



**HAL**  
open science

# Dégradation thermomécanique des réfractaires au contact de laitiers sidérurgiques

Eric Blond

► **To cite this version:**

Eric Blond. Dégradation thermomécanique des réfractaires au contact de laitiers sidérurgiques. Sciences de l'ingénieur [physics]. École normale supérieure de Cachan - ENS Cachan, 2003. Français. NNT: . tel-00370776

**HAL Id: tel-00370776**

**<https://theses.hal.science/tel-00370776>**

Submitted on 25 Mar 2009

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

**THÈSE DE DOCTORAT  
DE  
L'ÉCOLE NORMALE SUPÉRIEURE DE CACHAN**

Spécialité :  
**MÉCANIQUE - GÉNIE MÉCANIQUE - GÉNIE CIVIL**

Présentée à l'École Normale Supérieure de Cachan  
par

Eric BLOND

pour obtenir le grade de  
**DOCTEUR DE L'ÉCOLE NORMALE SUPÉRIEURE DE  
CACHAN**

Sujet de la thèse :  
**Dégradation thermomécanique des réfractaires au contact de  
laitiers sidérurgiques**

Thèse soutenue le 19 mars 2003 devant le jury composé de :

G. FANTOZZI	Président
O. COUSSY	Rapporteur
T. DESOYER	Rapporteur
F. HILD	Examineur
N. SCHMITT	Examineur
P. BLUMENFELD	Examineur
J. POIRIER	Examineur
T. ROUXEL	Examineur

Laboratoire de Mécanique et Technologie  
(ENS Cachan/CNRS/Université Paris 6)  
61 Avenue Président Wilson, 94235 CACHAN CEDEX (France)

**Résumé :** Les réfractaires au contact de laitiers sidérurgiques sont soumis à des sollicitations complexes. Pour identifier les causes de leur dégradation, l'examen de cas industriels permet d'établir un schéma de couplages à trois pôles : imprégnation par les laitiers (IL), thermomécanique (TM) et changements de phases (CP). Les gradients de microstructure et de composition résultant du couplage IL-CP sont caractérisés par des observations au MEB et des analyses chimiques avec une sonde EDS ; un traceur naturel de l'imprégnation est identifié. Le couplage IL-TM est étudié en modélisant le comportement du revêtement soumis à un chargement thermique cyclique dans le cadre de la mécanique des milieux poreux saturés. Les paramètres régissant la localisation et l'amplitude de la pression interstitielle maximale sont exhibés et leurs influences étudiées. L'étude du pôle TM conduit à l'identification d'un modèle de comportement « monophasique » de type thermoélastoviscoplastique de la bauxite à différents états d'imprégnation. Les simulations numériques indiquent que les contraintes développées lors de la montée en température favorisent l'écaillage, probablement amorcé par une surpression localisée.

**Mots Clefs :** réfractaire, milieu poreux, couplages multi-physique, cyclage thermique, consolidation thermique

**Abstract :** Refractory materials in contact with iron and steel slags are subjected to complex loadings. Examinations of industrial cases allow us to establish a coupling schematic with three poles to identify the causes of degradation: Slag Impregnation (SI), Thermomechanics (TM) and Phase Transformations (PT). The microstructure and composition gradients resulting from the SI-PT coupling are characterised by SEM observations and chemical EDS micro-analyses; a natural impregnation tracer, i.e., phosphorus, is identified. The SI-TM coupling is studied by modelling the refractory lining behaviour subjected to a cyclic thermal loading within the framework of mechanics of (saturated) porous continua. Parameters governing location and amplitude of the maximum pore pressure are obtained and their influences are studied. The TM pole study leads to the identification of a thermo-elasto-viscoplastic model for bauxite in various states of slag impregnation. Numerical simulations show that the stress state developed during the heating stages can induce spalling, probably generated by a localised overpressure of slag.

**Keywords:** refractory, porous media, multi-physics couplings, cyclic thermal loading, thermal consolidation

# Table des matières

<b>Introduction</b>	<b>4</b>
<b>1 Dégradation des réfractaires de sidérurgie</b>	<b>8</b>
1.1 Les réfractaires et la sidérurgie . . . . .	8
1.1.1 Elaboration de l'acier . . . . .	8
1.1.2 Place des réfractaires . . . . .	9
1.2 Dégradation de la couche d'usure . . . . .	11
1.2.1 Corrosion . . . . .	11
1.2.2 Erosion . . . . .	13
1.2.3 Dégradation thermomécanique . . . . .	14
1.2.4 Cas industriels . . . . .	15
1.2.4.1 Parois de fours électriques A.O.D. . . . .	15
1.2.4.2 Creuset de haut fourneau . . . . .	17
1.2.4.3 Couches d'usure des poches V.O.D. . . . .	17
1.2.4.4 Paroi de poche à acier en $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MgO-C}$ . . . . .	18
1.2.5 Synthèse . . . . .	19
1.3 Approche multiphysique . . . . .	20
1.3.1 Schéma de Couplages . . . . .	20
1.3.2 Décomposition du problème . . . . .	22
1.3.2.1 Décomposition spatiale et temporelle . . . . .	23
1.3.2.2 Dédoublément du problème en zone imprégnée . . . . .	23
1.4 Support de l'étude : la poche à acier . . . . .	24
1.4.1 Influence de l'histoire thermique . . . . .	25
1.4.2 Motivations et organisation de l'étude . . . . .	26
<b>2 Couplage Imprégnation-Changesments de phases</b>	<b>28</b>
2.1 Matériaux en présence . . . . .	28
2.1.1 Couche d'usure . . . . .	29
2.1.1.1 La bauxite naturelle . . . . .	29
2.1.1.2 Les briques HTA à base de bauxite . . . . .	29
2.1.2 Laitier de poche à acier . . . . .	31
2.2 Imprégnation en auto-creuset . . . . .	32
2.2.1 Conditions d'essais . . . . .	33
2.2.2 Microstructure du matériau imprégné . . . . .	34
2.2.3 Profils des concentrations élémentaires . . . . .	35
2.2.3.1 Méthode d'analyse . . . . .	35

2.2.3.2	Correction des mesures . . . . .	37
2.2.3.3	Résultats . . . . .	38
2.2.4	Répartition des phases . . . . .	40
2.2.5	Synthèse . . . . .	42
2.3	Imprégnation en poche . . . . .	43
2.3.1	Données sur le prélèvement . . . . .	43
2.3.2	Microstructure du prélèvement . . . . .	43
2.3.3	Profils des concentrations élémentaires . . . . .	44
2.3.3.1	Méthode d'analyse . . . . .	44
2.3.3.2	Résultats . . . . .	45
2.3.4	Analyse de cartographies E.D.S. . . . . .	47
2.4	Bilan . . . . .	47
<b>3</b>	<b>Couplage Imprégnation-Thermomécanique</b>	<b>50</b>
3.1	Introduction . . . . .	50
3.1.1	Thermomécanique des milieux poreux : bibliographie . . . . .	51
3.1.2	Modèle de comportement thermoporoélastique linéaire isotrope	53
3.1.2.1	Cadre thermodynamique . . . . .	53
3.1.2.2	Thermoporoélasticité linéaire isotrope . . . . .	54
3.2	Consolidation thermique : équations et grandeurs caractéristiques . .	58
3.2.1	Equations générales du problème . . . . .	58
3.2.2	Equation de la consolidation thermique . . . . .	61
3.2.3	Grandeurs caractéristiques . . . . .	62
3.2.3.1	Interprétation du coefficient de variation volumique relative . . . . .	63
3.2.3.2	Diffusivités et fluctuation de pression . . . . .	63
3.2.4	Etude qualitative du champ de pression interstitielle . . . . .	64
3.2.5	Pression interstitielle de référence . . . . .	65
3.2.6	Conclusion qualitative . . . . .	66
3.3	Solution pour un milieu poreux saturé semi-infini soumis à une solli-	
	citation thermique harmonique . . . . .	66
3.3.1	Résolution de l'équation de la chaleur . . . . .	68
3.3.2	Détermination du champ des pressions interstitielles . . . . .	69
3.3.3	Position du maximum absolu de la pression interstitielle . . . .	71
3.3.3.1	Cas où les diffusivités sont proches . . . . .	73
3.3.3.2	Cas où les diffusivités sont très différentes . . . . .	73
3.3.3.3	Commentaires . . . . .	74
3.3.4	Expression du maximum de pression . . . . .	76
3.3.4.1	Commentaires . . . . .	78
3.3.5	Extension des résultats . . . . .	81
3.3.5.1	Extension pour un milieu fini . . . . .	81
3.3.5.2	Autres chargements thermiques . . . . .	82
3.3.5.3	Cas du régime transitoire . . . . .	82
3.4	Bilan sur les grandeurs essentielles et leur influence . . . . .	83
3.5	Pression interstitielle et écaillage . . . . .	84
3.5.1	Tenseur des contraintes totales . . . . .	84

3.5.2	Tenseur des contraintes effectives . . . . .	85
3.5.3	Invariants du tenseur des contraintes . . . . .	86
3.6	Cas du revêtement d'usure de poche à acier . . . . .	87
3.6.1	Prévisions à partir du modèle analytique . . . . .	87
3.6.2	Intégration en temps et oscillations des équations de transfert . . . . .	89
3.6.2.1	Théta-méthode, faible incrément de temps et oscillation spatiale . . . . .	89
3.6.3	Hypothèses pour la simulation E.F. . . . .	91
3.6.3.1	Comportement du milieu . . . . .	92
3.6.3.2	Géométrie . . . . .	93
3.6.3.3	Condition aux limites . . . . .	93
3.6.3.4	Discrétisations spatiale et temporelle . . . . .	95
3.6.4	Simulations numériques du remplissage de poche . . . . .	96
3.6.4.1	Champs de température et de pression . . . . .	97
3.6.4.2	Sensibilité au rapport des diffusivités . . . . .	98
3.6.4.3	Sensibilité aux conditions aux limites . . . . .	98
3.6.5	Effet de la rotation des poches . . . . .	101
3.7	Bilan . . . . .	102
<b>4</b>	<b>Thermomécanique non-linéaire pour différents états d'imprégnation</b>	<b>103</b>
4.1	Etude expérimentale . . . . .	104
4.1.1	Dilatométrie . . . . .	105
4.1.2	Essais de compression simple . . . . .	108
4.1.2.1	Dispositif d'essai . . . . .	108
4.1.2.2	Résultats . . . . .	109
4.1.3	Essais de flexion trois points . . . . .	112
4.1.3.1	Dispositif d'essai . . . . .	112
4.1.3.2	Résultats . . . . .	114
4.2	Modélisation du comportement thermomécanique . . . . .	114
4.2.1	Cadre thermodynamique . . . . .	115
4.2.2	Comportement thermo-élastoviscoplastique . . . . .	117
4.2.3	Dissymétrisation du comportement . . . . .	120
4.3	Identification . . . . .	123
4.3.1	Identification en compression simple . . . . .	125
4.3.2	Identification en flexion trois points . . . . .	129
4.3.3	Bilan . . . . .	131
4.4	Simulation E.F. de la couche d'usure . . . . .	134
4.4.1	Implantation de la loi de comportement dans Abaqus . . . . .	135
4.4.2	Géométrie, maillage et conditions aux limites . . . . .	136
4.4.3	Résultats . . . . .	137
4.5	Bilan . . . . .	142
	<b>Conclusions et Perspectives</b>	<b>143</b>
	<b>Bibliographie</b>	<b>146</b>

<b>Notations</b>	<b>154</b>
<b>Annexes</b>	<b>157</b>
<b>A Principe de base du M.E.B. et de l'analyse E.D.S</b>	<b>157</b>
A.1 Microscope Electronique à Balayage . . . . .	157
A.2 Sonde E.D.S . . . . .	158
A.2.1 Optimisation des conditions d'acquisition . . . . .	160
A.3 Analyse quantitative . . . . .	162
<b>B Nullité du terme <math>A(t)</math> pour les problèmes unidimensionnel présentant une face libre</b>	<b>164</b>

# Introduction

L'élaboration de la composition chimique des métaux a lieu lorsque ceux-ci sont à l'état liquide, ce qui implique de travailler à des températures élevées. Pour les aciers par exemple, la phase d'affinage est réalisée à une température d'environ 1650°C. Peu de matériaux sont susceptibles de faire office de contenant. De plus, le laitier qui flotte au-dessus du métal liquide est composé d'oxydes non réduits qui génèrent une corrosion des revêtements au contact du bain. La nécessaire tenue à cette agression chimique limite encore un peu plus la liste des matériaux candidats pour la réalisation des réacteurs métallurgiques. A ces aspects techniques s'ajoutent des données économiques. Par exemple, un métal comme l'acier doit être produit en très grosses quantités et à très bas prix. L'unique famille de matériaux susceptible de satisfaire à l'ensemble de ces impératifs est celle des céramiques réfractaires, encore appelées céramiques traditionnelles ou grossières.

Les céramiques réfractaires utilisées dans l'industrie sidérurgique présentent des durées de vie plus ou moins limitées selon les nuances et les utilisations associées : d'une demi-heure pour une busette de coulée continue, à quelques jours pour une paroi de poche d'affinage et plusieurs années pour un revêtement de haut fourneau. Ce consommable particulier, utilisé tout au long du cycle d'élaboration de l'acier, participe autant à la sécurité des personnes (il faut contenir le métal liquide) qu'à la qualité de l'acier (maîtrise de la température et des pollutions du bain) ou à l'amélioration du processus d'élaboration (optimisation des réacteurs métallurgiques). Ainsi, la maîtrise du comportement thermique, mécanique et chimique des matériaux réfractaires peut être la source de diverses améliorations (durée de vie des équipements, qualité du produit, . . . ) pouvant entraîner un gain financier conséquent.

La maîtrise du comportement des réfractaires fait appel principalement à deux spécialités complémentaires : la céramurgie, qui vise à modifier la composition du réfractaire afin d'en améliorer les caractéristiques ; la mécanique, qui vise à l'écriture d'un modèle prédictif du comportement en service afin d'anticiper les problèmes de tenue. Dans ces deux disciplines, la connaissance des mécanismes de dégradation est une des clefs permettant d'identifier les paramètres dominants. Ceux-ci peuvent être intrinsèques au matériau, dépendre de la géométrie du réacteur ou encore du processus d'élaboration (p.ex., température). Tous ne sont donc pas a priori aisément modifiables. Quoiqu'il en soit, l'étude des dégradations en service est une source d'informations inestimable, mais pas toujours aisée d'accès.

Lorsqu'on se penche sur les dégradations observées, on a tôt fait de réaliser que



l'écriture du scénario qui mène à ces dégradations nécessite la prise en compte des couplages existant entre les différentes physiques en présence : la chimie, la mécanique et la thermique. Cette constatation est le point de départ de cette thèse. Les exemples supports de la réflexion menée, ainsi que les fruits de cette dernière, sont développés dans le premier chapitre. D'abord volontairement descriptif, puis synthétique, celui-ci met en place la démarche proposée pour aborder la question du rôle des couplages multiphysiques dans la dégradation des réfractaires. A la fin de ce chapitre, le cas particulier qui va servir à tester la démarche proposée est présenté. Il s'agit de l'écaillage des parois de poche à acier imprégnées par les laitiers.

Le nombre important de couplages et la complexité des phénomènes mis en jeu dans le mécanisme d'imprégnation-écaillage ne permet pas l'écriture d'un modèle prédictif complet dans le temps imparti. Il a donc été décidé de procéder à un travail de prospection visant à identifier les paramètres dominants au sein de chaque couplage, et ce uniquement du point de vue de la tenue mécanique. Ainsi, chacun des trois chapitres suivants traite d'un couplage différent mais avec un but commun : mettre en avant les paramètres dominants et leur influence.

Parmi les différents couplages présents, l'évolution de la microstructure due à l'imprégnation réactive n'est pas à négliger. Le second chapitre traite de ce point qui est à la frontière entre la mécanique des matériaux et la chimie des matériaux. Ici, quelques outils classiques en chimie sont utilisés à des fins mécaniciennes : identifier les différentes zones résultant de l'imprégnation et statuer sur leur état en service (liquide, pâte, solide homogène ou poreux, etc...). Ces informations sont, de par les conditions d'utilisation de ces matériaux, inaccessibles de manière directe mais indispensables pour orienter la modélisation.

La connaissance de la microstructure des différentes zones permet de localiser les fissures soupçonnées d'être à l'origine de l'écaillage dans une région poreuse et imprégnée. La modélisation mécanique s'oriente donc vers le domaine de la mécanique des milieux poreux. L'application de la mécanique des milieux poreux (saturés) au cas de la zone imprégnée de la paroi réfractaire est présentée dans le chapitre 3. La sollicitation principale est une sollicitation thermique, le problème de la consolidation thermique cyclique d'une paroi poreuse est donc traité. Les différents paramètres gouvernant le phénomène de fluctuation de pression interstitielle sont identifiés et leur influence est étudiée. La simulation numérique dans le domaine des milieux poreux ne permettant pas encore de faire varier l'ensemble des coefficients sur une large plage (i.e., diffusivité), une solution analytique du problème simplifié est proposée. L'étude de cette solution permet alors d'accéder à une abaque pouvant être utilisée pour situer le niveau de risque d'écaillage connaissant quelques caractéristiques du milieu poreux et de la sollicitation thermique.

Une des limites de l'approche proposée dans le chapitre 3 est la méconnaissance du comportement mécanique réel du réfractaire aux hautes températures. En effet, face à cette absence d'information, le comportement a été supposé purement élastique. Bien que cela n'invalide pas l'essentiel des tendances observées, il est sou-

haitable de pouvoir lever cette hypothèse afin d'affiner la prédictivité du modèle à construire. Il a donc été décidé de mener une campagne d'essais mécaniques en vue de construire un modèle qui prenne en compte l'évolution du comportement mécanique avec la température et l'imprégnation.

La campagne d'essais réalisés entre 1000°C et 1400°C fait l'objet de la première partie du quatrième chapitre. La deuxième partie de ce chapitre présente le comportement particulier du réfractaire étudié (bauxite) et l'écriture du modèle de comportement mécanique adapté (viscosité «dissymétrique»). L'identification de celui-ci est alors réalisée en vue de son implantation dans le code de calcul par éléments finis ABAQUS. Enfin, quelques simulations réalisées à l'échelle d'une poche à acier simplifiée montrent que le comportement thermomécanique non-linéaire de la bauxite seule ne peut pas justifier l'écaillage observé. Ce point renforce la part probable du rôle de la pression interstitielle dans l'écaillage.

# Chapitre 1

## Dégradation des réfractaires de sidérurgie

Dans un premier temps, ce chapitre présente différents modes de dégradation des réfractaires au contact du métal liquide et/ou des laitiers. Ce tour d'horizon, volontairement descriptif, a deux objectifs. D'une part, mettre en évidence les mécanismes de dégradations omniprésents tout au long de l'élaboration de l'acier : imprégnation capillaire, transformations microstructurales et thermomécaniques. D'autre part, mettre en avant l'importance des couplages entre ces mécanismes qui sont usuellement étudiés de façon disjointe. Dans un second temps, un schéma de couplage dans lequel s'inscrivent ces mécanismes est alors proposé. Celui-ci donne une vision unifiée des différentes dégradations observées. S'appuyant sur ce schéma, une méthodologie générale d'étude est alors présentée. Enfin, ce chapitre se termine par la présentation du cas support de cette thèse (i.e., imprégnation-écaillage des parois de poche à acier), sur lequel sera testée (en partie) la démarche proposée.

### 1.1 Les réfractaires et la sidérurgie

Pour bien appréhender l'importance des matériaux réfractaires dans l'industrie sidérurgique, il est utile de présenter succinctement le procédé d'élaboration de l'acier et la structure des différents réacteurs métallurgiques.

#### 1.1.1 Elaboration de l'acier

Un acier est un alliage de fer avec une teneur en carbone inférieure à 2 %, valeur qui correspond à la limite supérieure de la solubilité du carbone dans le fer gamma ( $\text{Fe}_\gamma$ ) à la température de 1148°C dans le diagramme métastable (diagramme à cémentite) [BAR 95]. De nombreux autres éléments peuvent être présents en faible quantité ; tout l'art du sidérurgiste est de les sélectionner et d'ajuster leur teneur en fonction des propriétés souhaitées.

La figure 1.1 illustre les différentes phases d'élaboration de l'acier. Le minerai de fer (magnétite, hématite, hydroxyde,...) est concassé, calibré et fritté : c'est la phase d'agglomération. Parallèlement, le coke (carbone presque pur) est obtenu par

distillation de la houille en cokerie. Ces deux produits sont enfournés avec de la castine (apport de chaux) dans la partie supérieure du haut fourneau. Le flux d'air chaud ascendant ( $1200^{\circ}\text{C}$ ) provoque alors la combustion du coke, qui entraîne la réduction des oxydes de fer, de phosphore, de silicium, de manganèse et la fusion du minerai réduit. On obtient un bain de fonte à  $1500^{\circ}\text{C}$  recouvert d'un laitier composé des oxydes non réduits. La fonte est transvasée dans des poches dites «tonneau», ou encore «torpedo», et transportée jusqu'au convertisseur. Dans ce dernier, l'excès de carbone est oxydé par un procédé de brassage à l'oxygène pur (i.e., Lance Brassage Equilibre, Linz-Donawitz, Loire-Wendel-Sidelor,...) et les diverses impuretés à supprimer (Si, Mn, P) sont éliminées par décantation après formation d'oxydes [BéR 94]. L'acier obtenu à une température moyenne de  $1650^{\circ}\text{C}$  est versé dans la poche à acier, également appelée poche d'affinage. Ces dernières années, celle-ci est devenue un réacteur de métallurgie secondaire dans lequel la mise à nuance est effectuée. La poche assure également le rôle de récipient de convoyage vers la coulée continue et la coulée en lingotière.

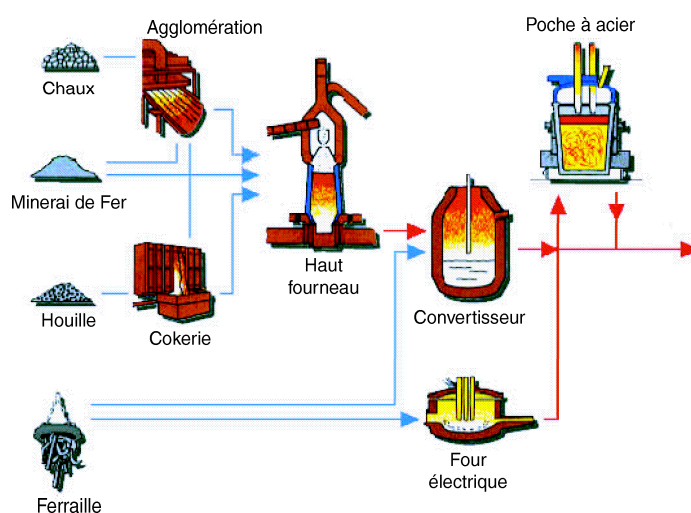


FIG. 1.1 – *Elaboration de l'acier liquide (d'après [UK99])*

La figure 1.1 présente également la filière de production d'acier par recyclage de la ferraille en four électrique (filrière électrique). En augmentation quasi-constante depuis les années 1980, cette filière représente plus de 40% de la production mondiale d'acier en l'an 2000 [Ses01]. La ferraille est également utilisée dans la filière fonte comme élément d'addition pour ajuster la température du bain lors du passage au convertisseur. Ces deux filières se rejoignent ensuite au niveau de la coulée continue, pour fabriquer des produits longs ou plats, qui représentent près de 95 % de la production en France en l'an 2000 [FFA01].

### 1.1.2 Place des réfractaires

D'après la norme AFNOR NF B40-001, les réfractaires sont des matériaux autres que les métaux et alliages, sans que soient exclus ceux contenant un constituant métallique, dont la résistance pyroscopique est équivalente à  $1500^{\circ}\text{C}$  au minimum. Une

céramique réfractaire doit donc présenter un point de fusion suffisamment haut pour ne pas s'effondrer sous son propre poids avant 1500°C. Dans leur grande majorité, ces céramiques sont constituées d'un mélange de composants cristallisés et vitreux [POI 01].

Les différents réacteurs métallurgiques (haut fourneau, convertisseur, poche) sont constitués d'une tôle extérieurement et d'un revêtement multi-couches de réfractaires. La composition des réfractaires utilisés varie à l'intérieur d'un même outil suivant leur position au sein de celui-ci : selon l'épaisseur (couche isolante, de sécurité, d'usure) et la hauteur (fond, parois, cordon laitier, . . .), ceci pour s'adapter au mieux vis-à-vis des différentes sollicitations. En plus de la tenue en service, la qualité souhaitée de l'acier intervient également dans le choix des matériaux. En effet, les caractéristiques des réfractaires influent autant sur la thermique du bain d'acier [EVE 99] que sur la qualité du produit fini (pollution) [POI 00]. Ces outils sidérurgiques sont donc des structures multi-couches complexes résultant de l'assemblage de réfractaires judicieusement choisis.

Pour réaliser ces garnissages, les réfractaires utilisés se présentent sous deux formes : façonnés (briques) et non-façonnés (paroi monolithique). Ces matériaux servent également à la réalisation de «pièces de forme» monobloc, indispensables, de durée de vie plus ou moins limitée : tube de protection de jet, busette de coulée continue, plaque tiroir, etc...

Il est essentiel de réaliser que l'ensemble des choix effectués à l'échelle de l'outil doit être réaliste à l'échelle du site de production, tant en terme de coût que de répercussion sur la qualité et le flux d'acier. La visite d'une installation sidérurgique contemporaine permet de prendre la mesure d'un autre aspect important du domaine : le volume de consommables que représentent les réfractaires. Par exemple, sur le site de la Sollac Dunkerque (Groupe Arcelor) il existe une cokerie d'une capacité de 1,5 Mt/an, trois hauts fourneaux dont le diamètre au creuset est compris entre 10 et 14 mètres, trois convertisseurs à oxygène d'une capacité de 5,5 Mt/an ainsi qu'un parc de poches (tonneau et affinage) conséquent permettant d'assurer la continuité du flux de métal à la coulée continue. Un convertisseur contient environ 200 tonnes de briques réfractaires, renouvelées plusieurs fois par an [ROB 95] et il en est de même pour les poches à acier, poches torpédo, etc. . . En 1993, ce site arrivait ainsi à une consommation d'environ 13 kg de réfractaires par tonne d'acier.

Le gigantisme de ces installations sidérurgiques, couplé à l'omniprésence des réfractaires, amène cette industrie à représenter plus de 60% de la consommation mondiale de réfractaires [LEE 98]. En 1995, les réfractaires représentaient près de 4 % du coût relatif de production de l'acier [PRO 95a]. On comprend aisément qu'une meilleure connaissance des mécanismes de dégradation de ces matériaux puisse conduire à des économies substantielles pour l'industrie sidérurgique [JUS 01].

## 1.2 Dégradation de la couche d'usure

La couche d'usure est le garnissage intérieur des réacteurs métallurgiques. Cette couche, en contact direct avec le métal et les laitiers liquides, est soumise à un environnement chimique agressif et à des sollicitations thermomécaniques sévères. Il est admis que l'usure et la dégradation progressive de ces réfractaires ont trois origines : l'érosion, la corrosion et la thermomécanique [BAN 95]. Pour améliorer la tenue en service de ces revêtements, les mécanismes associés aux dégradations doivent être étudiés. Ci-après, des travaux sur ces sujets sont résumés de manière non-exhaustive afin de donner une idée de la complexité de ces phénomènes. Enfin, quelques cas industriels de dégradations illustrent cette présentation et élargissent la vision du problème. Ils permettent de mettre en évidence les interactions existant entre les différents mécanismes de dégradation.

### 1.2.1 Corrosion

Dans le domaine des réfractaires, le terme corrosion désigne l'ensemble des réactions chimiques entre les agents d'agression (i.e., métal, gaz, oxydes liquides) et le réfractaire. Comme pour la corrosion des métaux, on distingue la corrosion passive avec création d'une couche inerte à l'interface et la corrosion active avec dissolution du réfractaire et évacuation du produit [GOT 97]. La corrosion passive, parce qu'elle est beaucoup moins nocive, est préférée à la corrosion active [LEE 98]. Malheureusement, la corrosion des réfractaires est toujours accompagnée d'une dissolution progressive car la couche inhibitrice, si elle existe, est régulièrement évacuée au cours des différentes étapes d'élaboration de l'acier tels que le brassage du métal, la vidange ou le nettoyage des poches. Cette corrosion-dissolution est le principal mécanisme d'usure.

Un nombre élevé de paramètres influe sur la cinétique de la corrosion [GOT 97]. En effet, toute attaque chimique d'un corps solide par un liquide (ou un gaz) nécessite une surface de contact et un phénomène de transport des réactifs et/ou des produits. La «réactivité» de la surface, pour un fluide donné, dépend de sa composition chimique et des caractéristiques principales de sa texture, telles que la rugosité, la nature des phases et de leurs liaisons, etc... Les phénomènes de transport, eux, sont principalement influencés par la mouillabilité du solide, la viscosité du fluide, la porosité, la tortuosité de la porosité et la «mobilité» des produits. Si ceux-ci ne sont pas régulièrement évacués, ce sont les caractéristiques de diffusion à travers la couche formée qui gèrent la cinétique de l'attaque chimique qui sera auto-ralentie par la croissance du produit [GOT 97].

Ces aspects sont étudiés par les réfractoristes afin d'accroître la tenue à la corrosion des réfractaires. Un des objectifs récurrents dans ce domaine est l'optimisation de la formulation du matériau pour provoquer en service la création d'une surface protectrice par réaction avec le laitier [LEE 98], ou encore la création de phases à haut point de fusion qui obturent la porosité [COL 01]. Pour cela, une bonne compréhension des mécanismes de dissolution et de précipitation est nécessaire. C'est

pourquoi ceux-ci sont très largement étudiés, comme le montre la synthèse bibliographique de Lee et Moore [LEE 98] sur l'évolution des réfractaires au cours du siècle dernier. Les différents travaux réalisés ont montré que, de même que la composition chimique de la phase liante, la minéralogie du réfractaire est un facteur essentiel. En effet, à composition chimique élémentaire et phase liante équivalente, la cinétique de la corrosion diffère suivant l'arrangement cristallin interne des grains, autrement dit suivant la nature de leur phase (p.ex., alumine tabulaire, spinelle d'alumine, . . .) [SAR 01b].

Dans le cas des réfractaires ne contenant pas de liaison carbonée sous forme de graphite ou de brai, la corrosion est accompagnée d'une imprégnation par les oxydes liquides du laitier sur quelques centimètres [POI 01]. La faible mouillabilité du carbone permet de protéger le réfractaire de cette imprégnation, mais sa présence n'est pas toujours souhaitable, par exemple pour l'obtention des aciers à basse teneur en carbone. Cette infiltration résulte de la succion capillaire [ONI 80]. Elle est influencée par la pression ferrostatique ambiante [MAT 01], mais également par les réactions chimiques au cours de la progression du liquide. En effet, la composition du liquide évolue au cours de l'imprégnation par réaction avec le réfractaire [BLU 95]. Cela peut entraîner une modification de sa température de fusion, et donc des conditions de sa solidification, ou encore faire évoluer sa viscosité [NAG 92]. Il a été constaté que la dissolution du réfractaire fluidifie, ou au contraire épaissit le liquide d'imprégnation selon le degré de basicité du couple laitier/réfractaire [BLU 95], [SAR 01a]. De plus, cette imprégnation engendre des modifications microstructurales importantes et un changement de comportement mécanique de la zone imprégnée [POI 01]. Toutefois, il semble que ces modifications aient peu d'influence sur les transferts de chaleur [BLU 95]. Pour limiter ce phénomène, différentes stratégies sont adoptées selon les cas : utilisation d'agents anti-mouillants, réduction de la porosité, ou bien encore création en service, par réaction du réfractaire avec le laitier, d'une couche qui stoppe l'imprégnation [COL 01].

L'immense majorité des travaux sur la corrosion s'appuie sur l'observation et l'analyse d'échantillons prélevés in situ ou corrodés en laboratoire. Ces observations s'effectuent à trois échelles différentes :

- celle de l'épaisseur du revêtement (distinction visuelle entre zone dissoute, imprégnée et non imprégnée)
- celle de la microstructure du réfractaire (microscopie optique, microscopie électronique à balayage)
- celle de la composition élémentaire (évolution de la chimie du matériau)

La composition chimique est la donnée d'entrée des calculs thermochimiques permettant d'accéder à la composition des phases présentes en service ainsi qu'à leur état (liquide, solide). Les informations de nature différente produites par ces observations et analyses sont corrélées avec les paramètres que l'on cherche à optimiser.

Le caractère industriel des échantillons prélevés in situ rend le travail plus difficile car l'histoire du matériau n'est jamais totalement connue. C'est la raison pour laquelle on préfère étudier des échantillons corrodés en laboratoire, dans des condi-

tions maîtrisées et aussi représentatives que possible des conditions de service.

Différents dispositifs existent pour réaliser des essais de corrosion. On distingue les essais statiques, où il n’y a pas de mouvement laitier/réfractaire, et les essais dynamiques. L’essai statique le plus simple, qui est le plus souvent un essai de qualification, est l’essai en auto-creuset : un carottage dans une brique est rempli de laitier puis enfourné quelques heures [GOT 97]. Après refroidissement, on observe les effets produits par la corrosion, de plus ou moins près ! Il peut être décliné, par exemple avec un creuset carré ou octogonal obtenu par assemblage de parois de compositions différentes [BLU 95]. L’essai dynamique le plus répandu est le «doigt rotatif» [DES 87]. Il consiste à brasser un bain de laitier avec un «doigt» de réfractaire qui constitue l’échantillon testé. Une variante du creuset s’inspirant de cet essai dynamique est le «four rotatif» [COL 01]. Dans ce cas, le creuset est fermé et tourne par rapport à son axe de révolution, orienté horizontalement. La tenue à la corrosion est alors généralement caractérisée par l’épaisseur de la zone imprégnée, l’épaisseur de la zone attaquée (i.e., imprégnation avec transformation physico-chimique) et l’épaisseur de la zone dissoute.

Quelques rares études expérimentales tentent d’accéder à des mesures à hautes températures pour caractériser la cinétique des mécanismes d’imprégnation, de dissolution et de fissuration induite par la corrosion. On peut citer les mesures de type thermo-gravimétrique réalisées pour évaluer la cinétique d’imprégnation/dissolution [XIE 01] ou encore la détection de l’apparition des fissures en zones imprégnées par des mesures ultrasonores [UDA 95]. Malheureusement, ces mesures demeurent très globales et, par conséquent, leur interprétation reste difficile.

La complexité des phénomènes mis en jeu et la multiplicité des composés et des interactions possibles ne facilitent pas leur modélisation. De plus, il est actuellement impossible d’accéder à des données réellement exploitables obtenues dans des conditions proches de celles qui sont imposées en service. En effet, quelles que soient les conditions d’essais, toutes les observations sont réalisées à température ambiante, après le refroidissement complet de l’éprouvette. Une partie de l’information reste donc inaccessible, ce qui limite la compréhension des mécanismes mis en jeu. Pour toutes ces raisons, il semble impossible aujourd’hui d’établir un modèle unique reproduisant l’ensemble des cas de corrosion. Dans ces conditions, chaque cas doit être considéré comme un cas particulier nécessitant une étude complète [GOT 97].

### 1.2.2 Erosion

L’érosion est due au mouvement du métal en fusion lors des remplissages, des vidanges et du brassage en poche (e.g., insuflation d’oxygène pur). Elle est plus particulièrement importante au niveau du cordon laitier, de par les turbulences locales en service dues à l’effet Marangoni [JON 00]. Responsable de l’élimination rapide de la couche «pâteuse» correspondant au premier millimètre d’imprégnation/corrosion, ce mécanisme est de fait pris en compte dans les études de corrosion «dynamique» (e.g., four rotatif, doigt rotatif). On ne trouve donc pas d’étude de l’érosion à proprement



parler.

### 1.2.3 Dégradation thermomécanique

En dehors des effets de structures les plus remarquables tels que le flambement des parois ou le soulèvement des fonds (dilatation bloquée), les dégradations thermomécaniques les plus couramment évoquées au niveau de la couche d'usure sont l'écaillage et la fissuration par contrainte thermomécanique (ou choc thermique) [BLU 95], [BLU 93]. L'écaillage est presque toujours présenté comme un effet de structure, tandis que la tenue au choc thermique est présentée comme intrinsèque au matériau, bien que les critères intègrent de façon implicite des effets de structures. On distingue donc deux grands types de travaux : ceux qui visent à l'optimisation des caractéristiques mécaniques du matériau pour une meilleure tenue au choc thermique, et ceux qui visent à l'optimisation de la géométrie des outils sidérurgiques. Ces dix dernières années, quelques travaux se sont intéressés à la production de modèles de comportement plus fidèles en vue d'améliorer la prédictivité des simulations numériques à l'échelle de la structure [ROB 95], [HER 00].

L'étude de la tenue au choc thermique des céramiques réfractaires s'appuie essentiellement sur l'approche thermoélastique de Kingery et al. [KIN 76] qui s'intéresse à l'apparition d'une fissure dans un matériau initialement sans défaut et sur l'approche énergétique de Hasselman [HAS 69], qui s'intéresse à la propagation d'un défaut préexistant. On ne dénombre pas moins de 21 critères dont 12 sont réellement différents et représentatifs [HAS 70]. Chacun de ces critères correspond à un type de chargement et d'approche [BLO 99]. On constate que selon le critère choisi, le classement relatif des matériaux n'est pas le même : un matériau ne peut pas être à la fois résistant à l'amorçage (i.e., faible module d'Young et contrainte à rupture élevée) et à la propagation (i.e., module d'Young élevé et contrainte à rupture faible). De plus, la marge d'erreur sur la détermination des «chocs» admissibles est importante. Par exemple, l'écart maximal de température admissible est déterminé avec une marge d'erreur estimée à plus de 100°C [TIC96]. Aucun critère n'étant réellement satisfaisant, la thématique du choc thermique reste ouverte.

Il existe plusieurs modes de fissuration induits par les chargements thermiques transitoires qui conduisent aux différents types d'écaillage observés [CHA 83]. Ainsi, dans les revêtements maçonnés, la troncature des arêtes des briques réfractaires est due aux cisaillements engendrés par les problèmes de contact entre les briques [AND 01], tandis que les fissures parallèles au flux de chaleur résultent de la traction induite perpendiculairement au flux thermique, en accord avec les prévisions obtenues par les solutions analytiques classiques [BOL 60]. Toutefois, bien que ces dernières prévoient des contraintes nulles ou négligeables suivant la direction perpendiculaire au bord libre, une fissuration parallèle à la face chauffée est parfois observée lors d'une montée en température trop rapide. Cette fissuration est généralement présentée comme résultant d'un effet de maçonnerie [CHA 83] : l'absence locale de contact entre les briques favorise l'extension dans le sens du flux thermique.

L'écaillage est donc avant tout pressenti comme un effet de la géométrie de la structure et des éléments qui la composent. Ces différents aspects ont fait l'objet de nombreux travaux. Ainsi, par exemple, les influences de la géométrie des briques [CHA 83] et de la conception de la maçonnerie [THE 94] ont été étudiées en vue de leur optimisation. Actuellement, les études portent sur la modélisation numérique de la structure du réacteur métallurgique à l'aide d'un code de calcul par éléments finis avec la prise en compte de la géométrie des couches successives et, par exemple, la prise en compte des contacts entre ces couches [TER 03]. Ces études se heurtent régulièrement à la difficulté de la détermination des conditions aux limites mécaniques (blocages) et thermiques (émissivité, convection...). Selon les travaux, on accède alors à une meilleure compréhension des effets du contact entre les briques [AND 01], ou bien des effets de la redistribution des contraintes dus à la plasticité en face chaude et au blocage en face froide [SCH 95]. D'autres effets de structure sont également envisagés, par exemple l'effet de l'ovalisation de la tôle extérieure lors du soulèvement de la poche par les manetons. Toutefois, ces calculs ne permettent pas d'accéder à des résultats quantitatifs fiables car les données nécessaires en entrée ne sont pas toutes connues : chargement thermique réel, comportement du matériau, etc... Cependant, ils permettent de corriger les plus importantes «erreurs de conception». Malgré ces progrès, on constate que l'écaillage se produit encore, le plus souvent de façon imprévisible.

Peu de travaux s'intéressent à l'influence du comportement mécanique du matériau seul. L'effet des contraintes thermiques sur différents matériaux dépend du niveau des contraintes appliquées, de la distribution de celles-ci mais aussi de la durée, de la ductilité, de l'homogénéité, de la porosité [KIN 55]. La grande hétérogénéité microstructurale des réfractaires ne simplifie donc pas la tâche du mécanicien. De plus, la caractérisation du comportement aux températures de service comprises entre 800°C et 1650°C pose des difficultés expérimentales [ROB 95]. Dans ces conditions, on comprend que la thermomécanique soit restreinte, le plus souvent, à une relation de comportement élastique dont les coefficients dépendent généralement de la température. Les résultats obtenus sont alors interprétés en terme de tendance.

#### **1.2.4 Cas industriels**

Les quelques exemples développés ci-après, représentatifs des cas rencontrés en sidérurgie, proviennent en partie du Centre de Recherche et de Développement en Métallurgie (CRDM) de Sollac Dunkerque (Arcelor). Tous concernent des briques en contact direct avec du métal et/ou du laitier liquide, à différentes étapes du traitement de l'acier. Les mécanismes de dégradation présents dans ces quelques cas ne sont pas encore tous parfaitement compris et encore moins maîtrisés. Toutefois, ces observations permettent d'avoir un aperçu concret de la complexité du problème et de proposer une première analyse synthétique.

##### **1.2.4.1 Parois de fours électriques A.O.D.**

Les parois de fours électriques destinés à l'obtention de l'acier inoxydable par le procédé «Argon Oxygen Decarburization» (AOD) sont réalisées en briques de dolo-

mie. Principalement constituées de magnésie et de chaux (MgO-CaO), elles tiennent leur nom de la dolomite, minéral naturel découvert par Dolomieu [JAU 95].

La dégradation du revêtement interne de l'AOD d'Ugine Savoie a été étudiée en détail par l'IRSID [BLU 93]. Ce réacteur métallurgique «de petite taille» présente une capacité de 42 tonnes et sert à l'élaboration d'inox pour réaliser des produits longs de différentes nuances (martensitique, austénitique, ferritique). Lors de la décarburation, la température du métal avoisine les 1750°C. En dehors du cas des briques porte-tuyères, soumises à un chargement thermique particulier, on observe principalement deux modes de dégradation : une corrosion par les oxydes de fer et un écaillage en «pavés». Cette appellation désigne la troncature des arêtes de la brique : la zone centrale présente une usure moyenne tandis que les arêtes sont tronquées par des plans inclinés (figure 1.2). Cette dégradation particulière ouvre les joints de briques sur plusieurs centimètres. Le plus souvent, les causes d'arrêt de l'outil sidérurgique sont liées à cette ouverture excessive des joints qui conduit à des chutes de briques et à des infiltrations de métal dans le revêtement pouvant aller jusqu'à produire des percées.

Cet écaillage est intimement lié à l'imprégnation des briques par les oxydes liquides, principalement de la silice et de l'alumine [BLU 93]. En effet, les observations réalisées montrent qu'il existe une forte corrélation entre la profondeur d'imprégnation et la taille des pavés. Ces oxydes liquides sont stoppés à l'isotherme 1400°C, par la solidification de l'aluminate tricalcique. La profondeur ainsi imprégnée peut dépasser dix centimètres. Il a été établi que la densification de la zone imprégnée fragilise le matériau car le frittage des grains par un squelette solide en service, constitué des différents solides précipités, diminue la (visco)plasticité de la dolomie [BLU 93]. Ainsi, le comportement élastoviscoplastique de la brique saine devient quasi-fragile après imprégnation. De ce fait, au cours du cyclage thermique, la contrainte de compression engendrée par le blocage orthoradial de la brique ne peut plus être compensée par l'écrasement plastique, d'où la rupture des arêtes. Ce cas relativement compliqué est illustré sur la figure 1.2.

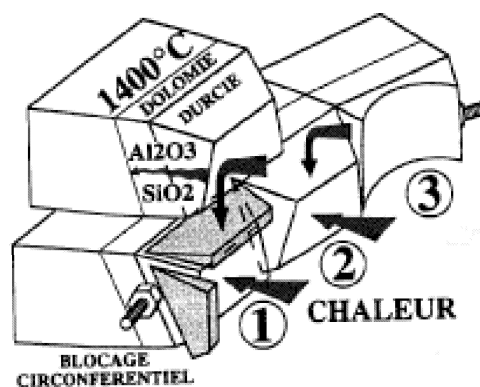


FIG. 1.2 – *Ecaillage en «pavé» des briques de dolomie [BLU 93]*

Dans cet exemple, l'écaillage final ne résulte pas uniquement des contraintes ther-

momécaniques. En effet, sans l'imprégnation, le frittage responsable de la transition ductile/fragile n'aurait pas eu lieu. Ainsi, ces «pavés» résultent des effets combinés de l'imprégnation et de la thermomécanique.

#### 1.2.4.2 Creuset de haut fourneau

Lorsque le creuset de haut-fourneau était réalisé avec des blocs de carbone standard, la porosité de ceux-ci permettait leur imprégnation par la fonte liquide, jusqu'à des teneurs massiques en fer de 20% [LEC 92]. A la frontière entre cette zone imprégnée et la zone «saine» le réfractaire était littéralement réduit en poussière. Cette dégradation est usuellement désignée par l'expression anglo-saxonne «*Brittle layer*».

Différentes hypothèses ont été avancées pour expliquer la présence de cette zone pulvérulente. Pour Yabe et al. [YAB 83], la forte augmentation du coefficient de dilatation thermique des réfractaires carbonés due à la présence de fer provoquerait d'intenses contraintes de cisaillement à la limite de la zone imprégnée qui seraient responsables de la dégradation constatée. Mais, pour Lecoq et Venturini [LEC 92], les concentrations en fer mesurées dans la zone imprégnée ne sont pas suffisantes pour atteindre les valeurs de coefficient de dilatation utilisées par Yabe et al. Cela est d'ailleurs conforté par des essais de dilatation sur des échantillons issus de blocs prélevés lors de la réfection d'un haut fourneau [LEC 92]. Une autre explication est proposée par Poirier [POI 94], privilégiant la présence d'un mécanisme d'origine thermo-chimique : la réaction des alcalins avec les impuretés et les oxydes provoquerait une forte augmentation de volume, qui conduirait à la destruction du matériau par fissuration. Ce dernier avis est en accord avec les travaux de McCune et al. [MCC 57] et semble être le plus réaliste. Quoiqu'il en soit, l'utilisation de blocs de carbone microporeux a permis de supprimer l'imprégnation par la fonte mais on observe toujours la formation d'une «*brittle layer*». Cela confirmerait l'hypothèse d'une origine thermo-chimique de la dégradation, l'apport de réactifs serait alors lié à un flux de gaz au sein de la porosité.

Dans cet exemple, la dégradation résulte d'interactions complexes entre la migration de composés chimiques (imprégnation liquide, gaz, diffusion?), les transformations physico-chimiques engendrées par la présence de ces composés et les contraintes mécaniques liées à la variation volumique induite par les transformations physico-chimiques. Les mécanismes de transport et de changement de phases se déroulent de façon plus ou moins séquentielle tandis que les contraintes mécaniques et les changements de phases sont simultanés.

#### 1.2.4.3 Couches d'usure des poches V.O.D.

Le traitement d'affinage secondaire sous vide (Vacuum Oxygene Decarburization) permet l'obtention de nuances d'acier à basse teneur en carbone [JON 00]. Lors de ce processus, la pression descend à des valeurs de l'ordre de 0,001 atm (env. 101,3 Pa) tandis que la température peut atteindre 1750°C.

La couche d'usure de ces poches de dégazage sous vide est réalisée par une maçonnerie de briques de magnésie chrome. En service, les liquides silicatés issus du laitier imprègnent les briques via la porosité connectée de la matrice et les interfaces imparfaites grains de chromite/matrice. Ils dissolvent les agrégats de chromite et réagissent avec la magnésie pour créer des phases à bas point de fusion. Cette corrosion produit une zone à forte teneur en liquide qui est éliminée par brassage et érosion [JON 00].

En plus de cette corrosion, responsable de l'usure continue du revêtement, on observe un écaillage de ce dernier. Cette accélération brutale et localisée de l'usure est moins bien comprise. Différents phénomènes ont été observés [JON 00] : imprégnation par l'oxyde de fer sur quelques centimètres, changements de phases, fissuration proche de la limite d'imprégnation à deux centimètres de la face chaude. . . L'hypothèse d'une différence de coefficient de dilatation entre la zone «saine» et la zone imprégnée est avancée par certains auteurs [JON 00]. Toutefois, on ne trouve pas dans la littérature de mesures pouvant confirmer (ou infirmer) cette hypothèse.

Cet exemple clairement la difficulté d'identifier les mécanismes responsables de la dégradation de la couche d'usure. En effet, l'imprégnation, la corrosion et l'écaillage sont, de toute évidence, intimement liés.

#### 1.2.4.4 Paroi de poche à acier en $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MgO-C}$

Les réfractaires  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MgO-C}$  sont utilisés en paroi de poche soumise à des conditions sévères. A la fin du traitement d'affinage, la paroi est en contact avec les laitiers liquides lorsqu'on coule l'acier. Le revêtement qui constitue la surface de contact avec les laitiers est alors soumis à une attaque chimique sévère. La présence du carbone protège la brique de l'imprégnation par le laitier. La principale dégradation observée est un écaillage de plusieurs millimètres d'épaisseur.

D'après Blumenfeld [BLU 02], cet écaillage est dû à un changement de phases solide-solide à l'isotherme  $1350^\circ\text{C}$ , dont le produit est une spinelle ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ) . Le champ de contrainte généré par la variation volumique induite par ce changement de phase provoquerait une fissuration macroscopique suivant l'isotherme, parallèlement à la face chaude. La figure 1.3 schématise ce mécanisme.

Il est intéressant de noter que la notion de changement de phases n'est pas énoncée clairement dans l'ensemble des mécanismes envisagés jusqu'ici, à savoir : corrosion/imprégnation, érosion et thermomécanique. Ici la fissuration ne se situe pas dans une zone imprégnée, le changement de phases incriminé ne peut donc pas être inclu, comme à l'habitude, dans la corrosion. De plus, cet écaillage ne résulte pas, à proprement parler, de la thermomécanique. Ce cas illustre les limites de la classification usuelle des modes de dégradation.

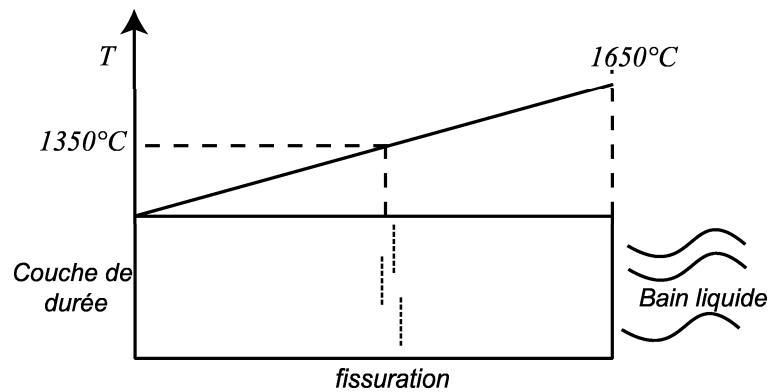


FIG. 1.3 – Localisation de la dégradation des briques de magnésie carbone

### 1.2.5 Synthèse

Les exemples présentés illustrent combien les différents mécanismes de dégradation (i.e., érosion / corrosion / dégradations thermomécaniques) sont interdépendants et quasi-simultanés. Or, de par la spécialisation des équipes de recherche (chimie des matériaux / mécanique des matériaux / mécanique des structures), ils sont généralement étudiés de façon disjointe. Ainsi, les travaux sur la corrosion, souvent riches en informations sur la chimie et la minéralogie de la zone affectée, ne sont que rarement complétés par une étude du comportement mécanique de cette zone. De même, les calculs de structure ne prennent pas en compte l'existence d'une zone fortement dissoute qui ne participe pas à la tenue mécanique du revêtement. Ils ne prennent pas davantage en compte le gradient de propriétés mécaniques induit par les modifications microstructurales au sein de la zone imprégnée. Enfin, les aspects concernant la cinétique de l'imprégnation et de la fissuration sont négligés car trop complexes à intégrer dans les calculs.

Finalement, pour ce qui est de la compréhension globale des interactions entre les différents mécanismes, on se retrouve face à une situation paradoxale : les études sur la dégradation des couches d'usures sont nombreuses mais les recoupements possibles sont quasi-inexistants. En effet, la complexité et la diversité des mécanismes mis en jeu favorisent une analyse pointue de chaque cas particulier au détriment de la mise en avant des éventuels facteurs communs. De plus, l'objectif premier des réfractoristes étant l'optimisation de la formulation des matériaux réfractaires, la large gamme existante de produits spécialisés s'enrichit chaque année de nouvelles formulations mieux adaptées aux sollicitations. Cet enrichissement permanent du catalogue de solutions, s'il permet à l'industrie de produire plus et mieux chaque année, ne favorise pas la compréhension des interactions existant entre les différents mécanismes.

L'appréhension de l'ensemble des mécanismes responsables de la dégradation, et de leurs interactions, nécessite une approche méthodique adaptée à la complexité du problème. En effet, l'absence d'une approche globale, éventuellement basée sur un couple matériau modèle (réfractaire/environnement agressif) constitue un frein à

l'identification des mécanismes communs à la dégradation des différents réfractaires, ainsi qu'à l'identification de leurs interactions. Ce constat nous a amenés à développer une approche s'appuyant sur une analyse globale des mécanismes d'usure, dont le parti pris est la mise en avant des couplages multiphysiques. Cette approche permet à la fois de mettre en exergue les points communs aux différentes usures observées et de mettre en avant les phénomènes qui doivent être pris en compte pour obtenir un modèle représentatif du cas traité.

## 1.3 Approche multiphysique

On s'inspire ici d'une approche utilisée par le passé, par exemple par Marquis [MAR 89], et dont le point de départ est l'élaboration d'un schéma représentant les interactions possibles entre les principaux mécanismes physiques en présence. Ce schéma nous permet alors de mettre en évidence la possibilité d'une décomposition du problème principal en sous-problèmes élémentaires.

### 1.3.1 Schéma de Couplages

Comme les différents cas présentés plus haut l'ont montré, la dégradation des réfractaires de couche d'usure est due à des mécanismes issus de la mécanique (contraintes), de la thermique (champ de températures) et de la chimie (réactions diverses). Cependant, la description «naturelle» des couplages sous la forme Mécanique - Thermique - Chimie ne permet pas de décrire d'une façon unifiée les mécanismes rencontrés. En effet, l'imprégnation, par exemple, ne trouve pas sa place dans ce schéma. De plus, les différents couplages ne sont pas de même importance : le couplage thermique-mécanique est connu et les deux domaines sont indissociables à haute température. Enfin, dans cette approche «naturelle», la «chimie» recouvre essentiellement et indistinctement trois mécanismes : l'imprégnation par les oxydes liquides, les changements de phases et les réactions liquide/réfractaire. Ce schéma, trop général et imprécis, n'est pas le mieux adapté au problème.

Si l'on s'intéresse aux interactions entre les mécanismes omniprésents dans les différents exemples étudiés, alors il faut prendre ces mécanismes comme pôle du schéma de couplage. Un schéma de couplage mieux adapté s'impose alors (figure 1.4) : Thermomécanique - Imprégnation - Changements de phases. En effet, au moins un de ces pôles est incriminé dans chaque dégradation observée et, souvent, les trois sont associés.

Ici, le terme imprégnation désigne la migration des oxydes liquides dans le réfractaire par succion capillaire, la diffusion étant négligée. L'expression «changement de phases» concerne à la fois les changements de structure cristalline (solide/solide et solide/liquide) et les transformations des minéraux par réaction chimique. Ces définitions permettent d'obtenir un schéma qui donne une vision suffisamment simplifiée du problème pour pouvoir être relativement générale. Chacune des interactions peut

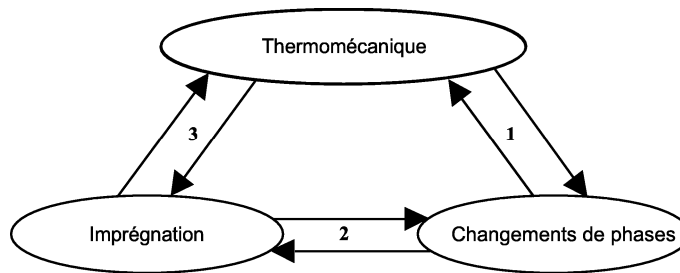


FIG. 1.4 – *Schéma de couplage adopté*

alors être succinctement illustrée de la manière suivante :

1. Couplage Thermomécanique  $\Leftrightarrow$  Changements de phase :
  - variations volumiques liées aux changements de phases [POI 94],
  - thermo-activation de certains changements de phases [POI 94],
  - ..
2. Couplage Changements de phases  $\Leftrightarrow$  Imprégnation :
  - arrêt de l'imprégnation par solidification [BLU 95],
  - augmentation de la porosité par dissolution [ZHA 01],
  - ..
3. Couplage Imprégnation  $\Leftrightarrow$  Thermomécanique :
  - phénomène de consolidation (mécanique des sols [BIO 41]),
  - effets Soret et Dufour (voir §3.1.2.2),
  - ..

Pour mieux cerner l'approche globale que permet de construire ce schéma, et ses limites, on peut revisiter les exemples de dégradations en service présentés plus haut :

#### *Briques de magnésie-alumine-carbone*

Ce cas s'inscrit dans le couplage Thermomécanique - Changements de phases. En effet, la formation de spinelles  $MgO-Al_2O_3$  est un changement de phases thermo-activé qui provoque une augmentation de volume générant un champ de contraintes à l'origine de la fissuration. Le pôle imprégnation est absent de ce cas.

#### *Briques de dolomie*

Dans cet exemple, l'ensemble des pôles est présent. Tout d'abord l'arrêt de l'imprégnation à l'isotherme  $1400^\circ C$  est dû à un couplage en chaîne : la thermomécanique active un changement de phases (solidification) qui stoppe l'imprégnation. Ensuite, le frittage par précipitation au fur et à mesure de l'imprégnation est un exemple de couplage Imprégnation - Changement de phases. Enfin, la fragilisation résultant du frittage illustre l'effet du changement de phases sur la thermomécanique. La troncature des arêtes résulte des effets de la thermomécanique.



### *Blocs de carbone*

Les différentes hypothèses avancées pour expliciter l'existence de la «*brittle layer*» entrent toutes dans le cadre du schéma de couplage proposé. En cela, celui-ci n'est pas sélectif, il permet juste de faire le tour des interactions pouvant exister. Si l'on accepte l'explication de Poirier [POI 94] comme étant la plus réaliste, alors un enchaînement des couplages proche de celui rencontré dans le cas des briques de dolomie peut être établi. En effet, la réaction alcalins/oxydes est la manifestation du couplage Imprégnation-Changements de phases et la détérioration mécanique qui en résulte est un effet du couplage Changements de phase-Thermomécanique (i.e., variation volumique de la réaction alcalins/oxydes).

### *Briques de magnésie-chrome*

Ici, la dissolution de la matrice et des agrégats de chromite par les liquides silicatés est une nouvelle illustration du couplage Imprégnation - Changements de phases. Enfin l'hypothèse d'un coefficient de dilatation différent en zone imprégnée et en zone saine n'est ni plus ni moins que l'hypothèse d'un couplage Changements de phases - Thermomécanique. Ce cas complexe non élucidé rassemble potentiellement l'ensemble des couplages.

La conclusion de ces exemples est que le schéma de couplage proposé occulte la particularité et la complexité de chaque cas, ce qui permet d'accéder à une vision plus globale des mécanismes d'usure. Il ressort alors que le scénario proposé pour expliciter la dégradation est souvent le même : l'imprégnation engendre une modification de la microstructure et/ou du comportement qui entraîne la ruine du matériau. Il semble donc que les couplages Imprégnation - Changement de phases et Changement de phases - Thermomécanique soient particulièrement dominants du point de vue de la ruine du matériau. L'absence du couplage Imprégnation - Thermomécanique dans ce scénario peut s'expliquer simplement : soit on a d'office négligé son influence, soit on n'y a tout simplement pas pensé. Cela confirme que le schéma proposé permet effectivement de balayer l'ensemble des interactions possibles.

Toutes les dégradations rencontrées dans ces différents réacteurs métallurgiques présents à différentes étapes de la chaîne d'élaboration de l'acier sont donc la conséquence de mécanisme(s) et/ou d'interaction(s) qui s'inscrivent dans le schéma de couplage présenté sur la figure 1.4. La conclusion logique est que, sur le plan purement conceptuel, si l'on était capable de modéliser tous les mécanismes et toutes les interactions de ce schéma, on pourrait traiter toutes les formes de dégradations possibles.

## **1.3.2 Décomposition du problème**

Il semble extrêmement difficile, voire impossible, de modéliser l'ensemble des phénomènes dans toute leur complexité. Le nombre de couplages existants, ainsi que leur diversité, rend illusoire l'écriture directe et complète d'un modèle intégrant simplement l'ensemble de ceux-ci. La décomposition en sous-problèmes plus simples

est une démarche naturelle qui permet de contourner la difficulté. De plus, elle peut permettre de repérer les mécanismes et/ou couplages négligeables du point de vue de la dégradation du réfractaire.

### 1.3.2.1 Décomposition spatiale et temporelle

Si l'on considère le cas général d'une brique en contact avec le laitier et/ou le métal liquide, on peut schématiquement décomposer celle-ci en deux zones suivant l'épaisseur (figure 1.5) : une zone saine et une zone imprégnée. Toutefois, les frontières de ces zones ne sont pas fixes : la face au contact du métal/laitier liquide est dissoute de quelques millimètres par heure et le front d'imprégnation avance également. L'existence de la zone imprégnée résulte donc d'une compétition entre la vitesse de dissolution-érosion  $V_d$  et la vitesse d'imprégnation  $V_i$  : si la dissolution-érosion est plus rapide que l'imprégnation, il n'y a pas de zone imprégnée.

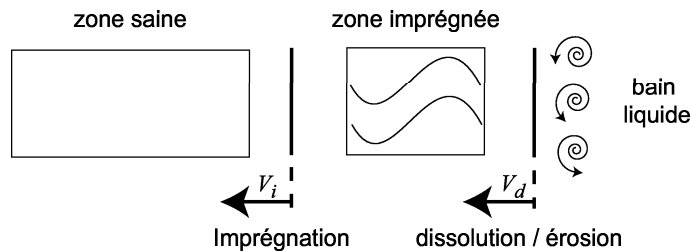


FIG. 1.5 – *Décomposition spatiale du problème*

Lorsque l'imprégnation a lieu, elle est rapide sur les premiers centimètres comparativement à l'échelle de temps du procédé d'élaboration de l'acier qui est de l'ordre de l'heure [ONI 80], [XIE 01]. Ensuite, sous l'influence conjuguée du gradient thermique dans l'épaisseur de la paroi, du rythme d'apport de laitier au fur et à mesure des coulées successives et des compositions en présence (oxydes liquides/réfractaire), le front se stabilise : l'épaisseur de la zone imprégnée n'évolue pas en service [BLU 95]. L'avancée du front d'imprégnation en régime permanent ( $V_i$ ) est « bridée » par la dissolution de la face chaude ( $V_d$ ). Cette dernière étant de l'ordre du millimètre par heure [BLU 99], il est raisonnable pour étudier des dégradations de type écaillage, de considérer des zones d'épaisseur fixe.

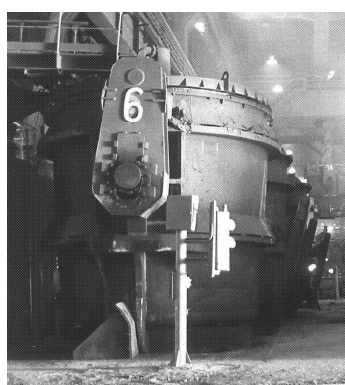
### 1.3.2.2 Dédoublage du problème en zone imprégnée

Le couplage Imprégnation-Thermomécanique évoqué dans le schéma de la figure 1.4 amène à considérer la zone imprégnée comme un milieu poreux, dans lequel circule(nt) un (des) fluide(s). Le squelette solide est composé par la brique tandis que les fluides sont composés des oxydes liquides et éventuellement d'une phase gazeuse. La présence de ces fluides influe sur le comportement mécanique macroscopique de l'ensemble et, du point de vue du squelette, ces fluides sont une source (ou un puits) de réactifs. Un raisonnement identique peut être mené avec le point de vue d'une des phases fluides.

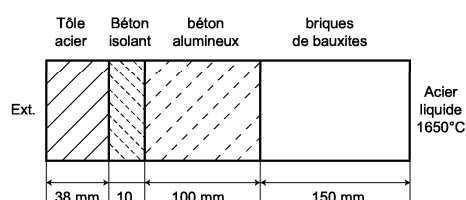
On peut donc raisonnablement modéliser la zone imprégnée par la superposition de plusieurs milieux continus disjoints : le squelette solide, le liquide d'imprégnation et la phase gazeuse. Il est alors possible d'étudier indépendamment l'évolution de chacun de ces milieux avec le schéma de couplage proposé : les conditions aux limites mécaniques sont imposées par les milieux complémentaires qui sont également des puits, ou des sources, de quantité de matière. Les lois d'équilibre mécanique et de conservation de la quantité de matière permettent alors de relier les milieux, et donc les sous-problèmes.

## 1.4 Support de l'étude : la poche à acier

La poche à acier est un réacteur de métallurgie secondaire qui se présente sous la forme d'une cuve cylindrique d'environ 4 mètres de hauteur pour 4 mètres de diamètre, présentée en vue extérieure sur la figure 1.6(a). Comme dans tous les outils sidérurgiques, la paroi de la poche est une structure multi-couche. Les différentes couches sont schématisées en figure 1.6(b).



(a) Vue d'ensemble (photo Sollac Dunkerque)



(b) Exemple de structure multi-couche pour la paroi verticale (Sollac Dunkerque)

FIG. 1.6 – Poche à acier

En service, l'épaisseur de la couche d'usure diminue par dissolution et érosion à une vitesse de quelques millimètres par heure pendant le traitement de l'acier. Lors de la vidange de l'acier de la poche dans le répartiteur de coulée continue, le laitier se dépose sur le revêtement constitué de briques de bauxite et imprègne celui-ci sur quelques centimètres de profondeur. Deux zones distinctes sont identifiables de part et d'autre du front d'imprégnation : une zone « saine » et une zone imprégnée. Dans la zone imprégnée, ces réfractaires présentent une multi-fissuration parallèle à la face chaude qui est responsable de l'«écaillage structural» [BLU 95]. Cet écaillage, illustré sur la figure 1.7, provoque une diminution locale et brutale de l'épaisseur du revêtement et donc une réduction de la durée de vie de ce dernier. De plus, la chute de ces «écailles» modifie la composition de l'acier [BLU 98] et la diminution

de l'épaisseur du revêtement influe sur la thermique du bain [EVE 99].

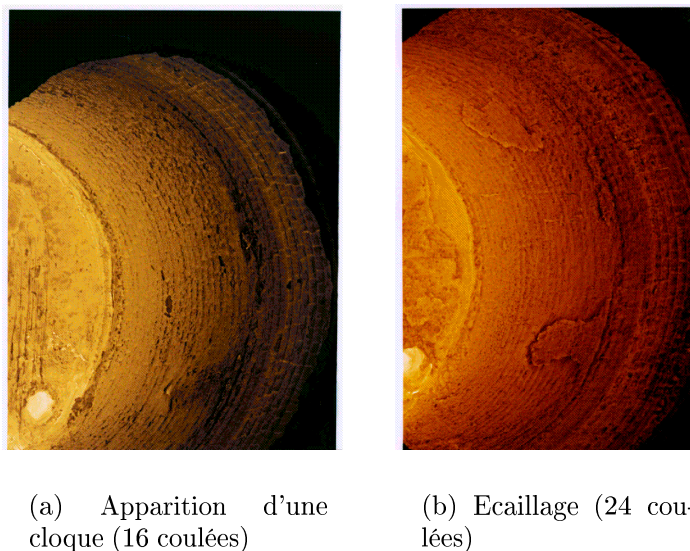


FIG. 1.7 – *Imprégnation - écaillage d'une paroi de poche à acier (photos Sollac Dunkerque)*

Tout au long de ce mémoire l'approche multiphysique introduite précédemment est développée et testée sur ce cas particulier. Celui-ci a été choisi pour sa représentativité des sollicitations rencontrées par l'ensemble des réfractaires de sidérurgie : choc thermique, érosion, corrosion, imprégnation et cyclage thermique. Ce choix s'inscrit également dans une étude à long terme visant à l'optimisation de la durée de vie de cet outil.

### 1.4.1 Influence de l'histoire thermique

En régime établi, le chargement thermique d'une poche d'affinage se décompose en deux périodes [EVE 99] :

- période d'affinage (i.e., poche pleine), de 130 à 300 minutes : température «haute» constante dans la poche, de l'ordre de  $1600^{\circ}\text{C}$  en surface du revêtement d'usure ;
- période d'attente (i.e., poche vide), de 80 à 240 minutes : température «basse» constante dans la poche, de l'ordre de  $1000^{\circ}\text{C}$  en surface du revêtement d'usure.

Ce cycle n'est ni régulier, ni symétrique. Les périodes d'attente ont une durée variable dépendant du nombre de poches du parc et des nuances à réaliser. De plus, les attentes trop longues sont interrompues par des passages au brûleur pour réchauffer le revêtement, ce qui ajoute aléatoirement une nouvelle phase dans le cycle. Enfin, les vitesses de montée et de descente en température sont très différentes. En effet, lors du remplissage la surface du revêtement est portée quasi-instantanément à la température du bain ( $1650^{\circ}\text{C}$ ) tandis que le refroidissement lors de la vidange se fait d'une manière moins violente, par rayonnement et convection [EVE 99]. De plus,

un couvercle est posé sur les poches vides pendant les périodes d'attente afin de diminuer l'amplitude des fluctuations thermiques, ce qui réduit encore la cinétique du refroidissement.

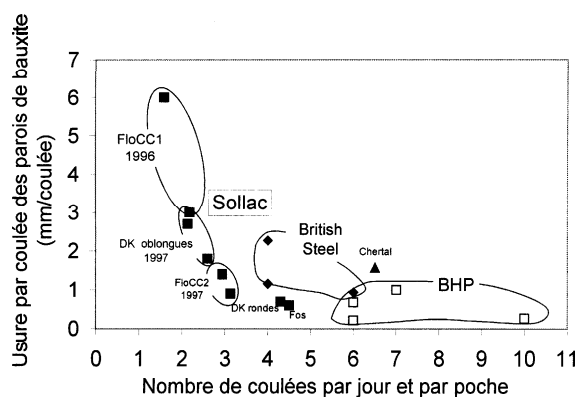


FIG. 1.8 – Usure des parois de bauxite en fonction de la rotation des poches [BLU 99]

La cadence adoptée a une influence marquée sur la durée de vie du revêtement. Il a été constaté qu'une rotation irrégulière, avec passage au brûleur, favorisait l'usure des parois de bauxite [BLU 97]. A l'inverse, comme l'illustre la figure 1.8, une cadence rapide augmente la durée de vie du revêtement [BLU 99]. Cette observation amène à une conclusion paradoxale : plus on utilise la poche, moins elle s'use. Cette conclusion est à l'origine d'une des motivations de cette étude : comprendre les raisons qui font du chargement thermique un paramètre clef dans les mécanismes d'usure de la paroi de poche.

## 1.4.2 Motivations et organisation de l'étude

Le chargement thermique résulte des pratiques métallurgiques et de l'organisation de l'aciérie. Bien que ces deux points ne soient pas aisément modifiables, il est intéressant de comprendre leur influence sur la tenue en service de l'outil afin d'envisager une amélioration de son utilisation et/ou de sa conception.

Ce travail s'intéresse au problème général dit de l'«imprégnation - écaillage» qui, à la différence de l'érosion et de la dissolution, provoque une usure discontinue et (actuellement) imprévisible. Le cas de l'«écaillage structurel» des poches d'affinage illustre ce phénomène. Deux échelles d'études sont, *a priori*, envisageables : l'échelle de la structure et celle du matériau. Pour mieux maîtriser le phénomène d'imprégnation-écaillage, il est utile d'identifier d'abord les mécanismes responsables de l'amorçage de la fissuration, avant de s'intéresser à sa propagation. Ce travail se situe donc à l'échelle du matériau et traite de l'amorçage de la fissuration.

Comme précisé plus haut, l'approche adoptée s'appuie sur la notion de milieu poreux. Pour alimenter cette approche, toutes sortes de données sont nécessaires : propriétés du ou des fluide(s), du squelette, effets des changements de phases, épais-

seur de la paroi imprégnée, etc ...

Pour répondre à toutes ces questions, différentes études sont nécessaires. Ainsi, pour avoir une idée des propriétés du liquide d'imprégnation, de même que pour statuer sur la saturation en liquide du milieu poreux ou encore pour identifier les produits de l'imprégnation réactive du réfractaire, une étude de la chimie du système laitier/réfractaire est nécessaire. Cette question fera l'objet du second chapitre «Couplage Imprégnation-Changement de phases».

Une fois renseigné sur le milieu étudié, l'influence du chargement thermique (cyclage) peut être étudiée. La simulation numérique de la consolidation thermique n'étant pas encore tout à fait opérationnelle, une étude analytique simplifiée a été menée dans ce but. Celle-ci est présentée dans le chapitre 3 «Couplage Imprégnation-Thermomécanique».

L'étude analytique précédente a nécessité de postuler un comportement linéaire du squelette. Pour enrichir ce travail par la prise en compte d'une relation de comportement plus réaliste, une campagne d'essais mécaniques à haute température a été menée au CRDM (Sollac/Arcelor Dunkerque). Les résultats de cette campagne ont guidé l'écriture d'un modèle de comportement adapté et ont également servi à son identification. Quelques simulations numériques ont alors permis de mettre en avant les effets liés au comportement non-linéaire du squelette solide. Ce travail est présenté dans le quatrième chapitre «Thermomécanique non-linéaire pour différents états d'imprégnation».

Ainsi, sans viser à l'exhaustivité, chacun des chapitres participe à une meilleure prise en compte des différents couplages envisageables (figures 1.4).

# Chapitre 2

## Couplage

## Imprégnation-Changes de phases

Pour de multiples raisons liées, entre autres, au niveau élevé des températures lors du traitement d'affinage de l'acier (1600°C), il est actuellement impossible d'accéder de manière directe à des données sur l'état du matériau imprégné en service. Il a donc été décidé de procéder à des observations de microstructure et à des analyses de composition chimique à température ambiante afin de remonter à l'état probable en service. Ce chapitre traite donc de la «physico-chimie» de l'imprégnation, mais avec le point de vue du mécanicien. L'objectif des analyses et observations réalisées n'est donc pas la description fine des réactions chimiques, ni l'identification effective de toutes les phases en présence ou encore la modélisation rigoureuse de la cinétique de l'imprégnation. Pour le mécanicien, l'objectif est de se faire une idée réaliste de la microstructure du matériau afin de guider et d'enrichir la modélisation du comportement mécanique de celui-ci.

La diversité des réactions susceptibles de prendre place, associée à la richesse des compositions en présence (réfractaire/laitier), rend le système étudié extrêmement complexe. Dans ce contexte, le travail réalisé se limite à l'identification et à la délimitation des différentes zones produites par l'imprégnation réactive. L'identification s'entend ici au sens de la tenue mécanique : il est en effet nécessaire de connaître l'état des couches successives aux températures de service (i.e., liquide, pâteuse, solide poreux saturé en liquide, etc.) afin d'orienter leur modélisation. De même, l'épaisseur relative des différentes zones est apparue comme étant une donnée essentielle.

### 2.1 Matériaux en présence

Etant donnée la très grande hétérogénéité de la microstructure des céramiques réfractaires, les matériaux initialement présents sont plus ou moins nombreux suivant l'échelle d'observation adoptée pour l'analyse. Ici, le terme matériau désigne les deux milieux en présence à l'instant initial à l'échelle macroscopique : le matériau

du revêtement d'usure avant imprégnation et les oxydes liquides du laitier.

### 2.1.1 Couche d'usure

La couche d'usure de la poche à acier est une maçonnerie de briques à Haute Teneur en Alumine (HTA) à base de bauxite avec une liaison minérale phosphatique. Les briques sont uniquement séchées avant leur mise en place et non cuites.

#### 2.1.1.1 La bauxite naturelle

La bauxite, minerai rouge à forte teneur en alumine hydraté, a été découverte par Berthier en 1821. Elle doit son nom à Dufrenoy (1831) et son orthographe actuelle à Sainte-Claire Deville (1861) en référence au village où elle a été découverte : «Les Baux-de-Provence», dans la région d'Arles (France) [EST 95]. Les gisements les plus importants actuellement exploités pour la production de réfractaires sont répartis dans trois pays : la France (Guyane), la Chine et le Brésil [MOL 01].

Ce minerai est constitué essentiellement de trois hydroxydes d'aluminium : la gibbsite ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-}3\text{H}_2\text{O}$ ), la bohémite ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-H}_2\text{O}$ ) et le diaspre ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-H}_2\text{O}$ ). Les impuretés les plus communes sont la kaolinite ( $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-H}_2\text{O}$ ), le quartz ( $\text{SiO}_2$ ), l'anastase ( $\text{TiO}_2$ ), l'hématite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) et la goethite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-H}_2\text{O}$ ) [COL 01]. En sortie de mine, l'alumine est extraite de la bauxite par le procédé Bayer pour la production de l'aluminium [BAR 95]. Le minerai silicieux et pauvre en fer, couramment appelé «bauxite blanche», est utilisé comme matière première pour les réfractaires du système alumine - silice. Ce matériau est calciné à haute température ( $\geq 1400^\circ\text{C}$ ) pour déshydrater le produit et le consolider par frittage. La composition et la minéralogie moyenne obtenues suivant les gisements sont présentées dans le tableau 2.1.

Bien que les compositions chimiques soient proches, la composition minéralogique de la bauxite calcinée varie sensiblement suivant les sites d'extraction du minerai. Ces écarts proviennent des différences minéralogiques entre l'état brut du minerai des différents sites. En effet, la bauxite chinoise est principalement composée de diaspre tandis que les bauxites de Guyane et du Brésil sont à base de gibbsite [COL 01]. Cela a une incidence sur la minéralogie et les caractéristiques du réfractaire issu de ces minerais. Il est donc utile de préciser l'origine des matières premières utilisées. Parfois, dans le but d'atteindre un optimum technique et commercial, différentes origines sont simultanément présentes au sein des briques [COL 01].

#### 2.1.1.2 Les briques HTA à base de bauxite

Les profils d'imprégnation présentés plus loin ont été réalisés sur des produits B80PCU commercialisés par le fabricant Didier. Pour des raisons d'approvisionnement, les essais mécaniques présentés dans le chapitre 4 ont été réalisés sur des produits Didier B85PCU ainsi que sur des produits VL85PT commercialisés par Pousseur. Le tableau 2.2 présente les compositions de ces différentes briques, toutes



Oxydes (% massique)	Guyane		Brésil	Chine
	A	B		
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	88	82	85,5	86
SiO <sub>2</sub>	7,0	13,5	10,0	7,0
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,5	1,3	2,0	1,5
TiO <sub>2</sub>	3,0	2,7	2,5	4,1
Minéralogie (% massique)				
Corindon ( $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	70	55	45	75
Mullite (3Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -2SiO <sub>2</sub> )	15	20	25	6
Phase vitreuse	20	25	27	17
Tiélite (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiO <sub>2</sub> )	$\leq 4$		$\leq 3$	6
Divers				
Porosité ouverte des grains (%)	14	12	12	15-18
Densité apparente	3,1	2,9	3,1	2,9

TAB. 2.1 – Composition de la bauxite calcinée suivant les sites d'extraction du minerai [CAL 00]

basées sur un mélange de bauxites naturelles de Chine et de Guyane.

Ces nuances sont de conception semblable. La microstructure de ces briques est macroscopiquement la même : des agrégats millimétriques de bauxite constitués des phases suivantes : corindon, mullite, berlinite, verre ; associés à une liaison constituée d'argile kaolinique, de fines de bauxites et de phosphate (acide phosphorique ou phosphate d'alumine). Cette microstructure relativement grossière, présentée sur la figure 2.1, est favorable à l'imprégnation par capillarité. En effet, ces différentes nuances présentent à la température ambiante une porosité connectée élevée, allant de 14,4 à 25%.

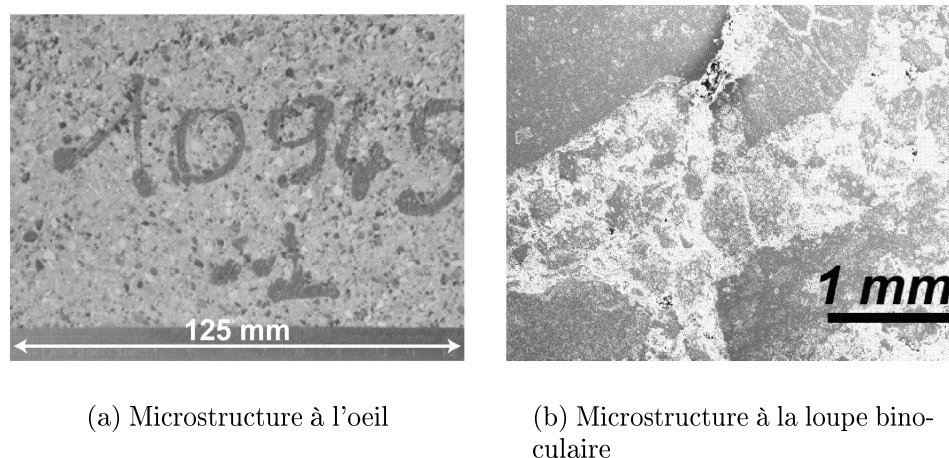


FIG. 2.1 – Microstructure d'une qualité B80PCU

		B80PCU	B85PCU	VL85PT
<b>Composition</b> (% massique)				
Alumine	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	77,7	84	84
Silice	SiO <sub>2</sub>	13,5	8	9
Fer	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,2	1,7	1,6
Phosphate	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	2,1	2,7	1,5
Titane	TiO <sub>2</sub>	2,6	2,5	3,5
Chaux	CaO	0,3	?	?
Magnésie	MgO	0,15	?	?
<b>Propriétés physiques</b>				
Porosité ouverte (%)				
	produit cru	16	17,6	14,4
	produit cuit	21,4 - 25	19,7	15
Densité apparente				
	produit cru	2,85		2,92
	produit cuit	2,66		2,84

TAB. 2.2 – *Caractéristiques des briques HTA [POI 02a]*

Les différences principales se situent dans la phase liante où les proportions d'argile, de fines de bauxite et d'alumine varient d'une nuance à l'autre. La bauxite standard (B80PCU) présente une matrice plus riche en silice que les agrégats et contenant des fines de broyage essentiellement sous la forme de grains de corindon de quelques dizaines de micromètres. Pour tenir compte des évolutions métallurgiques (température, rotation des poches, nuances d'acier) et des exigences de performance des sidérurgistes, l'argile a été partiellement remplacée par des fines plus riches en alumine et la granulométrie de la matrice a été affinée. Les produits B85PCU et VL85PT, bauxites enrichies en alumine, sont le fruit de ces évolutions. Elles sont moins perméables et la réactivité de leur matrice avec les laitiers chaux-alumine réduit la pénétration par formation de cristaux de di-aluminate de chaux (CaO-2(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)) et hexa-aluminate de chaux (CaO<sub>2</sub>(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>6</sub>) [POI 02a]. Le produit B80PCU est donc le plus favorable à l'imprégnation, c'est pour cette raison qu'il a été initialement privilégié pour l'étude des évolutions microstructurales et chimiques induites par les oxydes liquides.

### 2.1.2 Laitier de poche à acier

Le laitier, composé des oxydes présents sous forme cristallisée ou liquide, a une densité de 2,7 contre 7,2 pour l'acier. Il flotte donc naturellement au-dessus du bain de métal. Dans le cas des laitiers dits «tartinants», on observe un dépôt des cristaux sur les parois et une évacuation des oxydes liquides par ruissellement au travers de cette couche poreuse lors de la vidange [BLU 02]. Ce phénomène provoque un encrassement de la poche par empilement des dépôts successifs, ce qui peut conduire à l'arrêt du réacteur métallurgique. Tout est fait pour limiter le taux de phase solide du laitier afin d'éviter cette défaillance. Dans la suite du mémoire, le terme laitier

désigne uniquement la phase liquide, ce qui revient à considérer la fraction solide comme négligeable du point de vue de la corrosion, de l'imprégnation et des changements de phases associés au sein de la brique.

Les laitiers de poche associés aux aciers calmés par ajout de silicium contiennent en général de la chaux ( $\text{CaO}$ ), de l'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), du monoxyde de fer ( $\text{FeO}$ ), de la silice ( $\text{SiO}_2$ ) et de la magnésie ( $\text{MgO}$ ) en proportion variable. Classiquement, on peut considérer une teneur massique de l'ordre de 5% pour la silice et la magnésie et de l'ordre de 10% pour l'oxyde de fer. Le reste étant réparti entre la chaux et l'alumine avec un rapport chaux/alumine évoluant de 1 à 1,2 [BLU 02]. La teneur en fer est la plus variable d'une coulée à l'autre, de 3 à 20% suivant le degré de brassage du bain. Ce type de fluctuation entraîne une redistribution des oxydes entre l'acier et le laitier. Ce dernier voit alors sa teneur en alumine évoluer, puis sa teneur en silice, ...

La composition du laitier dépend de la nuance d'acier mais également de la thermique du bain et de l'état des réfractaires (couche d'usure, cordon laitier, ...). Il en découle que différentes coulées d'une même qualité d'acier produisent des laitiers différents. Une poche voit donc naturellement passer différents laitiers au cours de sa vie, surtout si elle est utilisée pour affiner plusieurs nuances d'acier. Par exemple, un suivi réalisé en 1984 à l'aciérie de Lackenby en Angleterre a mis en évidence pas moins de 104 laitiers couvrant un large panel de composition pour 31 nuances d'acier [WAR 01]. Il est donc extrêmement difficile de connaître l'histoire chimique de l'attaque du réfractaire. Dans ces conditions, on préfère étudier un échantillon corrodé au laboratoire par un laitier de composition connue et représentatif des conditions de service, en complétant parfois par une étude de prélèvement in-situ.

## 2.2 Imprégnation en auto-creuset

Cet essai simple et efficace est utilisé industriellement pour caractériser la tenue à la corrosion d'une nuance donnée. L'auto-creuset est réalisé par carottage d'un trou de 50 mm de diamètre et 40 mm de hauteur dans un pavé de matériau à tester de  $115 \times 115 \text{ mm}^2$  de section et 76 mm de hauteur [COL 01]. Le trou est rempli d'un laitier dont la composition est représentative de l'application visée et le tout est enfourné pendant quelques heures à une température au moins égale à celle de fusion du laitier ( $\geq 1200^\circ\text{C}$ ). A la sortie du four, un contrôle visuel permet d'éliminer les nuances de réfractaire trop facilement imprégné et corrodé ainsi que celles qui ont développé une fissuration importante.

Cette procédure ne permet pas d'étudier la corrosion sur une longue durée car la quantité de laitier est tellement faible que, souvent, il n'en reste plus à la fin de l'essai. De plus, ce dispositif expérimental sommaire ne reproduit pas les conditions de flux existant en service, notamment le gradient thermique dans l'épaisseur de la paroi, l'apport séquentiel de laitier et les mouvements du fluide. D'un autre côté, les échantillons sont suffisamment petits pour que l'on puisse considérer la température homogène, ce qui en fait un essai tout à fait adapté pour l'étude des évolutions mi-

crostructurales liées uniquement à l'imprégnation [LEE 98], [GOT 97].

Un auto-creuset a donc été réalisé pour mieux appréhender les mécanismes d'imprégnation des bauxites par les oxydes liquides en complétant les observations visuelles par des mesures de composition, et des calculs thermochimiques [ARN 01]. La méthodologie développée et les résultats obtenus ont ensuite guidé les analyses réalisées sur une brique prélevée lors d'un démontage de poche [PER 02].

### 2.2.1 Conditions d'essais

L'auto-creuset a été découpé dans une brique de même qualité que celle prélevée en poche, à savoir le matériau de référence B80PCU du fournisseur Didier. Le trou carotté a été rempli de 60 g de laitier constitué de poudre de chaux, d'alumine, d'oxydes de fer ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) et de monoxyde de fer ( $\text{FeO}$ ). Le mélange a été choisi pour obtenir (après fusion) d'une part, un rapport chaux-alumine de 1,2 caractéristique d'un laitier particulièrement basique, d'autre part une teneur en fer totale d'environ 30%. Le tout a été maintenu à  $1600^\circ\text{C}$  pendant 5 h après une montée lente en température. Le refroidissement s'est fait four fermé. La proportion des oxydes au sein du laitier à  $1600^\circ\text{C}$ , obtenue par calcul thermodynamique à l'aide du logiciel CEQCSI (Chemical EQUilibrium Calculations for the Steel Industry) [LEH 01], est présentée dans le tableau 2.3 avec l'essentiel des caractéristiques de la brique.

	B80PCU	Laitier
<b>Chimie (% m.)</b>		
$\text{Al}_2\text{O}_3$	77,7	27,8
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	2,2	2,8
$\text{FeO}$		36
$\text{CaO}$	0,3	33,4
$\text{SiO}_2$	13,5	
$\text{P}_2\text{O}_5$	2,1	
$\text{TiO}_2$	2,6	
<b>Divers</b>		
Densité apparente	2,74-2,79	2,7
Température de fusion		$1188^\circ\text{C}$
Porosité ouverte %	18,5 - 24	

TAB. 2.3 – Composition du couple réfractaire/laitier à  $1600^\circ\text{C}$  dans l'auto-creuset

D'après les simulations CEQCSI, la teneur en monoxyde de fer ( $\text{FeO}$ ) dans le laitier à  $1600^\circ\text{C}$  est nettement plus importante qu'à température ambiante. On ne peut cependant pas exclure qu'il y ait une certaine réoxydation du monoxyde de fer par l'atmosphère du four. Pour limiter cette réoxydation, on injecte de l'argon dans le four.

Lorsque l'on néglige l'action de la pesanteur, la vitesse de pénétration d'un liquide non réactif dans un capillaire droit peut se mettre sous la forme [ONI 80]:

$$\frac{dl}{dt} = \frac{R}{2l} \frac{\gamma_s \cos \theta}{2\nu} \quad (2.1)$$

avec  $l$  la longueur de pénétration,  $R$  le rayon du capillaire,  $\gamma_s$  la tension superficielle du liquide,  $\theta$  l'angle de raccordement du liquide avec la surface du solide et  $\nu$  la viscosité dynamique du liquide. Quelle que soit la composition des laitiers, entre  $1400^\circ\text{C}$  et  $1600^\circ\text{C}$ , leur tension superficielle est voisine de  $0,5 \text{ J.m}^{-2}$  [Sla95]. L'angle de mouillage est également peu sensible à la composition du laitier [BLU 95]. Ainsi, le produit  $\gamma_s \cos \theta$  présente de faibles variations devant celles que peut subir la viscosité au cours de l'imprégnation [ONI 80]. C'est donc principalement la viscosité qui contrôle la cinétique de l'imprégnation, avec la porosité et la tortuosité. Sachant que la viscosité des laitiers augmente lorsque l'indice de basicité  $I_b$  diminue, il est possible d'estimer qualitativement la cinétique d'imprégnation en évaluant celui-ci, défini par [ALI 89]:

$$I_b = \frac{[CaO] + [MgO]}{[SiO_2] + [Al_2O_3]} \quad (2.2)$$

L'indice de basicité initial des laitiers sidérurgiques, pour la filière calmée au silicium, évolue entre 1 et 1,2. Nous avons ici un laitier de basicité initiale élevée (1,2) dans la gamme usuelle. De ce fait, sa viscosité est relativement faible. L'imprégnation doit alors être relativement rapide dans les premiers millimètres (jusqu'à plusieurs centimètres par heure) et peut donc provoquer l'existence de phases incompatibles thermodynamiquement [BLU 95]. Cependant, comme cette imprégnation rapide est suivie d'une longue période à  $1600^\circ\text{C}$ , on peut admettre que tout le liquide atteint un état d'équilibre thermodynamique avec le squelette solide.

### 2.2.2 Microstructure du matériau imprégné

Après refroidissement complet, le creuset a été découpé en deux parties égales à la scie «diamant». La figure 2.2 présente un des demi-creusets obtenu. Globalement, toutes les surfaces en contact avec le laitier ont été imprégnées. On observe même une légère remontée de l'infiltration vers le haut du creuset.

Dans la partie centrale, entre la sole du four et le fond du creuset, l'imprégnation est clairement orientée suivant la direction verticale. En effet, la microstructure de la zone imprégnée évolue essentiellement en fonction de la profondeur par rapport au fond du trou caroté. Il apparaît raisonnable, au vu de cette observation, de considérer que l'imprégnation s'est effectuée de manière unidirectionnelle dans cette zone.

Dans les dix premiers millimètres, le matériau est relativement homogène à l'échelle macroscopique et présente une porosité sphérique. Cette porosité particulière, illustrée sur la figure 2.3(a), est très probablement due au dégazage du laitier. Cela amène à penser que cette zone est, *a priori*, constituée d'un mélange de laitier liquide et de brique dissoute. Entre 15 et 30 mm, on retrouve peu à peu la structure



FIG. 2.2 – *Demi-creuset après imprégnation (largeur : 110 mm)*

initialement granulaire de la brique (figure 2.3(b)). Toutefois, la couleur et la texture de la phase liante sont différentes de celles observées à l’origine. Les quelques grains qui apparaissent n’ont pas été dissouts mais la matrice a été attaquée par les oxydes liquides. Après 35 mm, on retrouve la structure initiale de la brique (figure 2.3(c)). La matrice est légèrement colorée par une faible imprégnation capillaire aux environs de 35 mm. La zone arrière ne semble pas affectée par l’imprégnation réactive.

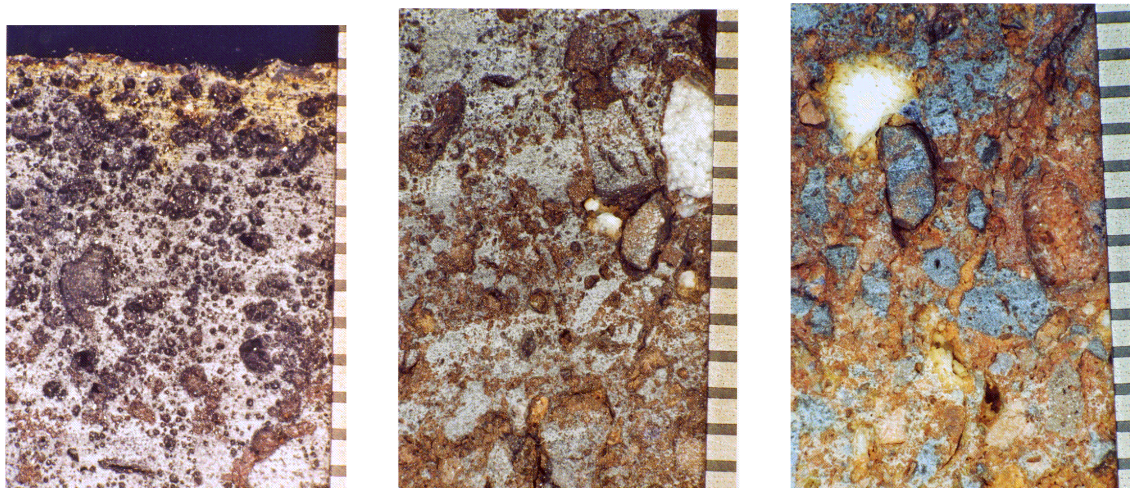
Afin de mieux délimiter ces différentes zones et de mieux appréhender la modélisation de leur comportement mécanique (i.e., milieu continu mono-, bi- ou triphasique, poreux, saturé ou non en liquide . . . ), le gradient de composition chimique du fond du creuset a été étudié en vue de se faire une idée des différentes phases en présence.

### 2.2.3 Profils des concentrations élémentaires

Accouplée à un Microscope Electronique à Balayage (M.E.B)., la sonde E.D.S. (Energie Dispersive Spectroscopy of X-rays) permet de faire de la microanalyse X à sélection d’énergie par détection et comptage des photons émis lors des chocs inélastiques électrons/atomes. C’est à partir du spectre en énergie ainsi obtenu que les analyses qualitatives, semi-quantitatives et quantitatives sont possibles. Les principes de base de ces techniques sont présentés dans l’Annexe A. L’ensemble des mesures, analyses et observations présentées ici ont été réalisées au LMT-Cachan.

#### 2.2.3.1 Méthode d’analyse

La structure granulaire hétérogène du matériau impose de travailler avec une fenêtre d’analyse suffisamment grande (plusieurs  $\text{mm}^2$ ) pour obtenir une concentration chimique élémentaire moyenne significative. La mesure des concentrations élémentaires ne peut donc pas se faire perpendiculairement au gradient d’imprégnation, car celui-ci évolue rapidement sur quelques millimètres. Par conséquent, il a été décidé de découper des lamelles parallèlement au fond du creuset. L’espacement entre les plans de coupe des échantillons représente le pas sur l’axe des abscisses pour



(a) 0 - 11 mm

(b) 17 - 30 mm

(c) 35 - 47 mm

FIG. 2.3 – Evolution de la microstructure suivant le gradient d'imprégnation (à droite, réglet gradué en mm)

tracer les profils de concentration. La figure 2.4 résume succinctement la méthode d'analyse adoptée.

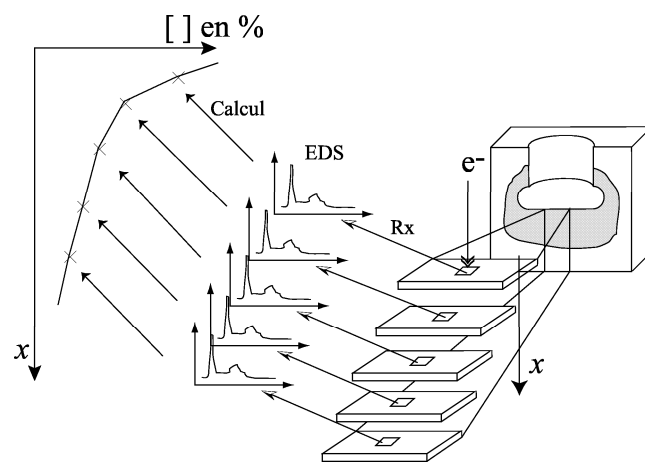


FIG. 2.4 – Réalisation des profils de concentration chimique

Par hypothèse, le gradient de composition est supposé plus important près du fond du creuset, surface prise comme origine des abscisses. Mais en raison de l'irrégularité de ce fond et de la présence d'une porosité importante dans les premiers millimètres, la première lame fait 5 mm d'épaisseur. Ensuite, 8 lames de 2 mm d'épaisseur ont été découpées, puis 2 de 3 mm, 5 de 5 mm et enfin, il en reste une de 2 mm. Au total 17 échantillons ont été récupérés.

Ces échantillons présentent une surface d'environ  $18 \times 15 \text{ mm}^2$ . La fenêtre d'ana-

lyse utilisée, de  $3 \times 4 \text{ mm}^2$ , a été placée sur chaque lamelle sur une zone jugée représentative de la microstructure observée. La mesure ne se fait donc pas le long d'une ligne normale aux plans successifs.

### 2.2.3.2 Correction des mesures

Le bouclage est la somme des concentrations massiques de l'ensemble des éléments détectés ou interpolés lors d'une acquisition et du traitement informatique. Il est fréquent d'obtenir un bouclage différent de 100%. En effet, il existe plusieurs sources d'écart : les difficultés de mesures (temps mort pendant la phase d'acquisition, présence de doublons...), les approximations internes à la méthode employée pour le calcul des concentrations (cf. annexe A), l'estimation des éléments non détectés car trop «légers» par rapport aux capacités du détecteur (p.ex., l'oxygène), etc. Ainsi, le bouclage est un bon indicateur de la qualité globale de la mesure.

Dans l'analyse, la teneur en oxygène n'étant pas mesurée, elle est systématiquement estimée en considérant que tous les autres éléments chimiques forment des oxydes simples. Cette hypothèse a été validée par des mesures effectuées au Laboratoire de Physique-Chimie de l'Etat Solide (LPCES, UMR 8648) à Orsay. Elle n'en induit pas moins une approximation pour le fer qui n'a été pris en compte que sous sa forme la plus courante (i.e.,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) alors qu'il est susceptible de présenter deux valences ( $\text{FeO}$  et  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). A cela s'ajoute la difficulté, voire l'impossibilité, de reproduire les mêmes conditions que pour les standards, notamment la même intensité du faisceau incident. Ce dernier point est d'autant plus gênant que le LMT-Cachan ne possédait pas de pico-ampèremètre à cette époque.

L'absence relative de reproductibilité des conditions de mesure par rapport aux standards a pour effet une fluctuation importante du bouclage. En effet, à tension constante, le niveau d'énergie du faisceau d'électron évolue avec son intensité. Ne pouvant mesurer cette dernière, il est impossible d'apporter la correction nécessaire lors de la comparaison avec les standards (voir Annexe A). La concentration massique est donc mesurée à un facteur multiplicatif près : le rapport de l'intensité du faisceau lors de la mesure sur la lame et sur des standards. D'où des écarts de bouclage importants d'une mesure à l'autre (de 80 à 120%).

Pour limiter ces disparités, le réglage de l'intensité du faisceau d'électron a été systématiquement effectué sur une plaque de nickel. Le spectre réalisé sur cette plaque devait présenter un nombre de «coups» de l'ordre de 4000 par seconde (nombre de photons émis). Ce réglage d'une émission constante sur un matériau donné assure un recalage relatif des mesures les unes par rapport aux autres.

Cette dispersion des bouclages entraîne une dispersion des mesures. Lorsque l'on trace l'évolution de la concentration d'aluminium (élément majoritaire) mesurée sur chaque fenêtre d'analyse en fonction du bouclage (figure 2.5), on observe que plus le bouclage est élevé, plus la concentration massique en aluminium est importante. Pour que les profils de concentration obtenue soient représentatifs des effets



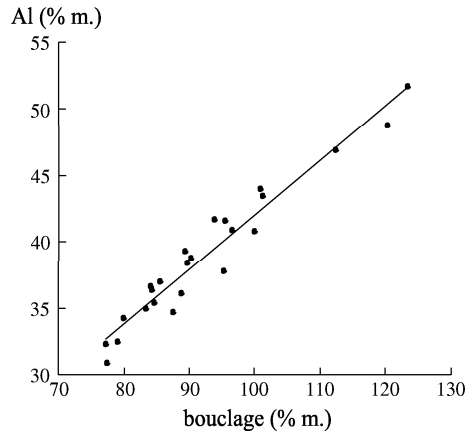


FIG. 2.5 – Evolution de la concentration en Al mesurée en fonction du bouclage

de l'imprégnation et non de la disparité des conditions de mesure, il a été nécessaire d'apporter une correction aux concentrations mesurées. La concentration corrigée  $C_{cor}$  est définie par :

$$C_{cor} = \frac{100}{bouclage} C_{mes} \quad (2.3)$$

où  $C_{mes}$  est la concentration mesurée. Cette correction permet de comparer les valeurs à chaque profondeur en se ramenant à un bouclage de 100%, ce qui limite l'effet induit par la dispersion des bouclages.

### 2.2.3.3 Résultats

Les profils de concentration massique d'alumine ( $Al_2O_3$ ) et de silice ( $SiO_2$ ) mettent en exergue le caractère fortement hétérogène de la microstructure. Ils sont à peu près conjugués (figure 2.6) : dans les zones où la concentration en alumine est élevée, la concentration en silice est faible, et vice versa. Cela peut être expliqué simplement : ce sont les deux éléments majoritaires dans la brique d'origine, l'alumine est présente dans les grains, la silice dans la matrice. Comme la taille de la fenêtre de mesure est réduite, on voit soit majoritairement les grains, soit la matrice. Ces profils remettent en cause la taille de la fenêtre d'analyse qui est trop petite pour accéder à une quantité moyenne. Malheureusement, cette fenêtre ne peut être agrandie car le maximum de la plage des réglages géométriques possibles est atteint (i.e., distance de travail, angle de tilt, grossissement). Les teneurs mesurées en éléments majoritaires sont de toute façon les plus sensibles à la fluctuation des erreurs de mesure et approximations de calcul (bouclage, intensité du faisceau, etc. . . ). La comparaison de mesures effectuées sur des échantillons distincts (lamelles) n'est donc pas aisément réalisable. Toutefois, en terme de tendance, on constate qu'il y a moins d'alumine lorsqu'on se rapproche de la zone attaquée, ce qui est en accord avec les travaux de Zhang et al. sur la dissolution de l'alumine dans les laitiers [ZHA 00].

Les profils de concentration massique de chaux ( $CaO$ ) et de phosphore ( $P_2O_5$ ) sont les plus exploitables (figure 2.7(a)). En effet, ces éléments chimiques semblent répartis de façon suffisamment homogène dans le creuset analysé et leur teneur,

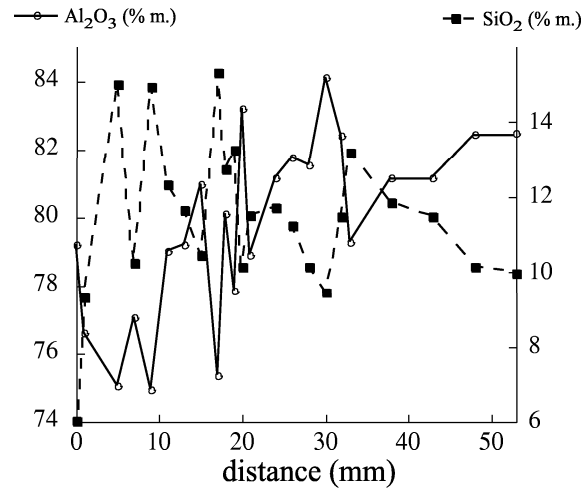
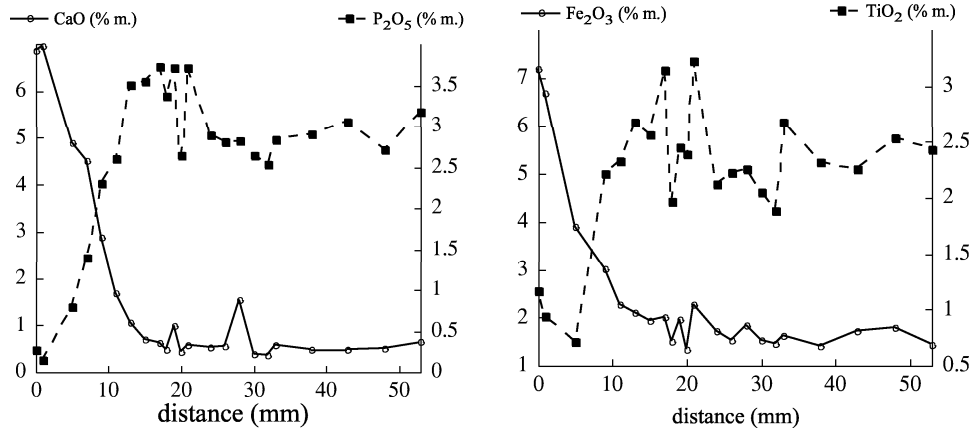


FIG. 2.6 – Profils des concentration massique de silice et d'alumine en fonction de la profondeur d'imprégnation

plus faible, est nettement moins sensible aux erreurs relatives. Le profil de la chaux s'apparente à un profil de transport classique par diffusion et/ou capillarité. La concentration est élevée au bord du trou ( $x = 0$ ), puis elle décroît de manière exponentielle. Initialement présente dans le laitier (tableau 2.3), la chaux précipite rapidement dans les premiers millimètres d'imprégnation. Le phosphore, lui, présente un profil moins courant. Absent dans les tous premiers millimètres, il est en surconcentration dans une zone de 10 à 15 mm d'épaisseur puis retrouve «brutalement» sa concentration d'origine (figure 2.7(a)). Ce profil fait penser à un phénomène de lessivage. Le phosphore, initialement présent dans le liant de la brique est dissout avec celui-ci puis re-déposé plus loin. Les cartographies E.D.S. réalisées vont dans ce sens : elles mettent en évidence la présence de phosphore et de chaux dans le liquide d'imprégnation (phase vitreuse à l'ambiante, figure 2.15).

Les profils de concentration massique en hématite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) et en titane ( $\text{TiO}_2$ ) sont un peu plus accidentés car ces éléments sont répartis de façon moins homogène que la chaux ou l'oxyde de phosphore (figure 2.7(b)). En effet, comme le montrent les photos réalisées avec le M.E.B. du CRDM (figure 2.8), ces éléments ont tendance à «s'agglomérer» : on observe une grande quantité d'aiguilles de tiérite et d'oxyde de titane, ainsi que des billes de fer, noyées dans une phase vitreuse. Le profil de concentration pour l'hématite est semblable à celui de la chaux. Ces éléments caractéristiques du laitier ne pénètrent donc pas en profondeur le creuset. Le profil du titane est identique à celui du phosphore. Élément initialement présent dans la phase liante de la brique, le titane serait donc également «lessivé». L'absence de chaux et d'hématite dans la bande de surconcentration en phosphore et oxyde de titane laisse supposer que le liquide d'imprégnation n'a plus la composition chimique du laitier. C'est sans doute un liquide dont la composition chimique d'équilibre résulte de la réaction du laitier avec la brique dans les dix premiers millimètres.



(a) Concentrations en chaux et phosphore

(b) Concentrations en oxydes de fer et de titane

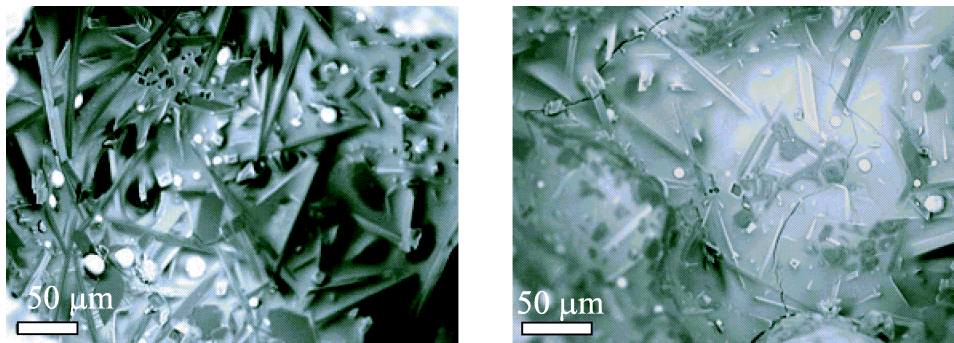
FIG. 2.7 – Profils de concentrations massiques en fonction de la profondeur d'imprégnation

## 2.2.4 Répartition des phases

Comme indiqué au §2.2.1, le temps de maintien à 1600°C est suffisant pour que le liquide ait atteint un état d'équilibre thermodynamique avec le squelette solide. Cela permet de considérer que l'agencement des phases obtenu résulte d'une succession d'états d'équilibre. Connaissant les compositions élémentaires à température ambiante, il est donc possible de déterminer les phases en présence lors de l'imprégnation à 1600°C en utilisant les outils de la thermochimie. Toutefois, le nombre important d'éléments présents (Fe, Si, O, Al, P, Ti et Ca principalement) rend l'utilisation des diagrammes de phase extrêmement complexe, voire illusoire. Un programme informatique a donc été utilisé pour effectuer ce travail.

Le logiciel CEQCSI a été initialement développé à l'IRSID pour l'étude des laitiers sidérurgiques. Il est maintenant également utilisé pour mieux comprendre les mécanismes de pollution des aciers par les réfractaires [LEH 01]. Cet outil permet d'accéder à des données actuellement inaccessibles à la mesure. Il est possible, par exemple, d'estimer l'évolution de la composition d'un laitier au cours de sa pénétration dans le réfractaire [BLU 95]. En effet, ce logiciel permet de connaître la composition minéralogique et l'état des phases en présence pour une composition donnée en oxyde de base dans le système : SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>-Ti<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CrO-FeO-MgO-MnO-CaO. Ces simulations sont basées sur la minimisation de l'enthalpie libre du système.

Bien que ce logiciel ne puisse pas, à l'heure actuelle, prendre en compte la présence du phosphore, il a été décidé de l'utiliser pour exploiter les mesures réalisées. Les résultats doivent être interprétés avec prudence car le phosphore modifie l'agencement des phases, notamment dans la phase siliceuse, où il est initialement présent.



(a) Billes de fer et aiguilles d'alumine dans un pore

(b) Aiguilles de tiéélite (blanche) dans une phase vitreuse

FIG. 2.8 – Agglomération du fer et du titane dans la zone imprégnée

Cependant, étant donnée sa faible concentration initiale, les proportions de phases liquide et solide estimées doivent être qualitativement correctes.

La figure 2.9 présente le résultat le plus intéressant de ces simulations : le profil de la proportion massique de phase liquide à la température d'imprégnation. Sachant que le phosphore a une tendance à abaisser le point de fusion des composés siliceux [LEV 64], les valeurs obtenues peuvent être considérées comme des bornes inférieures.

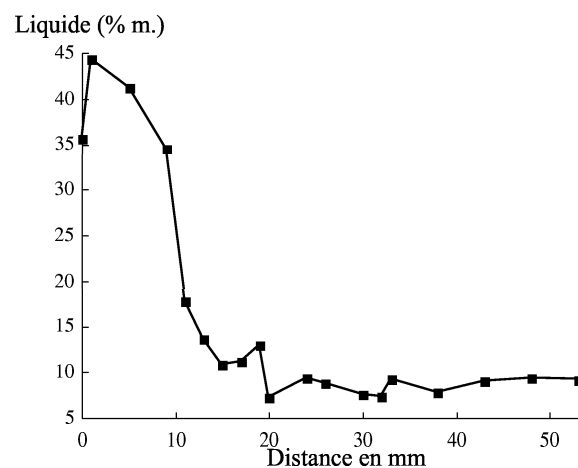


FIG. 2.9 – Proportion massique de phase liquide à 1600° C en fonction de la profondeur

Les dix premiers millimètres sont constitués de plus de 35% de masse liquide. Cette région est donc pâteuse en service et de faible tenue mécanique. C'est la zone de dissolution du réfractaire.

De 10 à 20 mm de profondeur, la teneur massique en liquide est supérieure à 13 %.

Les densités apparentes du laitier et du réfractaire étant très proches (tableau 2.3), il est raisonnable de considérer que la densité apparente du liquide d'imprégnation est égale à celle de la brique. Teneurs massique et volumique sont alors confondues. Il est alors intéressant de rapprocher les 13% (minimum) de liquide avec les 18 à 24 % de porosité initiale. Cette zone constitue donc la zone imprégnée au sens propre. Bien qu'il ne soit pas possible de statuer sur la saturation globale en liquide de cette zone, il est raisonnable de considérer qu'une partie de la porosité y est saturée. Au delà de cette profondeur, la proportion de phase liquide oscille aux environs de 8 % massique. Ceci peut s'expliquer par le fait qu'en dehors de toute imprégnation une partie de la matrice siliceuse est liquide à 1600°C.

### 2.2.5 Synthèse

Les simulations thermochimiques réalisées montrent clairement que les dix premiers millimètres sont, à chaud, une zone de dissolution de la brique. Ainsi, le liquide d'imprégnation n'est pas le laitier, mais un liquide enrichi en phosphore et en titane ayant atteint un équilibre thermochimique avec le réfractaire. Ce résultat, conforté par les gradients de concentration chimique mesurés, est en accord avec celui obtenu par Blumenfeld [BLU 95].

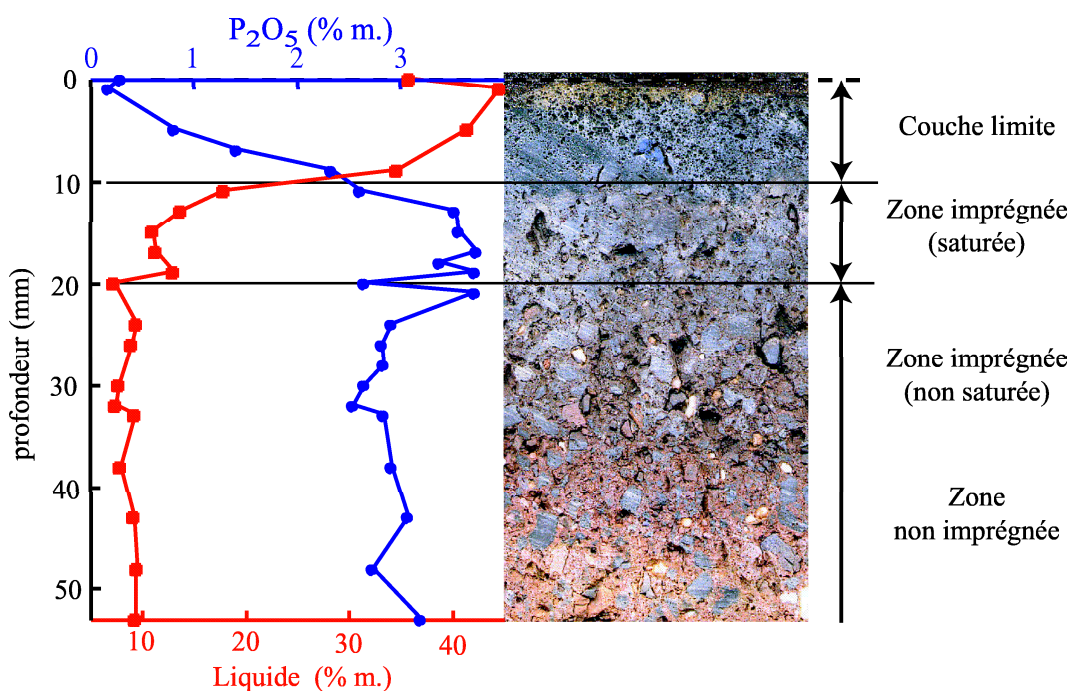


FIG. 2.10 – Imprégnation en auto-creuset à 1600°C : synthèse

La superposition du profil de la fraction liquide estimée à chaud (figure 2.9), du profil de concentration massique de phosphore (figure 2.7(a)) et de l'évolution microstructurale observée permet d'obtenir la figure 2.10. Celle-ci illustre le résultat principal de ces mesures : le phosphore est un traceur naturel de l'imprégnation.

## 2.3 Imprégnation en poche

Une des difficultés majeure de l'analyse post-mortem d'échantillons prélevés lors de la démolition des revêtements d'usure, est la méconnaissance de l'histoire thermique en service. Le gradient thermique évolue au cours des coulées successives. Les seules données thermiques fiables sont la température du bain en sortie de convertisseur et en entrée de coulée continue. Ce gradient thermique peut avoir une grande influence. Si l'imprégnation est suffisamment rapide, il provoque l'arrêt du liquide à son isotherme de solidification, aux environs de 1250°C. Cela ne se produit pas dans les réfractaires silico-alumineux car l'isotherme de solidification n'y est jamais atteinte [BLU 95]. Quoi qu'il en soit, l'existence de ce gradient thermique rend encore plus difficile la détermination des différents changements de phases en service. Dans ces conditions, l'analyse post-mortem réalisée se limite à l'identification des différentes zones (dissolution, imprégnation saturée,...) et à l'estimation de leur épaisseur respective.

### 2.3.1 Données sur le prélèvement

La brique étudiée ici, référencée B80PCU chez le fournisseur Didier, a été prélevée en octobre 1995 dans une poche de l'usine de la Sollac à Florange. Elle a subi 15 coulées calmées au silicium. Sa composition à l'état neuf est celle donnée dans le tableau 2.2 et sa microstructure d'origine est présentée sur la figure 2.1.

Lors d'une imprégnation au laboratoire, les conditions de l'attaque sont maîtrisées. Ici, de même que le chargement thermique, la composition exacte des laitiers successifs est inconnue (§2.1.2). Toutefois, les connaissances acquises lors de l'étude de l'auto-creuset permettent de passer outre ces difficultés. En effet, tous les laitiers contiennent une forte proportion de chaux qui précipite au cours de la dissolution du réfractaire. De plus, il a été établi que cette dissolution entraîne un lessivage du phosphore. Ainsi, le suivi de la chaux et l'analyse de la répartition du phosphore permettent de distinguer, et de délimiter, les différentes zones (e.g., dissoute, imprégnée,...).

### 2.3.2 Microstructure du prélèvement

Les trois microstructures observées dans le cas du creuset sont à nouveau présentes. La photo proposée en figure 2.11 permet de les distinguer sur le prélèvement. Avec l'origine des abscisses prises sur la face chaude, située en haut sur la photo, on retrouve :

- De 0 à 20 mm, une microstructure très homogène, sans grain visible mais avec une très forte porosité apparente de géométrie sphérique (zone I).
- De 20 mm à 75 mm, une microstructure intermédiaire avec présence de délimitation de grains et une porosité apparente moins importante (Zone II).
- De 75 mm jusqu'à la face froide, une microstructure très hétérogène avec des grains de taille variable allant de 0,5 à 4 mm de diamètre (Zone III).

En plus de ce gradient de microstructure on observe une multifissuration parallèle à la Face Chaude dans une bande d'environ 15 mm d'épaisseur, située à 25 mm de la FC. On remarque également ce qui ressemble à une coalescence de porosité, toujours parallèle à la FC mais située à 20 mm de cette dernière. Ces dégradations sont certainement les prémices de l'écaillage.

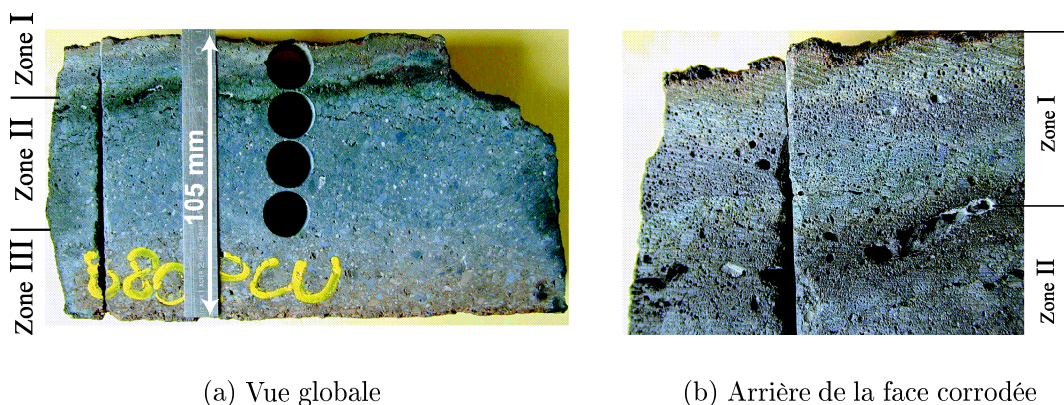


FIG. 2.11 – Brique de bauxite B80PCU après 15 coulées

### 2.3.3 Profils des concentrations élémentaires

#### 2.3.3.1 Méthode d'analyse

La procédure utilisée ici est semblable à celle déjà mise en oeuvre précédemment. Toutefois, l'apport successif de laitier au cours des différentes coulées a produit une imprégnation sur une profondeur nettement plus importante que dans le cas du creuset. Le gradient de composition est plus régulier et l'évolution en espace moins rapide. Par conséquent, il a été décidé de faire les mesures E.D.S. avec des fenêtres d'analyse de  $3 \times 4 \text{ mm}^2$  parallèles au gradient, sur des échantillons découpés dans la direction de la profondeur.

Les résultats présentés sont des moyennes de trois mesures, localisées à la même profondeur, parallèlement à la face chaude. Cela permet de limiter les dispersions observées lors de l'étude de l'auto-creuset (i.e,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ) qui étaient essentiellement dues à la microstructure du réfractaire. En effet, le recours à une moyenne sur plusieurs fenêtres permet d'agrandir artificiellement la taille de la fenêtre d'analyse afin d'atteindre des données moyennes plus significatives.

Afin de pouvoir tracer le profil des concentrations, ces dernières ont subi la même correction que dans l'étude précédente: le bouclage a été ramené à 100 % massique par une règle de trois. Cependant, les bouclages initiaux étaient anormalement faibles: 70 % massique en moyenne. Une mauvaise utilisation du pico-ampèremètre récemment acquis et une pollution excessive du M.E.B. seraient en partie responsables de la mauvaise qualité globale de ces mesures [PER 02]. Toutefois, comme

l'ensemble des mesures est concerné, la proportion des concentrations aux différentes abscisses doit donc être qualitativement conservée. Les interprétations qui vont suivre seront bien entendu à nuancer en gardant ce point à l'esprit.

### 2.3.3.2 Résultats

Les profils de concentration obtenus ressemblent beaucoup à ceux obtenus dans le cas de l'imprégnation en auto-creuset. Par exemple, les profils de silice et de d'alumine (figure 2.12) sont symétriques par rapport à un axe horizontal. Du fait des moyennes réalisées, les courbes sont moins accidentées. La décroissance rapide de l'aluminium en face chaude est clairement observée, de même que le gradient tout au long de la brique.

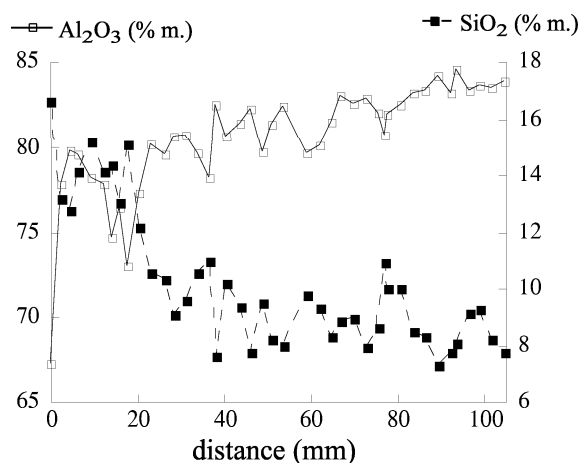


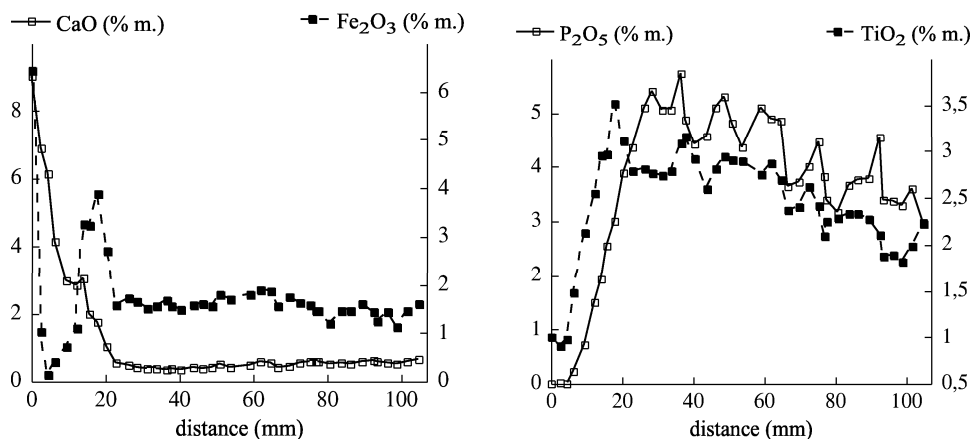
FIG. 2.12 – Profils de concentration massique d'alumine et de silice en fonction de la profondeur d'observation

Le profil du fer, présenté figure 2.13(a), est le seul qui diffère significativement du cas de l'auto-creuset. Au lieu de présenter un maximum en face chaude suivi d'une décroissance exponentielle liée à l'imprégnation, il présente un second pic. Celui-ci est situé à environ 20 mm de la face chaude.

L'absence de phosphore et la parfaite constance du titane dans les premiers millimètres (figure 2.13(b)) permettent de penser que les mesures réalisées en face chaude donnent la composition du dernier dépôt de laitier. En effet, le phosphore est uniquement présent dans le liant de la brique, son absence totale fait donc clairement pencher en faveur de cette hypothèse. Cela permet de mieux interpréter les premières mesures mais n'explique pas la présence du pic de fer à 20 mm. Cette particularité n'a pas pu être interprétée dans le cadre de cette étude.

La mauvaise qualité globale des mesures réalisées enlève toute crédibilité à l'aspect quantitatif. Seuls les niveaux relatifs sont réellement exploitables. Il est alors intéressant d'approcher la courbe du phosphore, traceur naturel de l'imprégnation, par une série de droites sécantes représentatives de la tendance moyenne sur la zone





(a) Concentration en chaux et oxyde de fer

(b) Concentration en oxydes de phosphore et de titane

FIG. 2.13 – Profils de concentration massique d'éléments chimiques en fonction de la profondeur d'imprégnation

considérée. Le résultat obtenu, présenté figure 2.14, met en avant un profil caractéristique qui permet d'identifier et de délimiter différentes zones.

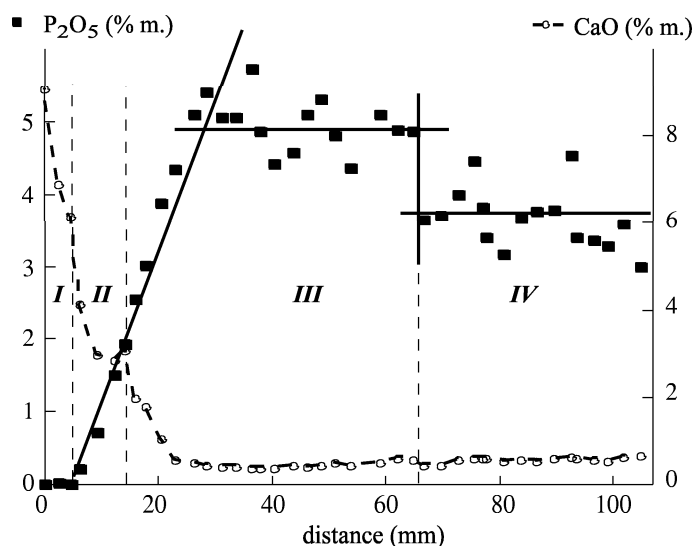


FIG. 2.14 – Profil de concentration en Chaux et profil approché de concentration en phosphore

Sur la figure 2.14, quatre zones distinctes sont visibles :

- Zone I : le dernier dépôt de laitier solidifié, d'à peu près 5 millimètres d'épaisseur ;
- Zone II : la zone de dissolution, qui a la même épaisseur que dans le cas du creuset : une dizaine de millimètres ;

- Zone III : la zone d'imprégnation, identifiable par la surconcentration de phosphore qui s'étend sur une cinquantaine de millimètres ;
- Zone IV : la zone non imprégnée, ou non saturée en liquide.

La forte ressemblance entre les résultats des deux études remet en question le rôle du gradient thermique dans les phénomènes d'imprégnation réactive dans les réfractaires silico-alumineux. En effet, l'épaisseur des zones de dissolution est identique dans les deux cas, seule l'épaisseur imprégnée diffère. Cet écart (45 mm *vs.* 10 mm) est vraisemblablement lié à l'apport cyclique de laitier frais. Ainsi, une imprégnation cyclique en laboratoire serait certainement plus riche d'enseignement qu'un auto-creuset classique ou qu'une étude post-mortem sur une brique (absence de maîtrise des conditions de chargement thermomécanique et chimique).

### 2.3.4 Analyse de cartographies E.D.S.

L'asservissement du faisceau d'électrons, couplé à la sonde E.D.S., permet la réalisation d'une carte pour un élément chimique donné. L'intensité relative de chaque pixel est fonction de la concentration moyenne de la zone couverte par le pixel. Le résultat est donc très dépendant du grossissement choisi. De plus, le maximum d'intensité correspond toujours au maximum de concentration au sein de la fenêtre considérée, ce qui ne facilite pas les comparaisons d'une fenêtre à l'autre. Toutefois, cet outil donne une vision complémentaire qui est une aide à l'interprétation des résultats.

La figure 2.15 présente un ensemble de cartes et, en bas à gauche, l'image M.E.B. de la zone considérée. Située à 20 mm de la face attaquée, cette fenêtre d'analyse présente une phase vitreuse qui entoure un grain d'alumine (corindon probablement). C'est une microstructure classique dans les zones fortement agressées. Au vu des cartes, on peut s'assurer que cette phase vitreuse, qui correspond probablement à la phase liquide en service, est à base de silice, de phosphore de calcium et de fer.

La figure 2.16 permet également de s'assurer que le phosphore est bien véhiculé par le liquide d'imprégnation. Sur la photo 2.16(a), le pore est vide après refroidissement, il n'était donc probablement pas saturé de liquide en service. Toutefois, la carte du phosphore 2.16(b) montre une surconcentration de celui-ci aux abords du capillaire, confirmant d'un seul coup deux hypothèses : c'est bien une imprégnation capillaire et le liquide d'imprégnation contient effectivement plus de phosphore que la brique saine.

## 2.4 Bilan

La complexité des systèmes chimiques en présence (laitier(s) / réfractaire) rend illusoire l'identification des multiples changements de phases qui peuvent avoir lieu. Il est alors impossible de déterminer avec certitude l'influence qu'ils peuvent avoir sur le plan mécanique. Il n'est donc pas envisageable actuellement d'écrire un mo-

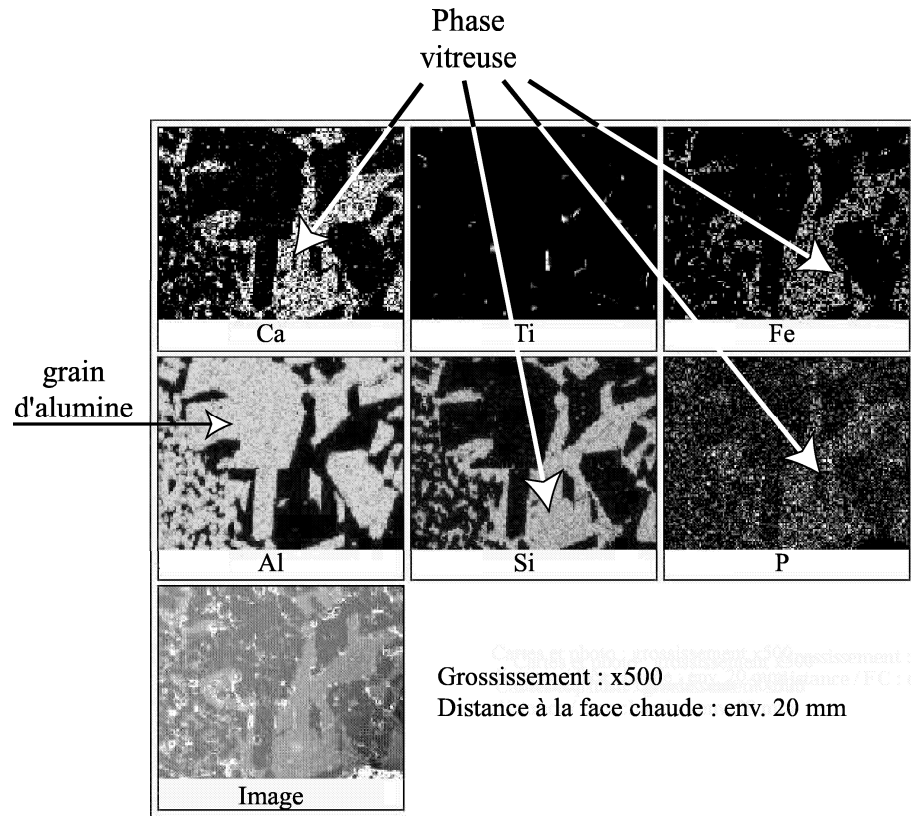


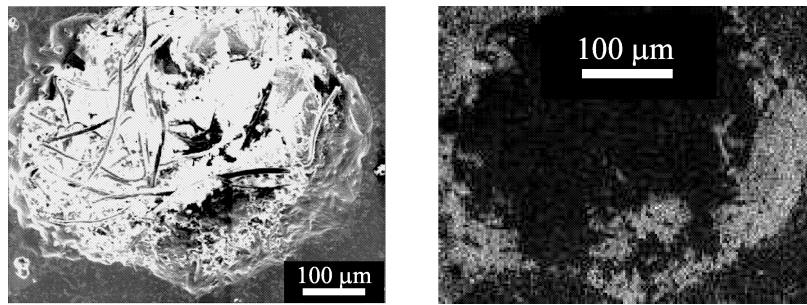
FIG. 2.15 – Cartographie des éléments chimiques à 20 mm de la face chaude

dèle couplé thermomécanique - changement de phases, à l'exception peut-être du changement de phase liquide/solide. Toutefois, cette étude donne de nombreuses informations susceptibles d'enrichir une première modélisation simplifiée.

Avant toute chose, les premiers millimètres de réfractaire ne participent pas à la tenue mécanique de l'ensemble, il est donc raisonnable de ne pas chercher à les prendre en compte. Au sein de cette zone de dissolution, le liquide atteint une composition d'équilibre avec le réfractaire. C'est ce liquide qui va imprégner la brique, et non le laitier à proprement parler. Cette évolution du système est schématisée sur la figure 2.17. Cette illustration met en avant un autre point essentiel : c'est bien une imprégnation capillaire, et donc un phénomène de transport de liquide au sein d'un squelette solide, qui est à l'origine des modifications microstructurales observées.

Le suivi du phosphore permet de délimiter la zone imprégnée et donc de confirmer que les fissures supposées être à l'origine de l'écaillage sont localisées dans cette zone. Ce résultat est en accord avec les observations sur le terrain : l'imprégnation provoque systématiquement un écaillage [BLU 02]. L'étude du profil de phosphore permet aussi de modérer l'influence du gradient de température souvent mis en avant : les profils obtenus en auto-creuset avec un champ de température homogène et sur une brique prélevée en poche sont similaires.

Finalement, cette étude met clairement en avant l'existence d'une phase liquide



(a) Image M.E.B. d'un pore

(b) Cartographie du phosphore

FIG. 2.16 – *Sur-concentration de phosphore aux abords d'un capillaire*

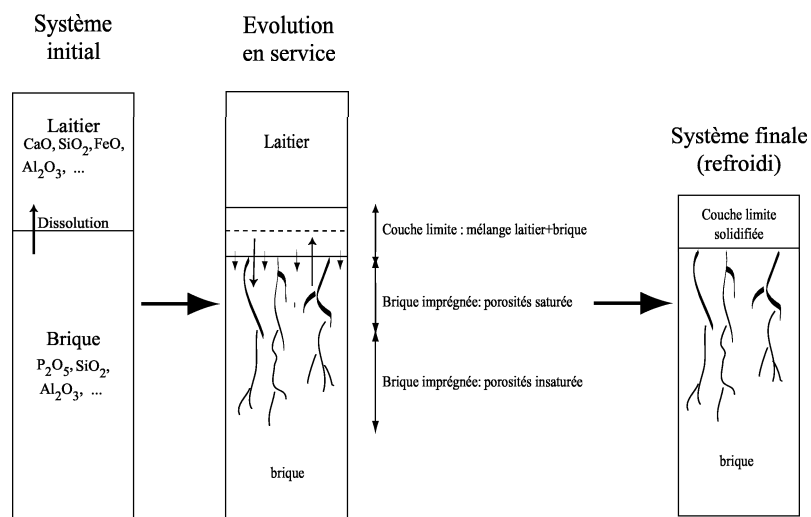


FIG. 2.17 – *Evolution du système laitier / réfractaire*

en proportion non-négligeable dans une zone de plusieurs centimètres d'épaisseur. Il apparaît nécessaire de prendre en compte la présence de cette phase pour modéliser au mieux le comportement thermomécanique macroscopique de l'ensemble.

# Chapitre 3

## Couplage

## Imprégnation-Thermomécanique

Dans ce chapitre, la mécanique des milieux poreux, et plus particulièrement la thermoporoélasticité, est utilisée pour étudier les fluctuations de pression interstitielle dans la zone du revêtement réfractaire imprégné par les oxydes liquides. Après avoir situé le problème traité par rapport à l'existant, le cadre thermodynamique et les équations de base de la thermoporoélasticité sont présentés. Le système d'équations paraboliques reliant les composantes du champ des pression à celles du champ des températures est alors établi afin de mettre en évidence les paramètres influents de la consolidation thermique. Pour caractériser la sensibilité de la pression vis-à-vis de ces paramètres, une solution analytique représentative du cas traité est ensuite établie. Enfin, l'étude de cette solution permet d'accéder à des informations sur la localisation et la valeur de la pression interstitielle maximale connaissant le matériau et le chargement thermique. La réalisation de quelques simulations numériques met en évidence les capacités prédictives et les limites du modèle analytique établi précédemment. Enfin, une application au cas de la poche est proposée.

### 3.1 Introduction

Parmi les couplages susceptibles d'intervenir dans les dégradations présentées au paragraphe 1.2.4, le couplage Imprégnation - Thermomécanique semble être le seul qui n'ait pas été étudié à ce jour dans le domaine des réfractaires. L'objectif de ce chapitre est donc d'accéder à des données quantitatives permettant de statuer sur le rôle de ce couplage dans l'amorçage de l'écaillage des revêtements d'usure des outils sidérurgiques telle que la poche à acier.

Comme cela a déjà été évoqué au paragraphe 1.3.2.2, la brique constitue un squelette solide à travers lequel circulent les oxydes liquides et l'éventuelle phase gazeuse. Dans la description adoptée par la suite, la porosité occluse et son contenu sont supposés faire partie du squelette solide, tandis que la porosité connectée est le lieu d'écoulement des phases liquides et gazeuses. Si l'on considère que la porosité connectée est saturée en liquide, alors le réfractaire peut être décrit par un milieu poreux bi-phasique dans lequel une phase peut se mouvoir à l'intérieur de l'autre.

L'objectif de ce chapitre est d'étudier l'influence de la présence de la phase liquide sur le comportement thermo-mécanique macroscopique de l'ensemble. En effet, la mobilité de cette phase introduit un phénomène de transport de masse susceptible de modifier la réponse du milieu à une sollicitation extérieure. Dans le cas de l'application visée, la sollicitation thermomécanique extérieure est thermique et cyclique.

La diffusion de la chaleur n'étant pas un phénomène instantané, la réponse d'un milieu solide monophasique à une sollicitation thermique est toujours différée dans le temps. L'influence du temps est accrue lorsque le matériau possède un comportement mécanique de type viscoplastique et/ou si ses caractéristiques thermomécaniques dépendent de la température ou de toute autre variable susceptible d'évoluer au cours du chargement.

Dans le cas d'un milieu poreux saturé, un phénomène supplémentaire, semblable à celui de la diffusion de la chaleur, vient s'ajouter à ces effets déjà complexes : le transport de la masse fluide. En effet, toute variation de température entraîne une variation du volume de la porosité connectée et du fluide la saturant, ce qui génère naturellement un flux de masse fluide et / ou une élévation de la pression interstitielle. Cela provoque alors une redistribution des contraintes au sein du squelette. Ces fluctuations spatio-temporelles de pression interstitielle sont au coeur de ce chapitre. Le but est d'une part de mieux comprendre ce phénomène et d'autre part d'identifier les paramètres qui le régissent afin d'extraire un ou des critères permettant de statuer sur le rôle du couplage Imprégnation - Thermomécanique dans les dégradations observées.

L'outil le mieux adapté pour traiter de cet effet du couplage Imprégnation - Thermomécanique est la mécanique des milieux poreux. Cette théorie est utilisée dans l'ensemble des domaines où la prise en compte du couplage entre le transport de masse fluide et le comportement mécanique est nécessaire, de la géomécanique à la biomécanique en passant par la science des matériaux [THI 98].

### **3.1.1 Thermomécanique des milieux poreux : bibliographie**

La thermomécanique des milieux poreux a été initialement développée par des spécialistes du génie civil dans le domaine de la mécanique des sols et/ou géotechnique. Le problème de base de cette discipline est de justifier la tenue mécanique d'un sol et des fondations après la construction d'un bâtiment, au moment de l'excavation d'un tunnel ou pendant le forage d'un puit. La réponse à cette question nécessite, en plus de la reconnaissance géologique du sol (agencement et nature des roches, argiles, ...), la modélisation de son comportement mécanique et de son évolution dans le temps. C'est dans ce contexte que les premiers jalons ont été posés par Terzaghi (1883-1963), qui a étudié le problème de la consolidation des couches argileuses, c'est-à-dire de l'évacuation de l'eau d'un sol sous l'effet d'une surcharge [THE 25]. Un des apports essentiels de ses travaux basés, entre autres, sur l'hypothèse de l'incompressibilité des milieux en présence, est le concept de «contrainte effective», définie comme la contrainte réellement supportée par le squelette solide.

Par la suite, Biot (1905-1985) a étendu cette analyse élastique unidimensionnelle au cas tridimensionnel pour des milieux élastiques compressibles [BIO 41]. Un certain nombre d'études concernant le comportement de sols, de fondations ou encore de tunnels s'inscrit dans le cadre de cette théorie élastique linéaire isotrope et isotherme. Ce travail a ensuite été étendu au cas des milieux élastiques anisotropes [BIO 55], puis un an plus tard au cas des milieux viscoélastiques anisotropes [BIO 56], toujours pour un chargement mécanique isotherme. Une reformulation de cette théorie, utilisant des paramètres dont le sens physique était plus explicite, a été proposée par Rice et Cleary [RIC 76]. Ceux-ci ont par ailleurs mis en évidence qu'il pouvait être plus intéressant, pour certaines applications, de formuler le problème en terme de pression et de contraintes, plutôt qu'en terme de déplacement. Ils ont également établi quelques méthodes générales de résolution des équations aux dérivées partielles ainsi obtenues. Pour démontrer l'efficacité de ces méthodes, ils les ont utilisées pour établir quelques solutions analytiques de problèmes théoriques, tel que celui de la répartition de pression autour d'une dislocation coin. De nombreux auteurs dans le domaine de l'injection de fluide dans un milieu poreux (i.e., forage, extraction pétrolière, ...) ont alors abandonné la formulation classique en déplacement, dite de Navier, au profit de l'approche en contrainte, mieux adaptée à leurs problèmes.

C'est sur ce socle que s'est développée l'approche de problèmes liés à la consolidation thermique, c'est-à-dire d'expulsion de fluide du sol due à un chargement thermique. Initialement, ce type de problématique était spécifique à l'industrie pétrolière et à la géothermie. Dans les deux cas, on procède à l'injection de fluide chaud ou froid dans des forages et l'on souhaite que cette injection ne génère pas de fissuration pouvant nuire à l'extraction. A l'inverse, on peut volontairement injecter un fluide à une température donnée dans le forage pour provoquer une redistribution des contraintes et limiter la fissuration [WAN 99]. Mais, depuis une vingtaine d'années, c'est l'industrie nucléaire qui a le plus fait avancer la connaissance dans ce domaine en finançant de nombreux travaux en vue de l'enfouissement des déchets radioactifs.

Différentes approches ont été adoptées pour le développement d'une théorie anisotherme. Ainsi, Derski et Kowalski [DER 79] ont élaboré une théorie anisotherme pour les milieux poreux saturés homogènes, isotropes et élastiques dans le cadre de la thermodynamique des processus irréversibles. Une des hypothèses fondamentales formulées est de considérer qu'il y a équilibre thermique en chaque point et à chaque instant entre les deux phases, ce qui revient à postuler l'égalité en chaque point entre la température du liquide et du solide. Cette hypothèse, a priori restrictive en régime transitoire, est reprise dans la majorité des travaux sur le sujet car le flux de masse fluide est généralement faible. Choisisant une autre voie, Palciauskas et Domenico ont étendu la théorie de Biot au cas anisotherme en apportant quelques modifications à la théorie initiale, telle que la prise en compte des dilatations [PAL 82]. Après une étude détaillée des paramètres ayant une influence sur le comportement thermoporoélastique, ils ont établi une borne supérieure de la pression interstitielle pour un milieu soumis à une élévation de température homogène. On peut également citer les travaux de McTigue [MCT 86] et Kurashige [KUR 89] qui proposent une

extension anisotherme des travaux de Rice et Cleary [RIC 76]. A la différence de McTigue [MCT 86], Kurashige [KUR 89] ne néglige pas *a priori* les termes de couplage entre les flux de masse et de chaleur. Ils obtiennent tout deux une formulation en contrainte qui leur permet de relier la pression à la température par une équation aux dérivées partielles de type parabolique. Le point de vue adopté dans ce manuscrit s'inspire de ces approches. Toutefois, le formalisme utilisé est celui proposé par Coussy [COU 91] qui a donné une formulation générale du comportement des milieux poreux dans le cadre de la thermodynamique des milieux continus ouverts.

### 3.1.2 Modèle de comportement thermoporoélastique linéaire isotrope

#### 3.1.2.1 Cadre thermodynamique

La mécanique «classique» traite de la conservation de la masse et de la quantité de mouvement. Cela est nécessaire mais insuffisant pour décrire les transformations d'un corps sous l'action d'une sollicitation thermomécanique. Cette évolution étant le fruit d'une conversion de l'énergie apportée, on a recours à la thermodynamique pour la modéliser. La thermodynamique s'intéresse aux transformations qui affectent l'énergie d'un système en évolution. L'essence de cette théorie se résume à deux principes : le premier principe exprime la conservation de l'énergie sous toutes ses formes tandis que le second exprime la dégradation de la qualité de l'énergie au cours de ses transformations successives [PRI 99]. La qualité d'une énergie caractérise son aptitude à être restituée sous forme de travail. Ainsi, l'énergie de déformation élastique est de bien meilleure qualité que la chaleur. Cette dernière est d'ailleurs le plus souvent qualifiée de dissipation car elle est (très) difficilement récupérable.

La thermodynamique des milieux continus ajoute à ces deux principes le postulat de l'état local, qui stipule que l'état d'un système en évolution est caractérisé par les mêmes variables d'état qu'à l'équilibre et qu'il est indépendant des vitesses d'évolution [GER 73]. On distingue alors deux types de variable d'état : les variables observables (p.ex., déformation, température) et les «variables internes» qui sont cachés. Quelles que soient les discussions fondamentales que ce postulat puisse susciter, il permet la mise en place d'un cadre général pour le développement de lois de comportement. On postule l'existence d'un potentiel d'état (typiquement : l'énergie libre), concave par rapport à  $T$  et convexe par rapport aux autres variables d'état, dont dérivent les lois d'état [LEM 01], [MAU 92]. Ces dernières relient les variables d'état et leurs variables associées (i.e., force thermodynamique). Toutefois, pour les variables internes, les lois d'état ne permettent que la définition de leurs forces associées. Pour obtenir les lois d'évolution des variables internes, on postule alors l'existence d'un potentiel de dissipation dont dérivent les lois complémentaires. Ce dernier point sera développé au §4.2.1.

Il est intéressant de noter qu'il n'est pas nécessaire de construire des potentiels (d'état et de dissipation) pour élaborer des lois de comportement. Mais cette approche confère aux modèles de bonnes propriétés en assurant notamment le respect



du second principe. Si l'on ne construit pas de potentiel, il faut alors vérifier a posteriori la positivité des dissipations.

Ce cadre très général a été largement développé pour les milieux continus déformables en France par Mandel [MAN 66], Germain [GER 73], Salençon [SAL 95], Lemaitre et Chaboche [LEM 01]. L'objectif ici n'est pas d'expliquer son extension au milieu poreux afin d'établir les différentes relations de la thermoporoélasticité linéaire isotrope, mais de retracer succinctement ce parcours pour mettre en exergue les hypothèses associées. Le lecteur intéressé par une étude approfondie de la thermodynamique des milieux continus ouverts, base théorique de la mécanique des milieux poreux, pourra se reporter à l'ouvrage de référence de Coussy [COU 91].

### 3.1.2.2 Thermoporoélasticité linéaire isotrope

La thermodynamique des milieux poreux saturés est écrite à une échelle macroscopique. Le liquide et le squelette solide sont modélisés par la superposition, en chaque point et à chaque instant, de deux milieux continus (chimiquement inertes) en interaction mécanique. La particularité de cette représentation réside dans la possibilité de mouvement relatif des deux milieux, généralement représenté par l'écoulement de la phase fluide. Ce transfert de masse est à l'origine d'un troisième terme  $\Phi_3$  dans l'inégalité dite de Clausius-Duhem, expression fondamentale issue du second principe :

$$\Phi_1 + \Phi_2 + \Phi_3 \geq 0 \quad (3.1)$$

où  $\Phi_1$  est la dissipation volumique intrinsèque (mécanique),  $\Phi_2$  est la dissipation volumique thermique (échauffement) et  $\Phi_3$  est la dissipation volumique hydraulique (écoulement du fluide).

Cet exposé se limite à la présentation du cas particulier de la thermoporoélasticité linéaire isotrope. Pour cela, seuls seront considérés :

- des **évolutions quasi-statiques** : les termes d'inertie sont négligés, ce qui rend impossible la prise en compte des états hors équilibre. Cette hypothèse classique est difficilement justifiable sur le plan strictement théorique si des phénomènes physiques de cinétique très différente sont couplés.
- des **transformations infinitésimales** du squelette, ce qui permet la linéarisation du tenseur des déformations. Dans la mesure où les matériaux considérés possèdent de faibles déformations à rupture cette hypothèse ne pose pas de problème. A contrario, l'essorage d'une éponge ne pourra pas être traité avec les équations qui vont suivre.
- des **petits déplacements** du squelette, ce qui permet de confondre géométrie initiale et actuelle. Ainsi, toutes les grandeurs peuvent s'exprimer simplement en variable lagrangienne par rapport au squelette solide. La déformation du squelette étant la seule mesurable expérimentalement, cela justifie la place particulière qui lui est accordée.

Sous ces hypothèses, il est établi que [COU 91]:

$$\Phi_1 = \underline{\underline{\sigma}} : \frac{d\underline{\underline{\varepsilon}}}{dt} + g_m \frac{dm}{dt} - s \frac{dT}{dt} - \frac{d\Psi}{dt} \quad (3.2)$$

où  $\underline{\underline{\sigma}}$  est le tenseur des contraintes de Cauchy,  $\underline{\underline{\varepsilon}}$  le tenseur des déformations de Green-lagrange linéarisé,  $:$  le produit doublement contracté,  $g_m$  l'enthalpie libre massique du fluide,  $m$  la densité d'apport de masse fluide,  $s$  l'entropie massique et  $\Psi$  l'énergie libre volumique.

Si l'on suppose que **les deux phases sont en équilibre thermique à l'échelle du volume élémentaire**, alors la température est homogène à cette échelle. En notant  $\underline{q}$  le vecteur flux de chaleur et  $T$  la température, on a :

$$\Phi_2 = -\frac{1}{T} \underline{q} \cdot \underline{\text{grad}} T \quad (3.3)$$

Enfin, la dissipation liée au flux de masse fluide s'écrit :

$$\Phi_3 = \frac{\underline{M}}{\rho_f} (-\underline{\text{grad}} p + \rho_f \underline{F}) \quad (3.4)$$

où  $\underline{M}$  est le vecteur courant de masse fluide,  $\rho_f$  la densité du fluide,  $p$  la pression interstitielle et  $\underline{F}$  les forces de masse. Le vecteur courant de masse fluide  $\underline{M}$  et la densité d'apport de masse fluide  $m$  sont liés par l'équation de conservation de la masse qui entraîne [COU 91]:

$$\frac{dm}{dt} + \text{div } \underline{M} = 0 \quad (3.5)$$

On remarque que les dissipations  $\Phi_2$  et  $\Phi_3$  dépendent, au travers des gradients présents dans leurs expressions, de l'état des systèmes élémentaires contigus, à la différence de la dissipation  $\Phi_1$ . Cela justifie, a posteriori, la dénomination d'intrinsèque donnée à la dissipation mécanique:  $\Phi_1$  ne dépend que de l'état du système élémentaire considéré, indépendamment de ses voisins. Le comportement thermo-poroélastique est défini par la nullité de la dissipation intrinsèque  $\Phi_1$  dans toute évolution, soit de fait par l'absence de variables internes [COU 91]. L'expression (3.2) de  $\Phi_1$  met alors en avant les seules variables d'état du milieu poreux:  $\underline{\underline{\varepsilon}}$ ,  $T$  et  $m$ .

On choisit usuellement l'énergie libre de Helmholtz  $\Psi$  comme potentiel d'état. La substitution de la dérivée temporelle de  $\Psi$  dans l'expression (3.2) par son expression en fonction des dérivées temporelles des variables d'état (dérivées composées) donne une expression de  $\Phi_1$  dont l'annulation successive des termes permet d'établir les lois d'état du système ouvert et de définir les forces thermodynamiques associées aux variables d'état (tableau 3.1).

La densité d'apport de masse fluide  $m$  (i.e., apport de masse fluide par unité de volume initial) est l'unique variable d'état supplémentaire par rapport au cas de la thermoélasticité des milieux continus monophasiques. Les lois d'état linéarisées sont

Variable d'état	Force associée	Loi d'état
$\underline{\underline{\varepsilon}}$	$\underline{\underline{\sigma}}$	$\underline{\underline{\sigma}} = \frac{\partial \Psi}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}}$
$m$	$g_m$	$g_m = \frac{\partial \Psi}{\partial m}$
$T$	$-s$	$-s = \frac{\partial \Psi}{\partial T}$

TAB. 3.1 – Variables d'état et forces associées

obtenues en réduisant l'expression de l'énergie libre  $\Psi$  à un développement limité au second ordre. Pour cela, nous sommes amenés à ne **considérer** que **des petites variations autour de l'état d'équilibre initial (noté  $i$ )** [COU 91]:

- **de température**  $T - T_i$ . La notion de petites variations ne vaut que par comparaison avec une référence. Pour le fluide, cela correspond à une variation volumique engendrée par la température du même ordre de grandeur que la variation de son volume spécifique ( $= \frac{\rho_{fo} - \rho_f}{\rho_f}$ ) et à une variation de pression du même ordre de grandeur que celle engendrée par la déformation du squelette solide. Pour le solide, cela correspond à une variation de contrainte du même ordre de grandeur que celle due à la déformation.
- **de pression**  $p - p_i$ . Cela correspond à une variation volumique du fluide, engendrée par la pression interstitielle, du même ordre de grandeur que la variation de son volume spécifique.
- **d'apport de masse fluide**  $m$ . Pour cela, il faut que la variation de pression interstitielle soit du même ordre de grandeur que celle due à la déformation du squelette solide. Dans ce dernier cas, la contrainte engendrée par l'apport de masse fluide  $m$  doit être comparable à celle due à la déformation.

Ces hypothèses limitent l'amplitude des perturbations (dans le temps) qui peuvent être étudiées. Si, de plus, on fait également l'hypothèse que **le milieu est homogène et isotrope**, alors les relations de comportement linéarisées sont données par [COU 91]:

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{\sigma}}_i + \lambda_{Lo} (Tr \underline{\underline{\varepsilon}}) \underline{\underline{I}} + 2\mu_L \underline{\underline{\varepsilon}} - b(p - p_i) \underline{\underline{I}} - 3\alpha_o K_o (T - T_i) \underline{\underline{I}} \quad (3.6)$$

$$p = p_i + M \left( -b Tr \underline{\underline{\varepsilon}} + \frac{m}{\rho_{fi}} \right) + 3\alpha_m M (T - T_i) \quad (3.7)$$

$$s = s_i + m s_{fi} + 3\alpha_o K_o Tr \underline{\underline{\varepsilon}} - 3\alpha_m M (P - P_i) + \frac{C_\varepsilon^o}{T_i} (T - T_i) \quad (3.8)$$

où  $\underline{\underline{I}}$  est le tenseur unité,  $\lambda_{Lo}$  et  $\mu_L$  sont les coefficients de Lamé,  $b$  est le coefficient de Biot,  $\alpha_o$  est le coefficient de dilatation drainée,  $K_o$  est le coefficient de compressibilité drainée,  $M$  est le module de Biot,  $\alpha_m$  tient essentiellement compte des dilatactions différentielles pore/fluide,  $C_\varepsilon^o$  est la chaleur massique à déformation volumique constante (drainée),  $\underline{\underline{\sigma}}_i$  est le champ de contrainte initiale,  $\rho_{fi}$  est la masse volumique initiale du fluide,  $s_i$  est l'entropie initiale du solide,  $s_{fi}$  est l'entropie massique initiale du liquide et  $Tr \underline{\underline{\varepsilon}}$  désigne la trace du tenseur des déformations. Les principales

relations entre quelques unes de ces grandeurs et les caractéristiques du liquide et du squelette sont proposées à la suite des notations répertoriées à la fin de ce document.

L'expression (3.1) et la nullité de la dissipation intrinsèque  $\Phi_1$  mènent à :

$$\Phi_2 + \Phi_3 \geq 0 \quad (3.9)$$

Ce couplage des dissipations volumiques thermique et hydraulique est à l'origine de différents phénomènes physiques : flux de masse fluide engendré par un gradient de température à pression homogène (i.e, thermodiffusion ou effet Soret), flux de chaleur à température uniforme par transport de masse fluide dû à un gradient de pression (i.e., réciproque de la thermodiffusion ou effet Dufour) ou encore gradient de pression engendré par un gradient de température à flux de masse nul (i.e., effet Knudsen).

Ces différents effets sont considérés comme négligeables à l'échelle macroscopique dans de nombreuses applications [GIR 93]. L'hypothèse de **découplage des dissipations** volumique hydraulique et thermique vient alors naturellement et permet d'écrire séparément la non négativité de chacune des dissipations. Les deux inégalités obtenues sont à la base de la définition des lois classiques de conduction thermique et hydraulique. On établit que la loi de conduction de la chaleur de Fourier :

$$\underline{q} = -\lambda \underline{grad} T \quad (3.10)$$

où  $\lambda$  est la conductivité thermique, vérifie la positivité de la dissipation volumique thermique  $\Phi_2$ . On établit également que la loi de conduction de la masse fluide de Darcy :

$$\frac{M}{\rho_f} = k \underline{grad} p \quad (3.11)$$

où  $k$  est la conductivité hydraulique, vérifie la positivité de la dissipation volumique hydraulique  $\Phi_3$ . La conductivité hydraulique peut être reliée à la perméabilité intrinsèque ou bien à la perméabilité hydraulique par les expressions (6) - (8) proposées à la fin de la table des notations.

L'ensemble des relations (3.6)-(3.8) et (3.10)-(3.11) définit complètement le comportement thermoporoélastique linéaire d'un milieu poreux saturé ouvert, homogène et isotrope. Cependant, il est d'usage de les compléter par la définition de la contrainte effective, couramment perçue comme le tenseur responsable des déformations élastiques du squelette, c'est-à-dire des déformations observables. La contrainte effective est définie par [COU 91] :

$$\underline{\underline{\sigma}}^{eff} = \underline{\underline{\sigma}} + b p \underline{\underline{I}} \quad (3.12)$$

De plus, le traitement d'un problème de thermoporoélasticité nécessite (souvent) la linéarisation des équations de conservation de la chaleur et de la masse. Pour cela, deux hypothèses supplémentaires sont nécessaires [COU 91] :

- hypothèse des **petits vecteurs courant de chaleur**  $\underline{q}$ , ce qui entraîne de petits gradients de température. Si  $\tau$  et  $L$  sont respectivement un temps caractéristique et une longueur caractéristique du problème, alors cette hypothèse

impose que l'on ait  $\|\underline{q}\|_{\tau}/C_{\varepsilon}^o L \ll 1$ ;

- hypothèse des **petits vecteurs courant de masse fluide**  $\underline{M}$ , ce qui entraîne de petits gradients de pression. Cette hypothèse impose que l'on ait  $\|\underline{M}\|_{\tau}/\rho L \ll 1$ .

Cela permet de négliger dans l'équation de la chaleur les termes liés à la dissipation visqueuse au sein du fluide, ainsi que les termes convectifs liés au transport de masse. Dans ce cas, les problèmes d'injection de fluide ne peuvent pas être traités.

## 3.2 Consolidation thermique : équations et grandeurs caractéristiques

La manipulation des équations de la thermoporoélasticité linéaire isotrope permet d'établir un système d'équations aux dérivées partielles qui relie directement le champ des températures et le champ des pressions interstitielles. Ce système met en évidence les grandeurs caractéristiques de la consolidation thermique. Une meilleure compréhension de ce phénomène est alors possible en étudiant qualitativement l'effet de ces grandeurs.

### 3.2.1 Equations générales du problème

Le problème traité est schématisé sur la figure 3.1. On considère un volume élémentaire ( $\Omega$ ) de milieu poreux saturé soumis à :

- un chargement thermique : température imposée  $T_d$  et flux de chaleur imposé  $\underline{\Phi}_T$  respectivement sur les frontières  $\partial\Omega_{T_2}$  et  $\partial\Omega_{T_1}$  ;
- des conditions aux limites hydrauliques : pression imposée  $p_d$  et flux de masse fluide imposé  $\underline{\Phi}_p$  respectivement sur les frontières  $\partial\Omega_{p_2}$  et  $\partial\Omega_{p_1}$  ;
- des conditions aux limites mécaniques : déplacement imposé  $\underline{U}_d$  et effort imposé  $\underline{F}_d$  respectivement sur les frontières  $\partial\Omega_u$  et  $\partial\Omega_f$ .

Bien que la figure 3.1 présente des surfaces distinctes d'applications des différents types de conditions aux limites (e.g., thermique, mécanique, hydraulique), celles-ci peuvent être imposées sur le même bord ( $\partial\Omega$ ). En effet, il est possible d'imposer la température, la pression du fluide et le déplacement d'une surface du solide donnée.

Si l'on admet que ce milieu respecte les équations de la poroélasticité-thermique découplée et que les caractéristiques des matériaux sont indépendantes de la température, on peut alors écrire les équations de départ du problème. Ce sont celles de la thermique, de l'hydraulique et de la mécanique, ces deux derniers domaines étant couplés.

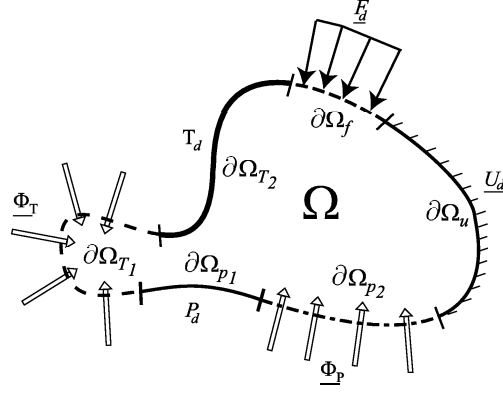


FIG. 3.1 – *Problème de thermoporoélasticité selon l'école française : patatoïde poreux et ses conditions aux limites*

### • Equations de la mécanique

*Equilibre*

$$\underline{\text{div}}(\underline{\sigma}) = \underline{0} \quad \forall (M,t) \in \Omega \times [0, +\infty[ \quad (3.13)$$

$$\underline{\sigma} \cdot \underline{n} = \underline{F}_d \quad \forall (M,t) \in \partial\Omega_f \times [0, +\infty[ \quad (3.14)$$

où  $\underline{n}$  est le vecteur normal sortant à la surface  $\partial\Omega_f$  au point  $M$ .

Dans cette étude, les champs de forces volumiques sont négligés. Cette hypothèse revient notamment à négliger l'influence du champ de pesanteur sur l'équilibre global devant celle du chargement thermique.

*Lois de comportement*

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{\sigma}}_i + \lambda_{Lo} (Tr \underline{\underline{\varepsilon}}) \underline{\underline{I}} + 2\mu_L \underline{\underline{\varepsilon}} - b(p - p_i) \underline{\underline{I}} - 3\alpha_o K_o (T - T_i) \underline{\underline{I}} \quad (3.15)$$

$$p = p_i + M \left( -b Tr \underline{\underline{\varepsilon}} + \frac{m}{\rho_{fli}} \right) + 3\alpha_m M (T - T_i) \quad (3.16)$$

avec :

$$\alpha_m = (b - 1)\alpha_o + (1 - \Phi_o)\alpha_s + \alpha_{ft}\Phi_o \quad (3.17)$$

où  $\Phi_o$  représente la porosité initiale.

*Conditions aux limites*

$$\underline{u} = \underline{u}_d \quad \forall (M,t) \in \partial\Omega_u \times [0, +\infty[ \quad (3.18)$$

*Conditions initiales*

$$\underline{\underline{\sigma}} : \text{connu dans } \Omega \quad (3.19)$$

• **Equations de l'hydraulique**

Si l'on admet que le flux de masse dû au gradient de température (effet Soret) est négligeable, le jeu d'équations suivant caractérise le comportement hydraulique du domaine :

*Equation de diffusion du fluide*

$$\frac{\partial}{\partial t} \left( \frac{m}{\rho_{fl_i}} \right) = k \Delta(p - p_i) \quad \forall (M, t) \in \Omega \times [0, +\infty[ \quad (3.20)$$

*Conditions aux limites*

$$p = p_d \quad \forall (M, t) \in \partial\Omega_{p_1} \times [0, +\infty[ \quad (3.21)$$

$$k \underline{\text{grad}}(P) \cdot \underline{n} + k_s(p - p_\infty) = 0 \quad \forall (M, t) \in \partial\Omega_{p_2} \times [0, +\infty[ \quad (3.22)$$

où  $k_s$  est un coefficient de convection hydraulique et  $p_\infty$  une pression de référence.

*Conditions initiales*

$$p_i : \text{connue dans } \Omega \quad (3.23)$$

• **Equations de la thermique**

On suppose que le flux de chaleur dû au transport de masse fluide (effet Dufour) est négligeable. Il est alors possible de traiter le problème thermique de manière découplée.

*Equation de diffusion de la chaleur*

$$\lambda \Delta(T - T_i) = \rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} \quad \forall (M, t) \in \Omega \times [0, +\infty[ \quad (3.24)$$

*Conditions aux limites*

$$T = T_d \quad \forall (M, t) \in \partial\Omega_{T_1} \times [0, +\infty[ \quad (3.25)$$

$$\underline{\Phi}_T = h(T - T_\infty) \underline{n} \quad \forall (M, t) \in \partial\Omega_{T_2} \times [0, +\infty[ \quad (3.26)$$

où  $h$  est un coefficient de convection thermique et  $T_\infty$  une pression de référence.

*Conditions initiales*

$$T_i : \text{connue dans } \Omega \quad (3.27)$$

### 3.2.2 Equation de la consolidation thermique

On rappelle que le tenseur des déformations de Green - Lagrange linéarisé s'écrit :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \frac{1}{2} \left( \underline{\underline{grad}}(\underline{u}) + \underline{\underline{grad}}^T(\underline{u}) \right) \quad (3.28)$$

Avec cette définition, l'introduction de la relation de comportement (3.15) dans l'équation d'équilibre (3.13) donne l'équation de Navier-Stokes pour le squelette solide :

$$(\lambda_{Lo} + 2\mu_L)\underline{\underline{grad}}[div(\underline{u})] - \mu \underline{\underline{rot}}[\underline{\underline{rot}}(\underline{u})] - b\underline{\underline{grad}}(p - p_i) - 3\alpha_0 K_0 \underline{\underline{grad}}(T - T_i) = \underline{0} \quad (3.29)$$

De même, l'introduction de la relation de comportement (3.16) dans l'équation de transport de la masse fluide (3.20) donne :

$$\frac{\partial}{\partial t} \left[ \frac{1}{M}(p - p_i) - 3\alpha_m(T - T_i) + bTr\underline{\underline{\varepsilon}} \right] = k\Delta(p - p_i) \quad (3.30)$$

Pour relier la pression à la température, la déformation est éliminée entre les deux équations ci-dessus. Dans ce but, l'équation de Navier-Stokes du squelette (3.29) est d'abord intégrée pour établir l'expression de la déformation volumique, puis elle est substituée dans l'équation de transport de la masse fluide (3.30). Dans le cas du chargement thermique d'un solide monophasique, on démontre que le champ de déplacement dérive d'un potentiel scalaire (Méthode de Goodier) [BOL 60]. Il est donc raisonnable, dans le cas de la consolidation thermique, de considérer un champ de déplacement irrotationnel. L'équation de Navier-Stokes (3.29) se ramène alors à :

$$\underline{\underline{grad}}[(\lambda_{Lo} + 2\mu_L)div(\underline{u}) - b(p - p_i) - 3\alpha_0 K_0(T - T_i)] = \underline{0} \quad (3.31)$$

L'intégration de cette équation donne :

$$a \operatorname{div}(\underline{u}) = \alpha_0 \theta + \frac{b}{3K_0} P + A(t) \quad (3.32)$$

en introduisant les changements de variables suivants :

$$\theta = (T - T_i) \quad (3.33)$$

$$P = (p - p_i) \quad (3.34)$$

et en posant :

$$a = \frac{1 - \nu_0}{1 + \nu_0} \quad (3.35)$$

La fonction  $A(t)$  est déterminée par les conditions aux limites mécaniques, c'est-à-dire selon les déplacements et efforts imposés à la frontière  $\partial\Omega$ .

L'expression (3.32), introduite dans (3.30), donne :

$$\Delta P - \frac{1}{k} \left( \frac{1}{M} + \frac{b^2}{3aK_0} \right) \frac{\partial P}{\partial t} = \frac{1}{k} \left( \frac{b}{a}\alpha_0 - 3\alpha_m \right) \frac{\partial \theta}{\partial t} + \frac{b}{k} \frac{\partial A}{\partial t} \quad (3.36)$$



L'utilisation de l'équation de la chaleur (3.24) permet de reformuler cette expression et d'aboutir à l'équation générale d'un problème de consolidation thermique formulé en température et pression :

$$\Delta P - \frac{1}{k} \left( \frac{1}{M} + \frac{b^2}{3aK_0} \right) \frac{\partial P}{\partial t} = \frac{1}{k} \left( \frac{b}{a} \alpha_0 - 3\alpha_m \right) \frac{\lambda}{\rho C_p} \Delta \theta + \frac{b}{k} \frac{\partial A}{\partial t} \quad (3.37)$$

Le problème thermique étant découplé, il peut être traité indépendamment. Le champ spatio-temporel des températures solution de l'équation de la chaleur (3.24) est ensuite considéré comme le chargement volumique du problème mécanique d'un milieu poroélastique. Il suffit alors de résoudre l'équation aux dérivées partielles (3.37), accompagnée des conditions aux limites hydrauliques, pour déterminer le champ des pressions interstitielles. Cette démarche n'est réalisable analytiquement que dans quelques cas particuliers. Cependant, l'analyse de l'équation (3.37) qui suit renseigne sur la forme du champ de pression et l'influence respective des différentes grandeurs caractéristiques.

### 3.2.3 Grandeurs caractéristiques

Les équations (3.24) et (3.37) mettent en évidence trois grandeurs qui régissent la réponse transitoire d'un milieu poreux saturé soumis à une sollicitation thermique :

- la diffusivité thermique  $D_T$

$$D_T = \frac{\lambda}{\rho C_p} \quad (3.38)$$

- la diffusivité hydraulique  $D_H$

$$D_H = k \left( \frac{1}{M} + \frac{b^2}{3aK_0} \right)^{-1} \quad (3.39)$$

- le coefficient de variation volumique relative  $\delta_v$

$$\delta_v = \frac{b}{a} \alpha_0 - 3\alpha_m \quad (3.40)$$

Les grandeurs  $D_H$  et  $D_T$  caractérisent les cinétiques de diffusion de la chaleur et de la masse fluide qui conditionnent l'existence du phénomène de fluctuation de la pression. La grandeur  $\delta_v$  influe directement sur le terme de source volumique liée au champ de température, et donc sur l'amplitude de la fluctuation de la pression interstitielle due au chargement thermique. Avec ces notations, l'équation (3.37) se simplifie :

$$\Delta P - \frac{1}{D_H} \frac{\partial P}{\partial t} = \frac{\delta_v D_T}{k} \Delta \theta + \frac{b}{k} \frac{\partial A}{\partial t} \quad (3.41)$$

et (3.24) s'écrit :

$$\Delta \theta - \frac{1}{D_T} \frac{\partial \theta}{\partial t} = 0 \quad (3.42)$$

Les équations (3.41) et (3.42) constituent le système à résoudre pour déterminer le champ de pression induit par un chargement thermique. L'équation de diffusion de la masse fluide est couplée à l'équation de diffusion de la chaleur par un terme source volumique de pression. Les conditions aux limites mécaniques interviennent au travers du terme  $A(t)$ . Toutefois, comme nous le verrons plus loin, ce terme est nul dans de nombreux cas.

### 3.2.3.1 Interprétation du coefficient de variation volumique relative

En introduisant la définition de  $\alpha_m$  (3.17) dans celle de  $\delta_v$  (3.40), on obtient :

$$\delta_v = \alpha_0 \left[ b \left( \frac{1}{a} - 3 \right) + 3 \right] - 3 [(1 - \Phi_i) \alpha_s + \Phi_i \alpha_l] \quad (3.43)$$

Cette équation fait apparaître deux sources distinctes de variation volumique : la dilatation différentielle pore/fluide et le couplage poroélastique. Le premier terme, lié au couplage poroélastique, permet la prise en compte des compressibilités relatives dans l'évaluation de la variation volumique. En effet, la compressibilité des constituants permet de compenser une partie de la dilatation différentielle par une légère augmentation de la pression interstitielle. Ce coefficient, comme son nom l'indique, représente donc la variation relative de volume entre la masse fluide et la porosité connectée due à un chargement thermique.

Sachant que le coefficient de dilatation drainée  $\alpha_o$  est nécessairement plus petit que celui du solide  $\alpha_s$ , on obtient :

$$\delta_v \leq 3 \left[ \alpha_s \left( \Phi + b \left( \frac{1}{3a} - 1 \right) \right) - \Phi \alpha_l \right] \quad (3.44)$$

Or le coefficient de Biot  $b$  est toujours inférieur à 1 [COU 91] et le coefficient de Poisson drainé est plus petit que 0,5, donc  $a$  est supérieur à  $\frac{1}{3}$ . Il est donc possible de borner le coefficient de variation volumique relative par :

$$\delta_v \leq 3\Phi(\alpha_s - \alpha_l) \quad (3.45)$$

En général, le coefficient de dilatation des solides est plus faible que celui des liquides. Cela peut être justifié par le fait que les liaisons atomiques sont plus fortes dans les solides. Par conséquent, le coefficient de variation volumique relative  $\delta_v$  est, le plus souvent, négatif.

### 3.2.3.2 Diffusivités et fluctuation de pression

L'expression (3.39) de la diffusivité hydraulique indique que celle-ci ne dépend pas uniquement de la perméabilité hydraulique (égale à la conductivité hydraulique multipliée par la viscosité dynamique), mais également du rapport des compressibilités (module de Biot  $M$ ). Ainsi, une bonne perméabilité n'est pas forcément synonyme de bonne diffusivité hydraulique, et inversement.

De manière qualitative, dans le cas d'une faible diffusivité thermique et d'une forte diffusivité hydraulique (bon drainage), la pression est quasi-constante (égale à la pression ambiante). En effet, une bonne diffusivité hydraulique permet un flux de masse aisé pour relâcher la pression, tandis qu'une diffusivité thermique faible engendre une variation thermique, et donc volumique, lente. A l'inverse, une diffusivité thermique élevée associée à une mauvaise diffusivité hydraulique peut engendrer une forte pression. Les cas particuliers de la consolidation thermique parfaitement

drainée et non drainée apparaissent ici comme des cas particuliers.

On peut aussi raisonner en terme de temps caractéristique. Par définition, le temps caractéristique  $\tau$  d'un mécanisme de type diffusion de diffusivité  $D$ , est défini par [CAR 59]:

$$\tau = \frac{L^2}{D} \quad (3.46)$$

Le rapport des diffusivités est donc égal à l'inverse du rapport des temps caractéristiques. On comprend alors que si le temps caractéristique du flux de masse (relâchement de la pression) est plus élevé que celui du flux de chaleur (élévation de la température, d'où dilatation), la pression augmente.

### 3.2.4 Etude qualitative du champ de pression interstitielle

Comme cela a déjà été précisé, le terme  $A(t)$  dans l'équation (3.48) dépend des conditions aux limites mécaniques. En effet, il apparaît lors de l'intégration de l'équation de Navier-Stokes (3.31) pour un champ de déplacement irrotationnel. En remaniant l'équation (3.32) on obtient :

$$A(t) = a \operatorname{Tr}(\underline{\underline{\varepsilon}}) - \alpha_0 \theta - \frac{b}{3K_0} P \quad (3.47)$$

Lorsque le milieu présente une dimension infinie, il existe à chaque instant des points où à la fois la déformation volumique, la fluctuation de pression et la fluctuation de température sont nulles et par conséquent la fonction  $A(t)$  est nulle.

De même, pour les problèmes unidimensionnels présentant une face libre ( $\underline{\underline{\sigma}} \underline{\underline{n}} = \underline{\underline{0}} \forall (M,t) \in \partial\Omega \times [0,\infty[$ ), on démontre que ce terme est nul (Annexe B). Cette courte liste non-exhaustive montre que la fonction  $A(t)$  est nulle dans de nombreux cas. Par conséquent, il est raisonnable de reformuler l'équation (3.41) en supposant  $A(t) = 0$  pour en simplifier l'étude qualitative. On obtient :

$$\Delta P - \frac{1}{D_H} \frac{\partial P}{\partial t} = \frac{\delta_v D_T}{k} \Delta \theta \quad (3.48)$$

L'équation (3.48) peut aussi s'écrire :

$$\Delta P = \frac{1}{k} \left( \frac{k}{D_H} \frac{\partial P}{\partial t} + \delta_v \frac{\partial \theta}{\partial t} \right) \quad (3.49)$$

Cette écriture est également intéressante car les deux termes du second membre s'expriment en  $s^{-1}$  et sont donc comparables. Trois cas de figure se présentent alors :

1. *Le second terme du second membre est négligeable devant le premier*

$$\frac{k}{D_H} \frac{\partial P}{\partial t} \gg \delta_v \frac{\partial \theta}{\partial t} \quad (3.50)$$

Dans ces conditions, le système (3.48) peut être approché par un système d'équations paraboliques, sans second membre. La résolution de (3.48) dans le

cas d'une pression imposée nulle au bord ( $P_d = 0, \forall M \in \partial\Omega_{p_1}$ ) conduit alors à un champ  $P$  nul en tout point et à chaque instant (figure 3.2).

2. *Le second terme du second membre est négligeable devant le premier*

$$\frac{k}{D_H} \frac{\partial P}{\partial t} \ll \delta_v \frac{\partial \theta}{\partial t} \quad (3.51)$$

L'équation (3.48) peut alors être approchée par :

$$\Delta P = \frac{D_H \delta_v}{k} \Delta \theta \quad (3.52)$$

Cette relation indique que la variation de pression est positive lors du chauffage de la paroi et négative lors du refroidissement car  $\delta_v$  est généralement négatif. De plus, on voit l'influence de la perméabilité : la courbure du champ spatial des pressions dans la zone où la pression est maximale est d'autant plus importante que la perméabilité est faible. On voit également une des limites de l'approche linéaire : le gradient spatial de perméabilité  $a$ , sans aucun doute, une influence sur la distribution du champ de pressions (figure 3.2).

3. *Les deux termes du second membre sont du même ordre de grandeur*

Ce cas fournit une solution intermédiaire. La courbure du champ de pression est fonction de celle du champ de températures, mais également de la diffusion de la masse fluide (figure 3.2).

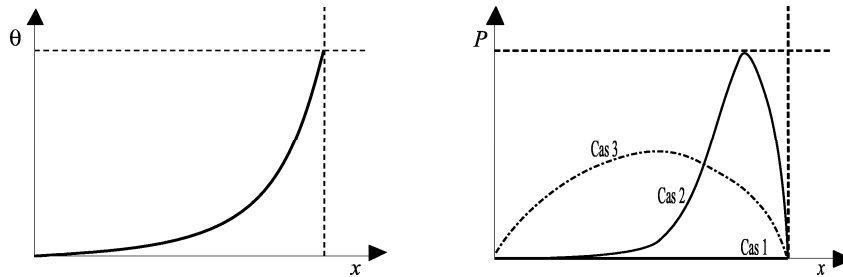


FIG. 3.2 – Allure du champ de pressions pour les trois cas envisagés

### 3.2.5 Pression interstitielle de référence

Le cas particulier de la consolidation thermique non drainée revient à considérer une densité d'apport de masse fluide nulle ( $m = 0$ ) dans l'équation (3.16), ce qui donne :

$$P = M (3\alpha_m \theta - bTr(\underline{\underline{\varepsilon}})) \quad (3.53)$$

Le report de (3.32) dans (3.53), compte tenu de la définition (3.40) de  $\delta_v$ , permet d'obtenir l'expression de la pression en condition non drainée :

$$P = - \left( \frac{1}{M} + \frac{b^2}{3aK_0} \right)^{-1} [\delta_v \theta + bA(t)] \quad (3.54)$$

Dans les cas où  $A(t)$  est nul (p.ex., milieu semi-infini), la pression maximale atteinte est donc :

$$P_{nd} = -\delta_v \left( \frac{1}{M} + \frac{b^2}{3aK_0} \right)^{-1} \theta_{max} \quad (3.55)$$

avec

$$\theta_{max} = \sup_{(X,t) \in \Omega \times ]0,\infty]} (\theta(X,t)) \quad (3.56)$$

où  $\theta_{max}$  représente la variation maximale de température. Ce résultat a déjà été obtenu, d'une autre façon, par Palciauskas et Domenico [PAL 82].

Le signe moins est en accord avec les résultats précédents. En effet, ce signe assure que la pression est positive lors du réchauffement ( $\theta$  positif) car  $\delta_v$  est négatif. Il est établi plus loin que, si la pression non drainée est bien une borne supérieure pour les chargements thermiques monotones [PAL 82], elle n'en n'est plus une pour les chargements cycliques. Cependant, cette expression donne un excellent ordre de grandeur et fournit une expression de référence utile.

### 3.2.6 Conclusion qualitative

Le flux de masse fluide provoqué par un chargement thermique résulte donc à la fois de la dilatation différentielle pores/fluide et du couplage poroélastique décrit par l'équation (3.43). Ce mécanisme complexe peut entraîner une fluctuation de la pression interstitielle, de même signe que le changement de température, lors du régime transitoire. Trois cas sont envisageables :

- $\frac{D_H}{D_T} \gg 1$ , alors la pression interstitielle reste constante :  $p = p_i$ ,
- $\frac{D_H}{D_T} \ll 1$ , alors la pression interstitielle atteint un maximum proche de l'expression (3.55),
- $D_H$  et  $D_T$  sont du même ordre de grandeur, alors (*a priori*)  $0 < P \leq P_{nd}$ , avec  $P_{nd}$  établi en utilisant (3.55) et (3.56). Une résolution numérique est nécessaire pour obtenir plus d'informations.

## 3.3 Solution pour un milieu poreux saturé semi-infini soumis à une sollicitation thermique harmonique

Une meilleure compréhension de l'influence des coefficients caractéristiques mis en avant précédemment, ainsi qu'une quantification relativement précise de leurs effets, peuvent être obtenues en étudiant une solution analytique du système d'équations (3.41)-(3.42) conservant les principaux traits des applications visées. Malheureusement, les solutions exactes d'évolution de la pression due à un chargement thermique sont rares. En effet, le système à résoudre a une forme similaire à celui d'un problème général de thermoélasticité, mais il n'est pas possible d'utiliser les

solutions connues (voir [BOL 60]) car ici les termes de couplages doivent être pris en compte [RIC 76].

Les quelques solutions analytiques disponibles dans la littérature concernent des milieux poreux élastiques isotropes soumis à des chargements thermiques monotones. Ainsi, Booker et Savidou ont établi une solution exacte pour le cas d'une source ponctuelle de chaleur présente dans un massif infini, et une solution approchée pour une source cylindrique [BOO 85]. McTigue s'est intéressé au cas d'un milieu semi-infini soumis à une température ou un flux de chaleur imposés sur sa surface libre [MCT 86]. Pour ces chargements thermiques, il a établi l'expression du champ de pression interstitielle dans les cas de conditions drainée et non drainée au bord. Il a également résolu le cas du puits cylindrique chauffé par l'intérieur. Coussy a proposé une technique générale de résolution directe des problèmes d'évolution en thermoporoélasticité, mais les trois solutions qui servent à l'illustrer ne concernent que des cas isothermes [COU 91]. Cependant, reprenant le formalisme de Coussy et s'inspirant de sa technique de résolution, Giraud a traité le cas d'un milieu poreux semi-infini contenant une source de chaleur, sphérique ou cylindrique, décroissant exponentiellement dans le temps [GIR 93]. Enfin, Wang et Papamichos ont publié des solutions pour les cas de cavités cylindriques ou sphériques soumises sur la paroi intérieure à une vitesse de montée en température constante ou à un flux constant de chaleur [WAN 99].

Ces solutions ayant été établies dans des formalismes différents, il n'est pas toujours aisé de les assimiler pleinement. De plus, si elles confirment l'influence des différents coefficients des matériaux, elles ne peuvent en rien nous renseigner sur les effets éventuels liés à la particularité d'un chargement thermique cyclique car toutes ces solutions traitent de chargements thermiques monotones. Enfin, mis à part Palciauskas et Domenico pour un milieu soumis à une élévation de température homogène [PAL 82], à notre connaissance, aucun auteur ne propose de borne pour la pression interstitielle maximale atteinte qui soit simple à évaluer.

Dans ces conditions, il a été décidé de traiter le cas d'un milieu poreux semi-infini soumis à un chargement thermique harmonique afin d'identifier l'effet du cyclage thermique et de mettre en place une méthode d'évaluation simple d'une borne supérieure pour la pression interstitielle. Pour cela, les hypothèses suivantes ont été posées :

1. *Le milieu est semi-infini.*

Cette hypothèse a pour conséquence la nullité de la fonction inconnue  $A(t)$  qui apparaît lors de l'établissement de l'équation de consolidation thermique (3.41) :

$$A(t) = 0 \tag{3.57}$$

2. *Le problème est unidimensionnel.*

Ainsi, le champ de déplacement est irrotationnel, en accord avec l'hypothèse faite lors de l'établissement de l'équation (3.41). En notant  $x$  l'unique variable

d'espace, le champ de déplacement est alors :

$$\underline{u}(M,t) = u(x,t)\underline{e}_x \quad (3.58)$$

et l'équation de consolidation thermique (3.41) devient :

$$\frac{\partial^2 P}{\partial x^2} - \frac{1}{D_H} \frac{\partial P}{\partial t} = \frac{\delta_v D_T}{k} \frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} \quad (3.59)$$

L'équation de la chaleur (3.42) se réduit à :

$$\frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} - \frac{1}{D_T} \frac{\partial \theta}{\partial t} = 0 \quad (3.60)$$

3. *En surface, la variation de température imposée est harmonique de moyenne nulle :*

$$\theta(0,t) = \theta_o \cos(\omega t + \phi) \quad (3.61)$$

où  $\omega$  est la pulsation du cycle thermique et  $\theta_o$  sa demi-amplitude,  $\phi$  est un éventuel déphasage. Ce chargement idéal est un premier pas vers la prise en compte du cyclage thermique. De plus, les fonctions harmoniques sont les fonctions de base pour la décomposition des fonctions périodiques.

4. *La pression au bord libre est nulle :*

$$p(0,t) = 0 \quad \forall t > 0 \quad (3.62)$$

Cette hypothèse classique correspond au cas « drainé » de la mécanique des sols. Cela simplifie notablement les expressions analytiques utilisées. De plus, l'hypothèse d'un flux convectif en surface pose le problème de l'identification du coefficient d'échange. L'influence de ce coefficient sur le champ de pression sera toutefois étudiée lors des simulations numériques.

### 3.3.1 Résolution de l'équation de la chaleur

Le fait de n'étudier que le régime établi permet de se dispenser des conditions initiales et d'éliminer la phase transitoire qui existe dans les tout premiers instants. Dans ce cas, la solution de l'équation de la chaleur (3.60) en régime permanent avec la condition à la limite (3.61) est connue [CAR 59] :

$$\frac{\theta(x,t)}{\theta_o} = \cos(\omega t - X + \phi) e^{-X} \quad (3.63)$$

où  $X$  est une abscisse adimensionnée définie par :

$$X = \sqrt{\frac{\omega}{2D_T}} x \quad (3.64)$$

Cette définition peut être interprétée par analogie avec un problème de diffusion « classique » où la condition de type température est imposée constante au bord. Dans ce type de problème, la longueur caractéristique de diffusion  $L$  est définie par :

$$L = 2\sqrt{D_T t} \quad (3.65)$$

Cette définition intègre l'influence du type de chargement. Ainsi, la résolution de l'équation de diffusion (3.60) dans le cas traité ici conduit naturellement à la définition de la longueur caractéristique de diffusion pour un chargement cyclique  $L_c$  :

$$L_c = \sqrt{\frac{2D_T}{w}} \quad (3.66)$$

La définition de l'abscisse adimensionnée (3.64)  $X = x/L_c$  se met alors en place tout aussi naturellement. Cette longueur caractéristique peut également être perçue comme l'inverse du nombre d'ondes du front de chaleur [CAR 59] :

$$K_T = \sqrt{\frac{w}{2D_T}} \quad (3.67)$$

En effet, l'expression (3.63) caractérise un phénomène de propagation amortie en espace avec une oscillation forcée en temps, ce qui est similaire à un phénomène de propagation d'ondes. Bien que cette vision soit quelque peu incorrecte car les formes des équations de diffusion et de propagation d'ondes sont distinctes, elle permet cependant de regarder le problème sous un autre angle.

### 3.3.2 Détermination du champ des pressions interstitielles

La résolution de l'équation (3.59) et l'étude de la solution obtenue sont plus aisées dans l'espace des nombres complexes. On notera par la suite  $\tilde{\Theta}$  l'expression complexe associée à  $\Theta$ .

L'équation (3.63) permet de définir la variation de température complexe  $\tilde{\theta}$  par :

$$\tilde{\theta} = \theta_o e^{-(1+i)X} e^{i(wt+\phi)} \quad (3.68)$$

Au vu de la forme de  $\tilde{\theta}$ , on recherche une variation de pression complexe  $\tilde{P}$ , solution de l'équation (3.48), sous la forme :

$$\tilde{P} = \tilde{U}(X) e^{i(wt+\phi)} \quad (3.69)$$

L'utilisation du changement de variable (3.64) ainsi que la substitution de  $P$  et  $\theta$  par leurs expressions complexes dans l'équation (3.59) donnent :

$$\frac{1}{2D_T} \frac{\partial^2 \tilde{U}}{\partial X^2} - \frac{i}{D_H} \tilde{U} = \frac{i\delta_v}{k} \frac{\Delta T}{2} e^{-(1+i)X} \quad (3.70)$$

Il est intéressant de remarquer que cette équation est un cas particulier de l'équation plus générale de diffusion d'ondes, obtenue lorsque l'équation de diffusion classique



est couplée à une fonction ayant une oscillation forcée en temps [MAN 00]. Ce type d'onde est plus connu dans les domaines de la physique ayant trait à la photonique (plasma, semi-conducteur, . . .), où sa propriété de cohérence spatiale est utilisée pour le développement d'instruments de mesure. Ici, le champ de pression solution possède quelques propriétés communes à ces ondes, notamment l'absence de déphasage temporel.

Ainsi, la détermination du champ de pression  $P$  se ramène à la détermination de la fonction  $\tilde{U}$  vérifiant cette équation complexe. La fonction solution de l'équation (3.70) est la somme de la solution de l'équation sans second membre ( $\tilde{U}_{gen}$ ) et d'une solution particulière de l'équation avec second membre ( $\tilde{U}_{part}$ ). La solution générale de l'équation sans second membre peut être écrite sous la forme [CAR 59]:

$$\tilde{U}_{gen} = \alpha e^{-(1+i)\mu X} \quad (3.71)$$

où  $\alpha$  est une constante à préciser et  $\mu$  un coefficient caractéristique du milieu poreux défini par :

$$\mu = \sqrt{\frac{D_T}{D_H}} \quad (3.72)$$

Ce paramètre, entr'aperçu au §3.2.3.2, caractérise les cinétiques relatives du flux de masse fluide et de chaleur. Son influence déterminante sera explicitée lors de l'étude du champ de pression solution.

On recherche, *a priori*, une solution particulière de la forme :

$$\tilde{U}_{part} = \beta e^{-(1+i)X} \quad (3.73)$$

L'introduction de (3.73) dans (3.70), lorsque  $D_H \neq D_T$ , donne :

$$\beta = \frac{\delta_v}{k} \frac{D_T D_H}{D_H - D_T} \theta_o \quad (3.74)$$

En introduisant la définition (3.39) de  $D_H$  dans l'expression de la pression interstitielle en condition non drainée  $P_{nd}$  (3.55), en remarquant que  $\theta_{max}$  peut être remplacé par  $\theta_o$  et en tenant compte de la définition (3.72) de  $\mu$ , l'expression de  $\beta$  devient :

$$\beta = -\frac{\mu^2}{1 - \mu^2} P_{nd} \quad (3.75)$$

Dans le cas où  $\mu = 1$ , la définition de  $\beta$  présente une singularité mathématique. Toutefois, comme cela est démontré au paragraphe 3.3.4.1, l'expression (3.79) de  $P$  peut être étendue à ce cas par continuité.

La condition à la limite (3.62) sur la pression impose que :

$$\alpha = -\beta \quad (3.76)$$

La solution de l'équation (3.70) est alors donnée par :

$$\frac{\tilde{P}(X,t)}{P_{nd}} = -\frac{\mu^2}{1 - \mu^2} \tilde{F}(X) e^{i(\omega t + \phi)} \quad (3.77)$$

où

$$\tilde{F}(X) = e^{-(1+i)X} - e^{-(1+i)\mu X} \quad (3.78)$$

Le champ spatio-temporel des pressions interstitielles  $P(X,t)$  est décrit par la partie réelle de  $\tilde{P}$ , d'où :

$$\frac{P(X,t)}{P_{nd}} = -\frac{\mu^2}{1-\mu^2} \left( e^{-X} \cos(\omega t - X + \phi) - e^{-\mu X} \cos(\omega t - \mu X + \phi) \right) \quad (3.79)$$

A première vue, l'expression (3.79) peut être interprétée comme la représentation d'un phénomène de propagation amortie en espace sous une oscillation forcée en temps. On peut donc se représenter la pression comme le résultat de la concurrence entre les effets de la propagation du front de la chaleur et de la masse fluide. Toutefois, les ondes de diffusion ne présentent pas de propagation à proprement parler : l'ensemble de l'espace « respire » au même rythme que celui de la source des oscillations, mais avec un déphasage uniquement spatial contrôlé par la longueur de diffusion [MAN 00]. La fluctuation de pression est donc due à un phénomène qui s'apparente à une interférence locale contrôlée par les longueurs caractéristiques de diffusions hydraulique et thermique. La figure 3.3 représente l'évolution de la pres-

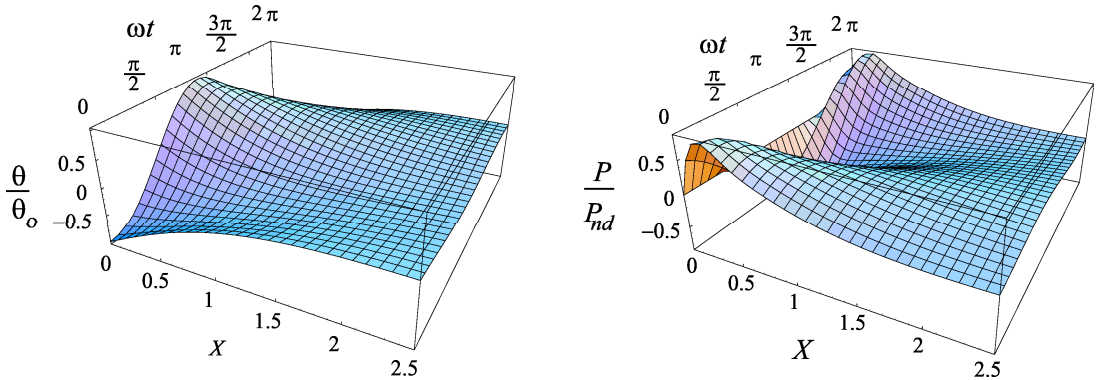


FIG. 3.3 – *Champ spatio-temporel des températures et des pressions ( $\mu = 8$ )*

sion et de la température. Le maximum absolu de la pression ( $P_{max}$ ) est atteint sous la surface à l'abscisse  $X_{cr}$ . Ces deux grandeurs sont de ce fait intéressantes à quantifier.

### 3.3.3 Position du maximum absolu de la pression interstitielle

Le but ici est de déterminer l'abscisse  $X_{cr}$  du maximum absolu de la variation de pression interstitielle  $P_{max}$  sur un cycle thermique. La connaissance de cette abscisse critique est nécessaire pour établir l'expression de  $P_{max}$  et donc pour déterminer une borne. De plus, elle renseigne sur la localisation de la fissuration ou de l'endommagement induit par la pression interstitielle.

L'expression (3.77) illustre la particularité du champ des pressions interstitielles évoquée précédemment. En effet,  $\tilde{P}$  est le produit de deux fonctions complexes : une fonction de module unité et de phase dépendante de  $t$  (le terme  $e^{i(\omega t + \phi)}$ ) et

une fonction de module et de phase variables dépendant de  $X$  (le terme  $\tilde{F}(X)$ ). De ce fait, l'amplitude de la fluctuation de pression ne dépend que de l'abscisse et le maximum local n'est pas atteint simultanément en chaque point à cause du déphasage, fonction uniquement de  $X$ . En d'autres termes, la pression interstitielle peut s'exprimer en chaque point par :

$$P(X,t) = g(X) \cos(\omega t + \psi(X)) \quad (3.80)$$

où  $g(X)$  est la demi-amplitude de la fluctuation de pression au point d'abscise  $X$ . Or, par définition de la fonction complexe associée à une fonction harmonique :

$$g(X) = \|\tilde{P}(X,t)\| \quad (3.81)$$

Il en ressort que :

$$g(X) = |\beta| \cdot \|\tilde{F}(X)\| \quad (3.82)$$

où  $y = g(X)$  est la courbe représentant la fluctuation maximale de pression en chaque point. Pour chaque abscisse, l'ordonnée est le maximum que la pression atteint en ce point. Donc, pour maximiser  $P(X,t)$ , il suffit de maximiser  $\|\tilde{F}(X)\|$ . On recherche alors  $X_{cr}$  en résolvant :

$$\frac{d\|\tilde{F}(X)\|}{dX}(X_{cr}) = 0 \quad (3.83)$$

Si  $\|\tilde{F}(X_{cr})\| \neq 0$  (acceptable pour un maximum), alors :

$$\frac{d\|\tilde{F}(X)\|}{dX}(X_{cr}) = 0 \Leftrightarrow \frac{d\|\tilde{F}(X)\|^2}{dX}(X_{cr}) = 0 \quad (3.84)$$

Par définition :

$$\|\tilde{F}(X)\|^2 = e^{-2X} + e^{-2\mu X} - 2e^{-(1+\mu)X} \cos((1-\mu)X) \quad (3.85)$$

Donc  $X_{cr}$  est solution de :

$$e^{-(1-\mu)X} + \mu e^{(1-\mu)X} = (1+\mu) \cos((1-\mu)X) + (1-\mu) \sin((1-\mu)X) \quad (3.86)$$

L'abscisse de chaque maximum local est solution de l'équation (3.86). La solution triviale  $X = 0$  est écartée car elle implique que  $\|\tilde{F}\| = 0$  (voir (3.85)), ce qui est en désaccord avec l'hypothèse faite pour écrire (3.84). De plus, la solution recherchée ( $X_{cr}$ ) est l'abscisse du maximum absolu de la pression interstitielle  $P_{max}$ . Le module de l'onde de pression (3.85) est majoré par une somme d'exponentielles décroissantes. Cela indique que  $X_{cr}$  est la plus petite valeur des solutions positives non nulles de (3.86). La résolution analytique exacte de l'équation transcendantale (3.86) n'est pas, à notre connaissance, envisageable. Une approximation de la solution cherchée est proposée pour obtenir une expression littérale de  $X_{cr}$  permettant d'exhiber les grandeurs qui régissent sa position.

### 3.3.3.1 Cas où les diffusivités sont proches

Soit  $D_H \cong D_T$ , mais avec  $D_H \neq D_T$  alors, au premier ordre :

$$\mu \cong 1 \quad (3.87)$$

Dans ces conditions, on recherche, *a priori*, une solution de (3.86) telle que :

$$(1 - \mu)X \cong 0 \quad (3.88)$$

Sous cette hypothèse, l'équation (3.86) peut se mettre sous la forme :

$$e^{-(1-\mu)X} + \mu e^{(1-\mu)X} = 1 + \mu \quad (3.89)$$

qui s'écrit aussi :

$$e^{(1-\mu)X} (e^{-(1-\mu)X} - \mu) (e^{-(1-\mu)X} - 1) = 0 \quad (3.90)$$

La seule solution non nulle de (3.90) est définie par :

$$X_{cr} = \frac{-1}{1 - \mu} \ln(\mu) \quad (3.91)$$

On contrôle aisément que cette solution vérifie bien l'hypothèse  $(1 - \mu)X_{cr} \cong 0$  pour  $\mu \cong 1$ .

### 3.3.3.2 Cas où les diffusivités sont très différentes

Il existe deux cas distincts :  $\mu$  proche de 0 et  $\mu$  tendant vers l'infini. Ces deux cas extrêmes sont symétriques. Le premier est analysé en détail tandis que le second est déduit par un changement de variable approprié.

- Soit  $D_T \ll D_H$ , alors, la définition (3.72) de  $\mu$  donne, au premier ordre :

$$\mu \simeq 0 \quad (3.92)$$

Dans ce cas, l'équation (3.86) peut se ré-écrire :

$$e^{-X} + \mu e^X = \cos(X) + \sin(X) \quad (3.93)$$

Cette équation ne possède pas, à notre connaissance, de solution analytique. Une résolution graphique est donc proposée. Sur la figure 3.4 sont tracées les courbes correspondant respectivement à la fonction caractérisant le terme de droite de l'équation (3.93) et la fonction caractérisant le terme de gauche pour différentes valeurs de  $\mu$ . Ce graphique présente deux solutions envisageables. Si l'on suppose que la solution est telle que  $X_{cr} \cong 0$  (i.e., intersection à gauche figure 3.4), alors l'équation (3.86) peut être ré-écrite sous la forme :

$$-(1 - \mu)^2 X = (1 - \mu)^2 X \quad (3.94)$$

Comme la solution  $X = 0$  est exclue, cela impose que  $\mu$  soit égal à un, ce qui ne correspond pas au cas envisagé pour obtenir l'équation (3.94). La solution de (3.94)

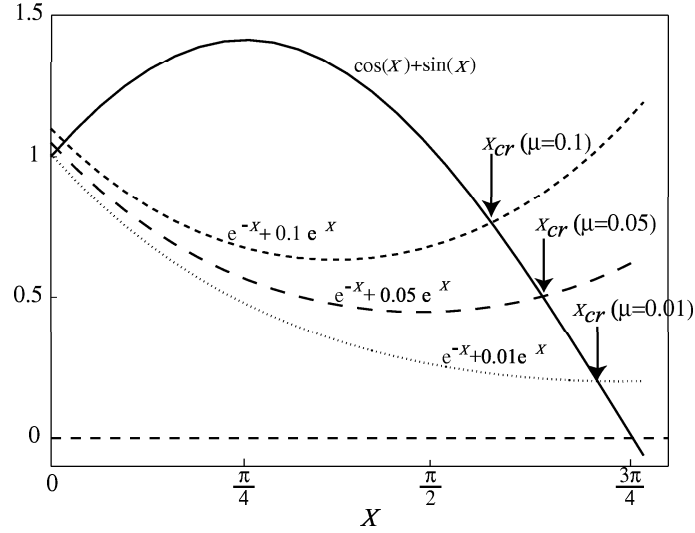


FIG. 3.4 – Résolution graphique de l'équation (3.93)

telle que  $X_{cr} \cong 0$  n'est donc pas solution de (3.86). La solution restante est telle que  $X_{cr}$  évolue entre  $\frac{\pi}{2}$  et  $\frac{3\pi}{4}$  pour  $\mu < 0,1$ . De plus,  $X_{cr}$  tend rapidement vers  $\frac{3\pi}{4}$  lorsque  $\mu$  diminue, mais ne peut atteindre cette valeur pour laquelle le second membre de (3.93) s'annule.

Il est donc intéressant de procéder à un développement de Taylor de (3.93) au voisinage de  $\frac{3\pi}{4}$  pour déterminer une expression approchée de  $X_{cr}$ . Après développement de chaque terme au premier ordre, on obtient :

$$e^{-\frac{3\pi}{4}} + \mu e^{\frac{3\pi}{4}} + \left(X - \frac{3\pi}{4}\right) \left(-e^{-\frac{3\pi}{4}} + \mu e^{\frac{3\pi}{4}}\right) = -\sqrt{2} \left(X - \frac{3\pi}{4}\right) \quad (3.95)$$

on en déduit que :

$$X_{cr} \cong f(\mu) \quad (3.96)$$

avec

$$f(\xi) = \frac{3\pi}{4} - \frac{e^{-\frac{3\pi}{4}} + \xi e^{\frac{3\pi}{4}}}{\sqrt{2} - e^{-\frac{3\pi}{4}} + \xi e^{\frac{3\pi}{4}}} \quad (3.97)$$

• Lorsque  $D_T \gg D_H$ , alors (3.86) se ré-écrit sous la forme (3.93) en posant  $\mu' = \frac{1}{\mu}$  et  $X' = \mu X$ . De plus, de par sa définition,  $\mu'$  est ici proche de 0. Ce cas est donc similaire à celui traité précédemment. La position du maximum de la pression interstitielle est donnée par :

$$X_{cr} \simeq \frac{1}{\mu} f\left(\frac{1}{\mu}\right) \quad (3.98)$$

### 3.3.3.3 Commentaires

Il est possible de valider a posteriori les approximations faites. La figure 3.5 représente :

– en ordonnée, la valeur de l'abscisse prévue du maximum de la pression obtenue

- avec les expressions (3.96) de 0 à 0,7, (3.91) de 0,7 à 3 et (3.98) de 3 à 1000  
 – en abscisse, la valeur obtenue par résolution numérique de l'équation (3.86) avec le logiciel Matlab 5.2 [MOK 97].

Cette figure met en avant le bon accord entre les deux résultats. Les expressions approchées établies précédemment peuvent donc être utilisées pour estimer l'abscisse du maximum de la pression interstitielle avec une marge d'erreur inférieure à 4%. Cet écart est maximum aux points de raccordement  $\mu = 0,7$  et  $\mu = 3$ . Il devient rapidement quasi-nul dès que l'on s'en éloigne.

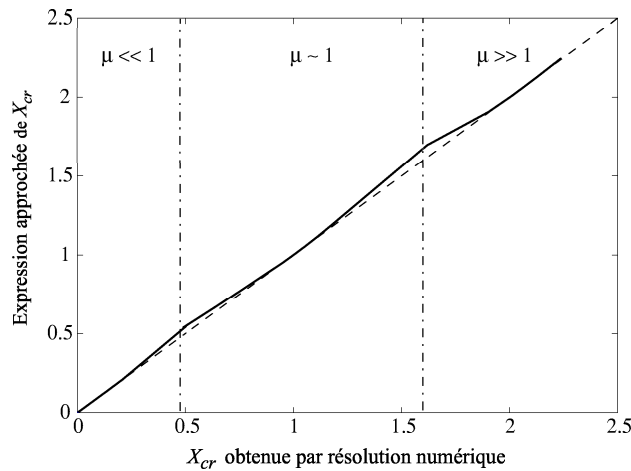


FIG. 3.5 – Comparaison des expressions (3.91), (3.96), et (3.98) de  $X_{cr}$  avec une résolution numérique de l'équation (3.86)

Les trois expressions obtenues ne dépendent que de  $\mu$ , donc l'abscisse critique ne dépend que du rapport des diffusivités thermique et hydraulique. La figure 3.6 représente l'évolution de  $X_{cr}$  en fonction du rapport des diffusivités. On constate que plus ce rapport est élevé, plus l'abscisse critique est repoussée en arrière de la face où la température est imposée. Cette courbe présente une asymptote pour les forts rapports qui correspond à la limite de la fonction  $f(\xi)$  définie par (3.97) lorsque  $\xi$  tend vers 0, soit  $X_{cr} = 2,28436\dots$

Dans son étude du milieu semi-infini soumis à une élévation de température imposée au bord, McTigue [MCT 86] a également établi une expression de l'abscisse critique adimensionnée qui ne dépend que du rapport des diffusivités. Il semble donc raisonnable de conclure que, d'une façon générale, l'abscisse critique adimensionnée ne dépend que de ce rapport et est donc une caractéristique du milieu poreux considéré. Toutefois, pour valider cette conclusion, il serait judicieux de traiter les cas de géométries sphériques et cylindriques afin de s'assurer de l'absence d'effet de structure.

L'expression de la longueur de diffusion pour un chargement thermique monotone (3.65) amène McTigue à conclure que, pour une température constante imposée

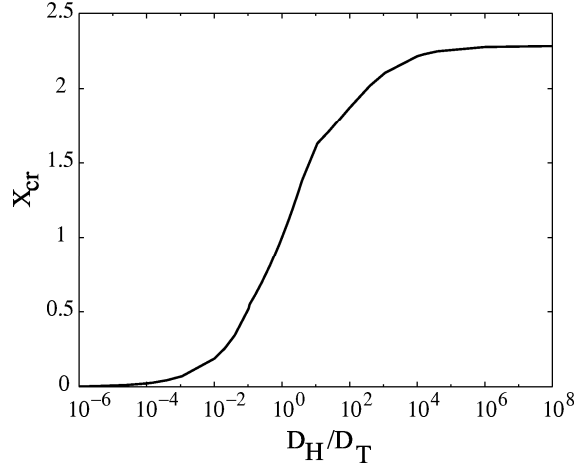


FIG. 3.6 – Evolution de  $X_{cr}$  avec le rapport des diffusivités

en surface, le pic de pression se déplace vers l'intérieur avec une cinétique en racine carrée du temps [MCT 86]. L'expression de la longueur de diffusion pour une température harmonique imposée en surface (3.67) est différente : en régime établi, elle n'introduit pas d'évolution liée au temps. Ainsi, pour un chargement harmonique, le pic de pression est localisé en un point dont l'abscisse dépend, entre autres, de la fréquence de sollicitation. En effet, en utilisant la définition (3.64) de  $X$  on obtient :

$$x_{cr} = X_{cr} \sqrt{\frac{2D_T}{w}} \quad (3.99)$$

Il apparaît donc que la position de  $P_{max}$  est directement influencée par la pulsation du cyclage thermique. Pour une diffusivité thermique donnée, plus la pulsation est élevée, plus le pic de pression est proche de la surface chargée. La figure 3.7 représente l'évolution de  $x_{cr}$  en fonction de  $\mu$  et  $w$  pour le cas particulier d'une diffusivité thermique égale à  $10^{-7} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$ , valeur moyenne classique pour un réfractaire à base de bauxite [POI 02a].

### 3.3.4 Expression du maximum de pression

L'expression complexe du champ de pression solution (3.77) et la décomposition qui en découle ((3.80)-(3.82)) permettent d'écrire :

$$\frac{P_{max}}{P_{nd}} = \left| \frac{\mu^2}{1 - \mu^2} \right| \cdot \|\tilde{F}(X_{cr})\| \quad (3.100)$$

L'expression (3.85) du module de  $\tilde{F}$  permet de ré-écrire (3.100) :

$$\frac{P_{max}}{P_{nd}} = \left| \frac{\mu^2}{1 - \mu^2} \right| \sqrt{1 + e^{-2(1-\mu)X_{cr}} - 2e^{-(1-\mu)X_{cr}} \cos[(1-\mu)X_{cr}]} e^{-\mu X_{cr}} \quad (3.101)$$

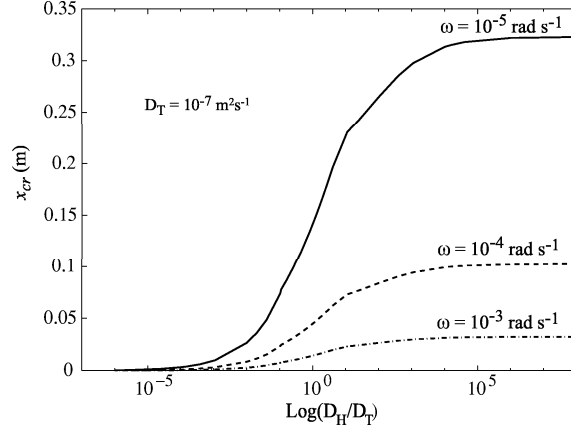


FIG. 3.7 – Influence de la pulsation  $\omega$  du chargement thermique sur la localisation  $x_{cr}$  de la pression maximale (solutions approchées)

Trois expressions de la variation de pression maximale adimensionnée découlent des trois expressions de  $X_{cr}$  établies précédemment.

Dans le cas où les diffusivités sont proches (i.e.,  $\mu \cong 1$ ), l'utilisation de l'expression (3.91) de  $X_{cr}$  dans la relation (3.101) donne :

$$\frac{P_{max}}{P_{nd}} = \left| \frac{\mu^2}{1 - \mu^2} \right| \sqrt{1 + \mu^2 - 2\mu \cos[Ln(\mu)]} \mu^{\frac{\mu}{1-\mu}} \quad (3.102)$$

Dans le cas où les diffusivités sont très différentes, deux expressions découlent des deux cas limites  $\mu \cong 0$  et  $\mu \cong \infty$ . Pour  $\mu < 0.7$ , l'utilisation de l'expression (3.96) de  $X_{cr}$  dans la relation (3.101) donne :

$$\frac{P_{max}}{P_{nd}} = \left| \frac{\mu^2}{1 - \mu^2} \right| \sqrt{1 + e^{-2(1-\mu)f(\mu)} - 2e^{-(1-\mu)f(\mu)} \cos[(1-\mu)f(\mu)]} e^{-\mu f(\mu)} \quad (3.103)$$

De même, pour  $\mu > 3$ , l'utilisation de l'expression (3.98) de  $X_{cr}$  dans la relation (3.101) donne :

$$\frac{P_{max}}{P_{nd}} = \left| \frac{\mu^2}{1 - \mu^2} \right| \sqrt{1 + e^{-2(\frac{1}{\mu}-1)f(\frac{1}{\mu})} - 2e^{-(\frac{1}{\mu}-1)f(\frac{1}{\mu})} \cos[(\frac{1}{\mu} - 1)f(\frac{1}{\mu})]} e^{-f(\frac{1}{\mu})} \quad (3.104)$$

Les expressions (3.102), (3.103) et (3.104) ne dépendent que du rapport des diffusivités. Ceci indique que, pour une amplitude de chargement thermique donnée (intégrée dans l'expression (3.55) de  $P_{nd}$ ), la variation de pression interstitielle maximale adimensionnée ne dépend pas de la cinétique du chargement thermique imposé en surface. Comme nous le verrons lors du traitement numérique au §3.6.4.3, le résultat est différent lorsque l'on impose en surface un flux de chaleur par une condition de type convection thermique.

L'évolution de la pression maximale atteinte en fonction du rapport des diffusivités est représentée sur la figure 3.8. Les marqueurs sont le résultat de l'utilisation



de l'expression (3.101) avec des valeurs de  $X_{cr}$  déterminées numériquement à partir de l'équation transcendante (3.86). La courbe continue a été obtenue en utilisant les expressions analytiques (3.102), (3.103) et (3.104). L'accord des deux méthodes de calcul est excellent. Les expressions proposées peuvent donc être utilisées pour déterminer la valeur de la pression interstitielle maximale induite par une température harmonique imposée en surface. Cette courbe fournit également un abaque simple d'utilisation pour évaluer la pression maximale.

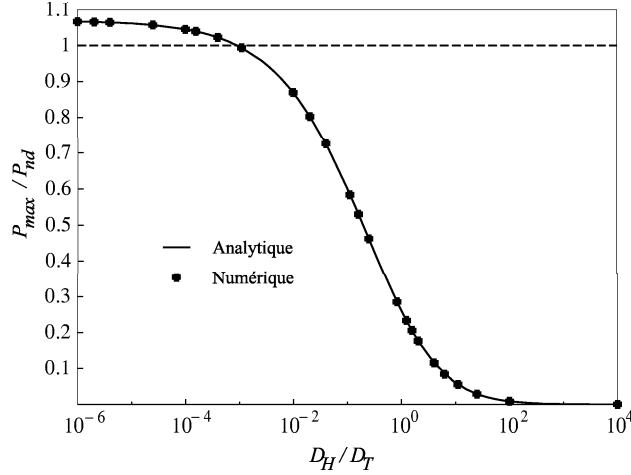


FIG. 3.8 – Influence du rapport des diffusivités sur la pression maximale adimensionnée. Comparaison de la solution analytique approchée (-) et numérique (●)

### 3.3.4.1 Commentaires

#### • Champ de température et pression maximale

On constate que, pour des valeurs de  $\mu$  élevées ( $\frac{D_H}{D_T}$  faible), la valeur de la pression interstitielle  $P_{nd}$  (3.55), établie au §3.2.5 dans le cas non drainé, est dépassée. En effet, la pression maximale adimensionnée  $\frac{P_{max}}{P_{nd}}$  tend vers la valeur 1,07, limite de l'expression (3.104) lorsque  $\mu$  tend vers l'infini. Cette valeur est plus élevée que la borne supérieure proposée par Palciauskas et Domenico [PAL 82].

L'expression (3.55) de  $P_{nd}$  a été établie en postulant un apport de masse fluide nul en tout point. Dans le cas d'une élévation de température homogène dans le milieu, ce qui n'est pas le cas ici, cette expression fournit une borne supérieure de la pression atteinte [PAL 82]. Une étude de l'évolution de la densité d'apport de masse fluide permet de comprendre l'effet de la levée de ces hypothèses. Si l'on introduit l'expression (3.32) de la déformation volumique dans la relation de comportement du fluide (3.16), en tenant compte qu'ici  $A(t) = 0$ , on obtient :

$$\frac{m}{\rho_{fl}} = \left( \frac{1}{M} + \frac{b^2}{3aK_o} \right) P + \left( \frac{b}{a} \alpha_o - 3\alpha_m \right) \theta \quad (3.105)$$

L'utilisation de la définition (3.55) de  $P_{nd}$  ainsi que de celles de  $D_T$  (3.38) et  $D_H$

(3.39) permet d'écrire l'expression précédente sous la forme :

$$\frac{m}{m_o}(X_{cr}, t_{cr}) = \frac{\theta}{\theta_{max}}(X_{cr}, t_{cr}) - \frac{P_{max}}{P_{nd}} \quad (3.106)$$

où

$$m_o = \rho_{fl} \delta_v \theta_{max} \quad (3.107)$$

Comme  $m_o$  est du même signe que  $\delta_v$ , il est négatif lors d'une élévation de température et positif lors d'un refroidissement. Il correspond à la densité d'apport de masse fluide nécessaire pour maintenir la pression interstitielle constante lors d'un chargement thermique homogène d'amplitude  $\theta_{max}$ . Cette constante peut également être interprétée comme la densité d'apport de masse fluide lors d'un chargement thermique en condition parfaitement drainée (i.e,  $P = 0$ ).

Pour un chargement thermique homogène (i.e.,  $\theta(X_{cr}, t_{cr}) = \theta_{max}$ ), en condition non drainée ( $m = 0$ ), la solution de l'équation (3.106) est naturellement  $P_{max} = P_{nd}$ . On retrouve bien le résultat de Palciauskas et Domenico [PAL 82]. Dans le cas d'un chargement thermique cyclique, la température critique est nécessairement inférieure ou égale à l'amplitude du chargement (i.e.,  $\theta(X_{cr}, t_{cr}) < \theta_{max}$ ). Une pression supérieure à la pression drainée ne peut être atteinte que si la densité d'apport de masse fluide  $m$  est positive. Par ailleurs, la pression maximale est atteinte lors de la montée en température, ce qui correspond à une variation volumique relative négative. Ainsi, la « surpression » résulte d'un apport de masse positif couplé à une variation volumique négative.

La dilatation résultant du chargement thermique entraîne une fluctuation volumique des pores et du fluide. C'est donc le débit de fluide qui est imposé, et non la pression. Cette dernière résulte de l'impossibilité d'assurer le débit nécessaire. Ainsi, la surpression résulte des effets d'un apport de masse fluide positif couplé à une variation volumique relative négative, et non l'inverse.

Ce résultat surprenant peut s'expliquer simplement. En effet, il existe un déphasage spatial entre les ondes de pression et de température, fonction notamment du rapport des diffusivités. Ainsi, l'inversion du sens de propagation de « l'onde de variation volumique » lié à « l'onde de chaleur » (i.e., refroidissement  $\rightarrow$  chauffage et vice-versa) se propage avec une avance, ou un retard, de phase par rapport à l'inversion du sens de propagation du flux de masse fluide. De plus, si les diffusivités sont différentes, la vitesse de propagation de cette inversion du flux thermique est différente de celle de l'inversion du flux de masse. Ainsi, la surpression peut être interprétée comme l'expression de l'interférence entre deux fronts d'ondes se propageant dans des sens contraires. Ou, plus simplement, comme le résultat du fait que l'on continue à apporter de la masse fluide dans une zone où le volume a déjà commencé à diminuer.

Il est également possible de se représenter le phénomène par une illustration. Considérons un milieu unidimensionnel constitué de trois boîtes reliées entre elles par un couloir étroit. Chacune des deux boîtes aux extrémités de cette barre est

également reliée à l'extérieur par un couloir identique aux précédents. L'ensemble de ces volumes est saturé par un fluide. De ce fait, la variation volumique intéressante est la seule variation volumique relative ( $\delta_v$ ), a priori négative. Si l'on soumet cet ensemble à une montée en température rapide venant de l'extérieur, alors le volume relatif (contenant/contenu) des deux boîtes extrêmes diminue, il y a donc expulsion d'un volume de fluide vers l'extérieur, et vers la boîte du centre. Cette dernière se contracte à son tour avec un décalage dans le temps, tandis que les deux autres poursuivent leur diminution de volume. Le volume central se retrouve alors dans une situation de variation volumique négative couplée à un apport de masse fluide positif : il reçoit une part du fluide expulsé par ses voisins tandis que son volume diminue.

Pour un milieu poreux semi-infini, le chargement thermique harmonique provoque donc un phénomène d'interférence lié à l'inversion des flux de chaleur et de masse qui localise la pression interstitielle maximale et peut lui faire atteindre des niveaux élevés. Inversement, dans le cas du chargement monotone, les flux de masse et de chaleur induits par l'élévation de température en surface se propagent toujours dans le même sens, provoquant un pic de pression qui se déplace comme un pli dans un tapis. La figure 3.9 représente la pression maximale adimensionnée atteinte pour une température harmonique imposée en surface et pour une température imposée constante en surface. La courbe présentée pour ce dernier cas a été obtenue en utilisant les travaux de McTigue [MCT 86].

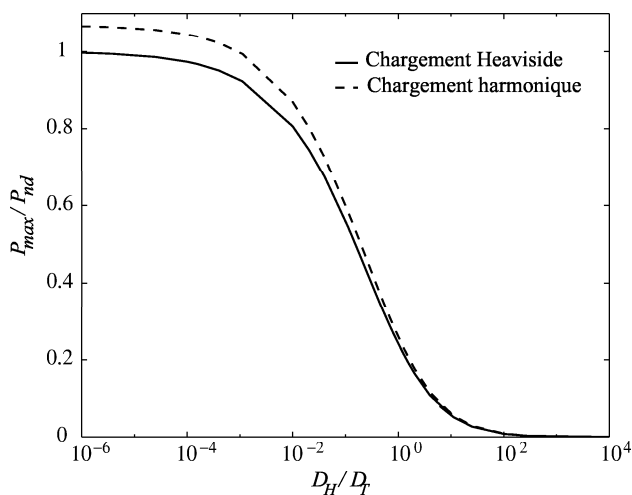


FIG. 3.9 – *Pression maximale adimensionnée : chargement thermique de type harmonique et Heaviside*

On constate que le niveau de la pression maximale dans le cas harmonique est supérieur à celui atteint dans le cas de type Heaviside, et ce quel que soit le rapport des diffusivités. A la lumière des réflexions précédentes sur l'apport de masse fluide, ce résultat est prévisible. En effet, si l'on repense à l'exemple simpliste des boîtes connectées, on comprend que n'importe quel champ de température non strictement monotone en espace génère des pressions interstitielles supérieures au cas du chargement de type Heaviside.

- **Cas des diffusivités égales**

Au paragraphe 3.3.2, lors de l'établissement de l'expression (3.79) de  $P(x,t)$ , l'étude du cas  $\mu = 1$  a été écartée. Toutefois, les résultats obtenus peuvent être prolongés en ce point. En effet, la pression adimensionnée est le produit de l'expression (3.101) par une fonction cosinoïdale ne dépendant que du temps et de la fréquence du chargement (voir §3.3.3). Il suffit donc de prolonger l'expression (3.101) pour  $\mu = 1$  pour conclure que la solution utilisée est également valable dans ce cas. Dans le cas général (i.e., en remplaçant  $X_{cr}$  par  $X$ ) l'expression (3.101) donne l'amplitude de la fluctuation locale de pression, donc la valeur du maximum local. Au paragraphe 3.3.3.1 l'expression de l'abscisse critique n'a été établi que pour des diffusivités proches  $(1 - \mu)X \cong 0$ . Le développement limité au second ordre des exponentielles de l'expression (3.101) qui en découle donne alors :

$$\frac{P_{max}}{P_{nd}}(X,t) = \frac{\sqrt{2}}{1 + \mu} \mu X e^{-\mu X} + \Theta((1 - \mu)X) \quad (3.108)$$

où  $P_{max}(X,t)$  est le maximum local et  $\Theta((1 - \mu)X)$  est un infiniment petit du troisième ordre. La limite de ce maximum local vaut :

$$\lim_{\mu \rightarrow 1} \frac{P_{max}}{P_{nd}}(X) = \frac{1}{\sqrt{2}} X e^{-X} \quad (3.109)$$

Pour une abscisse donnée, la limite de la pression, lorsque la diffusivité hydraulique tend vers la diffusivité thermique, est la même à droite et à gauche. Par conséquent, l'expression (3.79) de  $P(x,t)$  peut être prolongée par continuité en  $\mu = 1$ . De plus, en tenant compte de l'expression (3.91) de  $X_{cr}$  on obtient :

$$\lim_{\mu \rightarrow 1} \frac{P_{max}}{P_{nd}} = \frac{1}{e\sqrt{2}} \simeq 0.26 \quad (3.110)$$

ce qui est en accord avec la courbe présentée sur la figure 3.8.

### 3.3.5 Extension des résultats

Les résultats présentés plus haut ont été établis dans le cadre d'hypothèses restrictives (cf. §3.3). Il est intéressant de se demander dans quelle mesure ils peuvent être généralisés et, par conséquent, de juger de l'étendue de leur domaine de validité.

#### 3.3.5.1 Extension pour un milieu fini

L'hypothèse « milieu semi-infini » ( $A(t) = 0$  dans (3.41)) n'est légitime que si la dimension caractéristique du problème unidimensionnel considéré (i.e., l'épaisseur de la paroi) est plus importante que la longueur d'onde du phénomène de diffusion [CAR 59]. Ici, il faut donc considérer la plus grande des valeurs des longueurs d'ondes thermique et hydraulique, soit :

$$\lambda_{\infty} = 2\pi \sqrt{\frac{2}{w}} \max \left( \sqrt{D_T}, \sqrt{D_H} \right) \quad (3.111)$$

La longueur d'onde à prendre en compte varie donc avec l'inverse de la racine carrée de la pulsation du chargement. Ainsi, toutes choses étant égales par ailleurs, plus la fréquence est élevée, plus les parois considérées peuvent être de faible épaisseur.

Si l'on considère des bords drainés, une dimension caractéristique trop petite du mur conduit à des pressions interstitielles plus faibles (fuite par l'arrière, cf. §3.6.4). L'hypothèse « mur semi-infini » simule une situation plus défavorable que le cas réel. La pression maximale estimée est donc une borne supérieure. Toutefois, une longueur caractéristique trop faible a un effet marqué sur la localisation du maximum de pression car ce type de problème est assez sensible aux conditions aux limites. L'abscisse  $X_{cr}$  évaluée précédemment ne peut donc pas être réutilisée. C'est une des raisons qui justifie l'usage de la simulation numérique, notamment pour corrélérer la localisation de l'endommagement et celle de la pression maximale.

### 3.3.5.2 Autres chargements thermiques

Seul le cas d'une température imposée en surface a été traité. Une approche plus réaliste du chargement consiste à appliquer un flux thermique convectif, radiatif ou les deux à la fois. Le cas d'une température imposée en surface correspond au cas de chargement limite d'un flux convectif avec un coefficient d'échange infini. C'est donc une borne supérieure des chargements thermiques envisageables. Par conséquent, la courbe de la figure 3.9 définit également une borne supérieure de la pression pour les cas de flux thermiques imposés. Ce résultat a été confirmé lors des simulations numériques (§3.6.4.3).

Les développements analytiques ont été réalisés en imposant une fluctuation de température en surface harmonique de moyenne nulle. Cette hypothèse est éloignée des chargements thermiques rencontrés dans la réalité. Mais la courbe représentant la pression maximale en fonction du rapport des diffusivités (Fig. 3.8) intègre les effets liés aux interférences entre les ondes de chaleur et de pression. Cette courbe définit donc probablement une borne supérieure de la pression interstitielle. En effet, il ne semble pas qu'il existe d'autres effets qui puissent déplacer la courbe vers le haut.

### 3.3.5.3 Cas du régime transitoire

La prise en compte du régime transitoire nécessite d'ajouter à la solution (3.63) de l'équation de la chaleur un second terme qui décroît rapidement avec le temps [CAR 59]. L'introduction de ce terme supplémentaire complique la résolution de l'équation aux dérivées partielles (3.59) reliant le champ de pression au champ de température et ne permet plus de dégager des solutions analytiques simples.

C'est une des limites de cette approche. Sans doute devrait-il en résulter une sous-évaluation de la pression interstitielle dans les tout premiers instants du chargement. Toutefois, durant ce laps de temps, le chargement thermique imposé reste moins brutal que celui traité par McTigue (i.e., chargement de température de type

Heaviside) [MCT 86]. Or, comme nous l'avons vu précédemment, les pressions atteintes dans ce travail sont majorées par l'étude réalisée ici (cf., figure 3.9). Cela permet de penser que le régime transitoire n'est pas nécessairement le plus nocif en terme de pression maximale induite.

### 3.4 Bilan sur les grandeurs essentielles et leur influence

La figure 3.10 regroupe les résultats obtenus précédemment ainsi que ceux qui peuvent être déduits du travail de McTigue [MCT 86]. L'influence du rapport des diffusivités  $\frac{D_H}{D_T}$  sur le maximum de pression adimensionnée atteint  $\frac{P_{max}}{P_{nd}}$  ainsi que sur son abscisse adimensionnée  $X_{cr}$  est claire : plus ce rapport est élevé, plus le maximum de pression est repoussé en profondeur et est de faible amplitude.

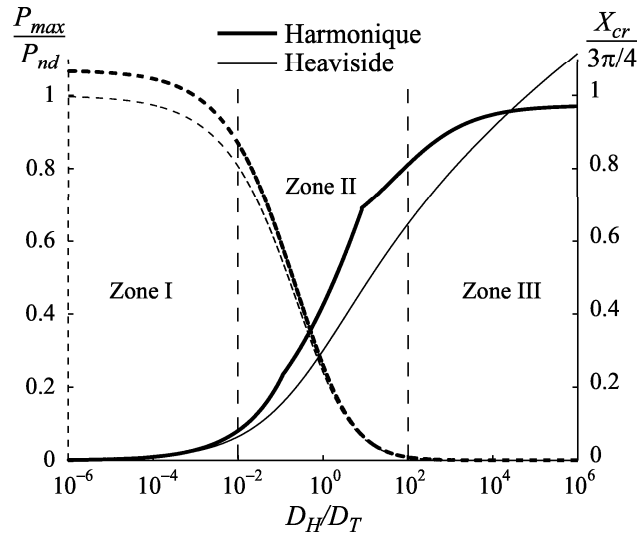


FIG. 3.10 – Influence du rapport des diffusivités sur la pression maximale adimensionnée et sa localisation.

Il est possible de dégager trois grandes zones sur la figure 3.10 :

- Zone I :  $\frac{D_H}{D_T} \leq 10^{-2}$ , il y a un risque sérieux d'écaillage de faible épaisseur et/ou de fissuration sous la surface.
- Zone II :  $10^{-2} \leq \frac{D_H}{D_T} \leq 10^2$ , il y a un risque possible d'écaillage épaisse et/ou de fissuration en profondeur.
- Zone III :  $10^2 \leq \frac{D_H}{D_T}$ , il n'y a pas de risque d'écaillage ou de fissuration.

La différence d'expression des longueurs caractéristiques  $L$  et  $L_c$ , et donc de l'abscisse adimensionnée  $X$ , entre le cas d'une sollicitation harmonique et celui d'une sollicitation de type Heaviside (voir §3.3.1) permet de mieux comprendre les différences qui peuvent être observées entre ces deux cas :

- Pour un chargement thermique de type Heaviside, l'expression (3.65) de  $L$  introduit une dépendance en temps de l'abscisse critique réelle  $x_{cr}$  : le pic de

pression se déplace vers l'intérieur avec une cinétique en racine carrée du temps [MCT 86]. Dans ce cas, la zone I correspond à un écaillage en forme de «chips fines», alors que la zone II devrait présenter des écailles en forme de «chips épaisses». Lorsque le niveau de pression est suffisant, on observe effectivement un phénomène d'écaillage en «chips» [HET 98]. Dans le cas d'un niveau de pression faible (mais pas trop), on doit observer une multi-fissuration parallèle à la face chaude, régulièrement espacée et répartie dans le volume.

- Pour un chargement thermique de type harmonique, l'expression (3.67) de  $L$  n'introduit pas cette dépendance en temps : le maximum de pression est localisé à une abscisse fixe. Ainsi, le chargement harmonique induit une localisation de la fissuration à une distance fixe sous la face chaude.

Quantitativement, l'influence du rapport des diffusivités est modulée par les caractéristiques du chargement thermique. Ainsi, l'amplitude du chargement thermique a une influence sur la pression maximale  $P_{max}$  par l'intermédiaire de l'expression (3.55) de  $P_{nd}$  : plus l'amplitude est élevée, plus la pression maximale est élevée. De même, pour un chargement cyclique, la pulsation  $w$  de la température imposée en surface a une influence sur la position spatiale du maximum de la pression interstitielle (figure 3.7) : plus elle est élevée, plus le pic de pression est proche de la surface.

Enfin, pour un cas donné, les grandeurs caractéristiques du milieu et du problème ont également une influence sur la validité de la transposition des résultats précédents à l'application. En effet, les expressions établies restent valables tant que l'on respecte les limites exposées au paragraphe §3.3.5. Par ailleurs, il semble que la courbe proposée sur la figure 3.8 définisse une borne supérieure relativement générale. Toutefois, celle-ci n'a pas été confrontée à des essais de validation. Elle doit donc être utilisée avec prudence en gardant à l'esprit les simplifications très fortes adoptées pour l'établir.

## 3.5 Pression interstitielle et écaillage

L'objet de ce paragraphe est de présenter les effets induits par la pression interstitielle en terme de contraintes appliquées sur le squelette afin de préciser le rôle de la pression interstitielle dans le mécanisme d'écaillage.

### 3.5.1 Tenseur des contraintes totales

Dans le cas d'une déformation plane (milieu unidimensionnel), le champ de déplacement du squelette peut s'écrire  $\underline{u} = u(x,t)\underline{e}_x$ . Le tenseur des déformations du squelette se réduit alors à :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \frac{\partial u}{\partial x} \underline{e}_x \otimes \underline{e}_x \quad (3.112)$$

Seule la composante  $\varepsilon_{xx}$  est non nulle et vaut, d'après l'équation (3.47) :

$$\varepsilon_{xx} = \frac{\alpha_o}{a} \theta + \frac{b}{3K_o a} P \quad (3.113)$$

Le tenseur des contraintes totales est alors déterminé par la loi de comportement (3.15) et s'écrit :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \sigma_{xx} \underline{e}_x \otimes \underline{e}_x + \sigma_{yy} \underline{e}_y \otimes \underline{e}_y + \sigma_{zz} \underline{e}_z \otimes \underline{e}_z \quad (3.114)$$

avec :

$$\begin{cases} \sigma_{xx} = \left( \frac{\lambda_{Lo} + 2\mu_L}{3K_o a} - 1 \right) (bP + 3\alpha K_o \theta) \\ \sigma_{yy} = \sigma_{zz} = \frac{-2\mu_L}{\lambda_{Lo} + 2\mu_L} (bP + 3\alpha K_o \theta) \end{cases} \quad (3.115)$$

Sachant que

$$3aK_o = \lambda_{Lo} + 2\mu_L \quad (3.116)$$

On en déduit que la contrainte principale selon l'axe des  $x$  est nulle :

$$\sigma_{xx} = 0 \quad (3.117)$$

Ces résultats montrent que, si le critère est relatif à une extension maximale, alors l'équation (3.113) permet de relier la pression et l'ouverture de fissure parallèlement à la face chaude (plan  $(\underline{e}_y, \underline{e}_z)$ ). A l'inverse, si le critère est lié à une contrainte maximale, alors le champ des contraintes totales ne permet pas d'expliquer l'ouverture de ces fissures. Toutefois, les contraintes réelles au sein du squelette ne sont pas les contraintes totales, ce sont les contraintes effectives.

### 3.5.2 Tenseur des contraintes effectives

La définition (3.12) de la contrainte effective permet de déterminer la contrainte réellement supportée par le squelette solide :

$$\underline{\underline{\sigma}}^{eff} = \sigma_{xx}^{eff} \underline{e}_x \otimes \underline{e}_x + \sigma_{yy}^{eff} \underline{e}_y \otimes \underline{e}_y + \sigma_{zz}^{eff} \underline{e}_z \otimes \underline{e}_z \quad (3.118)$$

avec :

$$\begin{cases} \sigma_{xx}^{eff} = bp \\ \sigma_{yy}^{eff} = \sigma_{zz}^{eff} = \frac{-2\mu_L}{\lambda_{Lo} + 2\mu_L} (bP + 3\alpha K_o \theta) + bp \end{cases} \quad (3.119)$$

Si l'on considère une pression initiale nulle, alors l'expression (3.116) permet de déduire de (3.119) que :

$$\sigma_{yy}^{eff} = \sigma_{zz}^{eff} = \frac{\lambda_{Lo} b}{3aK_o} P - \frac{2\mu_L}{a} \alpha \theta \quad (3.120)$$

ou encore, en tenant compte des relations existantes entre les différents paramètres :

$$\sigma_{yy}^{eff} = \sigma_{zz}^{eff} = \frac{1}{1 - \nu_o} (\nu_o b P - \alpha E_o \theta) \quad (3.121)$$

D'après l'expression (3.119), la pression interstitielle peut être responsable de l'ouverture en mode I des fissures parallèles à la face chaude (plan  $(\underline{e}_y, \underline{e}_z)$ ). La pression interstitielle maximale étant atteinte au chauffage, cette phase est donc critique



pour l'ouverture de ces fissures.

Pour ce qui est des contraintes effectives suivant les directions  $\underline{e}_y$  et  $\underline{e}_z$ , d'après l'expression (3.121), la pression et la température ont des effets opposés. De par les ordres de grandeur usuels du module d'Young ( $E \approx 1000$  MPa), du coefficient de Poisson ( $\nu \approx 0,2$ ), du coefficient de dilatation thermique ( $\alpha \approx 10^{-5} \text{K}^{-1}$ ) et du coefficient de Biot ( $b \approx 1$ ) il faut une fluctuation de température (en °C) au moins dix fois plus importante que la fluctuation de pression (en MPa) pour obtenir des effets, en terme de contrainte, du même ordre de grandeur.

### 3.5.3 Invariants du tenseur des contraintes

En mécanique des sols les critères de plasticité ou de rupture sont usuellement écrits en fonction des contraintes principales du tenseur des contraintes effectives ou de ses invariants. Toutefois, lorsque les hypothèses dites de Terzaghi (incompressibilité de la matrice, absence de porosité occluse) ne sont pas respectées, il n'est pas évident que les définitions des contraintes effectives élastiques et plastiques coïncident. Par conséquent, dans le cas général, il est préférable d'exprimer les critères en fonction des invariants du tenseur des contraintes totales [COU 91].

La contrainte hydrostatique pouvant aider à la croissance plastique de la porosité est liée au premier invariant :

$$I_1 = Tr \underline{\underline{\sigma}} \quad (3.122)$$

Les expressions (3.115) donnent alors :

$$I_1 = 2\sigma_{yy} = \frac{-4\mu_L}{\lambda_{Lo} + 2\mu_L} (bP + 3\alpha K_o \theta) \quad (3.123)$$

Le cisaillement qui peut participer à un déchirement ductile est lié au second invariant du déviateur des contraintes :

$$J_2 = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\underline{S}} : \underline{\underline{S}}} \quad (3.124)$$

où le déviateur  $\underline{\underline{S}}$  est défini par,

$$\underline{\underline{S}} = \underline{\underline{\sigma}} - \frac{I_1}{3} \underline{\underline{I}} \quad (3.125)$$

Les expressions (3.115) conduisent alors à :

$$J_2 = \frac{|I_1|}{2} \quad (3.126)$$

Les deux premiers invariants sont donc liés et dépendent directement de la température et de la pression. Le terme dû à la pression interstitielle est maximum en arrière de la face chaude, tandis que le terme dû à la température est maximum en face chaude. Les fissures observées se situent en arrière de la face chaude, il est donc

probable que ce soit le terme en pression qui en soit responsable.

Les différents types de critères (e.g., Rankine, Von Mises, Drucker-Prager...) utilisés suivant le type de comportement rencontré (e.g, élastique fragile, élastoplastique, ...) sont tous liés à la pression interstitielle. La localisation de leur maximum correspond donc à la localisation du maximum de la pression interstitielle. L'ensemble des tendances présentées précédemment est donc transposable aux différents critères.

## 3.6 Cas du revêtement d'usure de poche à acier

### 3.6.1 Prévisions à partir du modèle analytique

La connaissance du rapport des diffusivités est nécessaire et suffisante pour évaluer l'effet du chargement thermique en terme de pression interstitielle. Cette donnée permet également de qualifier la validité du modèle pour le cas traité. Malheureusement, si la diffusivité thermique des réfractaires est relativement bien connue, ce n'est pas le cas de la diffusivité hydraulique. Dans ces conditions, une première étape consiste à travailler avec des ordres de grandeur afin de situer le cas traité.

Classiquement, la diffusivité thermique  $D_T$  d'une bauxite saine est de l'ordre de  $6.10^{-7} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$  [POI 02a]. L'estimation de la diffusivité hydraulique  $D_H$  s'effectue à partir de l'estimation de la perméabilité intrinsèque  $k_{int}$ . L'application du modèle de Cini [CIN 00] à des mesures de porosimétrie au mercure réalisées au CRDM sur des bauxites crues et cuites donne des valeurs de perméabilité intrinsèque à température ambiante comprises entre  $10^{-16}$  et  $10^{-14} \text{ m}^2$ .

Si on considère le squelette solide et le liquide incompressible, la définition (3.39) de  $D_H$  et la relation (7) entre la perméabilité intrinsèque  $k_{int}$  et la conductivité hydraulique  $k$  conduit à :

$$D_H = 3aK_o \frac{k_{int}}{\eta} \quad (3.127)$$

où  $\eta$  est la viscosité dynamique du liquide. La viscosité dynamique de laitier chaux-alumine totalement liquide est voisine de 0,1 Pa.s vers 1600°C [Sla95]. La présence de silice provenant du liant dissout de la matrice augmente sensiblement la viscosité du liquide d'imprégnation, typiquement d'un facteur 10 à 20 pour 50% de silice [Sla95]. Si l'on considère un matériau avec un coefficient de Poisson de 0,2 et un module d'Young de 6,6 GPa, la définition (3) de la compressibilité permet d'estimer le domaine de fluctuation du rapport des diffusivités :

$$10^{-1} \leq \frac{D_H}{D_T} \leq 10^2 \quad (3.128)$$

D'après le graphique 3.10, il existe donc un risque de fissuration parallèle à la face chauffée et/ou d'écaillage. De plus, l'expression (3.55) de la pression non-drainée permet d'estimer celle-ci à environ :

$$P_{nd} \cong 0,1\theta_{max} \quad (3.129)$$

avec  $\theta$  en degrés Celsius et  $P$  en MPa. Si l'on considère que la température évolue entre celle de fusion du laitier (env. 1200°C) et celle de l'affinage de l'acier (env. 1650°C), la pression non drainée avoisinerait les 40 MPa. Ainsi, même une perméabilité hydraulique élevée, de l'ordre de  $10^2 D_T$ , pourrait générer une surpression de quelques dixièmes de MPa et favoriser un amorçage de fissuration.

La validité de cette application est étroitement liée à l'épaisseur imprégnée saturée en liquide (cf., §3.3.5). De par l'expression (3.111) de la longueur d'onde critique  $\lambda_\infty$ , le cas le plus défavorable est celui d'une rotation des poches lente qui correspond à une demi-période de 300 minutes (cf., §1.4.1). L'épaisseur minimale évolue alors entre 0,5 et 5 m en fonction de la valeur prise par la diffusivité hydraulique. De par la dimension des briques (150 mm), ce modèle surestime donc la pression interstitielle atteinte (fuite par la face arrière).

Quelle que soit l'épaisseur de la zone saturée, l'évaluation de l'abscisse critique par le modèle proposé est sujette à caution. En effet, le chargement thermique auquel les poches à acier sont soumises n'est pas harmonique de moyenne nulle, il est pseudo-cyclique. Cette non harmonicité du chargement a sûrement plus d'effet sur la localisation de la pression que sur sa valeur car cette dernière dépend essentiellement de l'amplitude thermique qui fluctue relativement peu. Toutefois, une première estimation donne une abscisse critique comprise entre 3 et 16 cm. L'ordre de grandeur est raisonnable au regard des observations in-situ. Cette adéquation entre les prévisions et les observations est surprenante car, de par l'épaisseur des briques, le modèle est a priori utilisé en dehors de son domaine de validité. Cela est sans doute lié au fait que l'épaisseur fictive correspondant à des conditions aux limites drainées est plus importante que l'épaisseur réellement imprégnée. En effet, la solidification des oxydes et l'élévation de la viscosité au cours de la pénétration font que le bord constitué par le front d'imprégnation saturé présente une condition de flux plus proche de la convection que du drainage.

Le modèle analytique établi précédemment n'est pas complètement adapté à l'application visée. En effet, la faible épaisseur des briques conduit à une surestimation de la pression et la méconnaissance du chargement thermique réel ne permet pas de localiser précisément le maximum. A cela s'ajoute la difficulté de déterminer la perméabilité hydraulique. Celle-ci n'est d'ailleurs pas nécessairement homogène, ce qui devrait avoir une incidence forte sur les résultats. De plus, le squelette solide présente un gradient de propriétés lié à l'imprégnation. L'étude analytique a néanmoins fourni des guides et a permis d'atteindre une meilleure compréhension du phénomène, mais elle ne permet pas de traiter le problème de la consolidation thermique de la zone imprégnée de la couche d'usure des poches à acier dans toute sa complexité. La simulation numérique reste donc indispensable pour affiner et transposer les résultats à l'échelle de la poche.

L'absence de données précises et les difficultés liées à ce type de simulation rendent actuellement impossible l'obtention de résultats quantitatifs. Dans ces conditions, notre travail vise essentiellement à étudier l'effet de la fluctuation de pression

interstitielle à l'échelle de la brique (i.e., épaisseur finie) en adoptant des conditions aux limites plus réalistes que celles utilisées dans l'approche analytique (e.g., échanges convectifs).

### 3.6.2 Intégration en temps et oscillations des équations de transfert

Les phénomènes de diffusion de la chaleur et de la masse fluide sont gouvernés par des équations aux dérivées partielles de type parabolique. Si l'on écarte la résolution par les séries de Fourier [CAR 59], généralement limitée aux problèmes unidimensionnels, la résolution numérique de ces équations nécessite une intégration en temps et en espace. Celles-ci sont réalisées à l'aide d'une discrétisation spatiale et temporelle associée chacune à un schéma d'intégration. Les trois méthodes d'intégration en espace les plus répandues sont : la Méthode des Différences Finies (MDF) [AND 84], la Méthode des Eléments Finis (MEF) [ZIE 89] et la Méthode des Volumes Finis (MVF) [AMM 01]. L'intégration en temps est le plus souvent réalisée à la suite d'un développement de Taylor au premier ordre, par une théta-méthode [ZIE 89] ou encore par MDF.

Bien que la MDF (en temps et en espace) soit la mieux adaptée aux problèmes de diffusion et de convection-diffusion (i.e., échauffement/refroidissement d'un fluide en mouvement) [AND 84], elle produit, comme la MEF associée à une théta-méthode, des oscillations spatiales de la solution lors des premiers incréments de temps si ceux-ci sont trop faibles [AMM 01], [QUI 00], [VER 81]. La MVF semble éviter cet écueil mais fournit un champ solution discontinu par élément [AMM 01].

En vue d'un transfert des acquis chez le partenaire industriel (Arcelor) il a été décidé de n'avoir recours qu'à un seul code commercial: Abaqus 5.8 [Aba98a]. Il est utilisé dans le domaine de la géomécanique pour étudier les phénomènes de type consolidation, qui sont proches de ce qui fait l'objet de ce travail. Pour cela il dispose d'une riche bibliothèque de lois de comportement et d'algorithmes de résolution. Pour les problèmes de consolidation, il utilise la MEF associée à une théta-méthode. Afin de maîtriser les oscillations induites par l'intégration temporelle, il est intéressant de regarder celles-ci d'un peu plus près.

#### 3.6.2.1 Théta-méthode, faible incrément de temps et oscillation spatiale

Afin de mettre en évidence ces effets d'oscillations, considérons l'équation de consolidation générale unidimensionnelle (i.e., problème de Terzaghi [VER 81]):

$$c \frac{\partial^2 P}{\partial x^2} = \frac{\partial P}{\partial t} - \frac{\partial F}{\partial t} \quad (3.130)$$

où  $c$  est le coefficient de consolidation,  $P$  la pression et  $F$  le chargement de surface. L'intégration en temps sur l'intervalle  $[t_0, t_1]$  par la théta-méthode donne :

$$\int_{t_0}^{t_1} P dt = (P^o + \theta \delta P) \delta t \quad (3.131)$$

avec

$$\delta P = P^1 - P^o \quad (3.132)$$

La valeur de  $\theta$  détermine le type de schéma d'intégration utilisé :

- $\theta = 0$ , ce schéma couramment appelé «Euler explicite» est conditionnellement stable (Les pas de temps et d'espace doivent satisfaire une relation si on ne veut pas générer des oscillations qui vont s'amplifier rapidement) ;
- $\theta = 0,5$ , ce schéma couramment appelé «Cranck-Nicholson» est inconditionnellement stable ;
- $\theta = 1$ , ce schéma couramment appelé «Euler backward» ou encore «Fully implicit» est inconditionnellement stable.

Le choix d'une valeur de  $\theta$  supérieure ou égale à 0,5 assure la stabilité du schéma d'intégration [VER 81].

Quelle que soit la valeur de  $\theta$ , l'intégration de l'équation (3.130) donne [VER 81] :

$$c\delta t \frac{\partial^2 P^o}{\partial x^2} + \theta\delta t \frac{\partial^2 \delta P}{\partial x^2} = \delta P - \delta F \quad (3.133)$$

Cette équation du second ordre se réduit à une équation algébrique ordinaire lorsque  $\delta t = 0$ . Ainsi, alors que deux conditions aux limites sont normalement nécessaires, il n'en faut aucune pour résoudre (3.133) lorsque l'incrément de temps est nul : l'incrément de pression est directement égal à l'incrément de chargement. Cette dégénérescence du problème discrétisé est à l'origine des oscillations spatiales observées lors des premiers incréments près des bords drainés et mécaniquement chargés (i.e.,  $\delta F \neq \delta P$ ) pour des pas de temps trop faibles. Vermeer et Verruijt ont établi que le pas de temps à partir duquel apparaissent des oscillations spatiales dépendait de l'ordre des fonctions d'interpolations choisi pour la MEF [VER 81]. Pour une interpolation du premier ordre, le pas de temps  $\delta t_H$  doit être tel que [VER 81] :

$$\delta t_H > \frac{\rho g}{6Ek'} \delta x^2 \quad (3.134)$$

avec  $\delta x$  la taille de la maille au bord où il y a flux de masse. Le facteur  $\frac{1}{6}$  doit être remplacé par  $\frac{1}{10}$  pour des éléments finis avec des fonctions de formes quadratiques [VER 81]. Toutefois, ce critère ayant été établi en unidimensionnel, il est conseillé de conserver le facteur  $\frac{1}{6}$  pour les simulations 3D [Aba98b].

L'équation (3.130) caractérise également la diffusion de la chaleur. On comprend donc aisément que ce problème soit également présent lors des simulations de transfert thermique [MOH 99]. Pour éviter l'apparition d'oscillations spatiales lors des premiers incréments, il est conseillé de respecter la condition [Aba98b] :

$$\delta t_T > \frac{\rho C_p}{6\lambda} \delta x^2 \quad (3.135)$$

avec  $\delta x$  la taille de la discrétisation au bord (i.e., distance entre deux noeuds) et  $\delta t_T$  l'incrément de temps pour un calcul de thermique. L'utilisation d'éléments du premier ordre, pour les calculs de thermique, permet d'éviter ces oscillations, mais

la solution obtenue est moins précise. La figure 3.11 illustre ce problème purement numérique : un solide massif de diffusivité thermique  $D_T = 6.10^{-7} m^2s^{-1}$ , initialement à une température homogène de  $200^\circ C$ , est soumis à une température imposée au bord de  $0^\circ C$ . Cette simulation a été réalisée avec le code élément fini Abaqus [Aba98a], l'incrément de temps a été fixé volontairement trop petit ( $\delta t = 0,25$  s) par rapport à la limite ( $\delta t_{cr} = 0,69$  s) défini par l'équation (3.135).

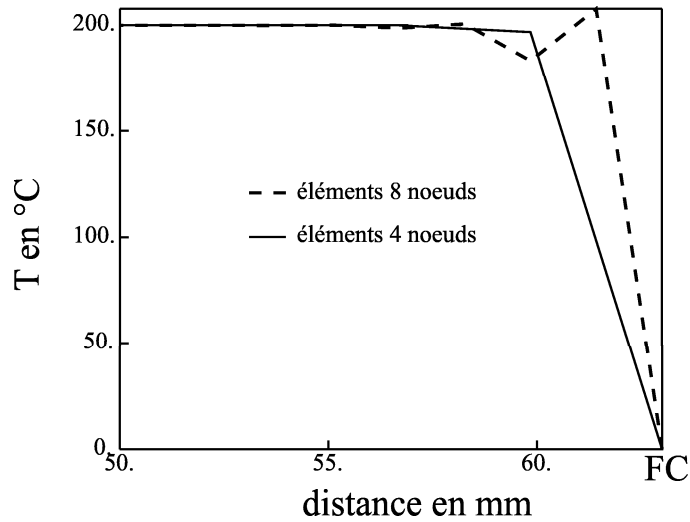


FIG. 3.11 – Oscillations observées lors du premier incrément de temps volontairement trop petit ( $\delta t = 0,25$  s,  $2\delta x = 3,15$  mm (8 noeuds),  $\delta x = 3,15$  mm (4 noeuds))

En résumé, une formulation classique de type éléments finis des équations de transfert fait apparaître une solution qui présente un caractère oscillatoire pour des pas de temps très petits pendant lesquels l'onde de diffusion ne traverse pas tout l'élément [AMM 01]. Ces oscillations, qui disparaissent après quelques incréments, introduisent une erreur dans la solution transitoire qui n'a aucune répercussion sur les solutions obtenues après un temps de chargement suffisamment long. En revanche, pour un calcul thermomécanique non-linéaire, elles peuvent être fortement préjudiciables.

On voit donc que la simulation numérique de ces problèmes multiphysiques fortement couplés est complexe et nécessite le développement d'algorithmes de résolution adaptés comme par exemple ceux proposés par Dureissex et al. [DUR 01]. Conscients que le module de mécanique des sols du code Abaqus 5.8 n'est pas *a priori* destiné aux simulations que nous envisageons, l'aptitude et les limites de ce code par éléments finis pour ce type de simulation ont été testés sur deux cas test [BLO 01].

### 3.6.3 Hypothèses pour la simulation E.F.

Dans le but d'obtenir des tendances aisément transposables, les hypothèses posées tendent à ne conserver que les données communes à l'ensemble de la famille de cas envisagés (réacteur de métallurgie secondaire). Ainsi, la géométrie, les conditions

aux limites et le chargement considérés forment une caricature conservant uniquement les traits essentiels de la famille. Ce sont donc ces quelques traits communs aux différentes couches d'usure d'outils sidérurgiques que nous allons broser ci-après.

### 3.6.3.1 Comportement du milieu

En accord avec l'approche développée dans les paragraphes précédents, les simulations ont été réalisées en considérant un squelette solide purement élastique isotrope. Des valeurs représentatives de celles usuellement admises pour les réfractaires à base de bauxite ont été choisies pour les différents coefficients des matériaux, tous supposés constants.

Les données exploitées proviennent d'essais réalisés au CRDM (Sollac Dunkerque) [PRO 95b] sur des briques non imprégnées ou trouvées dans la littérature. La perméabilité a été évaluée avec le modèle de Cini [CIN 00] à partir des mesures par porosimétrie au mercure effectuées au CRDM en mars 2000. Les caractéristiques utilisées pour le squelette entre 1200°C et 1600°C, ainsi que celles utilisées pour le liquide d'imprégnation, sont regroupées dans le tableau 3.2.

<b>Réfractaire</b>		
Masse volumique apparente ( $\rho$ )	2740	kg.m <sup>-3</sup>
Conductivité thermique ( $\lambda$ )	2	W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup>
Chaleur massique ( $C_p$ )	1100	J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup>
Coefficient de dilatation thermique ( $\alpha$ )	10 <sup>-5</sup>	K <sup>-1</sup>
Module d'Young ( $E_0$ )	6,6	GPa
Coefficient de Poisson ( $\nu$ )	0,33	-
Porosité ( $\phi_i$ )	12	%
Résistance mécanique en compression ( $R_c$ )	16	MPa
Résistance mécanique en flexion ( $R_f$ )	6,7	MPa
Perméabilité intrinsèque ( $k_{int}$ )	1,8.10 <sup>-14</sup>	m <sup>2</sup>
<b>Liquide d'imprégnation</b>		
Masse volumique ( $\rho$ )	2740	kg.m <sup>-3</sup>
Viscosité dynamique ( $\eta$ )	1,0	Pa.s (Poiseuille)

TAB. 3.2 – *Propriétés physique et mécanique adoptées pour les simulations*

D'après le *Slag Atlas* [Sla95], la densité des laitiers aluminocalciques (CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) vers 1600°C est de l'ordre de 2,7. Elle est légèrement plus faible si les laitiers contiennent de la silice (SiO<sub>2</sub>) : typiquement 2,55 avec 50% de SiO<sub>2</sub>. Dans un souci de simplification, le fluide et le matériau constitutifs du squelette solide ont la même densité. C'est pourquoi la masse volumique apparente de la bauxite est ici légèrement sous estimée (2900 kg.m<sup>-3</sup> pour une bauxite neuve), la valeur prise est une moyenne entre le laitier et le réfractaire. De plus, le coefficient de dilatation thermique du liquide d'imprégnation est mal connu. Celui-ci a donc également été pris identique à celui du squelette solide qui a été légèrement surestimé par rapport aux

valeurs usuelles (i.e., 0,7% à 1000°C soit  $0,7 \cdot 10^{-5} \text{K}^{-1}$ ). Enfin, la viscosité dynamique de laitier CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> totalement liquide est faible, voisine de 0,1 Pa.s vers 1600°C. La présence de silice augmente sensiblement la viscosité, typiquement d'un facteur 10 à 20 pour 50% de SiO<sub>2</sub> [Sla95]. Dans le même esprit que précédemment la viscosité dynamique a été fixée constante et égale à un poiseuille. L'essentiel des résultats étant adimensionné, tout cela ne porte pas préjudice aux principales conclusions.

### 3.6.3.2 Géométrie

Cette étude est limitée à l'échelle de la brique au sein de la maçonnerie. Le grand rayon de courbure des différents revêtements envisageables permet de considérer que, à cette échelle, la paroi est plane. De plus, celle-ci est suffisamment haute pour qu'elle soit considérée comme infinie. La géométrie étudiée a donc été ramenée à une plaque infinie d'épaisseur constante. L'hypothèse de saturation en liquide du milieu poreux conduit à ne s'intéresser qu'à la partie de maçonnerie imprégnée et saturée. De ce fait, seuls quelques centimètres de revêtement sont modélisés. L'ensemble de ces hypothèses est résumé sur la figure 3.12.

En raison du gradient thermique au sein de cette zone imprégnée, la dénomination **Face Chaude (FC)** a été attribuée à la face en contact avec le laitier et le métal liquide, la dénomination **Face Froide (FF)** désignant le front d'imprégnation (saturé).

### 3.6.3.3 Condition aux limites

#### • Thermique

Le chargement thermique pilote l'ensemble du mécanisme responsable de la fluctuation de la pression interstielle. Malheureusement, celui-ci est mal connu. En effet, la température de l'acier liquide est maîtrisée (1650°C) et le processus d'affinage impose la durée de la phase haute température, mais la durée de la période d'attente est aléatoire. Cette phase de refroidissement dépend essentiellement de la gestion en temps réel du parc de poches et des attentes de la coulée continue. Toutefois, le chargement thermique sera supposé parfaitement cyclique. De plus, il est raisonnable de considérer que le flux de chaleur est unidimensionnel et perpendiculaire à la face chaude.

Pour modéliser les transferts de chaleur entre la brique et le reste de l'installation, deux types de conditions aux limites sont envisageables : flux imposé ou température imposée. La seconde solution, retenue pour l'étude analytique, est laissée de côté au profit de la première, plus réaliste.

Deux coefficients d'échange (de type convection) sont introduits. Le premier,  $h$  en face chaude, caractérise les échanges thermiques entre l'intérieur de la cuve (pleine ou vide) et le revêtement et le second,  $h_e$  en face froide, caractérise les échanges thermiques avec l'extérieur à travers l'épaisseur complémentaire de revêtement. Ce dernier a été ajusté de telle sorte que l'on ait, en régime permanent cuve pleine, une



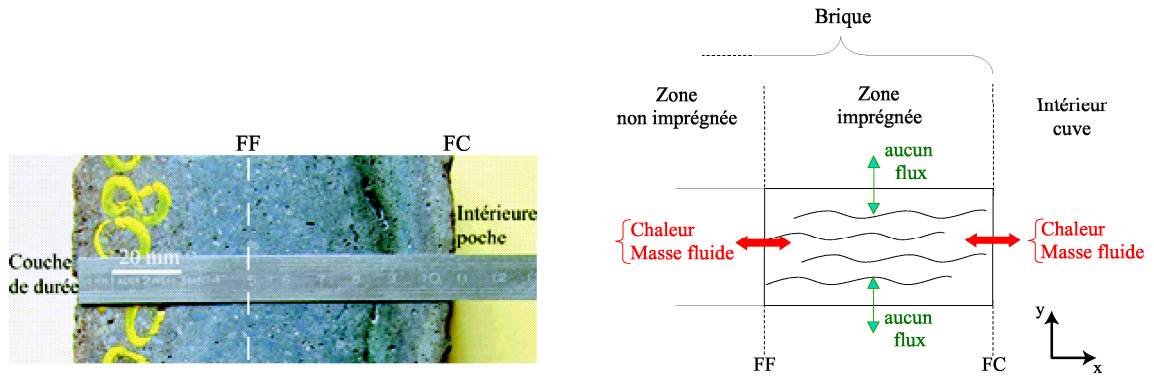


FIG. 3.12 – Modélisation 1D à l'échelle de la brique

température de l'ordre de  $1200^{\circ}\text{C}$  à 6 cm de la face chaude, qui est à  $1600^{\circ}\text{C}$ , avec une température de l'air à l'extérieur de la cuve qui est à  $40^{\circ}\text{C}$ . Le coefficient d'échange convectif en face chaude n'est pas fixé car sa valeur est mal connue et est différente selon que la cuve est pleine ou vide. Son influence est étudiée au paragraphe §3.6.4.3. Les valeurs finalement utilisées sont :

$$\begin{aligned} \text{en face chaude : } & \infty \geq h \geq 50 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1} \\ \text{en face froide : } & h_e = 12 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1} \end{aligned}$$

Ce modèle, relativement simple, est suffisant à ce stade de l'étude. Une modélisation fine des échanges thermiques n'est pas nécessaire pour étudier l'effet de la prise en compte du fluide interstitiel sur la tenue mécanique du revêtement.

### • Hydraulique

Le front d'imprégnation est parallèle à la face chaude, le flux de masse fluide peut donc être considéré unidimensionnel et perpendiculaire à la face chaude. Deux types de conditions aux limites sont envisageables sur la face : pression imposée, ce qui correspond à une face drainée ou flux de masse proportionnel à l'écart de pression, ce qui correspond à de la convection hydraulique. La condition «bord drainé» a déjà été imposée pour réaliser les calculs analytiques. La condition de type convection, plus réaliste, lui a été préférée pour réaliser les simulations numériques.

Un seul coefficient de convection hydraulique est introduit :  $k_g$ . Les conditions aux limites hydrauliques sont donc identiques en FF et FC. La valeur de ce coefficient est inconnue, mais son influence est étudiée au paragraphe §3.6.4.3

### • Mécanique

Malgré la présence alternée du métal liquide, la face chaude est supposée libre de se déformer. La face froide est astreinte à rester plane de par la présence de la zone saine en arrière de la brique. Sachant que la brique est au sein d'une maçonnerie, les

faces latérales sont considérées bloquées dans les directions  $y$  et  $z$ . Le problème est ramené au cas d'une « barre » en dilatation libre suivant l'épaisseur  $x$  (figure 3.12).

### 3.6.3.4 Discrétisations spatiale et temporelle

Conformément à l'hypothèse de découplage partiel thermique/poroélasticité, les calculs sont menés en deux étapes : le calcul thermique transitoire est réalisé en considérant un milieu homogène isotrope équivalent. Le champ de température est ensuite introduit sous la forme d'un chargement volumique dans le calcul poroélastique. Dans ces conditions, une solution (simple) consiste à adopter le même maillage pour les deux étapes. Le maillage 2D adopté est constitué de vingt éléments finis

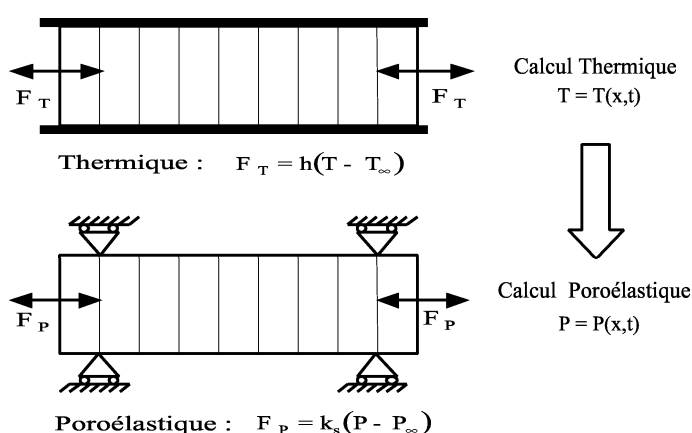


FIG. 3.13 – Maillage, conditions aux limites et stratégie de calcul

rectangulaires à huit noeuds. Celui-ci est schématisé sur la figure 3.13, accompagné des conditions aux limites hydraulique, thermique et mécanique. Les fonctions d'interpolation des éléments finis sont quadratiques, ce qui permet d'obtenir une précision raisonnable.

Le découplage adopté interdit la présence d'oscillations spatiales dans la solution du problème de thermique, sans quoi la solution du problème de poroélasticité serait fortement perturbée. De plus, il faut également s'assurer de l'absence d'oscillations induites dans la solution du problème de transfert de masse fluide. Le code Abaqus utilise le schéma d'intégration en temps couramment appelé « Euler Backward » (implicite) [Aba98b]. Cette méthode est inconditionnellement stable pour les problèmes linéaires, mais sujette aux oscillations spatiales, comme cela a été exposé plus haut. Le code ne proposant aucun « garde fou » automatique, il revient à l'utilisateur de s'assurer du respect des inégalités (3.134) et (3.135).

De plus, il convient pour étudier un phénomène transitoire de choisir un pas de temps suffisamment petit, afin que lors de la linéarisation du problème, les termes d'ordre supérieur restent négligeables. Cela est surtout critique au début du chargement car la réponse est « rapide ». Il est donc souhaitable que les premiers pas de temps ne soient pas supérieurs au dixième du temps caractéristique  $\tau$  défini au

§3.2.3.2, équation (3.46), d'où :

$$\frac{\tau}{10} > \delta t \quad (3.136)$$

Cette condition est valable pour les transferts de masse fluide et de chaleur. Il est possible d'augmenter le pas de temps une fois les fortes variations passées. C'est la stratégie adoptée dans Abaqus-5.8, lorsque l'utilisateur opte pour un pas de temps automatique. Cette technique est très efficace pour les calculs de thermique ou de poroélasticité.

La dérivée de la température par rapport au temps intervient au second membre de l'équation de consolidation thermique (3.36). Pour calculer cette dérivée, le code de calcul Abaqus-5.8 a besoin de connaître la température au point et à l'instant considérés. Dans le cas d'un calcul découplé thermique/poroélasticité, il faut donc s'assurer que les pas de temps des deux calculs soient des multiples, sans quoi la détermination du second membre risque de générer des erreurs liées au problème de la notion de dérivée à un instant où l'on ne connaît pas le champ de température.

L'ensemble de ces conditions impose que les pas de temps choisis soient tels que :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{1}{10} \frac{L^2}{D_T} > \delta t_T > \frac{\rho C_p}{6\lambda} \delta x^2 \\ \frac{1}{10} \frac{L^2}{D_H} > \delta t_H > \frac{1}{6Ek} \delta x^2 \\ \delta t_H = n\delta t_T \text{ ou } n\delta t_H = \delta t_T \quad n \in \mathbb{N} \end{array} \right. \quad (3.137)$$

Il est intéressant de noter qu'aucune des conditions (3.137) ne fait intervenir les conditions aux limites. Celles-ci influencent pourtant fortement la stabilité et la durée du régime transitoire [MOH 99]. Il est donc raisonnable de vérifier l'influence du pas de temps sur la solution obtenue. Il est en effet possible que la borne inférieure soit surévaluée pour des chargements «doux» (i.e., faible gradient). De plus, les conditions aux limites de Neumann (flux imposés) sont *a priori* moins sujettes aux oscillations. Enfin, la borne supérieure peut évoluer en fonction de la précision souhaitée.

### 3.6.4 Simulations numériques du remplissage de poche

Les résultats présentés concernent une phase de montée en température (remplissage + cuve pleine) en considérant un gradient thermique initial dans la zone imprégnée allant de 1000°C en face chaude à moins de 800°C en face froide. La paroi est supposée déjà imprégnée et saturée. Deux hypothèses peuvent être envisagées. La première est celle d'une pression interstitielle nulle avant la première vidange. On considère alors que l'imprégnation se fait au cours du premier remplissage. Il est également possible de considérer une imprégnation par tapissage, et donc une pression nulle au début du second remplissage. Les deux cas donnent, à peu de choses près, des résultats identiques. Pour plus de commodités dans la présentation des résultats, on repèrera désormais M la surface située au milieu de la zone imprégnée, en plus de FF et FC.

### 3.6.4.1 Champs de température et de pression

Les champs spatiaux de température et de pression sont représentés sur la figure 3.14 dans le cas d'une perméabilité intrinsèque  $k_{int}$  constante et égale à  $10^{-14}\text{m}^2$ , ce qui correspond à  $\mu = \sqrt{\frac{D_T}{D_H}} = 0,08$ , valeur légèrement inférieure à la borne inférieure délimitant le domaine de variation de  $\mu$  pour le problème étudié. Les résultats sont donc relativement optimistes, au sens où la perméabilité hydraulique est surévaluée.

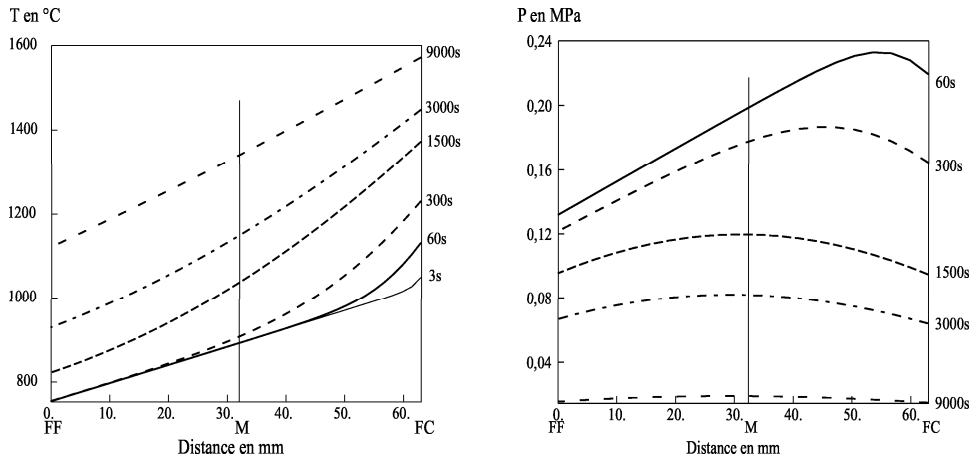


FIG. 3.14 – Champs spatiaux des températures et des pressions à différents instants ( $k_{int}=10^{-14}\text{m}^2$ ,  $h=50\text{Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$ )

Dans cet exemple, le coefficient de convection hydraulique en FF et FC est relativement élevé ( $k_s = \frac{k}{L} = 2,85 \cdot 10^{-13}\text{ms}^{-1}\text{Pa}^{-1}$ , L longueur de la zone imprégnée). C'est pour cette raison que le résultat obtenu, en terme de pression maximale, est proche du cas du milieu semi-infini drainé. En effet, la condition de type convection hydraulique peut être représentée par une augmentation artificielle de la taille du milieu drainé équivalent dont on ne regarde que la zone centrale (i.e., notion de résistance hydraulique/thermique). Toutefois, la convection hydraulique génère une pression non nulle aux bords.

L'évolution de la pression interstitielle est en accord avec les prévisions qualitatives :

- la pression du fluide augmente avec la température lors du régime transitoire puis diminue en se déplaçant vers l'intérieur ;
- la courbure du champ de pression est de signe opposé à celle du champ de température.

Il est intéressant de noter que le gradient de pression est directement lié au gradient thermique (équation (3.48)), lui-même fortement dépendant de la convection thermique en face chaude. Si l'on considère une convection thermique plus importante que celle adoptée dans le calcul précédent ( $50\text{Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$ ), le gradient thermique est amplifié et donc, le gradient de pression aussi.

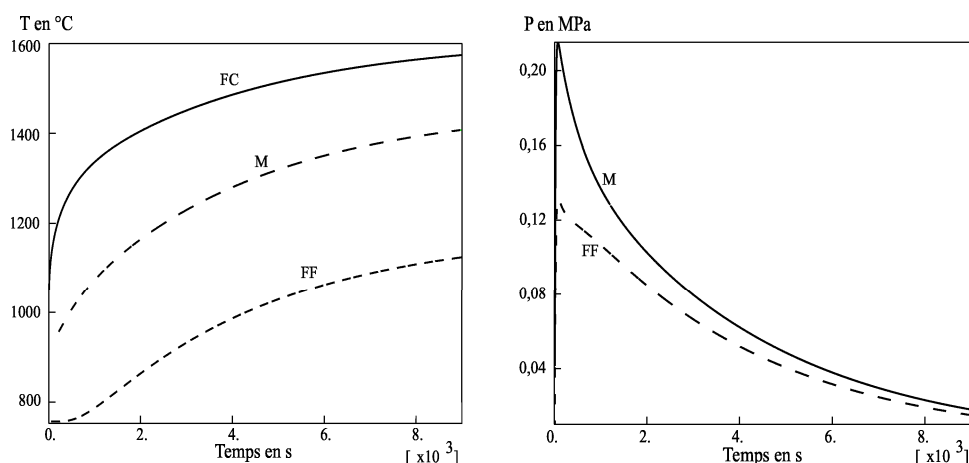


FIG. 3.15 – Evolution de la température et de la pression au cours du temps ( $k_{int} = 10^{-14} \text{m}^2$ ,  $h = 50 \text{Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$ )

Les champs temporels (température et pression) sont représentés sur la figure 3.15. La température monte rapidement en face chaude. Elle monte plus lentement et avec un temps de retard en face froide en raison de l’inertie thermique. On constate qu’il y a bien deux phénomènes de diffusion en compétition : exponentielles inversées température/pression en M et FF. De plus, le pas de temps ne doit pas être trop élevé sans quoi le pic de pression ne peut pas être décelé.

### 3.6.4.2 Sensibilité au rapport des diffusivités

La figure 3.16 représente l’évolution de la pression pour une perméabilité intrinsèque dix fois plus faible que précédemment, soit  $k_{int} = 10^{-15} \text{m}^2$  ce qui revient à  $\frac{D_H}{D_T} = 14,62$  ou encore  $\mu = 0,26$ , pour un domaine de variation de ce coefficient allant de 0,1 à 3,2. La forme en « cloche » du champ spatial des pressions est accentuée : le maximum de pression et les gradients de pression interstitielle sont plus importants.

En revanche, on observe également un comportement temporel plus « doux ». En effet, la montée en pression se fait de manière plus douce, de même que la relaxation. Le pic en FF est « aplati ». Les mouvements de fluide depuis la face chaude vers la face froide sont ralentis par la perméabilité qui est plus faible que dans le cas précédent.

### 3.6.4.3 Sensibilité aux conditions aux limites

Les gradients spatiaux et le comportement transitoire sont fortement liés aux conditions aux limites hydraulique et thermique appliquées sur les faces FF et FC. Les conditions aux limites de flux de chaleur influent sur la répartition des températures pendant le régime transitoire et sur le gradient thermique atteint en régime stationnaire. Une modification des conditions aux limites thermiques entraîne donc celle du chargement thermique volumique considéré. Les conditions aux limites hydrauliques conditionnent les flux de masse entrant ou sortant de la zone imprégnée et donc la réponse transitoire du milieu poreux. Ces effets sont étudiés ici selon un

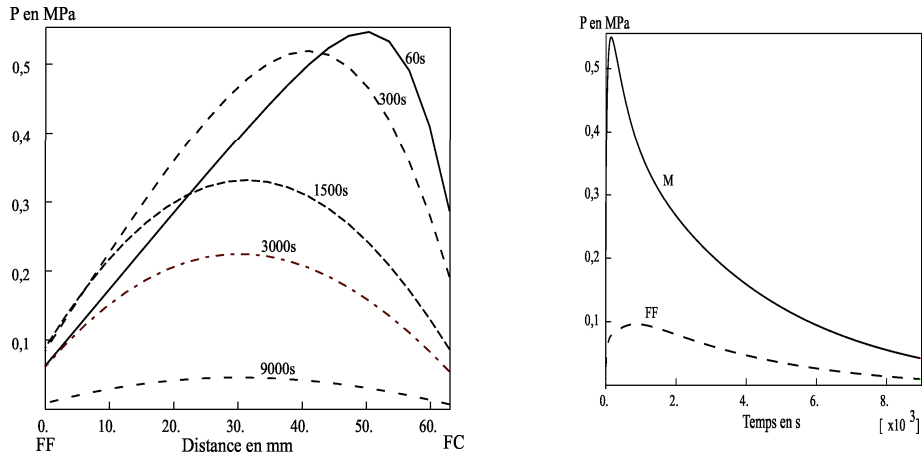


FIG. 3.16 – Evolution temporelle et spatiale de la pression ( $k_{int} = 10^{-15} \text{m}^2$ ,  $h = 50 \text{Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$ )

unique critère: la valeur maximale de la pression adimensionnée atteinte. En effet, celle-ci est déterminante pour l'analyse de la tenue du revêtement.

### • Conditions aux limites hydrauliques

Les conditions aux limites de type convection hydraulique en FF et FC décrites par l'équation (3.22) introduisent un coefficient de convection hydraulique  $k_s$  et une pression de référence  $p_\infty$  prise nulle. La figure 3.17 illustre l'influence de  $k_s$  sur la pression maximale atteinte au milieu de la zone imprégnée  $P_{max}(M)$ , pour une perméabilité intrinsèque fixée à  $10^{-14} \text{m}^2$ . Il est important de noter que pour  $k_s > \frac{k}{L}$ , où  $k$  est la conductivité hydraulique et  $L$  l'épaisseur, on retrouve le cas drainé. Pour les faibles valeurs de  $k_s$  on retrouve naturellement le cas non drainé. Les conditions aux limites sur les flux de masse ont donc une influence forte sur le champ des pressions interstitielles et le cas drainé est le moins nocif.

Pour les calculs présentés plus haut, le coefficient d'échange était fixé tel que  $k_s L = k$ . La très légère résistance hydraulique ainsi imposée en surface permet de prendre en compte de façon indirecte l'existence de la couche pâteuse de dissolution-corrosion présente sur les premiers millimètres au contact du bain de métal. L'identification pratique de ce coefficient n'étant pas évidente, sa valeur a été fixée égale à la résistance hydraulique de la zone imprégnée. Cela revient à considérer qu'il y a une zone imprégnée en aval (imprégnation non saturée) et en amont (couche pâteuse) de la zone étudiée, présentant des perméabilités au laitier similaires à la zone centrale. Il est clair qu'une bonne détermination du coefficient de convection est nécessaire pour obtenir un résultat numérique quantitatif.

### • Conditions aux limites thermiques

Des simulations ont été réalisées, pour différents rapports des diffusivités, avec

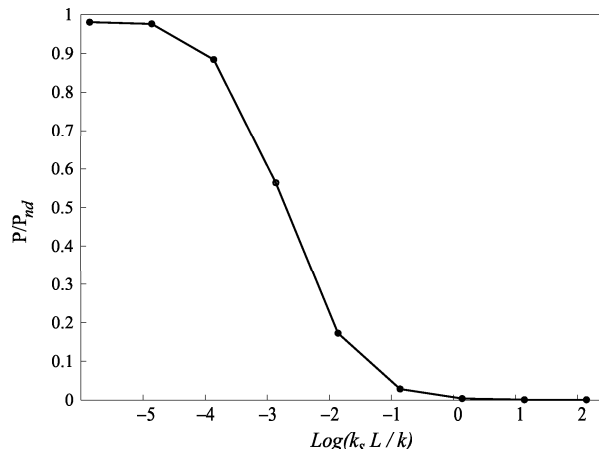


FIG. 3.17 – Influence du coefficient de convection hydraulique  $k_s$  sur la pression maximale au milieu de la zone imprégnée  $P_{max}(M)$

une pression imposée nulle aux bords (i.e., cas drainé) et différentes valeurs du coefficient de convection thermique en Face Chaude  $h$ . Le coefficient de convection thermique en Face Froide ( $h_e = 12\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ ) représentant la résistance thermique de la partie complémentaire du revêtement en contact avec l'air extérieur, sa valeur est supposée ne pas évoluer. La figure 3.18 synthétise les résultats obtenus.

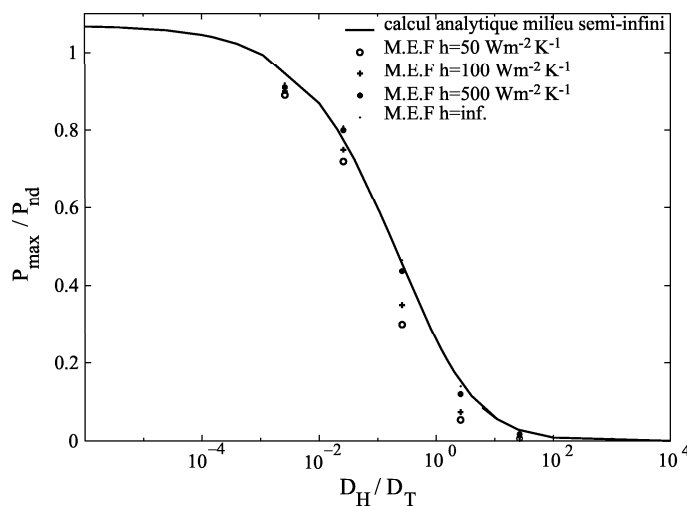


FIG. 3.18 – Influence du coefficient de convection thermique en face chaude  $h$  sur la pression maximale adimensionnée.

Le maximum de pression estimée dans le cas semi-infini (§3.3) majore celui atteint dans le cas d'un milieu fini à quelques rares exceptions près, dues à des problèmes numériques liés au rapport des diffusivités. Les simulations de ces cas avec un maillage plus fin et un pas de temps réduit n'ont pas pu être réalisées faute de temps. Toutefois, il y a lieu de penser que la tendance observée est conservée. En

effet, la température imposée en surface correspond à un coefficient de convection thermique infini [CAR 59]. Inversement, un coefficient de convection thermique nul isole totalement le solide. Il est donc raisonnable que les cas intermédiaires soient situés entre ces deux extrêmes.

En conclusion, la courbe liant la pression adimensionnée au rapport des diffusivités obtenue dans le cas du milieu semi-infini soumis à une température imposée harmonique en surface peut être considérée comme une borne supérieure de la pression interstitielle atteinte dans un milieu fini.

### 3.6.5 Effet de la rotation des poches

La simulation de la rotation des poches par la méthode des éléments finis, en vue d'étudier l'évolution du champ des pressions interstitielles, n'est pas (encore) opérationnelle. La simulation du cyclage thermique seul ne pose pas de difficulté majeure. Mais les premières simulations de poroélasticité ont montré que de fortes dépressions apparaissent en phase de refroidissement. Les résultats obtenus sont alors difficilement interprétables : quel sens physique faut-il donner à une pression négative ? Les niveaux atteints (plusieurs dizaines de MPa) ne permettent pas de supposer qu'elle puisse réellement exister, à l'inverse des faibles dépressions, liées à la loi de Jurin, que l'on peut observer dans les bétons. Quoi qu'il en soit, cette dépression devrait favoriser la création d'une phase gazeuse, soit par infiltration de gaz extérieur, soit par démixion du liquide ou bien encore du fait de constituants dissouts dans le liquide qui se transforment en gaz (effet «Perrier»...). Cela rend alors caduque l'hypothèse de saturation faite dans ce travail.

Toutefois, les résultats des simulations numériques du cyclage thermique couplés à ceux de l'étude analytique mettent clairement en évidence les effets de la cadence adoptée. En supposant la température imposée en face chaude lors du remplissage et en simulant un refroidissement par rayonnement lors de la vidange et des périodes d'attente, les champs de température obtenus ne présentent pas une grande variation d'amplitude. L'écart maximum constaté, entre la cadence 300-250 min (cuve pleine - vide) et la cadence 130-70 min, est d'une centaine de degrés [EVE 99].

D'après les résultats illustrés sur la figure 3.18, il est possible d'écrire que, dans le cas de conditions aux limites drainées :

$$P_{max} = f(\mu)P_{nd} \quad (3.138)$$

où la fonction  $f(\mu)$  est définie par morceaux par les expressions (3.102), (3.103) et (3.104). Pour l'application considérée, l'expression (3.55) de  $P_{nd}$  donne :

$$P_{nd} \cong 0,1 \theta_{max} \quad (3.139)$$

d'où :

$$P_{max} \cong 0,1 f(\mu) \theta_{max} \quad (3.140)$$

Toute chose égale par ailleurs, l'écart entre les pressions maximales des cadences extrêmes ne diffèrent donc que de l'ordre de  $10 \times f(\mu)$ . La pression la plus élevée



est atteinte pour la cadence la plus lente. Cette dernière est donc potentiellement plus nocive. Toutefois, le niveau de pression atteint et l'écart des pressions maximales entre les cadences extrêmes dépendent fortement de la perméabilité considérée. Celle-ci étant susceptible de fluctuer au sein du revêtement, cela ajoute à la difficulté des prévisions.

### 3.7 Bilan

La pression interstitielle engendrée par le chargement thermique génère une contrainte au sein du squelette qui favorise l'ouverture en mode I des fissures parallèles à la face chaude. Ainsi les fluctuations de pression liées au chargement thermique cyclique favorisent l'amorçage et la propagation de ces fissures qui, à terme, conduisent à l'écaillage du revêtement.

L'étude théorique de ces fluctuations de pressions a mis en avant les paramètres qui ont une influence sur la localisation et la valeur du maximum de la pression interstitielle. Ils se répartissent en deux groupes : les caractéristiques du matériau et celles du chargement. Les caractéristiques du matériau essentielles sont au nombre de deux : le rapport des diffusivités (thermique/hydraulique) ainsi que le coefficient de variation volumique relative (pore/fluide). Ils influent tout deux sur le maximum atteint. De plus, le rapport des diffusivités joue également un rôle dans la localisation spatiale du maximum. Les caractéristiques essentielles du chargement sont également au nombre de deux : l'amplitude thermique et la fréquence du cyclage. Malheureusement, cette dernière est difficile à quantifier alors même qu'elle joue un rôle déterminant dans la localisation du maximum. A l'inverse, l'amplitude thermique est relativement bien connue, ce qui permet de déterminer la borne supérieure de la pression et, indirectement, d'évaluer le maximum atteint.

Si les différentes tendances associées à ces facteurs sont bien établies, la quantification précise de leurs effets dans le cas réel d'une poche à acier pose actuellement des problèmes. En effet, les données nécessaires ne sont pas toutes connues et lorsqu'elles le sont, c'est avec une relative imprécision. De plus, le comportement thermomécanique réel du squelette solide n'a pas été pris en compte, pas plus que l'évolution de la viscosité du liquide avec la température ou bien encore l'effet des réactions chimiques entre le liquide et le squelette.

Pour affiner cette approche, il est nécessaire de mieux connaître le comportement thermomécanique aux hautes températures des bauxites imprégnées. Ce travail fait l'objet du chapitre suivant.

## Chapitre 4

# Thermomécanique non-linéaire pour différents états d'imprégnation

Dans le chapitre 3 la brique imprégnée a été modélisée par un milieu poreux saturé en liquide. Dans cette première approche, le comportement du squelette solide a été supposé purement élastique. Cette hypothèse est pratique dans la mesure où elle ne requiert que peu d'informations sur les propriétés mécaniques du matériau. Il est cependant bien connu que les réfractaires présentent un comportement d'autant plus visqueux qu'ils sont sollicités à de hautes températures [KIN 76], [SCH 95]. L'hypothèse d'élasticité conduit dans ce cas à une surestimation (excessive) des contraintes générées au sein de la brique lors du cyclage thermique. L'étude précédente n'est pas remise en cause pour autant car les principales conclusions devraient être également valables dans le cas où le matériau présente un comportement non-linéaire. Afin d'étudier les conséquences de la levée de cette hypothèse, il est nécessaire de caractériser le comportement réel de la bauxite aux hautes températures.

Dans ce but, une campagne expérimentale de caractérisation du comportement mécanique à haute température a été réalisée au CRDM. Des essais de compression simple et de flexion trois points ont été effectués dans la gamme de température 1000°C - 1400°C sur le matériau non imprégné et imprégné. Un modèle de comportement a été construit et identifié à partir de ces essais. Ce modèle a été implanté dans le code élément fini ABAQUS [Aba98a].

Des simulations numériques ont ensuite été réalisées en considérant une géométrie axisymétrique infinie dans la direction axiale, composée d'un matériau monophasique et soumise à un chargement thermique cyclique. Dans ce problème, l'analyse se focalise sur les effets liés à la non-linéarité du comportement. Dans le schéma de couplage (figure 1.4), cela revient à ne s'intéresser qu'au pôle thermomécanique (pour différents états d'imprégnation), bien qu'a priori les changements de phases soient à l'origine d'une augmentation sensible de la viscosité du matériau.

## 4.1 Etude expérimentale

Compte tenu des faibles vitesses de sollicitations mécaniques imposées lors des essais, les effets mécaniques liés à la présence (ou non) du liquide d'imprégnation sont négligeables. En effet, il est raisonnable de considérer que ces essais se déroulent en conditions parfaitement drainées et que seul le squelette est sollicité. On étudie donc un matériau monophasique homogène équivalent à ce dernier.

La non-linéarité du comportement thermomécanique se manifeste soit par une évolution des propriétés mécaniques du matériau avec la température, soit par l'apparition d'un autre type de comportement suite à un mécanisme activé par la contrainte ou la température. Ces évolutions sont généralement liées à des phénomènes se produisant à l'échelle microscopique. Ainsi, la transition de comportement fragile/ductile (ou visqueux) est souvent liée à la thermoactivation du glissement des dislocations [FRA 95]. Dans le cas des bauxites imprégnées, les changements de phases par diffusion et/ou par réaction chimique peuvent également modifier la microstructure du matériau, et donc provoquer une évolution de son comportement macroscopique.

En service, les gradients thermiques et d'imprégnation dans la brique sont colinéaires. On constate que leurs effets sur le comportement thermomécanique de la bauxite sont conjugués et difficilement différenciables. En effet, il est aujourd'hui impossible de distinguer l'évolution du comportement liée à l'élévation de température de celle liée aux diverses réactions chimiques induites par l'imprégnation réactive. Lorsque l'on cherche à simuler l'état de contrainte et de déformation du revêtement en service, il est judicieux d'exploiter cette particularité pour concevoir la campagne expérimentale afin de réduire le nombre d'essais nécessaires à la caractérisation.

La figure 4.1 illustre ces choix. Tout d'abord, on distingue trois zones au sein du revêtement : la Zone Saine (ZS), la Zone Imprégnée (ZI) et une zone intermédiaire. Typiquement, la ZS travaille entre 1000°C et 1250°C tandis que la ZI travaille entre 1250°C et 1600°C. La zone intermédiaire se situe aux environs de 1250°C pendant la phase d'affinage. Les premiers millimètres de la ZI forment une couche limite dissoute qui ne reprend pas les efforts durant la phase d'affinage (cf. §2.3.3.2), mais qui est la première zone solidifiée lors de la vidange. L'épaisseur de cette «peau» étant trop faible pour réaliser des éprouvettes, son comportement n'a pas été caractérisé dans cette étude. Ce travail reste à faire ultérieurement. La température maximale d'identification du comportement en ZI a donc été limitée à 1400°C. Trois températures d'essais ont été fixées : 1000°C, 1250°C et 1400°C.

A chacune de ces températures, des essais de compression et de flexion trois points ont été réalisés. La campagne expérimentale a débuté par la caractérisation de la ZS avec des briques neuves de qualité B85PCU testées aux températures de 1000°C et 1250°C. Pour caractériser la ZI, un prélèvement sur site a été réalisé. Impressionnés par le gigantisme des installations, abasourdis par le bruit, destabilisés par la température et pressés par le cycle naturel des poches à acier, nous avons

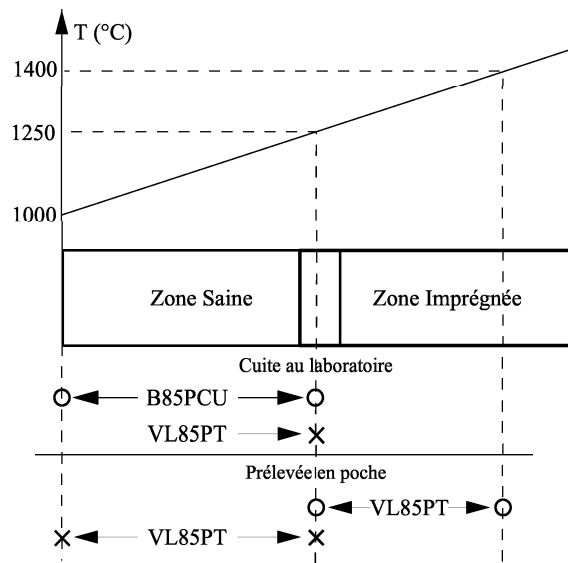


FIG. 4.1 – Répartition des essais

récolté des briques de qualité Pousseur VL85PT. Ces deux produits sont des nuances d'une même famille de réfractaires. Ils ont des compositions voisines (tableau 2.2). Pour vérifier que les comportements mécaniques sont proches, des essais de recalage à 1000°C et 1250°C ont été effectués sur des échantillons prélevés dans la partie saine de ces briques, ainsi que sur un échantillon issu d'une brique neuve à 1250°C. Ces essais sont symbolisés par des croix sur la figure 4.1, tandis que les ronds symbolisent les essais «principaux» tels que ceux réalisés à 1250°C et 1400°C sur des échantillons extraits de la ZI des briques prélevées. Ces essais mécaniques (compression simple, flexion trois points) ont été réalisés après des essais d'affaissement sous charge, et de dilatométrie, sur des échantillons prélevés en ZS et en ZI.

#### 4.1.1 Dilatométrie

Le coefficient de dilatation thermique sécant est une donnée essentielle pour la réalisation de simulations thermomécaniques pertinentes. De plus, la connaissance de son évolution permet de statuer sur une hypothèse couramment avancée pour expliquer l'écaillage, hypothèse selon laquelle il existerait un fort écart entre les valeurs des coefficients de dilatation du matériau imprégné et du matériau non-imprégné. Enfin, cet essai permet également de déceler la présence de changements de phase thermoactivés ainsi que leur température d'activation.

La réalisation préalable d'un essai standard d'affaissement sous charge est une pratique courante chez les réfractoristes. Cet essai consiste à mesurer la déformation axiale d'une éprouvette cylindrique soumise à une charge de compression constante (0,2 MPa) et à une élévation lente de la température (240°C/h). Le but est de déterminer la température pour laquelle le matériau s'effondre complètement sous son propre poids. Dans cette étude, l'objectif visé était légèrement différent. Seule la température de début d'affaissement était recherchée afin de s'assurer, par observation du support après refroidissement, que les oxydes liquides ne ressuaient pas.

Cette vérification est essentielle pour l'intégrité du matériel car les oxydes liquides corrodent les réfractaires des fours. Deux échantillons ont été testés au CRDM : un premier prélevé en ZS, l'autre en ZI.

En ZI, un affaissement de 0,5% a été constaté entre 1250°C et 1300°C. Pour des raisons de sécurité l'essai a alors été arrêté. A cette même température, la ZS ne présente aucun signe d'affaissement. D'après le fabricant, le produit neuf ne présente que 0,5% d'affaissement à 1500°C. En conclusion, le matériau présente une moins bonne tenue à la température après imprégnation par les laitiers. La présence d'une phase à bas point de fusion (laitier+matrice, voir §2.2.4) facilite certainement le glissement aux joints, donc l'affaissement sous charge. Cette hypothèse est renforcée par le fait que la température de fusion des laitiers sidérurgiques est de l'ordre de 1200°C, valeur proche de la température de début d'affaissement en ZI. Après refroidissement, aucune trace de corrosion sur les réfractaires du four n'a été détectée. De toute évidence, la ZI ne présentera pas une grande tenue mécanique au-delà de 1300°C.

Des essais de dilatométrie ont été réalisés à la Société Française de Céramique (S.F.C.) sur une machine standard automatique. Cet appareil enregistre l'allongement en dilatation libre d'un cylindre à base carrée de 5 mm de côté par 45 mm de long soumis à une élévation de température de 200°C par heure. La déformation linéique pendant le refroidissement n'a pas été enregistrée ici. Deux échantillons ont été testés : l'un prélevé en ZI, l'autre en ZS.

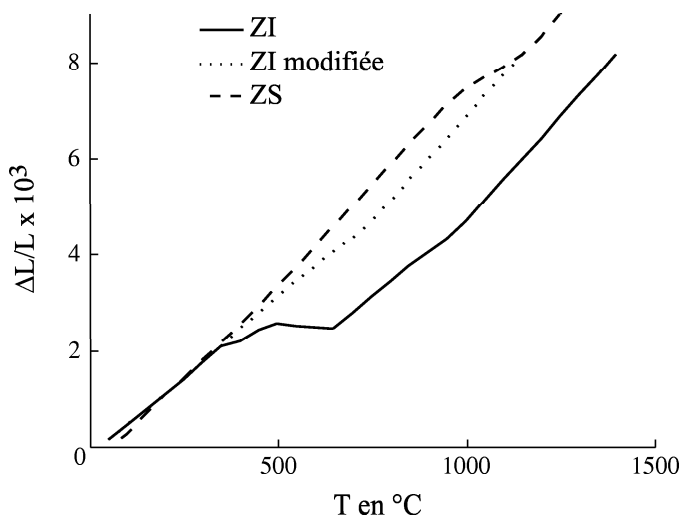


FIG. 4.2 – Résultats des essais de dilatométrie sur les échantillons de qualité VL85PT prélevés en poche

La figure 4.2 présente les courbes obtenues. La déformation thermique est sensiblement la même pour les deux échantillons jusqu'à 350°C. Entre 350°C et 650°C l'échantillon prélevé en ZI présente un palier : il ne se dilate plus. Ce phénomène est probablement dû à la déshydratation de certaines phases (aluminates de chaux?). En

effet, le domaine de température correspond à celui mis en évidence lors de l'étude de la dessiccation des bétons alumineux [HER 00]. Or, cet échantillon contient de la chaux et des aluminates de chaux provenant du laitier qui sont susceptible de s'être hydratés pendant le stockage, le transport ou la découpe. Bien que ne disposant pas de l'enregistrement de la déformation lors du refroidissement pour valider l'hypothèse proposée, celle-ci sera supposée vérifiée.

En service, l'hydratation des aluminates de chaux n'a pas lieu car la zone imprégnée ne descend pas en-dessous de 1000°C environ. Il n'y a donc aucune raison de prendre en compte le retrait de dessiccation. On propose donc de supprimer le retrait, ce qui permet de construire la courbe en points appelée «ZI modifiée» sur la figure 4.2. Cette courbe s'obtient par translation de la courbe initiale parallèlement à l'axe des températures.

Le coefficient de dilatation thermique sécant  $\alpha$  est défini par :

$$\alpha(T) = \frac{\varepsilon_{th}}{(T - T_o)} \quad (4.1)$$

où  $\varepsilon_{th}$  est la déformation thermique libre,  $T$  la température et  $T_o$  la température de référence. Ici,  $T_o$  est fixée égale à 20°C. La figure 4.3 présente les résultats de cette identification.

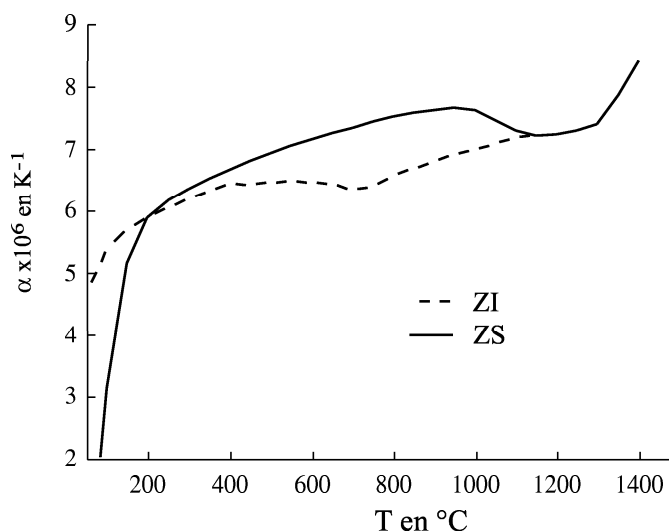


FIG. 4.3 – Résultats de l'identification du coefficient de dilatation thermique sécant sur les échantillons découpés dans la brique de qualité VL85PT prélevée en poche

Les premiers points de mesure ne permettent pas de déterminer avec une précision suffisante le coefficient de dilatation thermique  $\alpha$ . C'est pourquoi seul les résultats de déformation thermique au delà de 200°C ont été utilisés. Le coefficient de dilatation thermique en ZI est pratiquement constant. Il croît de 6 à 7.10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup> entre 200°C et 1200°C. La linéarité de la courbe de déformation sur la figure 4.2 confirme cette stabilité du produit jusqu'à 1400°C (au moins). L'échantillon prélevé

en ZS présente un coefficient de dilatation qui évolue de 6 à  $8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  entre  $200^\circ\text{C}$  et  $1000^\circ\text{C}$ . Ensuite, il décroît brutalement, se stabilise aux environs de  $7 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  entre  $1100^\circ\text{C}$  et  $1350^\circ\text{C}$  puis repart à la hausse.

La hausse particulièrement rapide du coefficient de dilatation thermique sur l'échantillon prélevé en ZS est sans doute liée à la mullitisation. Les produits HTA à base de bauxite calcinée sont connus pour présenter une expansion volumique importante aux hautes températures (jusqu'à 23 % à  $1600^\circ\text{C}$ ) qui est due en partie au mécanisme de mullitisation secondaire et plus particulièrement à la croissance des aiguilles de mullite qui en découle [MCG 61]. Ces fluctuations du coefficient de dilatation confirment que la ZS ne travaille qu'à des températures inférieures à  $1000^\circ\text{C}$ . En effet, si l'échantillon prélevé in situ avait passé de longues heures à hautes températures, il serait stabilisé chimiquement.

En conclusion, le coefficient de dilatation thermique en ZS évolue entre 6 et  $8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  sur une plage de température allant de  $200^\circ\text{C}$  à  $1200^\circ\text{C}$  tandis que celui de la ZI évolue entre 6 et  $7 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  dans une plage de température allant de  $200^\circ\text{C}$  à  $1400^\circ\text{C}$ . Ces valeurs sont trop proches pour justifier d'un endommagement lié à des problèmes de dilatation différentielle de type «bi-lame». De plus, dans la plage de  $1000^\circ\text{C}$  à  $1250^\circ\text{C}$  qui couvre le domaine où les deux zones se rejoignent, les différences sont encore plus faibles.

## 4.1.2 Essais de compression simple

### 4.1.2.1 Dispositif d'essai

Les essais de compression ont été menés au CRDM sur une presse équipée d'un four et d'un dispositif expérimental réalisé par Hernandez [HER 00]. Ce dispositif, schématisé sur la figure 4.4, est une variante du montage de flexion pré-existant.

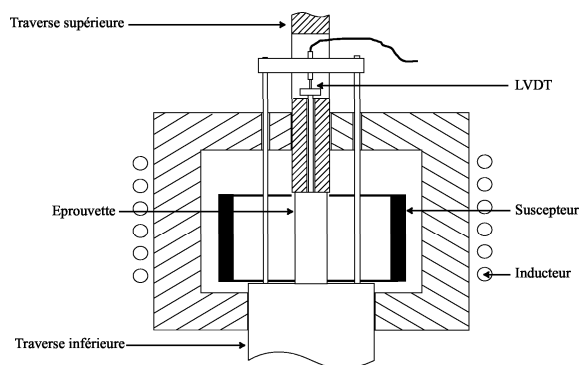


FIG. 4.4 – *Dispositif de compression à chaud*

L'éprouvette est un cylindre de 25 mm de diamètre et 60 mm de hauteur. Elle est mise en place à la température ambiante puis chauffée jusqu'à la température d'essai à l'aide du four. Celui-ci, d'une puissance de 50kW, est constitué d'un onduleur CELES couplé à un inducteur et à un suscepteur en graphite. Une température

maximale de 1600°C peut être atteinte. La régulation de la température s'effectue à l'aide de deux thermocouples de type S (Pt/Rh 10%). Pour une vitesse de montée de moins de 200°C.h<sup>-1</sup>, une précision de plus ou moins 5°C dans l'échantillon est obtenue. Le chargement mécanique de l'éprouvette est appliqué en pilotant le déplacement de la traverse inférieure d'une presse INSTRON de 100 kN. Cette traverse mobile est mue par deux vis sans fin. Le dispositif de mesure différentielle permet de relever, à chaque instant, le déplacement relatif de la face supérieure de l'échantillon par rapport à sa face inférieure. La force appliquée est mesurée par le biais d'une cellule d'effort de 200 kN fixée entre la traverse supérieure et le poinçon plat qui transmet l'effort à l'éprouvette.

Pour chaque niveau de température, deux essais monotones ont été réalisés à vitesse de déplacement constante et égale à 0,3 mm/min. Lorsque les courbes étaient semblables, un essai de sensibilité du comportement à la vitesse de déformation, analogue à celui proposé par Hamata [HAM 92], a été effectué. Le trajet de chargement séquentiel suivant a été adopté : chargement à vitesse de déplacement constante égale à 0,3 mm/min, arrêt de la traverse pour étudier la relaxation ; chargement à 0,1 mm/min, arrêt de la traverse ; chargement à 0,03 mm/min jusqu'à la rupture de l'échantillon. Le pilotage a été géré de sorte que la première relaxation intervienne avant d'atteindre la moitié de la charge limite et soit suffisamment longue pour que l'effort devienne très faible. Pour les essais de recalage (croix sur la figure 4.1), seul l'essai monotone a été réalisé.

Pour des raisons de tenue en température, l'ensemble des éléments du montage est réalisé en alumine frittée. Ce matériau ne supporte pas bien les chocs thermiques. Le chauffage et le refroidissement ne peuvent donc pas se faire de façon trop brutale. Au mieux, on peut atteindre une vitesse de chauffage de 200°C/h. Il faut donc 5 h pour atteindre 1000°C et 7 h pour atteindre 1400°C. Une fois la température d'essai atteinte, un palier de température d'au moins deux heures est nécessaire pour stabiliser l'échantillon (température et éventuels changements de phases). Si l'on ajoute le temps nécessaire à l'installation du montage, au moins 12 heures sont nécessaires pour réaliser un essai à 1000°C et au moins 16 h pour un essai à 1400°C. En pratique, la disponibilité du couple machine/technicien, les aléas expérimentaux et les impératifs de sécurité augmentent le temps nécessaire. Finalement, au mieux, deux essais ont été réalisés par semaine.

#### 4.1.2.2 Résultats

La vitesse de refroidissement du four à 1400°C n'a pas permis de couper l'onduleur pendant les essais à cette température. La fréquence d'alimentation de la cellule de charge (6 kHz) étant trop proche de celle de l'onduleur (8 kHz), le fonctionnement alterné de ce dernier a alors fortement bruité les mesures, rendant certaines d'entre elles inexploitable. Enfin, une éprouvette (à 1000°C) a présenté un comportement «curieux» probablement lié à un défaut de mise en position ou à un brusque rattrapage de jeux. Le tableau 4.1 récapitule l'ensemble des essais de compression réalisés.



	1000°C		1250°C		1400°C	
	monotone	évolué	monotone	évolué	monotone	évolué
B85PCU	2	(1)	2	1		
VL85PT neuve			1			
VL85PT (ZS)	1		2			
VL85PT (ZI)			2	1	1+(1)	(1)

TAB. 4.1 – *Récapitulatif des essais de compression simple, ( ) = non exploitable*

Sur un total de seize essais, trois sont inexploitable. Cela est moyennement préjudiciable à 1000°C car les essais de flexion fournissent des données complémentaires. Malheureusement, à 1400°C en ZI les essais de flexion ne sont pas d'avantage exploitables. L'échec relatif des essais à 1400°C sur les échantillons prélevés en ZI est imputable, en grande partie, à l'inadéquation du capteur d'effort. La mise en oeuvre d'une cellule avec une gamme d'effort adaptée aux faibles niveaux de charges observés n'était toutefois pas envisageable dans les délais impartis pour des raisons de disponibilité de la machine d'essai.

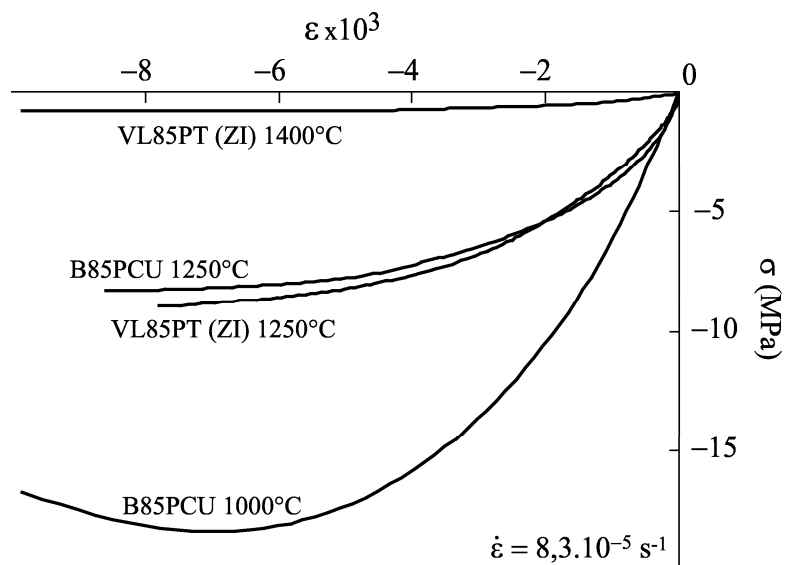


FIG. 4.5 – *Compression simple : influence de la température sur la courbe contrainte/déformation*

Les figures 4.5 et 4.6 présentent quelques uns des résultats obtenus. L'influence de la température sur le comportement mécanique en compression est visible sur la figure 4.5 : plus la température est élevée, plus le matériau devient ductile et présente une faible résistance. La figure 4.6 met en avant une forte dépendance du comportement vis-à-vis de la vitesse de sollicitation : plus la vitesse de déformation imposée est lente, plus la contrainte maximale est faible. Lors de la relaxation, l'effort redevient quasi-nul, il n'y a donc apparemment pas de seuil d'activation en contrainte du comportement visqueux. De plus, la comparaison des figures 4.5 et 4.6 montre une

augmentation de la ductilité lorsque la vitesse de déformation imposée décroît. Cette tendance est confirmée par les autres essais réalisés avec un chargement séquentiel.

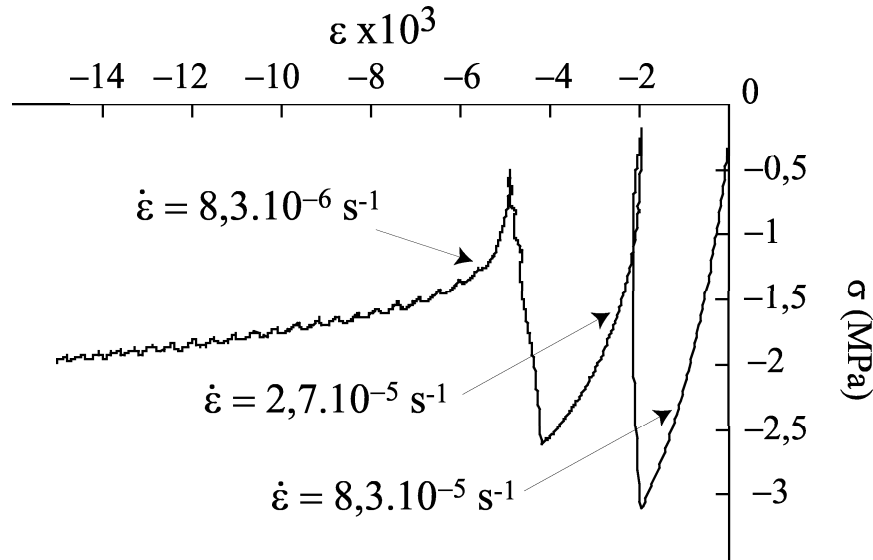


FIG. 4.6 – Compression simple : influence de la vitesse (B85PCU à 1250°C)

Pour avoir une idée des mécanismes responsables de cette évolution du comportement, il est possible de faire appel aux cartes d'Ashby [ASH 72]. L'augmentation de la ductilité lorsque la vitesse de sollicitation décroît est en accord avec la carte des mécanismes de rupture de l'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) proposée par Gandhi et Ashby [GAN 79]. Lorsque la vitesse de sollicitation décroît, la contrainte décroît également. Or, d'après cette carte, un faible niveau de contrainte combiné à une température élevée ( $\geq 1200^\circ\text{C}$ ) entraîne un mécanisme de fluage intergranulaire. Pour cette même température, l'élévation de la vitesse de sollicitation (donc de la contrainte) favorise une rupture intergranulaire de type fragile. Le comportement évoluerait donc de fragile pour les grandes vitesses de sollicitation à ductile pour les faibles vitesses. Cet accord relatif est à manipuler avec précaution car cette carte a été tracée pour une alumine fine soumise à une sollicitation de traction. Ici, la brique est composée de seulement 80% d'alumine grossière et est sollicitée en compression. Cependant, Ashby et Gandhi ont également établi une carte succincte des mécanismes de rupture pour les oxydes réfractaires qui reprend l'essentiel des caractéristiques de celle tracée pour l'alumine [GAN 79]. De plus, il ne semble pas aberrant que les mécanismes de rupture en traction et compression soient semblables. Enfin, dans la zone imprégnée, l'augmentation de la ductilité est probablement accentuée par la présence d'une phase à bas point de fusion (laitier + matrice, cf. §2.2.4) facilitant le glissement aux joints de grains.

Pour des qualités de type VL85PT et B85PCU, la contrainte à la rupture à température ambiante en compression simple varie de 80 MPa sur produit cru à 115 MPa après une cuisson à 1500°C [BLU 02]. Les résultats présentés ici sont bien en deçà de ces valeurs. La principale raison est la température d'essai. En effet, la raideur et la

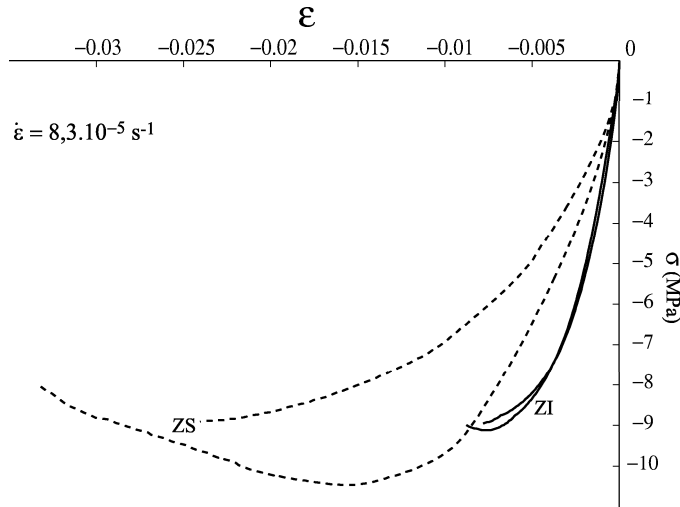


FIG. 4.7 – *Essais de compression à 1250°C sur VL85PT en Zone Imprégnée (ZI) et en (ZS) Zone Saine*

tenue mécanique diminuent rapidement lorsque la température augmente. De plus, pour la nuance VL85PT, les conditions de service ont généré un endommagement qui réduit considérablement la tenue des briques et la raideur du matériau.

Sur la figure 4.5, on observe que les comportements à 1250°C des échantillons prélevés sur la brique neuve B85PCU et sur la brique imprégnée VL85PT (ZI) sont voisins. Ce résultat va à l’encontre d’une hypothèse couramment avancée pour justifier l’écaillage selon laquelle les contraintes sont générées par le contraste de propriétés mécaniques entre le matériau de la ZS et celui de la ZI. Ici, la différence de comportement est trop faible pour causer un endommagement conséquent. La figure 4.7 présente les résultats d’essai de compression simple à 1250°C sur des échantillons prélevés en ZI et en ZS d’une brique de qualité VL85PT prélevée en poche. Cette température est voisine de celle présente à la limite d’imprégnation pendant la phase d’affinage. On constate que la ZI est moins ductile que la ZS et que son comportement semble plus reproductible. Ce dernier point résulte de l’imprégnation réactive par les laitiers qui tend à homogénéiser le matériau par dissolution puis solidification. Les niveaux de contrainte à la rupture étant voisins, bien que les raideurs soient différentes, la ductilité de la ZS doit permettre d’accommoder les déformations à la limite d’imprégnation. Toutefois, une localisation de la déformation plastique peut apparaître qui, à terme, peut mener à une fissuration.

### 4.1.3 Essais de flexion trois points

#### 4.1.3.1 Dispositif d’essai

Les essais de flexion trois points ont également été réalisés au CRDM. Le montage expérimental, schématisé sur la figure 4.8, a servi de point de départ pour le développement du dispositif de compression. Ces deux montages ont donc beaucoup de points communs : même four, même presse, même dispositif de mesure différen-

tielle. Seul le support de l'éprouvette (pièce du bas) diffère. De plus, ce dispositif est équipé d'un chargeur pouvant contenir trois éprouvettes parallélépipédiques de section carrée de 25 mm de côté et d'une longueur totale de 150 mm. Cela permet de réaliser quatre essais successifs sans refroidir le four. La première éprouvette est mise en place à froid, les suivantes sont amenées en position sur les points d'appui, distants de 125 mm, par l'intermédiaire d'un poussoir. Le chargement est toujours appliqué par pilotage du déplacement de la traverse inférieure. Le dispositif de mesure différentielle est utilisé pour relever la flèche de la fibre haute, c'est-à-dire le déplacement du milieu de la fibre haute par rapport aux points de cette même fibre situés au-dessus des appuis. La force appliquée est mesurée par le capteur d'effort, de la même façon que précédemment.

Le pilotage du déplacement de la traverse inférieure ne permet pas de piloter avec précision la flèche de l'éprouvette, il n'est donc pas possible d'imposer le chargement réellement souhaité. En effet, le déplacement de la traverse se décompose en deux termes : le déplacement du milieu de la fibre haute par rapport aux points d'appui et l'écrasement aux points d'appui. La mesure, quant à elle, correspond à la différence entre le déplacement du milieu de la fibre haute et la moyenne de celui des points situés au-dessus des appuis. La différence entre le déplacement de la traverse et la valeur mesurée par le capteur LVDT correspond donc à la moyenne des effets de la rotation des sections au droit des points d'appui. Cette différence est d'autant plus importante que l'éprouvette est déformable.

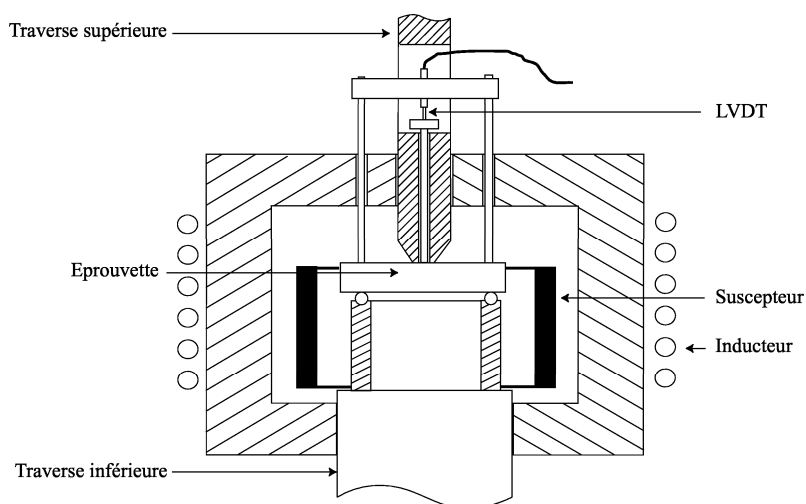


FIG. 4.8 – *Dispositif de flexion trois points à chaud*

A chaque température, deux essais à vitesse de traverse constante et égale à 0,5 mm/min ont été réalisés. Lorsque les courbes étaient semblables, deux essais (identiques) ont été effectués pour caractériser la sensibilité à la vitesse de chargement. Le trajet de chargement séquentiel suivant a été adopté : chargement à 0,5mm/min, arrêt de la traverse jusqu'à relaxation complète de l'effort ; chargement à 0,05mm/min jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Le pilotage a été géré afin que la relaxation intervienne avant la moitié de la charge limite.

### 4.1.3.2 Résultats

Les quelques essais réalisés sur des éprouvettes taillées dans les briques prélevées en poche se sont avérés inexploitable suite à une rupture prématurée lors de la mise en charge. Ces ruptures prématurées sont en partie dues à une fissuration interne qui n'a pas été détectée lors de la découpe des échantillons. D'autre part, le manque de sensibilité de la cellule d'effort (200kN) n'a pas toujours permis la détection du contact éprouvette/traverse. Il a donc été décidé d'abandonner cet axe de la campagne expérimentale. Finalement, les essais de flexion ne sont exploitables que pour la nuance B85PCU : quatre essais à 1000°C et quatre à 1250°C. Deux essais à 1500°C sur cette même nuance ont également servi de guide pour l'identification du comportement du matériau.

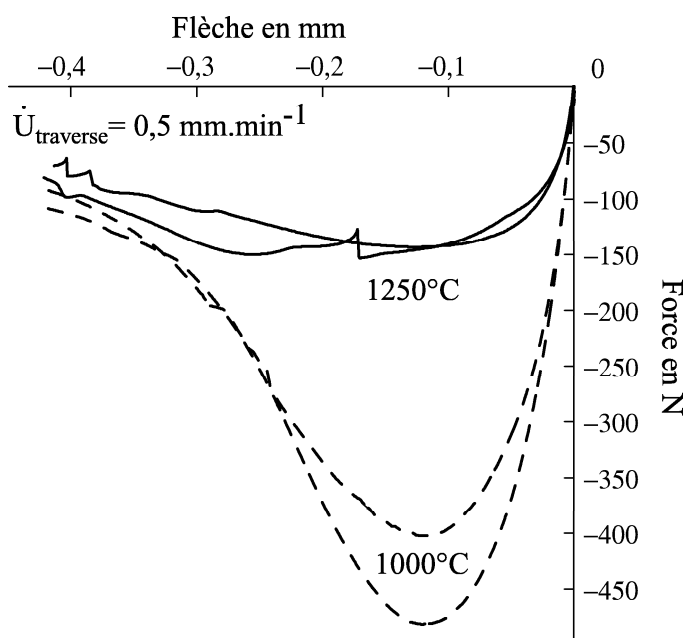


FIG. 4.9 – Essais de flexion trois points : influence de la température (B85PCU)

La figure 4.9 présente quelques résultats bruts d'essais monotone. Ceux-ci confirment la forte influence de la température déjà mise en évidence lors des essais de compression. La figure 4.10 confirme également la forte dépendance du comportement vis-à-vis de la vitesse de sollicitation. La grande facilité de rupture des éprouvettes lors de la mise en charge confirme le caractère dissymétrique de la tenue mécanique du matériau qui est classiquement observé sur les géomatériaux comme, par exemple, les bétons [MAZ 84], [BAZ 97].

## 4.2 Modélisation du comportement thermomécanique

Dans un premier temps, une présentation succincte du formalisme thermodynamique qui est utilisé pour écrire une loi de comportement qui soit en accord avec le second principe est faite. Le comportement du matériau étudié présentant une forte

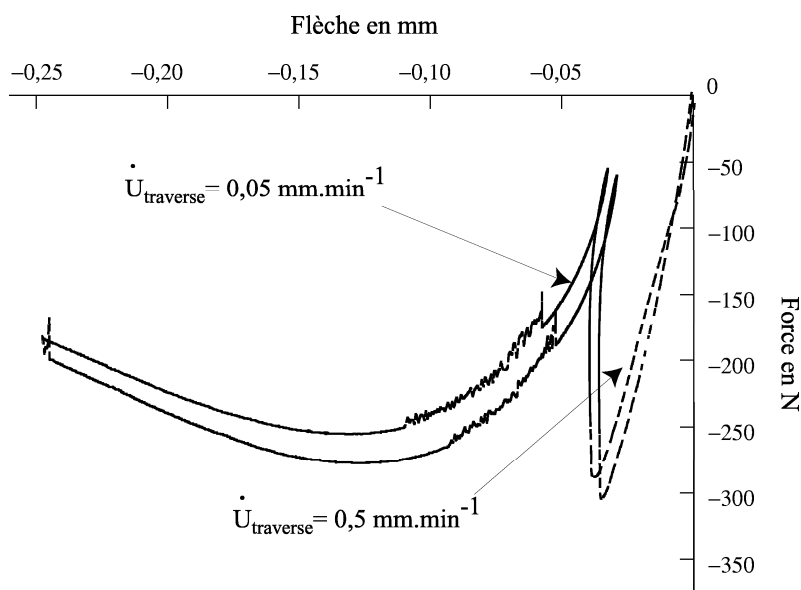


FIG. 4.10 – *Essais de flexion trois points : influence de la vitesse (B85PCU à 1000°C)*

dépendance à la vitesse de sollicitation, le modèle de comportement élastoviscoplastique parfait est rappelé. Celui-ci ne permettant pas de reproduire le comportement dissymétrique de la bauxite, une modification est proposée. Les coefficients de la relation de comportement sont alors identifiés sur les essais présentés plus haut.

#### 4.2.1 Cadre thermodynamique

La méthode de l'état local a déjà été présentée dans ce mémoire lors de la mise en place des équations de la thermoporoélasticité (cf. §3.1.2). Ici, on se place dans le cadre des milieux continus monophasiques (non-poreux), le terme dissipatif lié au transfert de masse fluide n'existe donc pas. L'inégalité de Clausius-Duhem (3.1) devient :

$$\Phi_1 + \Phi_2 \geq 0 \quad (4.2)$$

où  $\Phi_1$  est la dissipation volumique intrinsèque (i.e., mécanique) et  $\Phi_2$  est la dissipation volumique thermique. L'**hypothèse de découplage des dissipations** entraîne :

$$\begin{cases} \Phi_1 \geq 0 \\ \Phi_2 \geq 0 \end{cases} \quad (4.3)$$

Comme cela a déjà été montré au §3.1.2, la positivité de la dissipation thermique est assurée par l'adoption de la loi de conduction de Fourier. Ici, la différence majeure par rapport au §3.1.2 vient de la dissipation intrinsèque. Elle n'est pas nulle car le comportement n'est pas élastique.

Pour décrire l'état du matériau soumis à des transformations irréversibles, il faut ajouter aux variables d'état observables ( $\underline{\underline{\varepsilon}}$  et  $T$ ) des variables d'état inobservables (i.e., variables internes) [LEM 01]. Les variables internes autres que le tenseur des déformations plastiques (inélastiques)  $\underline{\underline{\varepsilon}}_p$  et le tenseur des déformations élastiques

$\underline{\underline{\varepsilon}}$  sont généralement notées  $V_k$ . L'énergie libre de Helmholtz  $\Psi$  du système, choisie comme potentiel d'état, dépend de l'ensemble des variables d'état :

$$\Psi = \Psi \left( \underline{\underline{\varepsilon}}, \underline{\underline{\varepsilon}}_p, \underline{\underline{\varepsilon}}_e, T, V_k \right) \quad (4.4)$$

L'**hypothèse de partition des déformations** exprime l'idée que la déformation totale est égale à la somme des déformations élastiques (réversibles), thermiques (réversible) et inélastiques (irréversibles) :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{\varepsilon}}_e + \underline{\underline{\varepsilon}}_{th} + \underline{\underline{\varepsilon}}_p \quad (4.5)$$

Il est alors généralement possible de supposer que le potentiel d'état ne dépend que de la partie élastique des déformations [LEM 01] :

$$\Psi = \Psi \left( \underline{\underline{\varepsilon}}_e, T, V_k \right) \quad (4.6)$$

Les lois d'état qui en découlent sont :

$$\begin{cases} \underline{\underline{\sigma}} = \frac{\partial \Psi}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}_e} \\ -s = \frac{\partial \Psi}{\partial T} \\ A_k = \frac{\partial \Psi}{\partial V_k} \end{cases} \quad (4.7)$$

où  $\underline{\underline{\sigma}}$  est le tenseur des contraintes,  $s$  l'entropie et  $A_k$  la force thermodynamique associée à la variable interne  $V_k$ . Pour définir les lois complémentaires qui décrivent les lois d'évolution des variables internes, tout en s'assurant de la positivité des dissipations, on peut postuler l'existence d'un potentiel des dissipations fonction des variables flux, convexe par rapport à celles-ci et nul à l'origine [LEM 01], [MAU 92] :

$$\phi = \phi \left( \dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_p, \dot{V}_k, \frac{q}{T} \right) \quad (4.8)$$

où le point au-dessus d'une variable désigne la dérivée temporelle. Si l'on se place dans le cadre des matériaux standards généralisés, alors l'hypothèse de normalité des dissipations implique que [LEM 01] :

$$\begin{cases} \underline{\underline{\sigma}} = \frac{\partial \phi}{\partial \dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_p} \\ \underline{g} = -\frac{\partial \phi}{\partial \frac{q}{T}} \\ A_k = -\frac{\partial \phi}{\partial \dot{V}_k} \end{cases} \quad (4.9)$$

où  $\underline{g}$  est la force thermodynamique associée au flux de chaleur  $\frac{q}{T}$ .

Ces hypothèses sont suffisantes, mais elles ne sont pas nécessaires pour que les lois obtenues vérifient le second principe. L'hypothèse de normalité, tout comme l'écriture d'un potentiel des dissipations respectant les conditions ci-dessus, ne sont pas des étapes indispensables. Toutefois, elles permettent de ne pas avoir à vérifier *a posteriori* la positivité des dissipations.

En pratique, les lois complémentaires sont exprimées sous la forme de loi d'évolution des variables flux en fonction des variables duales. Pour cela, le potentiel  $\phi^*$ , dual de  $\phi$  par rapport aux variables flux, est construit par la transformée de Legendre-Frenchel [LEM 01]:

$$\phi^*(\underline{\underline{\sigma}}, A_k, \underline{\underline{g}}) = \sup_{(\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_p, \dot{V}_k, \frac{q}{T})} \left( \left[ \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_p - A_k \dot{V}_k - \frac{g \cdot q}{T} \right] - \phi(\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_p, \dot{V}_k, \frac{q}{T}) \right) \quad (4.10)$$

Les lois complémentaires s'écrivent alors :

$$\begin{cases} \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_p = \frac{\partial \phi^*}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \\ - \dot{V}_k = \frac{\partial \phi^*}{\partial A_k} \\ - \frac{q}{T} = \frac{\partial \phi^*}{\partial g} \end{cases} \quad (4.11)$$

La première de ces équations caractérise la loi d'évolution des déformations plastiques, la seconde les lois d'évolution des autres variables internes (p.ex., endommagement), la dernière la loi de conduction de Fourier.

Moyennant la construction des potentiels  $\Psi$  et  $\phi$  ou  $\phi^*$ , cette méthode permet de définir complètement la loi de comportement non-linéaire du matériau. C'est ce qui fait la force de cette approche. Son point faible est l'absence de technique de mesure directe des potentiels. Ces derniers sont très souvent postulés a priori puis identifiés à partir des lois d'état et des lois complémentaires. Cette méthode fournit donc uniquement un cadre d'écriture et de validation (au sens thermodynamique) de lois de comportement. Cependant, l'utilisation de ce formalisme pour la modélisation des phénomènes multiphysiques permet de faire apparaître naturellement les termes de couplages. C'est une des clefs de l'efficacité de cette approche [MAR 89].

## 4.2.2 Comportement thermo-élastoviscoplastique

La campagne expérimentale a clairement mis en avant le caractère viscoplastique du comportement de la bauxite aux hautes températures. De plus, les cartes des mécanismes de rupture proposées par Gandhi et Ashby pour l'alumine et les oxydes réfractaires [GAN 79] indiquent que le mode de déformation prépondérant est du type fluage intergranulaire. Ainsi, une loi de fluage secondaire de type Norton est une première approche de la modélisation du comportement. Simple à identifier et aisée à mettre en oeuvre, cette loi est à la base de nombreux modèles de comportement visqueux, tant pour les métaux [LEM 01], [FRA 95] que pour les géomatériaux [BER 87].

La loi de viscoplasticité parfaite s'inscrit dans le cadre présenté ci-dessus. Pour mettre en place cette loi de Norton généralisée, quelques hypothèses classiques sont nécessaires [LEM 01]:

H1: *hypothèses d'homogénéité et d'isotropie*

Elles se rapportent uniquement à la microstructure du matériau. Pour être cohérente, l'hypothèse d'homogénéité requiert un volume élémentaire représentatif de



l'ordre de 5 à 7 fois le plus gros grain, soit environ un décimètre cube. Cela n'est pas le cas ici, cette hypothèse est donc très forte. L'hypothèse d'isotropie n'entraîne pas de remarque particulière.

H2: *hypothèse des petites transformations*

Cette hypothèse est raisonnable dans la mesure où les déformations atteintes à la rupture de ce type de matériau sont faibles même à hautes températures, typiquement de l'ordre du pour cent.

H3: *hypothèse de partition des déformations*

On postule que la déformation totale  $\underline{\underline{\varepsilon}}$  (observable) est la somme de la déformation élastique  $\underline{\underline{\varepsilon}}_e$  (réversible), de la déformation inélastique  $\underline{\underline{\varepsilon}}_p$  (plastique) et de la déformation thermique  $\underline{\underline{\varepsilon}}_{th}$  :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{\varepsilon}}_e + \underline{\underline{\varepsilon}}_p + \underline{\underline{\varepsilon}}_{th} \quad (4.12)$$

La déformation inélastique  $\underline{\underline{\varepsilon}}_p$  contient toutes les déformations non réversibles instantanément [LEM 01]: plasticité instantanée, déformation viscoplastique et élasticité retardée. Ici, seule la déformation viscoplastique  $\underline{\underline{\varepsilon}}_v$  sera prise en compte, les autres seront supposées inexistantes.

H4: *hypothèse de sollicitations non endommageantes*

L'effet de l'endommagement dans l'adoucissement ou encore dans les déformations inélastiques n'est pas pris en compte. Cela limite le domaine des déformations envisageables à environ la moitié de la déformation à rupture et les nombres de cycles éventuels, au nombre de cycles à stabilisation des processus [LEM 01]. Cette hypothèse est très forte car le modèle sera identifié en vue de la prévision de l'amorçage de l'écaillage. En toute rigueur, l'accumulation de déformation visqueuse pourra être vue comme le signal avant-coureur de l'amorçage de l'endommagement.

Les variables d'état sont les variables observables, la déformation totale  $\underline{\underline{\varepsilon}}$  et la température  $T$ , et une variable interne décrivant l'état actuel du matériau, la déformation visqueuse  $\underline{\underline{\varepsilon}}_v$ . On considère ici qu'il n'y a pas d'écrouissage, donc pas d'énergie stockée sous forme de contraintes internes. Le potentiel d'état peut être écrit par analogie avec le cas de l'élasticité linéaire sous une forme quadratique définie positive des déformations élastiques :

$$\Psi = \frac{1}{2} \underline{\underline{\varepsilon}}_e : \underline{\underline{C}} : \underline{\underline{\varepsilon}}_e + \Psi_T \quad (4.13)$$

où  $\Psi_T$  est un terme d'énergie libre ne dépendant que de la température,  $\underline{\underline{C}}$  est le tenseur de Hooke d'ordre quatre, dont les coefficients ne dépendent que de la température si l'élasticité est linéaire et en l'absence de changement de phases. L'hypothèse de partition des déformations permet de réécrire ce potentiel :

$$\Psi = \frac{1}{2} \left( \underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}_{th} - \underline{\underline{\varepsilon}}_v \right) : \underline{\underline{C}} : \left( \underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}_{th} - \underline{\underline{\varepsilon}}_v \right) + \Psi_T \quad (4.14)$$

où  $\underline{\underline{\varepsilon}}_v$  est la déformation viscoplastique et  $\underline{\underline{\varepsilon}}_{th}$  est la déformation thermique définie par :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_{th} = \alpha (T - T_o) \underline{\underline{I}} \quad (4.15)$$

avec  $\alpha$  le coefficient de dilatation thermique sécant,  $T_o$  la température de référence et  $\underline{\underline{I}}$  le tenseur identité d'ordre deux.

On notera que les lois d'état (4.7) font de la contrainte  $\underline{\underline{\sigma}}$  la variable associée (force thermodynamique) à la déformation élastique  $\underline{\underline{\varepsilon}}_e$  mais également à la déformation totale  $\underline{\underline{\varepsilon}}$ . De plus, elle est aussi la variable associée à l'opposé de la déformation visqueuse  $-\underline{\underline{\varepsilon}}_v$ . La première de ces lois d'état permet d'obtenir la relation d'élasticité :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{C}} : \left( \underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}_{th} - \underline{\underline{\varepsilon}}_v \right) \quad (4.16)$$

En considérant un domaine élastique défini par  $f(\underline{\underline{\sigma}}) \leq 0$  où :

$$f(\underline{\underline{\sigma}}) = J_2 - \sigma_y \quad (4.17)$$

avec  $J_2$  le second invariant du tenseur des contraintes (équation (3.124)) et  $\sigma_y$  la limite élastique, le potentiel des dissipations  $\phi_1^*$  pour la loi de Norton est défini par [LEM 01] :

$$\phi_1^* = \frac{K}{n+1} \left( \frac{\langle f(\underline{\underline{\sigma}}) \rangle}{K} \right)^{n+1} \quad (4.18)$$

où  $n$  est l'exposant de Norton et  $K$  un coefficient sans nom. Dans cette expression, le symbole  $\langle \rangle$  représente les crochets de Macauley. Ils désignent la partie positive associée au terme contenu dans les crochets.

La loi d'évolution de la variable interne  $\underline{\underline{\varepsilon}}_v$  est entièrement définie par la connaissance du potentiel  $\phi_1^*$  et l'adoption de la règle de normalité (4.11) :

$$\dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_v = \frac{3}{2J_2} \left( \frac{\langle f(\underline{\underline{\sigma}}) \rangle}{K} \right)^n \underline{\underline{S}} \quad (4.19)$$

où  $\underline{\underline{S}}$  est le déviateur du tenseur des contraintes  $\underline{\underline{\sigma}}$  défini par (3.125). Cette loi correspond à une généralisation directe de la loi de Norton obtenue en fluage secondaire.

Ce modèle, dont l'atout principal est la simplicité d'utilisation (implantation numérique), ne reproduit pas fidèlement le comportement de la bauxite. En effet, le module d'Young  $E$  et les coefficients  $K$  et  $n$  identifiés sur des essais de compression (voir §4.3.1) ne permettent pas de simuler correctement les essais de flexion par la méthode des éléments finis (voir §4.3.2). La figure 4.11 illustre ce problème.

La première simulation (Simu-1) a été réalisée avec un jeu de coefficient identifié sur les essais de compression en conservant tous les points jusqu'au pic (figure 4.13(b)). On constate que le comportement obtenu n'est pas assez «raide» en flexion. La seconde simulation (Simu-2) a alors été réalisée en considérant un jeu de coefficients identifié uniquement sur le début des courbes de compression. Dans ce cas, le

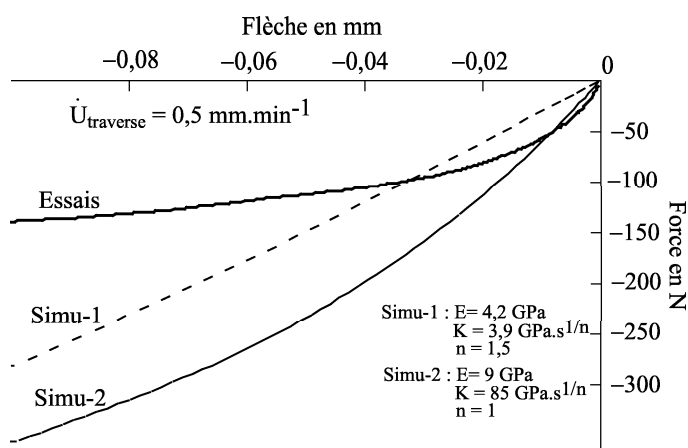


FIG. 4.11 – Simulation d’un essai de flexion trois points avec une loi élastoviscoplas-tique parfaite identifiée sur des essais de compression (B85PCU à  $1250^{\circ}C$ )

comportement en flexion n’est pas suffisamment ductile.

Il semble logique que le module d’Young identifié uniquement sur le début des courbes de compression (module tangent) permette une meilleure simulation du début de l’essai de flexion. En effet, il est admis que pour les matériaux fragiles, le module d’Young identifié en flexion est plus proche du module tangent en compression que du module sécant [SCH 00]. Cependant, une difficulté subsiste : les coefficients  $K$  et  $n$  identifiés en compression ne correspondent pas avec ceux qu’il faudrait adopter pour rendre compte du comportement en flexion, et vice versa. Plus précisément, on constate que pour un même coefficient  $n$ , il est nécessaire d’adopter un coefficient  $K$  nettement plus faible en flexion. La bauxite présente donc un comportement visqueux différent selon le type de sollicitation.

### 4.2.3 Dissymétrisation du comportement

L’endommagement du matériau en traction pourrait expliquer la valeur plus faible de  $K$  en flexion car, dans ce cas, la notion de contrainte effective [LEM 01] amènerait à remplacer  $K$  par  $K(1 - D)$  dans l’expression (4.19), avec  $D$  la variable d’endommagement. Toutefois, cette approche n’a pas été retenue car elle ne permet pas de reproduire la forte dissymétrie observée. Une tentative de partition de l’endommagement, à l’image de celle proposée par Mazars [MAZ 84] ou La Borderie [LAB 91], en un terme lié au comportement visqueux [LEM 92] et un terme lié au comportement élastique [PEE 99], a également échoué. Le nombre élevé de coefficients à identifier compte tenu du nombre limité d’essais disponibles ainsi que les difficultés liées à l’utilisation du modèle pour la simulation numérique des structures ont eu raison de cette première approche. De plus, cette hypothèse n’est pas en accord avec les observations faites sur les éprouvettes qui ne révèlent pas, à première vue, de micro-fissuration dans le matériau après une sollicitation en flexion.

La dissymétrie du comportement mise en évidence plus haut est sans doute liée à

la microstructure composite du matériau. Le réfractaire est composé principalement de grains à base d'alumine dans une matrice essentiellement siliceuse. En service à hautes températures ( $1200^{\circ}\text{C} \leq T \leq 1650^{\circ}\text{C}$ ), les grains d'alumine, dont le point de fusion ( $T_f$ ) est à plus de  $2000^{\circ}\text{C}$ , sont nettement plus raides et moins visqueux ( $0,6 \leq \frac{T_u}{T_f} \leq 0,82$ ) que la phase liante dont le point de fusion est de l'ordre de  $1300^{\circ}\text{C}$  pour le matériau imprégné et  $1700^{\circ}\text{C}$  pour le matériau neuf [BLU 02], [POI 02a], soit un ratio  $\frac{T_u}{T_f}$  compris entre 1,26 (liquide) et 0,95. Ainsi, en compression, on tend rapidement à écraser les grains les uns contre les autres dans la direction de la sollicitation. C'est donc le comportement des grains d'alumine et des points de contact entre ces grains qui gouverne la réponse du matériau. A l'inverse, en traction, on tend à éloigner les grains les uns des autres dans la direction de la sollicitation, c'est donc principalement la matrice qui se déforme. On comprend alors que, même si les mécanismes de déformations visqueuses sont les mêmes, les valeurs des paramètres (i.e., les coefficients de la loi de comportement) diffèrent selon que l'on sollicite celui-ci en traction ou en compression.

Le modèle proposé ci-après est donc une variante de la loi de viscoplasticité parfaite qui reprend l'ensemble des hypothèses qui y sont associées. Les modifications apportées à la loi d'Odqvist ont pour objectif de créer une dissymétrie de comportement visqueux induite par le champ de contrainte. Pour cela, seule l'expression (4.19) de la vitesse de déformation visqueuse est redéfinie. La relation de comportement élastique (4.16) et la définition (4.15) de la déformation thermique sont inchangées.

Pour dissymétriser la loi d'écoulement visqueux, on procède à une **partition du champ des contraintes exprimé dans sa base propre** [LAD 83], [LAB 91], [LEM 92]:

$$\underline{\underline{\sigma}} = \langle \underline{\underline{\sigma}} \rangle - \langle -\underline{\underline{\sigma}} \rangle \quad (4.20)$$

On peut alors définir le déviateur  $\underline{\underline{S}}^+$  de la partie positive des contraintes  $\langle \underline{\underline{\sigma}} \rangle$  et le déviateur  $\underline{\underline{S}}^-$  de la partie négative des contraintes  $\langle -\underline{\underline{\sigma}} \rangle$ :

$$\underline{\underline{S}}^{\pm} = \langle \pm \underline{\underline{\sigma}} \rangle - \frac{1}{3} \text{Tr} \langle \pm \underline{\underline{\sigma}} \rangle \underline{\underline{I}} \quad (4.21)$$

On note que :

$$\underline{\underline{S}} = \underline{\underline{S}}^+ - \underline{\underline{S}}^- \quad (4.22)$$

On définit également  $J_2^+$  et  $J_2^-$ , respectivement le second invariant de  $\langle \underline{\underline{\sigma}} \rangle$  et de  $\langle -\underline{\underline{\sigma}} \rangle$ :

$$J_2^{\pm} = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\underline{S}}^{\pm} : \underline{\underline{S}}^{\pm}} \quad (4.23)$$

La dissymétrisation requiert également l'introduction de deux fonctions seuil, associées respectivement à  $\langle \underline{\underline{\sigma}} \rangle$  et  $\langle -\underline{\underline{\sigma}} \rangle$ :

$$f^{\pm} = J_2^{\pm} - \sigma_y^{\pm} \quad (4.24)$$

Les vitesses de déformations visqueuses associées aux parties positive et négative du tenseur des contraintes sont alors définies par analogie avec la viscoplasticité

classique :

$$\begin{cases} \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_v^+ = \frac{3}{2J_2^+} \left( \frac{\langle f^+ \rangle}{K^+} \right)^{n^+} \underline{\underline{S}}^+ \\ \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_v^- = \frac{3}{2J_2^-} \left( \frac{\langle f^- \rangle}{K^-} \right)^{n^-} \underline{\underline{S}}^- \end{cases} \quad (4.25)$$

La vitesse de déformation visqueuse totale est alors donnée par :

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}} = \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_v^+ - \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_v^- \quad (4.26)$$

Avant de poursuivre, il est nécessaire de s'assurer que ce modèle respecte le second principe. Pour cela, en raison du découplage des dissipations thermique et mécanique, il faut vérifier que la dissipation intrinsèque est positive. Par définition, la dissipation intrinsèque se réduit à [LEM 01] :

$$\Phi_1 = \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} \quad (4.27)$$

En tenant compte de la décomposition (4.20) de  $\underline{\underline{\sigma}}$  et de la décomposition (4.26) de  $\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}$ , la dissipation se réécrit :

$$\Phi_1 = \langle \underline{\underline{\sigma}} \rangle : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_v^+ + \langle -\underline{\underline{\sigma}} \rangle : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_v^- - \langle \underline{\underline{\sigma}} \rangle : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_v^- - \langle -\underline{\underline{\sigma}} \rangle : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_v^+ \quad (4.28)$$

La définition (4.25) des vitesses de déformations visqueuses  $\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_v^+$  et  $\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_v^-$  permet de réécrire la dissipation comme une somme de termes quadratiques :

$$\Phi_1 = \alpha^+ \underline{\underline{S}}^+ : \underline{\underline{S}}^+ + \alpha^- \underline{\underline{S}}^- : \underline{\underline{S}}^- + (\alpha^+ + \alpha^-) \frac{I_1^+ I_1^-}{3} \quad (4.29)$$

avec

$$\begin{cases} I_1^\pm = Tr \langle \pm \sigma \rangle \\ \alpha^\pm = \frac{3}{2J_2^\pm} \left( \frac{J_2^\pm}{K^\pm} \right)^{n^\pm} \end{cases} \quad (4.30)$$

Par définition,  $I_1^+$ ,  $I_1^-$ ,  $\alpha^+$  et  $\alpha^-$  sont positifs ou nuls (équations (4.30)) donc le dernier terme de (4.29) est positif ou nul. Sachant que le produit contracté définit une norme, la contraction d'un tenseur avec lui même produit nécessairement un réel positif ou nul. On conclut que la dissipation est positive ou nulle, ce qui assure le respect du second principe.

Pour des sollicitations unidimensionnelles, la réponse de ce modèle de comportement est identique à celle du modèle rhéologique proposé sur la figure 4.12(a). Suivant que l'on sollicite cet ensemble en traction ou en compression, c'est l'un ou l'autre des amortisseurs qui travaille. Ce modèle peut être simplifié en considérant une limite d'élasticité nulle en traction et en compression (i.e.,  $\sigma_y^+ = \sigma_y^- = 0$ ). Cette idée est représentée sur la figure 4.12(b) où les « patins » représentent en fait des contacts type ponctuel unilatéral.

Avec ce modèle, deux couples de paramètres sont nécessaires pour caractériser le comportement visqueux dissymétrique :  $(K^+, n^+)$  pour le comportement en traction et  $(K^-, n^-)$  pour le comportement en compression. Si l'on considère ces deux

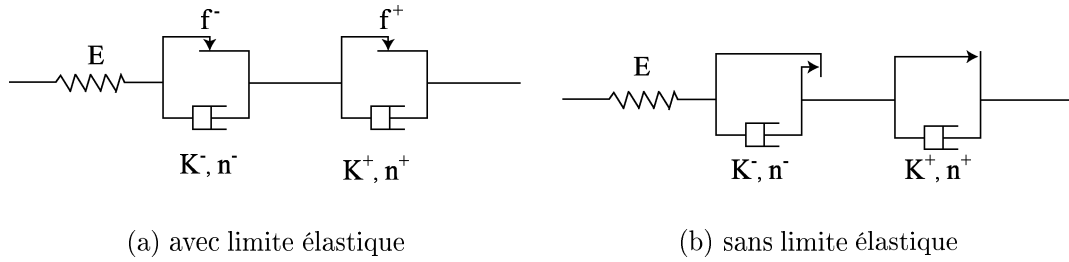


FIG. 4.12 – *Modèle rhéologique de la loi de comportement proposée*

couples égaux, alors, pour les sollicitations simples de traction ou de compression, le comportement redevient symétrique. Il en est de même pour des sollicitations biaxiales ou triaxiales de même signe : compression ou traction bi/triaxiales. Pour les sollicitations combinées traction et compression, le choix de deux couples de paramètres égaux ne permet pas de retrouver la loi de viscoplasticité parfaite (4.19) à partir du modèle proposé (4.26).

Cette dissymétrisation de l'écoulement visqueux introduit une anisotropie du comportement induite par le chargement. Cette anisotropie particulière évolue naturellement avec les sollicitations imposées, les axes d'anisotropie restant strictement colinéaires aux axes principaux du tenseur des contraintes. Il est intéressant de noter que, par choix, ce modèle reproduit des déformations plastiques strictement isochores. En effet, la trace du tenseur des vitesses de déformation visqueuse  $\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_v$  définie par l'équation (4.26) est toujours nulle car elle se décompose en une somme pondérée de traces de déviateurs, nulles par construction. De ce fait, la vitesse de variation du volume plastique est toujours nulle. Ce choix a été adopté délibérément car les moyens expérimentaux disponibles ne permettaient pas de faire des mesures de déformations latérales en compression simple.

### 4.3 Identification

La qualité d'une identification dépend de celle de la base de données expérimentales et de l'expérience du praticien [GOT 02]. La qualité des essais produisant cette base de données englobe leur reproductibilité et leur aptitude à mettre en exergue les caractéristiques à identifier. Une fois ces données acquises, l'identification consiste à déterminer le jeu de coefficients qui minimise une fonctionnelle mesurant l'écart entre les prévisions de la loi de comportement et les résultats expérimentaux [PIL 88]. La convergence vers un jeu de coefficients «raisonnable» dépend du jeu de coefficients initial (problème des minimas locaux) ; c'est là qu'intervient l'expérience du praticien.

Le résultat de l'identification dépend de l'application visée : une bonne identification aux faibles déformations ne reproduit généralement pas fidèlement le comportement aux grandes déformations [GOT 02]. Toute identification est donc néces-

sairement attachée à un domaine de validité. Dans cette étude, le jeu de coefficients identifié doit permettre de reproduire au mieux le comportement du réfractaire sur une large plage de sollicitations, c'est donc davantage la description d'un comportement moyen qui est recherchée plutôt qu'une modélisation fine. Cette dernière n'aurait d'ailleurs pas de sens vu le nombre limité d'essais disponibles.

Le tableau 4.2 récapitule l'ensemble des équations et des paramètres du modèle. On dénombre 9 coefficients à identifier. Les courbes de relaxation mettent en avant l'absence de seuil en contrainte dans les essais de compression (figure 4.6) et de flexion (figure 4.10). Les limites élastiques  $\sigma_y^+$  et  $\sigma_y^-$  sont donc fixées égales à 0. De plus, le coefficient de Poisson  $\nu$  est fixé égal à 0,2, valeur courante pour les matériaux réfractaires. Le coefficient de dilatation thermique sécant  $\alpha$  est identifié à l'aide des essais de dilatométrie (figure 4.2). Il reste 5 paramètres ( $E$ ,  $K^+$ ,  $K^-$ ,  $n^+$ ,  $n^-$ ) à identifier à partir des essais de compression et de flexion.

Equations	Paramètres
Elasticité $\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{C}} (\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}_v - \underline{\underline{\varepsilon}}_{th})$	$E, \nu$
Déformation thermique $\underline{\underline{\varepsilon}}_{th} = \alpha(T - 20)\underline{\underline{I}}$	$\alpha$
Déformation visqueuse $\dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_v = \frac{3}{2} \left( \frac{\langle f^+ \rangle}{K^+} \right)^{n^+} \frac{\underline{\underline{S}}^+}{J_2^+} - \frac{3}{2} \left( \frac{\langle f^- \rangle}{K^-} \right)^{n^-} \frac{\underline{\underline{S}}^-}{J_2^-}$ avec $\begin{cases} \underline{\underline{S}}^+ = \frac{\langle \underline{\underline{\sigma}} \rangle - \frac{1}{3}Tr \langle \underline{\underline{\sigma}} \rangle \underline{\underline{I}}}{\sqrt{\frac{3}{2} \underline{\underline{S}}^+ : \underline{\underline{S}}^+}} \\ J_2^+ = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\underline{S}}^+ : \underline{\underline{S}}^+} \\ f^+ = J_2^+ - \sigma_y^+ \end{cases}$ et $\begin{cases} \underline{\underline{S}}^- = \frac{\langle -\underline{\underline{\sigma}} \rangle - \frac{1}{3}Tr \langle -\underline{\underline{\sigma}} \rangle \underline{\underline{I}}}{\sqrt{\frac{3}{2} \underline{\underline{S}}^- : \underline{\underline{S}}^-}} \\ J_2^- = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\underline{S}}^- : \underline{\underline{S}}^-} \\ f^- = J_2^- - \sigma_y^- \end{cases}$	$n^+, K^+, n^-, K^-$  $\sigma_y^+$  $\sigma_y^-$

TAB. 4.2 – *Equations et paramètres du modèle de comportement élasto-viscoplastique parfait dissymétrique*

Sous une sollicitation de compression pure, il est possible d'identifier les coefficients  $K^-$  et  $n^-$  indépendamment des coefficients  $K^+$  et  $n^+$  car la part du modèle associée à la partie positive du tenseur des contraintes est désactivée. L'identification de  $(K^+, n^+)$  sous une sollicitation de flexion est plus délicate car l'éprouvette est soumise à la fois à des sollicitations de traction et de compression. Il en résulte un couplage entre les deux «parties» du modèle. Néanmoins, comme le matériau est

beaucoup plus visqueux en traction qu'en compression, le couplage en flexion est faible. Les simulations ont montré que le comportement de la zone en traction dicte le comportement de l'éprouvette en flexion ; la courbe effort/flèche est peu sensible à  $K^-$  et  $n^-$ .

Le module d'Young peut, *a priori*, être identifié sur l'un ou l'autre des essais. En pratique, la dispersion d'une éprouvette à l'autre [GOR 82] ainsi que la sensibilité et la fiabilité des dispositifs de mesure de la flèche et de l'effort rendent son identification délicate. De plus, la bauxite présente un caractère fragile à basse température ( $\leq 1000^\circ\text{C}$ ) et sa tenue en traction est très faible à toute température, l'essai de flexion trois points conduit donc à un module d'Young plus élevé que celui identifié en compression. En effet, la rupture rapide de la fibre basse en traction limite considérablement le domaine de déformation sollicité. Le module d'Young identifié en flexion est donc proche du module tangent qui pourrait être obtenu dans un essai de traction pure. A l'inverse, le module identifié en compression se rapproche d'un module sécant. L'identification de ce coefficient nécessite donc d'effectuer des aller-retours d'un type d'essai à l'autre pour converger vers une valeur acceptable pour les deux types de sollicitations.

Finalement, la procédure adoptée pour mener à bien l'ensemble de l'identification est une boucle qui se décompose en trois temps :

1. Un premier jeu de paramètres  $(E, K^-, n^-)$  est identifié sur les essais de compression.
2. Les coefficients  $K^+$  et  $n^+$  sont identifiés sur les essais de flexion trois points et le module d'Young  $E$  est recalé sur ces mêmes essais.
3. Les essais de compression sont simulés avec le nouveau module d'Young afin d'affiner  $K^-$  et  $n^-$ . En fonction du résultat, on retourne éventuellement à l'étape 2 avec le nouveau jeu de coefficients.

Il est clair qu'à l'issue de cette identification, le jeu de coefficients  $(E, K^+, K^-, n^+, n^-)$  permettant de simuler les essais réalisés n'est pas unique. L'absence d'essais supplémentaires et différents ne permet pas de valider rigoureusement l'identification réalisée. Toutefois, l'aptitude de la loi de comportement proposée avec le jeu de coefficients identifiés à représenter correctement deux types d'essais distincts, associé au respect des ordres de grandeur classiques trouvés pour  $E$ ,  $n^+$  et  $n^-$  renforcent la crédibilité du modèle proposé.

### 4.3.1 Identification en compression simple

Les dimensions, la confection, la conservation, la rectification des éprouvettes ainsi que la conduite de l'essai lui-même ont une influence très importante sur les résultats d'essais [GOR 82]. D'une façon générale, pour les réfractaires de sidérurgie (matériau «grossier»), les essais de compression conduisent à une sous-estimation systématique du module d'Young [ROB 95], [HER 00]. Avec le montage utilisé, la réalisation avant la conduite de l'essai de deux ou trois cycles de charge-décharge



à 10-15% de la charge limite de l'éprouvette permet d'éliminer une grande partie des effets parasites liés au tassement des différents contacts du montage [HER 00]. Toutefois, malgré ces précautions, à température ambiante sur des matériaux relativement raides (e.g., béton réfractaires), le module d'Young identifié est sous-estimé de plus de 15% [HER 00]. De plus, la campagne d'essais ayant démarré tardivement, il semble que cette procédure n'ait pas toujours été suivie rigoureusement sur l'ensemble des essais. Le module d'Young identifié en compression devra donc toujours être considéré comme une borne inférieure.

Un jeu de coefficients permettant de simuler au mieux l'ensemble des essais de compression à une température donnée pour un matériau donné a été identifié à l'aide du logiciel Sidolo [PIL 88]. Ce programme fournit un cadre d'implantation de la loi de comportement en Fortran 77 ainsi que les routines nécessaires à une optimisation automatique de l'identification. Pour cela, l'essai est simulé à l'échelle du volume élémentaire. Le chargement en déformation imposée au cours du temps lors de l'essai est introduit en donnée d'entrée de la simulation et la contrainte calculée est comparée à la réponse expérimentale en contrainte. Les paramètres de la loi sont ajustés pour minimiser l'écart entre les simulations et les essais. L'utilisateur a une certaine latitude pour guider l'optimisation en choisissant les paramètres laissés libres, le jeu de coefficient initial et le pas de la dérivation pour la minimisation.

Les coefficients identifiés en compression simple sont rassemblés dans le tableau 4.3. Les figures 4.13 à 4.16 présentent les courbes identifiées et les courbes expérimentales. On constate que l'adéquation entre le modèle identifié et les essais est assez satisfaisante pour ce type de matériau.

Matériaux	T (°C)	$E$ (MPa)	$K^-$ (MPa.s <sup>1/n</sup> )	$n^-$
B85PCU	1000	6500	560	2,7
	1250	4200	3900	1,5
VL85PT-ZI	1250	4240	3595	1.56
	1400	750	9680	1
VL85PT-ZS	1000	9500	500	3,3
	1250	2500	5200	1,5
VL85PT neuve	1250	2268	4461	1.61

TAB. 4.3 – Résultats de l'identification sur la base des essais de compression simple uniquement

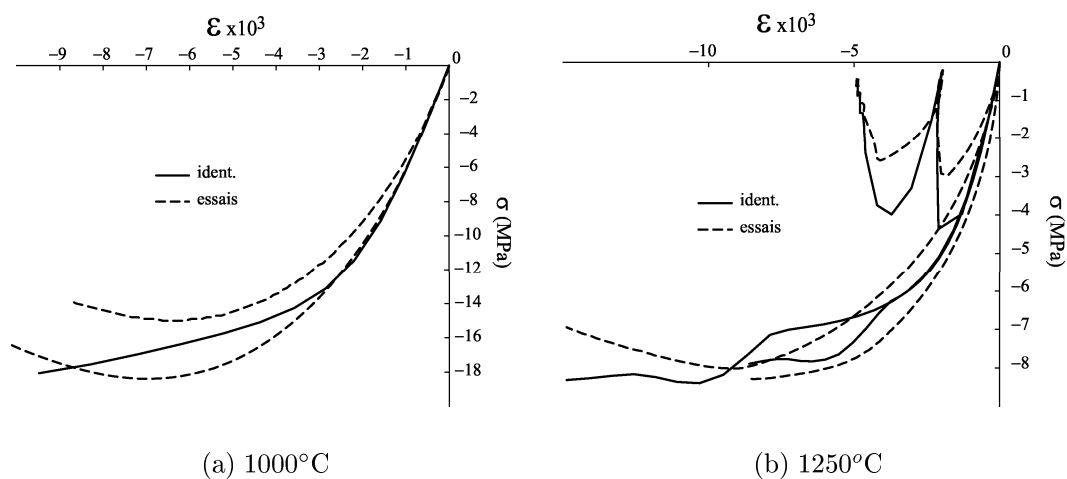


FIG. 4.13 – Résultats de l'identification sur la base des essais de compression simple de la qualité B85PCU pour deux températures différentes

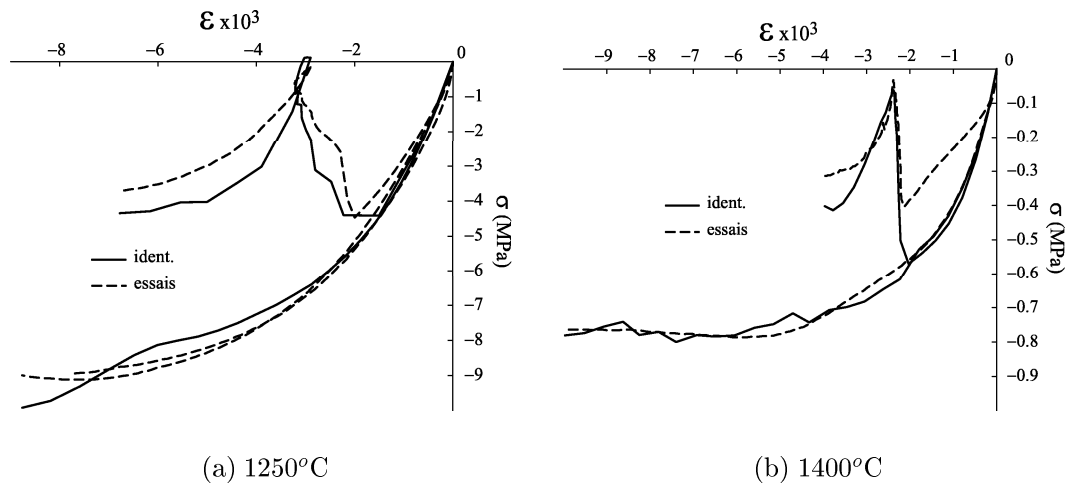


FIG. 4.14 – Résultats de l'identification sur la base des essais de compression simple de la qualité VL85PT imprégnée en poche pour deux températures différentes

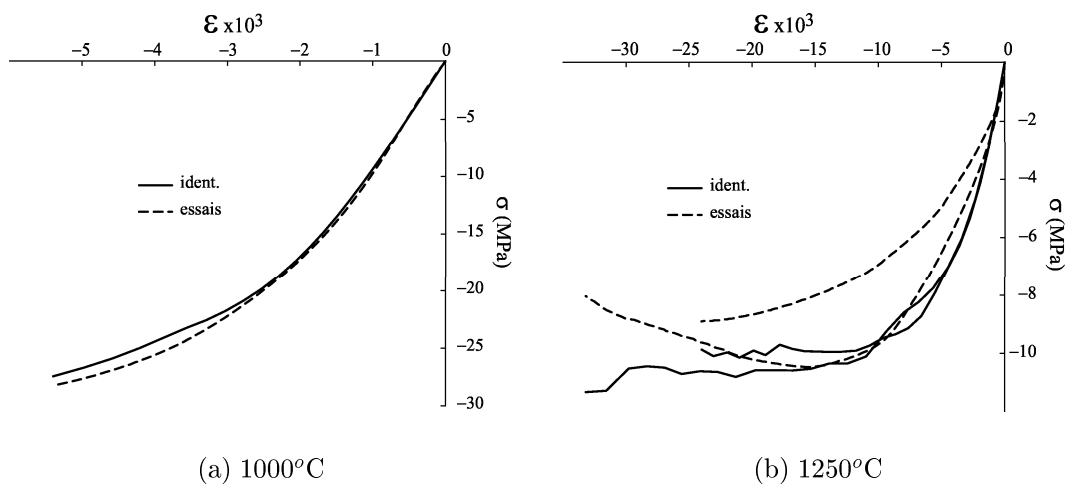


FIG. 4.15 – Résultats de l'identification sur la base des essais de compression simple de la qualité VL85PT prélevé en poche mais non imprégnée pour deux températures différentes

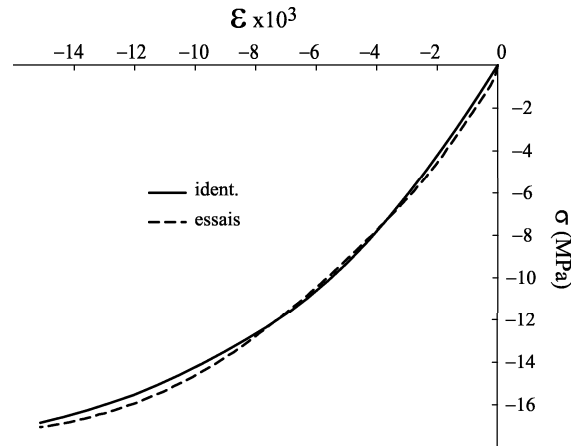


FIG. 4.16 – Résultats de l’identification sur la base de l’essai de compression simple de la qualité VL85PT neuve à 1250°C

### 4.3.2 Identification en flexion trois points

Le frottement et/ou l’adhérence au niveau du contact éprouvette/montage induit un effort tangentiel conséquent au regard des efforts mesurés. Il en résulte une raideur apparente plus élevée que la raideur réelle de l’éprouvette. La méconnaissance du coefficient de frottement au contact (modèle de Coulomb) complique l’identification du couple  $(K^+, n^+)$  et le recalage du module d’Young. Pour des raisons de simplicité, ce coefficient a été fixé égal à 0,7, valeur moyenne du coefficient de frottement entre deux briques de bauxite [TER 03].

Le comportement inélastique, combiné à l’essai de flexion trois points avec prise en compte du frottement éprouvette/appuis, ne permet pas de trouver une relation directe décrivant l’évolution de la courbe effort-flèche en fonction des coefficients matériau. L’essai a donc été simulé avec le code de calcul par éléments finis Abaqus 5-8 [Aba98a]. La modélisation par éléments finis de l’éprouvette est identique à celle réalisée par Robin [ROB 95] et la loi de comportement a été implantée dans le code Abaqus à l’aide de l’environnement de programmation Viscoendo développé au LMT-Cachan [BEN 88], [HAK 92]. Les coefficients sont ajustés manuellement par comparaison de la courbe flèche/force obtenue par la simulation numérique avec les courbes expérimentales.

Seuls les essais de flexion sur la qualité B85PCU sont exploitables, l’identification se limite donc à ce cas. Les coefficients identifiés sont rassemblés dans le tableau 4.4. Le module d’Young est, comme indiqué précédemment, systématiquement supérieur à celui identifié en compression. Le coefficient  $n^+$  est supérieur à  $n^-$  d’un dixième. La figure 4.17 présente les courbes identifiées et les courbes expérimentales. On constate une très bonne adéquation avec les essais qui ont guidé l’identification.

Matériaux	T (°C)	E (MPa)	$K^+$ (MPa.s <sup>1/n</sup> )	$n^+$
B85PCU	1000	15000	60	2,8
	1250	7500	300	1,6

TAB. 4.4 – Résultats de l'identification sur la base des essais de flexion trois points uniquement

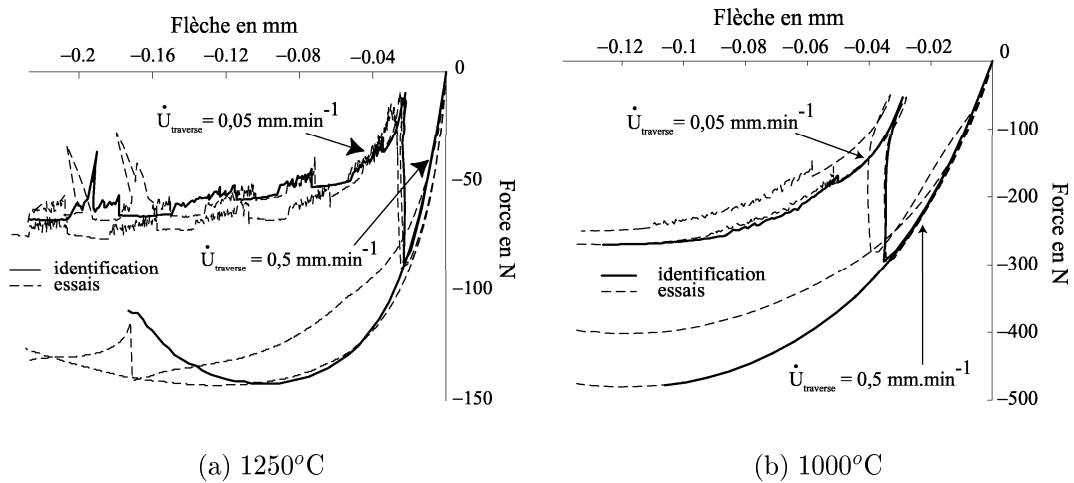


FIG. 4.17 – Résultats de l'identification sur la base des essais de flexion trois points de la qualité B85PCU à deux températures différentes

### 4.3.3 Bilan

Comme l'attestent les figures 4.13 à 4.17, les jeux de coefficients proposés dans les tableaux 4.3 et 4.4 permettent de décrire raisonnablement les essais de compression simple et de flexion trois points pris séparément. Un compromis reste à trouver afin d'obtenir un jeu de coefficients moyen permettant de reproduire correctement les essais de compression et de flexion.

Aux différentes températures d'essai le module d'Young identifié en flexion est très élevé par rapport à celui identifié en compression. La différence entre le module sécant (compression) et le module tangent (flexion) peut être importante pour un matériau élastique-fragile, mais les résultats présentés ici dépassent les 15 à 20 % d'écart généralement admis [HER 00]. Typiquement, le rapport entre les modules est de l'ordre de 1,7. Toutefois, Robin présente des résultats du même ordre de grandeur pour une magnésie carbone à température ambiante [ROB 95]. Ses valeurs expérimentales (p. 77) sont de l'ordre de 11 GPa en compression et de 17 à 23 GPa en flexion, soit un rapport moyen de 1,8. Pour les matériaux réfractaires, à l'inverse des matériaux métalliques, il existe donc une grande incertitude quant à la détermination du module d'élasticité. La microstructure grossière du matériau est probablement à l'origine de phénomènes complexes mal pris en compte par le modèle de comportement élastique. Face à ce problème, il a été décidé de prendre des valeurs moyennes. Le comportement est donc un peu trop raide en compression et pas assez en flexion. Toutefois, le résultat reste acceptable (figures 4.18 et 4.19).

Les coefficients  $n^+$  et  $n^-$  sont peu différents ; ils présentent moins de 7 % d'écart. Par souci de simplification, il a donc été imposé qu'ils soient égaux :

$$n = n^+ = n^- \quad (4.31)$$

La flexion étant une sollicitation composée plus proche des sollicitations en service que la compression, elle a été favorisée. On a donc conservé la valeur identifiée en flexion lorsque celle-ci était disponible. Le coefficient  $K^+$  n'a pas pu être identifié pour les nuances de matériaux pour lesquels on ne disposait pas d'essais de flexion. Toutefois, on constate que dans les deux cas où les essais de compression et de flexion ont été réalisés (B85PCU à 1000°C et 1250°C) le rapport de ces deux coefficients est :

$$\frac{K^-}{K^+} \approx 8,5 \quad (4.32)$$

Ce rapport a été conservé pour estimer  $K^+$  pour la VL85PT en ZI et ZS.

Ces considérations ont permis de définir l'ensemble des coefficients nécessaires pour simuler au mieux les essais de compression simple et de flexion trois points. Les valeurs finales des coefficients sont rassemblées dans le tableau 4.5. Les figures 4.18 et 4.19 présentent une comparaison entre les résultats de simulations avec ces jeux de coefficients et les résultats expérimentaux. Malgré les hypothèses précédentes, on constate que le comportement moyen est correctement reproduit.

Matériaux	T (°C)	$E$ (MPa)	$K^-$ (MPa.s <sup>1/n</sup> )	$K^+$ (MPa.s <sup>1/n</sup> )	$n$
B85PCU	1000	11000	500	60	2.8
	1250	6000	2600	300	1,6
VL85PT-ZI	1250	4240	3595	<i>423</i>	1.56
	1400	750	9680	<i>1139</i>	1
VL85PT-ZS	1000	9500	500	<i>60</i>	3,3
	1250	1875	4670	<i>550</i>	1,5
VL85PT neuve	1250	2268	4461	<i>525</i>	1.61

TAB. 4.5 – Résultats de l'identification globale, sur les différentes nuances, des coefficients du modèle élasto-viscoplastique dissymétrique (en italique, valeurs estimées avec l'équation (4.32))

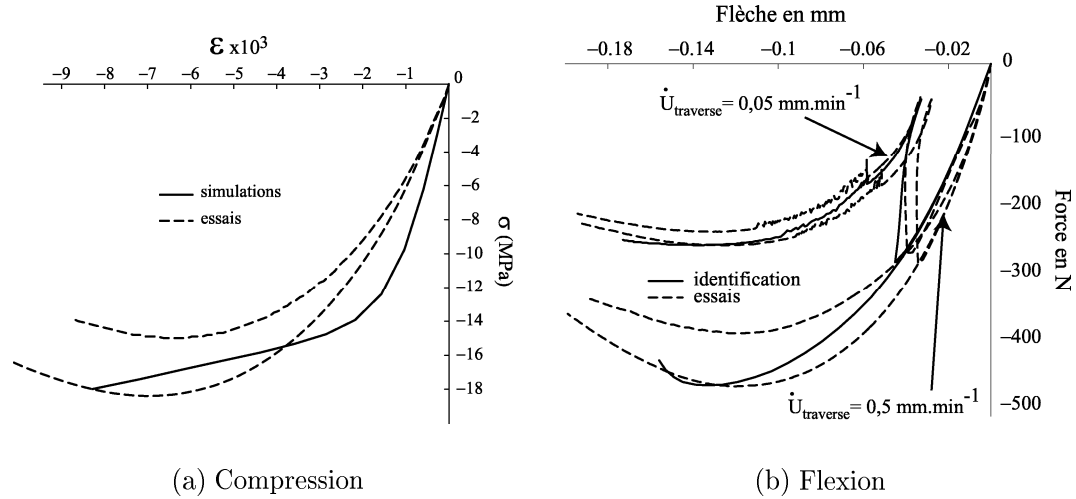


FIG. 4.18 – Résultats de l'identification globale sur la qualité B85PCU à 1000° C

La figure 4.20(a) présente l'évolution du module d'Young avec la température. Pour toutes les nuances, on constate que dans la plage de températures considérée le module d'Young décroît rapidement. De manière assez surprenante, la pente de décroissance est à peu près la même quelle que soit la nuance, imprégnée ou non. Pour autant, le module d'Young à une température donnée n'est pas le même pour toutes les qualités. Par exemple, la nuance B85PCU est systématiquement plus raide que la nuance VL85PT ZI, elle même plus raide que la nuance VL85PT ZS. Cette supériorité du module élastique de la nuance B85PCU est probablement due à son faible endommagement initial (brique neuve) comparativement à la nuance VL85PT qui a été prélevée lors d'un démontage de poche et est donc fortement endommagée. Cet endommagement initial a d'ailleurs été confirmé lors des tentatives infructueuses d'essai de flexion trois points. Enfin, l'aspect linéaire de l'évolution avec la température est sans doute renforcé par le peu de données disponibles pour chaque nuance. Quelques points supplémentaires seraient nécessaires pour confirmer cette tendance.

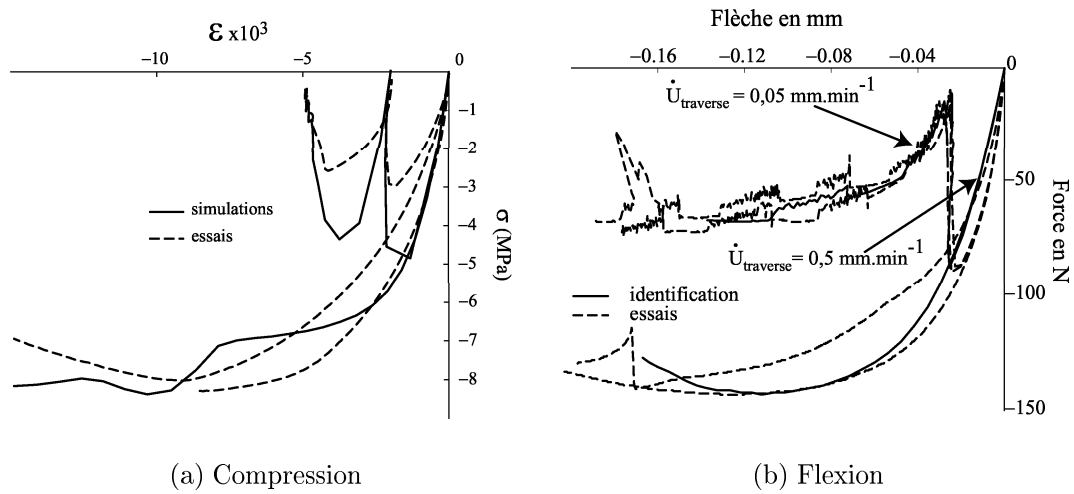
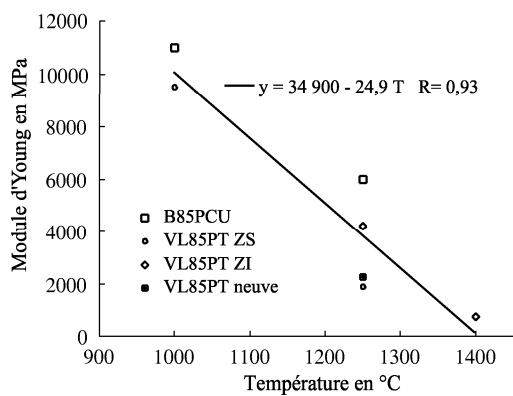


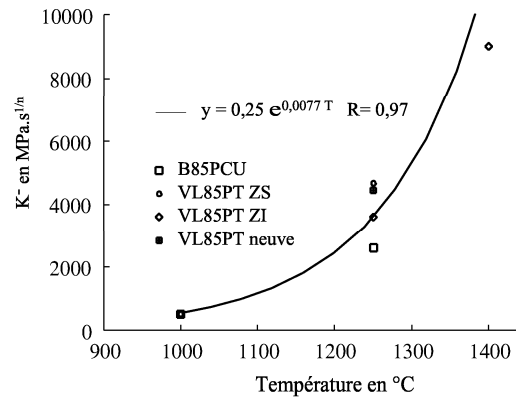
FIG. 4.19 – Résultats de l'identification globale sur la qualité B85PCU à 1250°C

La figure 4.21 présente l'évolution de  $n$  avec la température. On constate à nouveau une décroissance linéaire avec la température, sensiblement de même pente quelle que soit la nuance. De plus, pour une température donnée, ce coefficient fluctue peu d'une qualité à l'autre : pas plus de 16 % d'écart dans le cas le plus défavorable (1000°). Le coefficient  $K^-$  présente de plus fortes fluctuations d'une nuance à l'autre. Cependant, comme on peut le voir sur la figure 4.20(b), sa croissance avec la température peut être approchée d'une manière satisfaisante par une même exponentielle pour toutes les qualités. Cette influence marquée de la température va dans le sens d'une modélisation d'ensemble de la brique par un seul matériau dont les coefficients évoluent uniquement avec cette dernière. Les effets de l'imprégnation sur le comportement aux hautes températures sont apparemment très faibles. En ce sens, les résultats des identifications à 1250°C sur la VL85PT ZI et ZS sont clairs : les différents coefficients sont proches, exceptés les modules d'Young qui diffèrent de près de 50%. Etant donnée la difficulté d'identification du module élastique, cet écart est tout à fait raisonnable.





(a) Module d'Young *vs.* Température



(b)  $K$  *vs.* Température

FIG. 4.20 – *Synthèse de l'identification complète sur l'ensemble des nuances : évolution de  $E$  et  $K$  avec la température. Le coefficient de corrélation  $R$  est élevé*

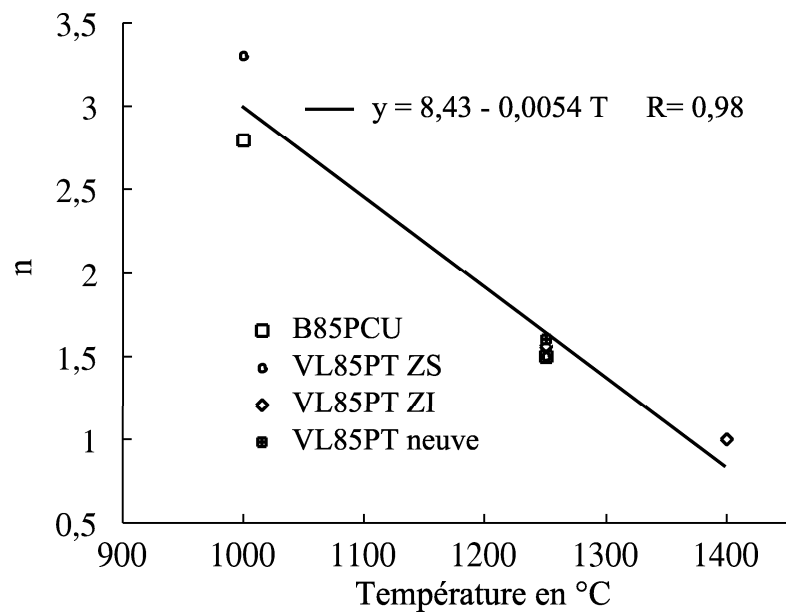


FIG. 4.21 – *Synthèse de l'identification complète sur l'ensemble des nuances : évolution de  $n$  avec la température. Le coefficient de corrélation  $R$  est élevé*

## 4.4 Simulation E.F. de la couche d'usure

L'objet de ces simulations est d'étudier les effets du comportement thermomécanique non-linéaire de la bauxite aux hautes températures sur la tenue de la couche d'usure des poches à acier. L'écaillage apparaissant après plusieurs dizaines de coulées c'est, par exemple, une accumulation localisée des déformations ou une localisation répétée des contraintes qui pourraient expliquer l'endommagement responsable de l'écaillage.

### 4.4.1 Implantation de la loi de comportement dans Abaqus

Le modèle de comportement thermoélasto-viscoplastique dissymétrique proposé plus haut (§4.2.3) a été implanté dans le code de calcul par éléments finis ABAQUS [Aba98a] par l'intermédiaire d'une routine UMAT. La programmation de cette loi a été réalisée dans l'environnement VISCOENDO développé au LMT-Cachan pour implanter des lois de comportement définies dans le cadre de la thermodynamique des milieux continus à variables internes scalaires et tensorielles [BEN 88], [HAK 92]. Cet environnement est constitué de deux groupes de sous-programmes :

- le noyau, qui rassemble les routines d'intégration du système d'équations qui régit le comportement (i.e., équations d'état et équations d'évolution des variables internes) et qui calcule le jacobien  $\frac{d \Delta \underline{\underline{\sigma}}}{d \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}}$ ;
- des routines ouvertes dans lesquelles les lois de comportement sont implantées.

La résolution de l'équilibre global est réalisée dans ABAQUS par un algorithme de Newton pur cohérent. Au cours de cette résolution le sous-programme VISCOENDO est appelé à chaque itération en chaque point de Gauss. ABAQUS fournit comme donnée d'entrée à la routine UMAT les valeurs de toutes les variables d'état à l'instant considéré ainsi que le temps, l'incrément de temps, l'incrément de déformation totale et l'incrément de température. Dans le sous-programme, les équations d'évolution sont intégrées avec la thêta-méthode et la résolution du système ainsi obtenue est réalisée par une méthode de Newton. Lorsque la solution de ce système a convergé, les variables d'état sont réactualisées et le jacobien  $\frac{d \Delta \underline{\underline{\sigma}}}{d \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}}$  est calculé afin de réactualiser la matrice de raideur globale. De plus amples informations sur l'algorithme d'intégration de la loi de comportement sont fournies dans [BEN 88], [HAK 92],[GOT 02].

Par souci de simplicité, il a été décidé de prendre en compte l'évolution des coefficients  $E$ ,  $K^-$ , et  $n$  avec la température en programmant directement les expressions analytiques des régressions représentées sur les figures 4.20 et 4.21. Afin que ces coefficients restent dans des ordres de grandeur acceptables, ces évolutions ont été bornées. Pour cela, la température critique a été déterminée comme étant celle pour laquelle l'exposant de Norton était égal à l'unité. En effet, en-deça de cette valeur, on tend vers un comportement de type fluide. Ainsi, au-delà de la température critique de 1367°C, l'exposant de Norton est fixé égal à 1 et le coefficient  $K^-$  est fixé égal à 8670 MPa.s<sup>1/n</sup>. De plus, pour éviter d'avoir un module d'Young nul, on fixe arbitrairement sa valeur minimale à 100 MPa. Ce modèle numérique de comportement mécanique ne présente donc pas un grande tenue mécanique au-delà de 1367°C, ce qui est, a priori, représentatif de la réalité. En effet, il a été constaté que la ZI présente un affaissement de 0,5% dès 1250°C (§4.2), ce qui laisse présager une faible tenue mécanique au-delà de 1400°C. L'ensemble de ces choix est rassemblé dans le tableau 4.6.

Le coefficient de Poisson pour un matériau devenu quasi-liquide n'est sans doute pas très clairement défini et sa valeur n'est probablement pas la même que celle du matériau solide. De plus, le coefficient de dilatation «liquide» n'est certainement pas

Elasticité	$E = \begin{cases} 34900 - 24,9 T \text{ (MPa)} \\ \text{si } E \leq 100 \text{ MPa alors } E = 100 \text{ MPa} \end{cases}$ $\nu = 0,2$
Viscosité	$n = \begin{cases} 1 \text{ si } T \geq 1367^\circ\text{C} \\ 8,43 - 0,0054 T \text{ sinon} \end{cases}$ $K^- = \begin{cases} 8670 \text{ MPa}\cdot\text{s}^{1/n} \text{ si } T \geq 1367^\circ\text{C} \\ 0,25 e^{0,0077 T} \text{ MPa}\cdot\text{s}^{1/n} \text{ sinon} \end{cases}$ $K^+ = K^- / 8,5$
Dilatation	$\alpha = 6,8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

TAB. 4.6 – *Implantation du modèle élasto-viscoplastique dissymétrique dans Abaqus : évolution des coefficients avec la température  $T$  (en °C)*

le même que celui du matériau solide. Compte tenu du temps imparti, de l'ampleur et de la difficulté du travail expérimental nécessaire pour déterminer plus précisément ces deux coefficients après  $1400^\circ\text{C}$ , il a été décidé de les supposer constants sur toute la plage de températures. Ainsi, le coefficient de Poisson a été fixé égal à 0,2 et le coefficient de dilatation thermique sécant  $\alpha$  a été pris égal à  $6,8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , valeur moyenne (ZI et ZS) calculée dans la gamme de températures allant de  $200^\circ\text{C}$  à  $1400^\circ\text{C}$ .

Compte tenu des estimations des différents coefficients introduites pour les températures élevées, les déformations obtenues dans les premiers millimètres lors de la phase de chauffage seront à interpréter avec beaucoup de prudence.

#### 4.4.2 Géométrie, maillage et conditions aux limites

Les principales hypothèses adoptées pour ces simulations sont résumées sur la figure 4.22. La géométrie adoptée est celle d'un revêtement cylindrique de 4 m de diamètre intérieur pour 150 mm d'épaisseur, infini suivant son axe, dont on ne considère qu'une partie : un «anneau». Le maillage réalisé est 2D-axisymétrique. Il comporte 96 éléments finis rectangulaires à huit noeuds. Les simulations thermique et mécanique ont été découplées : le calcul thermique fournit le champ spatio-temporel de température qui sert de chargement au calcul élastoviscoplastique.

Pour simuler le comportement thermique de la paroi, une température ( $T_d$ ) égale à  $1600^\circ\text{C}$  a été imposée en Face Chaude lors de la phase d'affinage (i.e., poche pleine) tandis que lors de la vidange-attente (i.e., poche vide) une condition de type échange thermique par convection ( $\Phi_T$ ) a été imposée sur cette même face. Pour cela, la température à l'infini a été fixée à  $1200^\circ\text{C}$  et le coefficient de convection thermique a été pris égal à  $50 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ . En Face Froide (i.e., face arrière) un coefficient de convection de  $12 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$  avec une température extérieure de  $40^\circ\text{C}$  ont été im-

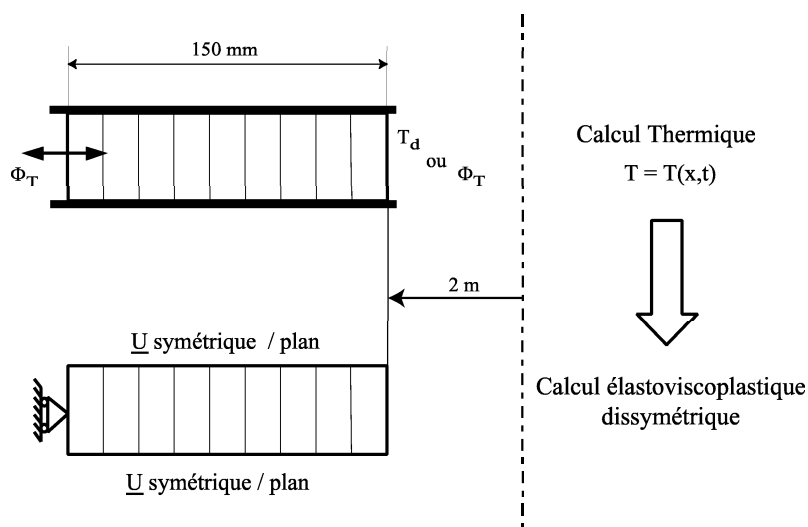


FIG. 4.22 – Géométrie, maillage et conditions aux limites : résumé

posés en permanence.

Sur le plan mécanique, la FC a été supposée libre de se déplacer tandis que la face arrière a été bloquée radialement. Du fait que l’anneau considéré soit au sein d’une maçonnerie supposée infinie axialement, une condition de symétrie des déplacements par rapport au plan horizontal a été imposée sur les deux faces latérales.

### 4.4.3 Résultats

Bien que différentes cadences aient été simulées, il n’a pas été observé d’influence particulière de la fréquence ou de la durée des phases successives (poche vide/pleine) sur la localisation des contraintes et/ou des déformations. Seuls les niveaux atteints diffèrent. La figure 4.23 présente le chargement thermique supposé être le plus nocif, il combine une longue période d’affinage (300 minutes) et une longue période d’attente (250 minutes). Cette cadence a été choisie au vu des travaux d’Evenepoel et al. [EVE 99]. Les résultats présentés correspondent au régime permanent, l’origine du temps indiqué en légende a été prise au début du  $n$ ème cycle d’affinage.

Le champ spatio-temporel de contrainte radiale est présenté sur la figure 4.24. Poche pleine (figure 4.24(a)), on observe une faible contrainte de compression, inférieure à 0,1 MPa en valeur absolue, qui ne peut pas engendrer de fissuration. Poche vide (figure 4.24(b)), on observe une faible contrainte de traction qui ne dépasse pas 0,02 MPa. Ce faible niveau de contrainte ne permet pas de justifier d’une fissuration parallèle à la Face Chaude, d’autant que le maximum est atteint plus de 100 mm en arrière de celle-ci, dans une zone où la tenue mécanique est bonne ( $T \leq 1200^\circ\text{C}$ ). Le champ de contrainte radiale ne permet donc pas de justifier l’écaillage observé.

La contrainte axiale est identique à la contrainte orthoradiale. Leur évolution est présentée sur la figure 4.25. Lors de la montée en température (figure 4.25(a)), on

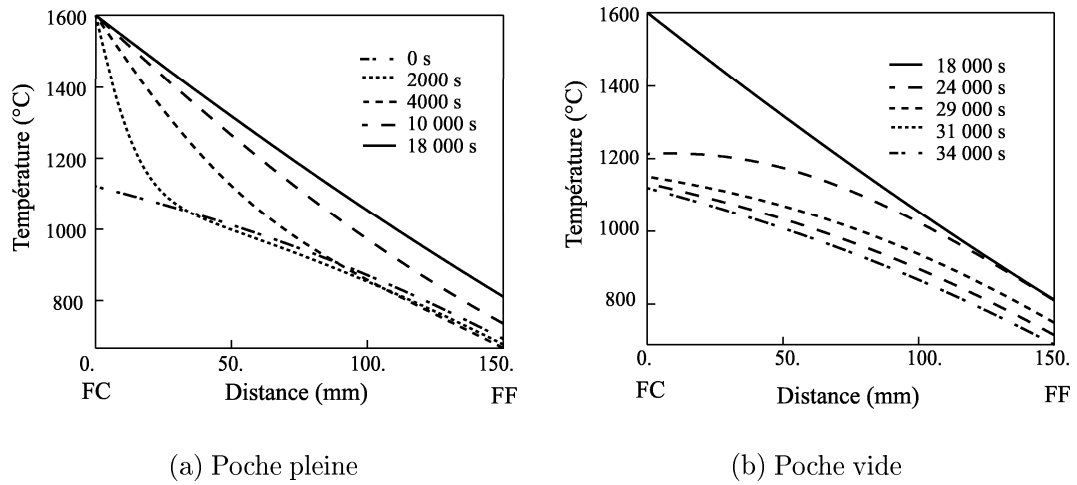


FIG. 4.23 – *Chargement thermique : champ spatio-temporel de température*

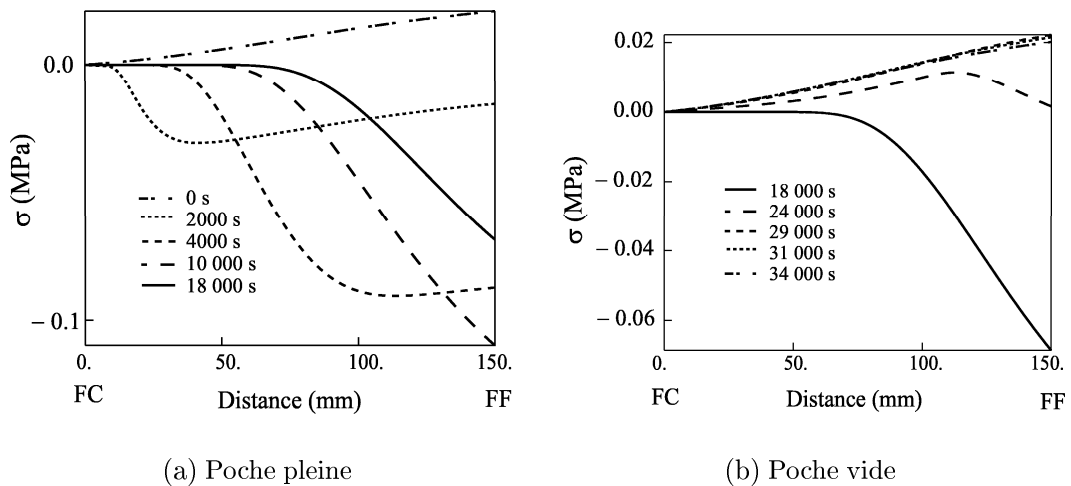


FIG. 4.24 – *Evolution de la contrainte radiale en fonction de la distance à la Face Chaude*

observe un pic de compression avec des niveaux de contrainte de quelques MPa. Ce pic augmente d'abord tout en se déplaçant vers l'intérieur, atteint un maximum de 4 MPa à 60 mm en arrière de la Face Chaude, puis décroît tout en continuant à se déplacer vers l'intérieur. Cet état de compression biaxiale (e.g., compression axiale et orthoradiale) est favorable à un écaillage par flambage, la perturbation initiatrice pouvant être une surpression interstitielle (Chp. 3) ou une déformation radiale de l'enceinte extérieure lors du déplacement de la poche. Au cours du refroidissement (figure 4.25(b)), cet état de contrainte cède la place à une traction triaxiale (voir figure 4.24(b)) qui ne dépasse pas 0,4 MPa en amplitude, valeur maximale atteinte à environ 100 mm en arrière de la FC. Cette faible traction triaxiale peut générer un endommagement diffus (décohésion de grains, croissance de pores, ...) susceptible d'amorcer le flambage lors de la remontée en température. Il apparaît donc que,

# Conclusion et Perspectives

La dégradation des réfractaires de sidérurgie résulte de couplages forts entre des phénomènes mécanique, thermique et chimique dont les études font l'objet de spécialités différentes, ce qui implique un transfert horizontal des acquis. Dans cette thèse, la problématique du couplage a été étudiée avec un unique point de vue : celui du mécanicien. En amont, c'est l'élaboration d'une démarche d'analyse globale des couplages dans les matériaux réfractaires qui nous a d'abord intéressés. En aval, cette démarche a été utilisée dans le but d'identifier les facteurs pilotant l'écaillage de la couche d'usure des poches à acier et de justifier l'influence de la rotation des poches sur la durée de vie du revêtement d'usure.

La démarche proposée repose sur un schéma de couplage adapté aux réfractaires de sidérurgie dans lequel apparaissent trois pôles : la Thermomécanique, l'Imprégnation et les Changements de phases. Chacun de ces pôles, ainsi que les couplages associés, sont de complexités inégales. Face à l'impossibilité pratique de prendre en compte l'ensemble des couplages possibles, l'étude de quelques couplages supposés dominants a été privilégiée.

L'étude du couplage Imprégnation - Changement de phases, présentée dans le chapitre deux, a permis d'identifier un traceur chimique naturel de l'imprégnation, le phosphore, et d'identifier quatre zones de microstructure distincte au sein du réfractaire en service : une zone pâteuse/dissoute, une zone imprégnée saturée en liquide, une zone imprégnée non-saturée et une zone non imprégnée. De plus, le rôle du gradient thermique dans la formation de cette stratification a été relativisé par les résultats d'imprégnation en laboratoire à température homogène. Cependant, il n'a pas été possible d'identifier les phases en présence à hautes températures. Il ressort que l'étude de plusieurs systèmes simples (p.ex., trois composants :  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{CaO}$ ) est un préalable indispensable à une étude fine du matériau complexe formé par la bauxite et les laitiers sidérurgiques. Ce type d'étude a déjà été esquissé par Poirier et al. [POI 02b].

Les observations réalisées au M.E.B. n'ont pas plaidé en faveur de l'hypothèse classique de la rupture liée à un changement de phase avec gonflement. En effet, on n'observe pas de grain particulier à l'intérieur ou aux alentours immédiats des micro-fissures soupçonnées être à l'origine de l'écaillage. De plus, bien que la bauxite soit sujette à un gonflement permanent à hautes températures [MCG 61], la courbe de dilatométrie réalisée sur un matériau prélevé en poche est linéaire. Il semble donc que les produits se stabilisent en service après quelques cycles. Ce point mériterait

une analyse rigoureuse pour s'assurer de la stabilisation des produits.

Les effets du chargement thermique sur la durée de vie du revêtement ne pouvant pas être élucidés par le couplage Imprégnation-Changement de phases, une explication a alors été recherchée du côté du couplage Thermomécanique-Imprégnation. Celui-ci a été abordé dans le chapitre trois avec les outils de la mécanique des milieux poreux saturés en liquide non-réactif. L'objectif étant l'identification des paramètres clefs et de leur influence, une étude analytique a été privilégiée. Le cas théorique d'un milieu semi-infini poroélastique soumis à un chargement thermique harmonique a permis de comprendre la différence essentielle entre un chargement thermique monotone et cyclique : le premier provoque une sur-pression interstitielle qui se propage tandis que le second provoque une localisation de la sur-pression. Il a été établi que cette localisation est liée au rapport des diffusivités thermique et hydraulique et à l'inverse de la racine carrée de la fréquence du cyclage. L'amplitude de cette pression est liée à l'amplitude du cyclage thermique mais également au rapport des diffusivités. Toutefois, si la transposition des tendances au cas des réfractaires de couche d'usure est raisonnable, le transfert quantitatif pose encore des problèmes. En effet, les hypothèses du modèle analytique ne sont pas toutes respectées. D'autre part, la réalisation de simulations numériques représentatives soulève des difficultés spécifiques au problème de double diffusion (oscillations liées à l'intégration en temps). Enfin, l'exploitation du modèle se heurte au manque de données (p.ex., diffusivité hydraulique du réfractaire).

C'est dans le but de lever l'hypothèse de comportement élastique du squelette solide qu'une campagne d'essais mécaniques a été réalisée afin de caractériser le comportement réel de la bauxite à hautes températures, imprégnée ou non. L'ensemble des essais réalisés a permis de constater que ce réfractaire présentait un comportement visco-plastique dissymétrique dépendant de la température. Ce comportement thermomécanique non-linéaire particulier a nécessité l'écriture d'un modèle adapté. A l'issue de ce travail, qui fait l'objet du chapitre 4, quelques simulations numériques ont été réalisées à l'échelle d'une structure axisymétrique représentative d'une poche à acier. Pour ces simulations, un milieu monophasique a été considéré (i.e., suppression du couplage Imprégnation-Thermomécanique). Les résultats obtenus montrent que le comportement mécanique non-linéaire de la bauxite ne peut pas justifier, à lui seul, les dégradations observées.

A court terme, il est envisagé de coupler le comportement visqueux dissymétrique et l'approche de milieux poreux. En effet, l'état de compression biaxiale dû à la géométrie de la poche, couplé à une localisation de la pression interstitielle, devrait faciliter un flambage localisé de la paroi, en d'autre terme, cela pourrait concourir à la formation d'une cloque. Cependant, la simulation numérique de la consolidation thermique d'une structure axisymétrique avec un comportement poro-visco-plastique dissymétrique introduit une difficulté supplémentaire. En effet, trois temps caractéristiques différents sont présents : thermique, flux de masse, viscosité.

A plus long terme, le développement de moyens de mesures (corrélation d'images,

thermographie infrarouge, thermogravimétrie... ) et de moyens d'essais (contrôle de la température, de l'apport en laitier, ...) adaptés aux conditions d'utilisation des réfractaires est indispensable pour la validation et l'amélioration des modèles. En effet, le rayonnement thermique, les mouvements de convection, l'intensité des flux thermiques (qui empêche de s'approcher) ou encore l'agressivité chimique des laitiers rendent difficiles les observations à hautes températures. L'impossibilité actuelle d'accéder à des données physiques précises en service est un des obstacles majeurs à l'obtention de résultats quantitatifs. Que l'on s'intéresse à la microstructure, aux phases en présence ou à des caractéristiques mécaniques, les données à hautes températures doivent être extrapolées à partir de mesures et d'observations à températures plus basses. Le cas de la diffusivité hydraulique est en ce sens exemplaire : connaissant la perméabilité à l'ambiante (20°C), il faut extrapoler celle en service (1600°C). Cela pose le délicat problème de la représentativité des valeurs utilisées. De même, les dégradations ne peuvent être expertisées qu'à froid, certaines fissures peuvent donc n'être que le produit du refroidissement de la paroi. Face à ce manque cruel de données fiables, beaucoup d'hypothèses fortes sont faites afin d'obtenir des tendances et/ou des bornes.

Pour finir, il apparaît que la poursuite des recherches sur la dégradation des réfractaires de sidérurgie passe par une amélioration des possibilités de la simulation numérique. Deux points posent particulièrement problème : la simulation de phénomènes couplés avec des temps caractéristiques très différents (hydraulique/thermique /chimie); la simulation de la rotation des poches (modèle de chargement, apparition de pression négative,...).



# Bibliographie

- [Aba98a] *ABAQUS/Standard, User's Manual*, Hibbitt, Karlsson, Sorensen, INC., 1998.
- [Aba98b] *ABAQUS/Standard, User's Manual*, Hibbitt, Karlsson, Sorensen, INC., Version 5.8, pp. 6.6.1-5 (fluide) et 6.4.2-3 (thermique) 1998.
- [ALI 89] ALIPRANDI G., *Matériaux réfractaires et céramiques techniques*, Ed. Septima, Paris, 1989.
- [AMM 01] AMMAR A., Modélisation numérique de la cristallisation induite par l'écoulement d'un thermoplastique. Application à l'injection, Thèse de doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan, Cachan, France, 2001.
- [AND 84] ANDERSON D., TANNEHILL J. and PLETCHER R., *Computational fluid mechanics and heat transfer*, Taylor and Francis, 1984.
- [AND 01] ANDREEV K. and HARMUT H., Modelling of the thermo-mechanical behaviour of the lining materials of teeming ladles, *Proc. Unitecr'01*, , 2001, pp. 830-41.
- [ARN 01] ARNOULD F.-N., *Evolution de la composition de matériaux céramiques soumis à un environnement thermique et chimique*, Rapport de stage LMT-Cachan / FIUPSO, 2001.
- [ASH 72] ASHBY M. F., A first report on deformation-mechanism maps, *Acta Metallurgica*, Vol. 20, 1972, pp. 887-897.
- [BAN 95] BANNENBERG N., Demands on refractory material for clean steel production, *Proc. Unitecr'95*, Vol. 1, 1995, pp. 19-22.
- [BAR 95] BARRALIS J. and MAEDER G., *Précis de métallurgie, 6ème édition*, Nathan, 1995.
- [BAZ 97] BAZANT Z. and PLANAS J., *Fracture and size effect in concrete and other quasi-brittle materials*, CRC Press, Boca Raton, FL, 1997.
- [BEN 88] BENALLAL A., BILLARDON R. and DOGHRI I., An integration algorithm and the corresponding consistent tangent operator for fully coupled elastoplastic and damage equations, *Com. on Applied Num. Meth.*, Vol. 4, 1988, pp. 731-740.
- [BER 87] BEREST P., *Chp. Viscoplasticité en mécanique des roches, dans «Manuel de rhéologie des géomatériaux»*, Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, sous la direction de F. Darve, 1987.
- [BIO 41] BIOT M. A., General theory of three-dimensional consolidation, *J. Appl. Physics*, Vol. 2, n° 12, 1941, pp. 151-161.
- [BIO 55] BIOT M. A., Theory of elasticity and consolidation for a porous anisotropic solid., *J. Appl. Physics*, Vol. 2, n° 26, 1955, pp. 182-185.

- [BIO 56] BIOT M. A., Theory of deformation of a porous viscoelastic anisotropic solid., *J. Appl. Physics*, Vol. 5, n° 27, 1956, pp. 459-467.
- [BLO 99] BLOND E., *Approche statistique de la tenue au choc thermique des céramiques, application à une électrode de SOFC*, Rapport de DEA «Mécanique et Matériaux», LMT-Cachan, 1999.
- [BLO 01] BLOND E., SCHMITT N. and HILD F., *Influence de la pression interstielle du laitier sur l'amorçage de l'écaillage des revêtements d'usure en bauxite des poches à acier*, Rapport de Recherche LMT-Cachan / CRDM (Arcelor/Sollac) Dunkerque, 2001.
- [BLU 93] BLUMENFELD P. and GARCIA U. J., *Comportement des dolomies d'AOD. Identification des mécanismes de dégradation dans l'AOD d'Ugine Savoie*, Rapport No. PC/REF RI93041, IRSID, 1993.
- [BLU 95] BLUMENFELD P., *Comportement des réfractaires sans carbone à l'aciérie : imprégnation par les laitiers et effet sur les propriétés mécaniques.*, Rapport interne RI 95/015, IRSID-CRDM (Arcelor/Sollac) Dunkerque, 1995.
- [BLU 97] BLUMENFELD P., PUILLET M., DE LORGERIL J. and VERRELLE D., Effect of service conditions on wear mechanisms of steel ladle refractories, *Proc. Unitecr'97*, , New Orleans, USA, 1997.
- [BLU 98] BLUMENFELD P., *Fiabilisation de la métallurgie secondaire et des réfractaires de poche à acier*, Note Interne, CRDM/REF/PhB/98/11/135, CRDM (Arcelor/Sollac) Dunkerque, 1998.
- [BLU 99] BLUMENFELD P., THILLOU B. and POIRIER J., *Benchmarking des performances des réfractaires de poche à acier et situation de Sollac*, Note Interne, CRDM/PhB/99/08/107, 1999.
- [BLU 02] BLUMENFELD P., Communications personnelles, *Réunions LMT-Cachan / CRDM Dunkerque*, , 1999 - 2002.
- [BOL 60] BOLEY B. A. and WEINER J. H., *Theory of thermal stresses*, Ed. John Wiley and Sons, 1960.
- [BOO 85] BOOKER J. R. and SAVIDOU. C., Consolidation around a point heat source., *Int. J. Num. Analyt. Meth. in Geomech.*, Vol. 9, 1985, pp. 173-184.
- [BÉR 94] BÉRANGER G., HENRY G. and SANZ G., *Le livre de l'acier*, Edition Lavoisier, 1994.
- [CAL 00] CALESSE S., *Album micrographique des matières premières réfractaires*, Document interne, CRDM (Arcelor/Sollac) Dunkerque, 2000.
- [CAR 59] CARSLAW H. S. and JAEGER J. C., *Conduction of heat in solids, second edition*, Ed. Oxford University Press, 1959.
- [CHA 83] CHANG W. S., KNIGHT C., HASSELMAN D. and MITCHNER R., Analysis of thermal stress failure of segmented thick-walled refractory structures, *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 66, n° 10, 1983, pp. 708-713.
- [CIN 00] CINI E., *Permeability of porous media: a new model based on mercury porosimetry*, Rapport IRSID, RE 00.04, 2000.
- [COL 01] COLLINS A. and WEBSTER R., Slag attack mechanisms of aluminosilicate refractories, *The refractories Engineer*, , Janvier 2001, pp. 2-6.
- [COU 91] COUSSY O., *Mécanique des Milieux Poreux*, Ed. Technip, 1991.

- [DER 79] DERSKI W. and KOWALSKI. S. J., Equations of linear thermoconsolidation., *Arch. Mech.*, Vol. 31, n° 3, 1979, pp. 303-316.
- [DES 87] DESCAMPS S. and POIRSON G., *Les moyens expérimentaux d'étude des phénomènes de corrosion par les phases fondues*, Doc interne, Association Technique de la Sidérurgie Française - LRM Nancy, 1987.
- [DUR 01] DUREISSEIX D., LADEVÈZE P. and SCHREFLER B. A., LATIN computational strategy for multiphysics problems, *Euro. Conf. on Comput. Mech.*, 26-29 Juin, Cracovie, Pologne, , 2001.
- [EST 95] ESTERLE M. and LAJOINE J.-P., *article: Bauxites dans «CD-Universalis»*, Encyclopedia Universalis France S.A., 1995.
- [EVE 99] EVENEPOEL I., PICCAVET E. and BLUMENFELD P., *Influence du réfractaire de poche sur la thermique du bain d'acier*, CRDM Dunkerque (Arcelor/Sollac), Rapport interne CRDM 99-07-097R, 1999.
- [FFA01] *L'acier en France en 2000*, Document édité par la Fédération Française de l'Acier, 2001.
- [FIA 97] FIALIN M., POUCHOU J. L. and BRESSE J. F., *Microanalyse X par sonde électronique: méthode Monté-Carlo et modèles de correction*, A.N.R.T. Paris, 1997.
- [FRA 95] FRANÇOIS D., PINEAU A. and ZAOUÏ A., *Comportement mécanique des matériaux. Tome 2: viscoplasticité, endommagement, mécanique de la rupture, mécanique du contact*, Hermes, 1995.
- [GAN 79] GANDHI C. and ASHBY M. F., Overview n°5. Fracture-mechanism maps for materials which cleave: f.c.c, b.c.c and h.c.p. metals and ceramics, *Acta Metallurgica*, Vol. 27, 1979, pp. 1565-1602.
- [GER 73] GERMAIN P., *Cours de mécanique des milieux continus, Vol. 1*, Masson, Paris, 1973.
- [GIR 93] GIRAUD A., *Couplages Thermo-Hydrau-Mécaniques dans les milieux poreux peu perméables: Application aux argiles profondes*, Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, France, 1993.
- [GOR 82] GORISSE F., *Chp. Les essais mécaniques, dans «Le béton hydraulique»*, Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1982.
- [GOT 97] GOTO K., ARGENT B. B. and LEE W. E., Corrosion of MgO-MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> spinel refractory bricks by calcium aluminosilicate slag, *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 80, n° 2, 1997, pp. 461-471.
- [GOT 02] GOTH C., *Ingénierie des lois de comportement et simulation thermomécanique du procédé de fonderie*, Thèse de doctorat, Université Paris 6, Paris, France, 2002.
- [HAK 92] HAKEM N., *Implantation d'une famille de lois de comportement en viscoplasticité unifié dans VISCOENDO version 2.1.1 et 2.1.2*, rapport interne LMT-Cachan, 1992.
- [HAM 92] HAMATA N., *Modélisation du couplage entre élasto-viscoplasticité anisotherme et la transformation de phase d'une fonte G.S. ferritique*, Thèse de doctorat, Université Paris 6, 1992.

- [HAS 69] HASSELMAN D. P., Unified theory of thermal shock fracture initiation and crack propagation in brittle ceramics, *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 52, n° 11, 1969, pp. 600-604.
- [HAS 70] HASSELMAN D. P., Thermal stress resistance parameters for brittle refractory ceramics: a compendium, *Ceram. Bull.*, Vol. 49, 1970, pp. 1033-37.
- [HER 00] HERNANDEZ J., Comportement thermomécanique des bétons réfractaires et des revêtements monolithiques des poches à acier: influence de la déshydratation, Thèse de doctorat, Université Paris 6, Paris, France, 2000.
- [HET 98] HETTEMA M. H. H., WOLF K.-H. A. A. and DE-PATER C. J., The influence of steam pressure on thermal spalling of sedimentary rock: Theory et experiments, *Int. J. Rock Mech. Min. Sci.*, Vol. 35, n° 1, 1998, pp. 3-15.
- [JAU 95] JAUZEIN A., *article: Dolomies dans «CD-Universalis»*, Encyclopaedia Universalis France S.A., 1995.
- [JON 00] JONES P. T., BLANPAIN B., WOLLANTS P., DINGS R. and HALLEMANS B., Degradation mechanisms of magnesia-chromite refractories in vacuum-oxygen-decarburisation ladles during production of stainless steel, *Iron and Steelmaking*, Vol. 27, n° 3, 2000, pp. 228-237.
- [JUS 01] JUSTUS S. M., ANDRADE R. M., SILVA S. N., MARQUES O. R., CAVA S. S., SOLEDADE L. E. B., SANTOS I. M. G., BALTOS J. B., LEITE E. R., PASKOCIMAS C. A., VARELA J. A. and LONGO E., Saving money in the iron and steel industry through better understanding of refractory corrosion mechanisms, *Proc. Unitecr'01*, Vol. 1, 2001, pp. 139-156.
- [KIN 55] KINGERY W. D., Factors affecting thermal stress resistance of ceramic materials, *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 38, n° 1, 1955, pp. 3-15.
- [KIN 76] KINGERY W. D., BOWEN H. and UHLMANN D., *Introduction to ceramics*, John Wiley and Sons, 1976.
- [KUR 89] KURASHIGE M., A thermoelastic theory of fluid-filled porous materials., *Int. J. Solids Structures*, Vol. 25, n° 9, 1989, pp. 1039-1052.
- [LAB 91] LABORDERIE C., Phénomènes unilatéraux dans un matériau endommageable: modélisation et application à l'analyse de structures en béton, Thèse de doctorat, Université Paris 6, Paris, France, 1991.
- [LAD 83] LADEVÈZE P., *Sur une théorie de l'endommagement anisotrope*, Rapport interne LMT-Cachan, 1983.
- [LEC 92] LECOQ X. and VENTURINI M. J., *Les mécanismes d'usure des réfractaires du creuset du Haut Fourneau: Synthèse bibliographique*, rapport interne RI 92.054, IRSID, décembre 1992.
- [LEE 98] LEE W. E. and MOORE R. E., Evolution of in-situ refractories in the 20th century, *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 81, n° 6, 1998, pp. 1381-1410.
- [LEH 01] LEHMANN J., BOHER M., SOULARD H. and GATELLIER. C., Metal/Refractory Interactions: A Thermodynamic Approach, *Proc. Unitecr'01*, Vol. 1, 2001, pp. 23-36.
- [LEM 92] LEMAITRE J., *A course on damage mechanics*, Springer-Verlag, 1992.
- [LEM 01] LEMAITRE J. and CHABOCHE J.-L., *Mécanique des matériaux solides*, 2<sup>de</sup> édition, Dunod, 2001.

- [LEV 64] LEVIN E., ROBBINS C. and MCMURDIE H., «*Phase diagrams for ceramists*» Figs 364-667 pp142, 231-232, American Ceramic Society, 1964.
- [MAN 66] MANDEL J., *Cours de mécanique des milieux continus*, Gauthiers-Villars, Paris, 1966.
- [MAN 00] MANDELIS A., Diffusion waves and their uses, *Physics Today*, Vol. 53, n° 8, 2000, pp. 29-34.
- [MAR 89] MARQUIS D., *Phénoménologie et thermodynamique: couplages entre thermoélasticité, plasticité, vieillissement et endommagement*, Thèse de doctorat d'état, Université Paris 6, Paris, France, 1989.
- [MAT 01] MATSUHITA T., OHUCHI T., SASAKA I., YOSHITOMI J. and MUKAI K., Direct observations of molten steel penetration into porous refractory, *Proc. Unitecr'01*, , 2001, pp. 1381-1397.
- [MAU 78] MAURICE F., MENY L. and TIXIER R., *Ecole d'été de St Martin-d'heres: Microanalyse et microscopie électronique à balayage*, Les éditions de la physique, 1978.
- [MAU 92] MAUGIN G. A., *The thermomechanics of plasticity and fracture*, Cambridge University Press, 1992.
- [MAZ 84] MAZARS J., *Application de la mécanique de l'endommagement au comportement non-linéaire et à la rupture du béton de structure*, Thèse de doctorat d'état, Université Paris 6, Paris, France, 1984.
- [MCC 57] MCCUNE S. E., GREANEY T. P., ALLEN W. C. and SNOW R. B., Reaction between  $K_2O$  and  $Al_2O_3-SiO_2$  refractories as related to blast-furnace linings, *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 40, n° 6, 1957, pp. 187-95.
- [MCG 61] MCGEE T. D. and DODD C. M., Mechanism of secondary expansion of high-alumina refractories containing calcined bauxite, *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 44, n° 6, 1961, pp. 277-283.
- [MCT 86] MCTIGUE D. F., Thermoelastic response of fluid-saturated porous rock., *J. of Geophysical Research*, Vol. B9, n° 91, 1986, pp. 9533-9542.
- [MOH 99] MOHTAR R. H. and SEGERLIND L. J., Dynamic time step and stability criteria comparison for the heat diffusion equation, *Int. J. of Thermal Sciences*, Vol. 38, 1999, pp. 475-480.
- [MOK 97] MOKHTARI M. and MESBAH A., *Apprendre et maîtriser Matlab*, Ed. Springer, 1997.
- [MOL 01] MOLIN I. A., AHARI K. G., JOSIEK B. and MOLIN J., High temperature property development of bauxite based bricks, *Proc. Unitecr'01*, , Cancun, Mexique, 2001, pp. 1759-67.
- [NAG 92] NAGAI B., MATSUMOTO O., ISOBE T. and NISHIUMI Y., Wear mechanism of castable for steel ladle by slag, *Taikabutsu Overseas*, Vol. 12, n° 1, 1992, pp. 15-20.
- [ONI 80] ONILLON M. and PERRIN J., Hydrodynamique et physico-chimie de l'attaque des réfractaires industriels par les laitiers sidérurgiques, part I et II, *Bul. Soc. Française de Céramique*, Vol. 128 et 129, 1980, pp. 3-12.
- [PAL 82] PALCIAUSKAS V. V. and DOMENICO P. A., Characterization of drained et undrained responses of thermally loaded repository rocks, *Water Resources Research*, Vol. 18, n° 2, 1982, pp. 281-290.

- [PEE 99] PEERLINGS R. H. J., Enhanced damage modelling for fracture and fatigue, Thèse de doctorat, TU Eindhoven, 1999.
- [PER 02] PERIGNON E., *Etude de la composition et de la microstructure d'une céramique réfractaire imprégnée par un laitier sidérurgique*, Rapport de stage LMT-Cachan / FIUPSO, 2002.
- [PGT94] *Notice des sondes EDX Princenton Gamma Tech*, Princenton Gamma Tech, INC., 1994.
- [PIL 88] PILVIN P., Identification des paramètres de modèles de comportement, *Proc. International seminar on the inelastic behaviour of solids: models and utilization*, Ed. MECAMAT, Besançon, France, , 1988, pp. 155-164.
- [POI 94] POIRIER J., *Thermochimie de base et appliquée*, cours CESSID «Réfractaires», 1994.
- [POI 00] POIRIER J., GUIBAN M.-A., BLUMENFELD P., BOHER M. and BOURRIER P., Contribution des réfractaires à la qualité et à la propreté métallurgique des produits plats au carbone, *La revue de Métallurgie-CIT*, , Octobre 2000, pp. 1145-1159.
- [POI 01] POIRIER J., *Chp. Matériaux Réfractaires dans Propriétés et applications des céramiques*, pub. P. Boch, Editions Hermes Science, 2001.
- [POI 02a] POIRIER J., Communications personnelles, *Réunions LMT-Cachan / CRDM Dunkerque*, , 1999 - 2002.
- [POI 02b] POIRIER J., BOUCHETOU M., QAFSSAOUI F. and SCHMITT N., Identification et modélisation des micro-mécanismes à l'origine du comportement et des dégradations des céramiques réfractaires, *CD-Rom Conférence Matériaux 2002, Tours, France*, , 2002.
- [PRI 99] PRIGOGINE I. and KONDEPUDI D., *Thermodynamique : Des moteurs thermiques aux structures dissipatives*, Odile Jacob sciences, 1999.
- [PRO 95a] PROVOST G., GEHIN G. and DE LORGERIL J., Technical analysis of the refractory products behavior in the iron and steel process condition. Results in the French steel industry 1985 - 1995: prospects, *Proc. Unitecr'95*, Vol. 3, 1995, pp. 291-298.
- [PRO 95b] PROVOST G. and POIRIER J., *Etude des contraintes thermomécaniques développées dans les produits et les maçonneries pour l'optimisation des revêtements de poche à acier*, Rapport IRSID, CRDM (Arcelor/Sollac) Dunkerque, European Commission Material and Steel, convention 7210-CC/301, 1995.
- [QUI 00] QUINN J., *Implémentation d'une loi de transfert de chaleur dans un code pour modéliser le refroidissement des pièces en polymère injecté*, DEA «Procédés de Fabrication», LMT-Cachan, 2000.
- [REE 93] REED S. J. B., *Electron Microprobe Analysis: 9-Lithium drifted silicon detectors. 2nd edition*, Cambridge University Press, 1993.
- [RIC 76] RICE J. R. and CLEARY. M. P., Some basic stress diffusion solutions for fluid-saturated elastic porous media with compressible constituents., *Reviews of Geophys. and Space Phys.*, Vol. 2, n° 14, 1976, pp. 227-241.
- [ROB 95] ROBIN J.-M., Comportement thermomécanique des céramiques réfractaires, Thèse de doctorat, Université Paris 6, Paris, France, 1995.

- [SAL 95] SALENÇON J., *Mécanique du continu, Tomes 1 et 2*, Ellipses, 1995.
- [SAR 01a] SARAFRAZ A. and ROSHANFEKR S., The effect of slag basicity on corrosion of refractories in copper converter, *Proc. Unitecr'01*, , 2001, pp. 514-524.
- [SAR 01b] SARPOOLAKY H., ZHANG S., ARGENT B. B. and LEE W. E., Influence of grain phase on slag corrosion of low-cement castable refractories, *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 82, n° 2, 2001, pp. 426-34.
- [SCH 95] SCHACHT C. A., *Refractory linings*, Ed. Marcel Dekker, Inc., 1995.
- [SCH 00] SCHMITT N., BERTHAUD Y. and POIRIER J., Tensile behaviour of magnesia carbon refractories, *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 20, n° 12, 2000, pp. 2239-2248.
- [Ses01] La sidérurgie française, une industrie en pleine refonte, «*Le 4 pages des statistiques industrielles*», *SESSI, DIGITIP, Ministère de l'Economie, des finances et de l'Industrie*, , n° 143, 2001.
- [Sla95] *Slag Atlas, 2nd edition*, Verein Deutscher Eisenhüttenleute (VDEh), Verlag Stahleisen GmbH, Dusseldorf, ISBN 3-514-00457-9, 1995.
- [TER 03] TERNY-REBEYROTTE K., Comportement thermomécanique d'une structure réfractorisée comportant des joints. Application à une poche à acier, Thèse de doctorat, Ecole Supérieure de l'Energie et des Matériaux, Orléans, France, en cours 2003.
- [THE 25] THERZAGHI K., *Principle of soil mechanics*, MacGraw-Hill, New York, USA, 1925.
- [THE 94] THEMINES D., *Comportement des maçonneries*, Séminaire CESSID, CRDM/DT/05/94/105, 1994.
- [THI 98] THIMUS J.-F., ABOUSLEIMAN Y., CHENG A.-D., COUSSY O. and DETOURNAY E., *Poromechanics, a tribute to Maurice A. Biot - Proc. of the first Biot Conference*, A.A Balkema/Rotterdam (The Netherlands), 1998.
- [Tic96] *Les techniques de l'ingénieur*, Vol. AM5, n° A2010-A2011, 1996.
- [UDA 95] UDAGAWA E., MAEDA E., KUMAGAI M. and TAGUCHI S., Detection of crack formation during slag-penetration-spalling-test by A.E. analysis, *Proc. Unitecr95*, Vol. 3, 1995, pp. 331-338.
- [UK99] <http://www.uksteel.org.uk/diag1.htm>, UK Steel Association, 1999.
- [VER 81] VERMEER P. A. and VERRUIJT A., An Accuracy Condition for Consolidation by Finite Elements, *Int. J. for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics*, Vol. 5, 1981, pp. 1-14.
- [WAN 99] WANG Y. and PAPAMICHOS E., Thermal effects on fluid flow and hydraulic fracturing from wellbores and cavities in low-permeability formations, *Int. J. Num. Anal. Meth. Geomech.*, Vol. 23, 1999, pp. 1819-34.
- [WAR 01] WARMAN M. O., Understanding teeming ladle wear - The last forty years, *The refractories Engineer*, , Mars 2001, pp. 2-10.
- [XIE 01] XIE D. and TRAN T., Studies of dynamic refractory-slag interactions using in-situ gravimetric technique, *Proc. Unitecr'01*, , 2001, pp. 1418-31.
- [YAB 83] YABE S., MORITA Y., SUZUKI T., HARADA K. and MURAKAMI Y., Brittle layer on carbon refractory in the hearth of a Blast Furnace, *Inter-ceram*, Vol. Special Issue on Refractories, 1983.

- [ZHA 00] ZHANG S., REZAIE H. R., SARPOOLKAY H. and LEE W. E., Alumina dissolution into silicate slag, *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 83, n° 4, 2000, pp. 897-903.
- [ZHA 01] ZHANG S., LEE W. E. and WUHAN L., Penetration and corrosion of magnesia castables by silicate slags, *Proc. Unitecr'01*, , 2001, pp. 65-80.
- [ZIE 89] ZIENKIEWICZ O. C. and TAYLOR R. L., *Basic formulation and linear problem*, Mac Graw Hill, 1989.



# Principales notations utilisées

## Chapitre 3 :

$\underline{\underline{\sigma}}$	tenseur des contraintes de Cauchy
$\underline{\underline{S}}$	déviateur du tenseur des contraintes de Cauchy
$\underline{\underline{\varepsilon}}$	tenseur des déformations infinitésimales
$\underline{u}$	vecteur déplacement du squelette solide
$\underline{n}$	normale sortante à la surface considérée
$p$	pression moyenne dans le fluide saturant
$T$	température
$P = p - p_i$	fluctuation de la pression interstitielle au point considéré
$P_{nd}$	fluctuation de la pression interstitielle en condition non drainée
$\theta = T - T_i$	fluctuation de température au point considéré
$\tilde{H}$	fonction complexe associée à la fonction réelle $H$
$\alpha$	coefficient de dilatation thermique sécant
$\lambda$	conductivité thermique
$\rho$	masse volumique
$C_p$	chaleur massique à pression constante
$D_T$	diffusivité thermique
$h$	coefficient de convection thermique
$K$	coefficient de compressibilité
$k$	conductivité hydraulique
$k_s$	coefficient de convection hydraulique
$k'$	perméabilité hydraulique
$k_{int}$	perméabilité intrinsèque
$\eta$	viscosité dynamique
$\lambda_L, \mu_L$	coefficients de Lamé
$\nu$	coefficient de Poisson
$E$	module d'Young
$b$	coefficient de Biot
$M$	module de Biot
$D_H$	diffusivité hydraulique
$\mu$	racine carrée du rapport des diffusivités (thermique/hydraulique)
$m$	densité d'apport de masse fluide (rapportée à l'unité de volume initial)
$\Phi$	porosité
$\delta_v$	coefficient de variation volumique relative pore/fluide

$\Omega$	volume (solide + fluide) imprégné
$\partial\Omega_f$	surface où les efforts sont imposés
$\partial\Omega_u$	surface où les déplacements sont imposés
$\partial\Omega_{p_1}$	surface où la pression interstitielle est imposée
$\partial\Omega_{p_2}$	surface où le flux de masse fluide est imposé
$\partial\Omega_{T_1}$	surface où la température est imposée
$\partial\Omega_{T_2}$	surface où le flux de chaleur est imposé

**Convention pour les indices :**

$i$	comme initial, pour la température par exemple
$o$	pour les caractéristiques drainées
	pas d'indice pour les caractéristiques non drainées
$f$	pour les caractéristiques de la phase fluide
$s$	pour les caractéristiques du squelette solide

**Relations remarquables [COU 91] :**

$$b = 1 - \frac{K_0}{K_s} \quad (1)$$

$$\frac{1}{M} = \frac{b - \Phi_i}{K_s} + \frac{\Phi_i}{K_{fl}} \quad (2)$$

$$K = \frac{E}{3(1 - 2\nu)} \quad (3)$$

$$\lambda_L = \frac{\nu E}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)} \quad (4)$$

$$\mu_L = \frac{E}{2(1 + \nu)} \quad (5)$$

$$k' = \rho g k \quad (6)$$

$$\eta k = k_{int} \quad (7)$$

$$\eta k' = \rho g k_{int} \quad (8)$$

## Chapitre 4 :

$\underline{\underline{\underline{\sigma}}}$	tenseur des contraintes de Cauchy
$\underline{\underline{\underline{\varepsilon}}}$	tenseur des déformations totales (infinitésimales)
$\underline{\underline{\underline{\varepsilon}}}_p$	tenseur des déformations plastique (infinitésimales)
$\underline{\underline{\underline{\varepsilon}}}_{th}$	tenseur des déformations thermique (infinitésimales)
$\underline{\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}}_v$	tenseur des taux de déformation visqueuse totale (infinitésimales)
$\underline{\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}}_v^\pm$	tenseur des taux de déformation visqueuse en traction/compression
$\underline{\underline{\underline{C}}}$	tenseur de Hooke d'ordre quatre
$\underline{\underline{\underline{S}}}$	déviateur du tenseur des contraintes de Cauchy
$\underline{\underline{\underline{S}}}^\pm$	déviateur de la partie positive/négative du tenseur des contraintes de Cauchy
$\underline{\underline{I}}_1^\pm$	trace de la partie positive/négative du tenseur des contraintes
$E$	module d'Young
$\nu$	coefficient de Poisson
$n$	exposant de Norton
$K$	coefficient de la loi de Norton
$n^\pm$	exposant de Norton en traction/compression
$K^\pm$	coefficient de la loi de Norton en traction/compression
$\sigma_y^\pm$	limite élastique en traction/compression
$f^\pm$	fonction seuil en traction/compression
$\alpha$	coefficient de dilatation thermique sécant
$V_k$	variable interne autres que la déformation plastique
$A_k$	force thermodynamique associé à $V_k$
$\Psi$	énergie libre de Helmholtz
$\Phi_1$	dissipation intrinsèque
$\Phi_2$	dissipation thermique
$s$	entropie massique
$J_2^\pm$	second invariant du déviateur de la partie positive/négative du tenseur des contraintes de Cauchy

# Annexe A

## Principe de base du M.E.B. et de l'analyse E.D.S

L'ensemble des observations et des analyses chimiques a été réalisé au LMT-Cachan. Différents moyens ont été mis en oeuvre suivant l'état d'avancement des travaux : loupe binoculaire, microscope optique, Microscope Electronique à Balayage (M.E.B., Hitachi S-510) et sonde E.D.S. (Energie Dispersive Spectroscopy of X-rays, Princeton Gamma-Tech XS14-H005). Le principe de base de l'imagerie M.E.B. et de l'analyse élémentaire par sonde E.D.S. est résumé ci-après. Pour plus de précisions, on pourra se reporter aux ouvrages référencés.

### A.1 Microscope Electronique à Balayage

Le Microscope Electronique à Balayage utilise un faisceau d'électrons qui balaie, point par point, une surface correspondant à une fenêtre d'analyse sur l'échantillon. Sous l'impact de ce faisceau, différents rayonnements sont émis [MAU 78] : photons, électrons secondaires, électrons rétrodiffusés et électrons Auger. A partir de la détection des électrons secondaires (et parfois des électrons rétrodiffusés), on construit une image de la surface.

En pénétrant l'échantillon, le faisceau d'électrons diffuse et constitue un volume d'interaction (poire de diffusion, figure A.1) dont la forme dépend principalement de la tension d'accélération et du numéro atomique de l'échantillon. En moyenne, ce volume avoisine le  $\mu m^3$ . Pour être détectés, les particules et les rayonnements émis en profondeur doivent atteindre la surface de l'échantillon. La profondeur maximale de détection, et par conséquent la résolution, dépend de l'énergie des rayonnements captés.

Les électrons secondaires sont des électrons de faible énergie ( $\leq 50$  eV), éjectés de l'échantillon sous l'effet du bombardement. De ce fait, seuls les électrons secondaires produits près de la surface sont détectés. Ils permettent de réaliser des images avec une haute résolution (3-5 nm). Le contraste est principalement dû au relief de l'échantillon, mais on peut également observer un contraste chimique dans le cas de grandes différences de numéro atomique.

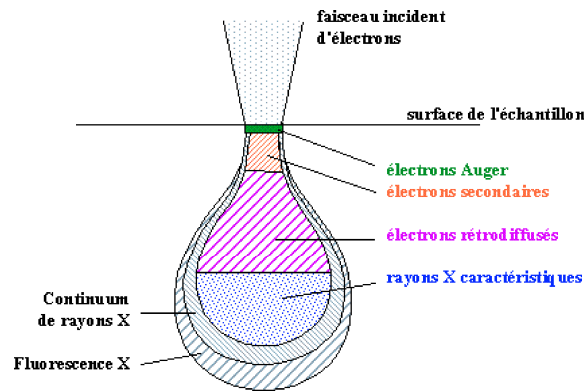


FIG. A.1 – *Interaction entre le faisceau d'électrons et la matière*

## A.2 Sonde E.D.S

Accouplée à un M.E.B., la sonde E.D.S. permet de faire de la microanalyse X à sélection d'énergie par détection et comptage des photons émis lors des chocs inélastiques électrons/atomes. C'est à partir du spectre en énergie ainsi obtenu que les analyses qualitatives, semi-quantitatives et quantitatives sont possibles.

L'éjection d'un électron profond (i.e., électron secondaire) provoque l'ionisation de l'atome. La durée de vie de cet état excité est faible ( $\leq 10^{-15}$ s). L'atome recouvre son état d'équilibre en libérant l'énergie correspondant au saut d'un électron d'un niveau externe vers un niveau interne (figure A.2). Cette transition s'accompagne de l'émission d'un rayonnement radioactif caractéristique : le rayonnement X. Le niveau d'énergie du photon X est donc une caractéristique de la transition énergétique (i.e.,  $K_\alpha$ ,  $K_\beta$ , ..) et de l'atome (numéro atomique).

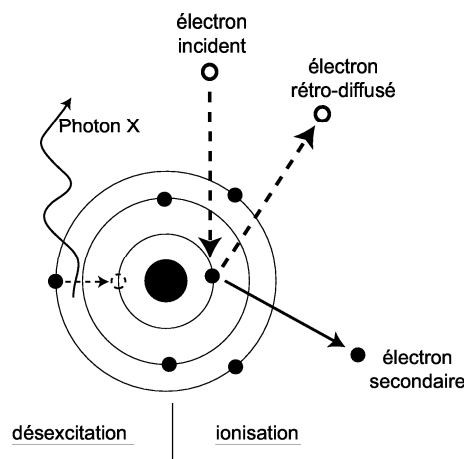


FIG. A.2 – *Schéma de l'interaction faisceau d'électron - atome*

La détection des photons émergeant de la cible se fait à l'aide d'une diode au silicium dopée au lithium qui génère des impulsions électriques d'amplitude proportionnelle à l'énergie des photons X qui l'impactent. Ces impulsions sont distribuées dans

des domaines d'énergie en fonction de leur amplitude et comptabilisées en nombre de coups par seconde. Ainsi, l'intensité de chaque raie correspond au nombre de coups par seconde obtenu sur une certaine bande d'énergie centrée sur le maximum du pic.

A l'issue d'une mesure, on obtient un spectre d'énergie comme celui présenté figure A.3. Il est composé d'un spectre continu et d'un spectre caractéristique. Le spectre continu est dû à la décélération des électrons dans la matière, qui correspond à une perte continue d'énergie, transformée en une émission de photons X d'énergie variable. Le spectre caractéristique est constitué d'une série de raies d'intensité variable et d'énergie discrète. Le niveau d'énergie de chacune des raies (i.e., sa position suivant l'abscisse) correspond à l'énergie restituée au moment de la transition entre les couches électroniques des atomes. Par conséquent, l'ensemble des positions énergétiques des raies permet de déterminer le numéro atomique de l'élément chimique analysé, et donc sa nature.

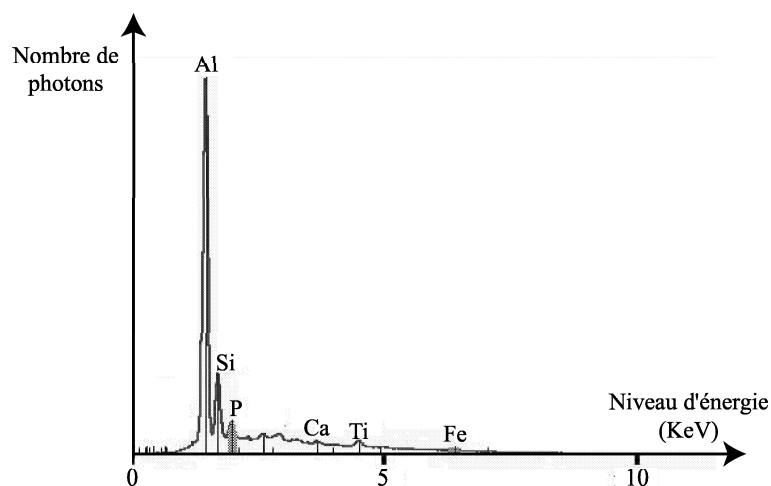


FIG. A.3 – Exemple de spectre d'émission X recueilli sur un échantillon de B80PCU imprégnée (tension d'accélération : 10 keV)

Le spectre présente des limites en énergie au-delà desquelles les raies caractéristiques ne sont plus visibles : la limite supérieure est donnée par l'énergie des électrons incidents (énergie d'excitation trop faible), la limite inférieure par l'incapacité du détecteur (les photons de moins de 1 keV (Na) sont absorbé par la fenêtre de béryllium du détecteur [REE 93]).

La hauteur (ou intensité) de la raie est fonction du nombre de photons comptabilisés durant la mesure et peut donc être reliée au titre massique de l'élément recherché. Il est donc intéressant d'optimiser les conditions opératoires afin de limiter les erreurs de mesure de cette intensité.

## A.2.1 Optimisation des conditions d'acquisition

Une forme analytique (empirique) de l'intensité d'une raie  $l$  de l'élément A est donnée par [FIA 97]:

$$I_A^l \approx C_A \frac{N}{M_A} n \frac{\Omega}{4\pi \cos(\alpha)} \varepsilon P_l (1 + T_{kc}) Q_A^l(E_o) \omega_A^l \int_0^\infty \Phi(\rho z) \exp\left(\frac{\mu z}{\rho \sin(\theta)}\right) d\rho z (1 + k_{fc}^f + k_c^f) \quad (\text{A.1})$$

avec :

$E_o$	énergie des électrons incidents
$N$	nombre d'Avogadro
$Z$	numéro atomique de l'élément
$C_A$	concentration de l'élément A
$M_A$	masse atomique de l'élément A
$n$	nombre d'électrons incidents
$\Omega$	angle solide de détection
$\omega_A^l$	rendement de fluorescence de la raie 1 de l'élément A
$\varepsilon$	rendement du détecteur
$P_l$	poids de la raie à analyser
$(1 + T_{kc})$	facteur des transitions de Coster-Kronig
$\alpha$	angle de tilt de l'échantillon
$Q_A^l(E_o)$	section efficace d'ionisation du niveau l de l'atome A pour des électrons incidents d'énergie $E_o$
$\frac{\mu}{\rho}$	coefficient d'absorption massique
$\theta$	angle d'émergence
$1 + k_{fc}^f + k_c^f$	facteur de fluorescence des raies $k_{fc}^f$ et du fond continu $k_c^f$
$\Phi(\rho z)$	fonction de distribution de l'émission X en profondeur

L'ensemble de ces coefficients se subdivise en deux grandes catégories :

- Les facteurs dépendant de l'échantillon :  $A$ ,  $Z$ ,  $C_a$ ,  $\omega_A^l$ ,  $\Phi(\rho z)$
- Les facteurs dépendant des conditions d'analyse, qui eux même se subdivisent :
  - géométrie détecteur/échantillon :  $\Omega$ ,  $\alpha$ ,  $\theta$  ;
  - faisceau d'électrons :  $E_o$  (qui influe sur  $Q_A^l(E_o)$ ),  $n$  ;
  - détecteur :  $\varepsilon$ .

Les coefficients liés à l'échantillon et au détecteur sont généralement des données figées. De plus, la géométrie détecteur / échantillon est fixée par l'installation de la sonde dans le M.E.B. Seul l'angle de tilt peut évoluer, mais, pour une analyse quantitative, il est souhaitable d'avoir un angle de tilt nul. Les coefficients liés au faisceau ( $E_o$ ,  $Q_A^l(E_o)$  et  $n$ ) sont les seuls qui peuvent être ajustés afin d'optimiser la détection de l'élément dont on cherche à connaître la concentration massique.

### • Tension d'accélération

Pour qu'un électron d'une couche orbitale de basse énergie puisse être expulsé, il faut que l'énergie  $E_o$  des électrons du faisceau incident soit supérieure à l'énergie critique nécessaire à l'expulsion. En pratique, pour une bonne excitation, l'énergie du faisceau doit être au moins égale à 2,5 fois l'énergie de la raie que l'on désire exciter. Les énergies des raies  $K_\alpha$  et  $K_\beta$  des éléments chimiques majoritaires dans cette étude sont présentées dans le tableau A.1.

	Al	Si	P	Ca	Ti	Fe
$K_\alpha$	1,487	1,74	2,015	3,691	4,51	6,403
$K_\beta$				0,341	0,452	0,704

TAB. A.1 – Energies d'excitation des éléments majoritaires (KeV)

### • Intensité du filament

Celle-ci doit être réglée de sorte à optimiser le rendement d'émission du filament de tungstène afin d'avoir une valeur élevée du nombre d'électrons incidents  $n$ . La figure A.4 présente l'influence de l'intensité du filament sur le rendement d'émission.

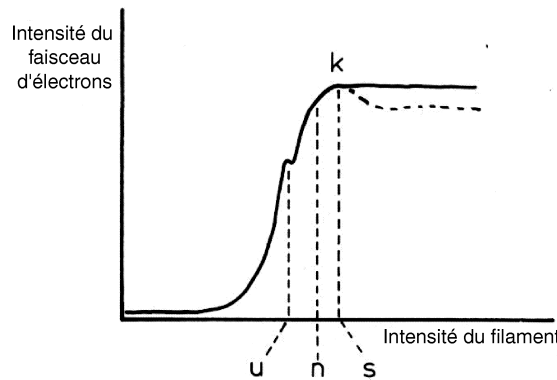


FIG. A.4 – Evolution de l'intensité du faisceau d'électrons avec l'intensité du filament

Lorsque l'intensité du filament augmente, le courant d'émission augmente également jusqu'à atteindre un pic à l'abscisse «u». Après ce pic local, le courant d'émission remonte à nouveau jusqu'à un plateau de saturation qui démarre en «s». L'idéal est de fixer l'intensité à un niveau juste avant la saturation du filament, par exemple en «n», de sorte à avoir un bon rapport courant d'émission/durée de vie du filament.

### • Intensité du faisceau d'électrons

Après avoir réglé la tension d'accélération et le courant d'émission, l'énergie du faisceau est fixée. Il est alors possible de concentrer celle-ci sur une zone plus ou



moins grande en utilisant des lentilles magnétiques de convergence ou de focalisation. Cette manipulation permet de régler l'intensité du faisceau qui est directement reliée au nombre d'électrons incidents  $n$ . L'intensité est mesurée à l'aide d'une cage de Faraday équipée d'un pico-ampèremètre. Il est également possible d'ajuster celle-ci en contrôlant le nombre de coups par seconde reçu par le détecteur de la sonde E.D.S.

### A.3 Analyse quantitative

La concentration d'un élément chimique dans un échantillon est déterminée en faisant le rapport de l'intensité des raies caractéristiques de l'échantillon et de celles obtenues sur des témoins (ou standards) dans les mêmes conditions. Si, comme nous allons le voir, une légère fluctuation énergétique du faisceau d'électrons peut être prise en compte, la géométrie échantillon/détecteur doit elle, être strictement identique. Si l'on indice par «ref» le standard, alors l'utilisation de l'expression (A.1) donne :

$$\frac{I_A}{I_A^{ref}} = \frac{C_A}{C_A^{ref}} \frac{i}{i^{ref}} \frac{Q_A^l(E_o)}{Q_A^l(E_o^{ref})} \frac{\int_0^\infty \Phi(\rho z) \exp\left(\frac{\mu z}{\rho \sin(\theta)}\right) d\rho z (1 + F)}{\int_0^\infty \Phi^{ref}(\rho z) \exp\left(\frac{\mu z}{\rho \sin(\theta^{ref})}\right) d\rho z (1 + F^{ref})} \quad (\text{A.2})$$

avec  $i$  l'intensité du faisceau ( $n = i\delta t$  où  $\delta t$  est le temps d'acquisition) et  $F$  un facteur représentant la fluorescence. Le rapport des intégrales représente les effets liés à l'absorption, au numéro atomique et à la fluorescence. Les autres rapports ne concernent que des fluctuations de conditions d'acquisition en terme d'intensité et de tension d'accélération du faisceau. A ce stade, différentes hypothèses peuvent être faites, chacune menant à une concentration différente.

#### • Concentration apparente

Si l'on considère que les conditions opératoires sont strictement identiques pour le témoin et l'échantillon, alors on détermine la concentration apparente par :

$$C_A = \frac{I_A^{ref}}{I_A} C_A^{ref} \quad (\text{A.3})$$

En pratique, il est possible d'affiner rapidement ce résultat si l'on dispose d'un pico-ampèremètre en ajoutant un terme correcteur :

$$C_A = \frac{I_A^{ref}}{I_A} \frac{i^{ref}}{i} C_A^{ref} \quad (\text{A.4})$$

Dans le cas de matériaux hétérogènes à plusieurs constituants, ce type d'estimation peut donner des résultats douteux. En effet, les atomes de faible numéro atomique peuvent être excités par fluorescence par les atomes de numéro atomique plus élevé, ce qui augmente l'intensité des raies associées aux éléments de faible numéro atomique. Ainsi, leur concentration apparente est sur-évaluée.

- **Concentration réelle**

La concentration réelle peut être déduite de l'expression (A.2) à condition de déterminer les différents ratios. Dans ce but, différentes techniques peuvent être utilisées. Par exemple, la méthode Z.A.F. estime numériquement, par itérations successives, le rapport des intégrales. C'est cette méthode qui est utilisée dans le programme informatique «IMIX» associée à la sonde utilisé au LMT-Cahan [PGT94]. On accède ainsi à une concentration calculée qui tient compte des effets de numéro atomique (Z), d'absorption (A) et de fluorescence (F).

- **Analyse quantitative / semi-quantitative**

La terminologie «analyse quantitative» désigne usuellement les analyses faites avec l'échantillon et les témoins présents simultanément dans la chambre du M.E.B. On procède alors à l'acquisition séquentielle des spectres de l'échantillon et des témoins. Cette méthode permet d'accéder à des données quantitatives très fiables car elle minimise les possibilités de fluctuations des conditions d'acquisition.

Par analyse «semi-quantitative», on désigne généralement une analyse faite par comparaison du spectre échantillon avec une banque de spectres de référence établie préalablement. Cette méthode donne des résultats nécessairement moins précis de par la quasi non-reproductibilité des conditions d'acquisition.

## Annexe B

### Nullité du terme $A(t)$ pour les problèmes unidimensionnel présentant une face libre

Soit un problème de consolidation thermique unidimensionnel. Alors, le champ de déplacement est donné par  $\underline{u}(M,t) = u(x,t)\underline{e}_x$  et l'équation de Navier-Stokes (3.29) se ramène à :

$$\frac{\partial}{\partial x} \left[ a \frac{\partial u}{\partial x} - \frac{b}{3K_0} P - \alpha_0 \theta \right] = 0 \quad (\text{B.1})$$

En unidimensionnel, l'équation de transport de la masse fluide (3.30) se ramène à :

$$\frac{\partial^2 P}{\partial x^2} - \frac{1}{kM} \frac{\partial P}{\partial t} = \frac{b}{k} \frac{\partial^2 u}{\partial x \partial t} - \frac{3\alpha_m}{k} \frac{\partial \theta}{\partial t} \quad (\text{B.2})$$

De même, l'équation de la chaleur (3.24) se ramène à :

$$\frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} - \frac{\rho C_p}{\lambda} \frac{\partial \theta}{\partial t} = 0 \quad (\text{B.3})$$

L'intégration de l'équation (B.1) par rapport à  $x$  donne :

$$a \frac{\partial u}{\partial x} = \alpha_0 \theta + \frac{b}{3K_0} P + A(t) \quad \forall (x,t) \in (\Omega \times [0, \infty[) \quad (\text{B.4})$$

Soit  $\partial\Omega_c$  la face libre du milieu unidimensionnel considéré, alors :

$$\underline{\underline{\sigma}} \cdot \underline{n} = \underline{0} \quad \forall (x,t) \in (\partial\Omega_c \times [0, \infty[) \quad (\text{B.5})$$

L'introduction de la relation de comportement (3.15) dans cette condition aux limites donne :

$$3aK_0 \frac{\partial u}{\partial x} - bP - 3\alpha_0 K_0 \theta = 0 \quad \forall (x,t) \in (\partial\Omega_c \times [0, \infty[) \quad (\text{B.6})$$

Ce qui conduit à :

$$a \operatorname{Tr}(\underline{\underline{\varepsilon}}) - \frac{b}{3K_0} P - \alpha_0 \theta = 0 \quad \forall (x,t) \in (\partial\Omega_c \times [0, \infty[) \quad (\text{B.7})$$

Or :

$$A(t) = a \operatorname{Tr}(\underline{\underline{\varepsilon}}) - \frac{b}{3K_o} P - \alpha_0 \theta \quad (\text{B.8})$$

Donc, pour les problèmes unidimensionnels présentant une face libre, on à :

$$A(t) = 0 \quad \forall t \quad (\text{B.9})$$