

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique d'Alger



Département de métallurgie

**Thèse de Doctorat en Sciences**

**Spécialité : Métallurgie**

**THÈME**

**MODELISATION DU COMPORTEMENT THERMOMECHANIQUE DES  
CERAMIQUES PAR LA MECANIQUE DE L'ENDOMMAGEMENT : CAS  
DES REFRACTAIRES SILICO-ALUMINEUX FAÇONNES**

**Présentée par : AMRANE Belaid**

**Devant le jury composé de :**

Mr DJEGHLAL Mohammed Lamine	Pr	Président	ENP
Mr MESRATI Nadir	Pr	Encadreur	ENP
Mr OUEDRAOGO Evariste	MC	Co-encadreur	INP-Grenoble
Mr HELLAL Fatah	Pr	Examineur	ENP
Mr BOUCHEFFA Youcef	Pr	Examineur	EMP
Mr BENYAHIA Ahmed Ali	Pr	Examineur	USTHB
Mr BOUMCHEDDA Khaled	Pr	Examineur	U. Boumerdes

ENP 2012

## ملخص:

يتمثل الغرض من هذا العمل في دراسة سلوك المواد المقاومة للحرارة من نوع المواد السيليكو ألومينية المصنوعة من خليط من طين جبل دباغ وطين تامزيرت إزاء التلف. هذه المواد المسماة هنا BSAA تستعمل غالبا كحاملات أثناء الوضع في الفرن. لذا فهي عرضة للتلف نتيجة الاجهادات الحرارية و الميكانيكية الدورية التي تتعرض لها. ما يحتم دراسة سلوكها الحراري الميكانيكي عبر كامل النطاق الحراري الذي تستعمل فيه. بعد تقديم ابرز الخصائص الفيزيائية، الكيميائية و الحرارية للمادة المدروسة و المواد الأولية المستعملة لتصنيعها، قمنا بإجراء تجارب انضغاط تحت درجات الحرارة التالية: 20، 500، 700، 800، 900، 1000، 1200 °C، على عينات من المواد BSAA، وعرضنا نتائجها في الفصل 2. الملاحظ أن السلوك انتقل من متلف إلى لزج مرن متلف ابتداء من 900 °C. هذا السلوك تم إثباته بإجراء تجارب إضافية من نوع الالتواء التي عرضت نتائجها في الملحق A. لشرح تغير السلوك الميكانيكي للمواد المدروسة مع ارتفاع الحرارة قمنا بأخذ صور مجهرية MEB وتحاليل كيميائية في نفس درجات الحرارة التي أجريت فيها التجارب وعرضت نتائجها في الفصول (2.3) و (2.4). الفصل الثالث خصص لنمذجة السلوك الحراري الميكانيكي للمادة المدروسة وفق نموذج مزار.

مفتاح الكلمات: المواد السيليكو ألومينية، اجتهادات ترمو ميكانيكية، التلف، تجارب ترمو ميكانيكية، عناصر منتهية، نمذجة.

## RESUME

L'objectif de ce travail consiste à étudier le comportement d'endommagement de matériaux réfractaires silico-alumineux à base d'un mélange d'argiles réfractaires locales : le kaolin de Tamazert et la halloysite de djebel Debbagh. Ces matériaux que nous avons dénommés BSAA, sont couramment utilisés comme supports d'enfournement et dallages des soles de wagonnets des fours tunnels. Ils sont de ce fait sollicités par des contraintes thermomécaniques cycliques entraînant leur endommagement. D'où la nécessité de la caractérisation de leur comportement thermomécanique sur toute la plage de température de leur exploitation.

Après avoir présenté les principales caractéristiques physico-chimiques et thermiques du matériau étudié et des matières premières utilisées pour sa fabrication, des essais de compression uniaxiale sont alors réalisés respectivement à : 20, 500, 700, 800, 900, 1000 et 1200°C sur des éprouvettes prélevées directement sur des briques BSAA industrielles. Les résultats sont présentés au chapitre 2. Le comportement passe de endommageable à l'ambiante à viscoplastique endommageable à haute température. Ce comportement est confirmé par des essais complémentaires de flexion trois points dont les résultats sont reportés en annexe A. Pour tenter d'expliquer l'évolution du comportement mécanique du matériau étudié avec la température, des micrographies MEB sont réalisées aux températures d'essais accompagnées d'analyses chimiques aux mêmes températures. Les résultats sont présentés respectivement en (2.3) et (2.4).

Après avoir passé en revue les différents modèles issus de la mécanique d'endommagement, susceptibles de décrire ce comportement, notre choix est porté sur le modèle de Mazars : un modèle d'élasticité couplé à l'endommagement, implanté dans le code de calcul par éléments finis CAST3M.

**MOTS CLES:** Réfractaires silico-alumineux; Supports d'enfournement ; Contraintes thermomécaniques ; Endommagement ; Essais thermomécaniques ; Eléments finis ; Modélisation; Viscoplasticité.

## ABSTRACT

The aim of this work consists in studying the damage behavior of silica-alumina refractory materials based on a mixture of local refractory clays: kaolin from Tamazert and halloysite from Djebel Debbagh. These materials that we have designated BSAA, are extensively used as kiln furniture and for the paving of the wagon's hearth of tunnel kilns. Because of this, they are submitted to cyclic thermo mechanical constraints leading to their damage. Hence the need for the thermo mechanical behavior characterization of the materials over the temperature ranges of their use.

After we had presented the main thermal and physicochemical properties of the studied material and the raw materials used for its manufacture, compressive tests were carried out on test specimens cut from the BSAA bricks, at respectively: 20, 500, 700, 800, 900, 1000 and 1200°C. The results are presented in chapter 2. The material's behavior evolves from quasi-brittle at room temperature to viscoplastic at higher temperatures. This behavior's evolution was confirmed by bending tests which results are reported in Annex A. To explain the material's mechanical behavior according to temperature, SEM micrographs were investigated and chemical analysis done at the test temperatures. The results are shown respectively in chapters 2.3 and 2.4.

The chapter 3 is devoted to the mathematical description of the material's thermo mechanical behavior. An elastic damage mechanics model, MAZAR's model, implanted in the software CAST3M, is applied to describe the BSAA refractory behavior from 20 to 1200°C.

**KEYWORDS:** Silica-alumina refractories; Kiln furniture; Thermo mechanical behavior; Damage mechanics; Thermo mechanical tests; Finite elements; modeling; Viscoplasticity.

## AVANT-PROPOS

Ce travail s'inscrit dans le cadre des activités de recherche du laboratoire de science et génie des matériaux de l'école nationale polytechnique d'Alger sur la valorisation des matières premières locales dans l'industrie des céramiques réfractaires. Il a été réalisé sous la direction de Monsieur Nadir Mesrati, Professeur au département de métallurgie de l'ENP. Ses connaissances et ses conseils ont contribué au bon déroulement de cette thèse. Je lui exprime ici, toute ma gratitude et mes remerciements.

Les essais expérimentaux effectués dans le cadre de cette thèse ont nécessité l'emploi de dispositifs et d'équipements sophistiqués. Je ne saurais remercier suffisamment Monsieur Evariste Ouedraogo, Maître de conférences à l'école nationale supérieure d'hydraulique et de mécanique de Grenoble de m'avoir accueilli au laboratoire sols, solides, structures-risques où il a dirigé mes recherches tout en faisant montre d'une grande disponibilité.

Je remercie tout particulièrement Monsieur Djeghlal Mohamed Lamine, Professeur au département de métallurgie de l'ENP, d'avoir accepté de présider le jury. Sa longue expérience et son immense culture constituent pour moi un facteur d'enrichissement. Je lui exprime toute ma gratitude.

Je remercie également Monsieur Hellal Fatah, Professeur à l'école nationale polytechnique, d'avoir accepté de participer au jury. Ses connaissances et son esprit critique ont contribué à l'enrichissement de ce travail.

Monsieur Boucheffa Youcef, Professeur à l'Ecole Militaire Polytechnique a accepté d'examiner ce travail. Ses observations pertinentes qui découlent de son immense savoir ont été très bénéfiques. Je lui suis reconnaissant d'accepter de faire partie du jury.

Monsieur Benyahia Ahmed Ali, Professeur à l'Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene, a accepté de participer au jury. Sa présence a contribué à l'enrichissement des aspects techniques et scientifiques de ce travail. Je le remercie d'accepter d'être membre du jury.

Je ne saurais remercier suffisamment Monsieur Boumchedda Khaled, Professeur à l'Université de Boumerdes, d'avoir accepté de faire partie du jury. Sa longue expérience en céramurgie et ses remarques pointues ont beaucoup contribué à l'enrichissement de cette thèse.

Mes remerciements vont également au staff médical, chirurgiens et infirmiers de l'hôpital Mentouri de Kouba qui n'ont ménagé aucun effort pour me prodiguer les soins nécessaires lors de mon hospitalisation. Leur professionnalisme et sens de responsabilité ont été pour beaucoup dans la reprise et la finalisation de ce travail. Je leur suis reconnaissant.

Enfin, à mes parents, que Dieu leur Prête longue vie, à mon épouse Zohra et mon fils Ilyes, ma source d'énergie et de courage, à mes frères et sœur, je dis: merci.

# SOMMAIRE

<b>INTRODUCTION GENERALE .....</b>	<b>9</b>
------------------------------------	----------

## **ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE**

<b>Résumé.....</b>	<b>12</b>
--------------------	-----------

<b>1.1. Problématique industrielle et contexte de l'étude .....</b>	<b>13</b>
---	-----------

1.1.1. Généralités.....	13
-------------------------	----

1.1.2. Les réfractaires silico-alumineux dans l'industrie céramique.....	14
--	----

1.1.3. Les réfractaires silico-alumineux façonnés.....	17
--	----

1.1.3.1. Définition.....	17
--------------------------	----

1.1.3.2. Composition minéralogique et microstructure.....	18
---	----

1.1.3.3. Caractéristiques thermiques.....	22
---	----

1.1.4. Causes de dégradation, en service des garnissages et supports réfractaires silico-alumineux.....	29
---	----

<b>1.2. Essais mécaniques normalisés sur les réfractaires.....</b>	<b>30</b>
--	-----------

1.2.1. Caractéristiques mécaniques à froid.....	31
---	----

1.2.1.1. Contraintes à rupture.....	31
-------------------------------------	----

1.2.1.2. Module d'élasticité.....	32
-----------------------------------	----

1.2.2. Caractéristiques mécaniques à chaud.....	34
---	----

1.2.2.1. Affaissement sous charge.....	34
--	----

1.2.2.2. Essai de fluage à chaud.....	36
---------------------------------------	----

1.2.2.3. Résistance à la flexion à chaud.....	36
---	----

1.2.2.4. Résistance aux chocs thermiques.....	36
---	----

1.2.3. Autres caractéristiques à chaud : les caractéristiques thermiques.....	37
---	----

1.2.3.1. La réfractarité.....	37
-------------------------------	----

1.2.3.2. La dilatation thermique.....	38
---------------------------------------	----

1.2.3.3. La conductivité thermique.....	39
---	----

1.2.3.4. La chaleur spécifique.....	40
-------------------------------------	----

<b>1.2.3.5. La capacité thermique.....</b>	<b>40</b>
--	-----------

1.2.3.6. La diffusivité thermique.....	40
--	----

<b>1.3. Comportement thermomécanique des réfractaires monolithiques et façonnés.....</b>	<b>41</b>
1.3.1. Introduction.....	41
1.3.2. Cas particulier des céramiques à base de terre cuite.....	42
1.3.3. Comportement thermomécaniques des bétons réfractaires.....	43
1.3.3.1. Comportement en compression.....	43
1.3.3.2. Comportement au fluage.....	47
1.3.3.3. Comportement en flexion.....	48
1.3.3.4. Evolution du module d'élasticité des bétons réfractaires avec la température.....	50
1.3.4. Comportement thermomécanique des bétons réfractaires préalablement cuits...50	50
1.3.4.1. Comportement à température ambiante.....	50
1.3.4.2. Comportement à haute température.....	53
<b>1.3.4.3. Comportement au fluage.....</b>	<b>54</b>
1.3.5. Conclusion sur le comportement thermomécanique des bétons réfractaires .....	55
1.3.6. Comportement thermomécanique des réfractaires silico-alumineux du système silice-alumine.....	55
<b>1.3.6.1. Comportement en compression.....</b>	<b>55</b>
<b>1.3.6.2. Comportement en flexion.....</b>	<b>59</b>
<b>1.3.6.3. Comportement au fluage.....</b>	<b>61</b>
1.3.6.4. Evolution du module d'élasticité des réfractaires du système silice –alumine avec la température.....	64
<b>1.3.6.5. Conclusion de l'étude bibliographique sur le comportement thermomécanique des réfractaires du système silice-alumine.....</b>	<b>65</b>
1.3.6.6. Hypothèse de similarité de comportement entre les réfractaires façonnés du système silice-alumine et le béton hydraulique de génie civil.....	66
<b>1.4. Le comportement mécanique du béton hydraulique.....</b>	<b>67</b>
1.4.1. Généralités.....	67
1.4.2. Comportement en compression simple à température ambiante.....	68
1.4.3. Comportement en traction.....	71
1.4.3.1. Comportement en traction simple.....	71
1.4.3.2. Comportement en traction par flexion.....	71
1.4.3.3. Comportement en traction par fendage.....	72
1.4.3.4. Comparaison entre les différents modes d'essais en traction.....	73

1.4.4. Comportement mécanique à chaud du béton hydraulique.....	73
<b>1.5. Choix de critères de ruptures adaptés.....</b>	<b>74</b>
<b>1.6. Conclusion de l'étude bibliographique.....</b>	<b>75</b>
<b>1.7. Définition du cadre de l'étude.....</b>	<b>77</b>
<b>1.8. Bibliographie du chapitre 1.....</b>	<b>79</b>
<b>2. <u>MATERIAUX ET ESSAIS</u></b>	
<i>Résumé.....</i>	<i>83</i>
<b>Introduction.....</b>	<b>85</b>
<b>2.1. Présentation du matériau étudié.....</b>	<b>85</b>
2.1.1. Procédé de fabrication.....	86
2.1.2. Les matières premières.....	88
2.1.2.1. Le kaolin de Tamazert.....	88
2.1.2.2. La halloysite de djebel Debbagh.....	88
2.1.2.3. La chamotte.....	90
2.1.3. Caractéristiques physiques.....	91
2.1.4. Composition minéralogique et microstructure.....	92
2.1.5. Composition chimique.....	93
2.1.6. Propriétés thermiques.....	94
2.1.6.1. Réfractarité.....	94
2.1.6.2. Dilatation thermique.....	94
<b>2.1.6.3. Résistance aux chocs thermiques.....</b>	<b>96</b>
<b>2.2. Caractérisation thermomécaniques des briques réfractaires silico-alumineuses</b>	
<b>BSAA.....</b>	<b>96</b>
2.2.1. Introduction.....	96
2.2.2. Installation expérimentale.....	96
2.2.3. Paramètres et protocole d'essais.....	100
2.2.3.1. Paramètre des essais.....	100
2.2.3.2. Définition des paramètres du protocole d'essais.....	103
2.2.4. Réalisation des essais de compression uniaxiale à température ambiante.....	104
2.2.4.1. Conventions adoptées pour le dépouillement des résultats.....	104
2.2.4.2. Caractérisation du comportement à température ambiante.....	105
2.2.5. Réalisation des essais de compression uniaxiale à haute température.....	106
<b>2.2.5.1. Précautions à prendre avant le lancement d'un essai.....</b>	<b>107</b>
2.2.5.2. Déroulement d'un essai à chaud.....	107
2.2.5.3. Caractérisation du comportement à haute température.....	109
2.2.6. Evolution des propriétés mécaniques avec la température.....	115
2.2.6.1. Evolution du module d'élasticité.....	115
2.2.6.2. Evolution de la résistance à la compression.....	116
2.2.6.3. Evolution de la déformation au pic de contrainte.....	117

2.2.7. Conclusion sur les essais mécaniques réalisés aux hautes températures.....	117
<b>2.3. Observations au MEB.....</b>	<b>118</b>
<b>2.4. Evolution de la composition chimique avec la température ?.....</b>	<b>124</b>
<b>2.5. Conclusion de l'étude expérimentale.....</b>	<b>126</b>
<b>2.6. Bibliographie du chapitre 2.....</b>	<b>125</b>
<b>3. <u>MODELISATION NUMERIQUE DU COMPORTEMENT HERMOMECHANIQUE DES BRIQUES REFRACTAIRES BSAA</u></b>	
Résumé.....	131
Introduction.....	133
<b>3.1. Mécanismes de rupture des céramiques.....</b>	<b>133</b>
3.1.1. Mécanismes de rupture à basse température.....	133
3.1.2. Mécanismes de rupture à haute température.....	134
<b>3.2. Approches possibles pour la modélisation du comportement thermomécanique des céramiques réfractaires.....</b>	<b>135</b>
3.2.1. Endommagement localisé- Rupture fragile- Théorie du maillon faible.....	136
3.2.2. Endommagement diffus- Théorie de Kachanov.....	138
<b>3.3. Sur la validité de la mécanique linéaire élastique de la rupture dans la modélisation du comportement mécanique des céramiques.....</b>	<b>138</b>
• Présentation des différents modèles de rupture quasi-fragile.....	139
<b>3.4. Modèles basés sur la mécanique de l'endommagement.....</b>	<b>140</b>
3.4.1. Présentation de la mécanique de l'endommagement.....	140
3.4.2. Modèle d'élasticité couplé à l'endommagement : MAZARS.....	141
3.4.3. Le modèle unilatéral.....	149
<b>3.5. Modèles de viscoplasticité.....</b>	<b>152</b>
<b>3.6. Modèle d'endommagement visqueux.....</b>	<b>153</b>
• Modèle de Lemaitre-Chaboche.....	153

<b>3.7. Modèle de ROBIN.....</b>	<b>155</b>
<b>3.8. Quel modèle pour décrire le comportement thermomécanique des briques réfractaires BSAA ?.....</b>	<b>157</b>
<b>3.9. Modélisation du comportement thermomécanique des briques réfractaires BSAA par la loi d'endommagement de MAZARS.....</b>	<b>158</b>
3.9.1. Identification de la loi d'endommagement de MAZARS.....	158
3.9.2. Endommagement mécanique.....	158
3.9.3. Endommagement en fonction de la température.....	160
3.9.4. Modélisation des essais de compression uniaxiale.....	162
<b>3.10. Conclusion du chapitre 3.....</b>	<b>169</b>
<b>3.11. Bibliographie du chapitre 3.....</b>	<b>170</b>
<b>CONCLUSION GENERALE.....</b>	<b>171</b>
<b>ANNEXES.....</b>	<b>175</b>
<b>LISTE DES FIGURES.....</b>	<b>181</b>
<b>INDEX DES TABLEAUX.....</b>	<b>187</b>

## INTRODUCTION

Les produits réfractaires sont des matériaux céramiques, monolithiques ou façonnés, présentant par définition une réfractarité supérieure à 1500°C. Ils sont principalement composés d'oxydes ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  et  $\text{ZrO}_2$ ) et/ou de non-oxydes ( $\text{SiC}$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{BN}$ , ...) avec ou sans ajout de carbone.

Les principaux secteurs utilisateurs de ces matériaux sont essentiellement « les industries de feu »: les métallurgies ferreuse (> 50%) et non ferreuse (7%), la verrerie (5%), la chimie (minérale et pétrochimie) (4%), la céramique (9%), les ciments et chaux (4%), sans oublier les centrales thermiques et les incinérateurs (8%) [Tableau 1].

Au début des années 2000, le marché mondial des réfractaires est estimé à plus de 21 milliards de dollars [1].

Tableau 1. Consommation spécifique des principaux secteurs industriels utilisateurs de matériaux réfractaires.

Secteur	Consommation spécifique (Kg réfractaire/tonne de produit)
Acier	10
Non ferreux	6
Verre	5
Ciment et chaux	0.9

En milieu industriel, les produits réfractaires assurent des fonctions essentielles comme revêtements internes dans les procédés thermo-chimiques, comme éléments de construction, comme isolants thermiques ou supports de cuisson. Ils sont de ce fait, régulièrement sollicités par des contraintes de nature aussi bien thermique et thermomécanique que chimiques, entraînant, à court ou à long termes, leur dégradation. Il est donc impératif de minimiser les déchets industriels générés par l'usure de ces matériaux et de réduire les coûts inhérents à l'arrêt et à la remise en service des installations de production lors du remplacement des revêtements usés.

L'une des voies explorées par les refractoristes pour rentabiliser les outils de production et rationaliser les processus de fabrication, consiste à optimiser la durée de vie des produits réfractaires garnissant les installations industrielles ou servant d'accessoires d'enfournement.

Pour cela, il est indispensable d'identifier et de comprendre les micro-mécanismes à l'origine de la dégradation de ces matériaux et de connaître leurs caractéristiques thermiques, mécaniques et physiques pour en évaluer l'effet sur leur comportement en service.

Le travail présenté ici, s'inscrit entièrement dans ce cadre puisqu'il vise à optimiser la durée de vie de matériaux réfractaires silico-alumineux façonnés élaborés à partir d'un mélange de kaolins algériens, couramment utilisés comme supports d'enfournement et dallage des soles de wagonnets de fours tunnels dans les unités de production d'articles céramiques et que nous avons dénommés ici, réfractaires BSAA. Notre but est de déterminer les conditions optimales d'exploitation de ces produits, permettant de minimiser leur dégradation mécanique en service.

Les supports de cuisson des articles céramiques et les maçonneries en briques réfractaires sont sollicités, en service, par des chocs thermiques cycliques inhérents au régime thermique de production et des charges mécaniques constantes ou variables liées au poids du produit enfourné et aux phénomènes de dilatation. Le risque de dégradation par les agents corrosifs est, dans de tels cas, très minime en comparaison avec l'effet des contraintes thermomécaniques, d'autant plus que des travaux antérieurs ont permis d'affiner la composition chimique de ces matériaux tout en optimisant les paramètres technologiques de leur élaboration (mise en forme, séchage et régime de cuisson) dans le but de renforcer leur résistance aux agents agressifs (fumées de combustion, oxydation par l'air).

Le sujet de la thèse est donc porté par un double enjeu scientifique et économique. En effet, l'étude de la nature et de l'influence des sollicitations thermomécaniques sur la durée de vie de ces matériaux réfractaires permettra à terme de définir les meilleures conditions d'exploitation des supports d'enfournement et des dallages des soles de wagonnets des fours tunnels et de prévoir leur durée de vie.

Quand à l'intérêt scientifique de la thèse, il réside surtout dans le fait que peu de travaux sur le comportement thermomécanique des matériaux réfractaires ont fait l'objet de publication. Les études rendues publiques dans ce domaine sont très récentes (Robin 1995 ; Lemaistre 1998 ; Simonin 2000 ; Prompt 2000 ; Roosefid 2006)

L'optimisation de la durée de vie d'une structure réfractaire, requiert dans un premier temps une connaissance parfaite, des conditions d'exploitation, pour définir avec exactitude la nature des contraintes et des paramètres gouvernant son usure.

C'est pourquoi, nous avons entamé l'exposé de notre travail par la description de la nature des sollicitations endurées par le matériau en service suivi par la définition du contexte dans lequel s'inscrit ce travail. Celui-ci est clairement défini et présenté au début de ce manuscrit.

Pour mieux appréhender le type de comportement des réfractaires silico-alumineux façonnés BSAA, nous avons admis l'hypothèse qu'il serait similaire à celui de matériaux de structure comparable. Notre choix est donc porté sur le béton hydraulique, un matériau de construction très familier ayant de tout temps suscité la curiosité des scientifiques et les bétons réfractaires alumineux et silico-alumineux, utilisés comme couche de durée en poche d'aciérie ou comme couche d'usure de centrales thermiques à lit fluidisé.

Des études antérieures (Simonin 2000, Prompt 2000 et Roosefid 2006) ont montré des similitudes dans le comportement thermomécanique de ces matériaux. Les résultats de la

recherche bibliographique que nous avons menée sur le comportement mécanique de ces matériaux font l'objet du chapitre I, consacré à l'étude bibliographique.

La caractérisation thermomécanique des BSAA nécessite un dispositif expérimental qui puisse nous permettre de mener des essais mécaniques sur une large plage de températures (20°C à 1200°C). Le laboratoire 3S-Risques de l'institut national polytechnique de Grenoble (France), nous a offert la possibilité de réaliser ces essais exceptionnels. Il dispose en effet, d'une machine d'essais mécaniques inédite où il est possible de soumettre un échantillon à une charge de 400 kN à une température allant jusqu'à 1500°C. Grâce à ce dispositif expérimental inédit, dont nous présentons une description détaillée au chapitre II, nous avons pu effectuer deux types d'essais : la compression uni axiale et la flexion trois points. Les résultats sont exposés dans le même chapitre (II) : matériaux et techniques expérimentales.

Pour mieux comprendre l'évolution des propriétés mécaniques des réfractaires BSAA et leur comportement avec la température, nous avons réalisé des micrographies au microscope optique et électronique à balayage et effectué des analyses chimiques aux différentes températures d'essais. Les résultats et leurs interprétations sont rapportés au même chapitre.

Enfin, pour modéliser le comportement thermomécanique des BSAA, sur la base des résultats de caractérisation obtenus, nous disposons de quelques modèles tirés de la bibliographie, que nous présentons très succinctement au chapitre IV. Parmi les modèles dérivés de la mécanique de l'endommagement, notre choix a penché vers le modèle de Mazars, un modèle qui présente le double avantage d'être d'une part, implanté dans le code de calcul par éléments finis CASTEM et d'autre part, la détermination de ses paramètres ne pose pas de grandes difficultés. Par ailleurs, ce modèle décrit de manière assez précise les aspects du comportement des briques BSAA mis en évidence par les essais expérimentaux.

# 1. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

## Résumé

La caractérisation thermomécanique des matériaux réfractaires permet de rationaliser leur utilisation. La démarche consiste, une fois leur comportement caractérisé, à modéliser ce comportement en utilisant un ou des modèle (s) numérique (s) qui puissent reproduire avec un maximum de précision les résultats de la caractérisation expérimentale.

La mise au point de tels modèles requiert du temps et surtout beaucoup d'abnégation, eu égard à la complexité du comportement de ces matériaux.

Ceci explique pourquoi nous avons étendu cette étude bibliographique à la présentation des résultats d'études menées jusqu'ici sur des matériaux ayant une structure globalement proche de celle des réfractaires silico-alumineux BSAA, en l'occurrence les bétons réfractaires et le béton hydraulique.

Globalement, le comportement thermomécanique de ces matériaux présente des similitudes très marquées :

- A température ambiante, le comportement est élastique endommageable.
- Au-delà d'un seuil de température en rapport avec la composition chimique du matériau, une certaine ductilité apparaît avec l'apparition de la viscosité et le comportement devient viscoplastique (le comportement est très lié à la vitesse de chargement).
- La température de transition se situe entre 900 et 1200°C pour les silico-alumineux dont la teneur en alumine est comprise entre 30 et 60%. Elle dépasse 1300°C pour les réfractaires de silice.
- Les propriétés thermomécaniques des silico-alumineux sont maximales à des températures relativement élevées, typiquement entre 800 et 1200°C selon le rapport silice/alumine. Les avis sont partagés quand à l'explication de ce phénomène : phase vitreuse, dilatations différentielles, pontage des fissures, etc.

## 1.1. Problématique industrielle et définition du cadre de l'étude

### 1.1.1. Généralités

La norme ISO 1927 de 1984 définit les matériaux réfractaires comme suit : « Ce sont des matières ou produits autre que les métaux et alliages dont la résistance pyroscopique est équivalente à 1500°C au minimum ».

En plus de cette résistance pyroscopique élevée, les réfractaires doivent avoir :

- Une bonne résistance aux chocs thermiques.
- Une faible conductivité thermique.
- Une bonne résistance à la corrosion (aciéries, fours de verreries...) à hautes températures.

A l'origine, les produits employés pour le garnissage des fours étaient des roches naturelles assemblées par de l'argile réfractaire. On garnissait également l'intérieur des fours avec des pisés constitués par de l'argile et du sable.

Jusqu'au début du 20<sup>ème</sup> siècle, les matériaux réfractaires se présentaient tous sous la forme de briques cuites. Aujourd'hui, de plus en plus d'applications industrielles nécessitent des matériaux non façonnés, appelés communément matériaux monolithiques.

Les réfractaires façonnés sont livrés sous forme de briques, tuiles ou pièces de forme. Leur consolidation a lieu par frittage, réaction chimique (liant hydraulique ou chimique) ou par solidification (réfractaires électrofondus). Les réfractaires non façonnés sont livrés en vrac pour être moulés ou appliqués sur place comme les bétons réfractaires, les pisés ou les masses plastiques.

Pour satisfaire les besoins de plus en plus exigeants des industries consommatrices de produits réfractaires, des milliers de compositions différentes ont été mises au point par les réfractoristes. Leurs durées de vie en service est, tantôt très courte (moins d'une heure en coulée continue de l'acier), tantôt très longues (plus de cinquante ans en batterie de fours à coke). A la fin du deuxième millénaire, la production annuelle mondiale des produits réfractaires se chiffrait en millions de tonnes dont plus de la moitié sont des réfractaires façonnés (tableau 1.1) et le marché mondial des réfractaires est estimé à plus de 21 milliards de dollars [1].

**Tableau 1.1.** Production de produits réfractaires des principales puissances industrielles [1].

Pays	Année	Façonnés (10 <sup>6</sup> tonne)	Non façonnés (10 <sup>6</sup> tonne)	Total (10 <sup>6</sup> tonne)
Europe	1995	3	1.9	4.9
Russie	1994	3.1	1.6	4.7
USA	1993	1.3	1	2.3
Japon	1995	0.7	0.9	1.6

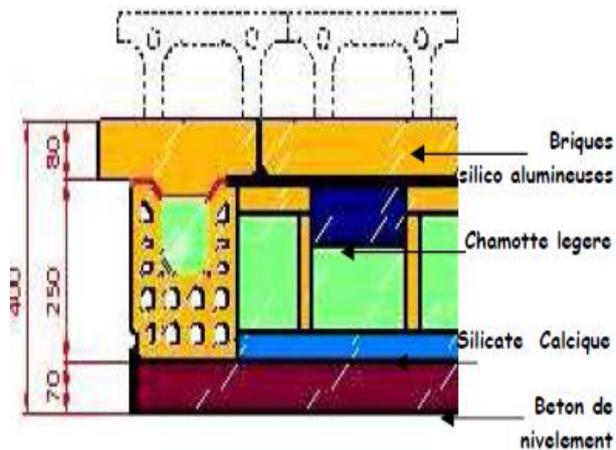
### 1.1.2. Les réfractaires silico-alumineux dans l'industrie céramique

Parmi toutes les industries lourdes consommatrices de réfractaires comme la sidérurgie, la métallurgie non ferreuse, la pétrochimie, l'industrie du ciment ou du verre, l'industrie céramique occupe un rang primordial avec un taux de consommation estimé à plus de 9 % de la production mondiale globale [2].

Ces matériaux aux performances exceptionnelles, sont surtout employés pour le garnissage des fours de cuisson dont ceux qui cuiront les produits réfractaires, mais aussi pour la réalisation des supports mobiles d'enfournement, entre autre le revêtement des soles de wagonnets des fours tunnels (figures 1.1 et 1.2). En dépit de progrès considérables réalisés en matière de construction des fours de cuisson, dans le but de rentabiliser et d'automatiser les processus de production, le four tunnel demeure depuis sa création en 1918 [3] toujours d'usage dans les unités de production d'articles céramiques et de matériaux de construction (produits rouges).

Les produits à cuire sont généralement, transportés sur des wagonnets. Ceux-ci une fois chargés, sont poussés l'un à la suite de l'autre dans la galerie du four et se déplacent en sens contraire par rapport à l'apport de chaleur (gaz de combustion et air) en passant successivement par la zone de préchauffage, la zone de cuisson et la zone de refroidissement.

Le four tunnel étant caractérisé par un mode de fonctionnement continu, pour des cycles thermiques relativement rapides, le garnissage réfractaire des soles des wagonnets, subit des cycles alternés de chauffe et de refroidissement. Ces chocs thermiques répétés, ajoutés aux problèmes de dilatations bloquées, constituent la source de dégradation principale du revêtement réfractaire. Parmi les produits réfractaires employés comme garnissage dans les fours et supports de cuisson dans l'industrie céramique, les briques et dalles silico-alumineuses nous intéressent particulièrement. Elles sont très utilisées dans la réalisation des dallages des soles de wagonnets des fours tunnels et même dans les revêtements internes des fours de cuisson céramiques notamment dans la zone de cuisson où la température avoisine 1400°C.



**Fig. 1.1 : Garnissage réfractaire de la sole du wagonnet d'un four tunnel.**



**Fig. 1.2: Wagonnet chargé de produit cru à l'entrée d'un four tunnel.**

Ces produits, bien qu'ils supportent de hautes températures de service sont exposés à des contraintes thermiques et thermomécaniques cycliques très sévères entraînant leur dégradation fréquente.

Ce phénomène qui est d'autant plus important quand le réfractaire subit de nombreuses montées et descentes en température (figures 1.3 et 1.4), engendre des coûts élevés et récurrents dans le secteur de l'industrie céramique.

Pour pouvoir maîtriser, contrôler et suivre l'évolution de cette dégradation, il faut donc connaître le comportement mécanique et thermomécanique de ces matériaux réfractaires afin d'optimiser leur choix et rentabiliser leur exploitation. On pourra ainsi éviter tout remplacement intempestif de ces revêtements et prévenir les arrêts de production fortuits en remplaçant les zones à risque. Ceci constitue l'objet même de cette étude. Notre démarche est la suivante :

- Dans un premier temps, nous allons caractériser le comportement rhéologique en compression uni axiale et en flexion simple de briques réfractaires silico-alumineuses produites à base d'un mélange de kaolins algériens et utilisées dans le dallage des soles des fours tunnels et que nous allons dénommer BSAA (étude expérimentale).

- Une fois le comportement caractérisé sur toute la plage de température de service de ces matériaux, il faudra modéliser ce comportement en utilisant une loi de comportement dérivée de la mécanique de l'endommagement et implantée dans le code de calcul par éléments finis, CASTEM.

Ces questions primordiales pour cette étude seront traitées respectivement aux chapitres II et III. Dans ce qui suit, nous présenterons succinctement, les principales caractéristiques recueillies dans la littérature, concernant cette famille de réfractaires à laquelle appartiennent les réfractaires BSAA en l'occurrence les réfractaires silico-alumineux façonnés.

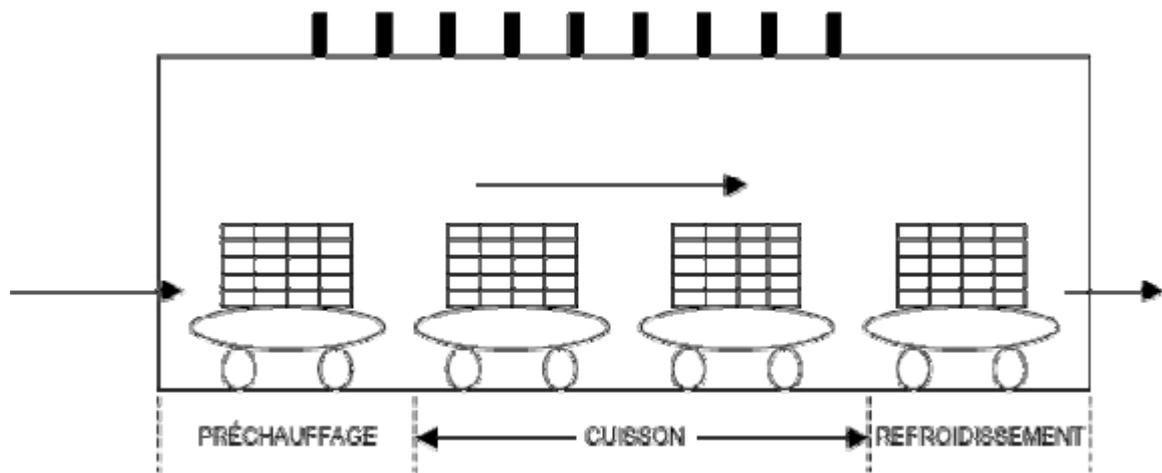


Fig. 1.3 : Principe de fonctionnement d'un four tunnel

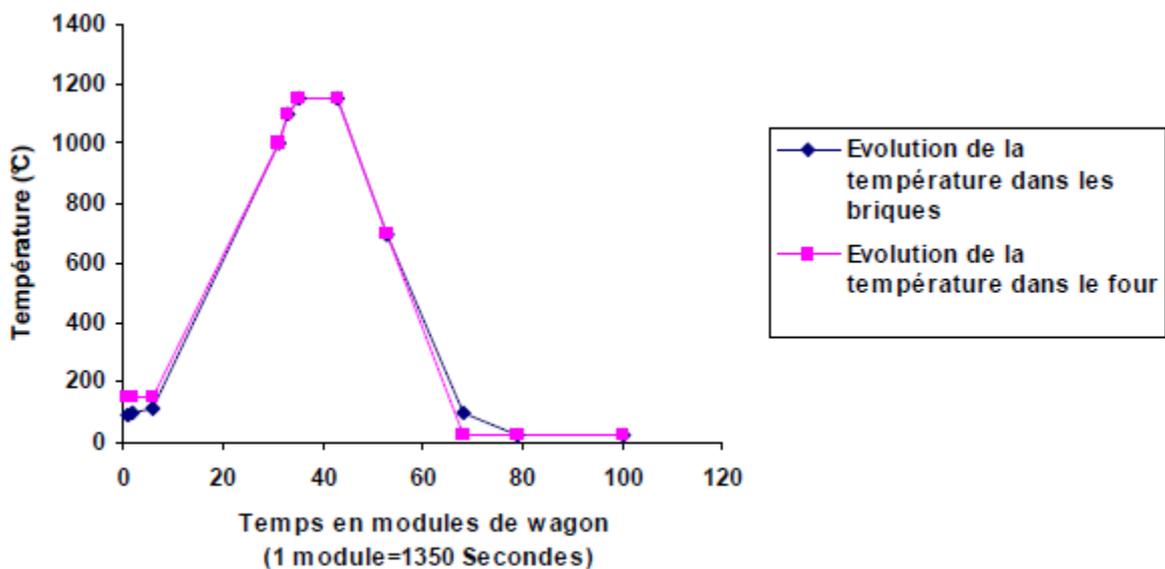


Fig. 1.4: Cycle thermique subi par les briques silico-alumineuses servant de dallage au wagonnet du four tunnel.

### 1.1.3. Les réfractaires silico-alumineux façonnés

#### 1.1.3.1. Définition

Selon la classification établie par l'Association Française de Normalisation (Brochure B 40-001), **les réfractaires silico-alumineux**, sont des produits à base d'argiles (réfractaires) dont la teneur en alumine est comprise entre 15 et 32%.

La norme ISO/R 1109, les classe dans la catégorie des réfractaires silico-argileux façonnés denses [4], [5] sur la base d'une teneur en alumine comprise entre 10 et 30%.

Les argiles réfractaires constituent la matière première de base de fabrication des réfractaires silico-alumineux façonnés. Elles sont constituées principalement de kaolinites. Le kaolin pur cuit blanc et a une refractarité de 1785 °C.

Les argiles contenant de l'halloysite ressemblent apparemment à la kaolinite mais elles sont plus plastiques et par cuisson, donnent un matériau plus dense.

Ce qui les différencie du kaolin, c'est qu'elles ne se trouvent pas sur leur lieu de formation, elles ont été entraînées par des courants d'eau à des distances qui peuvent être importantes et à un certain moment elles se sont sédimentées en dépôts plus ou moins homogène.

Ces argiles sont rarement pures. Elles ont été souillées en cours de sédimentation, par des éléments arrachés aux terrains traversés tels que le quartz, les matières organiques, des hydrates d'alumine et des fondants (sels de fer, de chaux, de magnésie, des alcalis...). Ces impuretés auront une influence sur la plasticité et forment des composés fusibles quand elles sont combinées avec des éléments de l'argile [6], [7].

Le grand retrait que subissent les argiles avant et pendant le séchage, et ensuite pendant la cuisson, provoquerait la fissuration des produits fabriqués avec des argiles seules. Pour remédier à cet inconvénient, on ajoute à la pâte des matériaux qui ne subissent pas de variations dimensionnelles pendant la cuisson. Ces matériaux inertes, sont appelés dégraissants et peuvent être des sables schisteux, des déchets de produits cuits ou l'argile préalablement cuite appelée chamotte. Cette chamotte ajoutée à la pâte dans une quantité importante, forme de cette façon la carcasse, la charpente du réfractaire avec l'argile (non cuite) finement broyée qui agit comme liant. La nature du dégraissant varie en fonction de la qualité du réfractaire à obtenir et suivant la teneur en alumine imposée.

Ainsi, pour les briques réfractaires devant avoir une teneur en alumine supérieure à 25%, on utilise comme dégraissants des débris de briques silico-alumineuses broyées.

Pour les produits devant contenir plus de 35% d'alumine, on utilise des chamottes qui sont des argiles cuites broyées et dont la teneur en alumine correspondra aux caractéristiques chimiques des produits à fabriquer.

Le procédé de fabrication des réfractaires silico-alumineux dépend du format du produit et de la proportion des matières argileuses. Deux voies sont possibles :

- La voie sèche ou les matières premières sont broyées à sec après fragmentation, puis tamisées et dosées avant le pressage des produits.
- La voie humide ou, une fois concassées, les matières premières sont délayées, broyées pour former une suspension homogène pour le coulage des produits dans des moules ou pour traitement au filtre presse en vue d'obtenir une pâte plastique et malléable.

Les meilleurs réfractaires sont fabriqués avec des procédés à sec et surcomprimés. Les propriétés des réfractaires fabriqués selon le procédé en pâte plastique diffèrent naturellement de celles des réfractaires fabriqués à sec. La résistance à la compression à froid 100 – 300 kg/cm<sup>2</sup> dans le premier cas, atteint 250 – 450 kg/cm<sup>2</sup> dans le deuxième cas, la porosité varie de 26-28% dans la fabrication « en pâte plastique », à 16-28% dans la fabrication à sec [4].

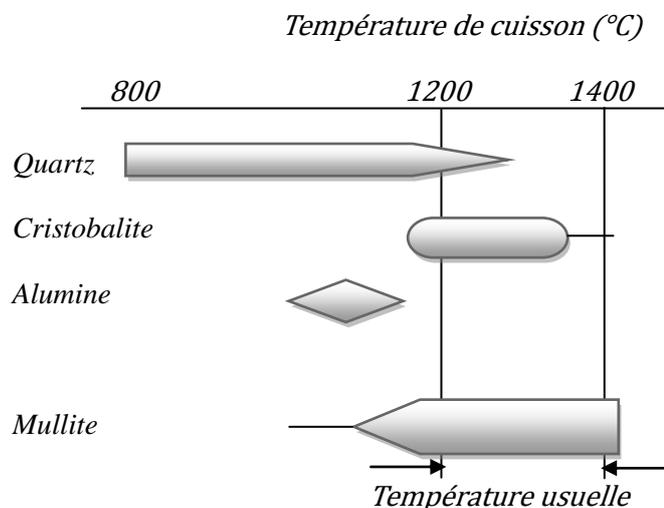
Le séchage des produits façonnés se fait généralement dans des séchoirs continus tels que les séchoirs tunnels ou à balancelles.

La durée est fonction de la quantité d'argile plastique présente dans le mélange. Pour des produits fabriqués avec des procédés à sec, on utilise aujourd'hui des séchoirs tunnels avec des durées de l'ordre de 48 heures.

La cuisson peut se faire dans des fours intermittents, à chambre ou de façon plus moderne et économique, dans des fours tunnels à des températures variables de 1250 à 1500°C selon le produit.

### **1.1.3.2. Composition et microstructure**

Le comportement à des températures élevées et sous charge des réfractaires silico-alumineux (et des réfractaires en général), dépend dans une grande mesure de leur composition minéralogique et de leur microstructure. Celles-ci sont étroitement liées à la composition chimique et minéralogique des matières premières de fabrication et du régime thermique de cuisson (température maximale de cuisson, atmosphère de cuisson, paliers de cuisson) (Fig. 1.5) mais aussi de la finesse de broyage des matières premières. Ces paramètres définissent la cinétique des réactions en phase solide.



**Figure 1.5 : Composition minéralogique des réfractaires silico-alumineux en fonction de la température de cuisson (d'après Konopicky) [5]**

Les argiles réfractaires sont un mélange de minéraux argileux, en général la kaolinite ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), de micas, en général muscovite ( $\text{K}_2\text{O} \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), de quartz ( $\text{SiO}_2$ ) et de minéraux accessoires contenant du fer, du titane, du magnésium, etc.

L'analyse thermique différentielle et l'examen roentgenographique permettent de déterminer la composition minéralogique d'un échantillon.

L'analyse thermique différentielle d'une argile kaolinitique chauffée à 1200°C, présente quatre effets [5], [7]: le premier effet endothermique a son maximum à 150°C environ et est dû à l'élimination de l'eau absorbée. Le deuxième effet endothermique aussi a son maximum à 600°C. Il est dû à la transformation de la kaolinite en meta-kaolinite avec perte de l'eau de cristallisation. Le troisième crochet, exothermique, a son point maximum à 980°C environ. Il serait dû à la transformation du metakaolin en mullite suivant la réaction :  $6(\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \rightleftharpoons 2(3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2) + 8\text{SiO}_2 + 12\text{H}_2\text{O}$ .

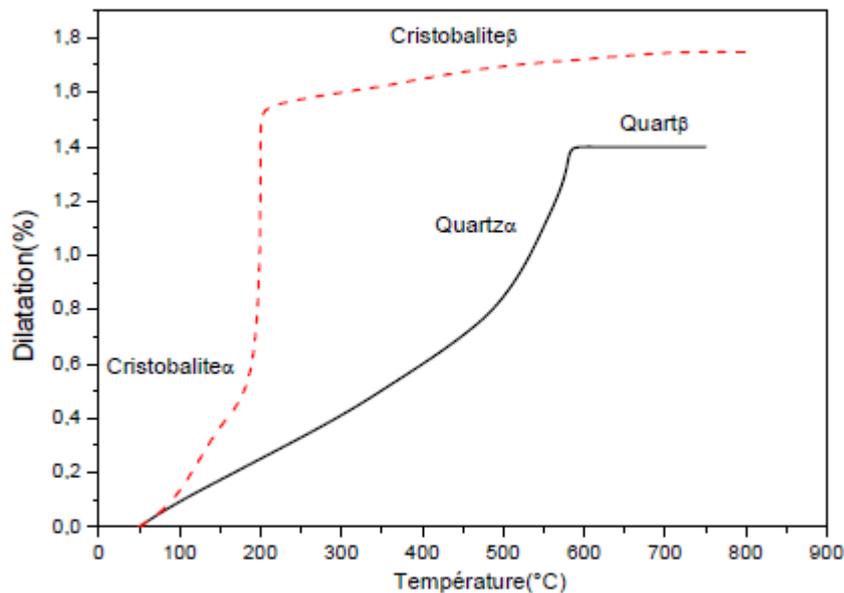
Le quatrième crochet se situe vers 1200°C environ et il est dû à la transformation rapide de la silice en cristobalite et à la réaction entre  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et  $\text{SiO}_2$  pour donner de la mullite [6].

En ce qui concerne le quartz, il demeure presque inaltéré aux basses températures pour se transformer, avec l'élévation de la température, en cristobalite, ou bien se fondre dans le verre riche en alcalis. A partir de 1300 – 1400°C, la cristobalite fond progressivement dans le verre.

Il est important de distinguer la silice formée par décomposition et la silice présente comme impureté dans les argiles. Cette dernière, étant donné ses dimensions plus grossières, ne se transforme pas en cristobalite sous 1300°C pas même en présence des fondants. De nombreux réfractaires silico-alumineux contiennent ainsi du quartz libre.

Les transformations allotropiques que subit le quartz libre contenu dans ces matériaux est à l'origine de la formation de microfissures dans le matériau aux cours des cycles thermiques répétés qu'il subit en service, notamment au cours de la phase de refroidissement (fig. 1.6).

En effet, le quartz  $\alpha$  est caractérisé par une certaine stabilité jusqu'à 573°C environ, température à laquelle il se transforme en quartz  $\beta$  avec un net changement de dilatation, très souvent accompagné de fissurations voir de dégradation du matériau [5], [7].



**Fig. 1.6 : Dilatation du quartz [5]**

La mullite ( $3 \text{ Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ), détermine la réfractarité du matériau auquel elle confère une bonne résistance mécanique aux hautes températures. La phase vitreuse elle, gouverne son comportement thermomécanique [8]

L'influence de la mullite sur les caractéristiques mécaniques à chaud des réfractaires silico-alumineux, comme on le verra plus loin, est déterminante.

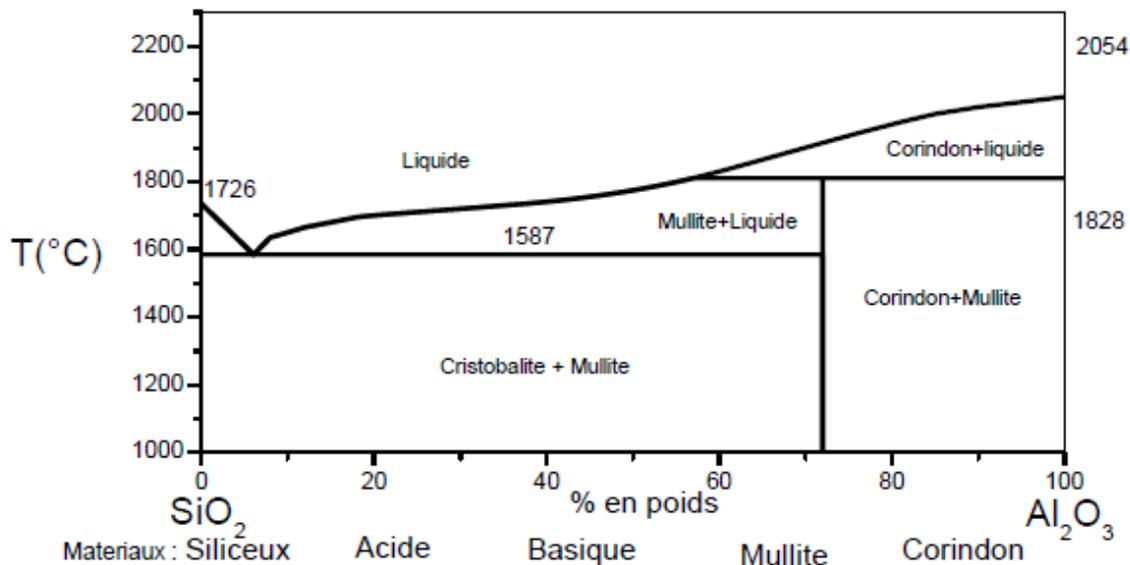
A l'état naturel, la mullite est rare. Son dépôt naturel le plus important étant l'île de Mull en Ecosse occidentale où elle s'est formée dans des conditions exceptionnelles : hautes températures et pressions relativement basses [9]. Cependant, la mullite est très commune dans les produits artificiels.

C'est le seul composé stable dans le système  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  dans les conditions normales de pression à une température élevée.

Le système  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  (fig. 1.7) est le plus important système binaire dans la technologie céramique. Le point le plus discuté est la question de savoir si la mullite présente une fusion congruente ou incongruente.

En accord avec le diagramme  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -  $\text{SiO}_2$  [5], [7], [10] représenté dans la figure 1.7 la mullite fond de façon congruente à  $1850^\circ\text{C}$  et forme un eutectique avec  $\text{Al}_2\text{O}_3$  à  $1840^\circ\text{C}$  et 67% de moles de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

En ce qui concerne la composition de la mullite, on a trouvé qu'elle peut montrer des variations importantes dans son contenu en  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Il est généralement admis que la proportion d'alumine dans la mullite varie de 72 à 78% en poids.



**Fig. 1.7 : Diagramme silice-alumine le plus récent [5][7][10]**

L'une des voies suivies pour la production synthétique de la mullite consiste à cuire un mélange de matières premières bien homogénéisé à des températures inférieures à  $1700^\circ\text{C}$ .

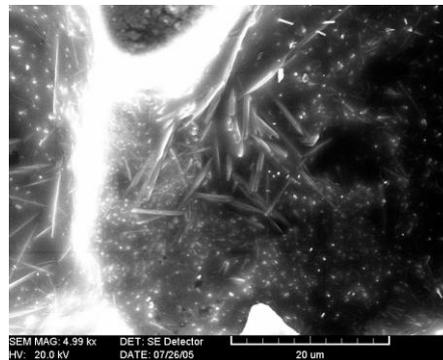
Le choix des matières premières dépend de la qualité du produit que l'on veut obtenir et du type du procédé de fabrication que l'on veut suivre.

Outre la bauxite, la sillimanite, l'andalousite, et la cyanite, des silicates de métamorphisme qui répondent à la formule chimique  $\text{Al}_2\text{SiO}_5$  se transforment en mullite à haute température selon la réaction irréversible :  $3\text{Al}_2\text{SiO}_5 \rightleftharpoons 3\text{Al}_2\text{O}_3 + 2\text{SiO}_2 + \text{SiO}_2$ .

Les hydrosilicates (kaolinite, halloysite etc.), les mélanges artificiels d'alumine et de silice etc. se transforment également en mullite par cuisson à haute température.

Nombreux sont les paramètres qui jouent un rôle fondamental sur la formation de la mullite. Parmi ceux-ci le choix des matières premières est très important. On peut citer également la grosseur des grains, le mélange intime des réactifs, la température, le temps et l'atmosphère de cuisson etc.

Habituellement, la mullite se trouve dans les produits céramiques et réfractaires sous forme de fins cristaux allongés aciculaires du système orthorhombique, toutefois la mullite produite artificiellement au moyen de réactions à l'état solide a montré à l'examen au microscope électronique la forme d'agrégat irréguliers probablement polycristallins (fig. 1.8). Sa dureté est 7.5 (Mohs), sa densité 3.03 kg/dm<sup>3</sup>[9].



**Fig. 1.8 : Cristaux de mullite formés au cours de la cuisson, à 1350°C du kaolin de Tamazert traité [11]**

### 1.1.3.3. Propriétés thermiques

#### a) Résistance aux chocs thermiques

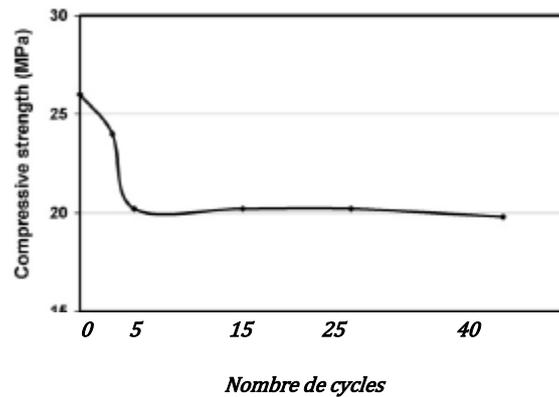
La résistance mécanique est un facteur fondamental même pour ce qui concerne le comportement aux chocs thermiques.

Norton [12] a démontré qu'il existe une différence importante entre les ruptures dues à un réchauffage brusque et à un refroidissement rapide. Au cours de la chauffe se produisent des efforts de cisaillement (tensions tangentielles), tandis que, pendant le refroidissement, on a des efforts de traction (tensions normales). Un réfractaire qui a une faible résistance au cisaillement et une résistance relativement élevée à la traction, s'écaille par chauffage rapide mais ne présentera que de faibles fêlures s'il est refroidi brusquement. Par contre, un réfractaire ayant une faible résistance aux contraintes normales, ne s'écaille pas facilement mais il se fissure par refroidissement rapide.

Pratiquement, la résistance aux chocs thermiques des réfractaires est évaluée par le suivi de l'évolution de la résistance mécanique en (compression ou traction indirecte) d'échantillons soumis à des cycles répétés de chauffage (à une température fixe) /refroidissement (par immersion dans l'eau à température ambiante).

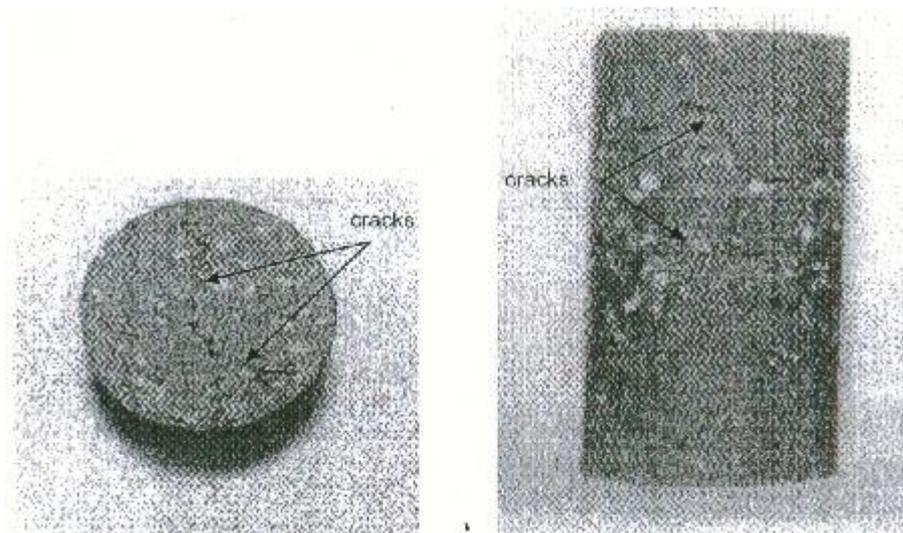
La figure 1.9 présente l'évolution de la résistance à la compression d'échantillons silico-alumineux à base de la halloysite de Djebel Debbagh, soumis à des gradients thermiques répétés de chauffage à 950°C et de refroidissement par immersion dans l'eau à 25°C.

L'endommagement des échantillons intervient durant les cinq premiers cycles ou la perte de résistance est de l'ordre de 25% [12]



**Fig. 1.9 : Essais de compression sur des éprouvettes silico-alumineuses soumises à différents cycles thermiques [12]**

Les micrographies de la figure 1.10 [12] montrent l'état d'endommagement des échantillons après 79 cycles de chocs thermiques de différences de températures de 925°C.



**Fig. 1.10 : Endommagement causé par une série de chocs thermiques sur des échantillons de réfractaires silico-alumineux (échantillons soumis à 79 cycles de gradients thermiques 925°C) [12]**

L'effet des contraintes thermiques sur les revêtements et supports réfractaires dépend des caractéristiques du matériau : porosité, homogénéité etc. mais aussi et surtout des trois propriétés intrinsèques suivantes, que nous traiterons en détail dans la suite du document :

- Le module d'élasticité.
- Le coefficient de dilatation thermique.
- La diffusivité thermique.

b) La dilatation thermique

Les variations de longueur et de volume associées aux changements de température sont importantes pour beaucoup d'applications. Pour chaque température, nous pouvons définir un coefficient de dilatation linéaire [équation 1.1] et un coefficient de dilatation volumétrique [équation 1.2]:

$$\alpha_l = \frac{dl}{l dT} \quad (1.1)$$

c'est l'allongement relatif de la l'échantillon  $\frac{dl}{l}$  sous l'effet d'une élévation de température  $dt$ .

$$\alpha_v = \frac{dv}{v dT} \quad (1.2)$$

Pour des intervalles limités de température, on considère juste la valeur moyenne.

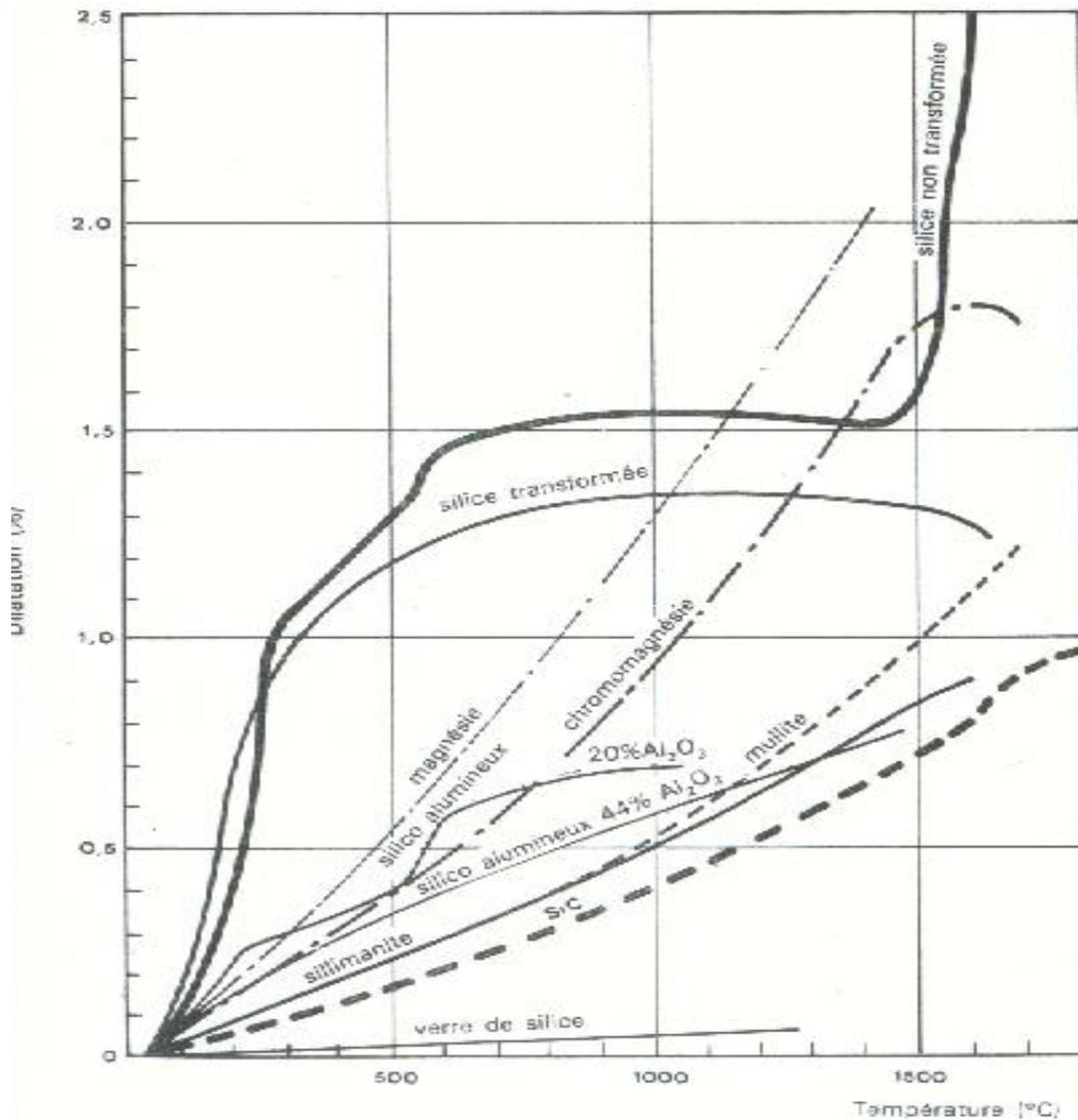
Le tableau 1.2 ci-dessous donne les valeurs du coefficient de dilatation moyennes de certains matériaux réfractaires [3].

**Tableau 1.2.** Coefficient de dilatation linéaire moyen ( $t = 20$  à  $1000^\circ\text{C}$ )

Désignation	$\alpha \cdot 10^{-6} [\text{m/m}^\circ\text{C}]$
Briques argileuses	4.5 à 5.0
Briques argileuses (40% $\text{Al}_2\text{O}_3$ )	5.0
Briques de kaolin	4.5 à 5.5
Briques silico-alumineuses	7 à 9
Briques de silice	11.5 à 13

Lorsqu'un matériau réfractaire constitué de plusieurs phases cristallines et vitreuses est chauffé aux températures de cuisson, il peut arriver que les coefficients de dilatation selon les différents axes cristallographiques ne soient pas les mêmes ou que les différentes phases aient des coefficients de dilatation thermiques différents. Dans ce cas, les différentes phases ont des retraits différents pendant le refroidissement et des microfissures apparaissent. Ces microfissures sont fréquentes dans les matériaux réfractaires polyphasés. Il faut tenir compte qu'une différence de longueur d'environ 0.2% peut provoquer la formation de fissures.

La figure 1.11 ci-dessous montre la dilatation thermique, au cours du chauffage, des principaux réfractaires du système silice-alumine [5]. Jusqu'à 1000°C, les réfractaires silico-alumineux présentent une dilatation ne dépassant pas 0.5 à 0.6%.

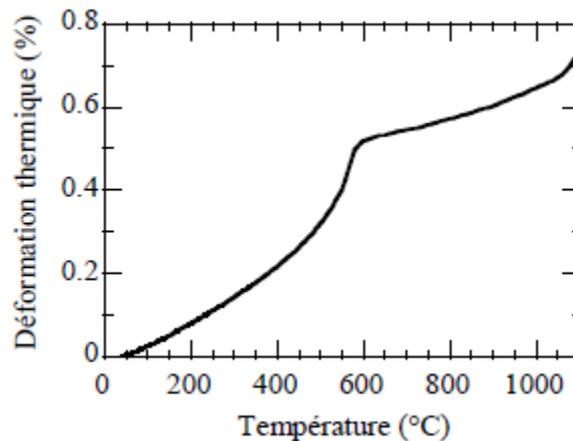


**Fig. 1.11 : Dilatation linéaire des principaux réfractaires du système silice-alumine avec la température [5]**

Le coefficient de dilatation influence considérablement la résistance aux chocs thermiques des matériaux. Une dilatation régulière et relativement faible avec l'augmentation de la température confère au matériau, à égalité d'autres conditions, une bonne résistance aux chocs thermiques. Par exemple, le réfractaire silico-alumineux à 42-44% d'alumine est de ce genre. Le réfractaire de magnésite a une dilatation régulière, mais élevée : à 1100°C environ, la dilatation de la magnésite est supérieure à celle de la silice.

Toujours sur la figure 1.11, on peut observer l'augmentation de la dilatation de la silice jusqu'à 700°C environ, température au dessus de laquelle ce réfractaire présente une excellente résistance aux variations de température.

Par ailleurs, il est aussi important de signaler que la connaissance du coefficient de dilatation sert à étudier les réactions à l'état solide car elles sont toujours accompagnées par une augmentation marquée du volume (figure 1.12).



**Figure 1.12 : Dilatation thermique d'un échantillon de terre cuite montrant une contraction volumique vers 573°C due à la transformation  $\alpha$ - $\beta$  quartz**

La dilatation thermique est un paramètre primordial dont il faut tenir compte dans la réalisation des maçonneries des fours de cuisson. La tenue et la durabilité des maçonneries de four soumises à des influences thermiques dépendent dans une grande mesure du choix des matériaux et de la nature des joints de dilatation.

Les murs du four se composent d'un revêtement intérieur, de la maçonnerie isolante et de la maçonnerie extérieure. Les différences de températures dans les joints de séparation entre elles provoquent une dilatation thermique non uniforme se traduisant par la rupture des couches rigidement combinées.

Pour réaliser des joints destinés à absorber la dilatation des matériaux, il faut employer des produits de même qualité.

### c) La conductivité thermique

C'est la caractéristique thermique la plus importante et la plus utilisée dans les matériaux réfractaires.

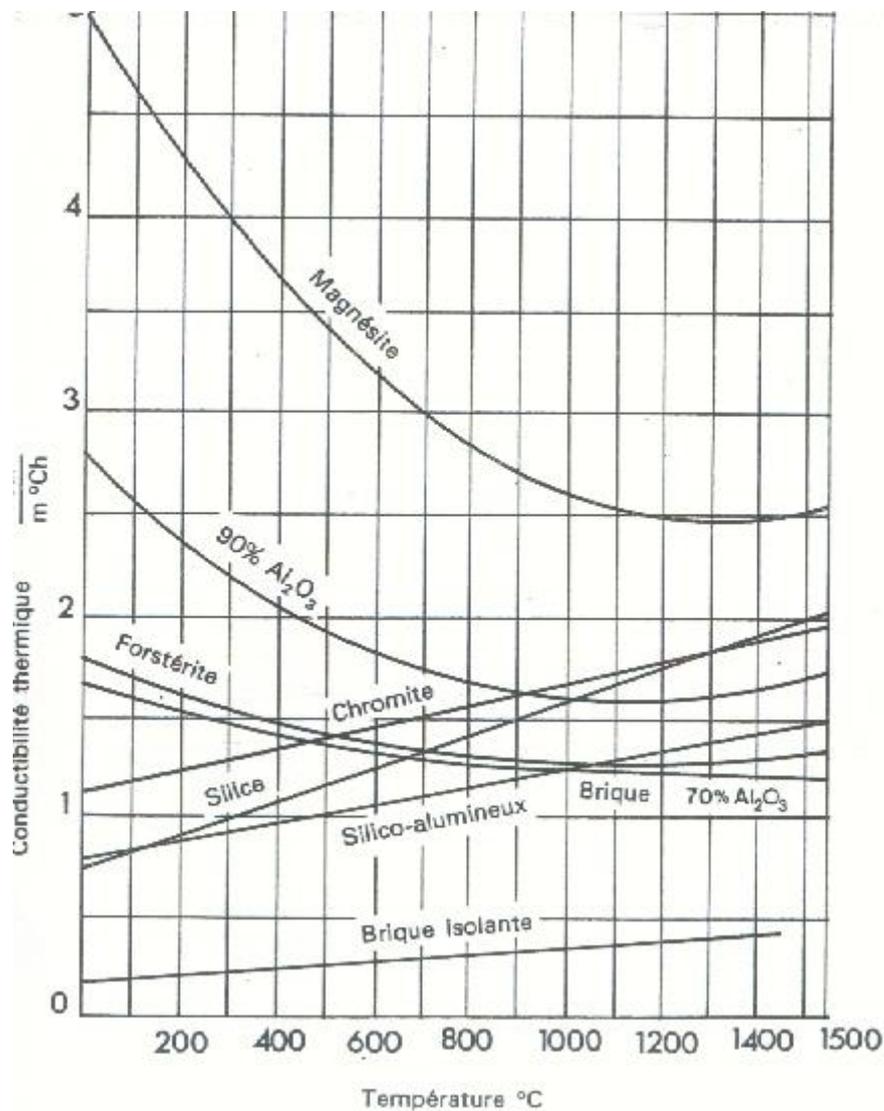
Elle est exprimée par la quantité de chaleur qui, en une heure, traverse un mètre carré de parois d'une épaisseur d'un mètre du matériau considéré, pour une différence d'un degré entre

la température des deux surfaces qui la délimitent. Généralement, la loi de conduction thermique de Fourier est exprimée par :

$$Q = \lambda A \frac{dT}{ds} \text{ kcal/h} \quad (1.3).$$

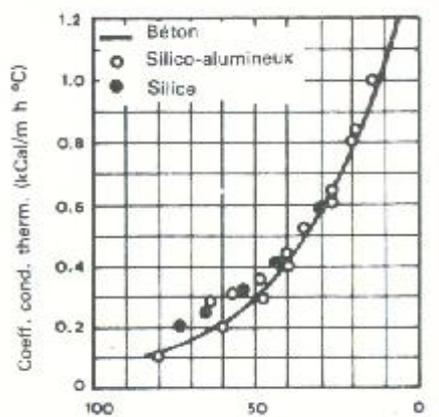
Dans cette équation,  $\lambda$  (kcal/m h°C) est le coefficient de conductibilité thermique du matériau considéré,  $dT$ °C, la diminution de température sur la petite épaisseur  $ds$  (m) ;  $\frac{dT}{ds}$  est le gradient de température et  $A$  la section (en m<sup>2</sup>).

La conductibilité thermique des réfractaires en général, dépend de la composition chimique et de la température tel que illustré par la figure 1.13 ci-dessous.



**Fig. 1.13 : Influence de la température sur la conductibilité thermique des réfractaires silico-alumineux et des réfractaires les plus usuels [5]**

La conductibilité thermique dépend également de la densité apparente du matériau, de la forme, de la grosseur, de l'orientation et de la répartition des pores (fig. 1.14).



### Porosité

**Fig. 1.14 : Relation entre le coefficient de conductibilité thermique et densité apparente de briques silico-alumineuses et de béton sec à température ambiante (d'après Konopicky) [5]**

Rappelons enfin que, globalement, la chaleur se transmet par conduction dans les matériaux céramiques réfractaires, c'est-à-dire par interaction entre atomes, ions et molécules. Cependant, indépendamment de ce type de transmission, il existe une transmission de chaleur par rayonnement surtout à l'intérieur des pores.

#### d) La chaleur spécifique

Elle exprime la quantité de chaleur nécessaire pour élever de 1°C la température de l'unité de masse du matériau considéré. D'une manière générale, la chaleur spécifique croît avec l'augmentation de la température. Toutefois, elle dépend aussi de la composition chimique et de l'état d'agrégation du matériau (tableau 1.3) [5]. On définit :

- La chaleur spécifique à pression constante :

$$C_p = \left(\frac{\Delta Q}{\Delta T}\right)_p; \text{ cal/g d}^\circ \quad (1.4).$$

- La chaleur spécifique à volume constant :

$$C_v = \left(\frac{\Delta Q}{\Delta T}\right)_v; \text{ cal/g d}^\circ \quad (1.5).$$

**Tableau 1.3.** Chaleurs spécifiques moyennes des matériaux réfractaires du système silice-alumine entre 20°C et 1200°C en kcal/kg°C.

Température (°C)	Silico-alumineux
100	0.197
200	0.202
300	0.213
400	0.220
500	0.231
600	0.238
700	0.244
800	0.251
900	0.258
1000	0.277
1100	0.288
1200	-

Le rapport entre la conductibilité thermique et le produit de la chaleur spécifique par la densité apparente du matériau définit **sa diffusivité thermique**.

#### **1.1.4. Causes de dégradation en service des garnissages et supports réfractaires silico-alumineux**

Les garnissages et les supports de cuisson réfractaires peuvent être sollicités au point de vue mécanique, de deux façons différentes :

- 1) Ils peuvent être soumis à des tensions thermiques (gradient thermique ou chocs thermiques).
- 2) Ils peuvent être soumis à températures élevées, à une charge constante (fluage) ou variable (dilatation d'une maçonnerie pendant le chauffage) avec ou sans gradient thermique interne : ce sont des tensions thermomécaniques.

Le garnissage réfractaire des soles de wagonnets des fours tunnels constitue un exemple type de structure réfractaire sollicitée simultanément par ce type de contraintes.

En effet, en plus de la charge de produits (à cuire) supportée par le wagonnet, celui-ci subit de façon cyclique les montées et descentes successives et parfois brusques de la température au cours du cycle thermique de production.

En outre, au cours du chauffage, les briques composant le garnissage se dilatent. Si les joints de séparation sont insuffisants ou mal conçus de sorte à bloquer leur allongement, cela équivaut à une déformation mécanique imposée : la compression.

Ce sont là les principales causes thermomécaniques de dégradation des maçonneries et supports réfractaires employés dans l'industrie céramique.

Optimiser la durée de vie de ces produits est une exigence économique. Pour ce faire il faudrait cerner avec précision leurs performances thermiques et mécaniques et prévoir leur comportement en service.

Pour mieux caractériser le comportement thermomécanique de ces réfractaires, l'idéal est de mener des essais mécaniques aux températures de service du matériau. En d'autres termes, l'installation expérimentale d'essais doit être conçue de sorte à reproduire les conditions réelles dans lesquelles évolue le matériau (températures de service élevées, atmosphère oxydante ou réductrice, sollicitations mécaniques à hautes températures etc.). Ceci explique le peu d'études réalisées jusqu'à maintenant sur le comportement thermomécanique des céramiques réfractaires en général et des silico-alumineux en particulier.

A ce jour, la caractérisation thermomécanique des céramiques communes et des réfractaires de la famille des silico-alumineux a été effectuée à travers les paramètres suivants :

- La résistance à la compression
- La résistance à la traction par fendage ou par flexion
- Le fluage
- La résistance aux chocs thermiques

Une revue exhaustive des résultats de la caractérisation thermomécanique de quelques exemples de réfractaires de la famille des silico-alumineux est présentée plus loin dans un paragraphe consacré à ce sujet.

Dans ce qui suit rappelons les essais mécaniques et thermiques normalisés réalisés couramment sur les céramiques réfractaires.

## **1.2. Essais mécaniques normalisés sur les réfractaires**

Les propriétés thermomécaniques des matériaux réfractaires se mesurent sur des éprouvettes représentatives [4, 5]. Le dimensionnement de ces éprouvettes ainsi que leurs conditions de d'essais sont présentées ici conformément aux normes Algériennes NA ou selon les recommandations des PRE (Produits Réfractaires Européens).

## **1.2.1. Caractéristiques mécaniques à froid**

### **1.2.1.1. Contraintes à rupture**

Les mesures des contraintes à rupture, permettent essentiellement de contrôler la qualité des matériaux et d'effectuer un classement entre diverses nuances. Les essais sont simples à réaliser. On enregistre seulement la valeur maximale de la charge durant l'essai. Deux tests sont le plus souvent réalisés (flexion 3 points et compression), grâce à leur facilité d'exécution. Les deux derniers (le test brésilien et l'essai de fendage) sont moins courants.

#### *a) Le test d'écrasement*

Pour la détermination de la résistance à l'écrasement des produits réfractaires on opère généralement sur des éprouvettes cylindriques de 50mm de hauteur (14<sup>ème</sup> recommandation des PRE) ou sur des cubes de 40mm de coté taillés dans les pièces à essayer, de telle manière que, sauf impossibilité due au format, les faces planes obtenues soient distantes d'au moins 4mm des faces naturelles initiales de la pièce. Les éprouvettes préparées seront soigneusement séchées par passage à l'étuve à 110°C jusqu'à poids constant. Elles seront ensuite refroidies à l'abri de l'humidité jusqu'au moment de l'essai.

La presse hydraulique ou mécanique utilisée doit être munie d'un système de mesure tel que l'on puisse mesurer l'effort exercé sur l'éprouvette à plus ou moins 2% près.

Les plateaux de la presse doivent être polis et leur centre facilement repérable. L'un des plateaux doit être monté sur rotule de manière à compenser les faibles inégalités de parallélisme qui pourraient subsister entre l'éprouvette et le plateau. L'application de la charge doit s'effectuer de façon continue et progressive.

Chaque résultat d'essai est calculé en divisant la valeur de l'effort maximal indiqué sur la presse par la section initiale de l'éprouvette calculée à 0.1 mm près.

#### *b) La résistance à la flexion*

Il est recommandé, dans le cas des produits façonnés denses d'opérer sur des éprouvettes de format 150mm. 25mm. 25mm ou 200mm. 40mm. 40mm.

Dans le cas des matériaux non façonnés, on peut aussi utiliser le format 230mm. 54mm. 64mm.

L'éprouvette est soutenue par deux appuis à ses extrémités tandis que la charge est appliquée en correspondance de la section médiane.

Le module de rupture à la flexion R est :

$$R = \frac{3}{2} \frac{WL}{bd^2} \quad (1.6)$$

R est le module de rupture.

W est la charge de rupture

L est la distance entre appuis

b est la largeur de l'éprouvette

d est la hauteur de l'éprouvette

c) L'essai brésilien consiste à charger en compression une éprouvette cylindrique selon son diamètre. Il permet d'accéder à la contrainte maximale de traction  $\sigma_t$ .

$$\sigma_t = \frac{2F}{\pi Dh} \quad (1.7)$$

F étant la charge appliquée, D le diamètre de l'éprouvette et h sa hauteur.

d) L'essai de fendage permet également d'avoir accès à la contrainte maximale de traction par enfoncement d'un coin dans un échantillon fendu.

### 1.2.1.2. Le module d'élasticité

Trois méthodes de mesure sont couramment employées. On distingue les méthodes dites statiques par chargement mécanique, et les techniques impliquant soit la vitesse de propagation d'ondes ultrasonores, soit les fréquences propres de résonance, dites dynamiques.

- Les méthodes dites statiques

Le module d'Young est mesuré à partir de la pente de la courbe contrainte-déformation d'un essai de flexion, de compression ou de traction. Cependant l'essai le plus employé est celui de flexion trois points qui présente l'avantage d'être simple à mettre en œuvre. On applique des déformations assez importantes et le domaine d'élasticité est parfois dépassé. Notons également que pour les essais dits statiques, des contributions autres qu'élastiques peuvent affecter la déflexion enregistrée au cours de l'essai, comme la propagation sous-critique ou la déformation plastique à haute température. La déformation élastique d'une éprouvette mesurée dans ces conditions est donc surestimée, ce qui conduit à des valeurs de module d'élasticité apparents faibles.

- Les méthodes dites dynamiques

La première méthode consiste à mesurer la vitesse de propagation des ondes ultrasonores dans le matériau. Quand les ondes rencontrent des défauts (porosités ou fissures) leur vitesse est fortement réduite. On mesure le temps de propagation de l'onde et on peut alors déterminer les constantes élastiques (module d'Young et coefficient de Poisson).

La seconde méthode est la mesure de la fréquence propre de résonance du matériau. Les valeurs obtenues sont similaires aux valeurs obtenues dans le cas de la propagation d'ondes ultrasonores.

Le taux de déplacement est très faible par rapport à celui engendré dans les méthodes dites statiques : on obtient généralement des valeurs supérieures avec les méthodes dites dynamiques [13].

Cependant, il y a une bonne corrélation entre ces mesures et celles effectuées dans un essai statique de compression [14]. En revanche les valeurs de module obtenues par mesure statique en flexion donne des valeurs 3 fois plus faibles à cause d'un certain nombre d'effets parasites se produisant au niveau du montage de flexion, notamment de l'écrasement des rouleaux sur lesquels repose l'éprouvette.

Certains auteurs ont montré que le module élastique d'un béton mesuré dans un essai de traction est de 20% inférieur à celui mesuré en compression [15]. Cet effet est dû à l'ouverture en traction des fissures préexistantes.

Selon J.M. Robin [18], la mesure de la pente de la caractéristique en traction est proche de la réalité physique. En compression, les valeurs mesurées sont dix fois plus grandes. Le module ainsi mesuré est un module tangent intégrant des phénomènes non linéaires.

Gopalaratnam et al. ont mesuré au contraire, des valeurs identiques en tension et en compression pour un béton ordinaire [16].

D'autres études ont montré un classement entre les valeurs obtenues par différentes méthodes de mesures du module d'élasticité d'un réfractaire Magnésie – carbone. J.M. Robin [18] a trouvé des valeurs très différentes selon les méthodes employées : Compression : 11 GPa ; Flexion : 17 à 23 GPa ; Traction : 25 GPa et Ultrasons : 28 GPa.

Les valeurs de module élastique trouvées dans les différentes études montrent qu'il y a une certaine confusion autour de la détermination de cette caractéristique. C'est un paramètre intrinsèque mais la valeur dépend de la méthode employée.

## 1.2.2. Caractéristiques mécaniques à chaud

### 1.2.2.1. L'affaissement sous charge

Cet essai a pour but d'étudier la façon dont se comporte un produit réfractaire soumis à une charge constante et à une élévation progressive de la température. On opère généralement sur des éprouvettes cylindriques taillées dans la brique. Elles doivent avoir 50mm de diamètre et 50mm de hauteur (4<sup>ème</sup> recommandation des P.R.E). Les faces supérieure et inférieure doivent être planes, parallèles entre elles et perpendiculaires à l'axe de l'éprouvette. Toute éprouvette présentant des fissures doit être éliminée. La charge est appliquée à raison de  $2\text{kg/cm}^2$  de la section de l'éprouvette. Elle est transmise à celle-ci par l'intermédiaire de poussoirs dont la surface d'appui doit avoir un diamètre au moins égal ou faiblement supérieur à celui de l'éprouvette (max. de différence 5mm en diamètre). Les précautions nécessaires doivent être prises pour que la direction de la force et celle de l'axe des poussoirs restent toujours en coïncidence avec l'axe de l'éprouvette.

La vitesse de chauffe doit permettre d'atteindre la température de  $900^\circ\text{C}$  en 1 heure et demie, ou, la température de  $1200^\circ\text{C}$  en 2 heures, atteignant alors une vitesse de  $4^\circ\text{C}/\text{min}$ , prévue pour la fin de l'essai.

L'appareil est muni d'un enregistreur qui suit les variations de hauteur de l'éprouvette en fonction du temps. Ce graphique a généralement une allure semblable à celle de la figure 1.15.

Pour interpréter cette courbe, on mène la tangente à son sommet et on détermine les affaissements de l'éprouvette au moyen de sa variation de hauteur mesurée à partir de la tangente à ce sommet.

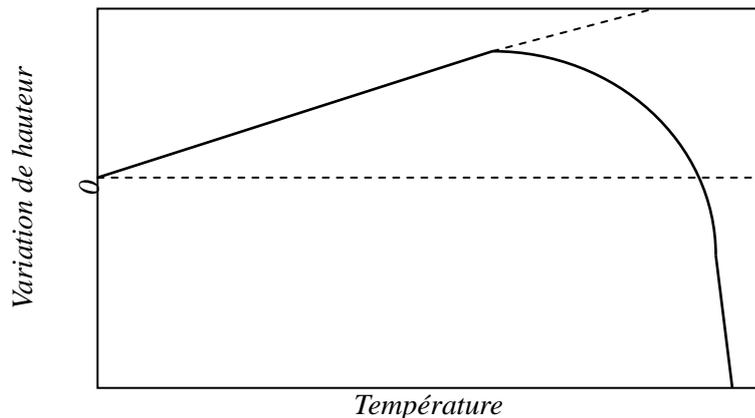
Le procès verbal d'essai doit mentionner les températures respectives auxquelles l'éprouvette s'est affaissée de :

0.5% (0.25mm) :  $T_{0.5}$

1% (0.5mm) :  $T_1$

5% (2.5mm) :  $T_5$

10% (5mm) :  $T_{10}$



**Fig. 1.15 : Courbe type d'affaissement sous charge [5]**

L'essai d'affaissement sous charge permet d'avoir une idée de la température limite d'utilisation du produit réfractaire testé.

a) L'essai de fluage à chaud

L'essai d'affaissement sous-charge soumet le matériau à des températures élevées pour des temps très brefs par rapport au séjour des réfractaires installés dans les fours, pour des mois et des années. Pour se rapprocher davantage de cette condition, des essais de fluage (en anglais « CREEP TEST »), ont été récemment mis au point. Ils permettent de mesurer la déformation d'un réfractaire en fonction du temps lorsqu'il est soumis à une charge constante à une température définie. L'appareillage comprend un four, un dispositif permettant de placer l'éprouvette sous charge axiale, un dispositif permettant de mesurer les variations de hauteur de l'éprouvette, des thermocouples permettant de mesurer la température et de la contrôler.

L'éprouvette soumise à l'essai est un cylindre de  $50 \pm 0.5$  mm de diamètre et de  $50 \pm 0.5$  mm de hauteur, taillée dans la pièce à essayer ( $\sigma^{i\text{ème}}$  recommandation des P.R.E).

Certains auteurs ont effectué des essais de fluage sur des bétons réfractaires en opérant sur des cubes de 40 mm de côté [17].

La charge appliquée sur l'éprouvette est de  $2 \pm 0.04$  kg/cm<sup>2</sup> sauf spécifications particulières.

Il est recommandé de choisir la charge dans la série suivante : 0.25-0.5-1-2-4-8 kg/cm<sup>2</sup>. Les deux méthodes suivantes peuvent être utilisées :

- Appliquer la charge dès la mise en marche du four.
- Appliquer la charge sur l'éprouvette après un certain temps de maintien à la température.

On recommande d'adopter un temps de maintien en température de 4heures. Sauf spécifications particulières, la température de l'essai sera choisie dans une série multiple de 50°C (ex : 1300°C-1350°C, etc.). La durée recommandée du maintien à la température de l'essai est de 100 heures. Les durées de 75, 50 et 25 heures sont admises si elles permettent d'obtenir une information suffisante.

#### **1.2.2.2. Résistance à la flexion à chaud**

C'est un essai analogue à celui qui a été décrit au 1.2.1 sauf le fait qu'il est effectué dans un four particulier ayant des appuis en matériau réfractaire. Il est recommandé d'opérer sur des éprouvettes de 25x25x150mm, découpées dans les pièces à essayer (18<sup>ième</sup> recommandation PRE).

#### **1.2.2.3. Résistance aux chocs thermiques**

Par suite de variations brusques de température que le réfractaire subit en service, le gradient de température varie de la surface vers l'intérieur : il en résulte des dilatations et de contractions inégales qui provoquent des tensions qui, si elles dépassent la résistance du matériau, déterminent sa rupture. L'essai peut être réalisé de deux façons : par refroidissement dans l'eau ou par un courant d'air. Les méthodes peuvent être différentes et à titre d'exemple, nous donnons dans le tableau 1.4 les méthodes recommandées par les PRE pour les réfractaires silico-alumineux.

**Tableau 1.4.** Résistance aux chocs thermiques des produits silico-argileux et argileux (5<sup>ième</sup> recommandation P.R.E)

Méthode : Principe de la méthode Conditions de chocs thermiques	Panneau réduit (type ASTM) 1400°C Air+eau pulvér.	Cycles sur cubes 950°C/eau	Cycles sur cubes 950°C/air calme	Méthode DIN sur cylindres 950°C/eau	Cycles sur cylindres 950°C/eau
Repère de classement	Perte de poids% après 12 cycles	Notation par examen visuel des fissures et cassures après 30 cycles	Variation de cohésion % après 10 cycles	Nombre de cycles avant ruptures	Nombre de cycles avant rupture
Classement très bon	< 15	< 50	< 15	>80	>20
Bon	15-25	50-150	15-35	80-40	20-8
Moyen	>25	>150	>35	<40	<8
Caractéristiques de l'essai : Dimensions des éprouvettes (mm)	110.110.60 Face exposée 110.60	50.50.50	50.50.50	H=60 Ø=36	H=45 Ø=50
Durée de chauffage (en minutes)	15	12	12	15	15
Durée en min., de refroidissement	15	45	12	40	15

### 1.2.3. Autres caractéristiques à chaud : les caractéristiques thermiques.

#### 1.2.3.1. La réfractarité

Les matériaux réfractaires fondent dans un large intervalle de température. La température de fusion des matériaux réfractaires est déterminée par la comparaison entre la fusibilité du matériau, façonné en petite pyramide triangulaire et la fusibilité de cônes pyroscopiques.

Ces petites pyramides (de hauteur comprise entre 29 et 35mm) sont disposées sur un plateau en matériau très réfractaire ayant une épaisseur d'environ 1cm et d'une substance (d'habitude bauxite, corindon, etc.) telle qu'elle ne se combine ni avec les éprouvettes ni avec les cônes de manière à n'en pas abaisser la température de fusion. Les cônes sont plantés à une profondeur de 2mm environ sur une base perpendiculaire à l'arête la plus courte vers le centre du plateau et ils sont légèrement inclinés. On dispose ainsi sur un cercle, alternativement une éprouvette

et un cône pyroscopique. Les cônes pyroscopiques sont constitués par des substances différentes (silice, kaolin, alumine, carbonates de calcium et fondants) mélangées ensemble en des proportions variées de manière à former une série de mélanges à point de fusion croissant de 600 à 2000°C. Les premiers termes de la série, fondant à basse température, sont constitués par des borosilicates de sodium, plomb et alumine, tandis que les cônes à plus haut point de fusion sont constitués par des mélanges de kaolin avec des quantités croissantes d'alumine, le dernier est en alumine pure. La série des cônes SEGER (tableau 1.5) comporte 59 numéros avec des températures de fusion croissantes de 600 à 2000°C. Aux Etats Unis on emploie la série des cônes ORTON.

**Tableau 1.5.** Tableau des cônes de Seger [5]

Numéro	Température (°C)	Numéro	Température (°C)	Numéro	Température (°C)
022	580	02 <sup>a</sup>	1070	19	1495
021	620	01 <sup>a</sup>	1090	20	1515
020	635	1 <sup>a</sup>	1105	23	1560
019	655	2 <sup>a</sup>	1125	26	1585
018	675	3 <sup>a</sup>	1140	27	1605
017	695	4 <sup>a</sup>	1160	28	1635
016	720	5 <sup>a</sup>	1175	29	1655
015 <sup>a</sup>	740	6 <sup>a</sup>	1195	30	1680
014 <sup>a</sup>	780	7	1215	31	1695
013 <sup>a</sup>	840	8	1240	32	1710
012 <sup>a</sup>	860	9	1255	33	1730
011 <sup>a</sup>	880	10	1280	34	1755
010 <sup>a</sup>	900	11	1300	35	1780
09 <sup>a</sup>	920	12	1330	36	1805
08 <sup>a</sup>	930	13	1360	37	1830
07 <sup>a</sup>	950	14	1380	38	1855
06 <sup>a</sup>	970	15	1400	39	1875
05 <sup>a</sup>	990	16	1425	40	1900
04 <sup>a</sup>	1015	17	1445	41	1940
03 <sup>a</sup>	1040	18	1470	42	1980

### 1.2.3.2. La dilatation thermique

La dilatation thermique linéaire, temporaire ou permanente, est déterminée en vue de :

- Obtenir une valeur du coefficient de dilatation moyenne à une température donnée.
- Mettre en évidence les anomalies de dilatation qui peuvent se manifester pendant la chauffe et pendant le refroidissement.

La dilatation thermique temporaire est déterminée soit par mesure directe soit par l'intermédiaire de dilatomètres automatiques. On emploie généralement des fours électriques et l'atmosphère du four doit être continuellement oxydante. L'essai doit être effectué à une température supérieure à 900°C tous les 50°C. En cas de mesure directe par cathétomètre, on utilise un four électrique à chambre cylindrique verticale sur les parois duquel on pratique 4 ouvertures radiales opposées deux à deux. A travers deux des ouvertures, on dirige un dispositif cathétométrique constitué par deux lunettes superposées. Les deux autres ouvertures servent pour éclairer à basses températures l'éprouvette de réfractaire ; celle-ci est de forme prismatique à base triangulaire, d'environ 110mm de haut, et elle porte sur une arête deux entailles de référence éloignées de 60 à 100mm, qui sont utilisées pour évaluer la dilatation.

Si  $L_0$  est la distance initiale entre les entailles et  $L_t$  la distance à la température T, pour toute température lue on calcule :

$$\frac{L_t - L_0}{L_0} \times 100 \quad (1.8)$$

Cette valeur est diagrammée en fonction de la température et elle représente la **dilatation temporaire** (DT), tandis que la **dilatation permanente** (VL) est celle qui résulte après que l'éprouvette s'est complètement refroidie.

Une autre donnée d'importance considérable est la variation volumétrique permanente. La mesure de la variation de volume est exécutée sur des éprouvettes cubiques de 5cm de coté chauffées pendant un temps donné à une certaine température dans un four à chauffage indirect. Les mesures de volume avant et après le chauffage, sont exécutées par la méthode de la balance hydrostatique, d'après les normes pour la détermination du poids de l'unité de volume. La variation de volume est exprimée en pourcent du volume primitif et est obtenue par la formule :

$$D_v \% = \frac{V_i - V_0}{V_0} 100 \quad (1.9)$$

$D_v$  : Dilatation cubique ;

$V_0$  : Volume primitif de l'éprouvette ;

$V_i$  : Volume de l'éprouvette après chauffage.

### 1.2.3.3. La conductivité thermique

Les méthodes proposées pour déterminer expérimentalement le **coefficient de conductivité thermique** peuvent être subdivisées en trois grandes catégories :

- La méthode absolue, la méthode par comparaison et la méthode indirecte

Les méthodes absolues impliquent une mesure calorimétrique. Dans les appareils conçus dans ce but, on envoie dans l'éprouvette de matériau dont on veut déterminer la conductibilité, un flux de chaleur qui peut être mesuré exactement une fois qu'on est parvenu en régime. La mesure d'une différence de température entre deux points précis de l'éprouvette permet de déterminer la conductibilité.

Cette méthode présente des difficultés liées essentiellement au fait que les éprouvettes de matériau sont à basse conductibilité et de ce fait, il faut prendre des précautions considérables afin d'éviter les dispersions de flux.

Le principe des méthodes par comparaison consiste à faire passer le même flux de chaleur à travers l'échantillon, objet de mesure, et à travers une des éprouvettes standard de conductibilité connue. La conductibilité non connue est obtenue à partir de la conductibilité des autres échantillons en tenant compte du fait que les gradients thermiques mesurés sur les éprouvettes sont inversement proportionnels aux conductibilités respectives.

Les P.R.E. recommandent pour la conductibilité thermique jusqu'à 1500°C, la méthode du fil chaud ou méthode indirecte (32<sup>ième</sup> recommandation). Le principe de cette méthode consiste à mesurer l'élévation de la température d'une source de chaleur linéaire contenue dans l'éprouvette. La source de chaleur est un fil au milieu duquel est soudé un couple thermoélectrique. La variation de température du fil chaud est fonction de la conductibilité thermique du matériau.

Généralement on détermine le coefficient de conductivité thermique :

$$\lambda = \frac{qe}{S(T_1 - T_0)h} \quad (1.10)$$

- q étant la quantité de chaleur transmise par le réfractaire en calories ;
- s surface de transmission en mètres carrés ;
- (T<sub>1</sub>-T<sub>0</sub>) températures des faces chaude (T<sub>1</sub>) et froide (T<sub>0</sub>) en degrés Celsius ;
- e épaisseur de la paroi en mètres ;
- h temps en heures pendant lequel se fait le transport de chaleur ;

Les éprouvettes testées sont généralement taillées dans la brique.

**1.2.3.4. La chaleur spécifique** se détermine au calorimètre ordinaire. C'est la quantité de chaleur nécessaire pour élever d'un degré centigrade la température de 1 kg du matériau.

**1.2.3.5. La capacité thermique** est le produit de la chaleur spécifique par la masse spécifique du matériau.

**1.2.3.6. La diffusivité thermique** est le rapport de la conductivité thermique sur la capacité thermique par unité de volume du matériau.

### **1.3. Comportement thermomécanique des réfractaires façonnés et monolithiques.**

#### **1.3.1. Introduction**

Jusqu'ici les céramistes se sont intéressés aux propriétés physico-chimiques des céramiques plutôt qu'à leur comportement thermomécanique. En effet, la caractérisation n'a pas été aussi poussée que pour le béton hydraulique de génie civil (un matériau proche de la famille des céramiques et réfractaires silico-alumineux de part sa structure macroscopique) et les résultats expérimentaux en termes de courbes contraintes – déformations sont en conséquence clairsemés.

En général, la démarche consistait à réaliser des essais mécaniques uniaxiaux à différentes températures [17-20]:

- Essai de compression fournissant la contrainte maximale appelée CCS (Cold Crushing Strength) pour une mesure à froid, ou HCS à chaud.
- Essai de flexion à température ambiante ou à chaud en vue de déterminer le « Hot M.O.R » (Hot Modulus Of Rupture) ou (Résistance à la flexion à chaud).
- Essai de fluage en compression. Les réfractaires subissant des charges à hautes températures pendant des temps très longs, les essais de fluage s'imposent d'eux mêmes.

Le plus souvent, les valeurs accessibles sont les valeurs ultimes. Cela provient de la difficulté de réaliser des essais mécaniques à hautes températures. Et pour ce qui est du module d'Young, les méthodes de mesure sont non destructives : méthode dynamique et mesures par ultrasons. Quand aux essais multiaxiaux, nous ne disposons pas de résultats d'essais mécaniques multiaxiaux réalisés sur les céramiques à basse température et encore moins à hautes températures.

De façon générale, les essais mécaniques réalisés jusque là sur les céramiques frittées et monolithiques montrent que le comportement de ces matériaux est élastique fragile à froid et inélastique à hautes températures [13, 18].

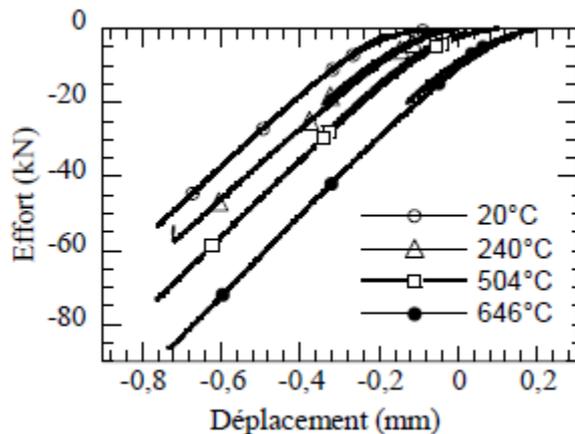
A une application précise correspond une nuance de réfractaire bien définie. D'où la diversité de leurs compositions et la complexité de leurs structures. Ce qui explique aussi la grande variété de comportement des céramiques réfractaires avec la température.

Bien que dominée par les céramiques réfractaires de la famille des silico-alumineux et alumineux (façonnés et monolithiques), la revue bibliographique qui va suivre sera

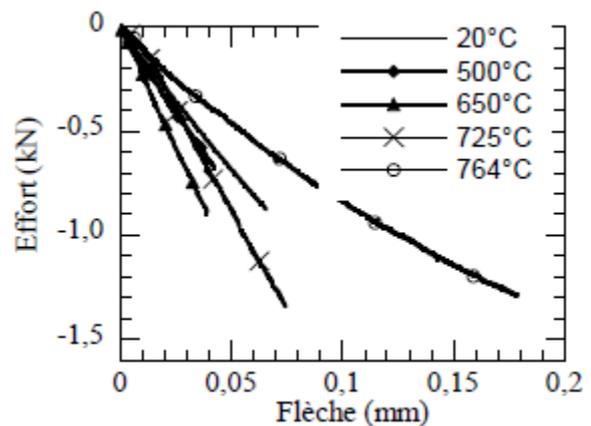
exceptionnellement élargie au cas des céramiques frittées à base de terre cuite. L'objectif étant de mettre en relief les traits marquants du comportement mécanique des céramiques les plus communes avec la température. Evidemment, ces matériaux diffèrent des réfractaires BSAA de part leurs compositions chimiques et minéralogiques et leurs propriétés thermiques (entre autres leurs réfractarités), mais on pourra obtenir des indications très utiles sur leur comportement thermomécanique.

### 1.3.2. Le comportement mécanique des céramiques à base de terre cuite

Des essais de compression et de flexion menés sur des échantillons de terre cuite [20] montrent que ces matériaux présentent un comportement élastique fragile jusqu'à la température d'essai de 725°C. Au-delà, apparaît une certaine ductilité liée au ramollissement des phases vitreuses (figures 1.16 et 1.17) [21].



**Fig. 1-16 : Essais de compression sur un échantillon de terre cuite à différentes températures [21]**



**Fig. 1-17 : Essais de flexion sur un échantillon de terre cuite à différentes températures [21]**

Comme on le verra dans la suite de ce chapitre, le comportement mécanique des réfractaires silico-alumineux (façonnés ou monolithiques), présente quelques nuances par rapport aux céramiques grésées (exemple ci-dessus), notamment aux basse et moyenne températures. Celles-ci présentent une partie linéaire prononcée de la courbe contrainte-déformation et un effondrement totalement brutale de la résistance au-delà du pic. Ce qui n'est pas toujours le cas pour les réfractaires silico-alumineux, comme nous le verrons ci-après. Les autres divergences sont liées à la température de transition du comportement, du caractère linéaire au non linéaire (inélastique) et aux valeurs ultimes de résistance.

### **1.3.3. Comportement thermomécanique des bétons réfractaires**

Le béton est un matériau composite obtenu à partir d'un mélange composé d'un liant et de granulats. Dans le cas des bétons réfractaires ordinaires, les granulats sont un mélange de silice ( $\text{SiO}_2$ ) et d'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), et le liant, du ciment alumineux (aluminates de calcium). Ces constituants de base ont des températures de fusion très élevées et leur association permet d'obtenir un matériau résistant aux hautes températures. Ces différents constituants ont des propriétés physiques, thermiques et mécaniques différentes et évolutives avec la température.

De plus, il se produit au cours de l'élévation de la température, des réactions physico-chimiques dans et entre les différents constituants qui conduisent à la formation de nouvelles phases susceptibles de modifier le comportement du matériau. Les transformations de phase qui ont lieu dans le liant vont aussi conférer au comportement mécanique un aspect évolutif. Un certain nombre d'auteurs ont étudié l'évolution des propriétés mécaniques des ciments et des bétons réfractaires avec la température [17][19-23]. Il est cependant très difficile de comparer leurs résultats, car ils ont utilisé des ciments différents, des granulats de types différents, des cycles de cuisson différents ou des tests mécaniques différents.

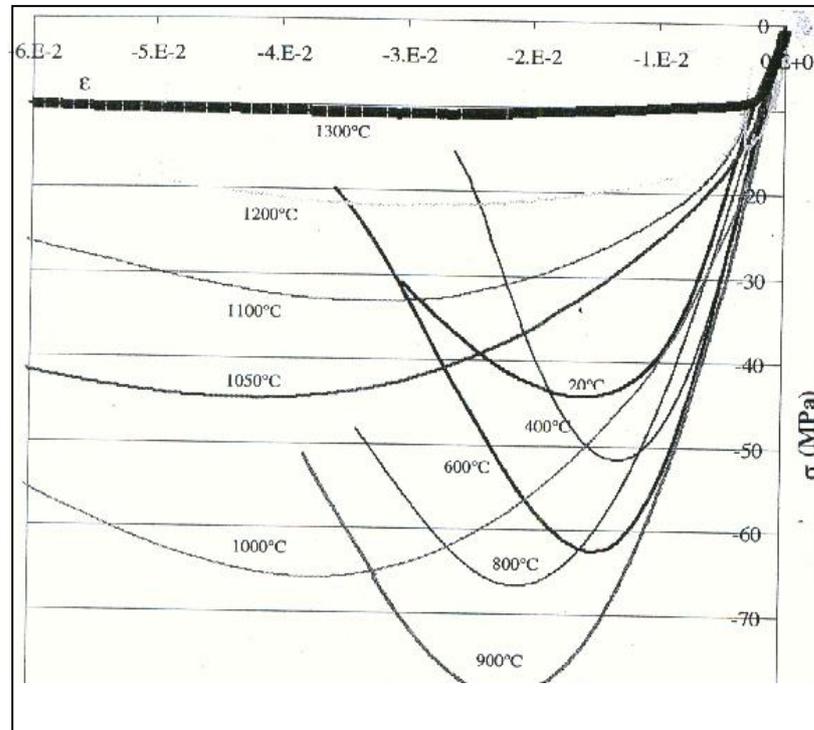
Dans ce paragraphe, nous allons présenter quelques résultats fondamentaux des études effectuées sur les bétons réfractaires les plus courants, en particulier les bétons alumineux et les bétons silico-alumineux.

#### **1.3.3.1. Comportement thermomécanique en compression des bétons réfractaires**

L'essai de référence le plus courant pour caractériser le comportement du béton en compression demeure l'essai de compression simple.

Un travail de grande envergure sur le comportement thermomécanique des bétons réfractaires a été réalisé au laboratoire 3S-risques de l'institut national polytechnique de Grenoble [17, 20]. Cette étude a porté sur un béton réfractaire alumineux carboné à ultra basse teneur en ciment dans une application de couche d'usure d'une rigole principale de haut fourneau. La figure 1.18 présente les courbes d'évolution du comportement de ce béton en compression uniaxiale à différentes températures : 20, 400, 600, 800, 900, 1000, 1050, 1100, 1200, 1300°C. La résistance maximale de ce béton est obtenue pour la température de 900°C. Pour des températures comprises entre 20 et 900°C, l'évolution est fortement non linéaire et s'accompagne de phénomènes d'endommagement : passage par un pic de contrainte bien marqué suivi d'un radoucissement important. Pour des températures comprises entre 900 et 1050°C on a toujours l'évolution en forme de cloche, mais avec des déformations plus importantes. Au-delà de ces températures, les courbes s'aplatissent nettement en présentant de fortes déformations, ce qui traduit la manifestation de phénomènes visqueux. Les phénomènes viscoplastiques sont dus à la présence de phases vitreuses, transitoires ou non à hautes

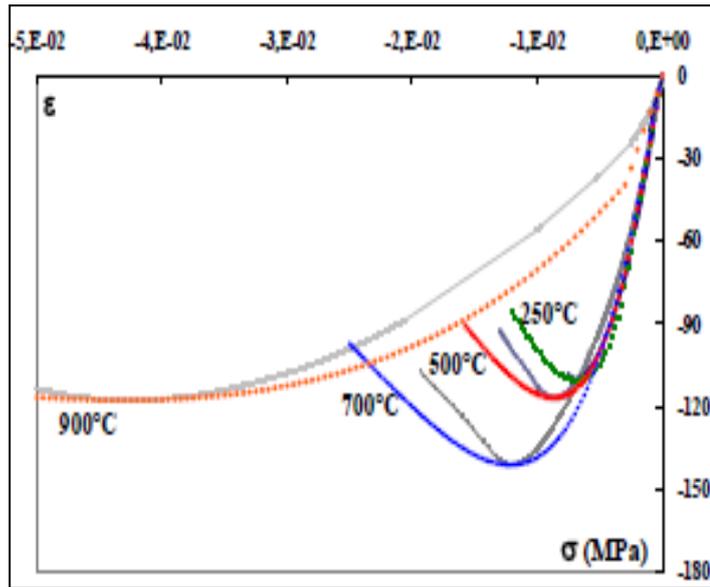
températures [14]. Ces courbes montrent que l'augmentation de la température induit un changement de comportement du béton qui passe d'un type non linéaire fragile à basse et moyenne température à un comportement ductile de type viscoplastique à très haute température.



**Fig. 1.18 : Comportement thermomécanique, en compression uniaxiale d'un béton réfractaire alumineux [17]**

Une étude analogue menée sur les bétons réfractaires silico-alumineux [20] montre un comportement similaire aux bétons alumineux.

Les courbes contrainte-déformation aux différentes températures sont reproduites sur la figure 1.19.



**Fig. 1-19 : Comportement thermomécanique, en compression uniaxiale d'un béton silico-alumineux [20]**

Lemaistre (1997) a également observé un comportement viscoplastique à haute température sur des bétons silico-alumineux, du à la présence d'une phase vitreuse riche en silice [14]. Les éprouvettes ne présentent plus de rupture fragile comme c'est le cas à basse et moyenne températures et ont, après essai, l'apparence d'un tonneau multifissuré. Ce phénomène est d'autant plus important que la température est élevée.

L'évolution de l'endommagement au cours d'un essai mécanique peut être évalué en sollicitant l'échantillon par des cycles de charge-décharge.

La figure 1.20 montre le comportement charge-décharge en compression d'un béton alumineux à base de spinelle de magnésium à 1200°C [22]. La pente des cycles de charge-décharge étant relativement constante, il semble qu'il n'y ait pas d'endommagement ou que ce dernier est masqué par les fortes déformations plastiques.

En revanche, des essais de charge-décharge effectués à température ambiante sur des échantillons de béton réfractaire silico-alumineux (fig. 1.21) montre un comportement avant pic et un comportement post pic de contrainte nettement distinctes.

En effet, bien que la déformation anélastique avant pic soit présente elle est très limitée. Par contre, après le pic de contrainte, les déformations anélastiques deviennent très importantes et la pente globale des courbes de décharge diminue au fur et à mesure que la déformation totale croît.

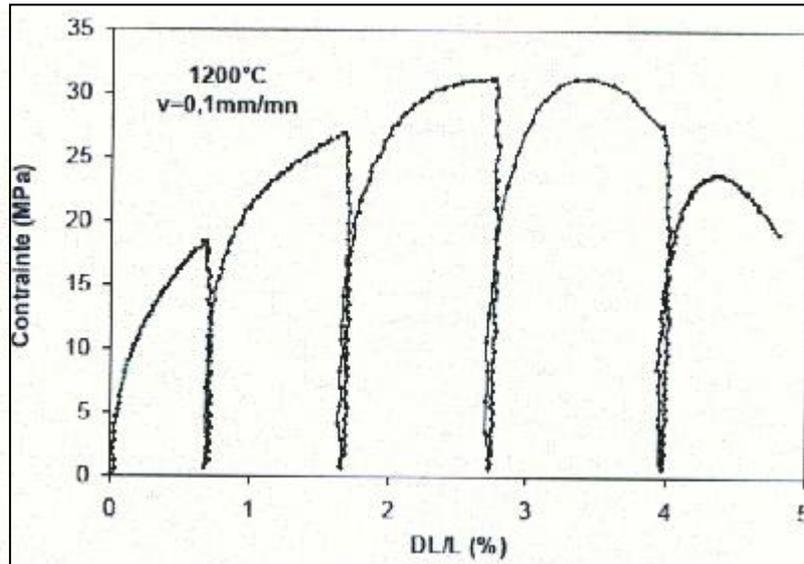


Fig. 1.20. Mise en évidence de la plasticité en compression d'un béton alumineux à base de spinelle de magnésium à 1200°C [22]

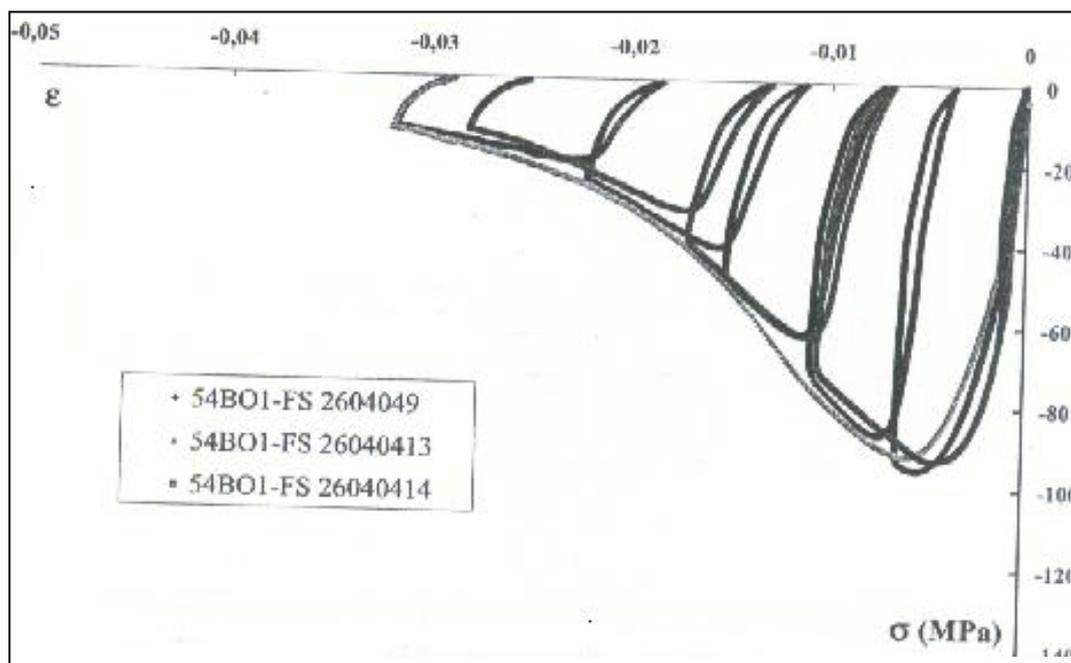


Fig. 1.21 : Courbe charge-décharge d'un béton réfractaire silico-alumineux [20]

### 1.3.3.2. Comportement au fluage

Les essais de fluage ont pour but d'étudier le comportement viscoplastique du matériau. La figure 1.22 montre les courbes du comportement au fluage en compression d'un béton alumineux à base de spinelle de magnésium à 1200°C pour différentes contraintes. Elles

présentent deux domaines correspondant au régime transitoire puis au domaine stationnaire. Ces courbes montrent bien que plus la contrainte appliquée est importante, plus la vitesse de déformation du matériau est importante. Le domaine stationnaire permet de déterminer la vitesse caractéristique de fluage.

L'influence de la température et de la charge sur le comportement au fluage des réfractaires est mise en évidence par les figures 1.22a et 1.22b pour un béton réfractaire alumineux [22].

Dans un premier cas (fig.1.22a), des essais de fluage en compression ont été réalisés sur le matériau entre 1100°C et 1400°C sous une charge de 15MPa. La vitesse de fluage est relativement faible à 1100°C puis augmente ensuite avec la température. La vitesse maximale est atteinte pour une température de 1400°C. Ceci confirme que la diminution de la viscosité de la phase liquide compense la diminution du taux de cette phase. La fig.1.22b montre l'évolution de la vitesse de déformation à 1300°C pour des contraintes allant de 5 à 20MPa.

L'exposant de fluage, caractérisant la sensibilité à la contrainte, est donné par la relation classique de fluage utilisée pour les matériaux céramiques, valable pour tout le stade stationnaire. Cette expression relie la vitesse de déformation à la contrainte de fluage appliquée, par une loi de type Norton-Arrhenius :

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = A\sigma^n e^{-Q/RT} \quad (1.11)$$

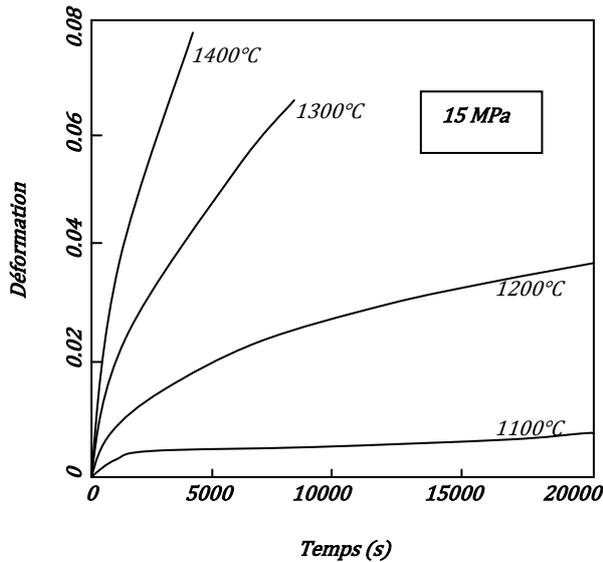
avec :

A : Constante dépendant du matériau

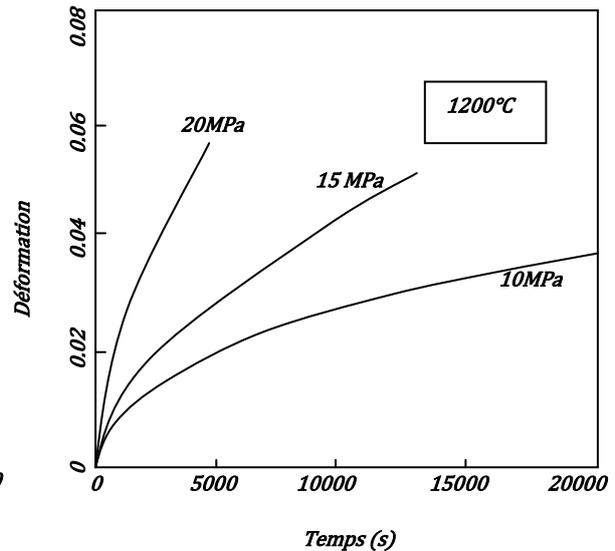
n : exposant de contrainte

Q : énergie d'activation

R : constante des gaz parfaits



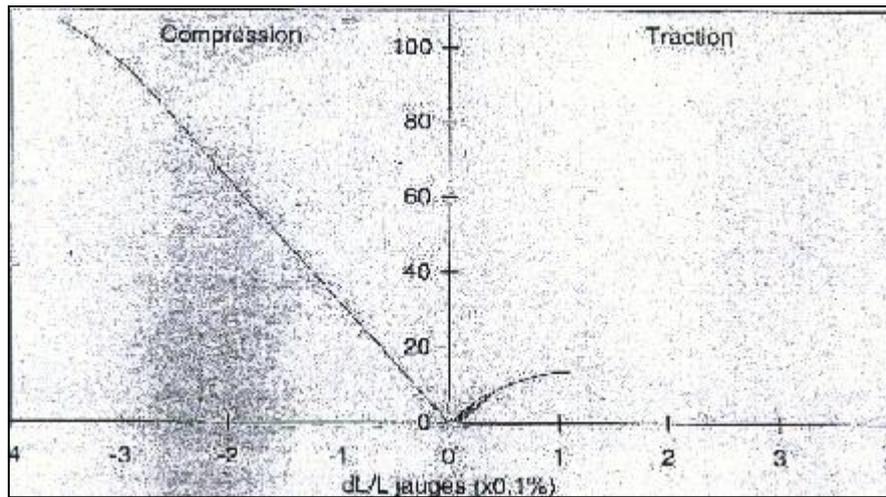
**Fig. 1.22a : Courbes de fluage pour une contrainte de 15 MPa à différentes températures pour un béton réfractaire alumineux [22]**



**Fig. 1.22b : Courbes de fluage à 1200°C pour différentes contraintes pour un béton réfractaire alumineux [22]**

### 1.3.3.3. Comportement thermomécanique en flexion des bétons réfractaires

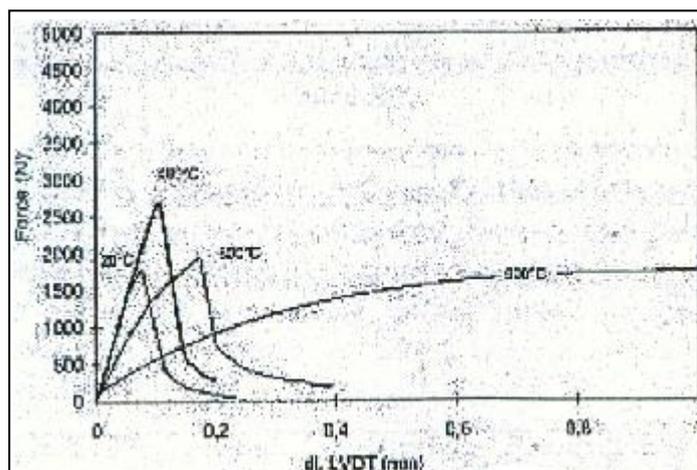
On fait appel à des essais de traction indirecte de type flexion pour identifier le comportement du béton réfractaire en traction. La résistance en compression des bétons réfractaires étant bien supérieure à celle en traction simple, la rupture en flexion sur de tels matériaux se produit essentiellement par des mécanismes de traction simple sur les fibres extrêmes. Dans l'essai classique de flexion simple (3 ou 4 points), on applique l'effort de flexion et l'on mesure la flèche à l'aide d'un capteur de déplacement. Ces informations globales sont suffisantes pour déterminer la résistance en traction dans le cas d'un comportement linéaire ou pour déterminer le module d'élasticité du matériau. Par contre si l'on souhaite accéder au comportement non linéaire du matériau par exemple, on est alors conduit à placer des jauges de déformation sur les faces supérieure et inférieure de l'éprouvette de flexion. Sur la figure 1.23, Lemaistre (1998) compare les courbes force-déformation en flexion d'un échantillon de béton alumineux à base de spinelle de magnésium à température ambiante, obtenues avec des jauges de déformation en traction et en compression [14]. Il paraît clairement sur ce graphique que les comportements de traction et de compression simple sont fortement dissymétriques. On explique cette dissymétrie par la différence de sollicitation des fissures en traction et en compression, celles-ci s'ouvrent et se ferment respectivement. Ce caractère dissymétrique peut cependant être très prononcé dans le cas du béton cuit car l'endommagement se développe à partir de microfissures induites par la cuisson.



**Fig. 1.23 : Dissymétrie traction-compression mesurée en flexion, à température ambiante [14]**

A haute température (fig1.24), Lemaistre (1998) observe une évolution du comportement qui se caractérise par un aplatissement des courbes de comportement, phénomène qui a déjà été noté dans les résultats de Prompt (2000) décrits précédemment. Les déformations engendrées par l'endommagement du matériau à basse température sont nettement inférieures à celles engendrées par le comportement plastique à haute température.

Le phénomène de viscosité a aussi été mis en évidence à plus haute température. Le comportement du béton est alors fortement dépendant de la vitesse de déplacement. On peut en effet obtenir des courbes quasi linéaires ou non linéaires en faisant varier la vitesse de la traverse.



**Fig. 1.24 : Evolution du comportement en flexion avec la température d'essai pour un béton à base d'andalousite [14]**

#### **1.3.3.4. Evolution du module d'élasticité des bétons réfractaires avec la température**

Le module d'élasticité peut être mesuré à partir de la pente de la courbe contrainte-déformation dans les essais de compression, traction ou flexion. Cette méthode globale de détermination sous charge est dite méthode statique. Plusieurs types de module peuvent être calculés (module sécant, module tangent, module obtenu par régression linéaire) suivant la plage et la façon dont la pente à la courbe contrainte-déformation est calculée. Quand le comportement est bien linéaire en début d'essai et que les essais sont « propres », ces modules sont tous confondus et égalent le module d'élasticité du matériau qui est, en principe, un paramètre intrinsèque.

Robin (1995) a observé des discordances entre les différentes valeurs du module d'élasticité mesurées sur un béton à base de magnésie carbone à partir d'essais de flexion 3 points, de traction ou de compression [18]. L'auteur relie cette difficulté au caractère non linéaire du comportement du réfractaire qu'il met en évidence par un essai cyclique de traction compression.

Schmitt et al. (2000) ont fait les mêmes observations en étudiant un béton réfractaire similaire [19].

En effet, le module d'élasticité des bétons réfractaires dépend fortement de leur état d'endommagement (microfissuration). Les microfissures ont tendance à se refermer en compression, alors qu'on sollicite leur ouverture en traction.

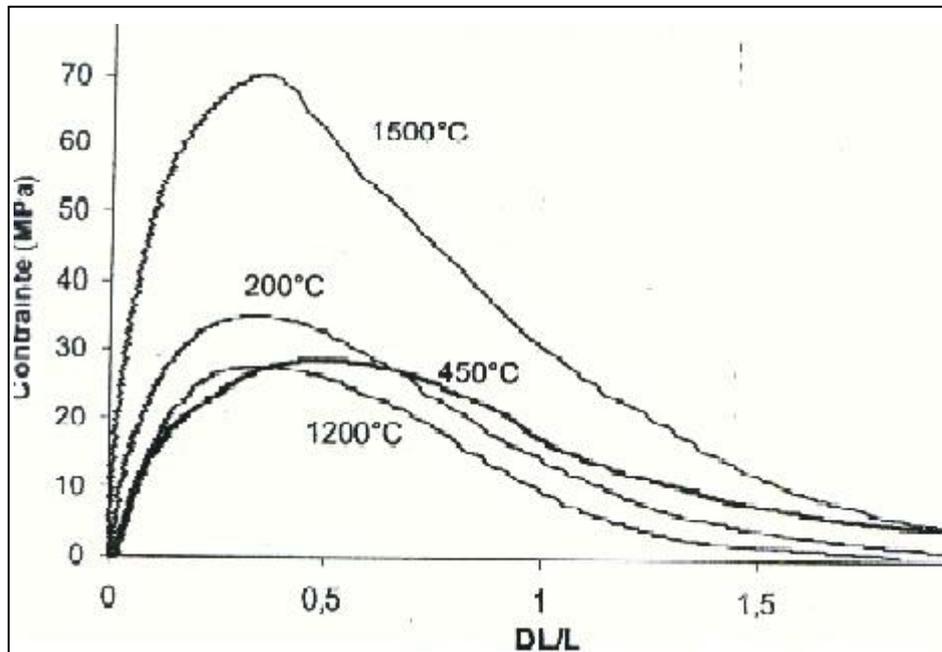
En outre, l'analyse des études expérimentales rapportées dans la littérature des réfractaires alumineux indique une diminution graduelle du module d'élasticité avec la température [13][14][17][24]. On considère en général que la rupture des liaisons internes à la microstructure du béton due à l'élévation de la température engendre une diminution du module d'élasticité du béton. D'autre part le processus de frittage en phase liquide densifie le matériau et il est probable qu'il soit responsable de la guérison de certaines microfissures [22].

#### **1.3.4. Comportement thermomécanique des bétons réfractaires préalablement cuits**

##### **1.3.4.1. Comportement à température ambiante**

Une des caractéristiques principales des bétons réfractaires est leur forte sensibilité au traitement thermique. Des échantillons de béton réfractaires alumineux à base de spinelle de magnésium cuits à différentes températures, ont été caractérisés à température ambiante [22]. Les essais effectués montrent que la résistance en compression a une évolution fortement non

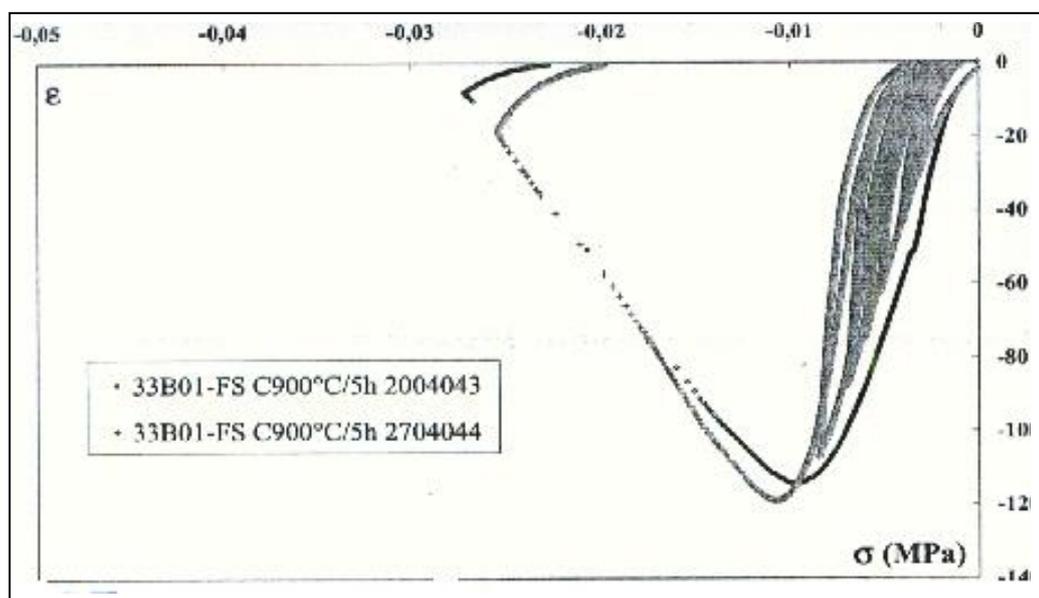
linéaire en fonction de la température de cuisson. En outre, le comportement du matériau cuit, avait un caractère linéaire élastique puis non linéaire non élastique avant rupture aux températures intermédiaires de 450 à 1000°C (fig.1.25). Pour des températures de cuisson supérieures, un comportement plus linéaire avec un caractère plus fragile est observé.



**Fig.1.25 : Essais de compression simple sur le béton cuit à différentes températures réalisés à température ambiante [22].**

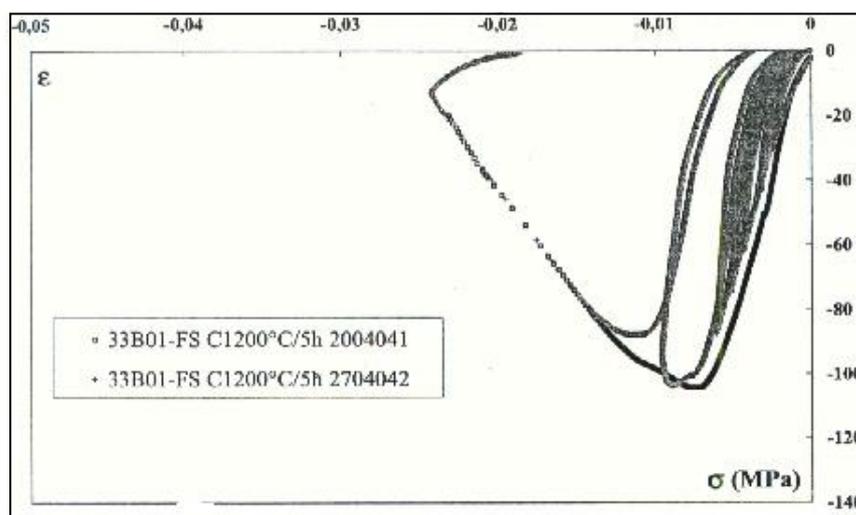
Par ailleurs, des essais ont été réalisés sur des éprouvettes de béton silico-alumineux ayant subi plusieurs types de traitements thermiques préalables [20].

Les résultats de l'essai sur les éprouvettes cuites à 900°C/5h semblent montrer que le matériau est devenu plus ductile que le même matériau mais étuvé (déformation au pic plus importante que pour le matériau étuvé) en considérant le comportement avant le pic de contrainte. En revanche, en comportement post-pic les matériaux perdent leur résistance quasi-instantanément. La résistance en compression du matériau cuit augmente de près de 16% par rapport à celle du matériau étuvé (fig. 1.26)



**Fig. 1.26 : Courbes monotones et charge-décharge d'un béton silico-alumineux cuit à 900°C pendant 5h [22].**

Contrairement aux observations faites sur les échantillons étuvés, les essais charge-décharge réalisés avant le pic de contrainte mettent en évidence des déformations anélastiques non négligeables. La diminution du module de décharge au fur et à mesure que le niveau de contrainte de décharge croît est bien perceptible, mettant en évidence une apparition d'endommagement dans le matériau. En comportement post-pic on retrouve l'effondrement de la résistance dont on a parlé précédemment. Ces résultats d'essais réalisés à 900°C sont assez représentatifs des essais réalisés sur le matériau cuit à 1200°C. La résistance atteinte est de 105 MPa pour une déformation au pic de  $7 \cdot 10^{-3}$  (fig. 1.27).



**Fig.1.27 : Courbes monotones et charge-décharge d'éprouvettes de béton silico-alumineux cuites à 1200°C [22].**

En conclusion, les essais réalisés ont montré que les bétons réfractaires étuvés ou cuits, ont un comportement quasi-fragile, c'est-à-dire caractérisé par une évolution linéaire puis non linéaire jusqu'à un pic de contrainte suivi par un adoucissement fulgurant au cours duquel l'apparition de macro fissures a pour conséquence une perte brutale de la capacité portante.

Les essais de charge-décharge à différents niveaux de contraintes sur le matériau étuvé montrent que les déformations anélastiques sont plutôt faibles avant le pic de contrainte. Après le pic de contrainte l'endommagement est très présent et conduit bien entendu à des déformations anélastiques importantes. Il a été mis en évidence par une décroissance du module de rigidité du matériau en décharge.

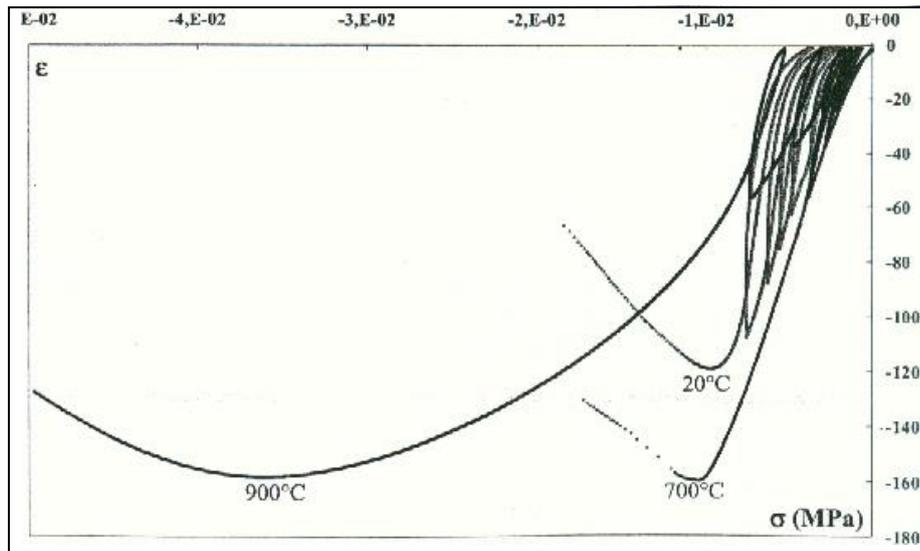
Lorsque le matériau a été cuit, les déformations anélastiques sont alors présentes des avant le pic de contrainte. Ces déformations sont dues au développement de microfissures dans le matériau et traduisent la présence d'un endommagement important. Après le pic de contrainte la rupture se produit brutalement suite au développement de macro-fissures résultant de la coalescence des microfissures précédemment formées.

#### **1.3.4.2. Comportement à haute température**

La figure 1.28 présente une synthèse des courbes de comportement en compression uni axiale d'un béton silico-alumineux cuit à 900°C pendant 5 heures, à hautes températures [20]. En début de chargement, les courbes présentent un pied de courbe non-linéaire observé dans le cas des bétons cuits et attribué auparavant à la fermeture initiale élastique ou inélastique des pores et des microfissures préexistantes dans le matériau. Le changement de comportement du béton cuit à haute température s'accompagne d'une augmentation de la résistance qui passe d'une valeur d'environ 120 MPa à 20°C à 160 MPa à 700°C.

A 900°C, le comportement évolue considérablement. Le matériau devient plus ductile : la déformation au pic passe de 1% à 700°C à 4% à 900°C.

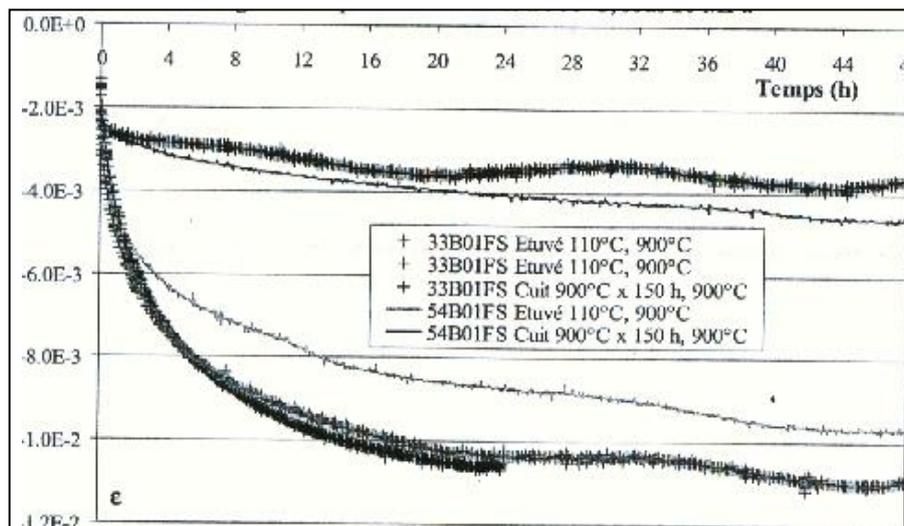
Lors de l'application des cycles charge-décharge, le comportement est non linéaire avec de très fortes déformations permanentes. L'amplitude de ces déplacements permanents avant pic augmente avec la température et leur nature semble évoluer d'anélastique (plastique avec endommagement) à purement plastique ou viscoplastique.



*Fig. 1.28 : Comportement d'un béton silico-alumineux cuit à 900°C pendant 5 heures, à haute température*

### 1.3.4.3. Comportement au fluage

La figure 1.29 montre des essais de fluage sur une durée de deux jours effectués à 900°C sous une charge de 10 MPa, sur des échantillons de bétons silico-alumineux étuvés et cuits [20]. Ces essais ont permis de mettre en évidence la sensibilité au fluage dès 900°C, des matériaux qu'ils soient cuits ou étuvés. On voit cependant, que la cuisson préalable diminue cette sensibilité au fluage sans toutefois l'éliminer complètement.



*Fig. 1.29 : Comportement au fluage, en compression uniaxiale à 900°C, sous 10Mpa, de bétons réfractaires silico-alumineux ayant subi différents traitements thermiques*

### **1.3.5. Conclusion**

Il découle de ce paragraphe consacré aux bétons réfractaires que leur comportement thermomécanique peut être défini en trois points :

- a) Un comportement quasi-fragile et endommageable par fissuration à basse température et aux températures moyennes.
- b) Un comportement dissymétrique en traction et en compression.
- c) A haute température, la présence de phases vitreuses, transitoires ou non, engendrent des phénomènes viscoplastiques.

### **1.3.6. Comportement thermomécanique des réfractaires façonnés du système silice-alumine**

Lors de nos investigations menées sur les bétons réfractaires dans le cadre de cette étude bibliographique, nous avons été confrontés au fait que la littérature est peu abondante en terme de caractéristiques contrainte-déformation. La caractérisation à chaud des réfractaires n'étant pas très poussée faute d'installations expérimentales adéquates.

La plupart des études concernent des tests effectués à température ambiante sur des éprouvettes ayant subi des traitements thermiques préalables. Les résultats offrent alors un intérêt limité.

C'est donc tout naturellement qu'elle le soit aussi, pour les réfractaires façonnés du système silice alumine.

Les données auxquelles nous avons pu avoir accès sont minimales. Nous en présentons une synthèse ci-après.

#### **1.3.6.1. Comportement en compression**

Des briques réfractaires du système silice-alumine ont été soumises à des essais de compression simple, de 20 à 1400°C [20] [24]. Parmi ces matériaux testés, certains se rapprochent des réfractaires BSAA étudiés ici, par leurs structures et leurs compositions chimiques et minéralogiques. Il s'agit de :

- Brique réfractaire à 70% d' $\text{Al}_2\text{O}_3$ .
- Briques réfractaire à 90% d' $\text{Al}_2\text{O}_3$ .
- Briques réfractaires silico-alumineuses à base de kaolin de Djebel Debbagh.

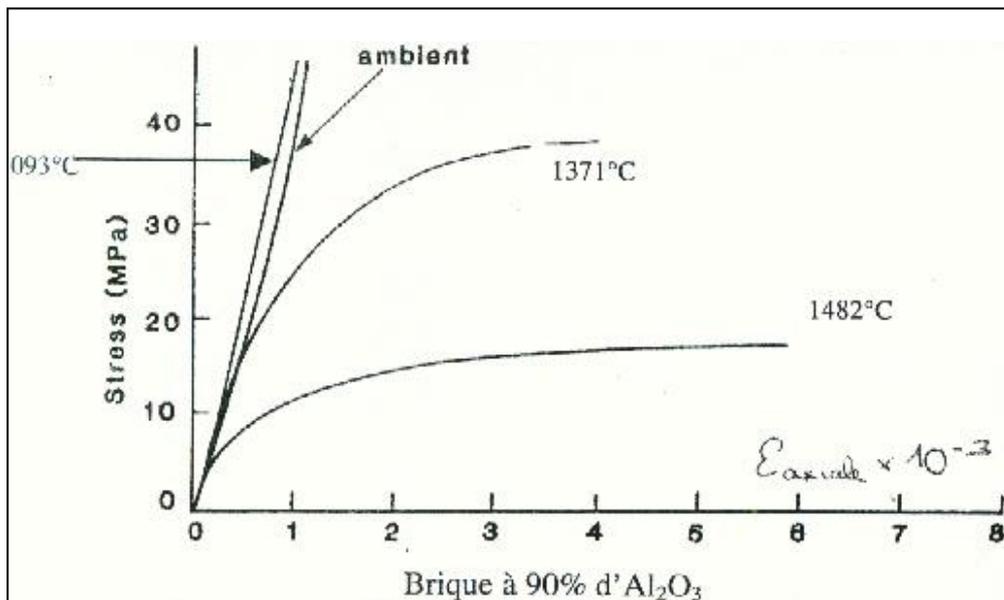
Les essais sont effectués à vitesse de déformation imposée, de 0.02 à 0.04% par minute.

Pour tous ces matériaux, l'élévation de la température a pour effet de transformer le comportement du type élastique fragile à l'ambiante à viscoplastique à haute température (figures 1.30 et 1.31). Chaque matériau possède sa température de transition propre (tableau 1.6).

A titre d'exemple, la résistance de la brique à 90% d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  varie très peu avec la température jusqu'à 1093°C, alors que celle de la brique à 70% d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  augmente sensiblement de l'ambiante (14 MPa) à 815°C (48 MPa). L'établissement du régime viscoplastique s'accompagne d'une chute de la résistance de ces matériaux [24].

**Tableau 1.6 :** Température de transition élastique-viscoplastique pour divers réfractaires

Matériau	Brique à 70% d' $\text{Al}_2\text{O}_3$	Brique à 90 % d' $\text{Al}_2\text{O}_3$	Brique silico-alumineuse
Température (°C)	815 à 1093	1093 à 1371	900 à 1000



**Fig. 1.30 :** Comportement en température de briques réfractaires alumineuses à 90% d'alumine d'après Alder et Masaryk [24]

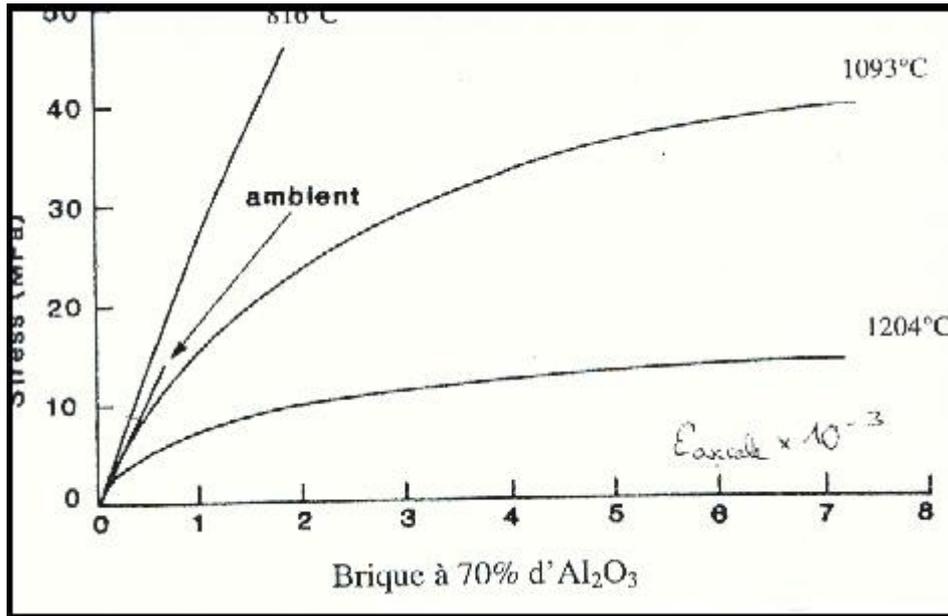


Fig. 1.31 : Comportement en température de briques réfractaires alumineuses à 70% d'alumine d'après Alder et Masaryk [24]

Il est intéressant de constater que la température de transition au comportement viscoplastique augmente avec la teneur en alumine (constituant hautement réfractaire)

Des briques silico-alumineuses à base de la halloysite de djebel debbagh, testées en compression uni axiale, à différentes températures par KOLLI [12], exhibent un comportement élastique endommageable entre l'ambiante et 900°C, température de résistance maximale, et un comportement viscoplastique au-delà de 900 à 1000°C (fig. 1.32).

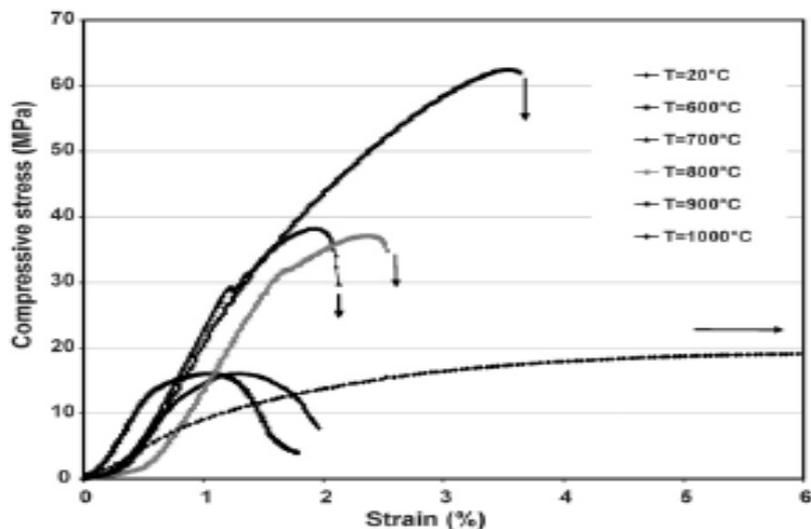


Fig. 1.32 : Comportement en température de briques réfractaires silico-alumineuses d'après Kolli [20]

Globalement, on peut affirmer que le comportement thermomécanique des céramiques réfractaires du système silice-alumine, et en particulier les réfractaires alumineux testés par ALDER [25] et les réfractaires silico-alumineux testés par KOLLI [12] dépend de la composition chimique du matériau et du niveau de la température : en deçà d'un seuil, il est élastique endommageable et il devient viscoplastique une fois ce seuil franchi.

La résistance à la compression s'effondre au delà de ce seuil.

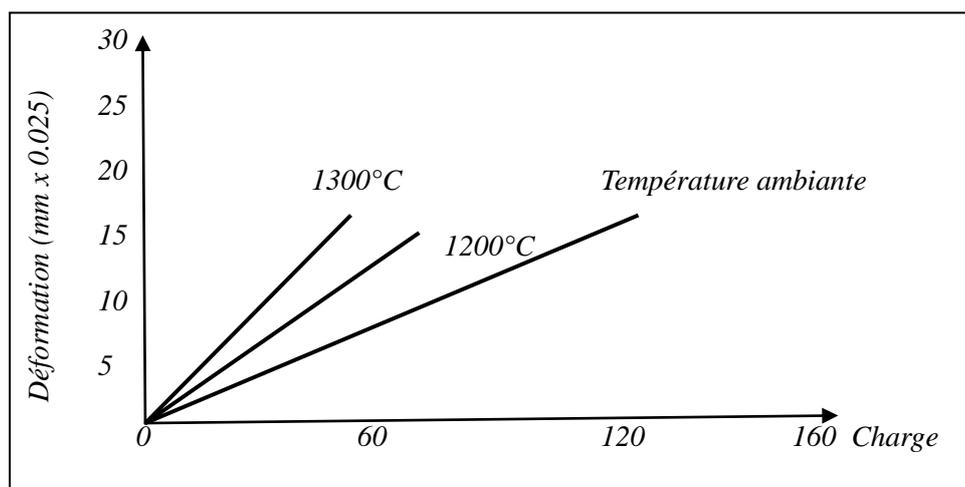
SCHACHT [13] fournit des résultats similaires pour des briques réfractaires dont la composition est détaillée dans le tableau 1.7. Ces dernières montrent un comportement fragile de l'ambiante à 815°C qui se transforme en plastique ou viscoplastique pour des températures plus élevées.

**Tableau 1.7 :** Composition des briques réfractaires alumineuses testées par SCHACHT en %

Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	Alcalins	TiO <sub>2</sub>
72.1	22.5	1.4	0.2	0.3	0.4	3.2

Un exemple très intéressant mettant en exergue l'influence de la composition chimique des réfractaires sur leur comportement mécanique avec la température est celui des réfractaires de silice (fig. 1.33).

On voit que la résistance de ce matériau à une température élevée est réduite d'à peu près la moitié par rapport à sa valeur à température ambiante, cependant la variation de la pente est pratiquement insignifiante. Car les caractéristiques de ce matériau consistent dans le fait que, même à 1300°C, la relation charge-déformation est linéaire jusqu'au point de rupture. Sa résistance mécanique à chaud reste donc très proche de celle qu'on a à proximité de son point de fusion et un tel comportement dérive de la structure particulière de ce réfractaire.



**Fig. 1.33 :** Comportement à la déformation des réfractaires de silice à des températures différentes [5]

### 2.3.6.2. Comportement en flexion

DARROUDI [25] a réalisé un grand nombre d'essais de flexion à différentes températures, et vitesses de chargement variables sur des briques contenant 60 à 90% d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  [25].

Les briques à 80% d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  montrent une forte variation de résistance à la flexion lorsque la température s'élève (fig. 1.34a). La contrainte maximale est atteinte à 1000°C.

La résistance à la flexion de briques à 90% d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  reste invariable de l'ambiante à 600°C. Au dessus de cette température, la résistance s'élève pour atteindre un maximum à 1100°C puis diminue au-delà (fig. 1.34b).

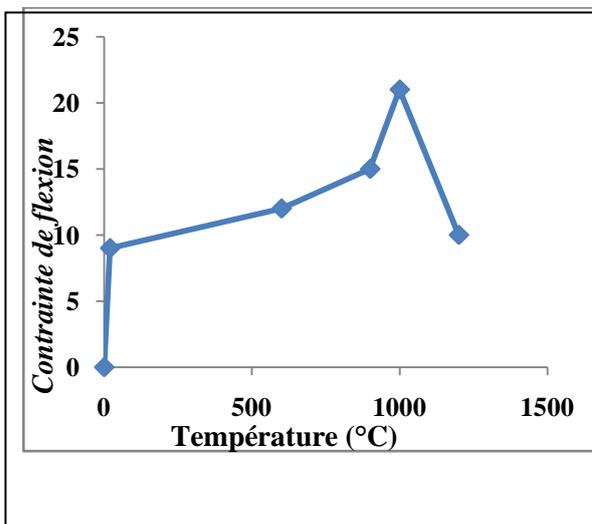


Fig. 1.34a : Comportement en flexion d'une brique à 80% d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  [25]

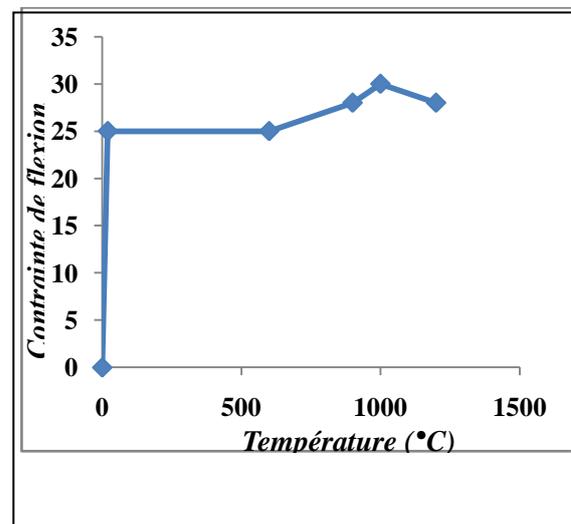
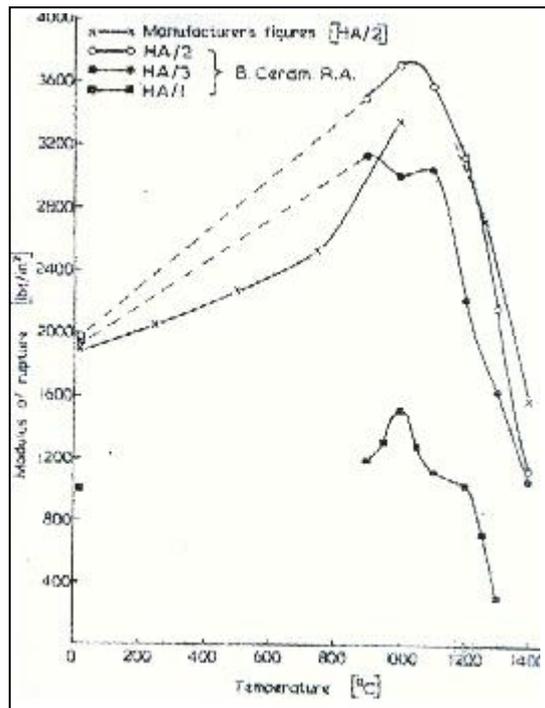


Fig. 1.34b : Comportement en flexion d'une brique à 90% d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  [25]

Une étude de l'influence de la vitesse de chargement est également présentée. A la température correspondant au maximum de contrainte, la résistance est inversement proportionnelle à la vitesse. Au-delà du seuil, la résistance évolue proportionnellement à la vitesse.

Des essais de flexion à chaud réalisés sur des briques à 85% d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  à base de bauxite [26] mettent également en relief une forte dépendance en température.

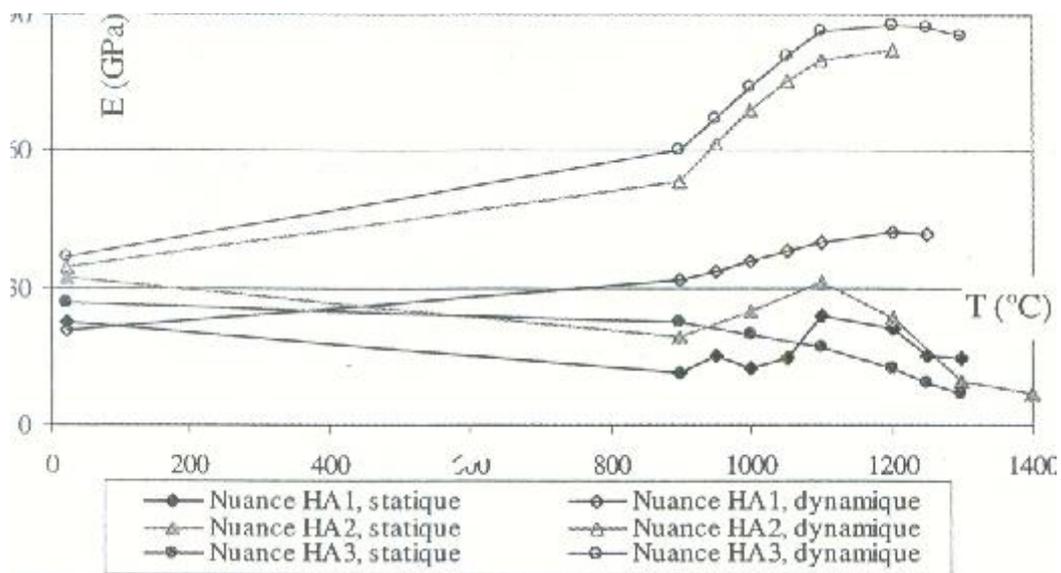
La résistance à la flexion progresse de l'ambiante à 1000°C, puis s'effondre au-delà de cette température (fig. 1.35). En effet, le comportement évolue parallèlement d'élastique à viscoplastique.



**Fig. 1.35 : Résistance à la flexion de 3 briques d' $\text{Al}_2\text{O}_3$ , d'après PADGETT [26]**

L'évolution de la résistance à la flexion a été comparée avec celle du module d'Young déterminée dynamiquement. Si le module suit la même tendance que celle de la résistance à la flexion, le maximum se produit en revanche à une température de 1200°C. Cet écart de seuil de température n'a pas été expliqué.

Néanmoins, il est admis que le module d'Young dynamique ne représente qu'imparfaitement l'élasticité réelle des matériaux. Si les valeurs sont proches à l'ambiante, elles s'éloignent en revanche à chaud. Le module dynamique est à chaque fois largement supérieur au module statique (fig. 1.36), ceci même lorsque la mesure statique est réalisée en ne considérant qu'une portion infime de la courbe contrainte-déformation.



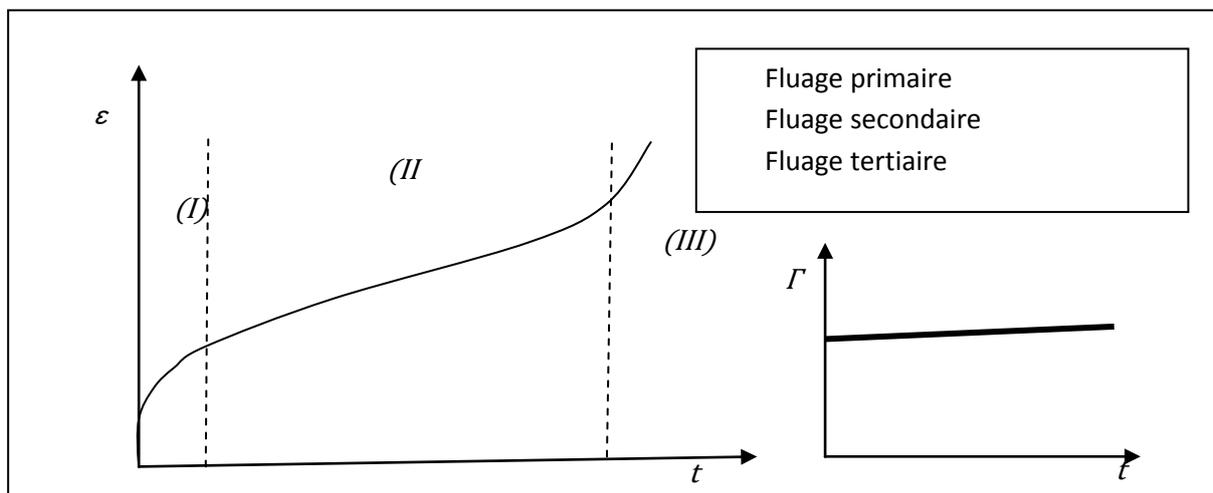
**Fig. 1.36 : Modules statiques et dynamiques, briques à 85% d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> d'après PADGETT [26]**

Le module d'élasticité déterminé par la méthode dynamique est largement surestimé par rapport au module statique en raison de la faible charge sous laquelle il est obtenu [13]. De plus il ne donne pas d'informations sur le comportement rhéologique du matériau.

### 1.3.6.3. Le fluage des réfractaires du système silice-alumine

Le fluage d'un matériau céramique réfractaire présente habituellement trois phases consécutives (fig. 1.37):

1. Dans un premier temps, le fluage primaire se produit. La vitesse de déformation décroît au cours du temps.
2. Le fluage secondaire à la phase précédente. Il se caractérise par une vitesse de déformation constante.
3. Enfin, le fluage tertiaire conduit à la rupture, avec une augmentation progressive de la vitesse de fluage.



**Fig. 1.37 : Les trois étapes d'un essai de fluage**

L'essai de fluage permet de souligner la dépendance temporelle de la réponse du matériau. Il consiste à maintenir une contrainte constante sur l'échantillon pendant un temps « long ». Si la déformation n'évolue pas au cours du palier en force, le matériau n'est pas visqueux. En revanche, une déformation différée, révèle un comportement visqueux (fig. 1.38):

- Viscoélastique si le comportement est réversible.
- Viscoanélastique dans le cas contraire (viscoplastique par exemple).

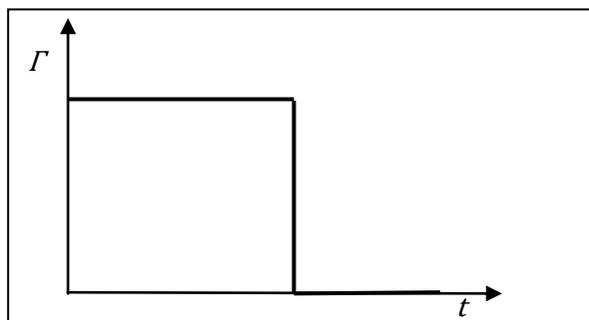


Fig. 1.38a : Evolution de la charge dans un essai de fluage.

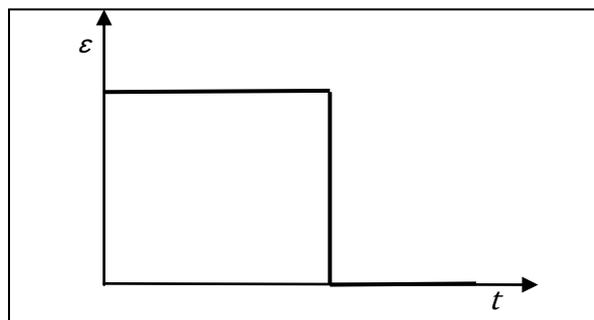


Fig. 1.38b : Comportement élastique

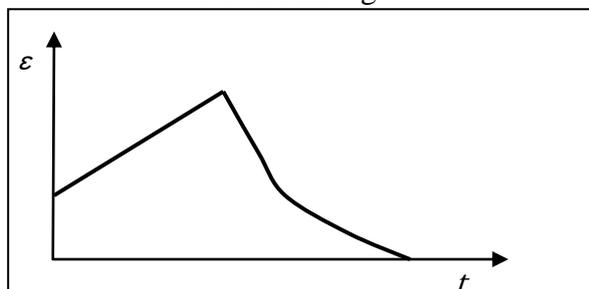


Fig. 1.38c : Comportement viscoélastique

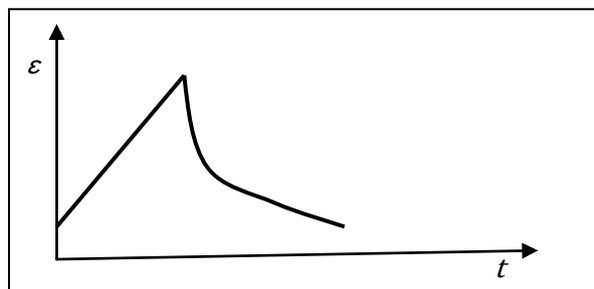
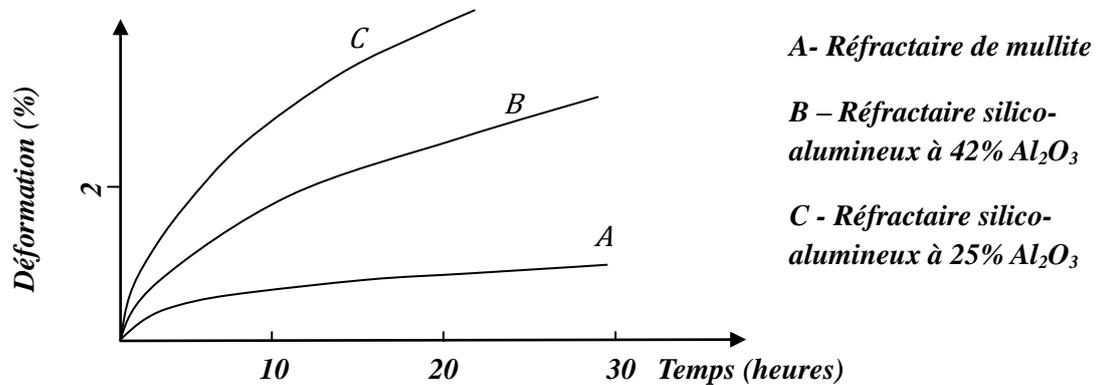


Fig. 1.38d : Comportement viscoplastique

**Fig. 1-38 : Schématisation des comportements en fluage**

La forme des courbes de fluage varie en fonction du matériau et des conditions particulières de mesure. La figure 1.39 [5] montre les courbes de fluage d'un réfractaire de mullite et de deux réfractaires silico-alumineux à différentes teneurs en alumine testés dans des conditions

identiques (charge constante de  $2\text{kg/cm}^2$  et température d'essai :  $1350^\circ\text{C}$ ). On constate que les réfractaires de mullite montrent une bonne résistance au fluage par rapport aux réfractaires silico-alumineux. Ceux-ci sont d'autant plus résistants au fluage que leur teneur en alumine est élevée.



**Fig. 1.39 : Essais de fluage pour des réfractaires différents (température d'essai :  $1350^\circ\text{C}$  ; charge  $2\text{kg/cm}^2$ ).**

La phase vitreuse joue un rôle considérable sur le comportement mécanique à chaud des réfractaires silico-alumineux. En effet, au dessus de températures de l'ordre de  $1100\text{-}1350^\circ\text{C}$  (selon la quantité de phase vitreuse), la phase vitreuse des silico-alumineux a tendance à être un liquide visqueux : on a alors début de **fluage**.

Les mécanismes microstructuraux qui régissent le phénomène de fluage sont le mouvement vertical des dislocations, la migration des vacances sous effort et le glissement des contours des grains.

La mobilité des dislocations et l'augmentation de cette mobilité, dues à la température élevée, entraînent en effet, comme conséquence soit une augmentation de la plasticité des matériaux, sensibles à la déformation plastique à basse température, soit un début de plasticité sous une tension déterminée pour des matériaux non plastiques à basse température, comme par exemple l'alumine.

### 1.3.6.4. Evolution du module d'élasticité des réfractaires du système silice-alumine avec la température

Le module d'élasticité caractérise l'état d'endommagement du matériau réfractaire. Il est étroitement lié à la porosité (pores, microfissures etc.) et à la température.

A des températures plus élevées (et en supposant une chauffe lente) des phénomènes de plasticité et de début de fluage se produisent : la brique réfractaire a tendance à se contracter et les tensions ont tendance à disparaître. Enfin à des températures très élevées, le module d'élasticité devient très petit (état purement visqueux de la phase vitreuse), le réfractaire se déforme rapidement et il se produit un fluage du matériau.

La figure 1.40 présente l'évolution du module d'élasticité en fonction de la température de réfractaires silico-alumineux à base de la halloysite de djebel Debbagh cuits à différentes températures [12].

Ces valeurs sont relativement basses. Elles sont caractéristiques des réfractaires classiques présentant une porosité importante. En outre, l'influence de la température de cuisson paraît évidente. Jusqu'à 600°C, le module d'élasticité demeure inchangé. Vers 600-700°C, on constate une brusque diminution de la valeur du module pour les échantillons cuits à 1300 et 1450°C. Ce même phénomène est observé vers 1000°C pour les échantillons cuits à 1350 et 1400°C. Ceci peut s'expliquer par le fait qu'une température de cuisson de 1300°C est insuffisante pour garantir une bonne cohésion des grains de chamotte, tandis qu'à 1450°C, la cristobalite est entièrement transformée en phase amorphe.

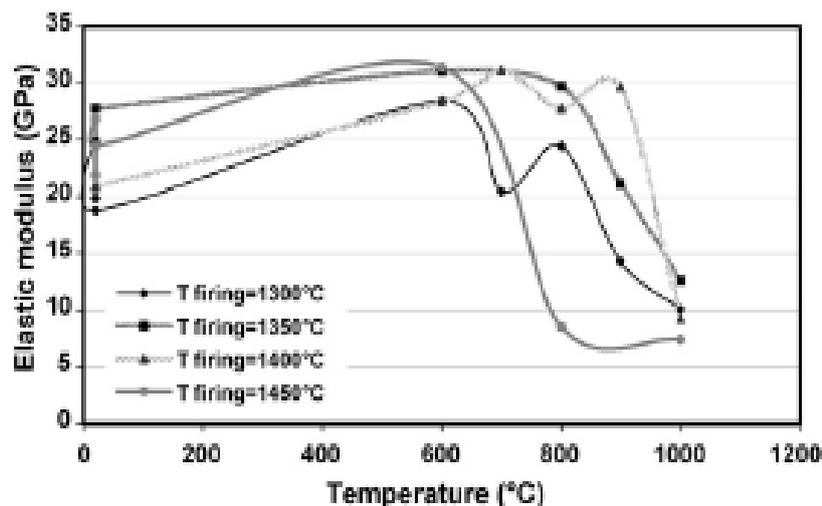


Fig. 1.40 : Variation du module d'élasticité en fonction de la température pour des réfractaires silico-alumineux cuits à différentes températures [12]

### **1.3.6.5. Conclusion de l'étude bibliographique sur le comportement thermomécanique des réfractaires façonnés du système silice-alumine**

Les essais thermomécaniques effectués jusqu'ici sur différents réfractaires du système silice-alumine, révèlent la grande influence de la température sur leur comportement mécanique.

En dessous d'une température de transition, l'élévation de la température s'accompagne d'une augmentation de la résistance mécanique, ceci dans le cadre du comportement élastique. Au-delà de la température de transition, la résistance décroît avec la température et le comportement manifeste une forte anélasticité.

Pour les réfractaires de silice (plus de 93% de silice), cette température est supérieure à 1300°C. Pour les réfractaires silico-alumineux, la température de transition dépend de leur teneur en alumine. Elle se situe généralement entre 900 et 1200°C.

Parallèlement, les essais de fluage révèlent que la transition de comportement est accompagnée par le développement de la viscosité dans le matériau.

Ces phénomènes trouvent une partie de leur interprétation dans la microstructure même de ces matériaux. En effet, les évolutions en fonction de la température, sont intimement liées à l'apparition de la phase vitreuse. Celle-ci résulte de la réaction des impuretés présentes dans les matières premières sous forme d'oxydes ( $K_2O$ ,  $Na_2O$ ,  $TiO_2$ ,  $MgO$ ,  $CaO$ ) avec la silice  $SiO_2$  libre en donnant des phases à basse température de fusion. Selon DARROUDI [25], ces phases visqueuses permettent de relaxer les concentrations des contraintes internes provoquées par les hétérogénéités et de ponter les fissures. Puis au dessus de 1000°C, la résistance chute, indiquant selon les auteurs que la viscosité des phases vitreuses devient trop élevée pour permettre le pontage ou la relaxation des contraintes.

Pour PADGETT [26], le pic de résistance s'explique plutôt par la dilatation différentielle des composants. La chute au-delà du pic est également expliquée par l'influence forte de la viscosité.

Enfin, les réfractaires du système silice alumine cités tout au long de cette étude bibliographique montrent globalement des similitudes de comportement avec les bétons réfractaires. Celles-ci peuvent être résumées en trois points essentiels:

- Fragilité et endommagement à faible température,
- Comportement dissymétrique en traction et en compression,
- Phénomènes visco-élasto-plastiques à haute température.

### **1.3.6.6. Hypothèse de similarité de comportement entre les réfractaires du système silice alumine et le béton hydraulique de génie civil**

Un examen minutieux des différentes courbes contrainte-déformation des bétons réfractaires et des réfractaires façonnés du système silice-alumine, disponibles dans la littérature et présentées tout au long de cette revue bibliographique fait ressortir des ressemblances indéniables de comportement mécanique, particulièrement à la température ambiante, avec un matériau à la microstructure similaire, ayant fait l'objet d'innombrables études : le béton hydraulique.

Cette similitude de comportement, notamment à température ambiante, est définitivement établie par certains auteurs suite à leurs récentes études menées sur les bétons réfractaires et les réfractaires silico-alumineux [12, 17,20, 22].

Au-delà des divergences liées à la nature des liaisons et des constituants qui composent les bétons hydrauliques et les réfractaires du système silice-alumine en général, la forte ressemblance observée au niveau de la microstructure de ces matériaux laisse présager, au moins à basse température, d'une similarité de comportement mécanique avec les réfractaires silico-alumineux façonnés BSAA, objet de notre étude.

Les bétons hydrauliques sont constitués d'agrégats liés entre eux par une matrice de texture fine (le liant). Leur consolidation a lieu par prise et durcissement à l'air ou en milieu aqueux, de la pâte de ciment (matrice). Les réfractaires du système silice-alumine dont les BSAA, peuvent être considérés comme des agglomérés hétérogènes formés par des matériaux argileux, siliceux, etc., cimentés par un liant vitreux qui donne cohésion à l'ensemble. Leur consolidation, a lieu par frittage. A l'issue de ce processus thermique, il ya formation d'une phase vitreuse qui joue essentiellement le rôle de liant parmi les différents éléments cristallins et autres matières inertes (dégraissants). Dans ce cas, le frittage prend le nom de vitrification. Cette consolidation de grains solides par de petites quantités de phase vitreuse confère à ces produits leurs propriétés mécaniques. Les différences dans les coefficients de dilatation des divers constituants, font que ces matériaux présentent une porosité et un réseaux de microfissures comparables au cas du béton hydraulique.

Devant de telles concordances, il n'est pas surprenant que l'usage de modèles dédiés aux bétons hydrauliques pour l'étude thermomécanique de structures réfractaires, notamment les réfractaires monolithiques, soit assez répandu [27-29]. Cela nous permet de nous inspirer des résultats foisonnants concernant le béton hydraulique et les réfractaires monolithiques pour construire notre étude du comportement thermomécanique des réfractaires silico-alumineux façonnés BSAA. C'est pourquoi, après avoir exposé les connaissances actuelles sur le comportement thermomécanique de quelques exemples de réfractaires monolithiques et façonnés, nous consacrons la suite de cette revue bibliographique à la présentation des récentes conclusions sur le comportement thermomécanique du béton hydraulique de génie civil à température ambiante.

## 1.4. Le comportement mécanique du béton hydraulique

### 1.4.1. Généralités

De nombreux travaux de caractérisation expérimentale du béton hydraulique ont été réalisés jusqu'à présent. L'utilisation très répandue de ce matériau fait qu'il mérite en effet, une étude approfondie.

Le comportement sous chargement mécanique du béton hydraulique dépend fortement du type de sollicitation imposée. C'est la microstructure du matériau qui explique son comportement atypique. Son aspect composite conduit à une répartition inégale des contraintes entre la matrice et les agrégats. Les agrégats influencent énormément le comportement du matériau : s'ils constituent le lieu privilégié d'amorçage de la microfissuration, ils peuvent également constituer un obstacle provisoire à la propagation des fissures.

Une des affirmations fondamentales, qui permet de simplifier l'étude du comportement du béton est sa parfaite fragilité. Comme les roches, le verre ou les céramiques à basses températures, le béton possède une très faible déformabilité ( $10^{-4}$  en traction pure). En traction simple, mais aussi dans des conditions de cisaillement macroscopique, la rupture intervient par propagation souvent brutale d'une macro fissure, ce qui rejoint le caractère intuitif de fragilité.

GRIFFITH [29] a montré que la présence de fissures conduit à une forte différence de résistance entre traction et compression.

La structure composite du béton, et la microfissuration qu'elle génère, conduisent aux particularités connues de son comportement :

- Le béton est sensible aux sollicitations de traction et aux extensions [30, 31]. Il présente une résistance à la compression simple 8 fois plus élevée que la résistance à la traction simple. Cette dissymétrie traction-compression est la propriété la plus connue du béton. Elle a conduit à la conception du béton armé et du béton précontraint. Ce sont les armatures métalliques qui supportent les contraintes de traction imposées au béton armé. Quand au béton précontraint, il doit sa résistance à la traction à la contrainte initiale de compression qu'on lui impose.
- Le béton hydraulique accuse une modification marquée de ses propriétés élastiques à partir d'un certain niveau de chargement. Cette caractéristique a été modélisée par la mécanique de l'endommagement [32].
- Le béton montre un comportement anisotrope à partir d'un certain niveau de chargement [33].

- En compression uni axiale, le béton hydraulique est fragile. En revanche un confinement tend à le rendre ductile [34].
- L'histoire du chargement influence également le comportement du béton. Un chargement préalable en traction réduit sa rigidité en compression. A partir d'un seuil de contrainte, la rigidité initiale est restaurée [35].
- Le comportement du béton devient instable au-delà du pic de contrainte en traction et en compression simple. En particulier, il affecte une tendance à la dilatance [36].
- Des cycles de charge-décharge donnent lieu à une hystérésis marquée, que l'on attribue au frottement entre lèvres de fissures [37, 38].
- En cours de sollicitation, des déformations permanentes viennent s'ajouter aux déformations élastiques [35]. Ces déformations permanentes sont non associées : Elles ne respectent pas la règle de la normalité [39].

#### **1.4.2. Comportement en compression simple à température ambiante**

Il s'agit de l'essai de caractérisation le plus répandu. La courbe classique  $\sigma(\epsilon)$  est bien connue (fig.1.41). En cours de chargement, le matériau passe progressivement d'un état élastique isotrope à un état anisotrope endommagé. Outre la mesure de la contrainte axiale, et des déformations axiales et transversales, différentes techniques ont été mises en œuvre pour caractériser cette évolution :

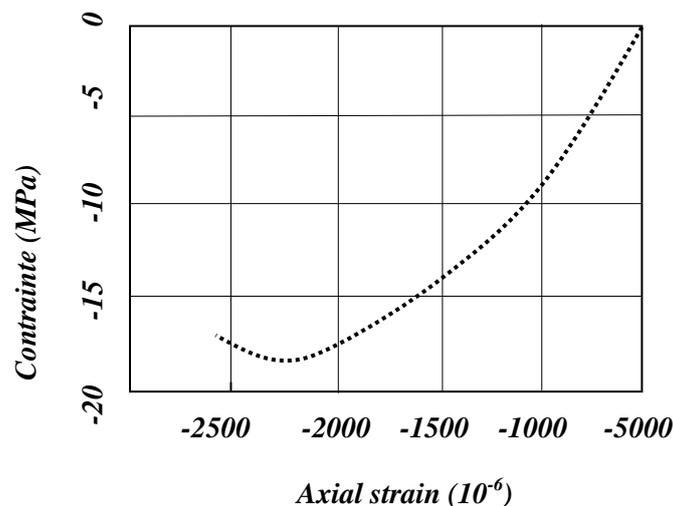
- Mesure du temps de propagation des ondes ultrasonores,
- Mesure de l'émission acoustique,
- Observations microscopiques,
- Stéréophotogrammétrie [40].

Ces observations ont permis d'établir avec précision la chronologie de l'évolution du matériau en cours d'essai [30, 33, 41, 42].

- Jusqu'à 30 à 50% de la contrainte maximale, le comportement est élastique linéaire. La microfissuration se met néanmoins en place autour des plus gros grains. Ces derniers concentrent une porosité importante provoquée en cours de prise par le blocage des bulles d'air qui remontent vers la surface de l'éprouvette.
- De 30-50% à 60-70%, la microfissuration se propage toujours autour des grains, mais elle conduit à un comportement non linéaire. Le module d'Young diminue, alors que le coefficient de Poisson reste constamment au voisinage de 0.2. Cette phase s'accompagne d'une diminution de volume.

- A partir de 60-70%, et jusqu'au pic de contrainte, l'état du béton évolue plus franchement. On assiste au développement des fissures dans la matrice. Les temps de propagation des ondes ultrasonores augmentent, traduisant la progression des fissures dans le matériau. Celles-ci sont majoritairement orientées parallèlement à la direction de la charge. On parle donc de formation de colonnettes parallèles à l'axe de la charge. Le volume de l'éprouvette croît et l'endommagement devient anisotrope. Des déformations anélastiques axiales et transversales sensibles se produisent.

- Au-delà du pic en contrainte, intervient l'adoucissement : la contrainte nécessaire pour déformer l'éprouvette diminue constamment. Cette phase est associée à un début de localisation [40]. L'évolution des fissures dans l'ensemble de la matrice, révélée par l'augmentation des temps de propagation des ondes ultra sonores, conduit à la rupture de l'éprouvette. [42] a montré que cette phase coïncide avec une réorganisation de l'éprouvette : les colonnettes sont soumises à une flexion dissymétrique due au frottement sur les lèvres des fissures. Cet état de contrainte conduit à la formation d'une fissure oblique dans chaque colonnette puis à la création d'un plan de glissement. Le volume augmente également très fortement : il y'a dilatance [36]



**Fig. 1.41 : Compression simple du béton hydraulique à température ambiante [33]**

Le mécanisme de rupture du béton hydraulique en colonnettes se décompose en plusieurs phases, il a été expliqué par [42] :

- Naissance aléatoire de microfissures, avec orientation préférentielle dans la direction de la contrainte macroscopique. La différence de raideur entre granulats et matrice provoque une traction dans les directions perpendiculaires au sens de la charge.

- Les microfissures se rejoignent et forment une macro fissure, donc des colonnettes.

- Les fissures obliques dans les colonnettes, favorisant la création d'un plan de glissement et la rupture. L'obliquité des fissures en stade final s'explique ainsi : les contraintes de retrait sont redistribuées lors du chargement. Il y'a une compression excentrée sur chaque

colonnette. Or de nombreux frottement sont présents sur les lèvres des fissures. Les frottements étant dans le cas général dissymétriques sur les faces des colonnettes, celles-ci sont le siège d'un état de flexion composée, qui est accentué par l'excentricité de la charge. On suppose alors que les fissures obliques apparaissent une fois la résistance à la traction locale est atteinte.

### Influence du mode opératoire

Les résultats obtenus lors d'essais mécaniques dépendent fortement du mode opératoire. Les paramètres du mode opératoire concernent :

1. Les éprouvettes (forme, dimensions, conservation) : Des études sur des éprouvettes de différentes tailles ont souligné la variabilité des résultats en fonction du volume de l'échantillon [30]. Celui-ci doit être de taille suffisamment importante par rapport à celle des agrégats pour limiter la dispersion des résultats. A partir de là, différents critères ont été élaborés en fonction de la taille du plus gros agrégat que RAMTANI [33] résume pour les cylindres par  $D = (10 \text{ à } 15) \times \varnothing$  et  $H = 25\sqrt{D}$  avec  $\varnothing$  diamètre du plus gros grain.

Une augmentation du volume génère une diminution de la résistance mesurée. Ce qui peut s'expliquer par le caractère composite du béton, constitué d'éléments de résistance variable : plus le volume est grand, plus la probabilité est forte de rencontrer un élément peu résistant.

2. La confection des éprouvettes doit faire également l'objet d'une attention soutenue. Une vibration après moulage permet un réarrangement des grains entre eux. Les parois du moule doivent être graissées de manière à assurer un démoulage aisé et obtenir un bon état de surface de l'éprouvette. On doit veiller au parallélisme des parois du moule et à leur rigidité. La conservation quand à elle, influence l'hygrométrie de l'échantillon. Un séchage trop rapide de l'éprouvette peut conduire à un endommagement important, par formation de microfissures générées par le retrait inhérent à cette action.

3. Le dispositif d'essais de compression simple requiert des plateaux de compression de bonne qualité géométrique : ils doivent être plans, rigides et présenter un état de surface soigné de façon à limiter les risques d'indentation de l'éprouvette. Une surface non plane entraînerait l'apparition de concentrations de contraintes préjudiciables à la qualité des résultats obtenus. L'obtention d'un état de compression homogène dans l'échantillon demande aussi à ce que la perpendicularité entre surfaces d'appuis et effort soit assurée. Enfin la différence de coefficient de Poisson entre les plateaux de compression et l'échantillon peut générer des contraintes de cisaillement parasites, en raison du cisaillement induit : c'est le phénomène de frettage. La lubrification des surfaces d'appui constitue un moyen d'éviter cet inconvénient. Cependant, la lubrification du contact plateau-échantillon entraîne une réduction sensible de la contrainte maximale atteinte en compression. Les problèmes de frettage peuvent éventuellement être minimisés en choisissant une éprouvette élancée, ce qui permet d'avoir au centre de celle-ci une zone soumise à un état de contrainte homogène.

### 1.4.3. Comportement du béton hydraulique en traction

#### 1.4.3.1. Comportement en traction simple

L'essai de traction simple ou traction directe est effectué en imposant à une éprouvette maintenue par des mâchoires hydrauliques une sollicitation de traction. Cet essai mène à une localisation des déformations, qui rend difficile l'exploitation des résultats au-delà du pic de contrainte. La localisation se traduit par une fissure visible à l'œil nu et par une forte variabilité des résultats. Le problème de la localisation a conduit certains expérimentateurs [43, 18] à mettre en place un dispositif permettant de répartir l'endommagement sur toute la partie utile de l'éprouvette : l'essai PIED (Pour Identifier l'Endommagement Diffus).

Des barres métalliques sont collées sur les faces latérales de l'éprouvette, et l'effort est transmis au béton par l'intermédiaire de ces barres. Cette procédure se révèle efficace puisqu'aucune fissure n'apparaît dans le béton. Les courbes obtenues présentent également une phase d'adoucissement révélée par la décroissance après le pic de contrainte. Un cycle de décharge met en évidence ici aussi l'existence de fortes déformations anélastiques.

#### 1.4.3.2. Comportement en traction : la flexion

De mise en œuvre plus facile que la traction, la flexion est un essai de caractérisation répandu.

Cependant, l'essai de flexion est critiquable sous deux angles :

- Les résultats qu'il fournit dépendent de la taille de l'échantillon.
- L'effet de contrainte n'est pas homogène et l'interprétation des résultats s'en trouve donc compliquée. La flexion 4 points est préférable à la flexion 3 points. Elle permet en effet de réduire la dispersion car la zone de flexion concernée par le moment maximal est plus étendue qu'en flexion 3 points (fig. 3.13).

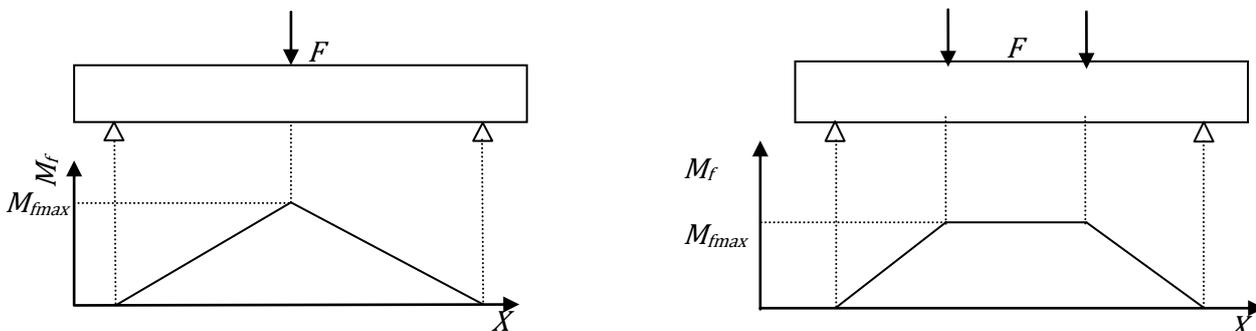


Fig. 1.42 : Comparaison entre flexion 3 points et flexion 4 points

### 1.4.3.3. Le comportement en traction : Le fendage

Malgré son caractère multiaxial, nous classons cet essai, parfois appelé « essai brésilien », dans la catégorie des essais de traction. Il consiste à appliquer un effort de compression sur deux génératrices diamétralement opposées d'un cylindre. L'effort de compression génère une contrainte de traction sur le plan médian de l'éprouvette contenant les deux génératrices. Le calcul du champ de contrainte dans l'échantillon lors d'un essai de fendage a été développé dans le cadre de l'élasticité linéaire par plusieurs auteurs [44, 45].

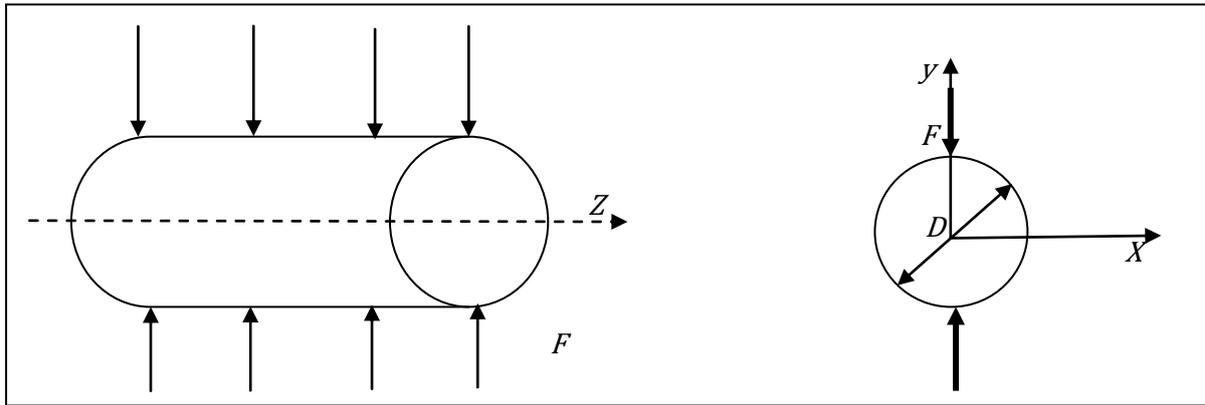


Fig. 1.43 : Principe de l'essai de fendage

La force diamétrale est parfois appliquée par l'intermédiaire de deux bandes rigides de faibles largeur et épaisseur. L'expression des contraintes élastiques calculées dans le cas d'un chargement appliqué sur les génératrices, ou  $t$  est la longueur du cylindre et  $D$  son diamètre est :

$$\sigma_{xx} = \frac{2P}{\pi Dt} - \frac{2P}{\pi t} \left\{ \frac{x^2(R-y)}{[x^2+(R-y)^2]^2} + \frac{x^2(R+y)}{[x^2+(R+y)^2]^2} \right\} \quad (1.12)$$

L'expression de  $\sigma_{xx}$  permet de déterminer la valeur de la résistance à la traction du matériau. Il s'agit de la contrainte sur le plan de symétrie contenant le chargement, soit  $x=0$ , ce qui donne :

$$\sigma_{xx,max} = \frac{2P}{\pi Dt} \quad (1.13)$$

$\sigma_{yy}$  :

$$\sigma_{yy} = \frac{2P}{\pi Dt} - \frac{2P}{\pi t} \left\{ \frac{(R-y)^3}{[x^2+(R-y)^2]^2} + \frac{(R+y)^3}{[x^2+(R+y)^2]^2} \right\} \quad (1.14)$$

$\tau_{xy}$  :

$$\tau_{xy} = \frac{2P}{\pi t} \left\{ \frac{x(R-y)^2}{[x^2+(R-y)^2]^2} + \frac{x(R+y)^2}{[x^2+(R+y)^2]^2} \right\} \quad (1.15)$$

#### 1.4.3.4. Comparaison des différents modes d'essai en traction

Nous avons présenté les différentes possibilités de réalisation d'un essai de traction, en mettant l'accent sur leurs spécificités. Il est vérifié que la résistance à la traction mesurée dépend du type d'essai choisi. Un consensus s'établit pour classer les résistances en fonction des types d'essai :  $\sigma_{\text{flexion 3 points}} > \sigma_{\text{flexion 4 points}} > \sigma_{\text{fendage}} > \sigma_{\text{traction}}$ .

En revanche, les avis divergent légèrement lorsqu'il s'agit de quantifier les rapports entre résistances mesurées par les différents essais.

Selon WALTER [46], les rapports suivants sont couramment rencontrés :

$$\sigma_{\text{flexion}} = 2 \times \sigma_{\text{traction}}$$

$$1.15 \sigma_{\text{traction}} < \sigma_{\text{fendage}} < 1.2 \sigma_{\text{traction}}$$

SCHACHT [13] donne les rapports suivants :

$$\sigma_{\text{flexion}} = 2.2 \times \sigma_{\text{traction}}$$

$$\sigma_{\text{flexion}} = 1.5 \times \sigma_{\text{fendage}}$$

$$\text{qui conduisent à : } \sigma_{\text{fendage}} = 1.47 \times \sigma_{\text{traction}}$$

En résumé chaque essai de traction présente un inconvénient :

- L'essai de traction uni axial conduit à la localisation des déformations. Sa mise en œuvre à chaud est souvent délicate en raison des problèmes d'accrochage d'éprouvettes.
- L'essai de flexion est plus facile à réaliser que l'essai de traction. Cependant, il génère un champ de contrainte hétérogène dans l'éprouvette et une dispersion importante des résultats.
- L'essai de fendage est probablement le plus aisé à mettre en place notamment à chaud. Malheureusement, effort-contrainte de traction n'est possible que dans le cadre restreint de l'élasticité. En particulier, l'exploitation des résultats obtenus pour un matériau présentant des non linéarités de comportement n'est pas triviale.

#### 1.4.4. Comportement mécanique à chaud du béton hydraulique

Les études concernant le comportement du béton hydraulique soumis à des températures élevées (800-1000°C) visaient surtout à définir la résistance au feu de ce matériau de structure. Le béton présente une inclination naturelle à éclater lorsqu'il subit de fortes chaleurs sous l'effet des migrations de l'eau et de l'augmentation de pression générée par l'élévation de la température. Il est donc difficile de comparer ce matériau aux matériaux réfractaires qui s'accommodent très bien de températures atteignant 1500°C. Il s'agit d'une

des divergences que nous avons pointées lors de l'étude des similarités entre béton hydraulique et matériaux réfractaires.

### 1.5. Choix de critères de rupture adaptés

Pour les matériaux réfractaires, le comportement mécanique n'est généralement pas linéaire élastique et l'on peut s'interroger quand à l'utilité d'une simple valeur de contrainte à rupture fournie par les fabricants. Par exemple sur la figure 1.44, on présente le diagramme force-déplacement de trois matériaux réfractaires A, B et C. Selon le critère choisi, un matériau peut constituer le meilleur choix dans un cas mais pas dans un autre. Pour C.A. Schacht [13], les matériaux réfractaires sont soumis en pratique à des déformations imposées et la contrainte à rupture ne doit pas être le seul critère de choix d'un produit.

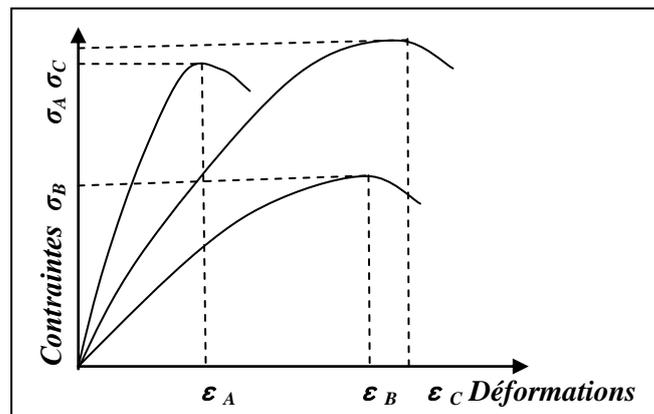


Fig. 1.44. Critères de choix d'un matériau, d'après Schacht [13]

Le produit A présente une contrainte à rupture plus élevée que B. Cependant, en supposant que ces deux matériaux soient soumis à un allongement d'origine thermique identique, le matériau A sera détruit avant le matériau B. Le matériau idéal est représenté par C.

Le choix des réfractaires ne dépend donc pas seulement des valeurs de contrainte à rupture. La connaissance du comportement général est très importante puisqu'il s'agit essentiellement d'un problème de déformation imposée.

## 1.6. Conclusion de l'étude bibliographique

L'essentiel de cette revue bibliographique a été consacré à l'étude du comportement thermomécanique de réfractaires monolithiques et façonnés du système silice-alumine. La littérature traitant de ce sujet est certes, peu abondante car la confection d'installations expérimentales permettant de réaliser des essais mécaniques à hautes températures est complexe et couteuse mais, nous avons pu avoir accès à des études plus récentes sur des matériaux réfractaires façonnés et monolithiques, testés dans des conditions proches de leur environnement de service.

Les résultats exposés concernent en particulier les bétons réfractaires alumineux et silico-alumineux et quelques exemples de réfractaires façonnés du système silice-alumine.

Globalement, le comportement thermomécanique des matériaux étudiés ici présente des similitudes très marquées :

- A température ambiante, le comportement est élastique endommageable.
- Au-delà d'un seuil de température en rapport avec la composition chimique du matériau, une certaine ductilité apparaît avec l'apparition de la viscosité et le comportement devient viscoplastique (le comportement est très lié à la vitesse de chargement).
- La température de transition se situe entre 900 et 1200°C pour les silico-alumineux dont la teneur en alumine est comprise entre 30 et 60%. Elle dépasse 1300°C pour les réfractaires de silice.
- Les propriétés thermomécaniques des silico-alumineux sont maximales à des températures relativement élevées, typiquement entre 800 et 1200°C selon le rapport silice/alumine. Les avis sont partagés quand à l'explication de ce phénomène : phase vitreuse, dilatations différentielles, pontage des fissures etc.

La caractérisation thermomécanique de ces matériaux permet de rationaliser leur utilisation. La démarche consiste, une fois leur comportement caractérisé, à modéliser ce comportement en utilisant un ou des modèle (s) numérique (s) qui puissent reproduire avec un maximum de précision les résultats de la caractérisation expérimentale.

La mise au point de tels modèles requiert du temps et surtout beaucoup d'abnégation, eu égard à la complexité du comportement de ces matériaux.

Le béton de génie civil est un matériau à la structure proche des réfractaires du système silice alumine et la littérature foisonne de modèles numériques tous dédiés à la modélisation de son comportement mécanique.

Les mêmes modèles numériques ont été utilisés pour la simulation du comportement des bétons réfractaires alumineux et silico-alumineux et les résultats sont satisfaisants.

Ceci explique pourquoi nous avons consacré une partie importante à la présentation des résultats d'études sur ce matériau.

Une certaine analogie dans le comportement mécanique de ce matériau avec celui des réfractaires silico-alumineux façonnés est établie, en particulier, à température ambiante.

### **1.7. Définition du cadre de l'étude**

Cette thèse s'inscrit dans le cadre des activités de recherche du laboratoire de science et génie des matériaux de l'école nationale polytechnique d'Alger, sur les céramiques et la valorisation des matières premières locales.

L'étude porte sur des briques réfractaires silico-alumineuses fabriquées à partir d'un mélange de kaolins locaux et utilisées dans le garnissage des parois internes des fours de cuissons et des soles de wagonnets des fours tunnels.

Ces matériaux ont tendance à s'endommager sous l'effet des sollicitations thermomécaniques auxquelles ils sont soumis en service. Leur remplacement, entraîne des arrêts fréquents de la chaîne de production, ce qui se répercute bien évidemment de façon négative sur le coût global (de production).

Pour décrire le comportement macroscopique de ces matériaux vis-à-vis des sollicitations thermomécaniques qu'ils subissent en service, deux approches sont proposées dans la littérature : la mécanique de la rupture et la thermomécanique des milieux continus.

La mécanique de la rupture, propose des lois décrivant l'évolution d'une fissure initialement présente dans le matériau. Cette fissure se propage, sous l'effet de contraintes, jusqu'à rupture du matériau. Le phénomène est d'emblée localisé.

Dans l'approche thermomécanique des milieux continus, les défauts sont supposés repartis dans tout le matériau et sont caractérisés par une variable interne continue appelée variable d'endommagement.

Des problèmes similaires ont été traités en utilisant les lois de la thermomécanique des milieux continus (SCHACHT [13], ANDRIEUX [47], PROMPT [17], HERNANDEZ [48] et plus récemment ROSEFID [20]). D'après ces auteurs, la dégradation des garnissages réfractaires est, en partie, due aux gradients thermiques. Ce phénomène aurait pu être étudié en se basant sur les lois de la mécanique de la rupture. Cependant, Thémines [49] a démontré les limites de cette méthode dans son travail consacré aux briques de magnésie chrome (1987).

Nicolas Prompt dans son travail sur les bétons réfractaires alumineux (2000) utilisés pour le garnissage des rigoles de hauts fourneaux, a fait une analyse détaillée de ces deux approches,

à l'issue de laquelle il a conclu à la pertinence de la mécanique de l'endommagement pour traiter ce type de problèmes à l'échelle macroscopique [17].

ROOSEFID [20] a mené son étude sur le comportement thermomécanique des bétons silico-alumineux en utilisant l'approche thermomécanique des milieux continus (2006).

Le problème qui nous est posé dans le cadre de cette thèse, sera également traité dans le cadre de la thermomécanique des milieux continus.

Par conséquent, les objectifs principaux de cette thèse sont les suivants :

1. Caractérisation du comportement thermomécanique des briques silico-alumineuses (BSAA) en compression uni axiale et en flexion trois points en température sur l'étendue de la plage de leur emploi.
2. Choix de lois de comportement thermomécanique adéquates pour les matériaux étudiés en privilégiant celles qui sont implantées dans le code de calcul par éléments finis de CAST3M.
3. Identification des paramètres de la loi de comportement choisie à l'aide des résultats de la caractérisation obtenus et modélisation du comportement thermomécanique du matériau.

## BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE 1

- [1] D'après une étude réalisée par le centre d'animation régionale en matériaux avancés (CARMA) sur les réfractaires, conseil général des alpes maritimes, France (1999)
- [2] Eurocéram news N° 10 (2000)
- [3] EBERHARD KRAUSE, THEO PLAUL et RUDOLF ZOLLNER, "Principes et techniques de caisson et de construction des fours céramiques", Ed. Septima, Paris (1973)
- [4] A. JOURDIN, « La technologie des produits céramiques réfractaires », Paris Gauthier-Villard (1966)
- [5] G. ALIPRANDI, « Matériaux réfractaires et céramiques techniques », ed. Septima, Paris (1989)
- [6] H.F. REICH, « Formation de mullite lors de la cuisson des argiles », spreschaal (1965)
- [7] JOUENNE, « Traité de céramique et de matériaux minéraux », ed. Septima (1975)
- [8] LETHORT, « Contribution to the study of the synthesis of mullits », Trans. Int. Ceramic congress, 19 (1952)
- [9] M.J. RIBEIRO, J.A. LABRINCHA, "Properties of sintered mullite and cordierite pressed bodies manufactured using Al-rich anodizing sludge", *Ceramics International* 34 (2008) 593-597
- [10] N.L BOWEN, J.W. GREIG "The system  $Al_2O_3-SiO_2$ " *American Ceramic Society* 7,238 (1924)
- [11] A. CHAKRI, "Elaboration et caractérisation des briques réfractaires de chamotte à partir des matières premières locales", Thèse de magistère de l'université de Sétif (Algérie)(1995) p.128.
- [12] M. KOLLI, M. HAMIDOUCHE, G. FANTOZZI, J. CHEVALIER , « Elaboration and caractérisation of a refractory based on Algérien kaolin », *Ceramics International* 33 (2007) 1435-1443
- [13] SCHACHT C.A., « Thermomécanical behaviour of refractories », *Key Engineering Materials* (1993), vol. 88, p 193-218

- [14] H. LEMAISTRE, "Etude des propriétés mécaniques de divers réfractaires", Thèse de doctorat de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, (1997) 127p.
- [15] GORISS F., « Essais et control des bétons », Paris, Eyrolles (1978)
- [16] GOPALARATNAM V.S., SHAH S.P., "Softening response of plain concrete in direct tension", ACI journal, 1985, vol. 82 N°3, p310-323
- [17] PROMPT N. "Etude du comportement thermomécanique d'un béton réfractaire alumineux: Application à une rigole de haut fourneau », Thèse de doctorat de l'université Joseph Fourier, Grenoble I (2000)
- [18] ROBIN J.M. « Comportement thermomécanique des céramiques réfractaires », Thèse de doctorat de l'université Paris VI (1995)
- [19] SCHMITT N., BERTHAUD Y., POIRIER J., "Tensile behavior of magnesia carbon refractories", Journal of the European ceramic society, vol. 20 (2000), p 2239-48
- [20] ROOSEFID M. "Etude du comportement thermomécanique de deux bétons réfractaires silico-alumineux. Application à une poche d'aciérie », Thèse de doctorat de l'INP de Grenoble (2006)
- [21] N. SCHMITT, N. MAUGER, P. HATTON, « Comportement thermomécanique de céramiques cuites à haute température au cours du refroidissement », 16<sup>ième</sup> Congrès Français de Mécanique (2003)
- [22] F. SIMONIN, « Comportement thermomécanique de bétons réfractaires contenant du spinelle de magnésium », Thèse de doctorat de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon » (2000)
- [23] HERNANDEZ J.F., SCHMITT N., BERTHAUD Y., "Modélisation du comportement thermomécanique d'un béton réfractaire: prise en compte de la déshydratation", Actes du 13<sup>e</sup> Congrès Français de Mécanique, Paris 1-5 septembre 1997, 5p
- [24] ALDER W.R., MAZARYK J.S., « Compressive stress-strain measurement of monolithic refractories", Advances in ceramics, vol.13, the American Ceramic Society, COLOMBUS 1985, p97-109
- [25] DARROUDI T. and LANDY R.A., "Effects of temperatures and stressing rate on fracture strength of a series of high Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> refractories", American Ceramic Society bulletin, vol. 66 [7], pp. 1139-1143 (1987)

- [26] PAGETT G.C., COX J.A., CLEMENTS J.F., “Stress-strain behavior of refractory materials at high temperature”, Transactions of the British Ceramic Research Association, N°1, pp 63-72 (1969)
- [27] BUYUKOZTURK O., TSENG T.M., “Thermo mechanical behavior of refractory concrete lining”, Journal of the American Ceramic Society, vol. 65 N°6, pp 301-307 (1982)
- [28] CHEN E.S., LAUTENSLEGER R.W., BREZNY B. “Thermo mechanical analysis of a 225-ton BOF vessel”, Iron and steel Engineer, pp 43-51 (1993)
- [29] TOUTLEMONDE F., GRENGER L., “Maitriser la rupture du béton: amélioration du matériau, progrès de la modélisation, exemples industriels », la revue de métallurgie, CIT/Sciences et génie des matériaux, février 1995, p285-301
- [30] MAZARS J. « Application de la mécanique de l’endommagement au comportement non linéaire et à la rupture du béton de structure », Thèse de doctorat es-sciences physiques de l’université PARIS VI (1984)
- [31] PANTAZOPOULOS S.J., « Role of the expansion on mechanical behaviour of concrete », Journal of structural engineering, vol.121, N°12, pp 1795-1802 (1995)
- [32] MAZARS J., PIJAUDIER-CABOT G., “Continuum damage theory-application to concrete”, Journal of Structural Mechanics, vol. 115, 1989, p345-365
- [33] RAMTANI S., “Contribution à la modélisation du comportement multiaxial du béton endommagé avec description du caractère unilatéral”, Thèse de doctorat de l’université Paris VI (1989)
- [34] PALANISWAMY R., SHAH S.P., « Fracture and stress-strain relationship of concrete », J. Struc. Div., ASCE, vol.100, N°5, pp. 901-916 (1974)
- [35] LA BORDERIE C., “Phénomènes unilatéraux dans un matériau endommageable. Modélisation et application à l’analyse de structures en béton », Thèse de doctorat de l’université Paris VI (1991)
- [36] LUBLINER J., « Plasticity for engineers », Mc MILLAN Publishing company (1990)
- [37] BENOUNICHE S., “Modélisation de l’endommagement du béton hydraulique par microfissuration en compression”, Thèse de l’université Paris VI (1979)
- [38] BALLAN T.A., FILIPOU F.C., POPOV E.P. « Constitutive model for the 3D cyclic analysis of concrete structures” Journal of Engineering Mechanics, vol.123, N°2, pp.143-153

- [39] ORTIZ M., "A constitutive theory for the inelastic behavior of concrete", *Mechanics of Materials*, vol.4, pp 67-93 (1985)
- [40] TORRENTI J.M., BENAIDJA E.H., BOULAY C., "Influence of boundary conditions on strain softening in concrete compression tests", *Journal of engineering mechanics*, vol. 119, N°12, pp. 2369-2384 (1993)
- [41] DELIBES LINIERS A. "Microcracking of concrete under compression and its influence on tensile strength", *Materials and structures*, vol.20, pp. 111-116 (1987)
- [42] ROSSI P., WU X., "Comportement en compression du béton, mécanismes physiques et modélisation », *Bull. liaison Labo. P. et ch.*, vol. 189, n°1, pp. 89-94 (1994)
- [43] BAZANT Z.P., KIM S.S., « Microplane model for progressive of concrete and rock », *Journal of Engineering Mechanics*, vol.105, pp. 407-428 (1979)
- [44] TIMOSHENKO S.P., GOODIER J.N. "Theory of elasticity", Mc Graw-Hill, New York (1979)
- [45] FROCHT M.M. "Photoelasticity", John Willey and sons, Newyork (1947)
- [46] WALTER R., "Construire en béton", Presses polytechniques et universitaires romandes (1993)
- [47] ANDRIEUX C.M. « Analyse et simulation des contraintes d'origine thermique sur des structures réfractaires de centrales LFC », Thèse de doctorat, université d'Orléans, 1999, 172p.
- [48] HERNANDEZ J.F. « Comportement thermomécanique des bétons réfractaires et des revêtements monolithiques des poches acier : influence de la déshydratation », Thèse de doctorat LMT CAHAN (2000), 132p.
- [49] THEMINES «Etude de la rupture et de l'endommagement thermique des réfractaires sidérurgiques », Thèse de doctorat, Université de Caen (1987)

## 2. MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

### Résumé

- 1) Caractéristiques thermiques, microstructurales et physico-chimiques des briques réfractaires BSAA
  - Les échantillons étudiés ont été prélevés sur des briques silico-alumineuses fabriquées par pressage et cuisson à 1350°C, à partir d'un mélange de 30% de la halloysite de Djebel Debbagh, 35% de kaolin de Tamazert et 30% de chamotte avec un taux d'humidité de 8%.
  - La halloysite de Djebel Debbagh et le kaolin de Tamazert sont des argiles réfractaires extraites de carrières situées dans l'est Algérien.
  - Le kaolin de tamazert est fortement siliceux et moins plastique que la halloysite de Djebel Debbagh.
  - Les briques réfractaires BSAA sont composées essentiellement de mullite (phase hautement réfractaire) de silice et de phase vitreuse.
  - Leur densité apparente est de 2g/cm<sup>3</sup>. Leur porosité ouverte de 11,2%. Le coefficient de dilatation moyen est de 5 10<sup>-6</sup>K<sup>-1</sup>. La température de fusion > 1600°C.
  - La composition chimique des réfractaires BSAA ne change pas avec la température.
  - L'observation au microscope électronique à balayage montre une tendance à la refermeture (la guérison) des fissures aux environs de 900°C. La matrice montre un aspect pâteux à partir de 1000°C.

La détermination de ces caractéristiques va nous servir de support pour une meilleure compréhension du comportement thermomécanique du matériau étudié.

### 2) Caractéristiques thermomécaniques

Des essais mécaniques de compression uniaxiale sont effectués entre 20 et 1200°C afin de déterminer le comportement thermomécanique du matériau et les paramètres de ce comportement.

#### 2.1. Protocole d'essais

- Types d'essais : Compression uniaxiale et flexion trois points.
- Echantillons : Cubes (40\*40) mm<sup>2</sup> pour la compression uniaxiale et barreaux 25 x 25 x 150 mm<sup>3</sup> pour les essais de flexion trois points.
- Températures d'essais : de 20 à 1200°C, plage d'emploi des réfractaires silico-alumineux étudiés.

#### 2.2. Comportement thermomécanique

- Evolutions fortement non linéaires des caractéristiques mécaniques avec la température.

- Transition progressive du comportement d'élastique endommageable à basse température à viscoplastique à partir de 900°C.
- Comportement visqueux entre 900 et 1200°C avec chute progressive de la résistance mécanique et du module d'élasticité.
- Maximum de résistance à 900°C.

## **Introduction**

La modélisation du comportement thermomécanique des réfractaires silico-alumineux façonnés, en particulier ceux qui constituent l'objet de cette étude et que nous avons désigné, ici, réfractaires BSAA, nécessite l'identification de la ou des loi(s) de leur comportement sur toute la plage de leur température de service.

Cette identification ne pourra être possible qu'avec la caractérisation rhéologique préalable de ces matériaux. C'est donc un chapitre fondamental dans la perspective de l'accomplissement de ce travail.

L'étude du comportement thermomécanique des réfractaires BSAA ne saurait être crédible sans la réalisation d'essais mécaniques aux températures de leur emploi (appelées communément : températures de service).

Le laboratoire 3S-Risques de l'INPG de Grenoble nous a offert la possibilité de réaliser des essais de compression uni axiale et de flexion trois points à 20, 500, 700, 900, 1000 et 1200°C, sur des éprouvettes taillées sur des briques réfractaires industrielles, dans le cadre d'un stage de courte durée financé par le ministère Algérien de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique.

Ce laboratoire a pu développer et construire un dispositif d'essais mécaniques à haute température dans le cadre de ses activités de recherche sur les réfractaires.

C'est une installation inédite qui comporte une presse de 400kN de capacité et un four à résistance de 1600°C. Nous en présenterons une description exhaustive dans ce chapitre.

Sur des cubes étalons en acier, nous avons pu ajuster le parallélisme des plateaux de compression et procéder à la rectification des faces des éprouvettes et définir ainsi le protocole d'essai.

Pour mieux comprendre le comportement mécanique du matériau avec la température, nous nous intéresserons à son histoire. Des analyses chimique, minéralogique et granulométrique des matières premières utilisées pour sa fabrication seront effectuées avant de procéder à sa caractérisation physico-chimique, thermique et microstructurale. L'examen de l'évolution de ces caractéristiques avec la température, nous aidera, comme nous venons de le mentionner, à comprendre et expliquer l'évolution des caractéristiques thermomécaniques du matériau avec la température.

Avant de conclure ce chapitre, nous présenterons une synthèse des résultats des essais mécaniques réalisés.

### **2.1. Présentation des briques réfractaires BSAA (étudiées)**

Le matériau étudié fait partie des réfractaires silico-alumineux façonnés. Se sont des briques industrielles élaborées par voie semi-sèche, dénommées BSAA et utilisées dans les maçonneries des fours de cuisson et pour le garnissage des soles de wagonnets des fours tunnels (fig.2.1).

Nous présentons dans ce qui suit son processus de fabrication, ses caractéristiques physico-chimiques, thermiques et structurales déterminées dans le cadre de cette étude ou relevées dans la littérature.



**Fig. 2.1. Briques réfractaires silico-alumineuses BSAA**

### **2.1.1. Procédé de fabrication**

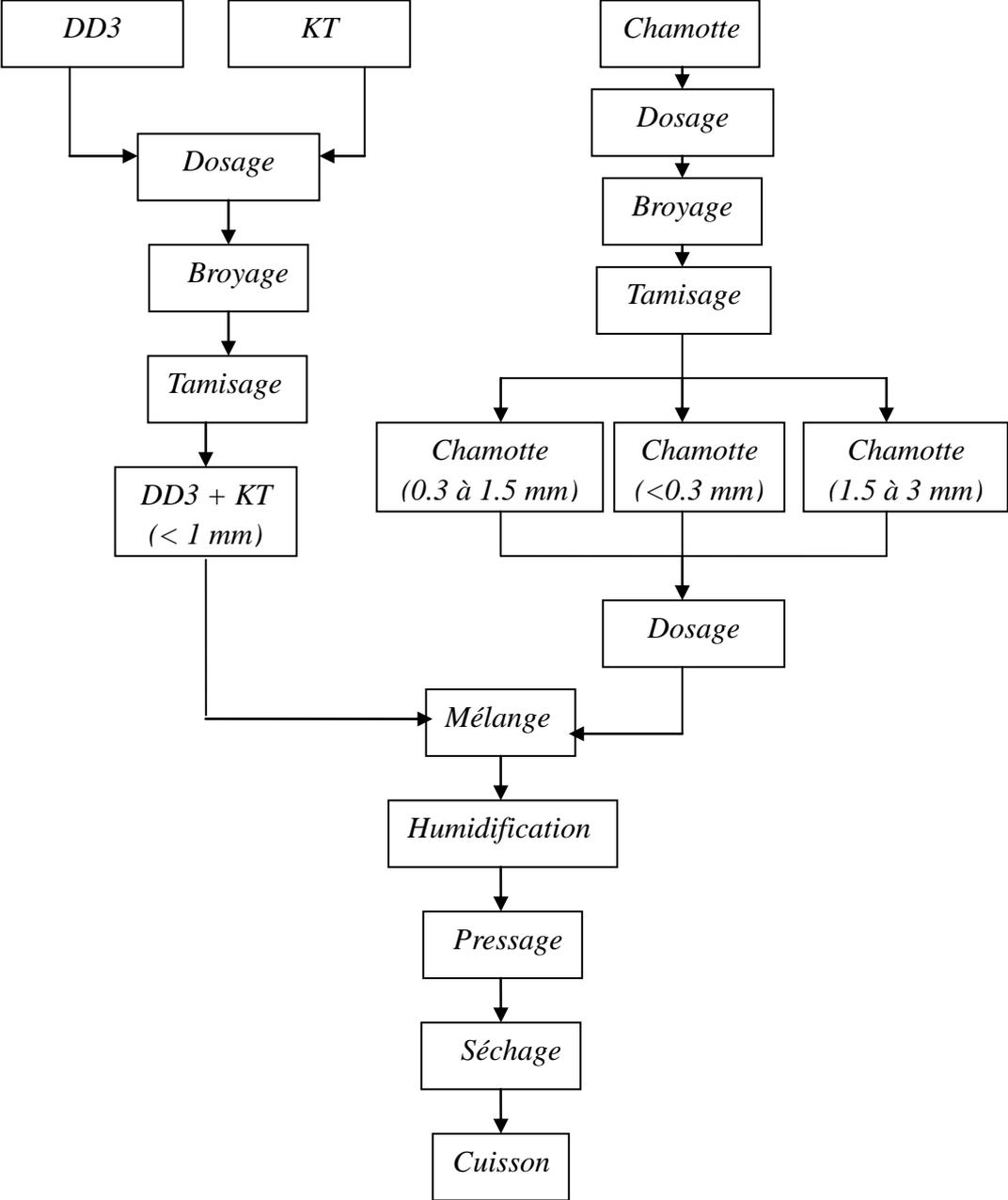
Afin que les résultats de caractérisation soient représentatifs du matériau étudié, des éprouvettes ont été découpées sur des briques réfractaires silico-alumineuses industrielles que nous avons dénommées BSAA dans le cadre de cette étude (fig.2.2).



**Fig.2.2. Eprouvettes découpées dans les briques BSAA, destinées aux essais mécaniques de compression uniaxiale et de flexion trois points.**

Les briques réfractaires BSAA sont fabriquées à partir d'un mélange d'argiles réfractaires algériennes (la halloysite de djebel Debbagh (DD3) et kaolin de tamazert (KT)) et de chamotte, composé de : 30% de DD3, 35 % de kaolin de tamazert et 30 % de chamotte. Le mélange broyé, est humidifié avec 8% d'eau. Les briques sont façonnées par pressage dans une presse à friction avec une pression de 35 Mpa puis séchées à 60°C dans un séchoir à chambres avant de subir une cuisson en atmosphère oxydante dans un four tunnel pendant 33heures.

La figure 2.3 ci-dessous, montre une représentation schématique du processus industriel de fabrication des briques réfractaires silico-alumineuses étudiées BSAA.



**Fig.2.3. Représentation schématique du procédé de fabrication industriel des briques BSAA**

## 2.1.2. Caractéristiques des matières premières

### 2.1.2.1. Le kaolin de Tamazert

Le kaolin de Tamazert est une argile blanchâtre dont le gisement situé dans la région d'El-Milia (Est algérien) fut découvert en 1925. Il est exploité depuis 1932 [1][4].

La taille du gisement est considérable mais la roche brute est si pauvre en kaolinite que certains n'hésitent pas à l'appeler sable de Tamazert, précisément à cause de sa concentration très élevés en quartz (tableaux 2.1). L'analyse par diffraction des rayons X montre une prédominance du quartz sur le reste des minéraux composant le kaolin de Tamazert brute (fig.2.4). Sa composition granulométrique dominée par la fraction grossière (tableau 2.2) explique sa plasticité médiocre (indice de plasticité : 8) [2]. Pour faciliter la mise en forme des briques (BSAA) l'halloysite de djebel debbagh est incorporée dans le mélange de matières premières. Nous en présenterons les propriétés dans ce qui suit.

Tableau 2.1- Compositions chimiques de l'halloysite de djebel Debbagh DD3 et du kaolin KT [2][8]

Oxydes	Halloysite DD3	Kaolin de Tamazert	Chamotte
SiO <sub>2</sub>	39.87	69.86	49.16
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	38.36	19.29	41.60
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.14	0.72	2.16
CaO	0.78	0.4	3.93
Na <sub>2</sub> O	0.48	0.13	0.76
MnO	0.46	-	-
SO <sub>3</sub>	0.45	0.03	0.27
MgO	0.24	0.4	0.60
K <sub>2</sub> O	0.20	2.67	1.51
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.02	-	-
TiO <sub>2</sub>	0.02	0.4	-
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.01	-	-
P.A.F	17.27	6.31	-
Total	99.69	100.21	99.99

Tableau 2.2. Compositions granulométriques du DD3 et du kaolin de Tamazert [2][7]

Kaolin	> 1 mm	0.01 à 1 mm	< 0.01 mm
DD3	-	43.56 %	56.68 %
KT Kaolin	27.15 %	52.85 %	27.15 %

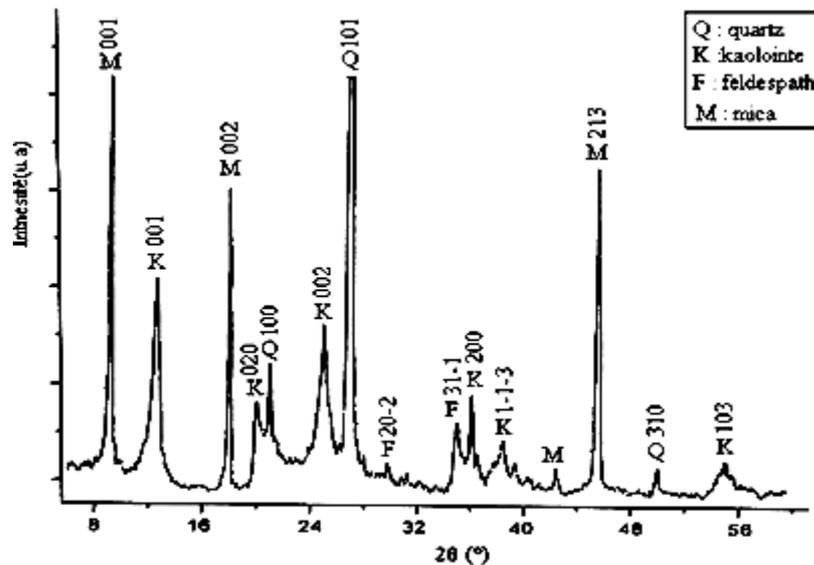


Fig. 2.4. Diffractogramme des rayons X du kaolin de Tamazert brute [1]

### 2.1.2.2. L'halloysite de djebel Debbagh

Le kaolin de Djebel Debbagh est un kaolin naturel, connu et exploité depuis presque un siècle. Il est extrait d'un gisement situé à Djebel Debbagh dans la wilaya de Guelma (Algérie). Sa qualité varie énormément avec les filons d'extractions. Certains filons donnent un kaolin pur avec une concentration d'impuretés d'oxydes métalliques inférieure à 1% en poids et parfois des concentrations inférieurs à 0,5% en poids. Ce type est désigné par : kaolin DD1 [1][3]. C'est un kaolin d'apparence blanchâtre dont la granulométrie est dominée par la fraction de grains inférieurs à 2µm. D'autres filons, par contre, donnent des kaolins de pureté variable, avec des taux d'impuretés allant de 2 à 5%. Un tel kaolin présente généralement un aspect grisâtre [2].

Il est désigné kaolin DD3 R ou DD3 P selon sa teneur en alumine.

La variété utilisée dans la fabrication des BSAA fait partie du DD3R dont la composition chimique est donnée par le tableau 2.1.

La composition minéralogique du DD3 est constituée principalement par les minéraux argileux que sont l'halloysite et la kaolinite (fig. 2.5). Sa granulométrie est dominée par la fraction fine (tableau 2.2), ce qui explique sa bonne plasticité (indice de plasticité : 23) [2].

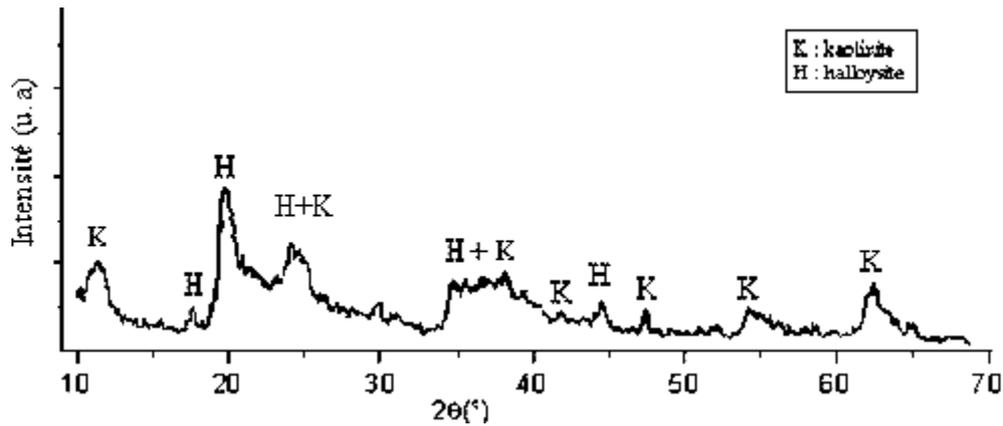


Fig. 2.5. Diffractogramme des RX du DD3 R [3]

### 2.1.2.3. La chamotte

L'incorporation de la chamotte dans le mélange de matières premières destiné à la fabrication des BSAA a un double objectif :

- Un objectif d'ordre économique qui consiste à recycler les produits usagés (dégradés).
- Un objectif technique qui consiste à corriger la plasticité excessive de l'halloysite afin de faciliter le séchage des produits [2].

La chamotte est constituée par les déchets de briques silico-alumineuses broyées. Sa composition minéralogique (tableau 2.3) renferme essentiellement de la mullite, de la cristobalite et une phase vitreuse. Sa composition chimique (tableau 2.1) est voisine de celle des BSAA. Sa composition granulométrique (tableau 2.4) est continue.

Tableau 2.3- Composition minéralogique de la chamotte [2][7]

Phase	Proportion (%)
Mullite	55
Quartz	10
Phase amorphe	32
Rutile	3

Tableau 2.4 – Composition granulométrique de la chamotte [2][7]

Dimensions des grains	Proportion (%)
1.25 à 3 mm	26.06
0.315 à 1.25 mm	29.91
< 0.315 mm	44.03 %

### 2.1.3. Caractéristiques physiques

Les caractéristiques physiques des BSAA (tableau 2.5), sont très comparables à celles des réfractaires de la famille des silico-alumineux traditionnels [6].

Elles sont étroitement dépendantes de la composition minéralogique des matières argileuses, de la proportion de chamotte dans le mélange de matières premières et de la température maximale de cuisson.

La densité apparente et la porosité ouverte sont déterminées par la méthode d'Archimède. La densité absolue est évaluée au moyen du pycnomètre d'hélium automatique.

D'une manière générale, la porosité du matériau est étroitement liée à la teneur du mélange de matières en fraction inerte (chamotte) [8, 9, 10]. Plus celle-ci est importante plus le matériau est poreux.

En revanche, le retrait au séchage est d'autant plus réduit. La température de cuisson, elle, a une influence primordiale sur le degré de densification du matériau. Elle gouverne la formation de phase liquide par interaction entre la silice libre et les alcalins et alcalino-terreux présents dans les argiles, conformément au système ternaire  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-R}_2\text{O}$  [9, 11, 12].

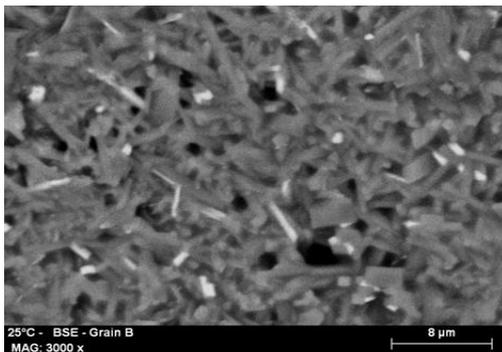
Les principales caractéristiques physiques des BSAA déterminées dans le cadre de cette étude sont reportées au tableau 2.5.

Tableau 2.5- Caractéristiques physiques des BSAA

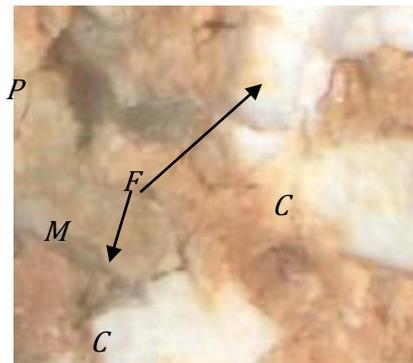
Caractéristiques	Valeurs
Densité apparente ( $\text{g/cm}^3$ )	2.00
Densité absolue ( $\text{g/cm}^3$ )	2.60
Absorption d'eau (%)	11.14
Porosité ouverte (%)	22.34
Retrait au séchage (%)	0.65
Retrait à la cuisson (%)	1.24

#### 2.1.4. Composition minéralogique et microstructure

L'analyse minéralogique des BSAA est effectuée au moyen d'un diffractomètre de rayons X. Les principales phases cristallines identifiées en utilisant le logiciel XPERT DATA COLLECTER sont essentiellement la mullite, le quartz et la cristobalite. La mullite dont la forme en aiguilles enchevêtrées (fig. 2.6) est mise en évidence par observation au microscope électronique à balayage. Elle confère au matériau ses principales caractéristiques mécaniques à chaud : une haute réfractarité et une bonne résistance au fluage [13, 28, 29]. Le quartz et la cristobalite influent énormément sur le comportement dilatométrique du matériau au cours des phases de montée et de descente en température. En effet, la silice libre est extrêmement polymorphe. Ce polymorphisme s'accompagne généralement de variations volumiques importantes qui, associé aux différences de dilatations des différentes phases composant le matériau, engendre des microfissures dans la matrice et à l'interface grains/matrice du matériau [9, 14, 15](fig. 2.7).

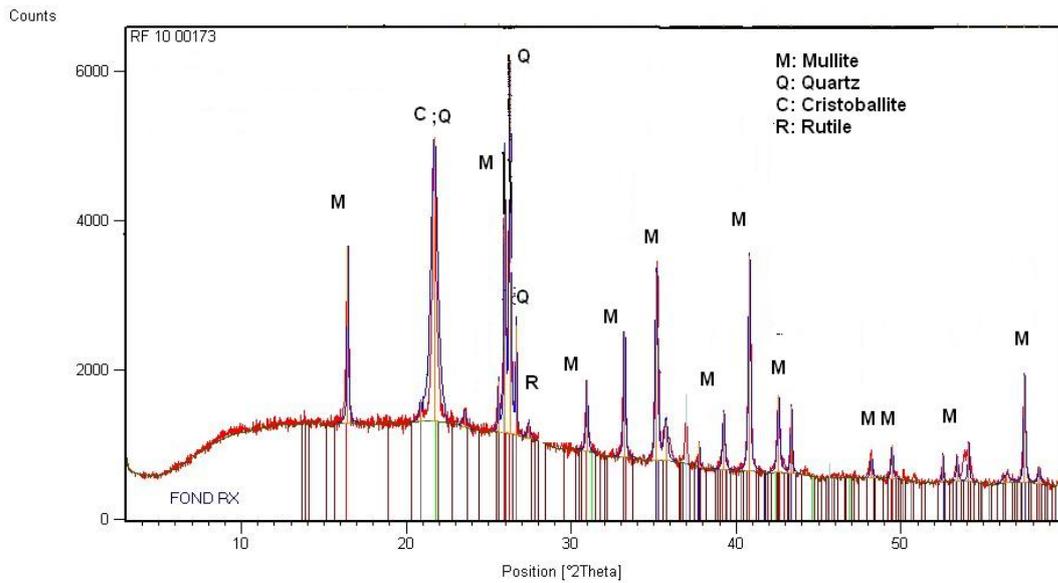


**Fig. 2.6. Cristaux de mullite en forme d'aiguilles enchevêtrées**



**Fig. 2.7. Microstructure des BSAA (M : Matrice ; C : Chamotte ; P: Pores ; F : Microfissures)**

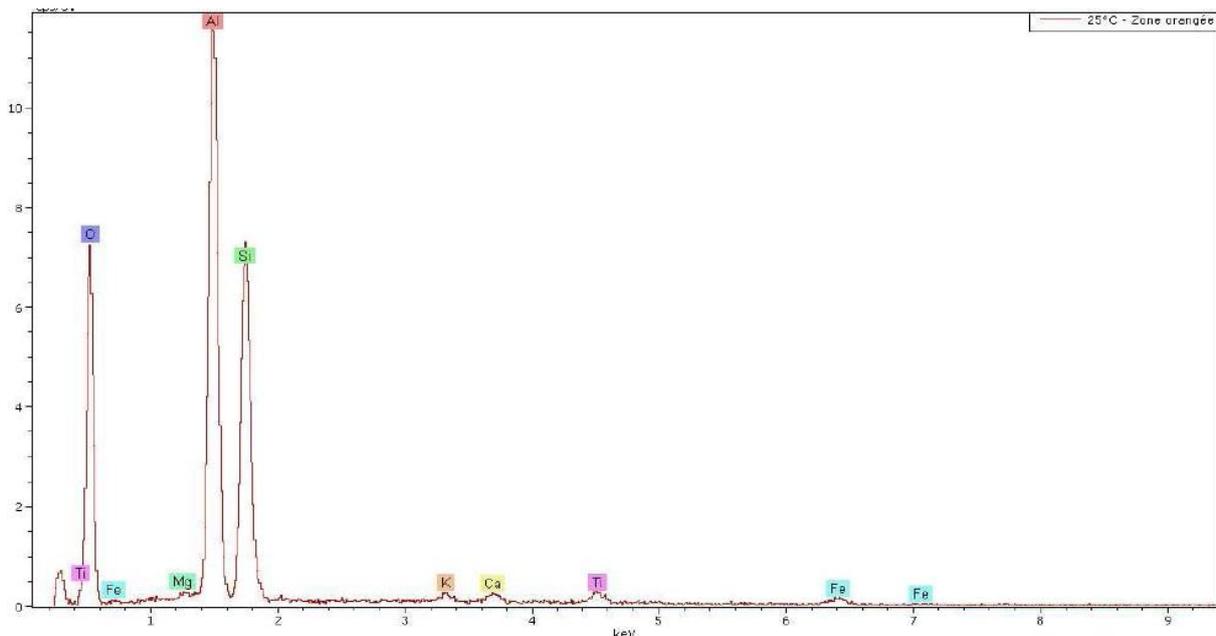
Des traces de rutile sont également présentes dans les échantillons analysés. La phase vitreuse, elle, gouverne le comportement thermomécanique du réfractaire. Le diffractogramme obtenu est représenté sur la figure 2.8.



**Fig. 2.8. Diagramme de diffraction de rayons X des BSAA**

### 2.1.5. Composition chimique

L'analyse chimique effectuée sur des échantillons de briques réfractaires BSAA (fig.2.9) révèle la prédominance de trois éléments principaux : le silicium Si, l'aluminium Al et l'élément oxygène O. Ces éléments composent les substances prédominantes que sont l'alumine et la silice (tableau 2.6) et qui déterminent les principales caractéristiques thermiques des réfractaires.



**Fig. 2.9. Analyse chimique des briques réfractaires silico-alumineuses BSAA**

Tableau 2.6 -Composition chimique des briques BSAA [2]

Oxyde	Teneur moyenne (%)
SiO <sub>2</sub>	58.07
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	35.57
FeO <sub>3</sub>	1,21
CaO	1.85
MgO	0.44
SO <sub>3</sub>	0,51
K <sub>2</sub> O	1.65
Na <sub>2</sub> O	0,48
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	-
TiO <sub>2</sub>	0.19
ZrO <sub>2</sub>	-
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-
PF	-

## 2.1.6. Propriétés thermiques

### 2.1.6.1. Refractorité

La refractorité des BSAA est évaluée par mesure de la température de fusion en utilisant un microscope chauffant [16].

On prépare des petits cubes avec des débris de briques broyés. Le cube est chauffé jusqu'à fusion dans un petit four spécial à chauffage électrique et observé au microscope. On note la température de début de ramollissement.

Les échantillons de BSAA testés conservent leur morphologie au delà de la température limite de chauffe : 1600°C (Fig. 2.10).

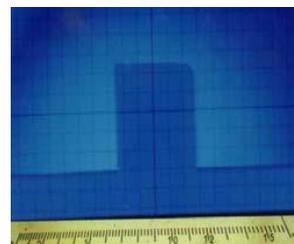
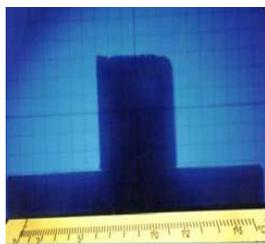


Fig. 2.10a. Aspect de l'échantillon à 20°C. Fig. 2.10b. Aspect du même échantillon à 1600°C.

### 2.1.6.2. Dilatation thermique

La dilatation thermique linéaire est déterminée en vue de :

- Obtenir une valeur du coefficient de dilatation moyenne à une température donnée.

- Mettre en évidence les anomalies de dilatation qui peuvent se manifester pendant la chauffe et pendant le refroidissement.
- Prévoir les joints de dilatation dans les maçonneries des fours de cuisson [15,16].

La dilatation thermique temporaire est déterminée soit par mesure directe soit par l'intermédiaire de dilatomètres automatiques. On emploie généralement des fours électriques ou l'atmosphère du four est continuellement oxydante. L'essai doit être fait à une température supérieure à 900°C tous les 50°C.

Si  $L_0$  est la distance entre les entailles de référence portées par une arrête de l'éprouvette de réfractaire, prismatique à base triangulaire et  $L_t$  la distance à la température T, pour toute température lue, la dilatation temporaire

$$\Delta T = \frac{L_t - L_0}{L_0} \times 100 \quad (2.1) [15]$$

La dilatation permanente est celle qui résulte après que l'éprouvette s'est complètement refroidie.

Le comportement dilatométrique des BSAA a été caractérisé conformément à la méthode CHEVENARD [16] en utilisant un dilatomètre DI24 ADAMEL LHOMARGY.

La courbe dilatométrique obtenue (fig. 2.11) montre une évolution linéaire et régulière de la dilatation du matériau entre l'ambiante et 200°C. La variation brusque observée aux environs de 200°C correspond à la transformation  $\alpha \longleftrightarrow \beta$  cristobalite [14]. Au-delà de cette température, et jusqu'à 1000°C environ, la dilatation du matériau reprend son caractère linéaire.

Le coefficient de dilatation moyen déduit à partir de la courbe dilatométrique est de  $5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ . C'est une valeur commune aux produits réfractaires silico-alumineux [9, 30, 31].

Cette régularité observée dans le comportement dilatométrique des réfractaires BSAA explique en partie leur bonne tenue aux chocs thermiques.

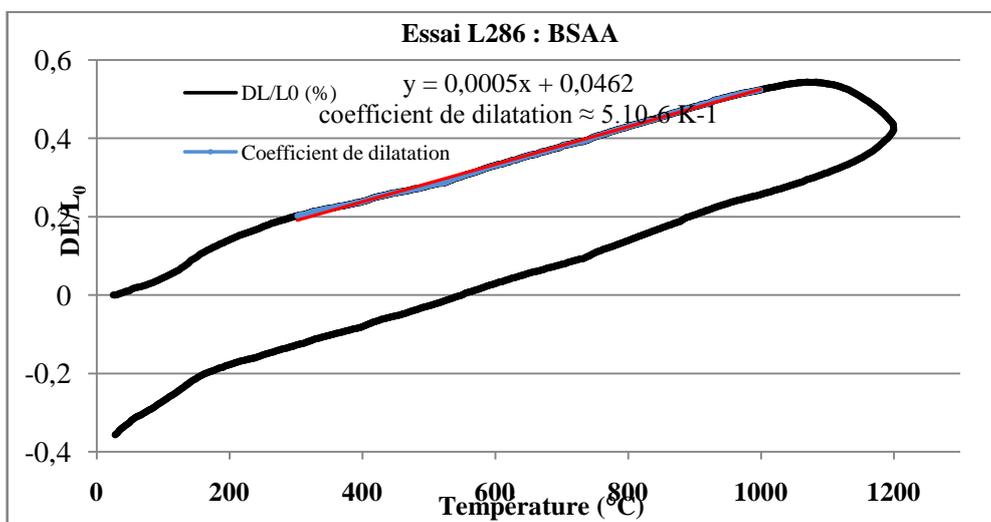


Fig. 2.11. Courbe dilatométrique des briques réfractaires BSAA

### **2.1.6.3. Résistance aux chocs thermiques**

Par suite de variations brusques de température que le réfractaire peut subir en service, le gradient de température varie de la surface vers l'intérieur : il en résulte des contractions et des dilatations inégales qui provoquent des tensions qui, si elles dépassent la résistance du matériau entraînent sa rupture [6, 9, 15].

L'essai de résistance aux chocs thermiques, peut être réalisé de deux façons : par refroidissement dans l'eau ou par un courant d'air.

Les tests menés sur des échantillons de briques BSAA sont conformes à la norme DIN 51 068 : les échantillons testés sont chauffés pendant 15 minutes à 950°C puis trempés dans l'eau froide pendant 3 minutes [17]. L'état d'endommagement des échantillons testés, à l'issue du cycle chauffage/refroidissement ci-dessus permet d'estimer leur tenue aux chocs thermiques. Cet endommagement est évalué par la détermination de l'évolution de leur porosité ouverte à l'issue du cycle.

Pour tous les échantillons BSAA testés, l'évolution de la porosité ouverte n'excède pas 2%. Ce qui permet de les considérer comme des produits ayant une bonne résistance aux chocs thermiques.

## **2.2. Détermination des caractéristiques thermomécaniques des BSAA**

### **2.2.1. Introduction**

La caractérisation rhéologique des briques réfractaires silico-alumineuses BSAA constitue l'objet même de cette thèse. Elle nous permettra d'identifier la ou les loi(s) de comportement des réfractaires étudiés sur toute la plage de leur température de service.

C'est une étape indispensable dans la perspective de la modélisation numérique du comportement thermomécanique de structures ou maçonneries composées de briques réfractaires de type BSAA.

Après une description exhaustive du dispositif expérimental d'essais mécaniques à haute température, nous présenterons les paramètres d'essai et les essais mécaniques réalisés sur le matériau étudié.

### **2.2.2. Installation expérimentale**

Tous les essais, que ce soit à température ambiante ou à haute température, ont été réalisés sur une même installation d'essais électromécanique ZWICK Z400E. Cette installation comporte une presse électromécanique de 400 KN de capacité et un four à résistance de 1600°C. Différents dispositifs ont été développés pour s'adapter à cette machine. On peut citer à titre d'information le dispositif de flexion 3 points, que nous avons d'ailleurs employé dans le cadre de cette étude. Mais la finalité de cette machine est de recevoir le dispositif d'essais de

compression uni axiale à haute température. C'est pourquoi, on l'a baptisée HTGC (Haute Température Grande Capacité).

Le tableau 2.7 résume les caractéristiques de cette machine d'essais.

Tableau 2.7. Caractéristiques de la presse utilisée pour l'étude expérimentale.

Effort maximal	400 kN
Vitesse minimale	1 $\mu\text{m}/\text{minute}$
Vitesse maximale	250 mm/minute
Course	1120 mm
Espace entre colonnes	630 mm
Hauteur	2490 mm
Masse	1500 kg

Cette machine est constituée d'une traverse supérieure liée à une traverse inférieure par quatre colonnes rigides et deux vis sans fin assurant l'entraînement de la traverse. Elle est pilotée par un ordinateur à partir d'un logiciel de contrôle TestXpert 6.0. On peut donc directement intervenir sur les paramètres de l'essai à partir du clavier, ce qui facilite la gestion de l'essai. Pendant l'essai, on a une vision sur l'évolution des différents paramètres.

#### a) Dispositif de chauffage

L'analyse du cahier des charges a conduit au choix d'un four à résistances de marque PYROX, de type R.K, et de capacité maximale d'utilisation continue de 1500°C. Le four est constitué de deux coquilles symétriques reliées entre elles par une charnière verticale. On peut donc ouvrir le four en faisant pivoter verticalement, l'une au l'autre de ses deux parties. Le four est suspendu par une liaison pivot, par sa charnière, à une structure porteuse métallique qui est reliée à sa base au bâti de la machine ZWIK par des glissières. Le four a donc aussi une liberté de translation de l'avant vers l'arrière de la machine. Ce degré de liberté permet la mise en place des éprouvettes et les manœuvres nécessaires à sa fermeture. Un système de vis-écrou permet le réglage de la position verticale du four. La température du four est mesurée par deux thermocouples installés à l'intérieur du four: un thermocouple de régulation, qui donne la température, et un thermocouple de sécurité, qui a un rôle de contrôle. La programmation du four s'effectue à partir d'un pupitre de commande qui constitue l'interface utilisateur avec le four. Un régulateur de type EUROTHERM 2408 permet de définir les cycles de température à appliquer au four avec toutes les sécurités nécessaires. C'est un four industriel qui est prévu pour fonctionner 24h/24. Il gère complètement le cycle thermique et même en cas de coupure d'électricité. On a effectué des essais pour s'assurer que les fonctions de sécurité fonctionnent correctement.

#### b) Système de chargement

Le système de chargement (ou mors ou pistons de compression) est constitué d'un empilement de pièces métalliques et céramiques ayant des fonctions bien déterminées. Les différentes pièces rencontrées en allant de la face chaude vers la partie froide sont par la suite

décrites. D'abord une pastille circulaire en alumine à 99,9% rectifiée et polie de 86mm de diamètre et 7mm d'épaisseur en contact direct avec l'échantillon sert de fusible. Cette pièce est en contact avec une deuxième pièce plus volumineuse en alumine à 99,7% et munie d'excroissances latérales qui portent les appuis à deux tiges en alumine. Un trou oblique est ménagé dans ces deux pièces afin de recevoir les thermocouples qui mesurent la température directement sur les faces de l'échantillon. Puis vient une troisième pièce dans un matériau électrofondu ZAC à faible conductivité thermique dont le rôle est de créer un gradient thermique important avec la pièce avale avec laquelle elle est en contact. Il s'agit d'un piston en superalliage base cobalt (SY625) qui est directement en contact avec une cinquième pièce creuse en acier inoxydable, dite boîte à eau, qui reçoit une circulation continue d'eau permettant d'évacuer la chaleur est de maintenir une température correcte de fonctionnement pour tout le système : les pistons en superalliage dont la température maximale doit être inférieur à 650 °C, la traverse et le capteur de force de la machine d'essai qui doivent rester à la température ambiante. Toutes ces différentes pièces sont confinées dans un tube en alumine poreuse à 60% qui les protège du rayonnement direct du four.

#### c) Système de mesure des déformations de l'éprouvette

Pour mesurer les déformations de l'échantillon, un système qui permet la mesure différentielle du déplacement de ses faces supérieure et inférieure a été développé au laboratoire 3S-Risques de Grenoble. Un système de tringlerie qui déporte à l'extérieur du four la mesure des déplacements effectués par des capteurs est protégé du rayonnement du four par un écran annulaire de laine de céramique. Les capteurs sont solidaires d'un anneau circulaire, lui même solidaire de la face d'appui inférieur du piston inférieur par l'intermédiaire de deux tiges céramiques. Deux autres tiges céramiques s'appuient sur les faces d'appui du piston supérieur d'une part, et d'autre part, sur les extrémités des capteurs LVDT. Ces derniers étant solidaires de la face d'appui du piston inférieur, les capteurs de déplacement mesurent, in fine et à epsilon près, le déplacement de la face supérieure de l'éprouvette par rapport à celui de sa face inférieure.

Les capteurs de déplacements donnent donc directement la variation de hauteur des éprouvettes. Il suffit de faire le rapport de l'indication des capteurs par la hauteur initiale pour obtenir la déformation conventionnelle de l'éprouvette.

Le choix s'est porté sur des capteurs de déplacement inductifs LVDT de la marque SENSOREX ayant une course de 4 mm. Ils sont solidaires de l'anneau circulaire auquel ils sont fixés à l'aide d'un système de réglage fin. Une petite pastille d'aluminium en liaison avec la tige de renvoi en alumine repose sur le palpeur du capteur. Un ressort hélicoïdal, enserrant l'équipage mobile du capteur LVDT et s'appuyant d'une part sur l'anneau circulaire et d'autre part sur la pièce en aluminium, ayant une fonction de rappel contrôle le déplacement du capteur LVDT.

#### d) Dispositif de mesure de la température des éprouvettes

La détermination précise de la température de l'éprouvette est un enjeu important de l'essai à chaud. Pour éviter l'influence du rayonnement du four sur la mesure, les mesures sont

effectuées à l'aide de thermocouples placés directement sur les faces supérieure et inférieure des éprouvettes à l'abri du rayonnement du four.

Des trous ont donc été aménagés dans les pièces céramiques massives et les pastilles en alumine pour recevoir les thermocouples. Pour s'assurer de la symétrie de la température de l'éprouvette, la structure qui porte le four est munie d'un système de réglage de la position verticale du four. En manœuvrant ainsi, on a pu déterminer la position permettant d'avoir l'égalité à 5°C près, entre la température de la face supérieure et celle de la face inférieure des éprouvettes. Jusqu'à 1200°C on utilise des thermocouples de type K. Pour des températures supérieures à 1200°C, il est prévu l'utilisation de thermocouples de type S ou R.

#### e) Etalonnage des capteurs LVDT

Conception d'un système d'étalonnage des capteurs LVDT pour assurer la conformité de l'indication des conditionneurs des capteurs et du signal acquis par l'ordinateur.

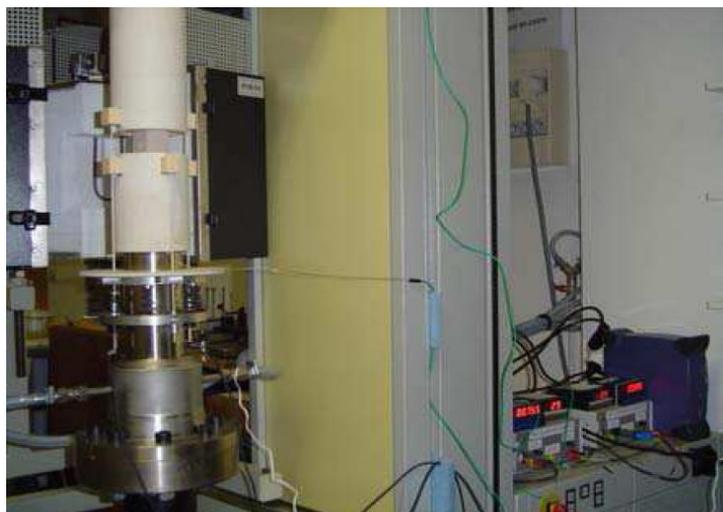
#### f) Mise au point des systèmes d'extensométrie

Des systèmes de réglage ont été développés pour limiter les mouvements indésirables et ne permettre que les degrés de liberté utiles.

#### g) Acquisition automatique des données

Les conditionneurs des capteurs de déplacement sont raccordés à la centrale d'acquisition de données. Les indicateurs des conditionneurs donnent en continu le déplacement des capteurs LVDT.

On ne s'étendra pas longtemps sur ces aspects très techniques. La photo de la figure 2.12 donne une vue globale de cette installation.



**Figure 2.12. Vue de l'installation expérimentale d'essais à Haute Température Grande Capacité (400 KN, 1600°C).**

## h) Exploitation des essais

Il serait intéressant de s'assurer, par un essai, du bon fonctionnement du système. Pour cela, il suffit d'examiner l'évolution de la charge avec les indications des capteurs LVDT d'une part et le déplacement de la traverse d'autre part.

La superposition de la réponse des deux capteurs élimine les doutes sur les conditions géométriques et la stabilité du plateau pendant l'essai.

L'écart entre le déplacement de la traverse et la réponse des capteurs rassure sur le principe du fonctionnement différentiel du système d'extensomètre.

Par la suite, pour tracer les courbes contrainte-déformation caractéristique du comportement du matériau, on calculera la moyenne des déformations données par les deux capteurs LVDT.

### 2.2.3. Paramètres et protocole d'essais

#### 2.2.3.1. Paramètres des essais

##### a) Matériaux étudiés

La caractérisation thermomécanique va concerner des réfractaires silico-alumineux façonnés industriels dénommés BSAA, fabriqués à partir de deux kaolins extraits de carrières de l'est Algérien. Leurs caractéristiques physiques ainsi que leurs compositions chimique et minéralogique ont été présentées au paragraphe 2.2.

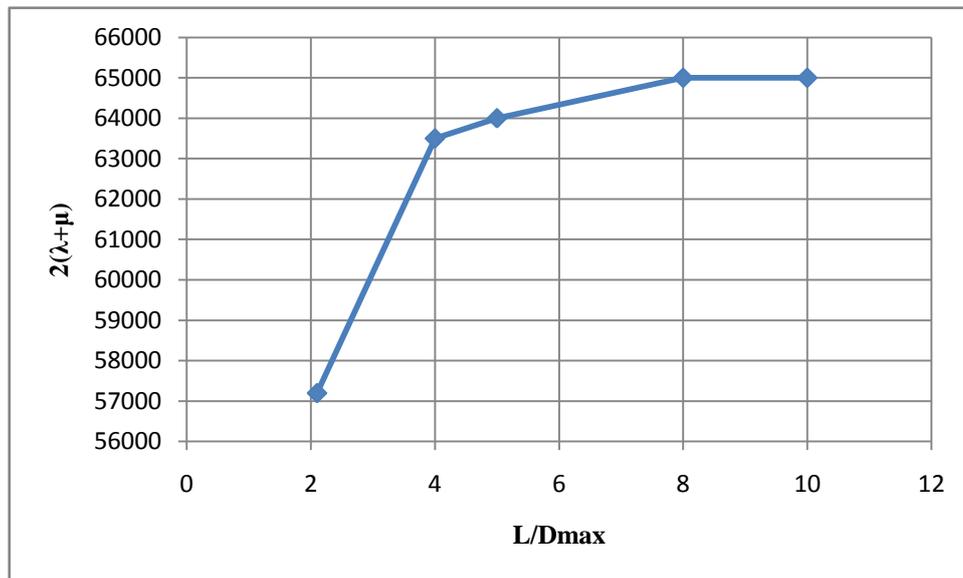
##### b) Eprouvettes d'essais

Les éprouvettes utilisées pour les essais thermomécaniques sont des cubes de 40mm de coté (pour les essais de compression uni axiale) et des barres de section  $25 \times 25 \text{ mm}^2$  et de longueur 160mm. Elles ont été découpées dans des briques réfractaires silico-alumineuses industrielles de dimensions  $(230 \times 114 \times 64) \text{ mm}^3$ , utilisées dans les maçonneries des fours tunnels et dans les garnissages des soles de wagonnets (des fours tunnels). Ces briques réfractaires ont été confectionnées à l'ECVE de Guelma (Est Algérien). La taille des éprouvettes est telle qu'elle est représentative du matériau supposé homogène. Or des études tendent à montrer que cette représentativité est vérifiée lorsque la taille de l'éprouvette est de l'ordre de huit à dix fois celle de la taille du plus gros grain. En considérant dans notre cas que l'hétérogénéité est la taille maximale des granulats qui est de 5mm, la taille des éprouvettes devrait être de l'ordre de 40 et 50 mm.

En effet, l'évaluation de l'effet de taille est également à la fois importante et délicate. On devrait logiquement obtenir que la forme de l'échantillon n'ait pas d'effet sur sa résistance à partir d'un certain rapport de dimension [18].

Les dimensions d'éprouvettes doivent être suffisamment grandes par rapport à la plus grande taille des agrégats afin de limiter la dispersion des résultats. Une application numérique des techniques d'homogénéisation sur le matériau béton, effectué par Mounajed et Habib [19], montre une convergence du module en compression vers sa valeur en déformations planes, à

partir d'une taille d'éprouvette égale à 8 fois la taille du plus gros granulat (figure 2.13). Cela confirme la recommandation courante d'un rapport minimum de l'ordre de 10.



**Figure 2.13. Etude numérique des techniques d'homogénéisation du béton [19]**

c) Rectification des éprouvettes d'essais

Des études antérieures menées sur les bétons [20, 21] ont montré qu'il existe une corrélation entre les défauts de parallélisme des faces des éprouvettes et les valeurs des propriétés mécaniques mesurées, en particulier celles du module d'élasticité en début de courbe : plus importants sont les défauts, plus faibles sont les valeurs du module mesurées. Quitte à endommager les éprouvettes, il est indispensable de rectifier les faces d'appui des éprouvettes cubiques afin d'assurer leur parallélisme avec une tolérance inférieure à 30  $\mu\text{m}$ . L'état de surface des faces d'appui des éprouvettes doit être aussi meilleur que possible.

d) Interface éprouvette-plateaux de compression

L'influence des conditions de contact entre éprouvettes et plateaux de compression a été mis en relief par plusieurs auteurs [18, 20-23]. Il faut donc contrôler les tolérances de position, par exemple l'orthogonalité entre les faces extrêmes d'appui et les faces latérales de l'échantillon.

Une pré-charge de 2 kN, suivie d'un chargement en début de l'essai, doit être appliquée pour essayer d'annuler l'effet de microfissures préexistantes et pour bien maintenir l'éprouvette. On vérifie ensuite en secouant le système plusieurs fois dans sa position d'équilibre. Une fois que le contrôle est jugé positif (c'est dire qu'en secouant la charge, les indications de capteurs restent à peu près constantes) on valide la configuration et l'essai peut commencer.

e) Vitesse d'essai

A température ambiante et aux températures moyennes, la réponse des réfractaires est indépendante du temps et par conséquent de la vitesse de déplacement de la traverse. C'est pourquoi la vitesse a été choisie dans le seul souci de réaliser un essai dans un temps raisonnable : une vitesse de 0.1 mm/min a été retenue. Cette même vitesse sera également maintenue pour les essais aux hautes températures.

f) Températures retenues pour les essais à chaud

Les températures d'essais retenues sont les suivantes : 20, 500, 700, 900, 1000, 1200°C. Le choix de ces températures est en partie dicté par les facteurs temps et disponibilité de l'installation.

g) Atmosphère d'essai

Le choix de l'atmosphère des essais est essentiellement lié aux conditions d'emploi du matériau. Selon que l'atmosphère du four soit riche ou pauvre en oxygène, l'ambiance est soit oxydante, soit réductrice. Dans le cadre de cette étude, les essais ont été effectués en atmosphère oxydante car les dispositifs d'essais ne sont pas équipés pour effectuer des essais en atmosphère réductrice.

### 2.2.3.2. Définition des paramètres du protocole d'essais

Le tableau 2.8 ci-après, synthétise les paramètres et les conditions d'essais.

**Tableau 2.8.** Synthèse des paramètres et conditions d'essais.

<b>Dispositifs expérimentaux</b>		Presse électromécanique ZWICK de 400 kN de capacité munie d'un four PYROX de 1600°C
<b>Géométrie et mode de préparation des échantillons</b>	<b>Géométrie</b>	Echantillons cubiques de 40mm de coté
	<b>Mode de préparation</b>	Découpage de cubes de 40mm de coté sur des briques réfractaires silico-alumineuses. Rectification des faces d'appui au laboratoire 3S-R
<b>Conditions limites d'essai</b>		Interface sans dispositif de lubrification
<b>Système de mesure des déplacements</b>		1- Déplacement de la traverse. 2- Capteurs inductifs LVDT effectuant une mesure différentielle des faces de compression
<b>Conditionnement des éprouvettes d'essai</b>		Eprouvettes cuites à 25, 500, 700, 800, 900, 1000 et 1200 (°C) pendant deux heures
<b>Matériaux étudiés : Céramiques réfractaires silico-alumineuses façonnées</b>		BSAA
<b>Vitesse de la traverse</b>		0.1 mm/min. (standard)
<b>Protocole d'essai</b>		Application d'une pré-charge, suivie d'un chargement en début de l'essai.
<b>Types d'essais</b>		Compression simple

## 2.2.4. Réalisation des essais de compression uniaxiale à température ambiante

Après les opérations de rectification (état de surface et parallélisme), on définit l'orientation du placement des éprouvettes qui, comme nous l'avons déjà mentionné, sont des cubes de 40 mm de côté, de manière que la force de compression soit appliquée sur les deux faces présentant le meilleur parallélisme (tel que indiqué par la flèche sur la photo de la figure 2.14. Ensuite, un repérage angulaire de la position des pastilles supérieure et inférieure est effectué (Fig. 2.15).

Concernant la mesure des déformations axiales, on distingue deux types de mesure : la mesure locale et la mesure globale. Les mesures locales sont effectuées par des capteurs appliqués directement sur l'échantillon et qui correspondent à la déformation propre de l'échantillon. Quant à la mesure globale, définie à partir du déplacement de la traverse du dispositif d'essai, elle intègre, la déformation propre de l'échantillon et celle du système de chargement.



Figure 2.14. Vue en face de l'éprouvette.

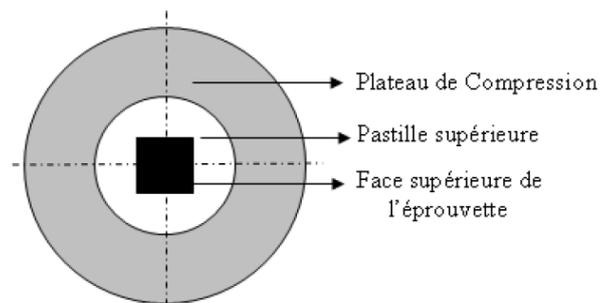


Figure 2.15. Vue de dessus de l'éprouvette

### 2.2.4.1. Conventions adoptées pour le dépouillement des résultats

Dans un essai de compression uniaxiale conventionnel, on applique une vitesse de déplacement constante à la traverse et l'on mesure la force appliquée  $F$  qui est alors la réponse du matériau.

Dans ce paragraphe, on appelle déplacement axial, celui donné par la voie de mesure de déplacement de la traverse de la machine d'essais.

Compte tenu des faibles déformations mesurées pour ces matériaux (en général inférieures à 2%), la contrainte axiale  $\sigma_{ax}$  est peu différente de  $F/S_0$  et la déformation axiale  $\varepsilon_{ax}$  conventionnelle de l'éprouvette est égale au rapport de l'indication moyenne des deux capteurs LVDT par la hauteur initiale  $L_0$  (de l'éprouvette).  $S_0$  étant la section initiale. L'interprétation des résultats des essais est classiquement basée sur les hypothèses suivantes :

- L'échantillon matériel est homogène.
- La répartition de la contrainte uniaxiale sur l'échantillon est uniforme.
- Le champ de déformations est homogène.
- Il n'y a pas de changement significatif de la géométrie de l'échantillon durant l'essai et les surfaces de chargement sont toujours les plans principaux.

#### 2.2.4.2. Caractérisation du comportement à température ambiante

Après avoir étudié et optimisé les conditions d'essais, les essais de compression simple à vitesse de traverse imposée de 0.1 mm/min ont été réalisés à température ambiante sur des éprouvettes découpées sur des briques réfractaires silico-alumineuses BSAA.

L'évolution de la force en fonction, d'une part, du déplacement de la traverse et, d'autre part des indications des capteurs LVDT à 25°C, est représentée sur la figure 2.16.

On remarque une quasi-superposition de la réponse des deux capteurs LVDT avec la réponse moyenne à température ambiante (fig. 2.16). Ceci confirme qu'il n'y a pas eu de problème de rotation de plateau pendant l'essai et que les mesures sont bien représentatives.

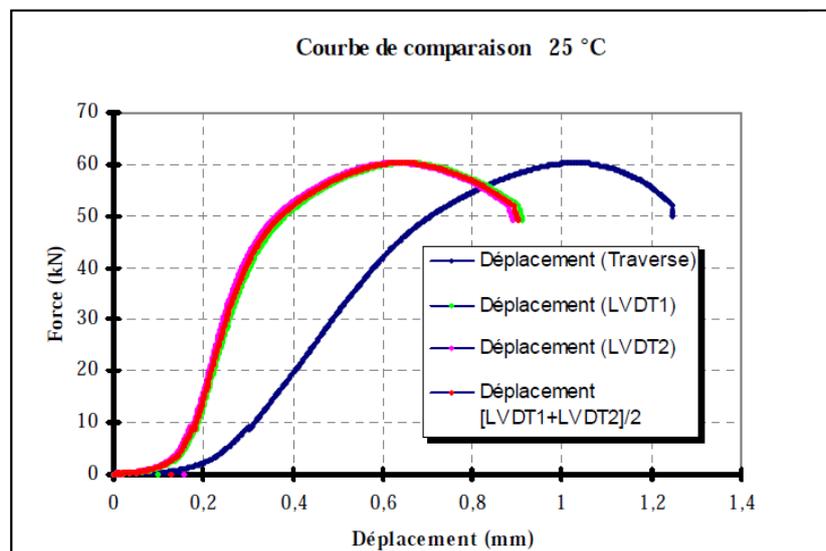
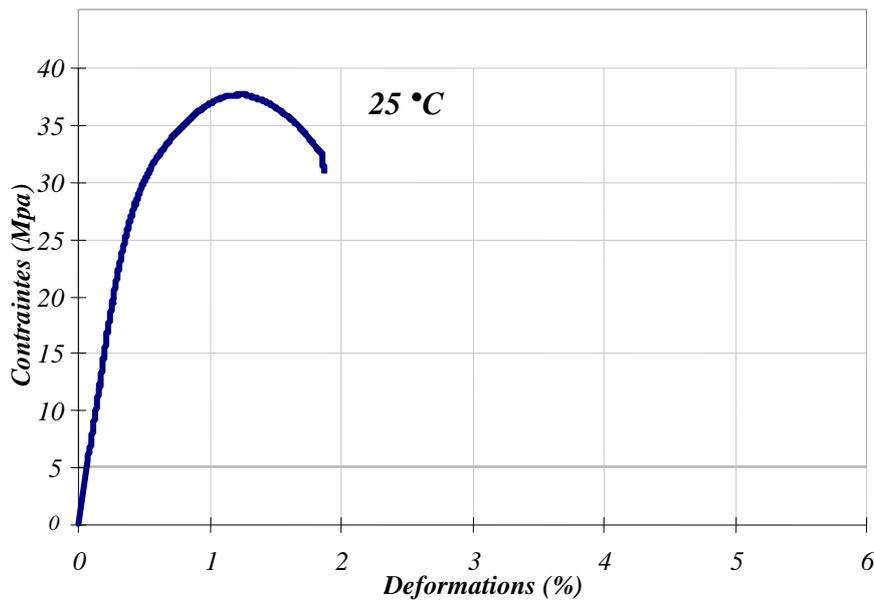


Figure 2.16. Courbes, à température ambiante, montrant la réponse des capteurs LVDT, la moyenne de la réponse des capteurs LVDT et le déplacement de la traverse.

La courbe Contrainte-Déformation déduite de la courbe brute (fig.2.16) est représentée sur la figure. 2.17.



**Figure 2.17. Courbe contrainte-déformation d'un essai à température ambiante**

La résistance maximale à la compression est de l'ordre de 38 MPa. La déformation correspondante dite déformation au pic est de 1.2% environ.

La courbe contrainte-déformation de la figure 2.17 traduit au mieux le comportement des réfractaires BSAA à température ambiante.

Ce comportement est caractérisé par une évolution linéaire puis non linéaire jusqu'à un pic de contrainte suivi par un adoucissement au cours duquel l'apparition de macro fissures entraîne une perte brutale de la capacité portante de l'éprouvette. C'est un comportement quasi-fragile caractéristique des bétons et des céramiques réfractaires argileuses en général [24, 25].

Ce comportement quasi-fragile est caractérisé par les déformations anélastiques présentes dès avant le pic de contrainte. Ces déformations sont dues à la présence et au développement de microfissures dans le matériau, traduisant la présence d'un endommagement important. Après le pic de contrainte, la rupture se traduit presque brutalement suite au développement de macro fissures résultant de la coalescence des microfissures précédemment formées.

Par ailleurs, il est important de signaler que le pied de courbe nettement apparent sur la courbe force-déplacement de la figure 2.16 correspond vraisemblablement à une fermeture initiale élastique ou inélastique des pores et des microfissures préexistantes dans le matériau dues à une contraction thermique quasi-linéaire des constituants (phases) durant la phase de refroidissement du réfractaire [26].

Une loi d'élasticité couplée à l'endommagement peut décrire dans une certaine mesure l'évolution non linéaire de la contrainte et celle de l'endommagement.

### **2.2.5. Réalisation des essais de compression uniaxiale à haute température**

Une fois le dispositif constitué et mis au point, une campagne d'essais de caractérisation rhéologique des briques réfractaires BSAA sous chargement mécano-thermique monotone en compression uniaxiale à différentes températures a été entreprise. On présentera d'abord les

précautions prises en compte avant et pendant le lancement d'un essai, avant d'exposer en détail les résultats expérimentaux obtenus.

### 2.2.5.1. Précautions à prendre avant le lancement d'un essai

L'éprouvette une fois en place et centrée sur le plateau de compression est soumise à une force dite de pré-charge de 2 kN (1.25 MPa) pour bien la maintenir et faciliter les opérations de réglage du dispositif d'extensométrie. Pour ce faire, on déplace les capteurs LVDT jusqu'à la position optimale (par exemple la course la plus grande) suivant l'essai à réaliser. Cette position est lue directement sur l'indicateur digital des conditionneurs des capteurs. Une fois la position souhaitée atteinte, on procède à l'immobilisation du capteur ménageant un jeu minimal de fonctionnement. On vérifie ensuite en secouant le système plusieurs fois dans sa position d'équilibre, qu'il revient bien à la même position : indication au  $\mu\text{m}$  des conditionneurs. Une fois le contrôle jugé positif, on valide la configuration et l'essai peut commencer.

### 2.2.5.2. Déroulement d'un essai à chaud

Un essai à haute température se déroule en quatre phases (fig. 2.18) : le chauffage, la phase de maintien en température, la phase d'essai mécanique et le refroidissement.

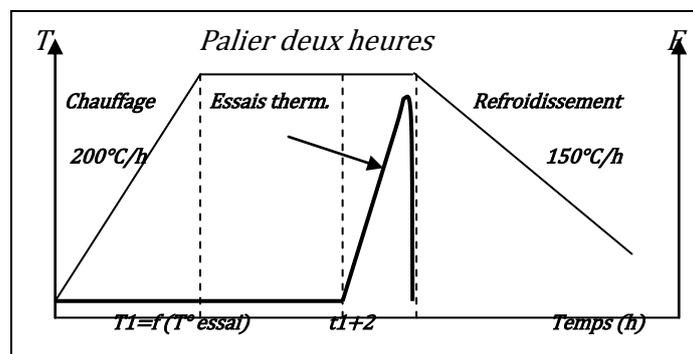


Figure 2.18. Evolution typique de la température et de la force d'un essai thermomécanique.

Pendant le chauffage, il se produit une dilatation thermique de toute l'installation expérimentale : éprouvette, barre de chargement, traverse, four...etc. La dilatation des barres de charges supérieures et celle des barres de charge inférieures a tendance à écraser l'éprouvette placée entre elles si aucune régulation n'est assurée. Cela conduit à deux types de régulation : une régulation de la température du four à une vitesse de 200 °C/h et une régulation de la presse électromécanique à une force constante afin de contrôler tout au long la contrainte dans l'éprouvette. Une fois la température d'essai programmée atteinte, on passe à la phase de maintien en température.

La phase de maintien en température a été fixée à 2 heures pour homogénéiser au mieux la température dans l'échantillon et pour que toute l'installation expérimentale ait atteint un équilibre thermique préalable à tout essai valide. Une fois la phase de maintien terminée, on peut alors conduire l'essai proprement dit.

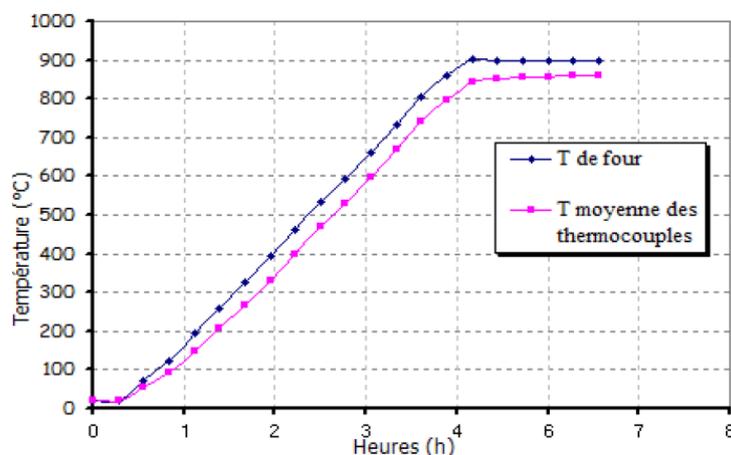
En ce qui concerne la programmation, on lance un premier programme de régulation en force de la machine d'essai qu'on quitte à la phase de maintien en température. Puis on relance un deuxième programme qui va permettre de réaliser l'essai mécanique proprement dit. Cette phase dure 40min à 2h, voir 48h suivant le type d'essai. Une fois l'essai mécanique terminé on remonte la traverse à sa position avant essai et on passe à la phase de refroidissement.

Cette dernière phase consiste à réguler la température du four à une vitesse de 150°C/h jusqu'à la température ambiante. La régulation du four est effective jusqu'à des températures de l'ordre de 450°C. En deçà de cette température, l'inertie thermique du four est telle qu'elle pilote le refroidissement à une vitesse inférieure à 150°C/h.

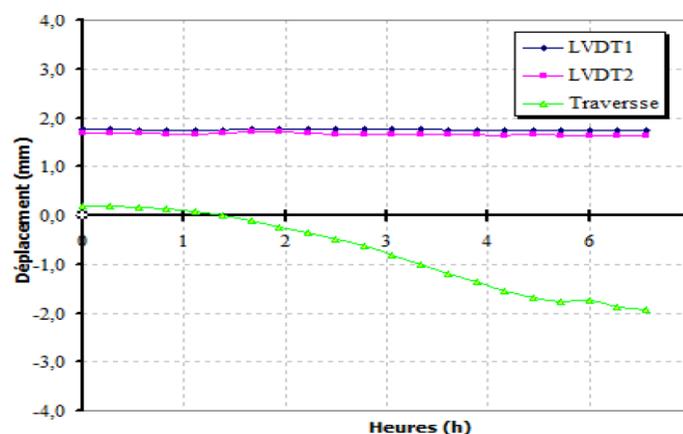
Pendant tout l'essai, un débit continu d'eau est injecté dans les boîtes à eau pour refroidir les mors de compression en superalliage et protéger la traverse d'un côté et le capteur de force de l'autre. Compte tenu de toutes ces données, on voit qu'un essai à haute température dure au minimum une journée.

Les figures 2.19 et 2.20 montrent l'évolution des différents paramètres d'essai pendant la phase de chauffage et de maintien en température à 900°C. On remarque une différence entre la température du four et celle des thermocouples parce que ces derniers ne sont pas en contact direct avec la surface de l'éprouvette.

Le déplacement de la traverse et les indicateurs LVDT tendent à se stabiliser avec la stabilisation de la température du four et de l'éprouvette.



**Figure 2.19.** Exemple de l'évolution des températures pendant la phase de chauffage et de maintien en température pour un essai à 900°C



**Figure 2.20.** Exemple de l'évolution des déplacements pendant la phase de chauffage et de maintien en température pour un essai à 900°C

### 2.2.5.3. Caractérisation du comportement à haute température

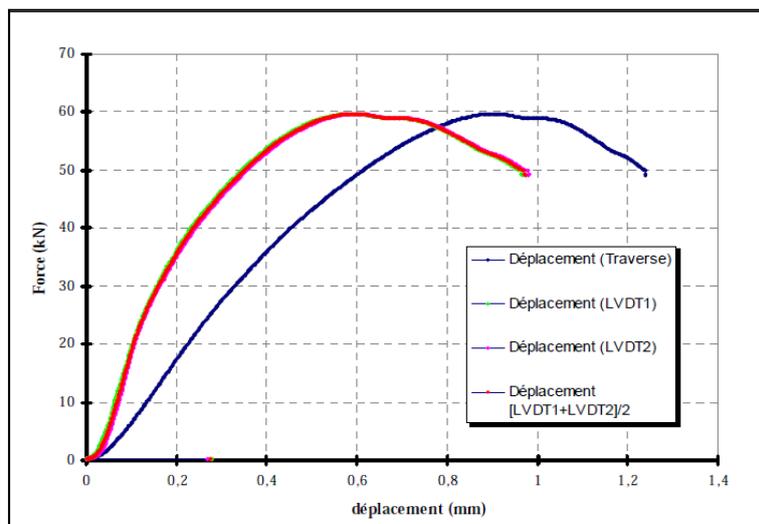
a) Essais effectués entre 500 et 800°C

Le principe de fonctionnement différentiel du système d'extensométrie est de nouveau vérifié et les doutes levés quand à la réponse des deux capteurs par les courbes brutes obtenues lors de l'essai à 500°C (fig.2.21). La différence entre la réponse moyenne des capteurs et le déplacement de la traverse est flagrante. Les réponses des capteurs LVDT sont superposées. Ceci constitue un motif de satisfaction pour la suite des essais.

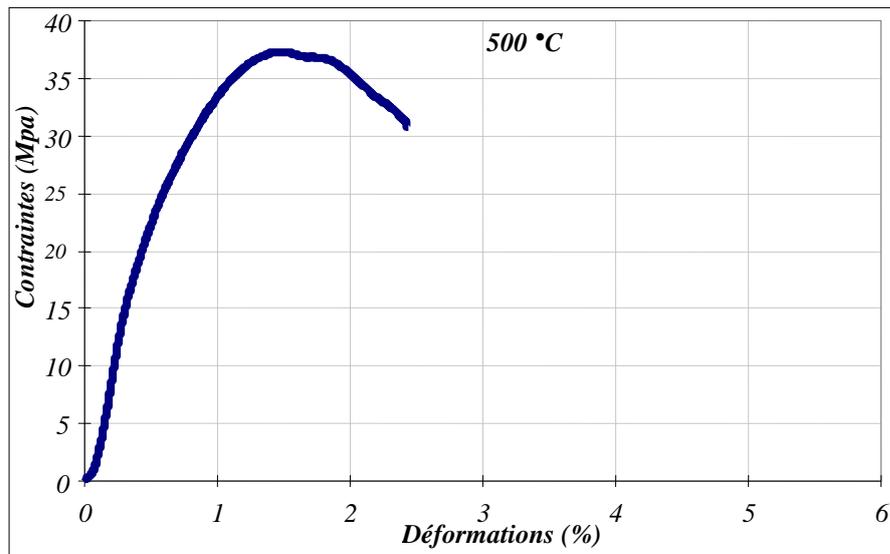
Examinons dans un premier temps, les courbes contrainte-déformation obtenues pour les températures d'essais suivantes : 500, 700 et 800°C.

Globalement, ces courbes présentent la même allure que la courbe contrainte-déformation obtenue à température ambiante.

L'examen de la courbe obtenue à 500°C (fig. 2.21) montre que la résistance à la compression pour la température 500°C est presque égale à celle obtenue pour la température ambiante. Il en est de même pour la déformation au pic. Ceci nous fait penser qu'il n'y a pas eu d'effet température sur la microstructure du matériau étudié.

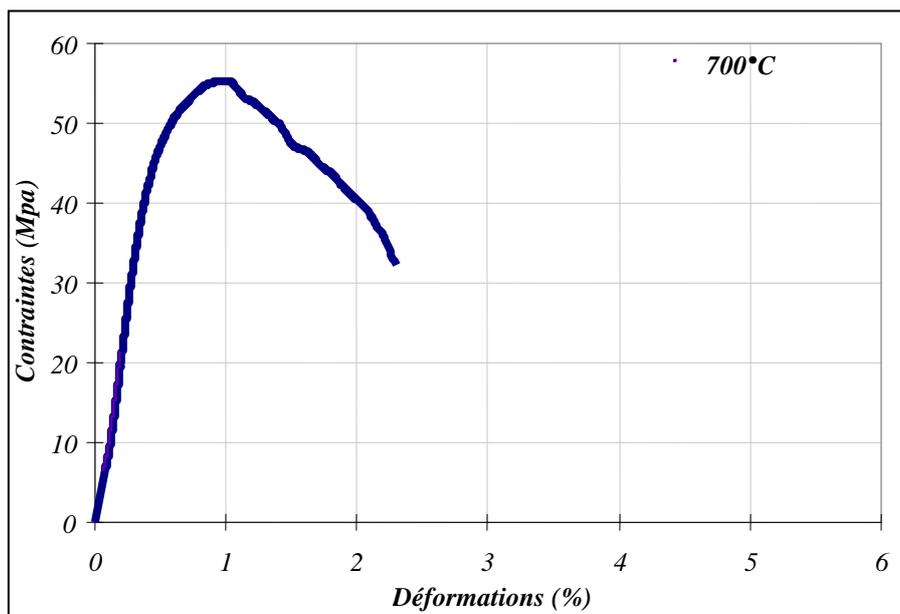


**Figure 2.21. Courbes à haute température (500 °C) montrant la réponse des capteurs LVDT, la moyenne de la réponse des capteurs LVDT et le déplacement de la traverse.**

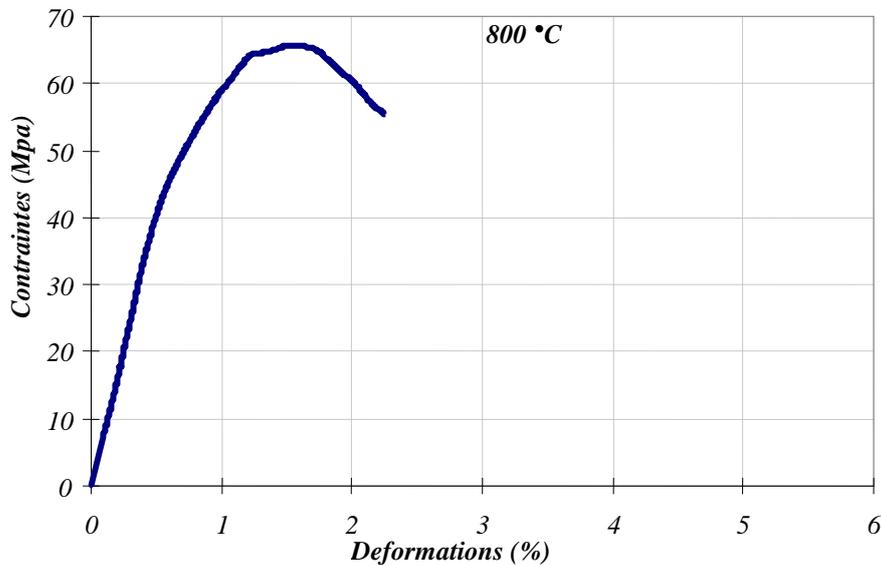


**Figure 2.22. Comportement en compression simple d'une céramique à haute température 500°C.**

Les essais à 700 et 800°C (figures 2.23 et 2.24) confirment la forme en cloche et le caractère fragile du matériau après le pic de contrainte. La rupture fragile se traduit par des craquements audibles pendant l'essai. En revanche la résistance maximale du matériau est nettement plus élevée, passant de 38 MPa à 25°C à plus de 55 MPa à 700°C. A 800°C, la résistance du matériau avoisine 70 MPa.



**Figure 2.23. Comportement en compression simple d'une céramique à haute température 700°C.**



**Figure 2.24. Comportement en compression simple d'une céramique à haute température 800°C.**

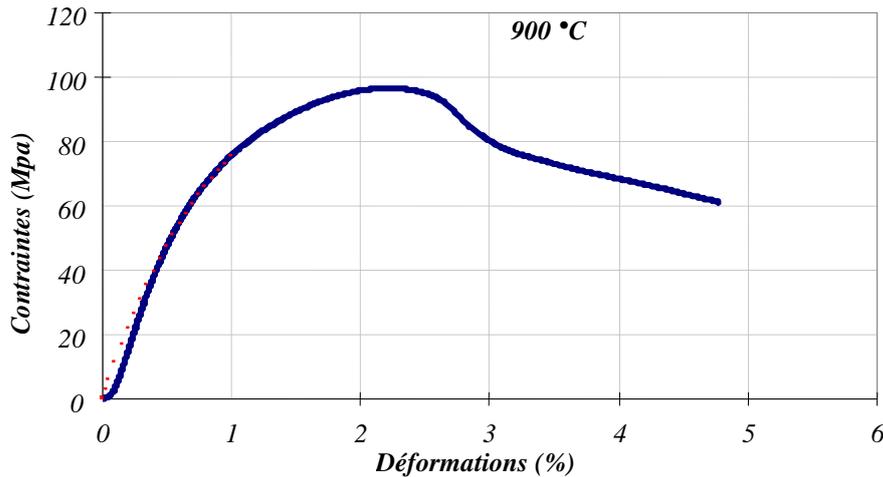
Au cours de l'essai de compression, certaines fissures initialement présentes ont tendance à se refermer sous la charge compressive ce qui conduit à une réduction de la porosité, phénomène qui a tendance à induire une augmentation de la rigidité (module d'élasticité). Il se produit donc dans la partie de la courbe avant le pic de contrainte une compétition entre l'accroissement de la rigidité engendrée par la diminution de la porosité et la baisse de rigidité que devrait entraîner l'apparition de l'endommagement [20].

Notons enfin une sensible diminution de la déformation au pic à 700°C avant de reprendre son allure ascendante à partir de 800°C.

Les données dont nous disposons ne nous permettent pas d'expliquer « ce phénomène » pour le moment. Toutefois il mérite qu'on y prête attention. Il faudrait pousser plus loin nos investigations pour donner une interprétation rationnelle à ce comportement.

a) Essais entre 900 et 1200°C

La figure 2.25 montre l'évolution de la contrainte et de la déformation du matériau lors d'un essai de compression uniaxiale à 900°C. On constate une évolution importante dans le comportement du matériau. La valeur de la contrainte maximale a augmenté de manière significative pour atteindre 100 MPa. La déformation au pic est également importante. Alors qu'elle fluctuait entre 1 et 1.5% de l'ambiante à 800°C elle avoisine 3% à 900°C, sans rupture, pour une contrainte qui représente la capacité portante du matériau. Cette ductilité serait liée à un phénomène de viscoplasticité [20, 21].



**Figure 2.25. Comportement en compression simple des BSAA à 900°C.**

A 1000°C (fig.2.26), on observe une chute significative de la contrainte au pic. Elle ne dépasse plus 70 Mpa, pour une déformation de 2%.

Les essais réalisés à 1200°C (figure 2.27) confirment nettement le caractère viscoplastique du comportement du matériau observé à partir de 900°C. La contrainte seuil est atteinte rapidement et reste quasiment constante pour des déformations très importantes. Le niveau de contrainte a toutefois bien chuté et la contrainte maximale n'est plus que de 15 Mpa.

L'analyse des essais de compression uniaxiale réalisés à haute température confirme bel et bien la manifestation de phénomènes visqueux à partir de 900°C. Mais la meilleure démarche pour mettre en évidence ce type de comportement serait de réaliser des essais de fluage ou des essais de compression à différentes vitesses de déformations. Cependant, étant confrontés à un problème de temps et de risque sur l'appareillage expérimental nous n'avons pas pu réaliser ces essais, qui auraient pu nous consoler dans nos analyses quand au caractère viscoplastique du comportement du matériau à ces températures élevées.

D'ailleurs, c'est pour ces mêmes raisons que nous avons renoncé à effectuer des cycles de charge-décharge en compression aux basses et moyennes températures. Ces essais servent à mieux expliciter l'évolution de l'endommagement du matériau.

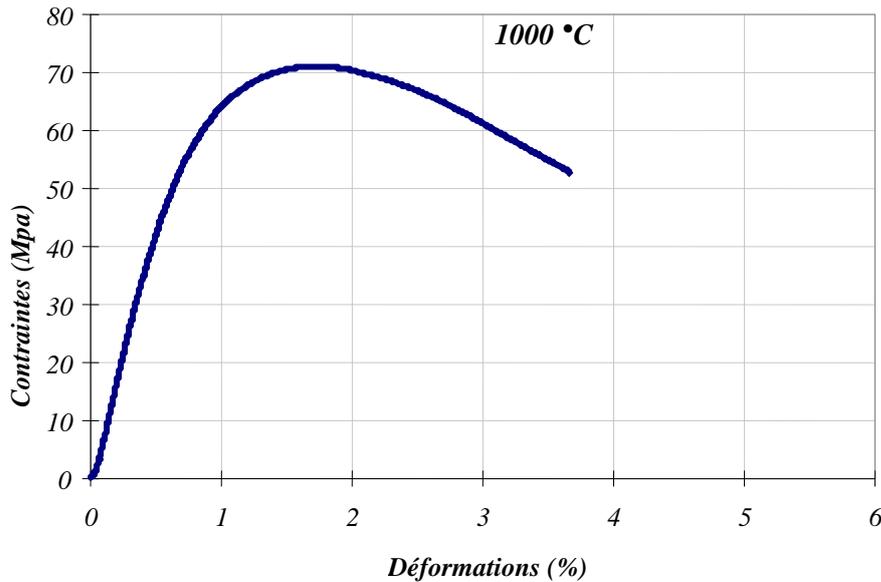


Figure 2.26. Comportement en compression simple des BSAA à 1000°C

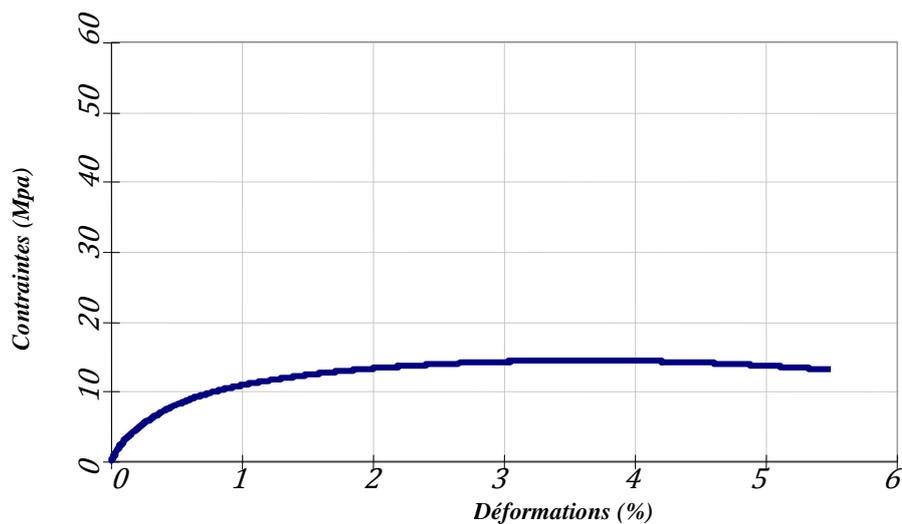


Figure 2.27. Comportement en compression simple d'une céramique à 1200°C.

La figure 2.28 regroupe sur un même repère d'axes ( $\sigma$ ,  $\epsilon$ ) les courbes d'évolution du comportement des briques réfractaires BSAA en compression uni axiale obtenues respectivement aux températures d'essais suivantes : 25, 500, 700, 800, 900, 1000 et 1200°C. Ce matériau présente un maximum de résistance à 900°C. Pour des températures comprises entre 25 et 1000 °C, l'évolution est fortement non linéaire et s'accompagne de phénomènes d'endommagement : passage par un pic de contrainte bien marqué suivi d'un radoucissement important. Dans le cas de l'essai effectué à 1200°C, on constate que la courbe s'aplatit nettement en présentant de fortes déformations, ce qui traduit la manifestation de phénomènes visqueux. Les phénomènes viscoplastiques sont dus à la présence de phases vitreuses à basse température de fusion [Lemaistre 1998].

En conclusion, ces courbes montrent que l'augmentation de la température a induit un changement de comportement des réfractaires BSAA, évoluant d'un type non linéaire fragile

à basse et moyenne températures à un comportement ductile de type viscoplastique à très haute température.

Ce comportement est mis en évidence par les photos de la figure 2.29 prises à l'issue des essais de compression uni axiale respectivement à température ambiante et à 1000°C. On constate une désagrégation (désintégration/morcellement) fragile de l'échantillon testé à 25°C, et qui a tendance à se reproduire de la même façon pour les échantillons testés aux températures inférieures à 900°C, tandis que l'éprouvette testée à 1000°C présente un effet tonneau beaucoup plus évident pour l'éprouvette testés à 1200°C. Dans ces derniers cas les déformations subies par les échantillons, avant rupture, paraissent beaucoup plus importantes et sont bien entendu, irréversibles.

Ce caractère est nettement visible sur les éprouvettes testées en flexion (Annexe A). Les éprouvettes testées en flexion trois points à 1000 et 1200°C se déforment en arc avant rupture (fig.2.30).

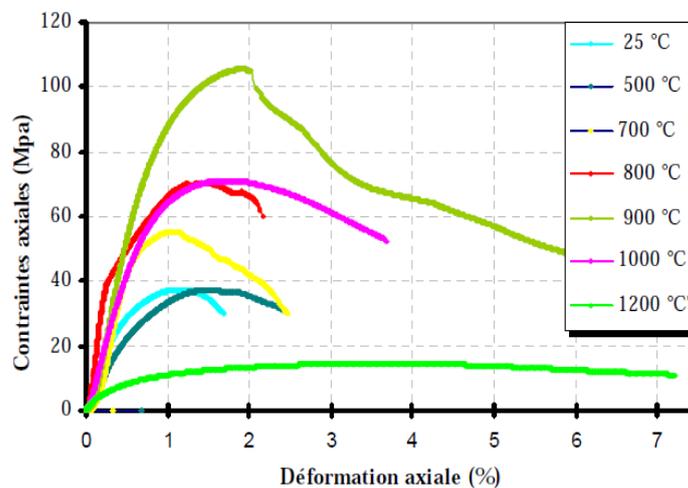


Figure 2.28. Synthèse des courbes de compression aux différentes températures.



Figure 2.29. Aspect des éprouvettes après essais de compression après rupture



**Fig.2.30. Eprouvette testée en flexion 3points à 1200°C**

## **2.2.6. Evolution des propriétés mécaniques avec la température**

### **2.2.6.1. Evolution du module d'élasticité**

L'évolution moyenne du module d'élasticité des réfractaires BSAA en fonction de la température d'essai, est représentée sur la figure 2.31.

Les valeurs des modules aux différentes températures sont déterminées à partir des essais de compression réalisés sur l'installation HTGC (Haute Température Grande Capacité). Globalement, la valeur du module demeure presque inchangée jusqu'à 500°C, température à partir de laquelle, elle prend une allure ascendante jusqu'à 700°C pour se stabiliser autour de 12600 MPa sur toute la plage de température s'étendant entre 700 et 900°C.

Au-delà de 900°C, valeur du module entame une chute significative jusqu'à 1200°C, température à laquelle elle est inférieure à ... 2GPa !

A titre de comparaison, des bétons réfractaires silico-alumineux testés dans les mêmes conditions [21] présentent un module d'élasticité de 11GPa.

La valeur du module de ces mêmes matériaux testés à température ambiante est de l'ordre de 90 GPa.

Du point de vue général, les valeurs du module d'élasticité des briques BSAA pourraient être sous-estimées.

Rappelons qu'il ne s'agit pas ici de présenter un produit aux caractéristiques exceptionnelles mais plutôt, de déceler d'éventuelles anomalies présentées par un matériau industriel, en l'occurrence, des briques réfractaires silico-alumineuses industrielles. Encore que le terme "anomalie" est ici, très relatif. Car, si une valeur faible du module d'élasticité réduit les performances mécaniques du matériau dans le domaine élastique, en revanche elle en améliore sensiblement, sa résistance aux chocs thermiques. Ce qui constitue une caractéristique très favorable pour un produit réfractaire.

Ceci étant, il ne faut pas aussi omettre que les faibles valeurs du module d'élasticité peuvent être liées à une défaillance dans le déroulement des essais qui se traduisent inéluctablement par des défaillances dans les valeurs mesurées. En effet, en cas de défauts géométriques des éprouvettes, le montage rigide conduit à accroître la déformation mesurée, donc à réduire le module d'élasticité mesuré [21].

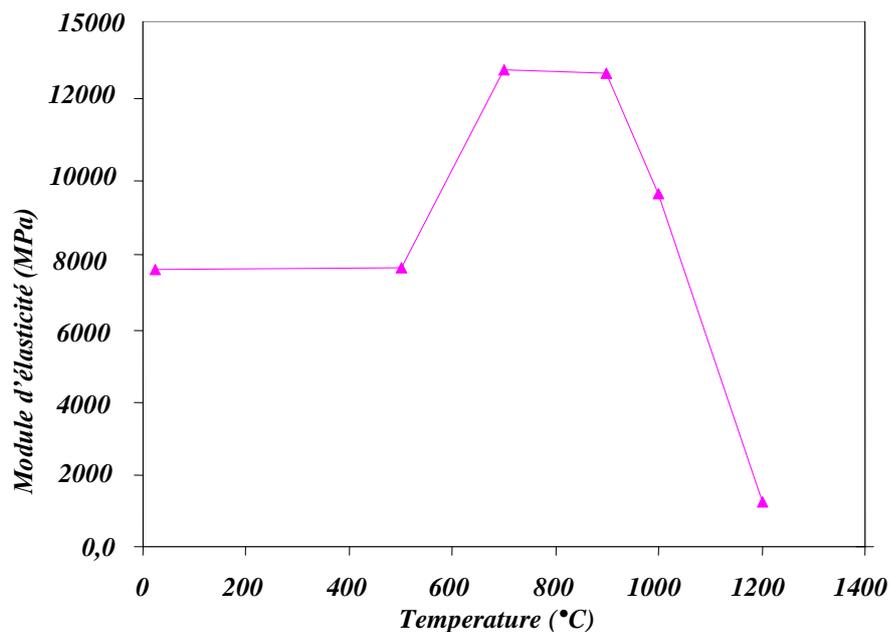


Figure 2.31. Variation du module d'élasticité des BSAA en fonction de la température d'essai.

### 2.2.6.2. Evolution de la résistance en compression

L'évolution de la résistance à la compression uni axiale des réfractaires BSAA en fonction de la température d'essai, est représentée sur la figure 2.32.

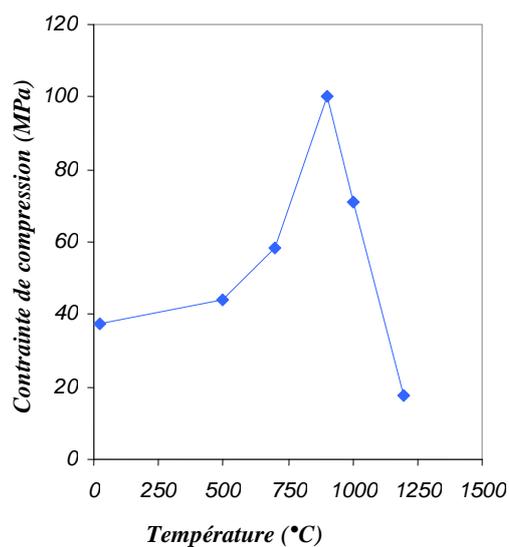


Figure 2.32. Variation de la résistance à la compression de matériau étudié en fonction de la température d'essai.

La résistance à la compression du matériau croît lentement entre la température ambiante et 700°C. Puis, la croissance s'accélère pour atteindre sa valeur maximale à 900°C, température au-delà de laquelle elle entame une décroissance significative et quasi linéaire jusqu'à 1200°C. L'analyse faite précédemment sur les courbes de compression permet d'attribuer cet effondrement de la résistance à partir de 900°C, à l'apparition de phénomènes visqueux dans le matériau.

### 2.2.6.3. Evolution de la déformation au pic de contrainte

L'évolution de la déformation au pic de contrainte avec la température d'essai (fig.2.33), est différente de celle de la résistance à la compression du matériau.

La déformation au pic de contrainte présente dans une première phase une légère augmentation entre 20 et 500°C puis diminue sensiblement à 700°C pour reprendre ensuite sa croissance, de manière sensible jusqu'à 1200°C.

Il est vrai que l'apparition de phénomènes visqueux, à très haute température, ôte tout son sens à la notion de déformation au pic car la notion de pic elle même disparaît. Mais ce qu'on a du mal à comprendre c'est cette chute sensible de la déformation au pic de contrainte à 700°C. Il faudrait pousser plus loin nos investigations pour comprendre ce « phénomène » même si nous pensons l'attribuer à des transformations de phases qui auraient pu se produire dans le matériau à cette température.

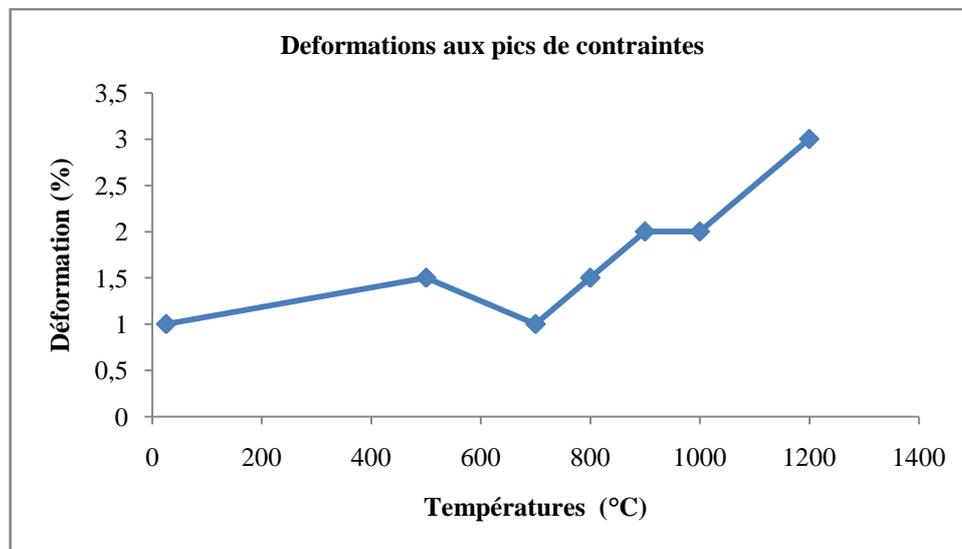


Fig. 2.33. Evolution de la déformation au pic de contrainte

### 2.2.7. Conclusion sur les essais mécaniques réalisés aux différentes températures

Des réfractaires silico-alumineux façonnés, dénommés BSAA, fabriqués à base de deux kaolins de compositions différentes, ont fait l'objet d'une caractérisation rhéologique par compression uni axiale à température ambiante et à haute température.

Une fois que les conditions d'essais ont été étudiées et fiabilisées, on a pu entamer la campagne d'essais de caractérisation du comportement des réfractaires silico-alumineux BSAA :

- Aux basses et moyennes températures (800°C), les essais ont révélé un comportement non linéaire avant le pic de contrainte. Ce comportement est le signe d'un endommagement du au développement et à la propagation stable de microfissures déjà bien présentes dans le matériau du fait du différentiel de dilatations entre les différentes phases cristallines qui composent le matériau, durant le cycle thermique de cuisson. Pour la partie post-pic des courbes contrainte-déformation, le comportement du matériau s'avère non linéaire fragile.
- Aux hautes températures (au-delà de 900°C), le comportement devient nettement ductile. Le matériau présente alors un comportement viscoplastique prononcé ; les déformations permanentes sont importantes et les valeurs du module d'élasticité et de la résistance mécanique sont très dépendantes de la vitesse de la sollicitation.
- L'évolution du module d'élasticité, de la résistance à la compression et de la déformation au pic a été présentée sous forme de courbes déduites des essais réalisés. Une attention particulière doit être portée sur l'essai effectué à 700°C où la déformation au pic de contrainte a nettement chuté avant de reprendre son allure ascendante aux températures supérieures.

Maintenant que le comportement thermomécanique des briques réfractaires BSAA est bien caractérisé en compression uni axiale, il faut proposer des modèles de comportement qui prennent en compte ces différents aspects. On retiendra essentiellement l'élasticité non linéaire, l'endommagement et la viscoplasticité. Par la suite, notre choix va porter sur un modèle de comportement qui décrira au mieux les caractéristiques révélés par les essais que les industriels pourront utiliser dans leurs calculs prédictifs des structures industrielles comportant ce type de garnissage.

Mais avant d'aborder le chapitre de la modélisation numérique proprement dite, examinons l'évolution de la microstructure du matériau avec la température. Car tout bouleversement que subit le comportement du matériau à l'échelle macroscopique, n'est autre que la conséquence de transformations qu'il subit dans sa microstructure.

### **2.3. Caractérisation microstructurale au microscope électronique à balayage (MEB)**

Les briques réfractaires silico-alumineuses BSAA sont fabriquées à partir d'un mélange de deux types de kaolins et de chamotte broyée, à peu près dans des proportions égales. La mise en forme est faite après humidification du mélange à 8%, par pressage sous une pression de 35 MPa pour former des briques pleines de forme parallélépipédique. Les briques crues sont ensuite séchées puis cuites à 1350°C pendant 33 heures dans un four tunnel industriel. Le cycle thermique subi par ces matériaux comprend une phase de refroidissement qu'il faudrait surveiller de près pour ne pas soumettre le produit aux risques de dégradation.

Les éprouvettes d'essais ont été débitées des briques ainsi élaborées. La durée du traitement thermique subi préalablement par le matériau garantit dans une certaine mesure que toutes les

transformations de phase ont pu se produire au cours du cycle de cuisson. On sait que pour ces matériaux polyphasés la phase de refroidissement est susceptible d'induire un endommagement important du matériau du fait des dilatations thermiques différentielles qui se développent en son sein.

Lorsque l'on chauffe ce même matériau à une température inférieure à la température de cuisson, comme nous l'avons fait dans les essais, on peut penser que le matériau reste inerte chimiquement et qu'il n'est pas possible que de nouvelles phases apparaissent. Or nous observons que le comportement mécanique varie sensiblement à partir de 500°C avec la température d'essais. En particulier on montre qu'on passe par un maximum de résistance en compression simple à la température de 900°C. Le comportement du matériau est, globalement quasi-fragile aux basses et moyennes températures, et devient ductile voir visqueux aux températures plus élevées. Le but de l'étude microstructurale qui a été entreprise est de tenter de mettre en évidence les phénomènes physico-chimiques et microstructuraux capables d'expliquer ces observations. Nous avons procédé à l'étude de la dilatation thermique du matériau et effectué des analyses par microscopie électronique à balayage (MEB) au Consortium des Moyens Technologiques Communs (CMTC) de Grenoble-INP. Dans ce qui suit, nous présentons quelques résultats des analyses au MEB tout en procédant à leur analyse fusse-t-elle partielle.

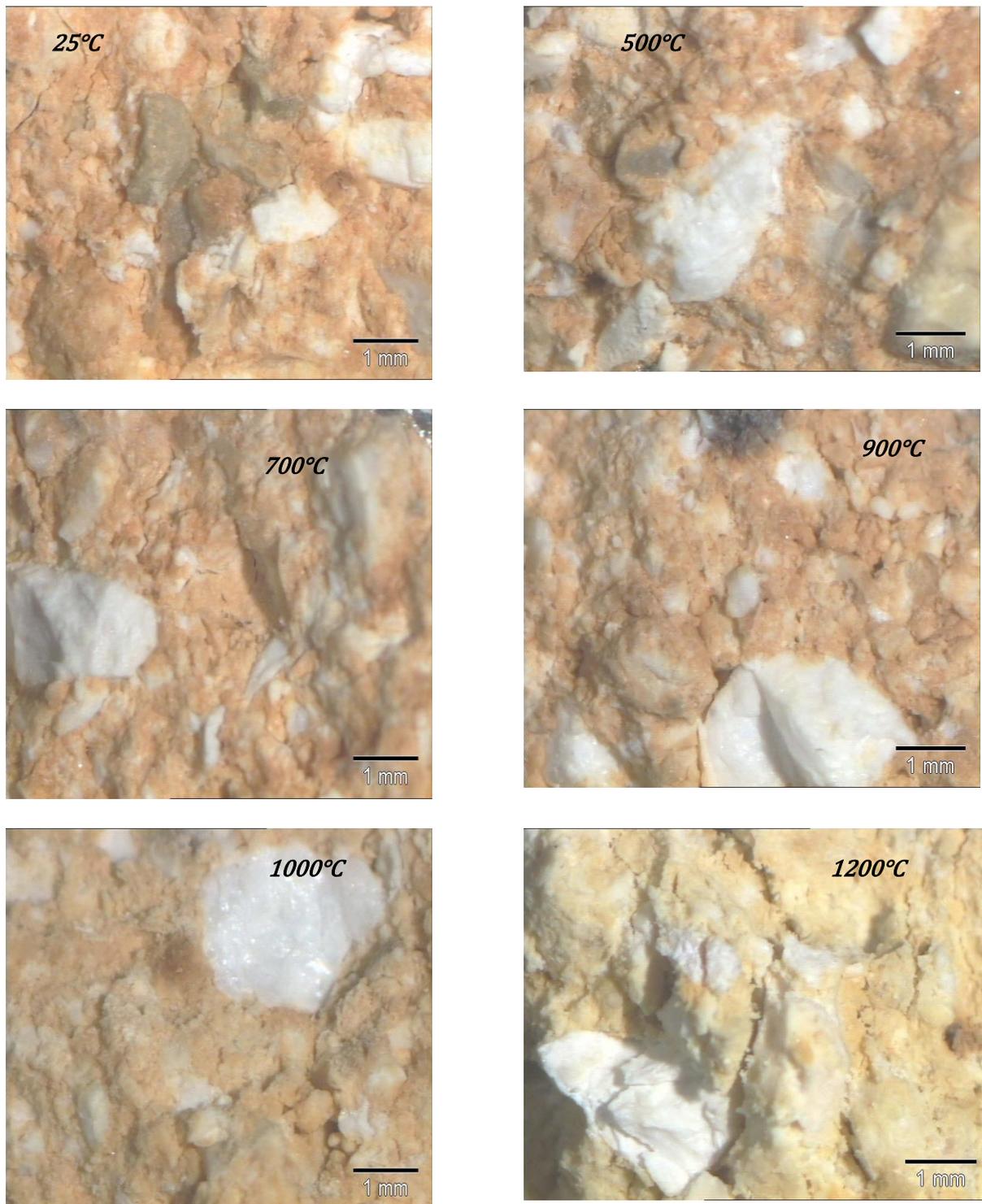
### **2.3.1. Analyse des micrographies**

Des micrographies optiques et MEB ont été réalisées à différentes échelles sur des zones particulièrement ciblées des échantillons de briques BSAA. Nous présentons ci-dessous quelques unes de ces micrographies.

La figure 2.34 montre des photographies à l'échelle (1 mm) prises sur les échantillons prélevés sur des éprouvettes provenant des essais aux différentes températures :

25, 500, 700, 900, 1000 et 1200°C. Sur ces photographies on peut voir différents éléments : des grains blancs et gris (grains de chamotte) et un tissu continu orange: le liant (matrice). Des analyses des différentes zones ont été faites mais nous ne parlerons que de celles qui concernent la matrice orange. Au-delà des différentes phases, on peut voir dans les photographies la présence de fissures (macro et micro). Ces fissures sont bien visibles de 25 à 700°C et à 1200°C et bien peu présentes à 900 et à 1000°C. On peut aussi voir que la couleur globale de l'échantillon est assez stable de la température ambiante à 900°C et qu'elle vire de l'orange à l'ocre à partir de 1000°C et à 1200°C la teinte globale a bien changé.

Voici grosso modo les observations qui peuvent être faites sur les photos réalisées à la lumière du jour. Ces photos optiques sont très importantes car elles servent de référence pour déterminer les zones d'observation au MEB.



**Figure 2.34. Photographies optiques montrant l'évolution des faciès de rupture du matériau (BSAA) en fonction de la température.**

Puis nous avons multiplié l'échelle d'observation par 10 pour passer à 100  $\mu\text{m}$  (fig. 2.35). Il faut savoir que les images de type SE sont réalisées en bombardant la cible avec des électrons secondaires ce qui permet de mettre en évidence le relief. Celles de type BSE sont obtenues par bombardement avec des électrons électro diffusés et ne présentent quasiment pas d'effet

relief. Les images de la figure 2.35 sont toutes de type BSE sauf celle à 700°C pour laquelle une image de ce type n'était pas disponible.

Les différentes micrographies montrent un matériau pâteux plus ou moins continu et visiblement poreux. On voit bien que la partie orange représente la pâte liante issue du mélange des deux types de kaolin et de l'eau. Si l'on se réfère à la couleur, bien que les différentes micrographies soient toutes grises, on constate un éclaircissement de la couleur grise au fur et à mesure que la température augmente. Cela peut provenir d'une désoxydation progressive du matériau produite par l'élévation de la température.

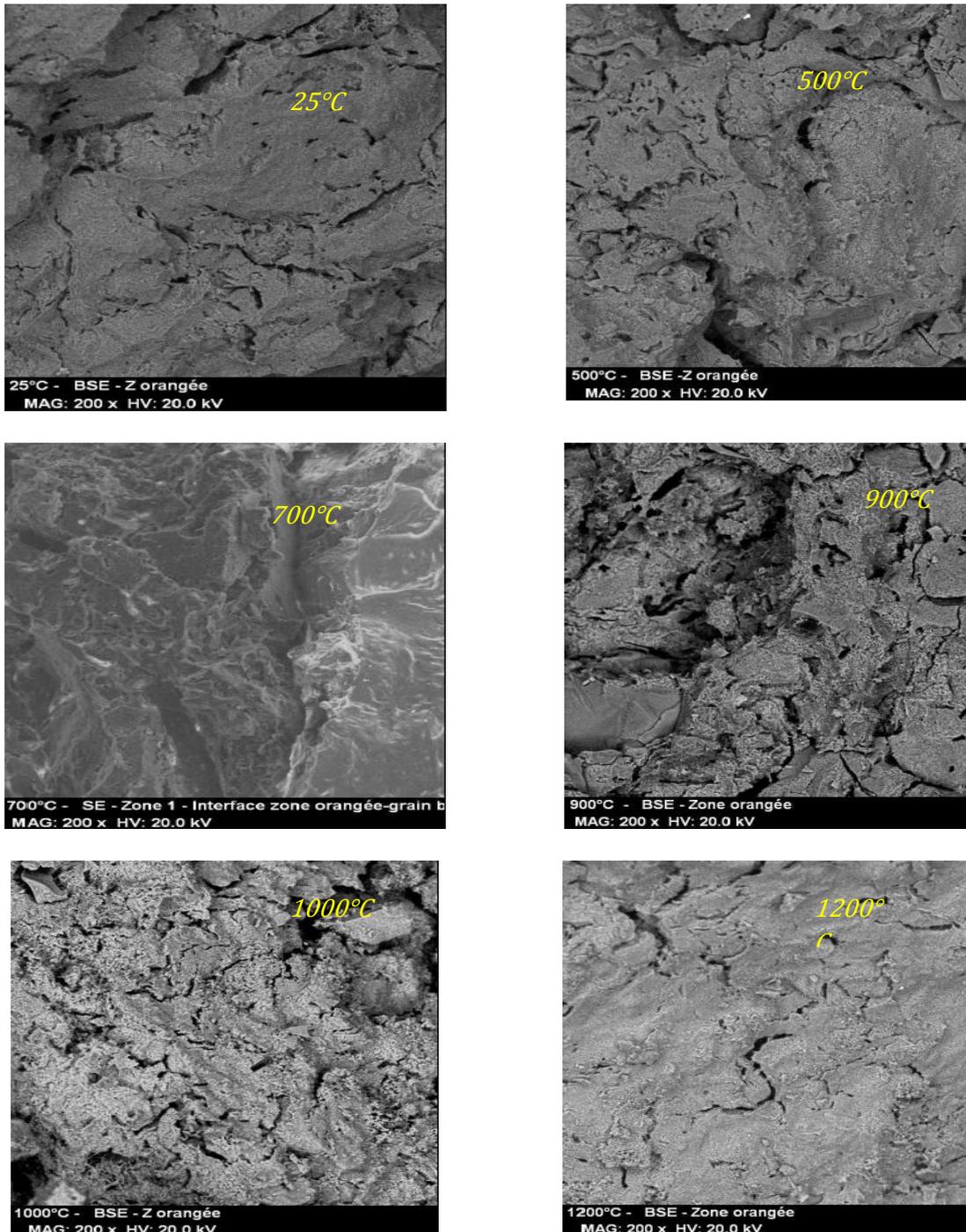


Figure 2.35. Micrographies à la même échelle (100  $\mu$ m) de la zone orangée après chauffage aux différentes températures affichées.

L'analyse de la fissuration est assez délicate car on a du mal parfois à faire la part entre les sinuosités de la pâte et les fissures. Ceci dit on observe bien une différence entre les différents faciès de rupture en particulier lorsque l'on passe de 900 à 1200°C. L'aspect pâteux du matériau, qui semble lié à la première cuisson, des micrographies jusqu'à 900°C, semble évoluer et le matériau semble devenir plus visqueux à 1200°C.

Toujours dans la zone orangée (matrice) on a encore multiplié l'échelle d'observation par 10 pour arriver à une échelle de 10  $\mu\text{m}$ . La figure 2.36 représente les micrographies de la zone orangée aux différentes températures sauf pour la température de 25°C pour laquelle c'est la micrographie d'un grain blanc qui est représentée.

Cette figure met en évidence le caractère pâteux du liant et sa nature poreuse. La matrice paraît comme un conglomérat de cristaux de mullite et de quartz éparpillés dans une phase vitreuse. A cette échelle le faciès de rupture de la pâte est tellement complexe que la microfissuration n'est pas bien visible. On a l'impression qu'une caractérisation par porosimétrie mercure serait plus pertinente en particulier si on fait l'hypothèse que le réseau de fissures et de micro fissures interconnecte les pores et les micros pores. On a toutefois l'impression qu'il y a une évolution de la phase liante avec la température. On voit le grain (micrographie à 25°C) a une structure assez ordonnée et compacte différente de celle du liant.

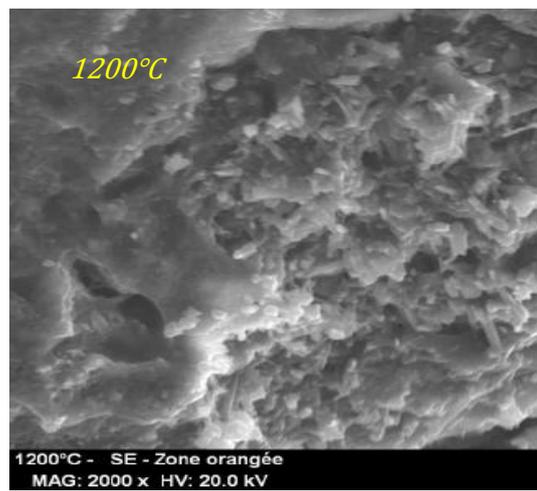
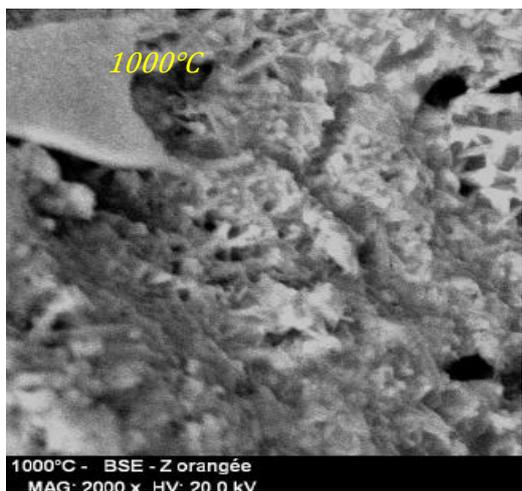
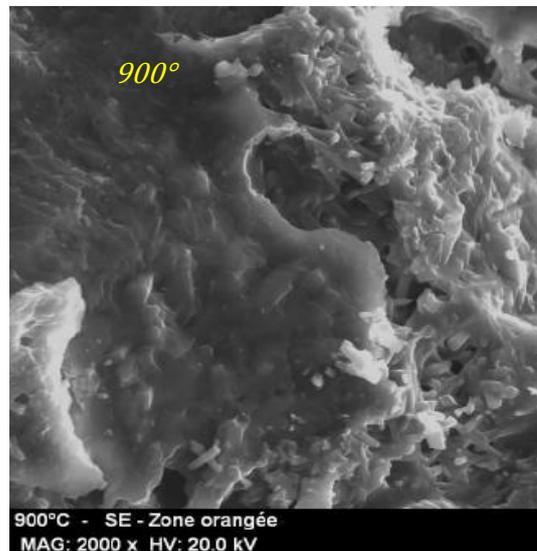
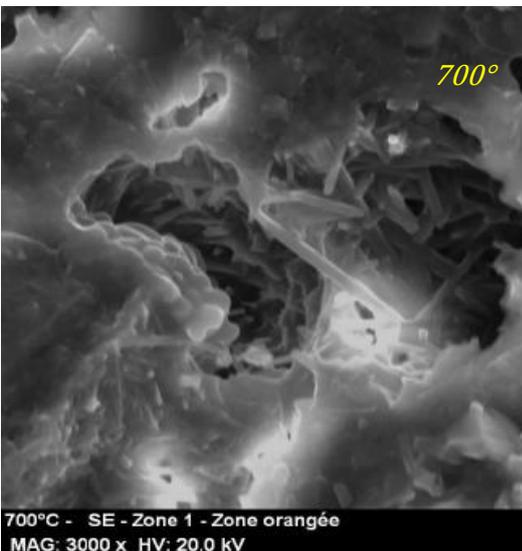
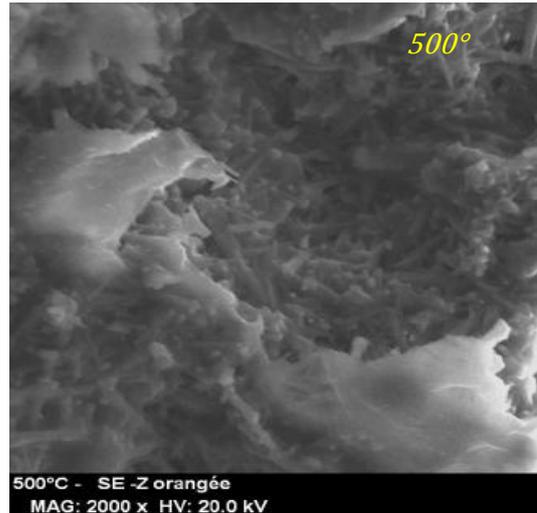
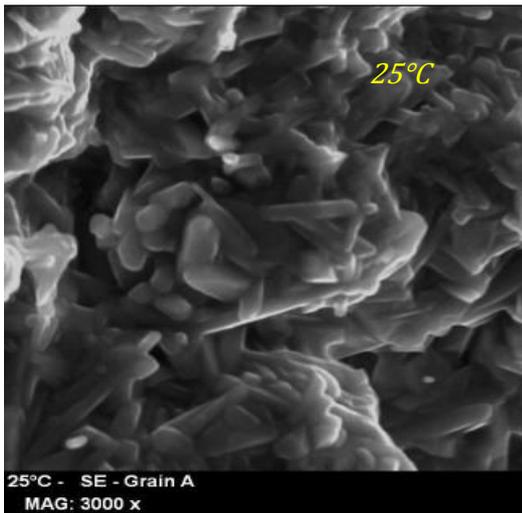


Figure 2.36. Micrographies à la même échelle (10  $\mu$ m) de la zone orangée après chauffage aux différentes températures affichées.

## 2.4. Evolution de la composition chimique avec la température ?

On s'est demandé si l'action de la température d'essai n'aurait pas produit des changements de phases dans le matériau. On a alors effectué sur la zone orangée de chacun des échantillons des analyses chimiques globales.

La figure 2.37 représente le résultat de l'analyse faite à température ambiante. On constate que les éléments aluminium (Al), silicium (Si) et Oxygène (O) sont prédominants. En témoigne l'intensité des pics respectifs. Ils sont révélateurs d'une forte présence d'alumine et de silice. Les oxydes alcalins et alcalino-terreux sont présents en quantités relativement réduites. Ils forment avec la silice la phase vitreuse qui sert de liant aux particules solides mais dont l'effet est négatif sur la réfractarité du matériau. On retrouve donc des traces non négligeables de Fer (Fe), de Titane (Ti), de Calcium (Ca), de potassium (K) et de Magnésium (Mg). Les quantités de Silicium et d'Oxygène sont du même ordre alors que celle d'aluminium est prépondérante. On se trouve donc dans une phase riche en alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), substance hautement réfractaire.

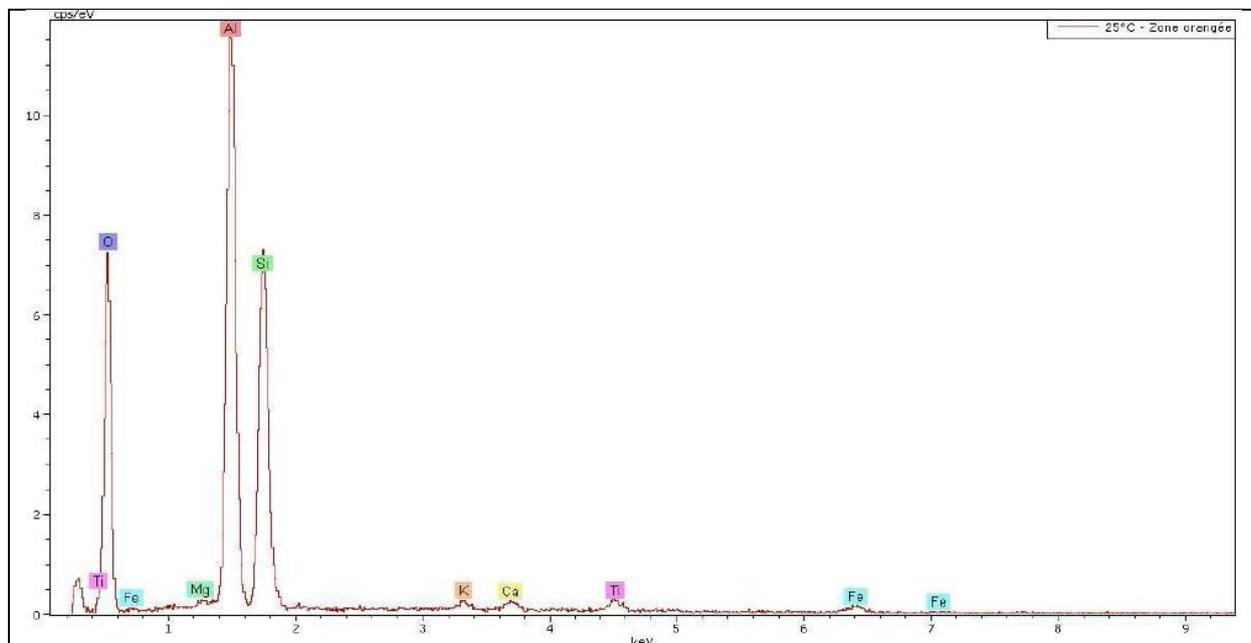


Figure 2.37. Analyse chimique de la zone orangée à 25°C.

Les figures 2.38 et 2.39 donnent respectivement les résultats de l'analyse à 900 et 1200°C.

On retrouve les mêmes éléments qu'à 25°C avec une variation sur la quantité relative d'aluminium.

Les trois constituants principaux que sont l'Aluminium, le silicium et l'oxygène apparaissent au même niveau. Cette zone est donc moins riche en alumine mais cela n'est peut-être pas caractéristique de la température. Le profil EDX déterminé à 1200°C est fortement semblable à celui de 900°C. Il ne semble donc pas qu'il y ait eu de manière flagrante des changements de phases à 1200°C.

Ces résultats doivent être bien nuancés car on ne saurait tirer des conclusions sur un matériau à partir d'une analyse effectuée sur un débris ou un grain infime du matériau.

Les conditions industrielles dans lesquelles a été fabriqué le matériau ne sont pas toujours favorables à l'obtention d'un produit parfaitement homogène.

Le mélange des matières premières n'étant pas toujours parfait, la température de cuisson n'étant pas forcément uniforme en tout point du matériau, conjugués à d'autres paramètres font que la composition chimique et les caractéristiques technologiques des produits varient d'un lot à un autre, voir d'un échantillon à l'autre au sein d'un même lot de briques.

Toutefois si un changement de phase global s'était produit l'investigation en ce point l'aurait révélé. Ce changement de phase a pu se produire de manière partielle.

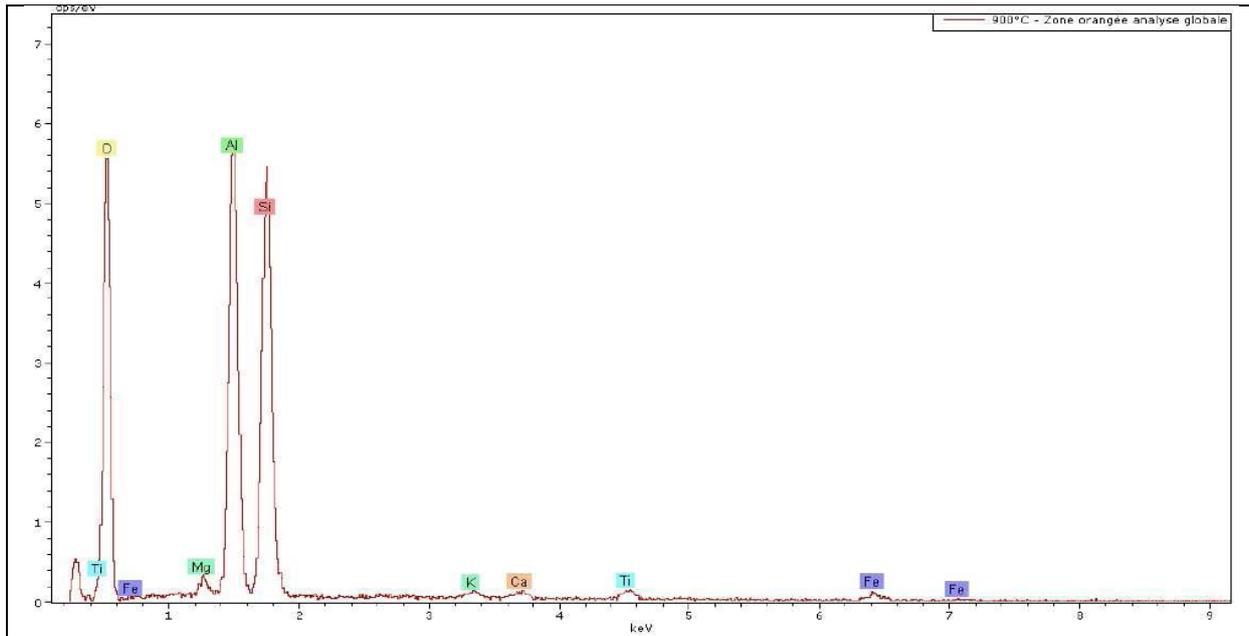


Figure 2.38. Analyse chimique de la zone orangée à 900°C.

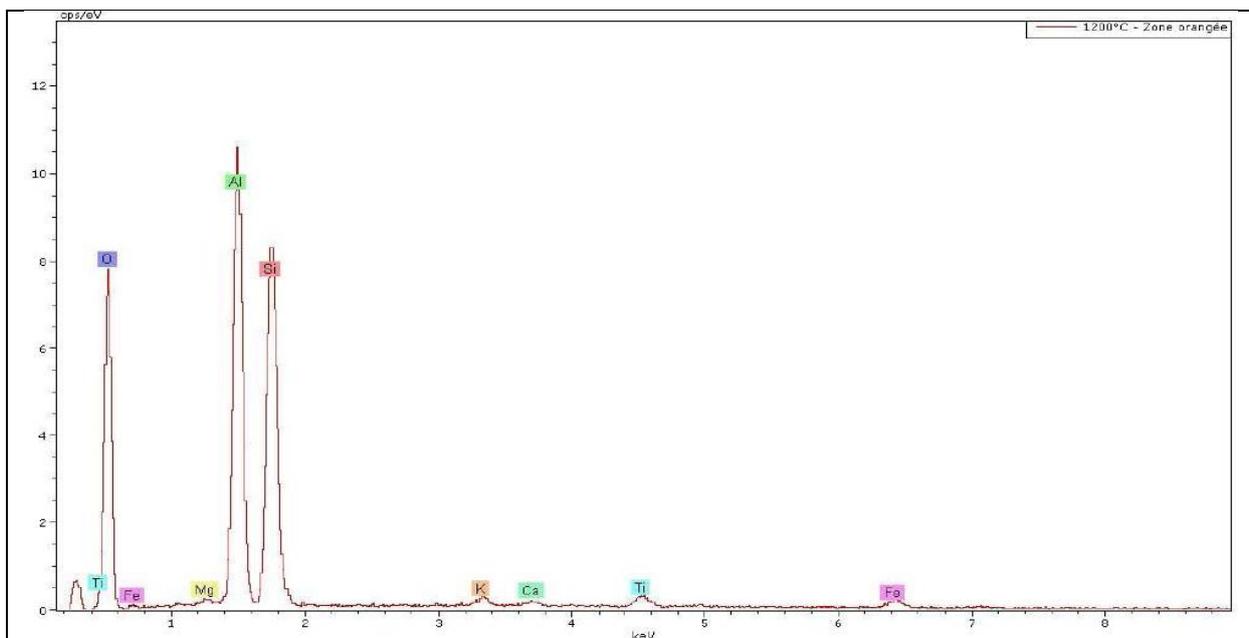


Figure 2.39. Analyse chimique de la zone orangée à 1200°C.

Si l'on fait l'hypothèse qu'il ne se produit pas de changement de phases du matériau durant son élévation en température, la variation de ses propriétés mécaniques observées au niveau

macroscopique serait alors due aux phénomènes de polymorphisme des différents composés cristallins, accompagnés de variations dimensionnelles plus ou moins importantes engendrant un endommagement par microfissuration du matériau. Le ramollissement des phases amorphes à l'interface des grains peut également remodeler la structure du matériau et modifier la nature des liaisons chimiques et influencer la cohésion des grains en les renforçant ou en les distendant.

Mais comme nous l'avons déjà souligné, c'est essentiellement la dilatation différentielle des différentes phases au cours du chauffage qui peut induire des gradients de contraintes capables de générer un phénomène de fissuration de nature à expliquer les observations macroscopiques.

## **2.5. Conclusion de l'étude expérimentale**

L'étude expérimentale que nous sommes entrain de conclure comporte deux volets essentiels :

1. Caractérisation des matières premières utilisées pour la fabrication des briques réfractaires étudiées.
2. Caractérisation rhéologique des briques réfractaires fabriquées à partir de ces matières premières.

Les briques réfractaires étudiées sont des briques silico-alumineuses dénommées BSAA, à moyenne teneur en alumine. Elle dépasse de peu les 35%. Elles sont fabriquées par pressage à partir d'un mélange de deux kaolins locaux (la halloysite de djebel debbagh et le kaolin de Tamazert) et de chamotte (débris de briques broyés).

La cuisson des briques crues est faite dans un four tunnel industriel à 1350°C. Ces matériaux renferment une proportion appréciable de mullite (55%) qui leur confère leurs caractéristiques appréciables de réfractarité et de résistance mécanique à chaud [29, 32].

L'étude des matières premières nous a permis de faire les constatations suivantes :

- Le kaolin de Tamazert est une argile très siliceuse de plasticité réduite.
- La halloysite de djebel debbagh est une argile riche en alumine et de forte plasticité.

Le mélange obtenu, avec la chamotte, est caractérisé par une plasticité optimale qui permet un pressage sans difficultés des briques crues.

Après caractérisation physico-chimique et thermique des briques BSAA cuites, celles-ci ont fait l'objet d'une caractérisation rhéologique par compression uniaxiale à température ambiante et à haute température.

L'analyse des courbes contrainte-déformation obtenues nous a permis de tirer les conclusions suivantes :

- Aux basses et moyennes températures (800°C), le comportement des réfractaires BSAA est non linéaire avant le pic de contrainte. Ce qui est le signe d'un endommagement du au développement et à la propagation stable de microfissures préexistantes dans le matériau, du fait du différentiel de dilatations entre les différentes phases cristallines qui le composent, durant le cycle thermique de cuisson, ou bien engendrées par le chargement au cours de l'essai. Le comportement post-pic du matériau est non linéaire fragile.

La capacité portante des éprouvettes testées chute brutalement et les craquements résultant de leurs ruptures sont nettement audibles.

- Aux hautes températures (au-delà de 900°C), le matériau présente un comportement viscoplastique prononcé. Les déformations permanentes sont importantes et les valeurs du module d'élasticité et de la résistance mécanique sont très dépendantes de la vitesse de la sollicitation. L'éprouvette testée à 1200°C prend la forme de tonneau sans se rompre totalement.

L'observation des faciès de rupture des réfractaires BSAA au microscope électronique à balayage explique en partie l'évolution de certaines caractéristiques mécaniques du matériau avec la température. En particulier les fissures qui tendent à « guérir » à 800-900°C expliquent en partie l'élévation de la résistance mécanique du matériau et de son module d'élasticité.

Rappelons que les réfractaires BSAA présentent un maximum de rigidité et de résistance à 900°C.

Les analyses chimiques effectuées aux différentes températures d'essais ne montrent pas d'évolutions notables de la composition chimique avec la température. Les éléments Al, Si et O restent prédominants même si l'Al demeure l'élément prépondérant. Ces éléments forment les oxydes principaux des réfractaires silico-alumineux : l'alumine et la silice.

Les résultats de la caractérisation du comportement thermomécanique des briques réfractaires BSAA en compression uni axiale, seront exploités dans le chapitre suivant pour déterminer les paramètres de la loi de comportement choisie pour la modélisation numérique du comportement thermomécanique du matériau.

Il faudra opter pour un modèle de comportement qui puisse décrire au mieux les différents aspects révélés par les essais, et que les industriels pourront utiliser dans leurs calculs prédictifs de structures industrielles comportant un garnissage ou une maçonnerie composés de briques silico-alumineuses de type BSAA. On retiendra essentiellement l'élasticité non linéaire, l'endommagement et la viscoplasticité.

## BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE 2

- [1] BELAMRI Z., « Elaboration et caractérisation des matériaux poly cristallins à base de kaolin DD et KT2 », Thèse de magistère de l'université de Constantine Algérie (2008)
- [2] AMRANE B., « Etude d'un projet de production de réfractaires semi-acides à base de matières premières locales », Mémoire d'ingénieur de l'Institut National des Matériaux de Construction (Boumerdes) Algérie (1993).
- [3] LALMI K., « Etude par diffraction des rayons X de matériaux à base de kaolin KT2 et DD », Thèse de magistère de l'université Mentouri de Constantine Algérie (2007).
- [4] REBIA L., « Etude thermodynamique de matériaux frittés à base du kaolin de Tamazert », Thèse de magistère de l'université de Constantine, Algérie, (2006)
- [5] G.N. DJANGANG, A. ELIMBI, U.C. MELO, and al., "Sintering of clay-chamotte ceramic composites for refractory bricks", *Ceramics International*, 34 (2008) 1207-1213.
- [6] P. LAPOUJADE, *Traité pratique sur l'utilisation des produits réfractaires*, H. Vial, Vial, Paris, 1986, p. 236.
- [7] A. CHAKRI, « Elaboration et caractérisation des briques réfractaires de chamotte à partir des matières premières locales », Thèse de magistère, Université de Sétif, Algérie, 1995, pp, 125-132.
- [8] M. KOLLI, M. HAMIDOUCHE, G. FANTOZZI, J. CHEVALIER, « Elaboration and characterization of a refractory based on Algerian kaolin », *Ceram. Int.* 33 (2007) 1435-1443
- [9] B. COOPE, "An Introduction to Refractories, Raw materials for the refractories industry", 2<sup>nd</sup> ed., *Industrial materials*, 1986
- [10] M. HAMIDOUCHE, M.A. MADJOUBI, K. LOUCIF and al., "Processing and characterization of refractory made of Algerian kaolin", in : *Proceedings of the eighth Conference on Ceramics*, INSA de Lyon, France, 3-5 septembre, 2002
- [11] M. HADJADJI, S. KACIM, M. BOULMANE, "Minéralogy and firing characteristics of a clay from the valley of Ourika (Morocco), *Appl. Clay Sci.* 21 (3/4) (2002) 203-212.

- [12] F.A.C. MINLHEIRO, M.N. FREIRE, A.G.P. SILVA and al., “Densification behavior of red firing Brazilian kaolinitic clay”, *Ceram. Int.* 31 (2005) 757-763.
- [13] M.A. SAINZ, F. SERRANO, J.M. AMIGO and al., “XRD microstructural analysis of mullites obtained from kaolinite-alumina mixtures”, *J. Eur. Ceram. Soc.* 20 (2000) 403-412
- [14] C. JOUENNE, *Traité de céramiques et de matériaux minéraux*, Ed. Septima, Paris, 1975, p. 268
- [15] G. ALIPRANDI, *Matériaux réfractaires et céramiques techniques*, Septima, Paris, 1979, pp. 1-612
- [16] Norme DIN 51 730
- [17] Norme DIN 51068
- [18] EL BIED A. « Etude expérimentale et modélisation du comportement des roches granulaires », Thèse de Doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 2000, 510p.
- [19] MOUNAJED G., HABIB N., « Exploitation du nouveau modèle Béton Numérique dans symphonie : Concept du modèle, homogénéisation des propriétés thermo-élastiques et simulation de l’endommagement thermique », Rapport interne CSTB (2002)
- [20] PROMPT N., « Etude du comportement thermomécanique des bétons réfractaires alumineux : Application à une rigole de haut fourneau », Thèse de Doctorat, Université Joseph Fourier de Grenoble, 2000, 260p
- [21] ROUSEFID M., « Etude du comportement thermomécanique de deux bétons réfractaires silico-alumineux : Application à une poche d’aciérie », Thèse de Doctorat, INP Grenoble, 2006, 272p.
- [22] PATTERSON M.S, « Experimental rock deformation-the brittle field », Berlin Heidelberg Newyork, Springer-verlag, 1978 p254.
- [23] VARDOULAKIS and al., “Continuum fracture mechanics of uniaxial compression on brittle materials”, *Int. J. Solids Structures*, Vol. 35, Nos 31-32, 1998 p 4313-4335, Elsevier Science Lid.
- [24] HARMUTH H., RIEDER K., KROBATH M., “Investigation of the non-linear behavior of ordinary ceramic refractory materials”, *Materials Science and Engineering* (1998) N°935 p178-182

- [25] DEDENTS P., LE DOUSSAL H., MEUNIER P., « Comportement thermomécanique de bétons réfractaires soumis à des contraintes de compression », L'industrie céramique et verrière, 1998, N°935 p178-182
- [26] MARZAGUI H., ROOSEFID M., CUTARD T. and al., “Room temperature mechanical behavior of two refractory castables”, Proceeding of the fourth International Symposium on Advances in Refractories for the Metallurgical Industries, Hamilton, Canada, August 2004, p645-659.
- [27] LEMAISTRE H., “Etude des propriétés thermomécaniques de divers réfractaires”, Thèse de Doctorat, INSA (France), 1998, 141p.
- [28] GANESH I., J.M.F. FERREIRA, “Influence of raw material type and of the overall chemical composition on phase formation and sintered microstructure of mullite aggregates”, Ceram. Int. 35 (2009) 2007-2015.
- [29] K.S. MADZIASNI, L.M. BROWN, “Synthesis and mechanical properties of stoichiometric aluminium silicate (mullite)”, J. Am. Ceram. Soc. 55 (11) (1972) 584-552.
- [30] M. DONDI, M. MARSIGLI, I. VENTURY, « Microstructure and mechanical properties of clays bricks : comparison between fast firing and traditional firing », Br. Ceram. Trans. 98 (I) (1999) 12-18.
- [31] M. LALITHAMBIKA, “Fireclay bricks from Kerala clays”, Interceramics 6 (1988) 17-19.
- [32] M.J. RIBEIRO, J.A. LABRINCHA, “Properties of sintered mullite and cordierite pressed bodies manufactured using Al-rich anodizing sludge”, Ceram. Int. 34 (2008) 593-597.

### **3. MODELISATION DU COMPORTEMENT THERMOMECHANIQUE DES REFRACTAIRES BSAA**

#### **Résumé**

Un modèle de comportement idéal devrait décrire un comportement elastoplastique avec endommagement aux basses et moyennes températures et dégénérerait en un comportement viscoplastique à haute température.

Ce modèle devrait en outre :

- Etre capable de décrire l'adoucissement du matériau,
- Comporter une variable interne qui intègre l'histoire thermique du matériau,
- Inclure un critère d'endommagement définissant un état d'endommagement critique.

Un tel modèle, s'il est facile à construire, nécessite un investissement considérable en temps avant d'être implanté dans un code de calcul par éléments finis.

Un modèle de comportement réaliste devrait contenir une variable interne qui renseigne sur l'état de dégradation ou d'endommagement du matériau.

Un panel de modèles dit endommageables, puisés dans la littérature ont été proposés dont le modèle d'élasticité couplé à l'endommagement de Mazars.

#### **Modèle de Mazars :**

- Le modèle de Mazars initialement conçu pour décrire le comportement mécanique du béton hydraulique à température ambiante, est proposé pour modéliser le comportement thermomécanique des briques réfractaires BSAA.
- Ce modèle permet de décrire avec une grande précision un comportement d'élasticité couplé à l'endommagement isotrope avec dissymétrie entre traction et compression.
- La sollicitation à considérer, suppose l'existence d'extensions dans au moins une direction principale.
- Il ne prend pas en compte les déformations permanentes.
- C'est un modèle isotrope, basé sur un critère de déformation équivalente, facile à identifier et comportant un nombre réduit de paramètres.
- L'identification du modèle de Mazars à haute température implique tout d'abord la détermination des paramètres d'ajustement, au nombre de six :  $K_{tr01}$ ,  $A_{tra1}$ ,  $A_{com1}$ ,  $B_{tra1}$ ,  $B_{com1}$  et  $\beta_{tr1}$ .
- Les valeurs initiales des coefficients ( $K_{tr01}$ ,  $A_{tra1}$ ,  $A_{com1}$ ,  $B_{tra1}$ ,  $B_{com1}$  et  $\beta_{tr1}$ ) ont été extraites d'une étude réalisée sur la modélisation des bétons à haute température (Roosefid 2006).

- L'étude paramétrique n'a montré aucune influence des paramètres d'ajustement  $K_{tr01}$ ,  $A_{tra1}$ ,  $B_{tra1}$ , et  $\beta_{a1}$ . En revanche, l'effet des paramètres  $A_c$  et  $B_c$  est nettement évident aux différentes températures.
- La valeur du coefficient de Poisson  $\nu$  retenue est constante et est égale à 0,24 [d'après J-M Haussonne et al 2005].

## **Introduction**

Jusqu'à ces dernières années, les modèles mathématiques pour décrire le comportement global des réfractaires étaient pratiquement inexistant [1]. Aujourd'hui la prise de conscience de l'intérêt de tels modèles devient de plus en plus importante. Le choix et la conception des garnissages réfractaires ne se font plus uniquement par l'expérience mais on cherche, au contraire, à prédire avec fiabilité leur comportement et leur tenue en service.

Les travaux de recherche dans ce domaine sont peu avancés car ils demandent un investissement important en temps et en argent. En effet, le comportement fortement non linéaire des matériaux ainsi que l'évolution de leur structure avec la température rend les calculs complexes, longs et coûteux.

Les données expérimentales pour pouvoir décrire correctement le comportement thermomécanique des céramiques réfractaires manquent cruellement. Ceci explique naturellement la rareté des modèles développés pour décrire leur comportement. Cet état de fait nous a conduits à nous intéresser au béton hydraulique. Ce matériau à la structure quasi-similaire à celle des céramiques, en particulier les bétons et les céramiques réfractaires traditionnelles, présente également un mode d'endommagement et de rupture pratiquement identique, en particulier à température ambiante [2, 3, 4].

C'est donc tout naturellement que nous nous inspirons des modèles numériques dédiés à l'étude du comportement du béton hydraulique pour prédire le comportement thermomécanique des céramiques réfractaires silico-alumineuses frittées (BSAA).

Mais avant de présenter, de façon un peu plus exhaustive, les différents modèles susceptibles de décrire au mieux le comportement des briques réfractaires BSAA, rappelons au préalable le comportement des matériaux de la famille des céramiques dites traditionnelles vis-à-vis des sollicitations mécaniques (chap. 1), leurs modes de rupture et d'endommagement en liaison avec leur environnement de service, pour mieux justifier nos choix quand aux modèles numériques proposés.

### **3.1. Mécanismes de rupture des céramiques**

#### **3.1.1. Mécanismes de rupture à basse et moyenne températures**

Le comportement mécanique des céramiques et des bétons est assez différent des métaux et des verres. Dans le cas des verres, qui sont amorphes, la rupture est fragile et se produit le plus souvent depuis un défaut superficiel (ex. rayure, petit impact) et se propage perpendiculairement à la direction de la plus grande contrainte principale positive. Donc la rupture fragile des verres consiste en un amorçage sur un défaut superficiel suivi de la propagation d'une fissure principale jusqu'à la rupture. En revanche, les céramiques et en particulier les céramiques frittées sont très hétérogènes et contiennent de nombreuses

microfissures entre les divers constituants. Aussi, lorsque le matériau est sollicité en traction, de nombreuses fissures sont sollicitées simultanément, **l'endommagement est plus diffus**. La céramique (réfractaires, béton etc.) **se fragmente plutôt que de présenter des ruptures franches**.

En outre, les fissures peuvent se développer dans des plans d'orientation diverses lorsque la sollicitation est multiaxiale et pas seulement dans le plan normal à la direction de contrainte principale positive maximale.

On distingue clairement la phase d'endommagement diffus de la phase d'endommagement localisé dans un essai réalisé sur un matériau quasi-fragile comme du béton par exemple.

Dans la phase d'endommagement localisé (propagation d'une fissure principale), l'effort appliqué sur une éprouvette de traction diminue lorsque le déplacement des mors de la machine augmente. En revanche, dans la phase d'endommagement diffus, l'effort reste croissant même si la pente de la courbe contrainte- déformation est décroissante.

Lors de la phase d'endommagement diffus, si l'on effectue des cycles de charge-décharge, on peut observer la chute du module d'élasticité du matériau et en déduire ainsi à travers la théorie de Kachanov l'évolution de l'endommagement avec le niveau de contrainte appliqué [5].

### 3.1.2. Mécanismes de rupture à haute température

La variation des propriétés mécaniques avec la température est le principal obstacle limitant l'utilisation des céramiques. Dans le cas de **chocs thermiques**, des contraintes sont générées au sein de la céramique.

A température élevée, c'est à dire supérieure à la moitié de la température absolue de fusion, les céramiques peuvent présenter des endommagements de type visco-élasto-plastique (**fluage**) [6].

Les paramètres de résistance mécanique varient en fonction de la température.

Une élévation de la température diminue la rigidité des liaisons atomiques à cause de la dilatation thermique.

Au-delà de 800 à 1000°C, les propriétés mécaniques sont liées à la tenue des phases intergranulaires vitreuses ou mal cristallisées dans les poly cristaux. En effet, les compositions de ces phases secondaires correspondent à des eutectiques à basse température de fusion dont le comportement élastique à température ambiante est rapidement remplacé par un comportement de type visqueux à haute température [6, 7].

Les céramiques présentant une phase vitreuse ségréguée aux joints des grains voient leur contrainte à la rupture et leur **ténacité** décroître rapidement à partir de 800°C, effet renforcé par l'augmentation de la taille des défauts et la taille des grains.

Au contraire, les céramiques sans phase vitreuse voient leurs caractéristiques mécaniques se maintenir jusqu'à 1200 voire 1400°C. La chute des propriétés mécaniques est alors liée à la constitution d'une phase amorphe par oxydation des impuretés métalliques contenues dans les joints de grains [8, 9].

Les **contraintes thermiques internes** sur un matériau réfractaire peuvent être deux sortes [6]:

- formation d'un gradient thermique dû à une chauffe qui n'est pas homogène dans tout le matériau,

- variations rapides de température entraînant des modifications importantes dans le gradient thermique. C'est le **choc thermique**.

Quand la céramique est chauffée, elle est en compression, alors que quand elle est refroidie, elle est en traction. Les matériaux étant beaucoup moins résistants aux efforts de traction qu'aux efforts de compression, les ruptures ont lieu pendant le refroidissement. Les contraintes dans le matériau sont liées au **coefficient de dilatation**, au **module d'élasticité** et à la diffusivité thermique [6, 10].

Les défauts responsables de la fragilité des matériaux céramiques sont les défauts macroscopiques comme la porosité et les défauts de surface, et microscopiques comme les dislocations, les lacunes, les atomes interstitiels et leurs interactions.

La porosité réduit la **résistance mécanique**. Les pores étant des concentrateurs de tension, les meilleurs matériaux, du point de vue mécanique, sont ceux qui sont complètement denses. Le contraire a lieu pour la résistance au **choc thermique**.

La dimension des grains est un autre facteur très important pour la résistance mécanique.

Une diminution entraîne une augmentation de la résistance à la rupture.

L'état de surface des pièces a une importance sur la **résistance mécanique**. Tout dommage en surface abaisse la résistance mécanique et la résistance due au choc thermique. La **vitrification** des surfaces est importante (sauf pour les **réfractaires**) pour atteindre une densité plus élevée et pour empêcher les dislocations de continuer leur mouvement jusqu'à la surface. Il faut que la substance vitreuse ait toujours un **coefficient de dilatation thermique** inférieur à celui du matériau céramique, de sorte que tout changement de température amène à un état de sollicitation en compression et non en traction.

Les céramiques sont principalement caractérisées par deux **mécanismes de rupture** : le **clivage** et le **fluage**.

Dans les deux cas, la rupture affecte soit les grains (rupture transgranulaire), soit les joints de grains (rupture inter granulaire).

Le fluage est l'allongement irréversible, au cours du temps, d'un matériau soumis à un effort constant. Le clivage est la création de fissures et leur propagation jusqu'à rupture.

Le domaine de la rupture par **fluage** n'intervient qu'à haute température (typiquement  $T > 1300^{\circ}\text{C}$ ). Il peut soit être diffusionnel (la rupture intervient par fissuration inter granulaire), soit entraîner une ductilité notable aux plus hautes températures (supérieures à  $0,9T_f$ ) et des contraintes importantes (la rupture est de type transgranulaire) [11].

### **3.2. Approches possibles pour la modélisation du comportement thermomécanique des céramiques réfractaires**

On a vu que selon les cas, l'endommagement conduisant à la rupture était soit diffus (avec ou sans déformation plastique) soit très localisé. Ces deux catégories sont associées à des modélisations très différentes.

**Lorsque l'endommagement est localisé**, la rupture s'initie généralement sur un défaut, plus sévère que les autres. Les contraintes à rupture sont alors distribuées statistiquement selon la

nocivité des défauts contenus par les éprouvettes. Il faut alors traiter la rupture à travers une approche statistique [**Analyse de WEIBULL**].

**Lorsque l'endommagement est diffus**, la rupture se produit par coalescence de microfissures ou de cavités, **que le comportement du matériau soit élastoplastique (cas des métaux) ou reste élastique (cas des céramiques qui se fragmentent)**. Dans ce cas, les contraintes à rupture sont moins dispersées car c'est l'interaction de l'ensemble des défauts qui conduit à la rupture. D'autre part, **l'endommagement est progressif et diffus, ce qui permet d'utiliser une théorie d'endommagement fondée sur les concepts de la mécanique des milieux continus**.

Enfin dans de nombreux cas, un même matériau peut présenter une transition entre un comportement ductile ou fragile en fonction de la vitesse de sollicitation ou en **fonction de la température**.

### 3.2.1. Endommagement localisé- rupture fragile- théorie du maillon faible

Pour qu'une fissure conduise à la rupture il faut d'une part créer cette fissure à partir d'un défaut puisque la fissure se propage.

Il existe une contrainte seuil pour la nucléation d'une fissure sur un défaut (fragmentation d'une inclusion, décohésion de l'interface inclusion matrice, micro-plasticité conduisant à la formation d'une cavité sur un joint de grain etc....).

Puis, schématiquement, si le facteur d'intensité des contraintes  $K_I$  de la fissure qui vient d'être nucléée atteint  $K_{IC}$  le facteur d'intensité des contraintes critiques alors la fissure se propage instantanément de manière instable jusqu'à la rupture. Si  $K_{IC}$  est très faible, soit du fait de la nature du matériau, soit du fait de la dimension des défauts qu'il contient, la rupture se produira donc à partir du premier défaut sur lequel est apparue une fissure. Ce défaut pourra être considéré comme le maillon faible du matériau.

En revanche, si le seuil nucléation de la fissure est tel que le facteur d'intensité des contraintes reste bien inférieur à  $K_{IC}$ , la fissure ne conduira pas immédiatement à la rupture, elle pourra se déformer, si le comportement du matériau est essentiellement élastique, tandis que d'autres fissures se développent ailleurs dans le matériau sur d'autres défauts. Dans ce cas, même si l'on rompt un maillon, la pièce n'est pas complètement rompue et la théorie du maillon faible ne s'applique pas.

La compétition entre le seuil de nucléation et le seuil de propagation instable de la fissure permet d'expliquer les transitions d'un endommagement diffus vers un endommagement localisé lorsqu'on augmente la vitesse de déformation ou lorsqu'on abaisse la température.

Vers 1920, **Griffith** fut le premier à proposer une théorie permettant d'expliquer la propagation instable d'une fissure.

En appliquant les principes de la mécanique linéaire de la rupture, l'expression du taux de variation de l'énergie élastique par unité d'extension d'aire de fissure se calcule facilement en fonction du facteur d'intensité des contraintes :

- En contraintes planes,

$$G = \frac{K_I^2}{E} \quad (3.1)$$

- En déformation plane,

$$G = \frac{(1-\nu^2)}{E} \quad (3.2)$$

Ainsi, la ténacité  $K_{IC}$ , correspond au facteur d'intensité des contraintes au-delà duquel la fissure se propage de manière instable et s'exprime de la façon suivante en fonction du taux d'énergie de création de surface  $\gamma_s$ :

- En contrainte plane,

$$K_{IC} = \sqrt{2E\gamma_s} \quad (3.3)$$

- En déformation plane,

$$K_{IC} = \sqrt{\frac{2E}{(1-\nu^2)}} \sqrt{\gamma_s} \quad (3.4)$$

### Théorie du maillon faible : statistique de Weibull

De façon très succincte, WEIBULL considère que la résistance à la rupture (fragile) d'une pièce céramique dépend directement de la **distribution des défauts contenus dans le matériau**.

L'analyse semi empirique de weibull (théorie du maillon le plus faible) propose de définir une **probabilité de rupture de  $p_R$**  d'un échantillon de volume  $V$  soumis à une contrainte de traction uniforme  $\sigma$  au moyen de l'expression analytique suivante :

$$P_R(V, \sigma) = 1 - \exp \left[ -V \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (3.5)$$

Où les paramètres de weibull  $m$  et  $\sigma_0$  sont des constantes pouvant être déterminées expérimentalement. La probabilité de survie de ce même échantillon est donc  $p_s = 1 - p_R$ . Pour  $\sigma=0$ , tous les échantillons survivent et  $p_R = 0$ . Lorsque la contrainte appliquée croit, de plus en plus d'échantillons se rompent et  $p_R$  augmente. Pour les contraintes très élevées, tous les échantillons sont susceptibles de se rompre et  $p_R$  tend vers 1. Enfin, la contrainte moyenne  $\sigma$  d'un lot de pièces correspond à une probabilité de rupture de 50 % ( $p_R=0.5$ ).

### **3.2.2. Endommagement diffus, théorie de Kachanov [5]**

La théorie du maillon faible s'applique bien lorsqu'un unique défaut suffit à provoquer la rupture de la pièce. Mais lorsque la rupture se produit par croissance de cavités lors de la rupture ductile d'un métal ou par la coalescence de nombreuses petites fissures lors de la rupture d'une céramique, les défauts doivent interagir pour pouvoir conduire à la rupture.

La mécanique élastique linéaire de la rupture permet de déterminer les facteurs d'intensité des contraintes fissures qui interagissent entre elles. Si l'on considère par exemple le cas de fissures périodiquement espacées sur un même plan, le facteur d'intensité des contraintes est connu et s'écrit comme suit :

$$K_I^{\text{périodique}} = \sigma \sqrt{w \tan \frac{\pi}{2} \frac{2a}{w}} \quad (3.6)$$

Tandis que celui d'une fissure de même longueur mais isolée dans un milieu infini s'écrit :

$$K_I^{\text{isolée}} = \sigma \sqrt{\pi a} \quad (3.7)$$

On peut remarquer que le facteur d'intensité des contraintes d'une fissure dans le réseau tend vers l'infini quand  $D=2a/w$  tend vers 1 et vers zéro quand  $D$  tend vers zéro.

On peut se donner aussi une approximation du facteur d'intensité des contraintes qui tend également vers l'infini lorsque  $D$  tend vers 1 et vers zéro lorsque  $D$  tend vers zéro :

$$K_I^{\text{approx}} = \frac{\sigma}{1-D} \sqrt{\pi a} = \sigma_{\text{eff}} \sqrt{\pi a} \quad (3.8)$$

Ainsi une fissure dans un milieu endommagé (réseau de fissure) soumis à une contrainte  $\sigma$  se comporte en première approximation comme une fissure dans un milieu sain soumis à une contrainte effective :

$$\sigma_{\text{eff}} = \sigma / (1 - D) \quad (3.9)$$

### 3.3. Sur la validité de la mécanique linéaire élastique de la rupture dans la modélisation du comportement mécanique des céramiques

La Mécanique Linéaire Élastique de la Rupture définit les paramètres pour les quels il y'a propagation de la fissure. L'approche de Griffith est basée sur un critère énergétique (paramètre de résistance à la fissuration  $R$ ), alors que celle d'Erwin repose sur le facteur d'intensité de contrainte (paramètre critique  $K_{IC}$ ).

Le problème de la théorie de la MELR repose sur le fait que les contraintes en fond de fissure sont infinies. En pratique, une contrainte limite est généralement atteinte, d'où la naissance d'une faible zone non linéaire en fond d'entaille. Pour des matériaux purement fragiles, la taille de cette zone est relativement faible par rapport à la taille de la structure et le champ de contrainte est assez bien décrit. Mais dans le cas des matériaux quasi-fragiles, la taille de la zone non linéaire devient beaucoup plus importante, **la théorie standard de la MLER n'est plus valable.**

De nouvelles approches sont alors proposées pour incorporer des effets non linéaires à la théorie classique de la MLER.

Parmi ces approches :

- Le modèle de Dugdale-Barenblatt, initialement établi pour les métaux, considère qu'une zone plastique va se former en avant de la fissure.

Cette correction n'est valable que dans le cas de zones plastiques de faible taille.

- Le concept de courbe  $R : C$  est le concept de résistance à la propagation de fissure appelé  $R$ . Pour les matériaux céramiques frittés, l'augmentation de résistance à la propagation de fissure est due à la présence de renforts ou à l'existence de transformations de phases.

Pour les matériaux réfractaires, la propagation stable de la fissure est rendue possible par la présence d'une zone micro fissurée en avant de la microfissure.

Cette zone peut atteindre plusieurs centimètres pour les réfractaires. En conséquence, à moins d'utiliser des éprouvettes de très grandes dimensions, on ne peut pas se placer dans le cadre de la MLER.

Le comportement mécanique des matériaux hétérogènes quasi-fragiles peut être décrit à différents niveaux : microscopique, mésoscopique et macroscopique.

La description macroscopique est préférée par rapport aux descriptions micro et mésoscopique (même si ces dernières donnent une meilleure description du matériau) grâce à

sa simplicité d'expression et la possibilité de l'exploiter dans un code d'éléments finis basée sur une description continue du milieu.

Au niveau macroscopique donc, le matériau est décrit par un milieu continu à travers une relation contrainte-déformation macroscopique sans relation clairement définie avec la microstructure.

### 3.3.1. Présentation des différents modèles de rupture (quasi-fragile)

Les modèles que nous allons présenter ci-dessous peuvent s'adapter aux bétons du génie civil, aux bétons réfractaires, aux réfractaires en général et à tout autre matériau dont le comportement, régi par la fissuration, est fortement non linéaire. Ces matériaux présentent une courbe contrainte-déformation non linéaire avec des déformations irréversibles après décharge et un adoucissement après le pic maximal de la force. La déformation augmente alors que la contrainte diminue. La rupture n'est plus brutale.

Ces différents modèles sont succinctement:

#### a) Le modèle de fissuration discrète

La fissure est considérée comme une discontinuité généralement entourée d'une zone microfissure appelée Fracture Process Zone (FPZ). Hiller Borg a été le premier à considérer une telle approche dans son modèle de fissure fictive.

#### b) Le concept de fissuration répartie

Issu de la mécanique des milieux continus ou l'état de fissuration est décrit par **une variable interne traduisant l'endommagement**, ce concept considère le béton fissuré comme un milieu continu. Ces modèles ont été introduits pour décrire la dégradation progressive des propriétés mécaniques du matériau du à la formation et au développement des défauts.

Pour un endommagement isotrope, seul le module d'Young décroît lors de l'endommagement. On peut alors décrire l'endommagement avec un seul scalaire. Pour décrire l'endommagement anisotrope, il est nécessaire d'introduire des tenseurs d'ordre supérieur. Les divers paramètres introduits sont souvent liés à l'expérience, notamment à l'observation d'une diminution du module d'Young lors de cycles de charge décharge.

#### c) Les modèles treillis

Modèles plus récents, leur particularité est de décrire le passage micro-macro pour prédire et suivre le chemin d'une macrofissure. Le milieu continu est remplacé par un modèle treillis constitués de divers éléments (barres ou poutres). Ces modèles sont devenus populaires pour expliquer les processus de rupture au sein du béton.

Une distinction importante doit être faite entre les modèles décrivant l'endommagement comme un phénomène localisé et ceux le décrivant comme un phénomène diffus. Le choix entre les deux approches s'effectue en fonction des caractéristiques du matériau et de la taille

de la structure. D'un point de vue du matériau, il est certain que l'endommagement débute de manière diffuse pour se localiser ensuite.

D'un point de vue numérique, le choix entre un endommagement diffus ou localisé résulte de diverses approches. La méthode la plus courante pour effectuer une analyse numérique est la méthode des éléments finis dans laquelle les variables comme la température ou les déplacements sont décrits comme des variables continues. Le choix d'un modèle décrivant l'endommagement comme diffus est alors judicieux compte tenu des phénomènes observés. Les modèles de rupture basés sur les facteurs d'intensité de contrainte et le concept de courbe R, sont valables uniquement pour une géométrie standard d'éprouvette.

### 3.4. Modèles basés sur la mécanique de l'endommagement

#### 3.4.1. Présentation de la mécanique de l'endommagement

La mécanique de l'endommagement a connu un développement récent [5]. Elle est fondée sur l'idée que les défauts discrets apparaissant dans le matériau sous charge (fissures, lacunes, ouverture de porosité) peuvent être intégrés de manière continue dans le comportement macroscopique du matériau endommagé. Au départ, KACHANOV a proposé une variable de champ scalaire, la continuité  $\psi$ , pour décrire l'état du matériau :

$\Psi = 1$  implique que le matériau est intact et  $\psi = 0$  qu'il est ruiné. Par la suite c'est l'endommagement  $D = 1 - \Psi$ , qui est employé.

##### a) La contrainte effective

Le concept de contrainte effective postule qu'au cours d'un essai de traction dans la direction  $\vec{n}$ , seule une fraction  $\hat{S}$  de la section initiale de l'éprouvette, la section effective, résiste à la sollicitation. La contrainte effective  $\hat{\sigma}$  est la contrainte rapportée à la section  $\hat{S}$ . La section effective dépend de l'orientation de la sollicitation de traction on  $\vec{n}$  par rapport au matériau. L'endommagement  $D$  dépend de  $\vec{n}$ , c'est donc une quantité tensorielle. Si on suppose que l'endommagement est isotrope, alors  $D$  se réduit à une quantité scalaire. KACHANOV a proposé de décrire la contrainte effective par :

$$\hat{\sigma} = \frac{\sigma}{1-D} \quad (3.10)$$

$D$ , la variable d'endommagement scalaire est nulle pour un matériau vierge et progresse au fur et à mesure que se créent des microfissures jusqu'à atteindre sa valeur critique  $D_c$ , proche de 1.

##### b) Equivalence en déformation

Celle-ci traduit le fait que la loi de comportement du matériau endommagé a même écriture formelle que celle du matériau intact :  $\underline{\underline{\varepsilon}} = F(\underline{\underline{\sigma}})$ , la contrainte  $\underline{\underline{\sigma}}$  étant remplacée par la contrainte effective  $\underline{\underline{\hat{\sigma}}}$  donnée par l'équation (3.10) :  $\underline{\underline{\varepsilon}} = F(\underline{\underline{\hat{\sigma}}})$ .

En élasticité à une dimension, pour un matériau intact,

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E} \quad (3.11)$$

Pour un matériau endommagé, cette relation devient :

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E(1-D)} \quad (3.12)$$

La comparaison du module du matériau intact  $E$  et de celui du matériau endommagé  $\hat{E}$  fournit une mesure de l'endommagement :

$$\hat{E} = E(1 - D) \Leftrightarrow D = 1 - \frac{\hat{E}}{E} \quad (3.13)$$

Dans le cas général de l'élasticité, on a pour le matériau endommagé la loi de comportement suivante :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}^e = \frac{1+\nu}{E} \frac{\underline{\underline{\sigma}}}{(1-D)} - \frac{\nu}{E} \frac{\text{tr}\underline{\underline{\sigma}}}{(1-D)} \underline{\underline{I}} \quad (3.14)$$

Rappelons que la loi ci-dessus est valable dans le cas où l'endommagement est une variable scalaire, ce qui le définit implicitement comme un processus isotrope.

Pour prendre en compte le caractère anisotrope de l'endommagement,  $D$  est remplacé par un tenseur endommagement  $\underline{\underline{D}}$ . L'équation (3.10) devient :

$$\underline{\underline{\hat{\sigma}}} = M(\underline{\underline{D}}); \underline{\underline{\sigma}} \quad (3.15)$$

$M(\underline{\underline{D}})$  est un tenseur d'ordre 4. L'écriture sous forme tensorielle permet de prendre en compte le caractère anisotrope de l'endommagement [12]

### 3.4.2. Modèle d'élasticité couplée à l'endommagement : MAZARS

Le modèle de MAZARS a été l'un des modèles d'endommagement décrivant le comportement du béton [13]. Voici les principales hypothèses fondant ce modèle :

- 1) Ce modèle repose sur l'élasticité couplée à l'endommagement. L'endommagement modifie le comportement élastique.
- 2) Pas de déformations permanentes.
- 3) L'endommagement est isotrope, la variable  $D$  est un scalaire.

- 4) On se place dans le cadre de l'hyper élasticité : les lois d'état découlent d'un potentiel, l'énergie libre  $\psi(\underline{\underline{\varepsilon}}, D)$  posé sous la forme :

$$\rho\Psi = \frac{1}{2}(1 - D)\underline{\underline{\Delta}}:\underline{\underline{\varepsilon}}:\underline{\underline{\varepsilon}} \quad (3.16)$$

$\underline{\underline{\Delta}}$  étant l'opérateur d'élasticité.

$$\underline{\underline{\sigma}} = \rho \frac{\partial\Psi}{\partial\underline{\underline{\varepsilon}}} = (1 - D)\underline{\underline{\Delta}}:\underline{\underline{\varepsilon}} \quad (3.17)$$

$$\underline{\underline{Y}} = \rho \frac{\partial\Psi}{\partial D} = -\frac{1}{2}\underline{\underline{\Delta}}:\underline{\underline{\varepsilon}}:\underline{\underline{\varepsilon}} \quad (3.18)$$

$\underline{\underline{Y}}$ , le taux de restitution d'énergie, est la variable thermodynamique associée à l'endommagement.

- 5) Ce modèle est basé sur un critère en déformation : l'endommagement débute lorsque les déformations d'extensions (déformations positives) atteignent une surface seuil. Pour cela on introduit une déformation équivalente définie par :

$$\tilde{\varepsilon} = \sqrt{\langle\varepsilon_1\rangle_+^2 + \langle\varepsilon_2\rangle_+^2 + \langle\varepsilon_3\rangle_+^2} \quad (3.19)$$

$$\begin{aligned} \text{avec : } \langle\varepsilon_i\rangle_+ &= \varepsilon_i \text{ si } \varepsilon_i \geq 0 \\ \langle\varepsilon_i\rangle_+ &= 0 \text{ si } \varepsilon_i < 0 \end{aligned}$$

La déformation équivalente prend les valeurs particulières suivantes :

- En traction dans la direction  $i$ ,

$$\tilde{\varepsilon} = \varepsilon_i \quad (3.20)$$

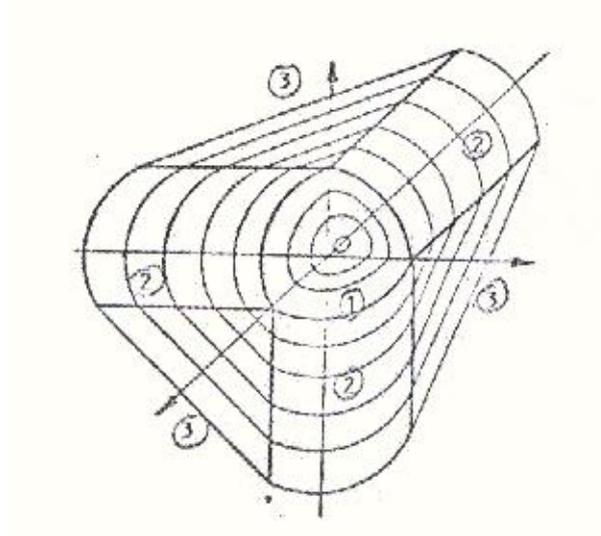
- En compression dans la direction 1,  $\varepsilon_2 = \varepsilon_3 = -\nu\varepsilon_1$  et  $\varepsilon_1 < 0$  d'où

$$\tilde{\varepsilon} = -\gamma\varepsilon_1\sqrt{2} \quad (3.21)$$

L'endommagement débute lorsque la déformation équivalente atteint une certaine valeur fonction de l'endommagement  $K(D)$  donc si la condition (3.22) est respectée:

$$f(\varepsilon, D) = \tilde{\varepsilon} - K(D) = 0 \quad (3.22)$$

La surface seuil est représentée sur la figure 3.1 dans l'espace des déformations. Elle est convexe et contient l'origine. Le seuil d'endommagement pour un matériau vierge est noté :  $K(0) = \varepsilon d_0$ . La surface est une sphère dans l'espace des tri tensions (1), un quart de cylindre dans les bi tensions (2), et un plan dans les mono tensions (3). Elle ne se referme pas du coté des compressions.



**Fig.3.1. Surface seuil d'endommagement dans le modèle de MAZARS**

Tant que  $f(\varepsilon, K) = \tilde{\varepsilon} - K(D) < 0$  le matériau est élastique, et  $d\sigma = d\sigma^e$ .

Pour  $f(\varepsilon, K) = \tilde{\varepsilon} - K(D) = 0$ , on réalise une partition deux incréments de contraintes (fig.3.2) :

$$d\sigma = d\sigma^e - d\sigma^d \quad (3.23)$$

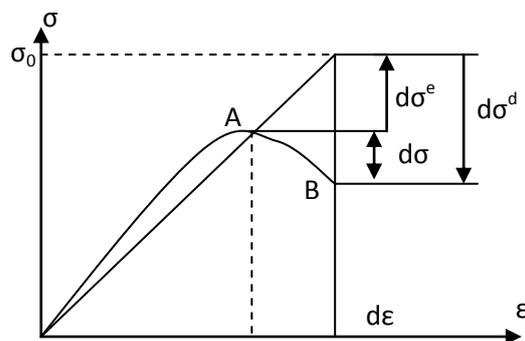
Le premier terme, incréments de contrainte élastique est calculé d'après les propriétés actuelles du matériau. L'incrément d'endommagement est la chute de contrainte provoquée par la baisse de rigidité du matériau (fig. 3.2).

Exprimons l'incrément de contrainte (3.23) en fonction du tenseur d'élasticité initial  $\Delta_{ijkl}$  et de l'endommagement :

$$d\sigma_{ij} = \Delta_{ijkl} (1 - D) d\varepsilon_{kl} - \Delta_{ijkl} \varepsilon_{kl} dD \quad (3.24)$$

Dans cette expression, on isole  $\sigma_0$ , la contrainte que l'on obtiendrait si le matériau était sain :

$$(\sigma_{ij})_0 = \Delta_{ijkl} \varepsilon_{kl} \quad (3.25)$$



**Fig. 3.2. Calcul de l'incrément de contrainte dans le modèle de MAZARS**

La combinaison des équations (3.23), (3.24) et (3.25) donne une valeur de l'incrément de contrainte d'endommagement :

$$d\sigma_{ij}^d = (\sigma_{ij})_0 dD \equiv \dot{\sigma}_{ij}^d = (\sigma_{ij})_0 \dot{D} \quad (3.26)$$

- Tentative de formulation de l'incrément de contrainte dans le cadre des matériaux standard généralisés

Si l'on se place dans le cadre des matériaux standard généralisés, la loi d'évolution de l'incrément de contrainte s'écrit, dans le repère principal :

$$\dot{\sigma}_i^d = \dot{\lambda}_D \frac{\partial f}{\partial \varepsilon_i} = \dot{\lambda}_D \frac{\partial f}{\partial \tilde{\varepsilon}} \frac{\partial \tilde{\varepsilon}}{\partial \varepsilon_i} \quad (3.27)$$

Avec (3.26) et (3.27), on obtient :

$$\dot{\sigma}_i^d = \frac{\dot{\lambda}_D}{\tilde{\varepsilon}} \langle \varepsilon_i \rangle_+ \quad (3.28)$$

Elevons (3.28) au carré et, en sommant sur les composantes  $i$ , il vient :

$$\sum (\dot{\sigma}_i^d)^2 = \frac{(\dot{\lambda}_D)^2}{\tilde{\varepsilon}^2} \sum_i \langle \varepsilon_i \rangle_+^2 = \frac{(\dot{\lambda}_D)^2}{\tilde{\varepsilon}^2} \tilde{\varepsilon}^2 = (\dot{\lambda}_D)^2 \quad (3.29)$$

Cette expression fournit la valeur de  $\dot{\lambda}_D$  :

$$\dot{\lambda}_D = \sqrt{\sum_i (\dot{\sigma}_i^d)^2} = \sqrt{\text{tr}(\dot{\sigma}^d)^2} \quad (3.30)$$

En incorporant l'équation (3.26) dans l'expression ci-dessus, on obtient  $\dot{D}$  :

$$\dot{\lambda}_D = \dot{D} \sqrt{\text{tr}(\sigma)_0^2} \Leftrightarrow \dot{D} = \frac{\dot{\lambda}_D}{\sqrt{\text{tr}(\sigma)_0^2}} \quad (3.31)$$

$$\text{Si } df=0 \Leftrightarrow \frac{\partial f}{\partial \tilde{\varepsilon}} d\tilde{\varepsilon} - \frac{\partial f}{\partial D} dD = 0 \Leftrightarrow \dot{\tilde{\varepsilon}} - \frac{\partial K(D)}{\partial D} \dot{D} = 0 \quad (3.32)$$

En posant  $M = \frac{\partial K}{\partial D}$  et en reprenant (3.31), il vient :

$$\dot{\tilde{\varepsilon}} - M \frac{\dot{\lambda}_D}{\sqrt{\text{tr}(\sigma)_0^2}} = 0 \Leftrightarrow \dot{\lambda}_D = \frac{1}{M} \sqrt{\text{tr}(\sigma)_0^2} \dot{\tilde{\varepsilon}} \quad (3.33)$$

En injectant l'expression de  $\dot{\lambda}_D$  ainsi obtenue dans l'équation (3.33), on définit l'incrément de contrainte d'endommagement :

$$\dot{\sigma}_i^d = \frac{1}{M} \sqrt{\text{tr}(\underline{\sigma})_0^2} \frac{\langle \dot{\tilde{\varepsilon}} \rangle_+}{\tilde{\varepsilon}} \langle \varepsilon_i \rangle_+ \quad (3.34)$$

Cet incrément est nul si  $f < 0$  ou encore si  $f = 0$  et  $df < 0$ .

Le formalisme présenté ci-dessus présente un défaut majeur : il ne prévoit pas d'endommagement dans la direction de compression sous chargement de compression puisque la déformation dans cette direction est négative. Ceci est contraire aux observations expérimentales. C'est pourquoi l'on préfère se placer dans un formalisme non standard comme explicité à la suite.

- Formulation de l'incrément de contrainte dans le cadre des matériaux non standard

La forme (3.34) est remplacée par l'expression :

$$\dot{\sigma}_{ij}^d = g_{ij} \langle \dot{\tilde{\epsilon}} \rangle_+ \quad (3.35)$$

afin d'adapter la définition du taux de contrainte à la spécificité du béton. Le modèle se situe donc dans le cadre des matériaux non standard. La forme choisie pour  $g_{ij}$  est :

$g_{ij} = (\sigma_{ij})_0 F(\tilde{\epsilon})$ , ou  $F$  est une fonction continue positive. On obtient l'expression suivante pour l'incrément de contrainte d'endommagement :

$$\dot{\sigma}_{ij}^d = (\sigma_{ij})_0 F(\tilde{\epsilon}) \langle \dot{\tilde{\epsilon}} \rangle_+ \quad (3.36)$$

Combinant cette expression à l'équation (3.31), le taux d'endommagement s'écrit :

$$\dot{D} = F(\tilde{\epsilon}) \langle \dot{\tilde{\epsilon}} \rangle_+ \quad (3.37)$$

La fonction  $F$  peut être déduite par intégration de la courbe  $D(\epsilon)$ .

Prise en compte de la différence entre traction et compression :

La définition de la surface de charge (0) implique que l'endommagement débute à des niveaux de déformation différents suivant que l'on soit en traction ou en compression. D'autre part, deux modes d'endommagement coexistent au sein du matériau, l'un en traction  $D_T$  et l'autre en compression  $D_C$ . En traction, les extensions se produisent dans la direction de sollicitation, l'endommagement est « direct ». Ce n'est pas le cas en compression, il est transmis. L'endommagement total est décrit par l'intermédiaire du coefficient  $\alpha_t$  compris entre 0 (compression) et 1 (traction) :

$$D = \alpha_T D_T + (1 - \alpha_T) D_C \quad (3.38)$$

Le coefficient  $\alpha_T$  est une fonction des déformations positives générées par traction et par compression.

$$\alpha_T = \sum \frac{H_i \epsilon_{Ti} + (\epsilon_{Ti} + \epsilon_{Ci})}{\tilde{\epsilon}^2} \quad (3.39)$$

$H_i = 0$  si  $\epsilon_{ti} \leq 0$ ,  $H_i = 1$  dans le cas contraire.

$\epsilon_{ti}$  est la déformation créée par les contraintes positives.

$\epsilon_{ci}$  est la déformation créée par les contraintes négatives.

La définition des évolutions des déformations générées par les yeux types d'endommagement requiert une hypothèse complémentaire : **le chargement est radial.**

### Lois d'évolution retenues

Les courbes de traction et de compression fournissent les valeurs des coefficients décrivant l'évolution de l'endommagement.

- En compression

Nous avons précisé ci-dessus la valeur de la déformation équivalente en compression :

$$\tilde{\varepsilon}_M = -v\varepsilon_1\sqrt{2} \quad (3.40)$$

La loi de comportement est la suivante :

- Pour  $\tilde{\varepsilon}_M = -v\varepsilon_1\sqrt{2} < \varepsilon_{d0}$ , le comportement est élastique et  $\sigma_1 = E_0\varepsilon_1$ .
- Dès que  $\tilde{\varepsilon}_M \geq \varepsilon_{d0}$ , le matériau s'endommage et MAZARS suppose que l'évolution de l'endommagement est donnée par l'équation (3.41) :

$$D_c = 1 - \frac{\varepsilon_{d0}(1-A_c)}{\tilde{\varepsilon}_M} - \frac{A_c}{\exp [B_c(\tilde{\varepsilon}_M - \varepsilon_{d0})]} \quad (3.41)$$

Ce qui entraîne la relation contrainte-déformation (3.42) :

$$\sigma_1 = E_0 \left[ \frac{\varepsilon_{d0}(1-A_c)}{-v\sqrt{2}} + \frac{A_c\varepsilon_1}{\exp [B_c(-v\varepsilon_1\sqrt{2} - \varepsilon_{d0})]} \right] \quad (3.42)$$

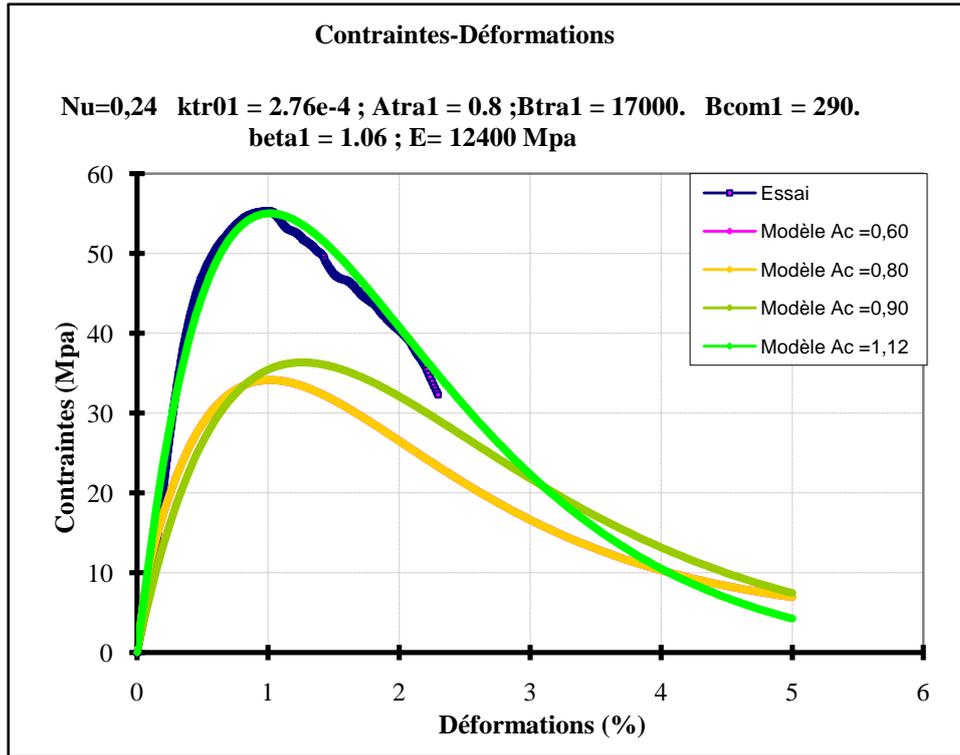
Les paramètres décrivant le comportement en compression sont donc :

- $E_0$ , le module d'Young initial,
- $\varepsilon_{d0}$ , la déformation limite en extension au-delà de laquelle se produit un endommagement,
- $v_0$ , le coefficient en poisson,
- $A_c$ , paramètre régissant la forme de la courbe contrainte-déformation en compression,
- $B_c$ , autre paramètre de forme.

L'influence des paramètres  $\varepsilon_{d0}$ ,  $A_c$  et  $B_c$  sur le comportement en compression du béton apparaît sur les figures ci-dessous.

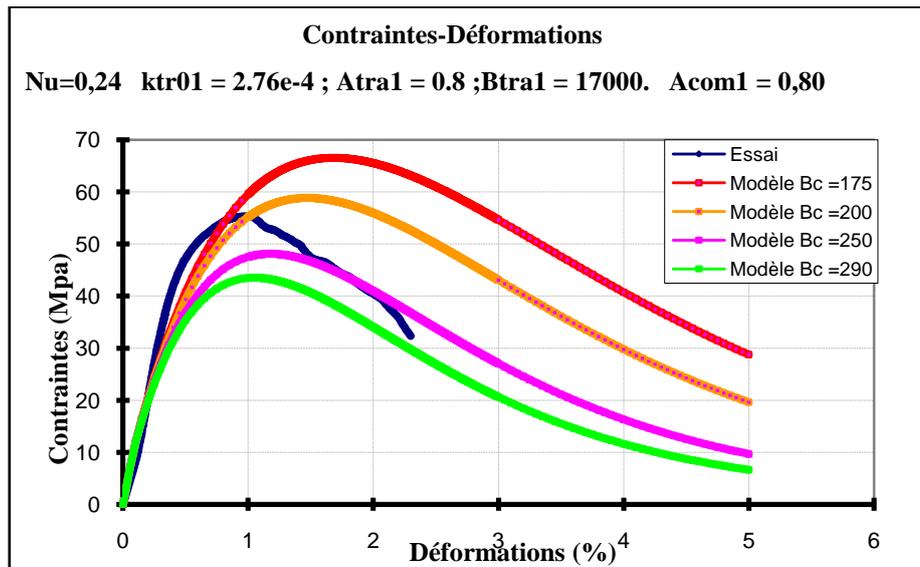
Le seuil d'endommagement en déformation,  $\varepsilon_{d0}$ , décide du début de l'endommagement.

Par l'intermédiaire de la variable d'endommagement  $D_c$ , les paramètres  $A_c$  et  $B_c$  permettent de régler la forme de la courbe une fois le seuil d'endommagement atteint. En outre, leur choix conditionne la contrainte maximale.



**Figure 3.4. Influence du paramètre AC pour une température de 700°C**

C'est notamment le paramètre  $B_C$  qui pilote l'allure de la courbe d'adoucissement. Il est tout à fait possible d'obtenir une transition de comportement élastique linéaire au comportement élastique endommageable très doux, ou à l'inverse une brusque rupture de pente (figure 3.5).



**Figure 3.5. Influence du paramètre BC pour une température de 700°C**

- En traction

La description du comportement en traction suit une formulation analogue au cas de la compression :

$$D_T = 1 - \frac{\varepsilon_{d0}(1-A_T)}{\varepsilon} - \frac{A_T}{\exp [B_T(\varepsilon-\varepsilon_{d0})]} \quad (3.43)$$

ou  $A_T$  et  $B_T$  sont les paramètres de forme en traction. La relation (3.43) mène à la relation contrainte-déformation suivante :

$$\sigma_1 = E_0 \left[ \varepsilon_{d0}(1 - A_T) + \frac{A_T \varepsilon}{\exp [B_T(\varepsilon - \varepsilon_{d0})]} \right] \quad (3.44)$$

### Limitations du modèle de MAZARS

Le modèle de MAZARS présente quelques limitations inhérentes aux hypothèses sur lesquelles il repose :

- Pas de déformations permanentes,
- Pas de viscosité,
- Endommagement isotrope,
- Chargement radial.

Il ne permet donc pas de traiter :

- La dégradation des propriétés provoquées par les cycles traction-compression.
- La relaxation des contraintes engendrée par la viscoplasticité du comportement pour  $T \geq 900^\circ\text{C}$ .

### **3.4.3. Un modèle enrichissant le modèle de MAZARS : le modèle UNILATERAL**

Inspiré du modèle de MAZARS, le modèle UNILATERAL [14] lui apporte deux améliorations significatives :

- a) Existence de déformations permanentes après décharge.
- b) Restauration de la raideur après refermeture des fissures. Les fissures ouvertes par une traction se referment en compression une fois la contrainte de fermeture des fissures atteinte.

La définition du modèle s'appuie sur un potentiel d'état, l'énergie libre de GIBBS. Le caractère unilatéral se traduit par des raideurs différentes entre traction et compression prises

en compte dès l'écriture du potentiel d'état. Pour cela, le tenseur des contraintes est décomposé en deux parties, l'une positive et l'autre négative. Le tenseur des contraintes

exprimé dans le repère principal,  $\underline{\underline{\Sigma}} = \begin{bmatrix} \Sigma_1 & 0 & 0 \\ 0 & \Sigma_2 & 0 \\ 0 & 0 & \Sigma_3 \end{bmatrix}$  se décompose suivant :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = \underline{\underline{\Sigma}}^+ + \underline{\underline{\Sigma}}^- \quad (3.45)$$

avec  $\underline{\underline{\Sigma}}^+ = \begin{bmatrix} \langle \Sigma_1 \rangle & 0 & 0 \\ 0 & \langle \Sigma_2 \rangle & 0 \\ 0 & 0 & \langle \Sigma_3 \rangle \end{bmatrix}$  ou la notation entre crochets traduit :

- $\langle \Sigma_i \rangle^+ = \Sigma_i$  si  $\Sigma_i \geq 0$
- $\langle \Sigma_i \rangle^+ = 0$  si  $\Sigma_i < 0$

$\underline{\underline{\Sigma}}^+$  et  $\underline{\underline{\Sigma}}^-$  sont projetés dans le repère de travail :  $\underline{\underline{\sigma}}^+ = R^T \underline{\underline{\Sigma}}^+ R$  ou R est la matrice de passage du repère de travail au repère principal et  $\underline{\underline{\sigma}}^- = R^T \underline{\underline{\Sigma}}^- R$

Le potentiel d'état se décompose en deux parties, l'une élastique et l'autre anélastique :

$$\chi = \chi_e + \chi_{an} \quad (3.46)$$

Ou :

$$\chi_e = \frac{1}{2} \left[ \frac{\underline{\underline{\sigma}}^+ : \underline{\underline{\sigma}}^+}{E_0(1-D_1)} + \frac{\underline{\underline{\sigma}}^- : \underline{\underline{\sigma}}^-}{E_0(1-D_2)} + \frac{\nu}{E_0} \left( \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\sigma}} - (\text{tr} \underline{\underline{\sigma}})^2 \right) \right] \quad (3.47)$$

$D_1$  et  $D_2$  sont les endommagements provoqués respectivement par  $\underline{\underline{\sigma}}^+$  et  $\underline{\underline{\sigma}}^-$ . Le potentiel anélastique est donné par :

$$\chi_{an} = \frac{\beta_1 D_1}{E_0(1-D_1)} f(\text{tr} \underline{\underline{\sigma}}) + \frac{\beta_2}{E_0(1-D_2)} \text{tr} \underline{\underline{\sigma}} \quad (3.48)$$

Ou  $f(\text{tr} \underline{\underline{\sigma}})$  prend des valeurs dépendant du chargement :

$$f(\text{tr} \underline{\underline{\sigma}}) = \text{tr} \underline{\underline{\sigma}} \Big|_{\text{tr} \underline{\underline{\sigma}} \in [0; +\infty[} \quad (3.49)$$

$$f(\text{tr} \underline{\underline{\sigma}}) = \left( 1 + \frac{\text{tr} \underline{\underline{\sigma}}}{2\sigma_f} \right) \Big|_{\text{tr} \underline{\underline{\sigma}} \in [-\sigma_f; 0[} \quad (3.50)$$

$$f(\text{tr} \underline{\underline{\sigma}}) = -\frac{\sigma_f}{2} \text{tr} \underline{\underline{\sigma}} \Big|_{\text{tr} \underline{\underline{\sigma}} \in [-\infty; -\sigma_f[} \quad (3.51)$$

Les déformations sont obtenues en décrivant le potentiel par rapport aux contraintes. Ainsi,

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_e = \frac{\partial \chi_e}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} = \frac{\underline{\underline{\sigma}}^+}{E_0(1-D_1)} + \frac{\underline{\underline{\sigma}}^-}{E_0(1-D_2)} + \frac{\nu}{E_0} \left( \underline{\underline{\sigma}} - \text{tr} \underline{\underline{\sigma}} \underline{\underline{I}} \right) \quad (3.52)$$

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_{an} = \frac{\partial \chi_{an}}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} = \frac{\beta_1 D_1}{E_0(1-D_1)} \frac{\partial f}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} + \frac{\beta_2 D_2}{E_0(1-D_2)} \underline{\underline{1}} \quad (3.53)$$

$Y_1$ , le taux de restitution d'énergie est la variable associée à l'endommagement  $D_1$  et  $Y_2$  la variable associée à l'endommagement  $D_2$ . Ces variables évoluent de façon découplée selon les lois portées dans les équations (3.54) et (3.55).

$$\frac{\partial \chi}{\partial D_1} = Y_1 = \frac{\underline{\underline{\sigma}}^+ : \underline{\underline{\sigma}}^+ + 2\beta_1 f(\underline{\underline{\sigma}})}{2E_0(1-D_1)^2} \quad (3.54)$$

$$\frac{\partial \chi}{\partial D_2} = Y_2 = \frac{\underline{\underline{\sigma}}^- : \underline{\underline{\sigma}}^- + 2\beta_2 f(\underline{\underline{\sigma}})}{2E_0(1-D_2)^2} \quad (3.55)$$

L'évolution de chaque endommagement est définie par rapport à une surface de charge  $f_i$  exprimée selon l'équation (3.56).

$$f_i = Y_i - Z_i \quad (3.56)$$

Les  $Z_i$  représentent les seuils d'élasticité. Tant que  $f_i < 0$ , le comportement est élastique et l'endommagement n'évolue pas. En revanche,  $f_i = 0$  entraîne  $D_i \neq 0$ . L'endommagement est donné par :

$$D_i = 1 - \frac{1}{1 + A(Y_i - Y_{0i})^{B_i}} \quad (i = 1, 2). \quad (3.57)$$

ou  $Y_{0i}$  le seuil d'endommagement initial,  $A_i$  et  $B_i$  les paramètres du matériau.

### Identification des paramètres du modèle unilatéral

Les différents paramètres intégrés dans le modèle unilatéral peuvent être identifiés en opérant comme suit :

- $E_0$  et  $\nu$  sont obtenus par des essais de compression simple.
- Des décharges respectivement en traction et en compression fournissent les valeurs de  $\beta_1$  et  $\beta_2$  grâce à la détermination de la déformation anélastique.

En effet, l'expression des déformations anélastiques après décharge dépend directement de ces grandeurs, de la raideur initiale  $E_0$  et de l'endommagement :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_{ani} = \frac{\beta_i D_i}{E_0(1-D_i)} \quad (3.58)$$

$E_0$  identifié précédemment et  $D$  est obtenu en appliquant la définition classique de l'endommagement lorsque l'on fait appel à la notion de contrainte effective :

$$\hat{E} = E(1 - D) \Leftrightarrow D = 1 - \frac{\hat{E}}{E} \quad (3.59)$$

- Le seuil d'endommagement en énergie peut être fixé en recherchant le seuil en contrainte  $\sigma_0$  à partir duquel démarrent les irréversibilités. La transformation de seuil en contrainte en seuil énergétique peut alors se faire selon le cas de charge. Par exemple, en compression simple et sans traction préalable,

$$Y_{02} = \frac{\sigma_0^2}{2E_0}$$

(3.60)

- Chaque décharge au-delà du pic de contrainte se caractérise par un endommagement. Il est alors possible de tracer les couples obtenus dans le plan (Y,D) et de chercher les paramètres  $A_i$  et  $B_i$  satisfaisant l'équation (3.57).

### Limitations du modèle unilatéral

- Le modèle n'inclut pas de viscoplasticité.
- L'identification est complexe, en particulier celle de  $\sigma_f$ , contrainte de refermeture de fissures. En outre, il faut réaliser des décharges après pic de contrainte, ce qui n'est pas toujours possible.
- Les déformations anélastiques sont sphériques (équation 3.53) ce qui n'est pas conforme aux observations expérimentales.

## **3.5. Modèles de viscoplasticité**

L'existence d'un comportement visqueux à haute température, des céramiques réfractaires silico-alumineuses BSAA a été mis en évidence expérimentalement. Les essais de compression uni axiale sur ces matériaux ont montré l'apparition de déformations plastiques relativement importantes à haute température. Nous nous sommes donc intéressés aux modèles de viscoplasticité.

Dans la théorie de la viscoplasticité, les taux de déformations inélastiques peuvent être déterminés par la présence simultanée de phénomènes dissipatifs visqueux et instantanés :

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^{\text{in}} = \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^{\text{p}} + \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^{\text{vp}} \quad (3.58)$$

Ou l'incrément de déformation viscoplastique est obtenu par dérivation du potentiel viscoplastique  $\Omega$  par rapport à la contrainte :

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^{\text{vp}} = \frac{\partial \Omega}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \quad (3.59)$$

Le taux de déformation inélastique s'exprime en fonction de la surface de charge  $f$  pour le terme plastique et du potentiel viscoplastique  $\Omega$  pour le terme viscoplastique :

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^{\text{in}} = \dot{\lambda} \frac{\partial f}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} + \frac{\partial \Omega}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \quad (3.60)$$

Il existe plusieurs modèles généraux de viscoplasticité, en particulier la viscoplasticité de type Perzyna (1992) [15] et la viscoplasticité de type Duvaut-Lions. La viscoplasticité de Perzyna a pour expression :

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^{\text{vp}} = \frac{1}{\eta} \langle f(\underline{\underline{\sigma}}) \rangle \frac{\partial g}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \quad (3.61)$$

$$\langle X \rangle = (X + |X|)/2$$

Où  $\eta$  est le paramètre de viscosité,  $f$  et  $g$  sont respectivement la surface de charge et le potentiel viscoplastique. L'inconvénient de cette formulation, comme le montre Simo et al [16], c'est qu'elle n'est pas adaptée au cas multicritères.

Dans le cas de viscoplasticité de type Duvaut-Lions, le taux de déformation viscoplastique est défini par l'expression :

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^{\text{vp}} = \frac{1}{\eta} \underline{\underline{D}}^{e-1} (\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{\sigma}}^{\text{p}}) \quad (3.62)$$

Avec  $\underline{\underline{D}}^e$  le tenseur d'élasticité et  $\underline{\underline{\sigma}}^{\text{p}}$  contrainte plastique. La contrainte viscoplastique est :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{\sigma}}^{\text{p}} + \eta \underline{\underline{D}}^e \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^{\text{vp}} \quad (3.63)$$

### 3.6. Modèles d'endommagement visqueux

Parmi les modèles d'endommagement visqueux qui peuvent nous intéresser, puisque implémentés dans le code de calcul CAST3M [17], on peut citer le modèle Lemaitre-Chaboche [18] que nous présentons ci-après.

#### 3.6.1. Modèle de Lemaitre-Chaboche

Le taux de déformation total est la somme des taux de déformation élastique et inélastique.

$$\underline{\dot{\underline{\varepsilon}}} = \underline{\dot{\underline{\varepsilon}}}^e + \underline{\dot{\underline{\varepsilon}}}^{in} \quad (3.64)$$

$\underline{\dot{\underline{\varepsilon}}}^e$  est le taux de déformation élastique endommageable.

$$\underline{\dot{\underline{\varepsilon}}}^e = \frac{1+\nu}{E} \frac{\underline{\dot{\underline{\sigma}}}}{1-D} - \frac{\nu}{E} \frac{\text{tr}(\underline{\dot{\underline{\sigma}}})}{1-D} \underline{\underline{I}} \quad (3.65)$$

L'endommagement D est un scalaire, défini dans l'expression de la contrainte effective (3.10).

L'écoulement inélastique dérive d'un potentiel, l'incrément de déformation inélastique s'exprime selon l'équation (3.66).

$$\underline{\dot{\underline{\varepsilon}}}^{in} = \frac{\partial \Omega}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \quad (3.66)$$

Le potentiel viscoplastique avec endommagement est pris sous la forme :

$$\Omega = \frac{K}{N+1} \left( \frac{\sigma_{eq}}{K(1-D)} \right)^{N+1} p^{-N/M} \quad (3.67)$$

$\sigma_{eq}$  est la contrainte équivalente de VON MISES :  $\sigma_{eq} = \sqrt{3J_2}$ , ( $J_2$  le second invariant du tenseur déviatoire des contraintes  $\underline{\underline{s}} : J_2 = \frac{1}{2} s_{ij} : s_{ij}$  ; le tenseur déviatoire des contraintes  $\underline{\underline{s}} = \underline{\underline{\sigma}} - \frac{1}{3} I_1 \underline{\underline{I}}$  ;  $I_1$ , le premier invariant du tenseur des contraintes s'écrit :  $I_1 = \sigma_{kk} = \text{tr}(\underline{\underline{\sigma}})$ ).

P la déformation inélastique équivalente cumulée, fonction du déviateur des déformations  $\underline{\underline{e}}^{in}$  s'écrit :

$$p = \int \sqrt{\frac{2}{3} \underline{\underline{e}}^{in} : \underline{\underline{e}}^{in}} dt \quad (3.68)$$

L'incrément des déformations inélastiques est :

$$\underline{\dot{\underline{\varepsilon}}}^{in} = \frac{\partial \Omega}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} = \frac{3}{2} \left[ \frac{\sigma_{eq}}{K(1-D)p^{1/M}} \right]^N \frac{1}{(1-D)} \frac{\underline{\underline{s}}}{\sigma_{eq}} \quad (3.69)$$

En compression simple, le taux de déformation inélastique sous la contrainte  $\sigma$  est donc :

$$\underline{\dot{\underline{\varepsilon}}}^{in} = \frac{3}{2} \left( \frac{\sigma}{K} \right)^N p^{-N/M} \frac{1}{(1-D)^{N+1}} \quad (3.70)$$

D'où l'expression de la contrainte :

$$\sigma = \frac{3}{2} K (\dot{\underline{\varepsilon}}^{in})^{1/N} p^{1/M} (1-D)^{\frac{N+1}{N}} \quad (3.71)$$

Dans le cas particulier où l'endommagement est nul, la contrainte devient :

$$\sigma = \frac{2}{3} K (\dot{\epsilon}^{\text{in}})^{1/N} p^{1/M} \quad (3.72)$$

Les coefficients K et M permettent de régler la forme de la courbe d'écroutissage viscosité multiplicative qui relie le taux de déformation inélastique à la contrainte équivalente et à la déformation inélastique cumulée. Dans le cas uniaxial, sans écroutissage :

$$\underline{\dot{\epsilon}}^{\text{in}} = \left( \frac{\sigma_{\text{eq}}}{K} \right)^N p^\gamma, \gamma = \frac{-N}{M} \quad (3.73)$$

Avec K, N et  $\gamma$  les paramètres de la loi.

La loi d'évolution de l'endommagement reprend une forme proposée par RABOTNOV pour décrire le cumul non linéaire de l'endommagement en fluage tertiaire, et s'écrit suivant :

$$\dot{D} = \left\langle \frac{\chi(\sigma)}{A} \right\rangle^r (1 - D)^{[r - K \langle \chi(\sigma) \rangle]} \quad (3.74)$$

Ou  $\langle a \rangle = a$  si  $a > 0$ ,  $\langle a \rangle = 0$  si  $a \leq 0$ .

$\chi(\sigma)$  est une contrainte équivalente de fluage définie par HAYHURST.

$$\chi(\sigma) = \alpha_1 \sigma_1 + \beta_1 \text{tr} \underline{\underline{\sigma}} + (1 - \alpha_1 - \beta_1) \sigma_{\text{eq}} \quad (3.75)$$

$\sigma_1$  est la contrainte principale majeure.

Dans l'espace des contraintes principales, les surfaces  $\chi(\sigma) = \text{constante}$  représentent les surfaces isochrones de fluage, lieux des états de contrainte qui provoquent le même temps de rupture en fluage. Pour  $\chi(\sigma) < 0$ , l'endommagement est nul et il n'y a évidemment aucune surface isochrone passant par ces points.

Le paramètre A au dénominateur de (3.74) est une fonction de  $A_0$ , r et K :

$$A = A_0 \left( \frac{K+1}{r+1} \right)^{1/r} \quad (3.76)$$

Les paramètres r,  $A_0$  et  $k(\langle \chi(\sigma) \rangle)$  contrôlent l'évolution de l'endommagement.

K peut être obtenu en intégrant (3.74) durant un essai de fluage :

$$D = 1 - \left( 1 - \frac{t}{t_c} \right)^{\frac{1}{k+1}} \quad (3.77)$$

Le temps à rupture  $t_c$  s'exprimant selon :

$$t_c = \frac{1}{k+1} \left( \frac{\sigma}{A} \right)^{-r} \quad (3.78)$$

### 3.7. Un modèle couplant endommagement et viscoanélasticité : le modèle de ROBIN

Le modèle de Robin a été développé pour décrire le comportement mécanique des réfractaires à base de magnésie à températures variables [19]. Il présente le grand intérêt de décrire la dégradation du matériau par la mécanique de l'endommagement et d'inclure les effets visqueux, il mérite donc d'être examiné en vue d'envisager son emploi dans la modélisation du comportement thermomécanique des réfractaires frittés.

Ses principales caractéristiques sont les suivantes :

- Les déformations suivent la partition classique :  $\underline{\underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{\varepsilon}}^e + \underline{\underline{\varepsilon}}^{in}$ .
- L'endommagement est isotrope, il est donc représenté par une variable scalaire  $D$  associée à  $Y$ , taux de restitution d'énergie élastique.

Le tenseur des contraintes et  $Y$  sont obtenus par dérivation du potentiel d'énergie libre qui s'écrit :

$$\rho\Psi = \frac{1}{2}(1-D).K\left(\underline{\underline{\varepsilon}}_v - \underline{\underline{\varepsilon}}_v^{in} - \underline{\underline{\varepsilon}}_v^{th}\right)^2 + G(1-aD)(1-D)\left(\underline{\underline{e}} - \underline{\underline{e}}^{in}\right) : \left(\underline{\underline{e}} - \underline{\underline{e}}^{in}\right) + \rho\Psi_T \quad (3.79)$$

- $K$  et  $D$  modules de compression hydrostatique et de cisaillement,
- $\underline{\underline{\varepsilon}}_v$  et  $\underline{\underline{e}}$  les déformations volumiques et déviatoires,
- $a$  un terme de couplage endommagement par création de cavités-endommagement par microfissuration.
- $\rho\Psi_T$  la partie thermique du potentiel.

$\underline{\underline{\sigma}}$  et  $Y$  s'obtiennent par dérivation du potentiel :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \rho \frac{\partial\Psi}{\partial\varepsilon} = (1-D) \left[ K \left( \underline{\underline{\varepsilon}}_v - \underline{\underline{\varepsilon}}_v^{in} - \underline{\underline{\varepsilon}}_v^{th} \right) I + 2G(1-aD) \left( \underline{\underline{e}} - \underline{\underline{e}}^{in} \right) \right] \quad (3.80)$$

$$Y = -\rho \frac{\partial\Psi}{\partial D} = \frac{I_1^2}{18K(1-D)^2} + \frac{J_2(1+a-2aD)}{2G(1-D^2)(1-aD)^2} \quad (3.81)$$

On définit une surface  $f$  séparant l'espace en deux domaines.

- A l'intérieur,  $f \leq 0$ , le comportement est élastique.
- A l'extérieur,  $f > 0$ , le comportement est viscoanélastique. L'équation de la surface de charge comprend deux termes d'écrouissage  $B$  et  $R$  permettant de simuler un écrouissage mixte cinématique et isotrope.

$$f = \frac{I_1^2}{18K(1-D)^2} + \frac{J_2}{2G(1-D)^2(1-aD)} + B(D)I_1 - R(D) = 0 \quad (3.82)$$

$$\text{Avec : } R(D) = b_6(b_3D(1-D)^{b_4} + b_5) ; B(D) = b_1(1 + b_2D)(1-D)^{-1}$$

La surface de charge est un ellipsoïde dans l'espace des contraintes. Lorsque l'endommagement augmente, la surface subit une expansion puis un rétrécissement. Ces transformations caractérisent respectivement l'érouissage et l'adoucissement. Parallèlement, le centre de la surface se translate.

L'écoulement est supposé non associé, ce qui impose de postuler l'existence d'une fonction  $g$  donnant l'évolution des variables internes (équations (3.83), (3.84) et (3.85)).

$$g(\sigma, D, T) = \frac{b_7 I_1^2}{18K} + \frac{b_9 J_2}{2G(1-aD)} + b_8 b_1 (1 + b_2 D)(1 - D) I_1 + Y \quad (3.83)$$

L'évolution des variables est gouvernée par les deux équations suivantes :

$$\dot{d} = \Phi \frac{\partial g}{\partial Y} \quad (3.84)$$

$$\dot{\varepsilon}^{\text{in}} = \Phi \frac{\partial g}{\partial \sigma} \quad (3.85)$$

La fonction  $\Phi$  donne l'intensité des variations, elle a été posée de la manière suivante :

$$\Phi = \frac{1}{\mu} \left[ \frac{\langle f \rangle}{R_c^2 \left( 1 - \frac{1 + \text{sign}(I_1)}{2} \right) m_t \cos \alpha} \right]^n \quad (3.86)$$

- $R_c$  taille de l'ellipse surface de charge

$$R_c^2 = R(D, T) + \frac{9Kb_1^2(1+b_2D)^2}{2} \quad (3.87)$$

- $\cos \alpha$  est fonction de l'état de contrainte car  $\tan \alpha = \frac{\sqrt{J_2}}{I_1}$
- $m_t$  coefficient proche de 1 facilitant l'intégration numérique du modèle
- $n$  et  $\mu$  sont les paramètres définissant le comportement visqueux du matériau que l'on rapprochera de  $A_0$  et  $n$  de la loi de NORTON
- $\langle f \rangle = \text{Max}(f, 0)$
- $\text{sign}(I_1) = 1$  si  $I_1 > 0$ ,  $\text{sign}(I_1) = -1$  si  $I_1 < 0$

On remarquera que la surface de charge (équation (3.82) peut également s'écrire :

$$f(\underline{\underline{\sigma}}, D, T) = \frac{[I_1 + 9Kb_1(1-D)(1+b_2D)]^2}{18K(1-D)^2} + \frac{J_2}{2G(1-D)^2(1-aD)} - R_c^2 = 0 \quad (3.88)$$

### Critique du modèle de ROBIN

Ce modèle présente l'avantage de coupler endommagement et viscosité, ce qui est intéressant dans le contexte de notre étude. Le traitement de l'adoucissement est réalisé en imposant une de taille de la surface de charge à partir d'un seuil d'endommagement. Il rend possible la description de déformations inélastiques :

- Indépendantes de l'endommagement, en posant  $b_0=0$ , ceci parce que le concept d'équivalence en déformation n'a pas été employé.
- Non visqueuses en posant  $n$  très grand et  $\mu$  proche de 0.

En revanche, il présente certaines limitations : comme le modèle de LEMAITRE, il conduit à un endommagement à contrainte constante (équations (3.84) et (3.88)).

De plus sa richesse peut constituer un handicap. On imagine bien les difficultés liées à l'identification des paramètres, à l'implémentation dans CASTEM 2000, et surtout à l'utilisation du modèle pour le calcul de structures industrielles.

### **3.8. Quel modèle pour décrire le comportement des briques réfractaires BSAA ?**

Nous venons de présenter ci-dessus une revue non exhaustive des différentes possibilités qui nous sont offertes pour modéliser le comportement thermomécanique des briques réfractaires silico-alumineuses BSAA. Cependant, une description précise du comportement complexe de ce matériau nécessite l'usage de modèles raffinés coûteux en identification et en temps de calcul. Nous avons donc volontairement préféré des modèles simples pour décrire le comportement thermomécanique des BSAA.

Le modèle de MAZARS propose un indicateur simple et très intéressant de l'état du matériau : l'endommagement. C'est pourquoi nous avons choisi d'appliquer ce modèle aux réfractaires BSAA tout en conservant à l'esprit que dans sa version originelle il ne permet pas de reproduire certaines caractéristiques du matériau mises en évidence lors de l'étude expérimentale :

- Existence de déformations inélastiques aux basses et moyennes températures.
- Comportement viscoplastique à partir de 900°C.

Ce modèle élastique endommageable toutefois, présente un intérêt certain dans le contexte de notre étude. Il est simple, implanté sous CASTEM 2000 et permet de décrire l'évolution de l'état d'une structure de manière commode à l'aide de la variable scalaire d'endommagement  $D$ . Nous avons donc identifié ses paramètres sur l'ensemble de la plage d'emploi des réfractaires BSAA.

Pour prendre en compte le caractère visqueux du comportement des BSAA à hautes températures (au-delà de 900-1000°C), nous nous sommes appuyés sur la démarche de Mohsen Roosefid (INPG, 2006) proposée dans son étude sur les bétons réfractaires.

### 3.9. Modélisation du comportement thermomécanique des briques réfractaires silico-alumineuses BSAA par la loi d'endommagement de MAZARS

#### 3.9.1. Identification de la loi d'endommagement de Mazars

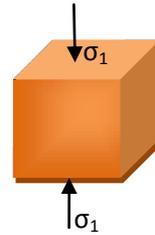
La détermination de la loi d'endommagement de Mazars est relativement aisée. Nous présentons ci-après, la méthode suivie pour la détermination des paramètres de la loi pour le cas d'un chargement mécanique et thermique.

#### 3.9.2. Endommagement mécanique

Le comportement du matériau (BSAA) en compression, est supposé élastique jusqu'à sa limite d'élasticité  $\sigma_{c0}$ , puis présente un comportement ecrouissable jusqu'à sa résistance en compression  $\sigma_c$  qui se prolonge par une branche adoucissante.

Dans le cas de la compression uni axiale, le tenseur des déformations s'exprime par :

$$\varepsilon = \begin{pmatrix} \varepsilon_1 & 0 & 0 \\ 0 & -\nu\varepsilon_1 & 0 \\ 0 & 0 & -\nu\varepsilon_1 \end{pmatrix} (\varepsilon_1 < 0)$$



La déformation équivalente s'exprime par :

$$\tilde{\varepsilon} = -\nu\varepsilon_1\sqrt{2} \quad (3.89)$$

La loi de comportement est la suivante :

$\tilde{\varepsilon} \leq \varepsilon_{D_0}$ , le matériau reste sain, soit

$$\sigma_1 = E_0\varepsilon_1 \quad (3.90)$$

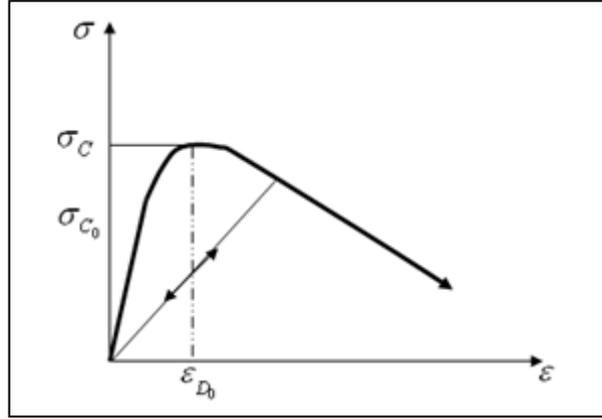
Avec  $\varepsilon_{D_0}$ , le seuil d'endommagement.

$\tilde{\varepsilon} > \varepsilon_{D_0}$  Le matériau s'endommage, soit

$$\sigma_1 = (1 - D_c)E_0\varepsilon_1 \quad (3.91)$$

En utilisant l'expression de D, équation (3.41), en compression :

$$\sigma_1 = \left[ \frac{\varepsilon_{D_0}(1-A_c)}{-\nu\sqrt{2}} + \frac{A_c\varepsilon_1}{\exp[B_c(-\nu\varepsilon_1\sqrt{2}-\varepsilon_{D_0})]} \right] \quad (3.92)$$



**Fig. 3.6. Courbe contrainte déformation en compression d'un matériau quasi-fragile**

L'expression du seuil d'endommagement  $\varepsilon_{D0}$  (fig. 3.6) est définie selon l'équation proposée dans [CAST3M] [17]:

$$\varepsilon_{D0} = \frac{-v\sigma_{D0}\sqrt{2}}{E_0} \quad (3.93)$$

En combinant les équations (3.92) et (3.93), le paramètre  $A_c$  peut être exprimé en fonction de la résistance en compression  $\sigma_c$  et de la limite d'élasticité  $\sigma_{c0}$  :

$$A_c = \frac{1 - \frac{\sigma_c}{\sigma_{c0}}}{1 - \frac{E_0}{v\sigma_{c0}B_c\sqrt{2}} \exp\left(\frac{v\sigma_{c0}B_c\sqrt{2}}{E_0} - 1\right)} \quad (3.94)$$

Le paramètre  $B_c$  peut être déterminé en spécifiant la loi d'endommagement au pic de contrainte :

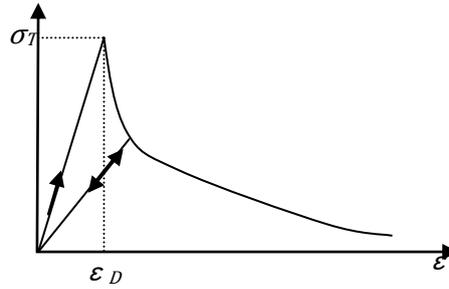
$$B_c = \frac{1}{v\varepsilon_c\sqrt{2}} \quad (3.95)$$

En traction, le comportement des réfractaires BSAA, tout comme le béton, est supposé élastique jusqu'au seuil d'endommagement (fig.3.7). La courbe de traction peut continuer à augmenter jusqu'au pic  $\sigma_T$ , au-delà du seuil d'endommagement. Pour simplifier, on suppose que le pic de contrainte est atteint au seuil d'endommagement. Le comportement post-pic est défini par deux paramètres  $A_T$  et  $B_T$ . La loi de comportement est la suivante :

$\varepsilon \leq \varepsilon_{D0}$  le matériau est sain, soit  $\sigma = E_0\varepsilon$ .

$\varepsilon > \varepsilon_{D0}$  le matériau s'endommage, soit  $\sigma = (1 - D_T)E_0\varepsilon$  ou encore :

$$\sigma = E_0 \left[ \varepsilon_{D0}(1 - A_T) + \frac{A_T\varepsilon}{\exp\left[\frac{B_T}{B_T}(\varepsilon - \varepsilon_{D0})\right]} \right] \quad (3.96)$$



**Fig.3.7. Seuil d'endommagement en traction pour un matériau quasi-fragile**

Le paramètre  $A_T$  est le rapport de la contrainte résiduelle à la contrainte au pic.

Le paramètre  $B_c$  pilote la branche descendante du comportement post-pic en traction.

$$B_T = \frac{1+\beta}{\varepsilon_{D0}} \quad (3.97)$$

$\beta$  varie entre 0 et 1.  $\beta = 1$  correspond à une décroissance plus rapide. La valeur  $\beta=0$  correspond à une pente faible.

### 3.9.3. Endommagement en fonction de la température

Dans cette étude nous avons identifié le modèle de Mazars à partir des essais de compression simple uniaxiale aux différentes températures. Cette identification a consisté à trouver les valeurs des paramètres permettant de coller au mieux aux courbes expérimentales de compression uniaxiale. Pour que l'identification soit complète il aurait fallu le faire aussi sur des courbes d'essai de traction simple aux différentes températures. Mais n'ayant pas pu faire ce type d'essais faute de moyens expérimentaux et n'ayant pas non plus trouvé de tels résultats dans la bibliographie, nous n'avons pas pu mener ce travail. Nous nous contenterons de l'identification en compression simple seulement.

Nous avons alors adopté une démarche similaire à celle de Mohsen Roosefid dans sa thèse portant sur les bétons réfractaires (2006) [20] :

Les paramètres de la loi d'endommagement de Mazars sont déterminés de la même manière que précédemment, mais les différentes caractéristiques mécaniques sont fonction de la température. Notons que le coefficient de Poisson  $\nu$  est constant et est égal à 0,24 [21].

En ce qui concerne la compression à haute température, comme le béton, le comportement des céramiques réfractaires frittées BSAA est supposé élastique jusqu'à sa limite d'élasticité  $\sigma_{c0}$  (T), puis présente un comportement écrouissable jusqu'à sa résistance en compression  $\sigma_c$  (T) qui se prolonge par une branche adoucissante. La limite d'élasticité en compression a été identifiée à température ambiante en considérant la déformation seuil en traction, provenant de l'équation (3.93) :

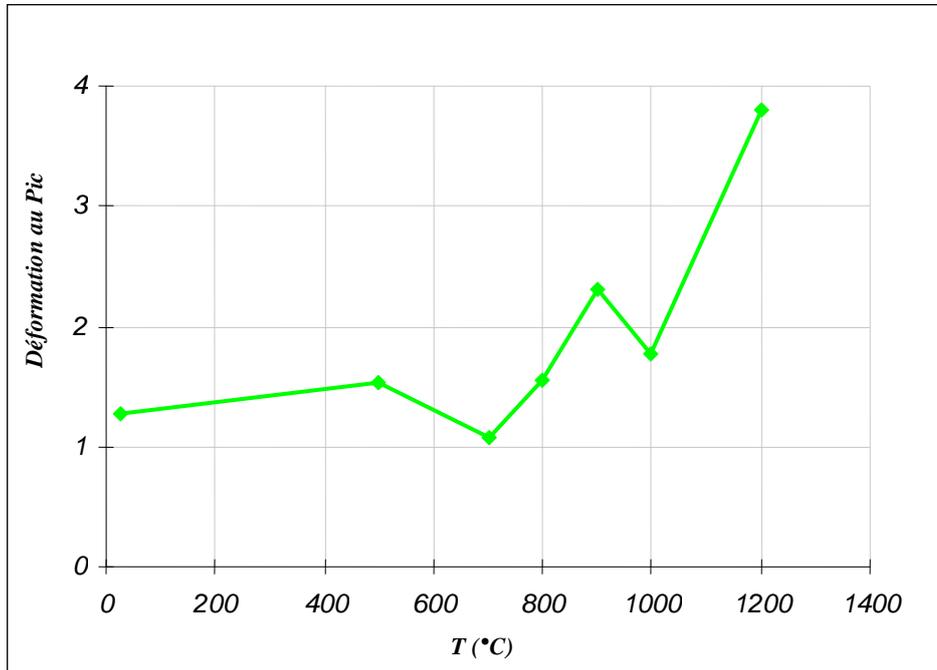
$$\sigma_{c0} = \frac{E_0 \varepsilon_{D0}}{-\nu \sqrt{2}} \quad (3.98)$$

Une fois  $\sigma_{c0}$  connu, nous avons déterminé le rapport  $\gamma = \frac{\sigma_{c0}}{\sigma_c}$  à température ambiante que nous considérons indépendant de la température.

Par une procédure d'analyse inverse, on peut maintenant identifier le seuil d'endommagement à différentes températures :

$$\varepsilon_{D_0}(T) = \frac{-\nu\gamma\sigma_c(T)\sqrt{2}}{E_0(T)} \quad (3.99)$$

La loi de variation du seuil d'endommagement est représentée sur la figure (3.8)

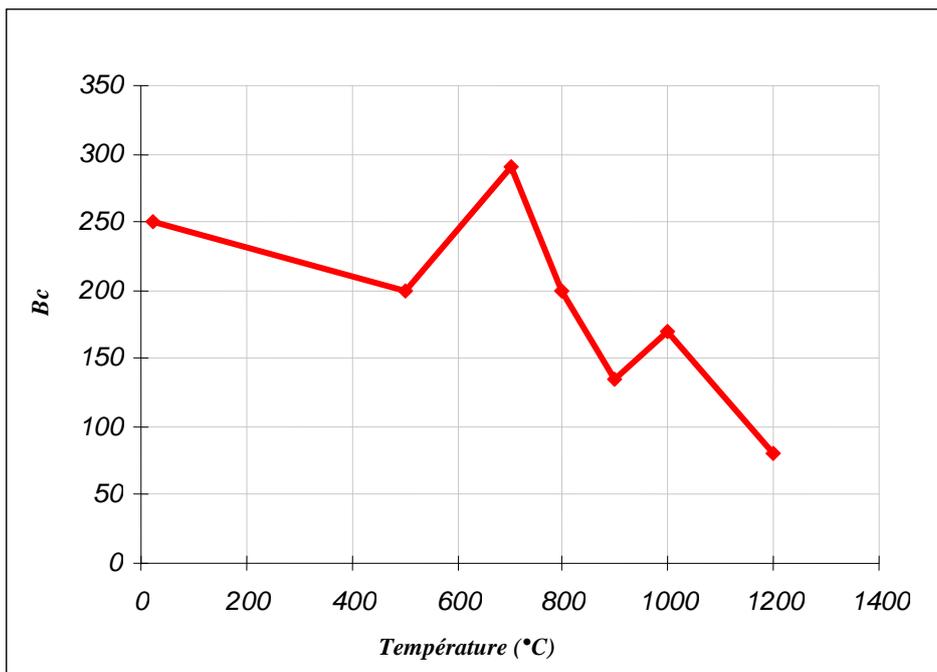


**Figure 3.8. Variation du paramètre de seuil d'endommagement en déformation avec la température**

La loi de variation du paramètre  $B_c$  est définie par l'équation (3.100) :

$$B_c(T) = \frac{1}{\nu\varepsilon_c(T)\sqrt{2}} \quad (3.100)$$

Cette dernière est présentée sur la figure (3.9)



**Figure 3.9. Variation du paramètre  $B_c$  avec la température**

La loi de variation du paramètre  $A_c$  (fig. 3.10), quand à elle est donnée en fonction du seuil d'endommagement en déformation  $\varepsilon_{D_0}(T)$  (équation (3.99)) et du coefficient  $B_c(T)$  (équation (3.100)) :

$$A_c(T) = \frac{2}{\frac{1}{\varepsilon_{D_0}(T)B_c(T)} \exp(\varepsilon_{D_0}(T)-1)-1} \quad (3.101)$$

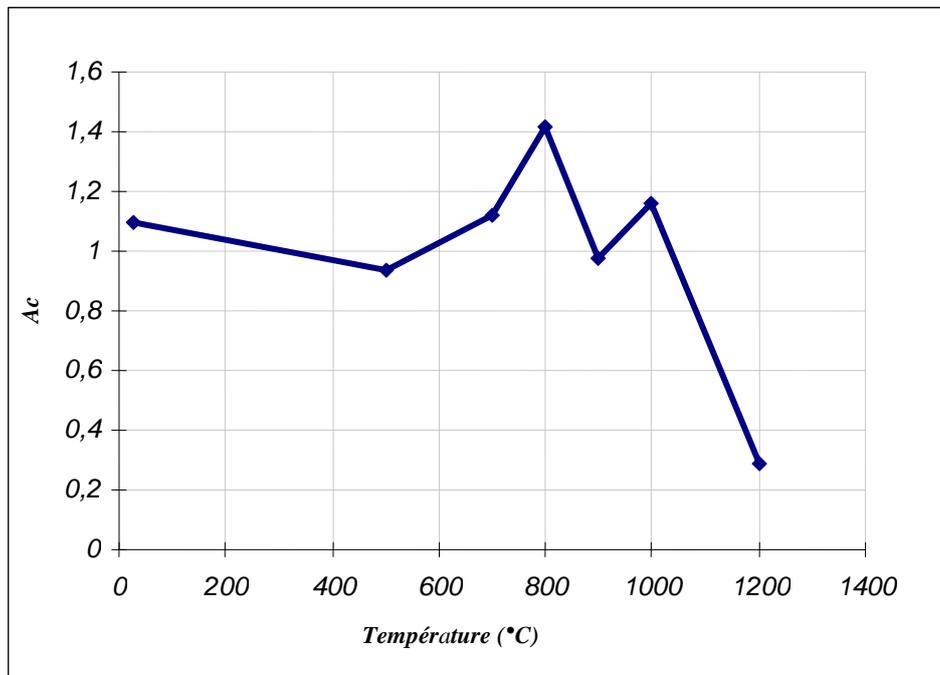


Figure 3.10. Variation du paramètre  $A_c$  avec la température

### 3.9.4. Modélisation des essais de compression uniaxiale

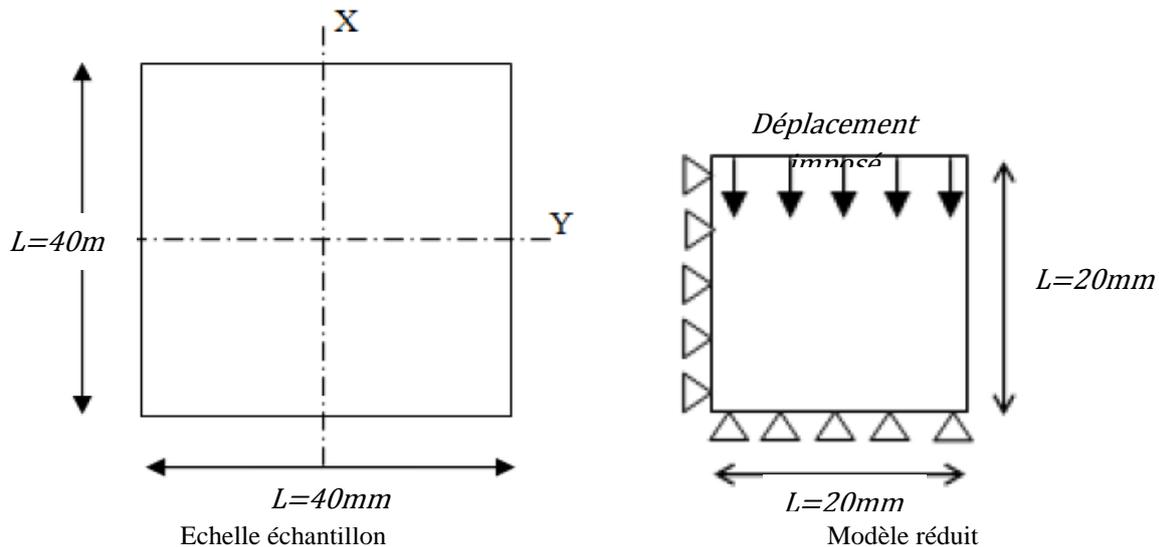
L'objet de cette partie porte sur l'étude du comportement d'endommagement des céramiques réfractaires silico-alumineuses (BSAA) par la méthode des éléments finis avec le code CAST3M en utilisant la loi d'endommagement de Mazars.

Une analyse générale effectuée à l'aide de la méthode des éléments finis peut se décomposer en quatre grandes étapes :

- 1) Choix de la géométrie et du maillage.
- 2) Modèle : mécanique élastique isotrope endommagement.
  - a) Constantes matérielles
  - b) Définition des conditions aux limites
  - c) Définition des sollicitations.
  - d) Type d'analyse.
- 3) Résolution du problème discrétisé
  - a) Calcul des matrices de rigidité et de masse de chaque élément fini.
  - b) Assemblages des matrices de rigidité et de masse de la structure complète.
  - c) Application des conditions aux limites.
  - d) Application des chargements.
  - e) Résolution du système d'équations.
- 4) Analyse et post-traitement des résultats : déplacements, contraintes, déformations... etc.

La génération du modèle d'éléments finis 2D commence par la création du modèle géométrique. Un modèle géométrique carré de 20 mm de côté a été retenu dans cette étude (fig 3.11). Concernant les conditions aux limites, on a procédé à un blocage horizontal du plan de symétrie (x) et (y). Ensuite un déplacement imposé de 10mm a été imposé à la face supérieure jusqu'à la rupture.

Des éléments finis de type triangulaire à 3 nœuds ont été retenus pour cette étude, avec un mode de calcul : contraintes planes.



**Fig. 3.11. Géométrie du problème**

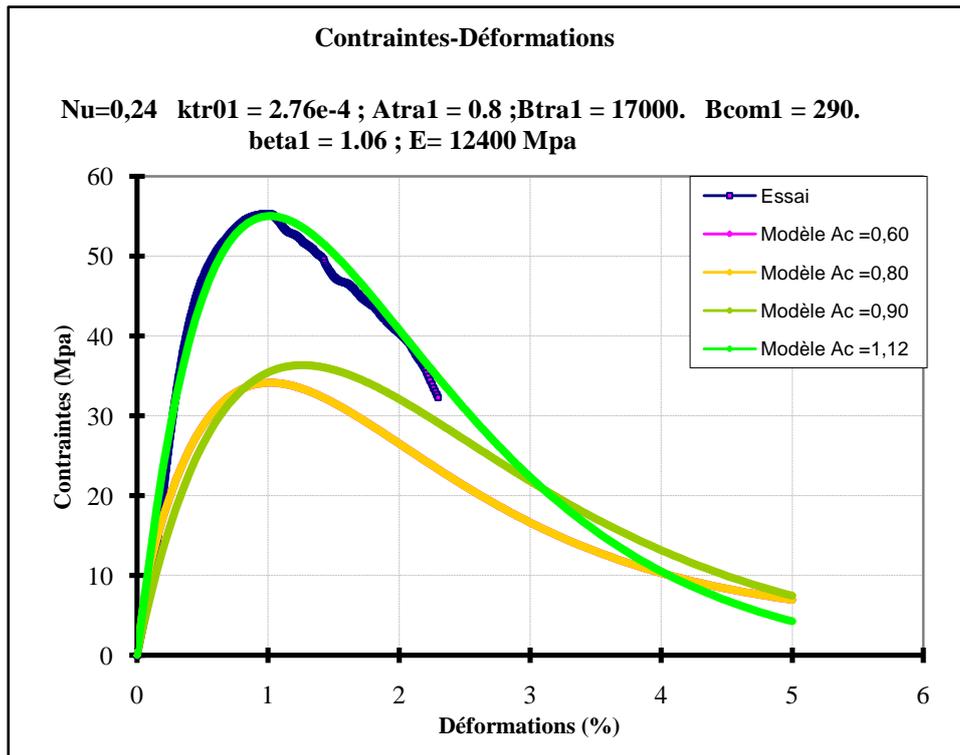
Le modèle d'endommagement de Mazars comporte six paramètres d'ajustement. Les valeurs initiales de ces coefficients ( $K_{tr01}$ ,  $A_{tr1}$ ,  $A_{com1}$ ,  $B_{tr1}$ ,  $B_{com1}$  et  $\beta_{tr1}$ ) ont été extraites d'une étude réalisée sur la modélisation des bétons à haute température [20]. Notons que le coefficient de Poisson  $\nu$  est constant et est égal à 0,24 [21].

L'identification du modèle de Mazars à haute température pour le réfractaire BSAA implique tout d'abord la détermination des paramètres d'ajustement ( $K_{tr01}$ ,  $A_{tr1}$ ,  $A_{com1}$ ,  $B_{tr1}$ ,  $B_{com1}$  et  $\beta_{tr1}$ ). La démarche consiste à faire une étude paramétrique montrant l'effet de ces derniers. Pour cela, on fait varier le paramètre en question dans le modèle, tout en gardant les données inchangées.

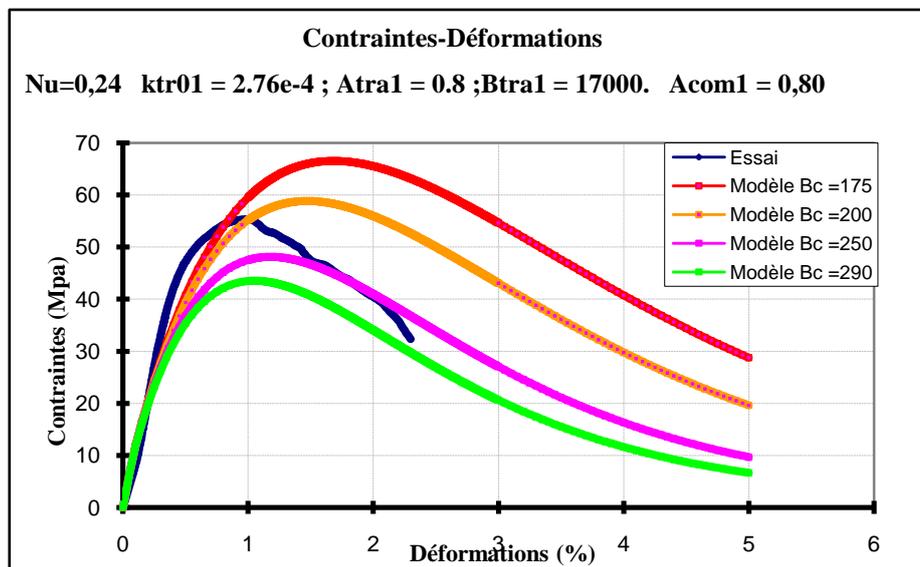
Signalons toutefois, que les paramètres d'ajustement  $K_{tr01}$ ,  $A_{tr1}$ ,  $B_{tr1}$ , et  $\beta_{tr1}$  n'ont pas d'influence significative sur le modèle.

Les figures 3.12 et 3.13 montrent respectivement l'influence des paramètres  $A_c$  et  $B_c$  pour une température de 700°C. La même étude paramétrique a été appliquée à la température ambiante.

D'après les figures 3.12 et 3.13, une bonne concordance entre la courbe de l'expérimentation à 700°C et celle de la modélisation numérique est obtenue pour une valeur de  $AC=1,12$  et  $BC= 290$ .



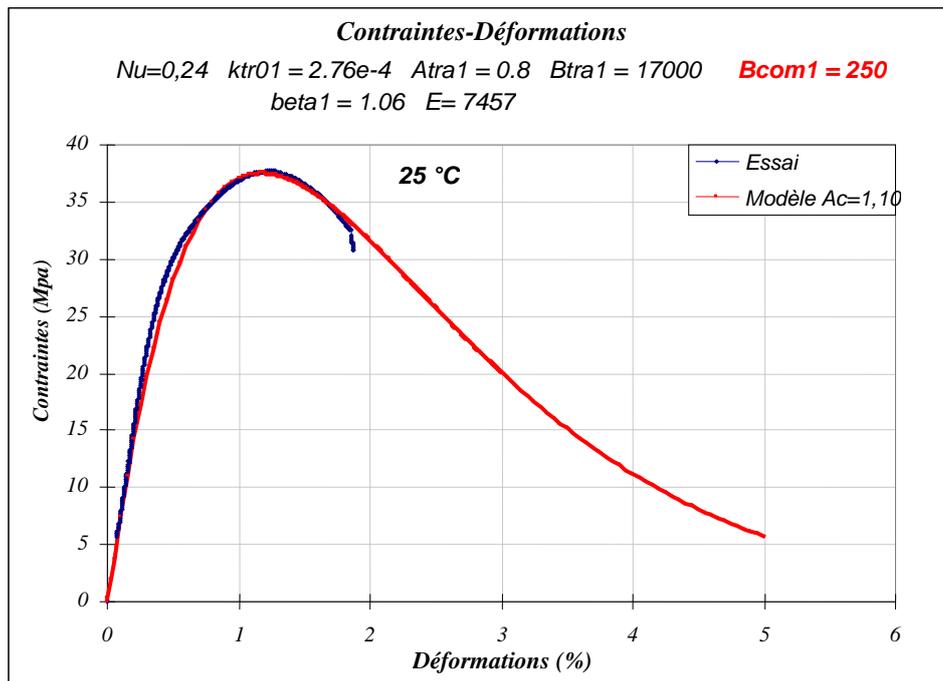
**Figure 3.12. Influence du paramètre AC pour une température de 700°C**



**Figure 3.13. Influence du paramètre BC pour une température de 700°C**

Le modèle de Mazars permet de reproduire les courbes monotones de compression uniaxiale. La réponse du modèle en compression uniaxiale du réfractaire BSAA à température ambiante est représentée par la figure 3.14. L'évolution de l'endommagement renforce bien le sentiment

que le modèle de Mazars décrit correctement le comportement en compression à température ambiante. En outre, un endommagement pré-pic est bien observé à partir d'environ 65 %.

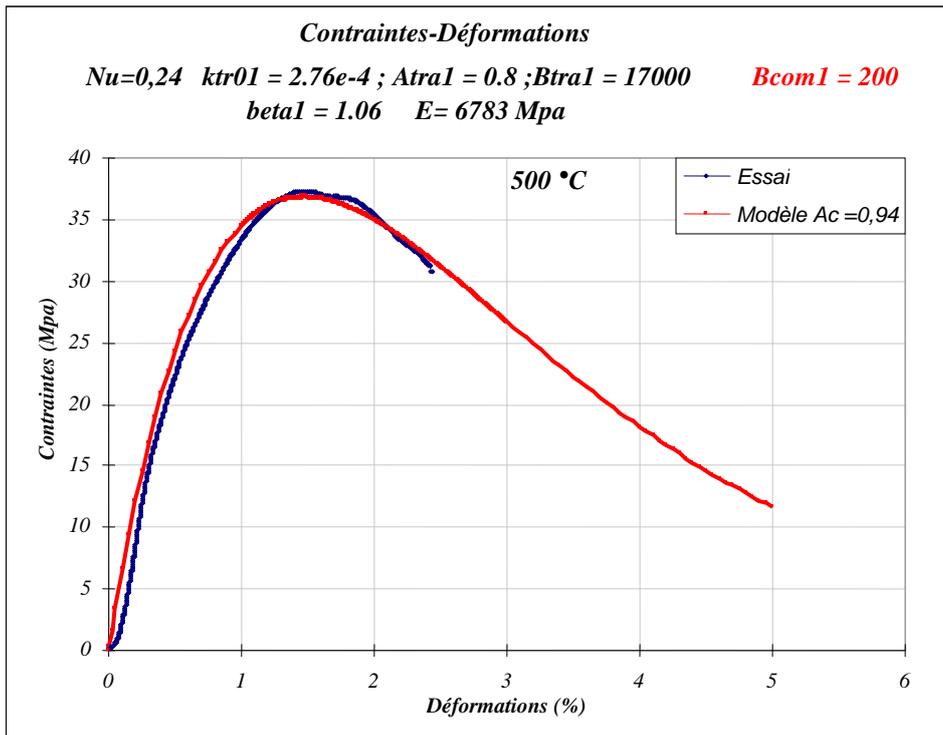


**Figure 3.14. Modélisation du comportement en compression simple de la céramique réfractaire BSAA à température ambiante (25 °C) par le modèle de Mazars**

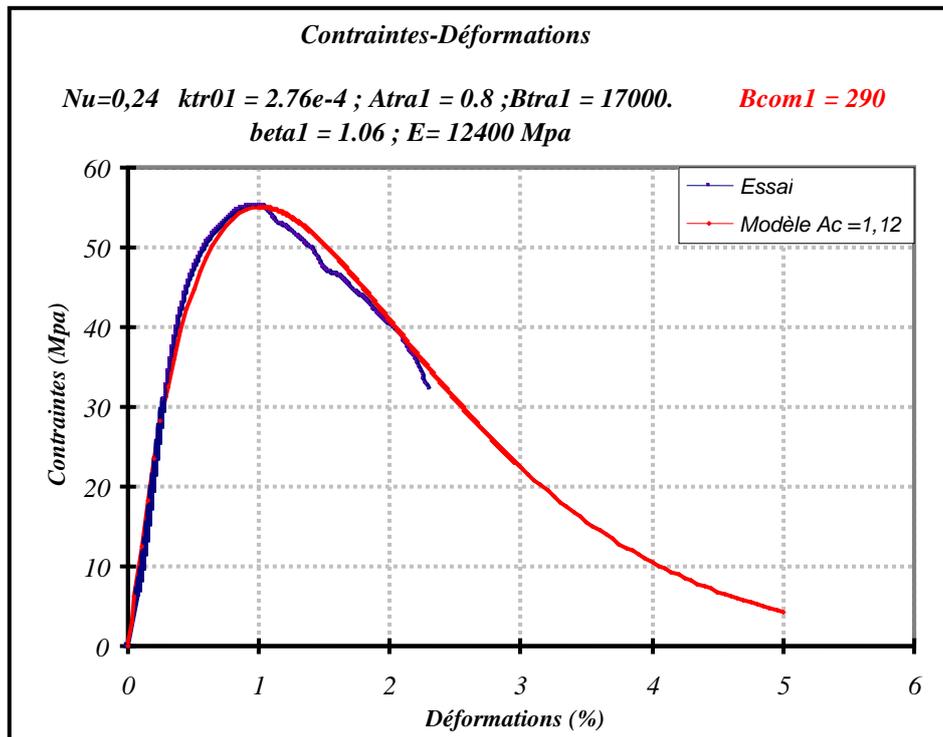
Les figures 3.15, 3.16, 3.17, 3.18, 3.19 et 3.20 montrent l'ensemble des identifications effectuées à partir des essais sur le réfractaire BSAA à haute température.

De façon générale, une bonne concordance est obtenue entre les résultats de l'expérience et ceux de la simulation numérique en utilisant le modèle d'endommagement de Mazars. Un choix judicieux de l'identification du modèle à 1200°C a permis de décrire de manière satisfaisante le comportement à cette température.

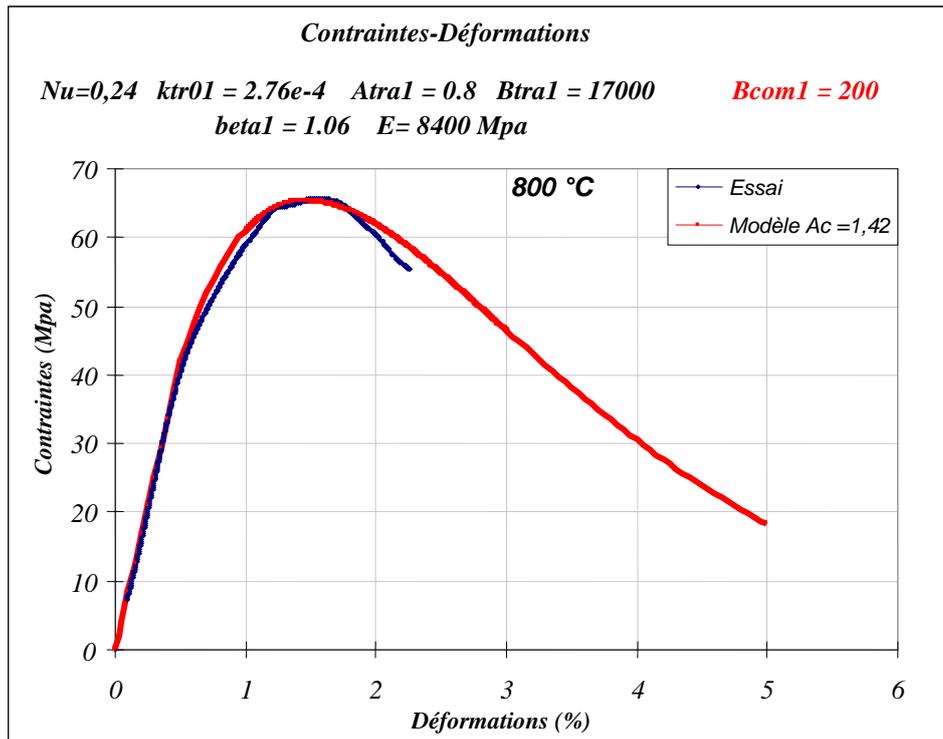
A toutes les températures, le comportement du réfractaire BSAA est convenablement prédit par le modèle. En particulier, on peut noter que la détermination des paramètres Ac et Bc nous a permis d'estimer correctement la contrainte maximale et la déformation au pic de contrainte.



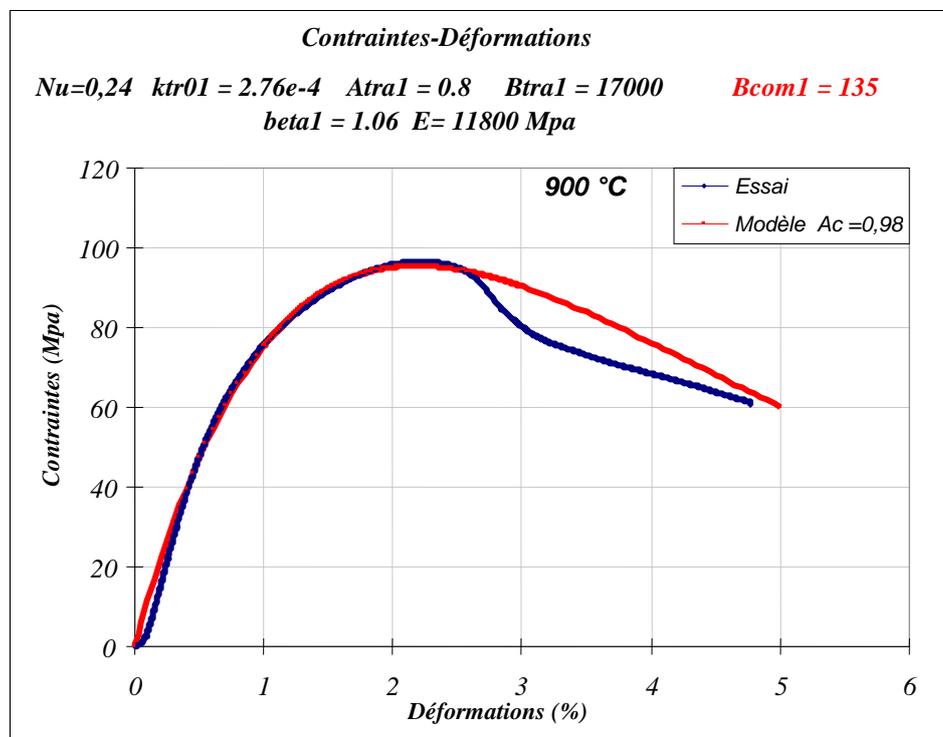
**Figure 3.15. Modélisation du comportement en compression simple de la céramique réfractaire BSAA à 500 °C par le modèle de Mazars.**



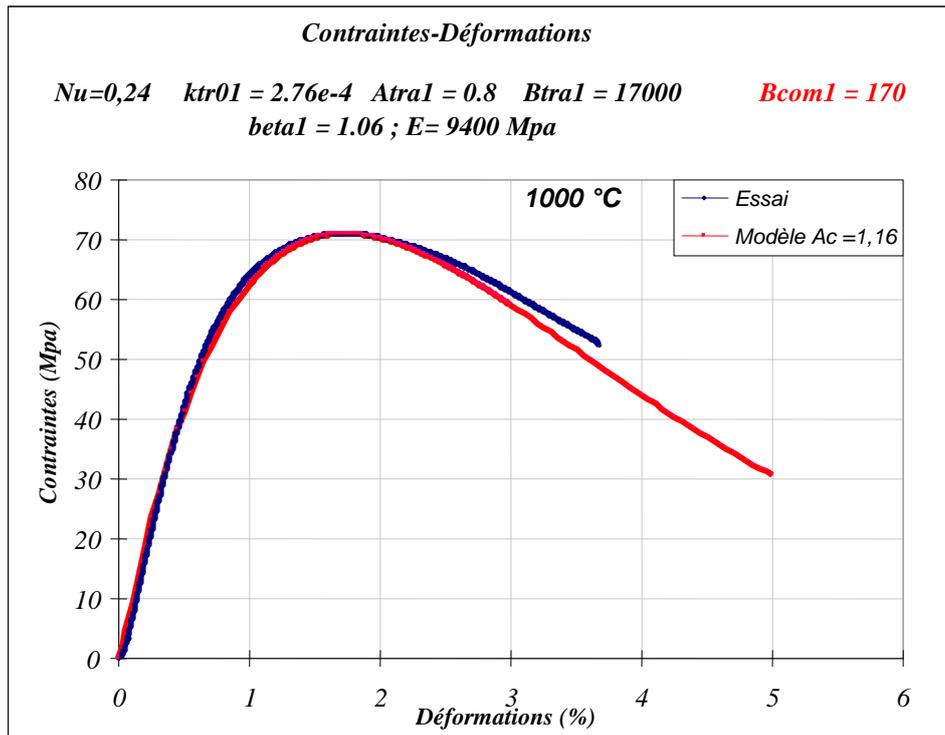
**Figure 3.16. Modélisation du comportement en compression simple de la céramique réfractaire BSAA à 700°C par le modèle de Mazars.**



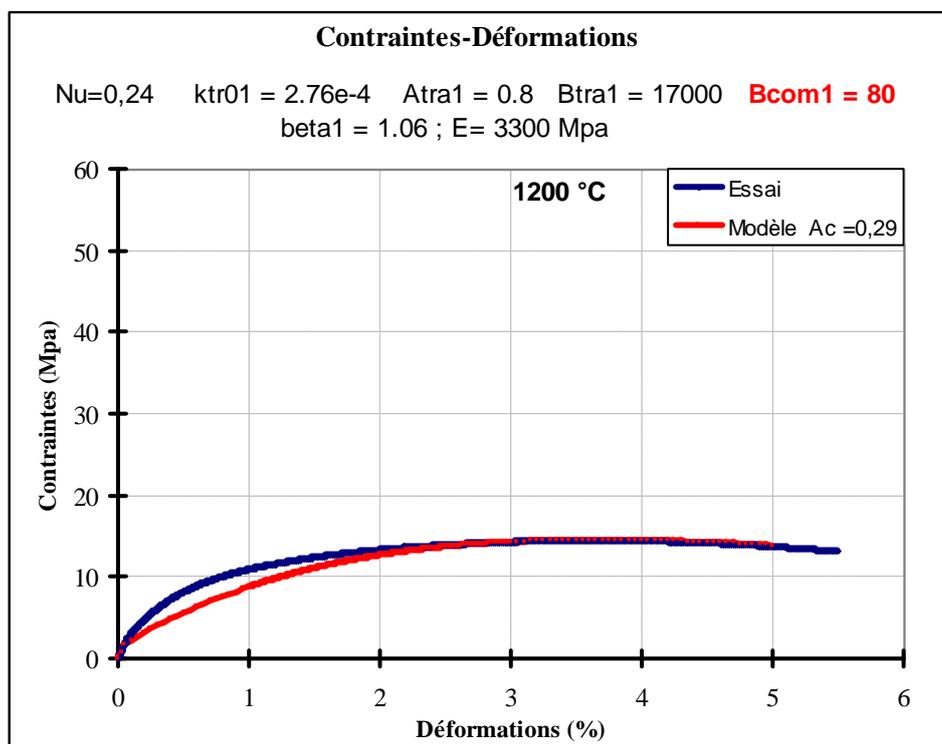
**Figure 3.17** Modélisation du comportement en compression simple de la céramique réfractaire BSAA à 800 °C par le modèle de Mazars.



**Figure 3.18.** Modélisation du comportement en compression simple de la céramique réfractaire BSAA à 900 °C par le modèle de Mazars.



**Figure 3.19. Modélisation du comportement en compression simple de la céramique réfractaire BSAA à 1000°C par le modèle de Mazars.**



**Figure 3.20. Modélisation du comportement en compression simple de la céramique réfractaire BSAA à 1200°C par le modèle de Mazars**

### 3.10. Conclusion

Nous avons entamé ce chapitre en présentant une revue non exhaustive des différentes possibilités s'offrant à nous pour un choix de lois de comportement thermomécaniques adéquates pour les réfractaires silico-alumineux frittés.

La modélisation devient très complexe quand il s'agit de traiter le comportement des réfractaires frittés dans sa globalité, en incluant élasticité-endommagement aux faibles températures et la viscoplasticité aux hautes températures.

Le temps et les moyens nous ont malheureusement manqué pour élaborer nous-mêmes un modèle décrivant le comportement des céramiques réfractaires frittées BSAA. Nous nous sommes donc intéressés à employer des modèles réalistes pris de la littérature des bétons Génie Civil, ayant déjà montré tout leur intérêt dans le cas des bétons réfractaires utilisés dans les mêmes conditions que les réfractaires façonnés et soumis aux mêmes contraintes thermiques et mécaniques.

Parmi les modèles énumérés, notre choix a porté sur le modèle d'élasticité couplé à l'endommagement de Mazars qui permet de décrire de manière satisfaisante, le comportement des réfractaires silico-alumineux façonnés, en conservant à l'esprit que celui-ci ne permet pas de reproduire certaines caractéristiques dont les déformations permanentes mises en évidence dans l'étude expérimentale.

Les paramètres de ce modèle ont été identifiés, en compression, sur la plage 20-1200°C. Cependant, nous ne disposons pas de moyens expérimentaux pour réaliser des essais de traction sur cette même plage de température ni de la base de données expérimentale en traction aux mêmes conditions thermiques opératoires, des briques réfractaires silico-alumineuses BSAA.

Les identifications effectuées ici, contribuent à la constitution d'une base de données pour la simulation d'une structure comportant un revêtement (une maçonnerie) en briques réfractaires silico-alumineuses.

### BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE N° 3

- [1] BAZANT Z.P., KAPLAN M., “Concrete at high temperature: material behavior and mathematical modeling”, Londonlonman concrete design and construction series, 1996, 412p.
- [2] M. ROUSEFID, E. OUEDRAOGO, N. PROMPT, A. MIRAS, “Caractérisation et modélisation du comportement thermomécanique de bétons réfractaires silico-alumineux”, in: 17<sup>ème</sup> Congrès Français de Mécanique (CFM 2005), Troyes, Septembre, 2005.
- [3] E. OUEDRAOGO, N. PROMPT, « High temperature mechanical caractérisation of an alumina refractory concrete for blast furnase main through. PartII: Material behavior”, J. Eur. Ceram. Soc. 28 (2008) 2867-2875.
- [4] S. DJAKNOUN, E. OUEDRAOGO, A. AHMED BENYAHIA, “Fracture toughness of high performance concrete on three point bending notched beam at elevated temperature”, Adv. Mater. Res. 89-91 (2010) 159-164.
- [5] KACHANOV L.M. “Introduction to continuum damage mechanics”, Martinus Nijhoff, 1986.
- [6] G. ALIPRANDI, Matériaux réfractaires et céramiques techniques, Septima, Paris, 1979, pp. 1-612.
- [7] LEMAISTRE H., « Etudes des proprietes thermomécaniques de divers réfractaires », Thèse de Doctorat, INSA de Lyon (France), 1998, 141 p.
- [8] B. CLAVAUD, « Proprietes mecaniques à chaud des produits réfractaires », Bul. Soc. Franc. Cer, Oct-Dec. 1975.
- [9] W. FORD, « The effect of heat on ceramics », Mc Laren and Sons ed., London, 1967.
- [10] J. LAMON et J.P. TORRE « Prédiction de la durée de vie en service des pièces céramiques », Ind. Cer. N° 729, juin 1979.
- [11] P.ZOMBAS « Etude du comportement au fluage des produits réfractaires », Ind. Cer. N° 699 oct 1976.
- [12] MURAKAMI S., « Mechanical modelling of material damage », Journal of applied mecanics, vol. 55 n° 6, pp 280-286 (1988).

- [13] MAZARS J. “Application de la mécanique de l’endommagement au comportement non linéaire et à la rupture du béton de structure”, Thèse de Doctorat es-sciences physiques de l’université de Paris VI (1984).
- [14] LA BORDERIE C., « Phénomènes unilatéraux dans un matériau endommageable : modélisation et application à l’analyse des structures en béton », Thèse de Doctorat, Université Paris VI, (1991).
- [15] PERZYNA P., « Constitutive equations of dynamic plasticity », 3<sup>rd</sup> COMPLAS, Barcelona, 1992 p.6-10.
- [16] SIMO J.C., GOVINDJEE S., “Non-Linear B-stability and symmetry preserving return mapping algorithms for plasticity and viscoplasticity”, Int. J. Numer. Methods Engng, vol. 31, 1991, 151-176.
- [17] CAST3M, User’s Manual, <http://www-cast3m.cea.fr/jcast3m/index.jsp>
- [18] LEMAITRE J., CHABOCH J.L. Mécanique des matériaux solides, 2<sup>o</sup> ed., DUNOD, Paris (1996).
- [19] ROBIN J.M. « Comportement thermomécanique des céramiques réfractaires », Thèse de Doctorat, Université Paris VI. 1995.
- [20] ROSEFID M., « Etude du comportement thermomécanique de deux bétons réfractaires silico-alumineux : Application à une poche d’aciérie », Thèse de Doctorat, INP Grenoble, 2006, 272p.
- [21] J.M. HAUSSANNE et al. « Céramiques et verres », Traité des matériaux, vol. 16 (2005)

## 5. CONCLUSION GENERALE

Cette thèse est une contribution à l'étude du comportement thermomécanique des réfractaires silico-alumineux façonnés très utilisés dans les maçonneries des fours tunnels et comme garnissage des soles de wagonnets et supports d'enfournement d'articles en céramique.

L'objectif étant de mieux comprendre leurs mécanismes de dégradation en service pour mieux prévoir et optimiser leur durée d'exploitation.

Pour ce, nous avons structuré notre étude comme suit :

### 1. Caractérisation des matières premières utilisées pour la fabrication des réfractaires silico-alumineux BSAA

Les réfractaires silico-alumineux BSAA sont fabriqués à partir d'un mélange de débris de briques réfractaires silico-alumineuses industrielles et de deux kaolins extraits des carrières Algériennes : l'halloysite de djebel Debbagh et le kaolin de Tamazert.

L'analyse chimique de ces kaolins met en évidence leur richesse en alumine (oxyde hautement réfractaire) et en silice.

Lors du traitement thermique, ces deux substances se combinent pour former une phase hautement réfractaire : la mullite ( $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ), qui confère aux matériaux leurs caractéristiques thermiques et thermomécaniques exceptionnelles et qui sera mise en évidence par l'analyse minéralogique des briques BSAA.

L'analyse minéralogique des deux argiles, montre la prédominance de deux minéraux réfractaires que sont la kaolinite (pour le kaolin de Tamazert) et la halloysite (pour le kaolin de djebel Debbagh). Le caractère siliceux du kaolin de tamazert, fait que sa plasticité est réduite, comparativement à la halloysite de djebel Debbagh. Ceci est d'ailleurs confirmé par l'analyse granulométrique des deux matières qui met en exergue la prédominance de la fraction grossière (quartz) dans le premier cas et de la fraction fine (matières plastiques argileuses) pour le second.

La chamotte, issue du broyage des débris de briques réfractaires silico-alumineuses, est une fraction chimiquement inerte et hautement réfractaire, qui constitue le squelette du matériau à l'état cru, en facilitant son séchage.

### 2. La caractérisation physico-chimique et thermique de ces briques réfractaires

La caractérisation physique des briques réfractaires BSAA fait ressortir des propriétés très comparables à celles des réfractaires silico-alumineux industriels les plus communs.

Leur température de fusion déterminée au microscope de chauffe montre que se sont des produits hautement réfractaires qui conservent leur morphologie à plus de 1600°C.

Ce qui est confirmé par l'analyse chimique qui montre un pic de haute intensité correspondant à l'élément aluminium révélateur d'une forte présence d'alumine.

La courbe dilatométrique du matériau montre une évolution linéaire et régulière de la dilatation entre l'ambiante et 200°C. La variation brusque observée aux environs de 200°C correspond à la transformation  $\alpha$ - $\beta$  cristobalite. Au-delà de cette température, et jusqu'à

1000°C environ, la dilatation du matériau reprend son caractère linéaire. Le coefficient de dilatation moyen déduit à partir de la courbe dilatométrique est de  $5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ . C'est une valeur à même d'assurer une bonne résistance aux chocs thermiques aux réfractaires BSAA.

### 3. Leur caractérisation thermomécanique

Nous avons caractérisé le comportement thermomécanique en compression uniaxiale de 20 à 1200°C des briques réfractaires BSAA.

Des essais de compression ont été menés, respectivement à 20, 500, 700, 900, 1000 et 1200°C sur un dispositif expérimental inédit d'essais mécaniques à hautes températures conçu et construit au laboratoire 3S-Risques de l'INPG de Grenoble.

Ces essais ont montré une transition progressive du comportement d'élastique endommageable à basse et moyenne température à viscoplastique à partir de 900°C.

A 900°C, les briques BSAA ont montré une résistance mécanique optimale et une rigidité maximale.

Au-delà, une certaine viscosité apparaît du au ramollissement de la phase vitreuse. On assiste alors à une chute progressive de la résistance au pic, du module d'élasticité et à une augmentation de la déformation au pic.

### 4. Analyse de la microstructure

Des analyses de l'évolution de la microstructure en fonction de la température ont été faites par la Microscopie Optique et Electronique à Balayage.

Les observations de la fissuration du matériau sont cohérentes avec l'évolution des propriétés mécaniques en fonction de la température. On constate en effet, que les fissures tendent à se refermer aux alentours de 900°C.

Vers 1000 et 1200°C, la matrice présente un aspect pâteux.

### 5. Analyse chimique aux différentes températures d'essais

Les analyses chimiques semblent montrer qu'il n'y a pas de nouvelles transformations de phases liées à l'élévation de la température. Les éléments Al, Si et O restent toujours prédominants.

Bien qu'intéressantes, ces analyses ne permettent pas d'expliquer directement les évolutions à l'échelle macroscopiques.

### 6. Modélisation du comportement

Nous avons énuméré des modèles puisés dans la littérature du béton Génie civil à cause des similitudes que celui-ci présente avec les réfractaires BSAA de par sa structure. Ces

modèles ont d'ailleurs montré leur pertinence pour le cas des bétons réfractaires soumis aux mêmes conditions d'emploi que les réfractaires façonnés BSAA.

De toute évidence, le modèle idéal serait celui qui décrirait le comportement élastoplastique avec endommagement aux basses et moyennes températures et dégénérerait en modèle viscoplastique à haute température.

De plus, cette loi devrait comporter une variable interne qui puisse décrire l'évolution de l'état du matériau avec la température.

Une telle loi, si elle s'avère possible, serait ardue à identifier et surtout à implémenter dans un code de calcul avec éléments finis.

Nous avons donc opté pour les modèles développés pour le béton hydraulique pour les raisons que nous avons déjà citées.

Enfin, l'aspect endommageable de ces réfractaires mis en évidence par la caractérisation expérimentale, est correctement défini par le modèle de Mazars.

L'analyse numérique du modèle d'endommagement a permis de décrire correctement le comportement des briques réfractaires silico-alumineuses étudiées et de prendre en compte l'évolution des paramètres d'endommagement en fonction de la température, en conservant à l'esprit qu'il ne permet pas de reproduire certaines de leurs caractéristiques mises en évidence lors de l'étude expérimentale.

#### Perspectives

A plus long terme,

- Il serait souhaitable d'exploiter les résultats de la modélisation du comportement d'endommagement des réfractaires silico-alumineux BSAA à la simulation numérique du comportement thermomécanique de structures industrielles réelles tels que les supports d'enfournement silico-alumineux, les soles de wagonnets de fours tunnels constitués de garnissages silico-alumineux, les maçonneries des fours industrielles etc.
- Il faudrait également envisager une étude approfondie visant à définir l'influence de la microstructure du matériau sur son comportement thermomécanique.
- Et puis enfin, réfléchir à l'élaboration d'un modèle unique qui puisse décrire simultanément le comportement du matériau aux basses et hautes températures.

## ANNEXE A

### PRESENTATION DU CODE DE CALCUL PAR ELEMENTS FINIS : CASTEM

Ces éléments de présentation sont issus du rapport du CEA 'Prise en main de CASTEM par l'exemple' de J.S. Fleuret.

#### Présentation de CASTEM

CASTEM est un logiciel de calcul de structures par la méthode des éléments finis et plus généralement de résolution d'équations aux dérivées partielles par la méthode des éléments finis.

Il a été développé au Département de Mécanique et Technologie (DMT) du Commissariat à l'Energie Atomique (CEA). La principale particularité de CASTEM, est d'être extrêmement adaptable aux multiples applications propres à chaque utilisateur.

#### Règles syntaxiques générales du GIBIANE

Gibiane est le langage qui permet de communiquer avec le programme. La syntaxe est basée sur l'utilisation de directives, d'opérateurs et de procédures qui s'appliquent à des opérandes.

Dans le premier cas la syntaxe est : **DIRECTIVE OPERANDES**.

Ex : TRACE MAILLAGE

TRACE est la directive de traçage

MAILLAGE est l'opérande que l'on veut visualiser.

Dans le second cas, la syntaxe est : **RESULTATS = OPERATEUR OPERANDES**.

Ex : LIGNE = DROITE P1 P2

LIGNE sera l'objet construit en reliant P1 à P2 par une droite.

DROITE est l'opérateur qui s'applique sur les opérandes P1 et P2 et le résultat s'appelle LIGNE.

La procédure peut utiliser, suivant sa définition, l'une ou l'autre des syntaxes en respectant un certain nombre de règles syntaxiques dont les principales sont données ci-dessous.

- Les caractères **espace, virgule, égal, % et deux-points** sont des séparateurs.
- Les **tabulations** ne sont pas comprises par CASTEM. Ainsi, pour la mise en forme des fichiers d'instruction, il faut utiliser seulement des espaces.
- Le **point-virgule** termine une instruction. S'il est omis à la fin d'une ligne, CASTEM considère que la ligne suivante fait partie de l'instruction. Attention donc à ne pas l'oublier car c'est une cause fréquente d'erreur.
- Une instruction doit être écrite sur moins de **9 lignes**, mais une même ligne peut contenir plusieurs instructions.
- Seuls les **72 premiers caractères** d'une ligne sont pris en compte.
- L'interpréteur Gibiane ignore toute ligne dont le premier caractère est un **astérisque**, la ligne étant alors considérée comme un commentaire.
- Les opérateurs et les directives sont définis par leurs **4 premiers caractères**, les caractères suivants n'étant pas pris en compte (par exemple TRACER est lu comme l'opérateur TRAC).
- L'instruction est interprétée de gauche à droite. Dès que le programme reconnaît un opérateur, il lui transmet le contrôle de l'exécution. CASTEM ne fait donc **pas la priorité des opérations** dans les calculs mathématiques.

- Une instruction peut contenir des parenthèses. Conformément aux règles de l'algèbre, les instructions contenues dans les parenthèses les plus internes sont exécutées avant celles contenues dans les parenthèses les plus externes.
- Le signe = permet de donner un nom au résultat d'une instruction.
- La longueur du nom attribué à un objet ne doit pas dépasser **8 caractères**. Il est conseillé de terminer le nom d'un objet par un chiffre afin de s'assurer de ne pas utiliser le nom d'un opérateur déjà existant dans CASTEM.
- CASTEM ne fait pas la distinction entre majuscule et minuscule excepté pour les noms d'opérateurs utilisés entre guillemets simples. Ainsi les mots fin, FIN ou 'FIN' feront appel à l'opérateur FIN alors que 'fin' ne sera pas compris.

### Unités

CASTEM ne dispose d'aucun système particulier d'unités de mesure. C'est à l'utilisateur de fournir les données dans un système cohérent. Une fois que les unités de mesure utilisées dans les données sont définies, tous les résultats seront exprimés dans ces mêmes unités.

Il existe cependant une exception à cette règle concernant la mesure des angles qui doivent toujours être exprimés en **degrés**.

Le tableau suivant présente trois exemples de systèmes cohérents :

<b>Longueur</b>	<b>Force</b>	<b>Contrainte</b>
<b>m</b>	<b>N</b>	<b>Pa</b>
<b>m</b>	<b>MN</b>	<b>MPa</b>
<b>mm</b>	<b>N</b>	<b>MPa</b>

### Types d'objets

Les objets disponibles dans CASTEM 2000 sont classés selon le type d'informations qu'ils renferment et selon la signification que prennent ces informations dans l'analyse. La liste des principaux types d'objets est présentée en annexe 1. On note également que le type de chaque objet peut être obtenu en listant son contenu à l'aide de l'opérateur LIST.

Nous allons cependant revenir sur quelques objets souvent utilisés dans CASTEM.

#### **- Objet de type Champ par point :**

Dans un objet de type champ par point (CHPOINT), on associe à chaque point une ou plusieurs composantes qui sont repérées par leur nom. Les noms des composantes sont :

- soit choisis par l'utilisateur
- soit déterminés par les opérateurs qui créent les objets.

Le champ peut être indéterminé, diffus (quand il représente une grandeur continue comme un champ de déplacement) ou discret (quand il représente une valeur discrète comme une force nodale).

Les points concernés par le CHPOINT sont référencés dans un objet maillage qui contient des éléments à 1 nœud.

#### **- Objet de type Champ par élément :**

Ce sont des objets contenant des données définies dans les éléments, par exemple :

- des caractéristiques des matériaux
- des caractéristiques géométriques (épaisseurs, section...).
- des contraintes....

Le champ est connu par ses valeurs définies soient :

- au centre de gravité de l'élément
- aux nœuds de l'élément
- aux points d'intégration de l'élément.

Remarquons que l'on peut construire un champ par point à partir d'un champ par élément. Pour cela, on calcule la moyenne aux nœuds des éléments adjacents.

#### **- Objet de type Liste :**

On peut définir un objet de type liste de réels (LISTREEL) par le biais de l'opérateur PROG.

Ex : LISTE1 = 'PROG' 0. 0.5 1. 1.5 2.0 2.5 2.5 2.5 2.5 ;

On peut utiliser la notion de pas, de nombre de pas et de nombre de valeurs à répéter pour alléger les écritures.

Ainsi LISTE1 pouvait également s'écrire : LISTE1 = 'PROG' 0. PAS 0.5 NPAS 5 4\*2.5 ;

On peut, de la même manière, créer des listes d'entiers (LISTENTI) avec l'opérateur LECT.

#### **- Objet de type Evolution :**

A partir de plusieurs listes on peut définir l'évolution d'une ou plusieurs grandeurs en fonction d'un paramètre. L'opérateur utilisé est EVOL(UTION) avec l'option MANU et l'objet créé est de type évolution.

Ex : LISTEX = 'PROG' 0. PAS 1 9 ;

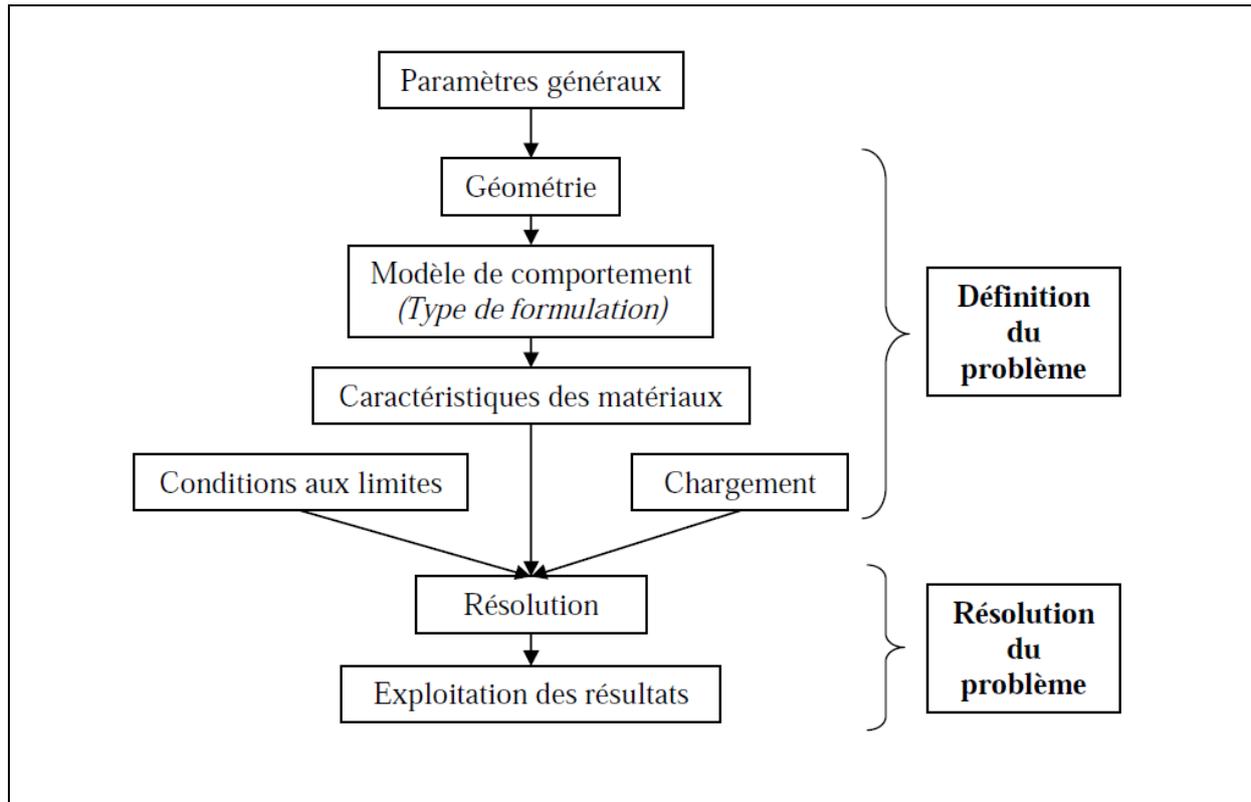
EVOL1 = 'EVOL' 'MANU' 'TEMPS' LISTEX 'FORCE' LISTE1 ;

L'opérateur EVOL supporte une autre option couramment utilisée :

- CHPO : qui permet de définir l'évolution d'une composante d'un champ par point (déplacement, force...) le long d'une ligne de nœuds.

### **Procédure de résolution d'un problème avec CASTEM**

Tout problème (mécanique, thermique, chimique, ...) résolu avec CASTEM doit être construit de la manière suivante :



**- Paramètres généraux :**

Il s'agit de définir les options générales du calcul. On précise notamment ici la dimension du problème (1D, 2D, 3D), le type d'éléments utilisés, les hypothèses de calcul (par exemple "contraintes planes").

**- Géométrie :**

La géométrie des différents éléments que l'on souhaite calculer se définit toujours selon la démarche suivante :

- construction des points,
- construction des lignes à partir des points,
- construction des surfaces à partir des lignes,
- construction des volumes à partir des surfaces.

**- Modèle de comportement :**

Le code CASTEM permet de gérer des problèmes très variés (mécanique, fluide, thermique, ...).

Il faut donc préciser avant tout calcul le modèle de comportement associé aux différentes géométries définies.

Les différentes formulations intégrées dans CASTEM sont :

- mécanique
- liquide
- thermique
- convection
- poreux
- darcy
- frottement

- rayonnement
- liquide mécanique.

A chacune de ces formulations est associée une (ou plusieurs) loi de comportement. Par exemple pour la formulation MECANIQUE on trouve des lois de comportement élastique, plastique, ...

**- Caractéristiques des matériaux :**

Le modèle de comportement choisi nous indique alors les différentes caractéristiques physiques

ou mécaniques à préciser. Par exemple pour un modèle MECANIQUE ELASTIQUE on devra fournir le module d'Young et le coefficient de Poisson du matériau.

**- Conditions aux limites et chargement :**

La définition des conditions aux limites et des chargements imposés à l'élément étudié est essentielle à la résolution de tout problème élément fini.

Par exemple, pour un problème mécanique, les conditions aux limites pourront être des déplacements bloqués et les chargements des forces imposées (poids propre, force ponctuelle).

Pour un problème thermique, les conditions aux limites pourraient des températures imposées et les chargements des sources de chaleur.

**- Résolution :**

La résolution est dans la majorité des cas gérée par des opérateurs de CASTEM. Elle peut être linéaire (élasticité, thermique stationnaire,...) ou non linéaire (plasticité, viscoélasticité, thermique transitoire, ...). Dans ce dernier cas, la résolution est approchée à l'aide de méthodes numériques (résolution explicite, implicite, semi-implicite, ...).

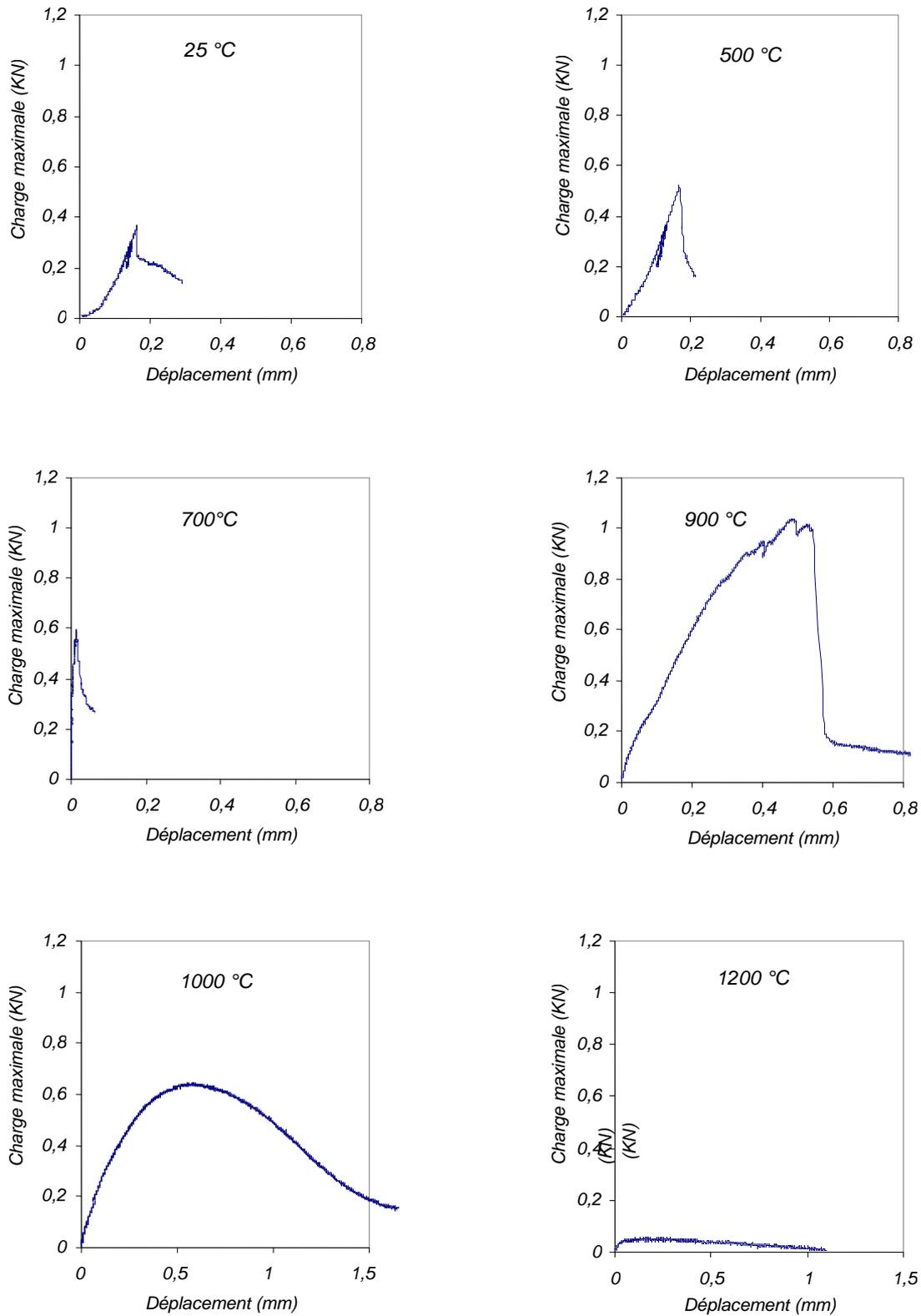
**- Post-traitement :**

La résolution des problèmes **thermiques** donne accès à la **température** aux nœuds de la géométrie.

La résolution des problèmes **mécaniques** donne quant à elle la valeur du **déplacement** aux nœuds de la géométrie. Il convient alors d'exploiter ce déplacement pour déduire les autres résultats attendus (déformations, contraintes, ...).

## ANNEXE B

### ESSAIS DE FLEXION TROIS POINTS



**Fig. A1. Courbes charge-déplacement des essais de flexion trois points**

## Liste des figures

<b>Fig. 1-1 :</b> Garnissage réfractaire de la sole du wagonnet d'un four tunnel.....	12
<b>Fig. 1-2:</b> Wagonnet chargé de produit cru à l'entrée d'un four tunnel.....	12
<b>Fig.1-3 :</b> Principe de fonctionnement d'un four tunnel.....	13
<b>Fig. 1-4:</b> Cycle thermique subi par les briques silico-alumineuses servant de dallage au wagonnet du four tunnel.....	13
<b>Figure 1-5 :</b> Composition minéralogique des réfractaires silico-alumineux en fonction de la température de cuisson (d'après Konopicky).....	16
<b>Fig.1-6 :</b> Dilatation du quartz.....	17
<b>Fig.1-7 :</b> Diagramme silice-alumine le plus récent.....	18
<b>Fig. 1-8 :</b> Cristaux de mullite formés au cours de la cuisson, à 1350°C du kaolin de Tamazert traité.....	19
<b>Fig. 1-9 :</b> Essais de compression sur des éprouvettes silico-alumineuses soumises à différents cycles thermiques.....	20
<b>Fig. 1-10 :</b> Endommagement causé par une série de chocs thermiques sur des échantillons de réfractaires silico-alumineux .....	20
<b>Fig. 1-11 :</b> Dilatation linéaire des principaux réfractaires du système silice-alumine avec la température.....	22
<b>Figure 1-12 :</b> Dilatation thermique d'un échantillon de terre cuite montrant une contraction volumique vers 573°C due à la transformation $\alpha$ - $\beta$ quartz.....	23
<b>Fig. 1-13 :</b> Influence de la température sur la conductibilité thermique des réfractaires silico-alumineux et des réfractaires les plus usuels.....	24
<b>Fig. 1-14 :</b> Relation entre le coefficient de conductibilité thermique et densité apparente de briques silico-alumineuses et de béton sec à température ambiante (d'après Konopicky).....	25
<b>Fig. 1-15 :</b> Courbe type d'affaissement sous charge.....	32
<b>Fig. 1-16 :</b> Essais de compression sur un échantillon de terre cuite à différentes températures.....	39
<b>Fig. 1-17 :</b> Essais de flexion sur un échantillon de terre cuite à différentes températures.....	39
<b>Fig. 1-18 :</b> Comportement thermomécanique, en compression uniaxiale d'un béton réfractaire alumineux.....	41
<b>Fig. 1-19 :</b> Comportement thermomécanique, en compression uniaxiale d'un béton silico-alumineux.....	42

<b>Fig. 1-20</b> : Mise en évidence de la plasticité en compression d'un béton alumineux à base de spinelle de magnésium à 1200°C.....	43
<b>Fig. 1-21</b> : Courbe charge-décharge d'un béton réfractaire silico-alumineux.....	43
<b>Fig. 1-22a</b> : Courbes de fluage pour une contrainte de 15 MPa à différentes températures pour un béton réfractaire alumineux.....	45
<b>Fig. 1-22b</b> : Courbes de fluage à 1200°C pour différentes contraintes pour un béton réfractaire alumineux.....	45
<b>Fig. 1-23</b> : Dissymétrie traction-compression mesurée en flexion, à température ambiante.....	46
<b>Fig. 1-24</b> : Evolution du comportement en flexion avec la température d'essai pour un béton à base d'andalousite.....	46
<b>Fig.1-25</b> : Essais de compression simple sur le béton cuit à différentes températures réalisés à température ambiante.....	48
<b>Fig. 1-26</b> : Courbes monotones et charge-décharge d'un béton silico-alumineux cuit à 900°C pendant 5h.....	49
<b>Fig.1-27</b> : Courbes monotones et charge-décharge d'éprouvettes de béton silico-alumineux cuites à 1200°C.....	49
<b>Fig. 1-28</b> : Comportement d'un béton silico-alumineux cuit à 900°C pendant 5 heures, à haute température.....	51
<b>Fig. 1-29</b> : Comportement au fluage, en compression uniaxiale à 900°C, sous 10Mpa, de bétons réfractaires silico-alumineux ayant subi différents traitements thermiques.....	51
<b>Fig. 1-30</b> : Comportement en température de briques réfractaires alumineuses à 90% d'alumine d'après Alder et Masaryk.....	53
<b>Fig. 1-31</b> : Comportement en température de briques réfractaires alumineuses à 70% d'alumine d'après Alder et Masaryk.....	54
<b>Fig. 1-32</b> : Comportement en température de briques réfractaires silico-alumineuses d'après Kolli.....	54
<b>Fig. 1-33</b> : Comportement à la déformation des réfractaires de silice à des températures différentes.....	55
<b>Fig. 1-34a</b> : Comportement en flexion d'une brique à 80% d'Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	56
<b>Fig. 1-34b</b> : Comportement en flexion d'une brique à 90% d'Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	56
<b>Fig. 1-35</b> : Résistance à la flexion de 3 briques d'Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , d'après [PADGETT].....	57

<b>Fig. 1-36 :</b> Modules statiques et dynamiques, briques à 85% d'Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> d'après [PADGETT].....	58
<b>Fig. 1-37 :</b> Les trois étapes d'un essai de fluage.....	59
<b>Fig. 1-38 :</b> Schématisation des comportements en fluage.....	59
<b>Fig. 1-39 :</b> Essais de fluage pour des réfractaires différents (température d'essai : 1350°C ; charge 2kg/cm <sup>2</sup> ).....	59
<b>Fig. 1-40 :</b> Variation du module d'élasticité en fonction de la température pour des réfractaires silico-alumineux cuits à différentes températures.....	61
<b>Fig. 1-41 :</b> Compression simple du béton hydraulique à température ambiante.....	66
<b>Fig. 1-42 :</b> Comparaison entre flexion 3 points et flexion 4 points.....	68
<b>Fig. 1-43 :</b> Principe de l'essai de fendage.....	69
<b>Fig. 1-44 :</b> Critères de choix d'un matériau, d'après Schacht.....	71
<b>Fig. 2.1 :</b> Briques réfractaires silico-alumineuses BSAA.....	83
<b>Fig.2.2 :</b> Eprouvettes découpées dans les briques BSAA, destinées aux essais mécaniques de compression uniaxiale et de flexion trois points.....	83
<b>Fig.2.3 :</b> Représentation schématique du procédé de fabrication industriel des briques BSAA.....	84
<b>Fig. 2.4 :</b> Diffractogramme des rayons X du kaolin de Tamazert brute.....	85
<b>Fig. 2.5 :</b> Diffractogramme des RX du DD3 R.....	86
<b>Fig. 2.6 :</b> Cristaux de mullite en forme d'aiguilles enchevêtrées.....	89
<b>Fig. 2.7 :</b> Microstructure des BSAA.....	89
<b>Fig. 2.8 :</b> Diagramme de diffraction de rayons X des BSAA.....	90
<b>Fig. 2.9.</b> Analyse chimique des briques réfractaires silico-alumineuses BSAA.....	90
<b>Fig. 2.10a :</b> Aspect de l'échantillon à 20°C.....	91
<b>Fig. 2.10b :</b> Aspect du même échantillon à 1600°C.....	91
<b>Fig. 2.11 :</b> Courbe dilatométrique des briques réfractaires BSAA.....	92
<b>Figure 2.12 :</b> Vue de l'installation expérimentale d'essais à Haute Température Grande Capacité.....	96
<b>Figure 2.13 :</b> Etude numérique des techniques d'homogénéisation du béton.....	98

<b>Figure 2.14</b> : Vue en face de l'éprouvette.....	101
<b>Figure 2.15</b> : Vue de dessus de l'éprouvette.....	101
<b>Figure 2.16</b> : Courbes, à température ambiante, montrant la réponse des capteurs LVDT, la moyenne de la réponse des capteurs LVDT et le déplacement de la traverse.....	102
<b>Figure 2.17</b> : Courbe contrainte-déformation d'un essai à température ambiante.....	103
<b>Figure 2.18</b> : Evolution typique de la température et de la force d'un essai thermomécanique.....	104
<b>Figure 2.19</b> : Exemple de l'évolution des températures pendant la phase de chauffage et de maintien en température pour un essai à 900°C.....	105
<b>Figure 2.20</b> : Exemple de l'évolution des déplacements pendant la phase de chauffage et de maintien en température pour un essai à 900°C.....	105
<b>Figure 2.21</b> : Courbes à haute température (500 °C) montrant la réponse des capteurs LVDT, la moyenne de la réponse des capteurs LVDT et le déplacement de la traverse.....	106
<b>Figure 2.22</b> : Comportement en compression simple des briques BSAA à 500°C.....	107
<b>Figure 2.23</b> : Comportement en compression simple des briques BSAA à 700°C.....	107
<b>Figure 2.24</b> : Comportement en compression simple des briques BSAA à 800°C.....	108
<b>Figure 2.25</b> : Comportement en compression simple des BSAA à 900°C.....	109
<b>Figure 2.26</b> : Comportement en compression simple des BSAA à 1000°C.....	110
<b>Figure 2.27</b> : Comportement en compression simple des briques BSAA à 1200°C.....	110
<b>Figure 2.28</b> : Synthèse des courbes de compression aux différentes températures.....	111
<b>Figure 2.29</b> : Aspect des éprouvettes après essais de compression après rupture.....	111
<b>Fig.2.30</b> : Eprouvette testée en flexion 3points à 1200°C.....	112
<b>Figure 2.31</b> : Variation du module d'élasticité des BSAA en fonction de la température d'essai.....	113
<b>Figure 2.32</b> : Variation de la résistance à la compression de matériau étudié en fonction de la température d'essai.....	113
<b>Fig. 2.33</b> : Evolution de la déformation au pic de contrainte.....	114
<b>Figure 2.34</b> : Photographies optiques montrant l'évolution des faciès de rupture du matériau (BSAA) en fonction de la température.....	117
<b>Figure 2.35</b> : Micrographies à la même échelle (100 µm) de la zone orangée après chauffage aux différentes températures affichées.....	118

<b>Figure 2.36</b> : Micrographies à la même échelle (10 $\mu\text{m}$ ) de la zone orangée après chauffage aux différentes températures affichées.....	120
<b>Figure 2.37</b> : Analyse chimique de la zone orangée à 25°C.....	121
<b>Figure 2.38</b> : Analyse chimique de la zone orangée à 900°C.....	122
<b>Figure 2.39</b> : Analyse chimique de la zone orangée à 1200°C.....	122
<b>Fig.3.1</b> : Surface seuil d'endommagement dans le modèle de MAZARS.....	140
<b>Fig. 3.2</b> : Calcul de l'incrément de contrainte dans le modèle de MAZARS.....	140
<b>Figure 3.4</b> : Influence du paramètre AC pour une température de 700°C.....	144
<b>Figure 3.5</b> : Influence du paramètre BC pour une température de 700°C.....	145
<b>Fig. 3.6</b> : Courbe contrainte déformation en compression d'un matériau quasi-fragile.....	156
<b>Fig.3.7</b> : Seuil d'endommagement en traction pour un matériau quasi-fragile.....	157
<b>Figure 3.8</b> : Variation du paramètre de seuil d'endommagement en déformation avec la température.....	158
<b>Figure 3.9</b> : Variation du paramètre Bc avec la température.....	158
<b>Figure 3.10</b> : Variation du paramètre Ac avec la température.....	159
<b>Fig. 3.11</b> : Géométrie du problème.....	160
<b>Figure 3.12</b> : Influence du paramètre AC pour une température de 700°C.....	161
<b>Figure 3.13</b> : Influence du paramètre BC pour une température de 700°C.....	161
<b>Figure 3.14</b> : Modélisation du comportement en compression simple de la céramique réfractaire BSAA à température ambiante (25 °C) par le modèle de Mazars.....	162
<b>Figure 3.15</b> : Modélisation du comportement en compression simple de la céramique réfractaire BSAA à 500 °C par le modèle de Mazars.....	163
<b>Figure 3.16</b> : Modélisation du comportement en compression simple de la céramique réfractaire BSAA à 700°C par le modèle de Mazars.....	163
<b>Figure 3.17</b> : Modélisation du comportement en compression simple de la céramique réfractaire BSAA à 800°C par le modèle de Mazars.....	164
<b>Figure 3.18</b> : Modélisation du comportement en compression simple de la céramique réfractaire BSAA à 900 °C par le modèle de Mazars.....	164
<b>Figure 3.19</b> : Modélisation du comportement en compression simple de la céramique réfractaire BSAA à 1000°C par le modèle de Mazars.....	165

<b>Figure 3.20 :</b> Modélisation du comportement en compression simple de la céramique réfractaire BSAA à 1200°C par le modèle de Mazars.....	165
<b>Fig. A1 :</b> Courbes charge-déplacement des essais de flexion trois points.....	177

## Index des tableaux

### -C-

<b>Tableau 1.</b> Consommation spécifique des principaux secteurs industriels utilisateurs de matériaux réfractaires.....	6
<b>Tableau 1.2.</b> Coefficient de dilatation linéaire moyen de réfractaires usuels .....	21
<b>Tableau 1.3.</b> Chaleurs spécifiques moyennes des matériaux réfractaires du système silice-alumine entre 20°C et 1200°C en kcal/kg°C.....	26
<b>Tableau 1.7 :</b> Composition des briques réfractaires alumineuses testées SCHACHT en %.....	55
<b>Tableau 2.1-</b> Compositions chimiques de l'halloysite de djebel Debbagh DD3 et du kaolin KT.....	86
<b>Tableau 2.2.</b> Compositions granulométriques du DD3 et du kaolin de Tamazert.....	87
<b>Tableau 2.3-</b> Composition minéralogique de la chamotte.....	87
<b>Tableau 2.4 –</b> Composition granulométrique de la chamotte.....	87
<b>Tableau 2.5-</b> Caractéristiques physiques des BSAA.....	88
<b>Tableau 2.6 -</b> Composition chimique des briques BSAA.....	91
<b>Tableau 2.7.</b> Caractéristiques de la presse utilisée pour l'étude expérimentale.....	94

### -P-

<b>Tableau 1.1.</b> Production de produits réfractaires des principales puissances industrielles.....	11
---	----

### -R-

<b>Tableau 1.4.</b> Résistance aux chocs thermiques des produits silico-argileux et argileux.....	34
---	----

### -S-

<b>Tableau 2.8.</b> Synthèse des paramètres et conditions d'essais.....	100
---	-----

### -T-

<b>Tableau 1.5.</b> Tableau des cônes de Seger.....	34
<b>Tableau 1.6 :</b> Température de transition élastique-viscoplastique pour divers réfractaires.....	52

