02	8,60E+02	1,11E+03	8,00E+02	7,97E+02	9,68E+02	1,03E+03	1,19E+03	1,73E+03	1,356+03	1,38E+03	1,48E+03
Contrain te compression max	Pa ou N/m^2	5,396+07							4,58E+07				4,80E+06	
coef de convection thermique h	W/(m^2.N) ou N/(s.m.K)	5,008+01												
emissivité d'un refractaire		8,00E-01												
diffusivité k	m^2/5	0.00E+00	3.80E-06	2.82E-06	1.718-06	2.058-06	1.61E-06	0.00E+00	0,000,400	0.00E+00	0	0.00E+00	0.00E+00	0.00E+00
affinctiottele a	N/Im Kev1 /2	0.008+00	4 74E+03	4.478-463	4 \$15+03	9.55E+M3	3.138403	0.008+00	0.00%+00	0.005+00	0.008400	0.00E+00	0.00€+00	0.008+00
longueur caractéristique	$= 2 \operatorname{sart}(\operatorname{Drt})$	0.005+00	2.02E-04	1.74E-04	1368-04	1.498-04	1.32E-04	0.00E+00	0.00E+00	0.00E+00	0.00E+00	0.00E+00	0.00E+00	0.00E+00
			Brique	solante 60	% A1203 -	T max	Brique iso	ante 40%	1203 -T					
		Alumine		d'utilisatio	m 1550°C		max d'u	tillisation 1	350°C					
Autres		298	473	873	1273	1673	473	873	1273					
considerativited familiadas	W/ If sit R' and N / Co R'	46	0.2.0	120	0.42	10	210	12.0	36.0					
macca uni rito	And Cha M marked	2060	AMA AMA	1		2	260	1	}					
	A mild carno c milda	nose	005	•	4	4	noc	*	< 3					
module d young	7. m/w no ad	×	x	×	x	×	X	×	×					
coef de poisson nu		x	X	×	×	×	×	×	×					
dilatation	K-(-1)	x	x	×	н	×	×	×	×					
Cp capa calorifique	[/(kg/K) ou m^2/(Ks^2)	753	1100	×	×	x	1100	×	X					
	Temperature en °C	20	210	350	600									
Bauxite	Température en K	293	483	623	8:73									
conductivité lambda	W/(m.K) au N/(s.K)	2,00E+00												
masse vol. rho	kg/m^3 ou N.s^2/m^4	2,868+03												
module d'young	Pa ou N/m^2	3,888+10	2,61E+10	4,40E+10	3,50E+10									
coef de poisson nu		2.00E-01												
dilatation	Kv(-1)	6.90E-06												
Cp capa calorifique]/(kg/K) ou m^2/(Ks^2)	1,006+03												
	Tennerature en °C	20	100	150	200	250	300	350	400	450	200	550		
Tôle	Température en K	293	373	423	473	523	573	623	673	723	773	823		
conductivité lambda	W/(m.K) au N/(s.K)	54.7												
masse vol. rho	kg/m ⁿ 3 ou N.S ⁿ 2/m ⁿ 4	7800												
module d'young	Pa ou N/m/2	2,01E+11	1,96E+11	1,936+11	11+368.1	1,876+11	1,846+11	1,78E+11	1,706+11	11,4306,11				
active of a market market was		0.0												
coer de poisson au dilaterion	KVC 11	1 005-05	1 155.05	1 145.05	1 3 26.05	1 265.05	1 705.05	1 226.05	1 265.05	1 200 00	1.425.05	1.446.06		
		CO-DEN'S	CO.CO.TAT	COLUMN TA THE	PR-30-911		COLUCION 1	Co-section in	CIN-TIONETT	CIN- DC PTH	COLUMN THE	COLORAD P		
Cp capa calorinque	/(Rg/K) ou m^2/(K3^2)	515												
cost us convection thermappen	(white)/white for a mil/w	7.006-01												
a star Product and the start and the start and the														
Autres coefficients														
constante de stefan-boltzmann	W/(m^2.K°4) ou N/(s.m.K°4)	5.6706-08												

Annexes et Bibliographie

BIBLIOGRAPHIE

- [1]. Abaqus User's Manual v 6.7, Simulia Inc, 2007.
- [2]. M. Akiyoshi, R. Pereira, A. da Silva, V. Pandolfelli, *Effect of Alumina Content and Porosity and Temperature on the Thermal Conductivity of Refractories*, American Ceramic Society Bulletin 82 (6) (2003) 29-33.
- [3]. C. Aksel, P. D. Warren, *Thermal shock parameters [R, R''' and R''''] of magnesia-spinel composites*, Journal of the European Ceramic Society 23 (2003) 301-308.
- [4]. C. Aksel, P. D. Warren, F. L. Riley, *Magnesia–spinel microcomposites*, Journal of the European Ceramic Society 24 (2004) 3119–3128.
- [5]. G. Aliprandi, *Matériaux réfractaires et céramiques techniques, Tome 1 Eléments de céramurgie et de technologie*, Ed. Septima Paris, 1989.
- [6]. E. Aquaro, E. Fontani, *Erosion of ductile and brittle materials*, Meccanica , 36 (2001) 651-661.
- [7]. N. Aravas, K. S. Kim, F. A. Leckie, *On the Calculations of the Stored Energy of Cold Work*, Journal of Engineering Materials and Technology 112 (1990) 465-470.
- [8]. Archard J.F., *Contact and rubbing of flat surfaces*, J. Appl. Phys. 24 (8) (1953) 981-988.
- [9]. J. M. Auvray, Elaboration et caractérisation à haute température de Bétons Réfractaires à base d'alumine spinelle, Thèse de doctorat, Université de Limoge, Limoge (2003).
- [10]. J. M. Auvray, C. Gault, M. Huger, *Evolution of elastic properties and microstructural changes versus temperature in bonding phases of alumina and alumina–magnesia refractory castables*, Journal of the European Ceramic Society 27 (2007) 3489–3496.
- [11]. J. M. Auvray, C. Gault, M. Huger, *Microstructural changes and evolutions of elastic properties versus temperature of alumina and alumina–magnesia refractory castables*, Journal of the European Ceramic Society 28 (2008) 1953–1960.
- [12]. M. Avrami, General theory. *Kinetics of phase change. I*, Journal of Chemical Physics, Vol. 7 n°12 (1939) 1103-1112.
- [13]. C. H. Bamford, C. F. H. Tipper, *Chemical kinetics*, Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam (1980).

- [14]. A. Banerjee, S. Das, S. Misra, S. Mukhopadhyay, *Structural analysis on spinel* $(MgAl_2O_4)$ for application in spinel-bonded castables, Ceramics International 35 (2009) 381–390.
- [15]. J. Baron, R. Sauterey, *Le béton hydraulique connaissance et pratique*, ENPC, 1995.
- [16]. H. Barthel, B. Greif et J. P. Ouayoun, *Situation et développement des réfractaires magnésiens dans la sidérurgie*, CESSID, Sollac, Dunkerque, 1989.
- [17]. M. Bavand-Vandchali, F. Golestani-Fard, H. Sarpoolaky, H.R. Rezaie, C.G. Aneziris, *The influence of in situ spinel formation on microstructure and phase evolution of MgO–C refractories*, Journal of the European Ceramic Society 28 (2008) 563–569.
- [18]. J. P. Bazant et J. Planas, *Fracture and size effect in concrete and other quasibrittle materials, New directions in civil engineering,* CRC Press, 1998.
- [19]. M. Benjamai, *Rapport d'avancement*, CEMHTI, CNRS Orléans, 2006.
- [20]. P. Berest, *In Viscoplasticity in Rock Mechanics* in *Geomaterials-Constitutive Equations and Modelling*, ed. F. Darve. Elsevier Science Publishing Co. (1990) 239–262.
- [21]. J. Berjonneau, P. Prigent, J. Poirier, *The development of a thermodynamic model for* Al_2O_3-MgO refractory castable corrosion by secondary metallurgy steel ladle slags, Ceramics International 35 (2009) 623-635.
- [22]. F. M. Beremin, A Local Criterion for Cleavage Fracture of a Nuclear Pressure Vessel Steel, Metallurgical Transactions A 14A (1983) 2277-2287.
- [23]. G. Besnard, F. Hild, S. Roux, "Finite-Element" Displacement Fields Analysis from Digital Images: Application to Portevin–Le Châtelier Bands, Experimental Mechanics 46 (2006) 789–803.
- [24]. T. A. Bier, C. Parr, M. Vialle, C. Revais, *An Approach to Formulate Spinel Forming Castables*, Lafarge Aluminates France (1997).
- [25]. T. A. Bier, C. Parr, C. Revais, M. Vialle, *Spinel forming castables : Physical and chemical mechanisms during drying*, Lafarge Aluminate, ALAFAR'99.
- [26]. J. G. A. Bitter, *A study of erosion phenomena, Part I*, Wear 6 (1963) 5-21.
- [27]. J. G. A. Bitter, A study of erosion phenomena, Part II, Wear 6 (1963) 169-190.
- [28]. E. Blond, *Dégradation thermomécanique des réfractaires au contact de laitiers sidérurgiques*, Thèse de doctorat, ENS de Cachan, 2003.

- [29]. E. Blond, N. Schmitt, F. Hild, Ph. Blumenfeld, J. Poirier, *Modeling of high temperature* asymmetric creep behavior of ceramics, Journal of the European Ceramic Society 25 (2005) 1819–1827.
- [30]. E. Blond, N. Schmitt, F. Hild, Ph. Blumenfeld, J. Poirier, *Effect of slag impregnation on thermal degradations in refractories*, J. Am. Ceram. Soc., 90 [1] (2007) 154-162.
- [31]. P. Blumenfeld, *Comportement des réfractaires sans carbone à l'aciérie : imprégnation par les laitiers et effets sur les propriétés mécaniques*, rapport interne IRSID, CRDM Dunkerque, RI 95/015, 1995.
- [32]. P. Blumenfeld, *Recent improvements in Arcelor steel ladles through optimization of refractory materials, steel shell and service conditions,* Proc. of the UNITECR 03, Osaka, Japan, (2003) 677-680.
- [33]. P. Blumenfeld, Communication personnelle, 2005.
- [34]. R. H. Bogue, *Calculation of the Compounds in Portland Cement*, Ind. Eng. Chem. Anal. Ed., 1 (4) (1929) 192–197.
- [35]. P. Boisse, A. Gasser, J. Poirier, J. Rousseau, *Simulations of thermomechanical behavior* of composite refractory linings, Composites : Part B 32 (2001) 461-474.
- [36]. P. Boisse, A. Gasser, J. Rousseau, *Computations of refractory lining structures under thermal loadings*, Advances in Engineering Software 33 (2002) 487–496.
- [37]. F. P. Bowden, J. E. Field, *The brittle fracture of solids by liquid impact, by solid impact, and by shock*, Proc. R. Soc. London, A282 (1964) 331-352.
- [38]. M. A. L. Braulio, L. R. M. Bittencourt, V. C. Pandolfelli, *Magnesia grain size effect on in situ spinel refractory castables*, Journal of the European Ceramic Society 28 (2008) 2845–2852.
- [39]. A. Burr, *Micromécanique et comportement de matériaux hétérogènes*, Thèse de doctorat, ENS de Cachan 95/06, 1995.
- [40]. A. J. Bula, M. M. Rahman, J. E. Leland, Axial steady free surface jet impinging over a flat disk with discrete heat sources, International Journal of Heat and Fluid Flow 21 (2000) 11-21.
- [41]. H. S. Carslaw, J. C. Jaeger, *Conduction of heat in Solids*, Oxford Science Publications, 2nd Ed. 1959.
- [42]. C. F. Chan, Y. C. Ko, Effect of CaO content on the hot strength of alumina-spinel castables in the temperature range of 1000° to 1500°C, J. Am. Ceram. Soc., 81, 11 (1998) 2957-2960.

- [43]. C. Chan-Yone, *Mini-projet de Master II Masma*, 2008-2009.
- [44]. S. K. Chen, M. Y. Cheng, S. J. Lin, Y. C. Ko, *Thermal characteristics of Al*₂O₃–MgO and Al₂O₃-spinel castables for steel ladles, Ceramics International 28 (2002) 811-817.
- [45]. D. Chen, M. Sarumi, S. AI-Hassani, S. Gan, Z. Yin, *A model for erosion at normal impact*, Wear 205 (1997) 32-39.
- [46]. P. Chevallier, A. B. Vannes, *Effects on a sheet surface of an erosive particle jet upon impact*, Wear 184 (1995) 87-91.
- [47]. M. K. Cho, G. G. Hong, S. K. Lee, *Corrosion of spinel clinker by* **CaO** Al₂O₃- **SiO**₂ *ladle slag*, Journal of the European Ceramic Society 22 (2002) 1783–1790.
- [48]. CISM courses and lectures n°368, International Center for Mechanical Sciences, *Mechanics of solids with phase changes*, édité par M. Berveiller et F. D. Fischer, SpringerWienNewYork, 1997.
- [49]. H. Clark, A comparison of particle impact in gas-solid and liquid-solid erosion, Wear, 186-187 (1995) 465-472.
- [50]. H. Clark, *The influence of the squeeze film in slurry erosion*, Wear 256 (2004) 918–926.
- [51]. O. Coussy, *Mécanique des milieux poreux*, 1991.
- [52]. F. Damhof, W. A. M. Brekelmans, M. G. D. Geers, *Non-local modeling of thermal shock damage in refractory materials*, Engineering Fracture Mechanics 75 (2008) 4706–4720.
- [53]. A. R. Da Silva, S. Proença, R. Billardon, F. Hild, *A probabilistic approach to predict cracking in lightly reinforced microconcrete panels*, Journal of Engineering Mechanics (2005).
- [54]. D. G. S. Davies, *The Statistical Approach to Engineering Design in Ceramics*, Brit. Ceram. Soc. Proceeding 22 (1973) 429-452.
- [55]. A. H. De Aza, P. Pena, S. De Aza, Ternary System Al₂O₃-MgO-CaO: I, Primary Phase Field of Crystallization of Spinel in the Subsystem MgAl₂O₄-CaAl₄O₇-CaO-MgO, J. Am. Ceram. Soc. 82 [8] (1999) 2193-203.
- [56]. A. H. De Aza, J. E. Iglesias, P. Pena, S. De Aza, The system $Al_2O_3 MgO CaO$, Part II: Relationship in the subsystem $Al_2O_3 - MgAl_2O_4 - CaAl_4O_7$, J. Am. Cer. Soc, 83, 4 (2000) 919-927.

- [57]. A. H. De Aza, P. Pena, M. Rodriguez, R. Torrecillas, S. De Aza, *New Spinel-Containing Refractory Cement*, Journal of the European Ceramic Society 23 (2003) 737-744.
- [58]. V. Derré, A. Gasser, P. Boisse, *Poche à acier de 270 tonnes à tenue améliorée*, Report for Usinor, 2000.
- [59]. R. Desmorat, F. Gatuingt, F. Ragueneau, *Nonlocal anisotropic damage model and related computational aspects for quasi-brittle materials*, Eng. Frac. Mech. 74 (2007) 1539-1560.
- [60]. C. Deteuf, Communication personnelle, 2005
- [61]. L. A. Diaz, R. Torrecillas, A. H. De Aza, P. Pena, S. De Aza, *Alumina-rich refractory* concretes with added spinel, periclase and dolomite: A comparative study of their microstructural evolution with temperature, Journal of the European Ceramic Society, 25 (2005) 1499–1506.
- [62]. L. A. Díaz, R. Torrecillas, *Hot bending strength and creep behaviour at 1000–1400°C of high alumina refractory castables with spinel, periclase and dolomite additions,* Journal of the European Ceramic Society 29 (2009) 53–58.
- [63]. L. A. Diaz, R. Torrecillas, F. Simonin, G. Fantozzi, *Room temperature mechanical properties of high alumina refractory castables with spinel, periclase and dolomite additions*, Journal of the European Ceramic Society 28 (2008) 2853–2858.
- [64]. Z. Ding, J. Deng, J. Li, G. Sun, X. Ai, *Wear behavior of ceramic nozzles in coal water slurry burning*, Ceramics International 30 (2004) 591–596.
- [65]. C. Dominguez, M. Raigon, M. Gomez, F. J. Ferrer, E. Perez, A. H. De Aza, A. Caballero, S. De Aza, *Bottom working lining improvement in stainless steel ladles*, UNITECR'2001, Cancun, Mexico, (2001) 289–299.
- [66]. D. C. Drücker, W. Prager, *Soild mechanics and plastic analysis for limit design.* Quarterly of Applied Mathematics, vol. 10 n°2 (1952) 157–165.
- [67]. M. Eltobgy, E. Ng, M. Elbestawi, *Finite element modeling of erosive wear*, International Journal of Machine Tools & Manufacture 45 (2005) 1337-1346.
- [68]. A. F. Emery, G. E. Walker Jr., J. A. Williams, A Green's function for the stress intensity factors of edge cracks and its application to thermal stresses, J. Basic Eng., 91 (1969) 618–624.
- [69]. U. Engman, *Erosion testing of refractories a new testing procedure*, Wear 186-187 (1995) 215-223.

- [70]. A. Eschner, K. Santowski, H. Braun, Wear mechanisms of alumina spinel bricks in steel ladles, (in Proc.) Unified International Technical Conference on Refractories, UNITECR'1991, Aachen, Germany, (1991) 250-256.
- [71]. A. G. Evans, Y. M. Ito, M. E. Rosenblatt, *Impact damage thresholds in brittle materials impacted by water drops*, J. Appl. Phys. 51 (1980) 2473-82.
- [72]. H. Eyring, *The Activated Complex in Chemical Reactions*, Journal of Chemical Physics, 3 (1935) 107-115.
- [73]. A. A. Fahmy, A. N. Ragai, *Thermal-expansion behaviour of two-phase solids*, J. Appl. Phys., 41(13) (1970) 5108–5111.
- [74]. D. N. Fenner, P. B. Robinson, P. M-Y. Cheung, *Three-dimensional finite element analysis of thermal shock in a premolar with a composite resin MOD restoration*, Medical Engineering & Physics 20 (1998) 269–275.
- [75]. T. Fett, V. B. Pham, H. A. Bahr, *Weight functions for kinked semi-infinite cracks*, Engineering Fracture Mechanics 71 (2004) 1987–1995.
- [76]. J. Field, *Liquid impact: theory and experiment and applications*, Wear 233-235 (1999) 1-12.
- [77]. I. Finnie, *Erosion of surfaces by solid particles*, Wear 3 (1960) 87-103.
- [78]. I. Finnie, *Some reflections on the past and future of erosion*, Wear 186-187 (1995) 1-10.
- [79]. I. Finnie, *The mechanism of erosion of ductile metals*, Proceedings of the Third National Congress on Applied Mechanics, New York (1958) 527-532.
- [80]. F. D. Fischer, Acta. Metall. Mater. 38 (1990) 1535-1546.
- [81]. Fluent User's Manual v. 6.3, Fluent Inc. 2006.
- [82]. P. Forquin, L. Rota, Y. Charles, F. Hild, A method to determine the macroscopic toughness scatter of brittle materials, International Journal of Fracture 125 (2004) 171–187.
- [83]. M. Fuhrer, A. Hey, W. E. Lee, *Microstructural Evolution in Self-forming Spinel/Calcium Aluminate-Bonded Castable Refractories*, J. Eur. Ceram. Soc. 18 (1998) 813-820.
- [84]. M. Futakawa, H. Kogawa, R. Hino, H. Date, H. Takeishi, *Erosion damage on solid boundaries in contact with liquid metals by impulsive pressure injection*, International Journal of Impact Engineering 28 (2003) 123-135.

- [85]. I. Ganesh, S. Bhattacharjee, B. Saha, R. Johnson, K. Rajeshwari, R. Sengupta,, An efficient $MgAl_2O_4$ spinel additive for improved slag erosion and penetration resistance of high- Al_2O_3 and MgO C refractories, Ceramics international 28 (2002) 245-253.
- [86]. A. Gasser, P. Boisse, J. Rousseau, Y. Dutheillet, *Thermomechanical behaviour analysis and simulation of steel/refractory composite linings*, Composites Science and Technology 61 (2001) 2095–2100.
- [87]. P. Germain, *Cours de mécanique des milieux continus*, Vol. 1 Masson, Paris, 1973.
- [88]. A. Ghosh, R. Sarkar, B. Mukherjee, S. K. Das, *Effect of spinel content on the properties of magnesia–spinel composite refractory*, Journal of the European Ceramic Society 24 (2004) 2079–2085.
- [89]. A. Gilbert, K. Kokini, S. Sankarasubramanian, *Thermal fracture of zirconia–mullite composite thermal barrier coatings under thermal shock: A numerical study*, Surface & Coatings Technology 203 (2008) 91–98.
- [90]. F. Gorisse, *Les essais mécaniques, dans Le béton hydraulique*, Edité par Baron J. et Sauterey R., Presses de l'ENPC, Paris, (1982) 379-388.
- [91]. C. Goth, Ingénierie des lois de comportement et simulation thermomécanique du procédé de fonderie, Thèse de doctorat, ENS de Cachan 2002/3, 2002.
- [92]. S. Grange, *Expérimentation et modélisation de l'endommagement sous chargements dynamiques de deux roches calcaires*, Thèse de doctorat, ENS de Cachan, 2007.
- [93]. G. W. Greenwood, R. M. Johnson, *The deformation of metals under small stresses during phase transformation*, Proc. Roy. Soc. 283A (1965) 403-422.
- [94]. A. A. Griffith, *The phenomena of rupture and flow in solids*, Phil. Trans. Roy. Soc. Of London, A221 (1920) 163-197.
- [95]. D. Gruber, K. Andreev, H. Harmuth, *FEM simulation of the thermomechanical behaviour of the refractory lining of a blast furnace*, Journal of Materials Processing Technology 155–156 (2004) 1539–1543.
- [96]. M. Hamidouche, N. Bouaouadja, C. Olagnon, G. Fantozzi, *Thermal shock behaviour of mullite ceramic*, Ceramics International 29 (2003) 599–609.
- [97]. Z. Hashin, S. Shtrikman, *A variational approach to the theory of the elastic behavior of multiphase material*, J. Mech. Phys. Solids, 11 (1963) 127–140.
- [98]. M. Hashish, A Model for abrasive-waterjet (AWJ) machining, J. Eng. Mater. Technol. 111 (2) (1989) 154-162.

- [99]. D. P. H. Hasselman, Unified theory of thermal shock fracture initiation and crack propagation in brittle ceramics, Journal of the American Ceramic society, Vol. 52 n°11 (1969) 600-604.
- [100]. D. P. H. Hasselman, *Thermal stress resistance parameters for brittle refractory ceramics: a compendium*, Ceram. Bull. 49 (1970) 1033–1037.
- [101]. N. Hayashi, Y. Kagimoto, A. Notomi, Y. Takeda, K. Kato, *Development of new testing method by centrifugal erosion tester at elevated temperature*, Wear 258 (2005) 443– 457.
- [102]. J. F. Hernandez, *Comportement thermomécanique des bétons réfractaires et des revêtements monolithiques des poches à acier : influence de la déshydratation*, Thèse de doctorat, ENS de Cachan (2000).
- [103]. Heuer, G. Walter, I. M. Hutchings, *High temperature erosion of fibrous ceramic components by solid particle impact*, Wear 233–235 (1999) 257–262.
- [104]. F. Hild et D. Marquis, *A statistical approach to the rupture of brittle materials, European journal of mechanics*, vol. 11, n°6 (1992) 753-765.
- [105]. F. Hild, Mesure de champ de déplacement par corrélation d'images et application en mécanique des solides. Notes de cours IPSI Identification du comportement mécanique des matériaux et de la rupture dans les structures à l'aide des méthodes optiques (sept. 2003), LMT Cachan.
- [106]. F. Hild, S. Roux, *Measuring stress intensity factors with a camera : Integrated digital image correlation (I-DIC)*, C. R. Mecanique 334 (2006) 8–12.
- [107]. F. Hild, S. Roux, R. Gras, N. Guerrero, M. E. Marante, J. Florez-Lopez, *Displacement measurement technique for beam kinematics*, Optics and Lasers in Engineering 47 (2009) 495–503.
- [108]. R. Hill, A theory of the yielding and plastic flow of anisotropic metals, Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences, Vol. 193, n°1033 (May 27, 1948) 281-297.
- [109]. R. Hill, *Elastic properties of reinforced solids : some theoretical principles*, J. Mec. Phy. Solids, 11 (1963) 357-372.
- [110]. P. Hosseini-Tehrani, A. R. Hosseini-Godarzi, *Dynamic crack analysis under thermal shock considering Lord–Shulman theory*, International Journal of Thermal Sciences 43 (2004) 1003–1010.
- [111]. I. M. Hutchings, R. E. Winter, *Paticule erosion of ductile metals : a mechanism of material removal*, Wear 27 (1974) 121-128.

- [112]. T. Inoue, S. Saganaki, T. Kishino, M. Monkawa. *Coupling between stress, temperature, and metallic structures during processes involving phase transformations*, Materials Science and Technology, 1 (1985) 845–850.
- [113]. M. Ishikawa, *Refractory castables*, Taikabutsu Overseas, 19[3] (1999) 7-13.
- [114]. M. J. Jackson, J. Field, *Liquid impact erosion of single-crystal magnesium oxide*, Wear 233-235 (1999) 39-50.
- [115]. M. J. Jackson, *Pulsed liquid impact machining of materials*, Journal of Materials Processing Technology 191 (2007) 185–188.
- [116]. Jakovics, I. Madzhulis, V. Frishfelds, B. Nacke, *Influence of melt flow and temperature on erosion of refractory and deposit formation in aluminium melting furnaces*, Energy Conversion and Management 43 (2002) 345-352.
- [117]. D. Jianxin, F. Yihua, D. Zeliang, S. Peiwei, *Wear behavior of ceramic nozzles in sand blasting treatments*, Journal of the European Ceramic Society 23 (2003) 323–329.
- [118]. W. Johnson, F. Mehl. *Reaction kinetics in processes of nucleation and growth*, Transactions of the AIME, 135 (1939) 416–458.
- [119]. M. de Jong, G. W. Rathenau, *Mechanical properties of an iron-carbon alloy during allotropic transformation*, Acta Metall. 9 [9] (1961) 714-720.
- [120]. M. Jouhari, I. Laalai, A constitutive model for thermo hydro chemo-mechanical response of decomposing high performance concrete under high temperature, in:R.I.o. Technology (Ed.), Thermal Stresses '97 2th Int. Symp. on Thermal Stresses and Related Topics June 8-11, Rochester, NJ, USA, Pub., (1997) 221-225.
- [121]. D. Kannangara, H. Zhang, W. Shen, *Liquid-paper interactions during liquid drop impact and recoil on paper surfaces*, Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects 280 (2006) 203–215.
- [122]. B. Kerezsi, J. W. H. Price, R. Ibrahim, *A two-stage model for predicting crack growth due to repeated thermal shock*, Engineering Fracture Mechanics 70 (2003) 721–730.
- [123]. W. D. Kingery, *Factors affecting thermal stress resistance of ceramic materials,* J. Amer. Ceram. Soc. 38 [1] (1955) 3–15.
- [124]. W. D. Kingery, H. K. Bowen, D. R. Uhlmann, *Introduction to Ceramics* (éd. 2nd edition). Wiley Interscience Publication 1976.
- [125]. Y-C. Ko, Influence of the characteristics of spinels on the slag resistance of $Al_2O_3 MgO$ and $Al_2O_3 spinel$ castables, J. Am. Cer. Soc., 83, 9 (2000) 2333-2335.

- [126]. Y. C. Ko, *Effect of compositional variables on the properties of alumina-magnesia castables*, Interceram, 49, 5 (2000) 316-325.
- [127]. Y-C. Ko, Influence of the total fines content on the thermal shock damage resistance of Al_2O_3 spinel castables, Ceramic International 27(2001) 501-507.
- [128]. Y. C. Ko, Properties and production of Al_2O_3 spinel and Al_2O_3 MgO castables for steel ladles, Ceramic News special refractories 6 [1] (2002).
- [129]. Y. C. Ko, Role of spinel composition in the slag resistance of Al_2O_3 spinel and $Al_2O_3 MgO$ castables, Ceramics International 28 (2002) 805–810.
- [130]. Y. C. Ko, C. F. Chan, *Effect of spinel content on hot strength of alumina-spinel castables in the temperature range 1000-1500°C*, J. Eur. Cer. Soc. 19 (1999) 2633-2639.
- [131]. Y. C. Ko, J. T. Lay, Thermal Expansion Characteristics of Alumina–Magnesia and Alumina–Spinel Castables in the Temperature Range 800°–1650°C, J. Am. Ceram. Soc., 83 [11] (2000) 2872–74.
- [132]. A. N. Kolmogorov, Izv. Akad. Nauk. SSSR. Ser. Mat. 3 (1937) 355.
- [133]. P. Korgul, D. R. Wilson, W. E. Lee, *Microstructural analysis of corroded alumina-spinel castable refractories*, J. Eur. Ceram. Soc., 17 (1997) 77-84.
- [134]. A. Kovalcikova, J. Dusza, P. Sajgalík, *Thermal shock resistance and fracture toughness of liquid-phase-sintered SiC-based ceramics*, Journal of the European Ceramic Society 29 (2009) 2387–2394.
- [135]. P. Ladevèze, J. Lemaitre, Damage effective stress in quasi unilateral conditions, 16th International congress of theoretical and applied mechanics, Lyngby, Denmark, 1984.
- [136]. J. B. Leblond, G. Mottet, J. C. Devaux, A theoretical and numerical approach to the plastic behaviour of steels during phase transformations I. Derivation of general relations, J. Mech. Phys. Solids, 34 [4] (1986) 395-409.
- [137]. J. B. Leblond, G. Mottet, and J. C. Devaux. *A theoretical and numerical approach to the plastic behaviour of steels during phase transformations II. Study of classical plasticity for ideal-plastic phases*, J. Mech. Phys. Solids, 34 (1986) 411–432.
- [138]. J. B. Leblond, J. Devaux, J. C. Devaux, *Mathematical modelling of transformation plasticity in steels I. Case of ideal-plastic phases*, Int. Jour. Of Plasticity, 5 (1989) 551-572.
- [139]. W. Lee, R. Moore, *Evolution of in Situ Refractories in the 20th Century*, J. Am. Ceram. Soc., 81 [6] (1998) 1385-410.

- [140]. W. E. Lee, D. D. Jayaseelan, S. Zhang, *Solid–liquid interactions: The key to microstructuralevolution in ceramics*, Journal of the European Ceramic Society 28 (2008) 1517–1525.
- [141]. J. Lemaître, J. L. Chaboche, *Mécanique de matériaux solides*, Editions Bordas, Paris (1985) 344-442.
- [142]. J. Lemaître, J. L. Chaboche, A. Benhalal, R. Desmorat, *Mécanique de matériaux solides*, Editions Bordas, Paris (2009).
- [143]. R. L'Hermite, Conclusions génrale, Materials and Structures 7 [6] (1973) 438-439.
- [144]. Y. Malier, *Les bétons à hautes performances*, presse de l'école nationale des Ponts et Chaussées, 1992.
- [145]. J. C. Maso, *L'étude expérimentale du comportement du béton sous sollicitation monoaxiale et pluri-axiale*, dans Le béton hydraulique, Presses de l'ENPC, Paris, 1982.
- [146]. W. P. Mason, *Physical Acoustics. Principles and Methods*, Vol I., Part A, Academic Press, New York and London (1964).
- [147]. L. Massard, *Etude du fluage des réfractaires électrofondus du système aluminezircone-silice*, Thèse de doctorat, ENSMP, 2005, France.
- [148]. G. A. Maugin, *The thermomechanics of plasticity and fracture*, Cambridge texts in applied mathematics, 1992.
- [149]. J. Mazars, *Mécanismes physiques de rupture et modèles de comportement mécanique du béton hydraulique*, dans Le béton hydraulique, Presses de l'ENPC, Paris, 1982.
- [150]. A. Menou, *Etude du comportement thermomécanique des bétons à haute température : approche multiéchelle de l'endommagement thermique*, Thèse de doctorat, Université de Pau et des Pays de l'Adour, 2004.
- [151]. A. W. Momber, *The erosion of cement paste, mortar and concrete by gritblasting*, Wear 246 (2000) 46–54.
- [152]. A.W. Momber, *Fluid Jet Erosion of Tension-Softening Materials*, International Journal of Fracture 112 [2] (2001) 99-109.
- [153]. A. W. Momber, Synergetic effects of secondary liquid drop impact and solid particle impact during hydro-abrasive erosion of brittle materials, Wear 256 (2004) 1190-1195.
- [154]. A. W. Momber, R. Kovacevic, *Hydro-abrasive erosion of refractory ceramics*, Journal of Materials Science 38 (2003) 2861–2874.

- [155]. A. W. Momber, *Wear of rocks by water flow*, International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences 41 (2004) 51-68.
- [156]. R. E. Moore, *Research and development activities on refractory ceramics*, Current Opinion in Solid State and Materials Science, Volume 2 [Issue 5] (October 1997) 571-576.
- [157]. J. Mori, Y. Toritani, S. Tanaka, *Development of alumina-magnesia castable for steel ladle* (in Proc.) Unified International Technical Conference on Refractories, UNITECR'95, Kyoto (Japan), 171-178.
- [158]. S. Mukhopadhyay, S. Sen, T. Maiti, M. Mukherjee, R. N. Nandy, B. K. Sinhamahapatra, In situ spinel bonded refractory castable in relation to co-precipitation and sol-gel derived spinel forming agents, Ceramics International 29 (2003) 857–868.
- [159]. S. Mukhopadhyay, P. K. Das Poddar, *Effect of preformed and in situ spinels on microstructure and properties of a low cement refractory castable*, Ceramics International 30 (2003) 369-380.
- [160]. S. Multon, A. Sellier, M. Cyr, *Chemo–mechanical modeling for prediction of alkali silica reaction (ASR) expansion*, Cement and Concrete Research 39 (2009) 490–500.
- [161]. Y. Murakami, *Stress Intensity Factors Handbook*, Pergamon Press, 1987.
- [162]. B. Nagai, O. Matsumoto, T. Isobe, Y. Nishiumi, *Wear mechanism of castable for steel ladle by slag*, Taikabutsu, 42 [8] (1990) 15-20.
- [163]. B. Nagai, O. Matsumoto, T. Isobe, *Development of high-alumina castable for steel ladles*, Taikabutsu overseas, 10 (1990) 23-28.
- [164]. K. Nakonieczny, T. Sadowski, *Modelling of 'thermal shocks' in composite materials using a meshfree FEM*, Computational Materials Science 44 (2009) 1307–1311.
- [165]. V. Narayanan, J. Seyed-Yagoobi, R. H. Page, *An experimental study of fluid mechanics and heat transfer in an impinging slot jet flow*, International Journal of Heat and Mass Transfer 47 (2004) 1827–1845.
- [166]. F. Nazaret, H. Marzagui, T. Cutard, *Influence of the mechanical behaviour specificities of damaged refractory castables on the Young's modulus determination*, Journal of the European Ceramic Society 26 (2006) 1429–1438.
- [167]. E. Nonnet, N. Lequeux, P. Boch, Elastic Properties of High Alumina Cement Castables from Room Temperature to 1600°C, Journal of the European Ceramic Society, 19 (1999) 1575-1583.
- [168]. N. Nuns, Caractérisation de la charge d'espace aux joints de grains du spinelle MgAl₂O₄. Influence possible sur la superplasticité, Thèse de doctorat, Université de Lille I, 2005.

- [169]. Y. Oguchi, J. Mori, *Wear mechanism of castable for steel ladle*, Taikabutsu Overseas, 13 [4] (1993) 43–49.
- [170]. E. F. Osborn, *Phase Equilibrium Diagrams of Oxide Systems*, American Ceramic Society (1960).
- [171]. C. Pacurariu, I. Lazau, Z. Ecsedi, R. Lazau, P. Barvinschi, G. Marginean, New synthesis methods of MgAl₂O₄ spinel, Journal of the European Ceramic Society 27 (2007) 707– 710.
- [172]. P. Pancheri, P. Bosetti, R. Dal Maschio, V. M. Sglavo, *Production of sharp cracks in ceramic materials by three-point bending of sandwiched specimens*, Engineering Fracture Mechanics 59 [4] (1998) 447-456.
- [173]. M. Papini, D. Ciampini, T. Krajac, J. K. Spelt, *Computer modeling of interference effects in erosion testing : effect of plume shape*, Wear 255 (2003) 85–97.
- [174]. E. Patoor, M Berveiller, *Technologie des alliages à mémoire de forme*, Paris, Hermès, 1994.
- [175]. G. F. Peng, S. H. Bian, Z. Q. Guo, J. Zhao, X. L. Peng, Y. C. Jiang, *Effect of thermal shock due to rapid cooling on residual mechanical properties of fiber concrete exposed to high temperatures*, Construction and Building Materials 22 (2008) 948–955.
- [176]. J. Planas, M. Elices et G. V. Guinea, *Measurement of the fracture energy using threepoint bend tests: Part 2—Influence of bulk energy dissipation*, Materials and Structures 25 [5] (1992) 305-312.
- [177]. J. Poirier, chapitre *Matériaux réfractaires* dans *Propriétés et applications des céramiques*, pub. P. Bloch, éditions Hermes Science, 2001.
- [178]. J. Poirier, M. L. Bouchetou, F. Qafssaoui, N. Schmitt, Identification et modélisation des micro-mécanismes à l'origine du comportement et des dégradations des céramiques réfractaires, 2002.
- [179]. B. Polak, Étude des Paramètres Critiques de la Tenue Mécanique des Céramiques *Réfractaires*, Rapport de Stage de Master I, ENS de Cachan, 2005.
- [180]. S. Potapov, B. Maurel, A. Combescure, J. Fabis, *Modeling accidental-type fluidstructure interaction problems with the SPH method*, Computers and Structures 87 (2009) 721–734.
- [181]. P. Prigent, *Etat d'avancement 1 : Etude des mécanismes d'usure des dalles d'impact en poche acier*, CRMHT-CEMHTI, 2006.
- [182]. P. Prigent, Etat d'avancement 2 : Etude de la corrosion de matrices Alumine Magnésie formant spinelle par un laitier synthétique, CEMHTI (2007).

- [183]. P. Prigent, Etat d'avancement 3 : Corrosion de différentes formulations de bétons $MgO Al_2O_3$ en auto-creuset, CEMHTI, CNRS Orléans, 2008.
- [184]. P. Prigent, *Etat d'avancement 4 : Calculs thermodynamiques sur les différentes compositions des matrices*, CEMHTI, CNRS Orléans, 2008.
- [185]. P. Prigent, Imprégnation réactive et corrosion des bétons réfractaires à base d'alumine-spinelle par des laitiers sidérurgiques, Rapport d'avancement 1, CEMHTI, CNRS Orléans, 2008.
- [186]. N. Prompt, *Etude du comportement thermomécanique d'un béton réfractaire alumineux, application à une rigole de haut fourneau*, Thèse de doctorat, Université de Grenoble I Joseph Fourier, 2000.
- [187]. J. Qian, A. Fatemi, *Mixed mode fatigue crack growth : a literature survey*, Engineering fracture mechanics 55 [6] (1996) 969-990.
- [188]. K. Range, F. Feuillebois, *Influence of Surface Roughness on Liquid Drop Impact*, Journal of Colloid and Interface Science 203 (1998) 16–30.
- [189]. W. S. Resende, R. M. Stoll, S. M. Justus, R. M. Andrade, E. Longo, J. B. Baldo, E. R. Leite, C. A. Paskocimas, L. E. B. Soledade, J. E. Gomes, J. A. Varela, *Key features of alumina/magnesia/graphite refractories for steel ladle lining*, Journal of the European Ceramic Society 20 (2000) 1419-1427.
- [190]. A. Reuss, *Berechnung der fliessgrenze von mischkristallen auf grund der plastizitätsbedingung für einkristalle*, Z. Angew. Math. U. Mech., 9 [1] (1929) 49–58.
- [191]. M. Reytier, S. Chapuliot, S. Marie, M. Nédélec, *Thermomechanical analysis of thermal shock fracture in the brittle/ductile transition zone—Part II: Numerical calculations and interpretation of the test results*, Engineering Fracture Mechanics 73 (2006) 283–295.
- [192]. W. M. Rohsenow, J. P. Hartnett, *Handbook of heat transfer*, Mc Graw-Hill, NY, 1973.
- [193]. J. M. Robin, *Comportement thermomécanique des céramiques réfractaires*, Thèse de doctorat, ENS de Cachan 95/3, 1995.
- [194]. S. Roux, F. Hild, Stress intensity factor measurements from digital image correlation: post-processing and integrated approaches, International Journal of Fracture 140 (2006) 141–157.
- [195]. D. M. Roy, R. Roy, E. F. Osborn, The system $MgO Al_2O_3 CaO$ and the influence of carbonate and nitrate ions on the phase equilibria, Am. J. Scie., 251 (1953) 337-361.
- [196]. M. Saâdaoui, G. Fantozzi, *Crack growth resistance under thermal shock loading of alumina*, Materials Science and Engineering, A247 (1998) 142–151.

- [197]. J. F. Sacadura (coordonnateur), *Initiation aux transferts thermiques*, 6° tirage 2000, Editions Tec & Doc 2002.
- [198]. B. Sakamoto, *Development of impact block of steel ladle*, Taikabutsu Overseas, 8 [10] 25-28.
- [199]. H. Sarpoolaky, K.G. Ahari, W.E. Lee, *Influence of in situ phase formation on microstructural evolution and properties of castable refractories*, Ceramics International, 28 (2002) 487-493.
- [200]. H. Sarpoolaky, S. Zhang, W.E. Lee, *Corrosion of high alumina and near stoichiometric spinels in iron-containing silicate slags*, Journal of the European Ceramic Society, 23 (2003) 293–300.
- [201]. H. Sasaki, R. Nakamura, T. Kaneshige, M. Namba, *Development of spinel-magnesia Castable for steel ladles*, Proc. of the UNITECR'2003 666-669.
- [202]. N. Schmitt, E. Baquet, P. Guillo, E. Blond, *Thermal stresses in a Drücker-Prager elastoplastic hollow cylinder subjected to a thermal shock: Influence of material and structure parameters*, Proceedings of the Seventh International Congress on Thermal Stresses, June 4 -7, Taipei TAIWAN (2007) Vol. 2, pp 771-774, Editors C.K. Chao and C.Y. Lin, Publisher NTUST, Taipei (Taiwan).
- [203]. N. Schmitt, Y. Berthaud, J. F. Hernandez, P. Meunier, J. Poirier, *Damage of monolithic refractory linings in steel ladles during drying*, British Ceramic Transactions, 103 [3] (2004) 121-133.
- [204]. N. Schmitt, Y. Berthaud, J. Poirier, *Tensile behaviour of magnesia carbon refractories*, Journal of the European Ceramic Society, 20 [12] (2000) 2239-2248.
- [205]. N. Schmitt, E. Blond, F. Hild, *Thermal stresses in the working lining of a ladle during the steel refining process*, 4th International Symposium on Advances in Refractories for the Metallurgical Industries 2004.
- [206]. N. Schmitt, A. Burr, Y. Berthaud, J. Poirier, *Micromechanics applied to the thermal shock behavior of refractory ceramics*, Mechanics of Materials, 34 (2002) 725–747.
- [207]. I. Serre, M. Bonnet, R. M. Pradeilles-Duval, *Modelling an abrasive wear experiment by the boundary element method*, C. R. Acad. Sci. Paris, t. 329, Série II b (2001) 803–808.
- [208]. S. Shah, *Fracture toughness of cement-based materials*, Matériaux et Constructions/Materials and Structures, 21 (1988) 145-150.
- [209]. T. H. Shih, W. W. Liou, A. Shabbir, Z. Yang, J. Zhu, A New $k \epsilon$ Eddy-Viscosity Model for High Reynolds Number Turbulent Flows - Model Development and Validation, Computers Fluids, 24 [3] (1995) 227-238.

- [210]. K. Shimizu, T. Noguchi, H. Seitoh, M. Okada, Y. Matsubara, *FEM analysis of erosive wear*, Wear 250 (2001) 779-784.
- [211]. R. Siegel, J. R. Howell, *Thermal radiation heat transfer*, Mc Graw-Hill, 1972.
- [212]. F. Simonin, *Comportement thermomécanique de bétons réfractaires alumineux contenant du spinelle de magnésium*, Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2000.
- [213]. F. Simonin, C. Olagnon, S. Maximilien, G. Fantozzi, L. A. Diaz, R. Torrecillas, *Thermo* mechanical behaviour of high-alumina refractory castables with synthetic spinel additions, J. Am. Ceram. Soc., 83 [10] (2000) 2481-90.
- [214]. G. S. Springer, *Erosion by liquid impact*, New York, Wiley, 1976.
- [215]. M. Stack, L. Bray, Interpretation of wastage mechanisms of materials exposed to elevated temperature erosion-corrosion using erosion-corrosion maps and computer graphics, Wear 186-187 (1995) 273-283.
- [216]. Y. M. Sung, J. W. Ahn, *Kinetic analysis of spinel formation at the interface of CaO* Al_2O_3 fibre-reinforced Al 7075 composites, Jour. of Mat. Sc., 34 (1999) 5127 5132.
- [217]. W. Tabakoff, V. Shanov, *Erosion rate testing at high temperature for turbomachinery use*, Surface and Coatings Technology, 76-77 (1995) 75-80.
- [218]. H. Tada, P. Paris, G. Irwin, *The stress analysis of cracks handbook*, Hellertown PA, Del Research Corporation, 1973
- [219]. N. Tessier-Doyen, Etude expérimentale et numérique du comportement thermomécanique de matériaux réfractaires modèles, Thèse de doctorat, Université de Limoges, France, 2003.
- [220]. S. Timoshenko, J. N. Goodier, *Theory of elasticity*, 2nd ed.Mc Graw-Hill, New York, 1951.
- [221]. S. Timoshenko, *Strength of materials*, D. Van Nostrand Company, Princeton, New Jersey, 1955.
- [222]. C. J. Ting, H. Y. Lu, *Hot-pressing of magnesium aluminate spinel I. Kinetics and densification mechanism*, Acta mater., 47 [3] (1999) 817-830.
- [223]. C. J. Ting, H. Y. Lu, *Hot-pressing of magnesium aluminate spinel II. Microstructure development*, Acta mater., 47 [3] (1999) 831-840.
- [224]. A. Y. Tong, On the impingement heat transfer of an oblique free surface plane jet, International Journal of Heat and Mass Transfer, 46 (2003) 2077–2085.
- [225]. Y. Urita, M. Sugawara, M. Kataoka, K. Yamaguchi, *Development of self-forming spinel* castable for steel ladle, 39th Int. Coll. on Refr, in StahlEisen spezial, 10 (1996) 108-111.
- [226]. M. Van Dyke, *An album of fluid motion*, Parabolic Press Stanford, California (1982).
- [227]. R. Vignevic, M. Meo, *Finite element analysis of residual stress induced by shot peening process*, Adv. Eng. Software, 34 (2003) 569-575.
- [228]. W. Voigt, Ueber adiabatische Elasticitätsconstante (Sur des constantes élastiques adiabatiques), Wied. Ann., t. XXXVI, p. 743 ; 1889. J. Phys. Theor. Appl., 9 (1890) 202-203.
- [229]. W. Voigt, *Lehrbuch der kristallphysik*, Teubner, Berlin, 1910.
- [230]. P. R. Voke, S. Gao, *Numerical study of heat transfer from an impinging jet*, Int. J. Heat Mass Transfer., 41 [4-5] (1998) 671-680.
- [231]. E. B. Watson, J. D. Price, *Kinetics of the reaction* $MgO + Al_2O_3 \rightarrow MgAl_2O_4$ and Al Mg interdiffusion in spinel at 1200 to 2000°C and 1.0 to 4.0 GPa, Geochimica et Cosmochimica Acta, 66 [12] (2002) 2123–2138.
- [232]. W. Weibull, *A Statistical Theory of the Strength of Materials*, Report 151, Roy. Swed. Inst. Eng. Res. 1939.
- [233]. R. Wellman, J. Nicholls, *High temperature erosion-oxidation mechanisms and maps and models*, Wear, 256 (2004) 907-917.
- [234]. S.M. Wiederhom, *Erosion of ceramics*, in A.V. Levy (ed.), Proc. Corrosion/Erosion of Coal Conversion System Materials, NACE, Houston, TX, 1979.
- [235]. R. E. Winter, I. M. Hutchings, Solid paticule erosion studies using single angular particles, Wear, 29 (1974) 181-194.
- [236]. R. E. Winter, I. M. Hutchings, *The role of adiabatic shear in solid particle erosion*, Wear, 34 (1975) 141-148.
- [237]. B. Wiwatanapataphee, Y.H. Wu, J. Archapitak, P.F. Siew, B. Unyong, *A numerical study of the turbulent flow of molten steel in a domain with a phase-change boundary*, Journal of Computational and Applied Mathematics, 166 (2004) 307–319.
- [238]. S. Zhang, H. R. Rezaie, H. Sarpoolaky, W. E. Lee, *Alumina Dissolution into Silicate Slag*, J. Am. Ceram. Soc., 83 [4] (2000) 897–903.
- [239]. J. Zhao, X. Ai, J. Deng, Z. Wang, *A model of the thermal shock resistance parameter for functionally gradient ceramics*, Materials Science and Engineering, A 382 (2004) 23–29.

- [240]. L. G. Zhao, T. J. Lu, N. A. Fleck, *Crack channeling and spalling in a plate due to thermal shock loading*, J. Mech. and Physics of Solids, 48 (2000) 867-897.
- [241]. J. Zhou, S. Bahadur, *Erosion characteristics of alumina ceramics at high temperatures*, Wear, 181-183 (1995) 178-188.
- [242]. Z. Zhou, P. Ding, S. Tan, J. Lan, *A new thermal-shock-resistance model for ceramics: Establishment and validation*, Materials Science and Engineering, A 405 (2005) 272-276.